



การชุบแข็งที่ผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือโดยการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ

วิทยานิพนธ์
ของ
สุนิษา แก้วนิตย์

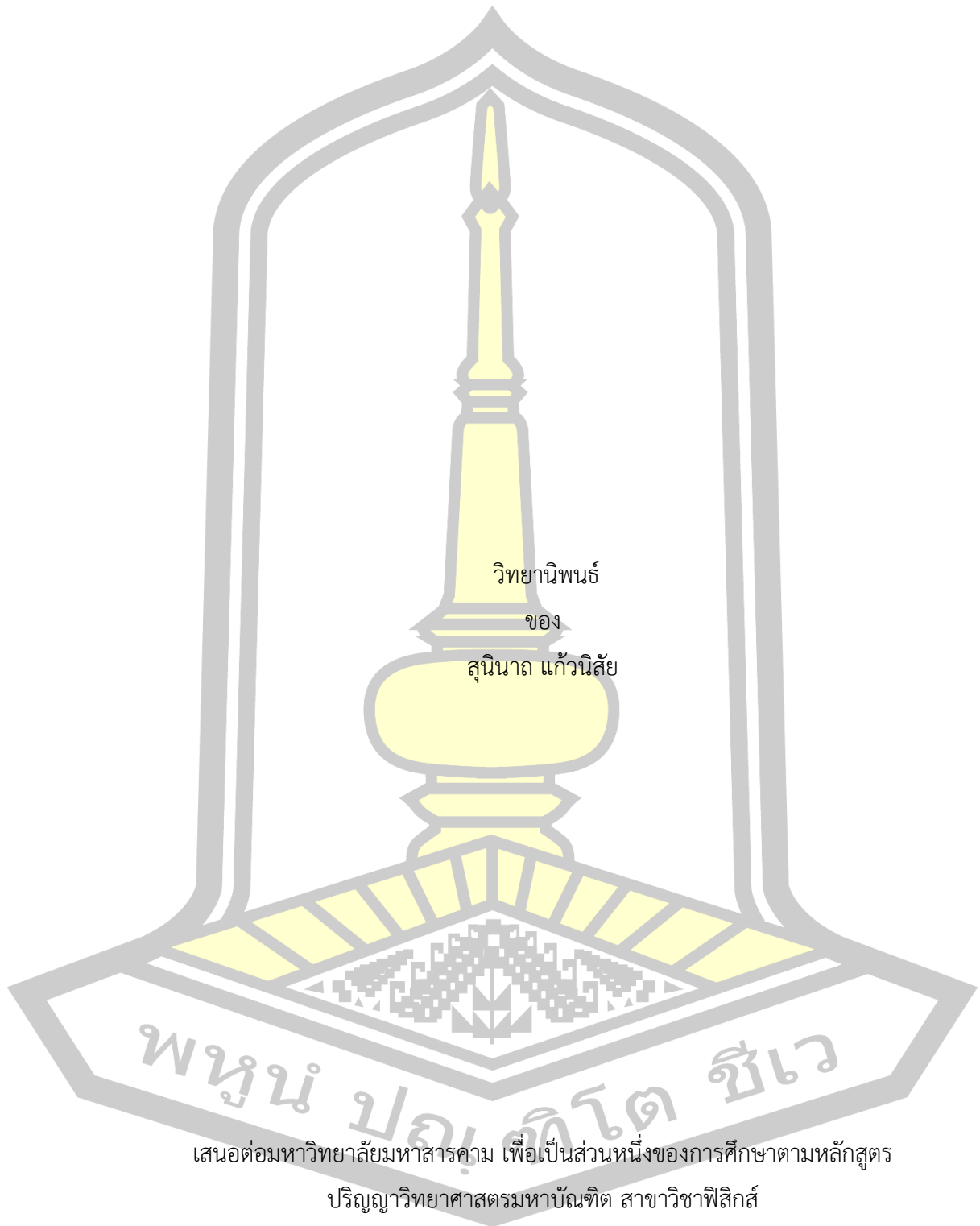
เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

พฤษภาคม 2564

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

การชุบแข็งที่ผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือโดยการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ



วิทยานิพนธ์

ของ

สุนิภาท แก้วนิสัย

พูน ปลูกดีโต ชีเว

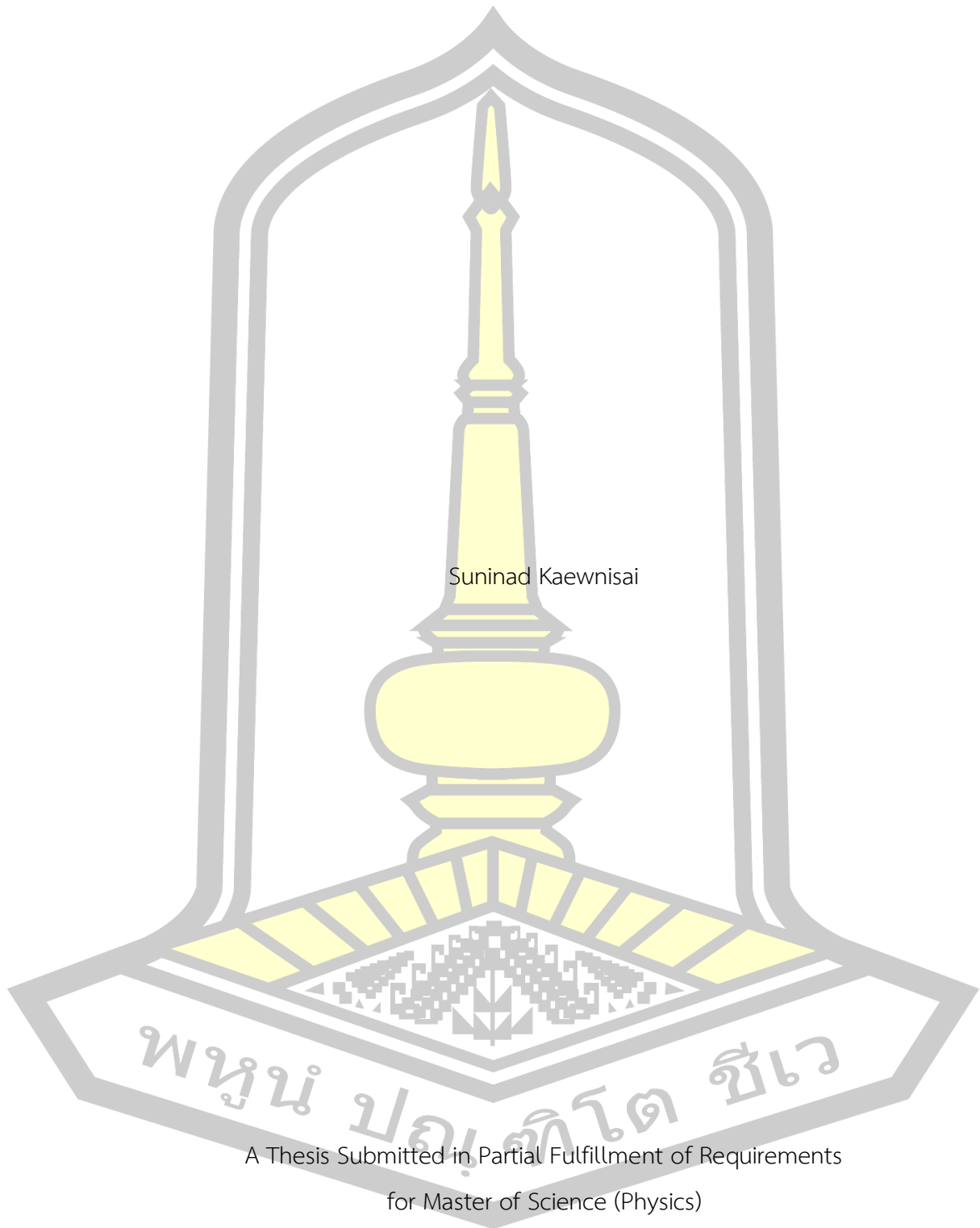
เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

พฤษภาคม 2564

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

Surface Hardening of Tool Steel using Low-Temperature Plasma Nitriding



Suninad Kaewnisai

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of Requirements
for Master of Science (Physics)

May 2021

Copyright of Mahasarakham University



คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณาวิทยานิพนธ์ของนางสาวสุนิษา แก้วนิสัย
แล้วเห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร. วีรัตน์ เจริญบุญ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผศ. ดร. อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน)

.....กรรมการ

(ผศ. ดร. พิษณุ พูลเจริญศิลป์)

.....กรรมการ

(ดร. นิตศักดิ์ ปาสางะ)

มหาวิทยาลัยอนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

.....
(ศ. ดร. ไพโรจน์ ประมวล)

คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

.....
(รศ. ดร. กริสน์ ชัยมูล)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

พูน บัณฑิต อธิกา

| | | | |
|------------------|--|------------|---------|
| ชื่อเรื่อง | การชุบแข็งที่ผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือโดยการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ | | |
| ผู้วิจัย | สุนิษา แก้วนิสัย | | |
| อาจารย์ที่ปรึกษา | ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน | | |
| ปริญญา | วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต | สาขาวิชา | ฟิสิกส์ |
| มหาวิทยาลัย | มหาวิทยาลัยมหาสารคาม | ปีที่พิมพ์ | 2564 |

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ชั้นไนโตรดิงบนเหล็กกล้าเครื่องมือที่ผ่านการชุบแข็งและไม่ผ่านการชุบแข็ง โดยการใช้พลาสมาช่วยให้เกิดกระบวนการไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ เหล็กกล้าเครื่องมือชนิด SKD61 ถูกทำความสะอาดโดยใช้พลาสมาไฮโดรเจนเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นถูกทำให้ร้อนในสถานะสูญญากาศที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง และทำพลาสมาไนโตรดิงต่อเป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ เท่ากับ 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหลต่างกัน คือ 0 300 และ 500 sccm ที่ความดันขณะทำงานเท่ากับ 149 Pa พลาสมาถูกจุดโดยใช้แหล่งจ่ายไฟความถี่ 10 kHz และกำลังไฟฟ้าเฉลี่ย 53 W ได้ทำการตรวจวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงในระหว่างการทำพลาสมาไนโตรดิง พบการคายพลังงานของอะตอมไนโตรเจนที่ความยาวคลื่น 427.33 และ 585.57 nm และอะตอมไฮโดรเจนที่ความยาวคลื่น 434.05 486.14 และ 656.28 nm ได้ใช้เทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบการมีอยู่ของไนโตรเจนพบว่าปริมาณไนโตรเจนที่ผิวของชิ้นงานทั้งสองกลุ่มมีค่าลดลงเมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเพิ่มขึ้น และได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบโครงสร้างผลึก พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงสามารถตรวจพบเฟส Fe_3N ที่มีมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่ากับ 41.17 57.9 และ 77 องศา และเฟส Fe_4N ที่มีมุม 47.97 และ 70.2 องศา นอกจากนี้ยังพบเฟส CrN ที่มีมุม 63.30 องศา ผลจากภาพถ่ายภาคตัดขวาง SEM แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานในกลุ่ม Quenching ที่อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเท่ากับ 0 300 และ 500 มีความหนาของชั้นไนโตรดิงเท่ากับ 184 mm 93 mm และ 77 mm ซึ่งสอดคล้องกับความแข็งที่ผิวประมาณ 11.4 GPa 12.2 GPa 7.4 GPa ตามลำดับ และในกลุ่ม non-Quenching มีความหนาของชั้นไนโตรดิงประมาณ 137 mm 51 mm และ 29 mm ซึ่งสอดคล้องกับความแข็งที่ผิวประมาณ 11.9 GPa 7.1 GPa และ 2.7 GPa ตามลำดับ

คำสำคัญ : พลาสมาไนโตรดิงอุณหภูมิต่ำ, เหล็กกล้าเครื่องมือ, SKD61

TITLE Surface Hardening of Tool Steel using Low-Temperature Plasma Nitriding

AUTHOR Suninad Kaewnisai

ADVISORS Assistant Professor Artit Chingsungnoen , Ph.D.

DEGREE Master of Science **MAJOR** Physics

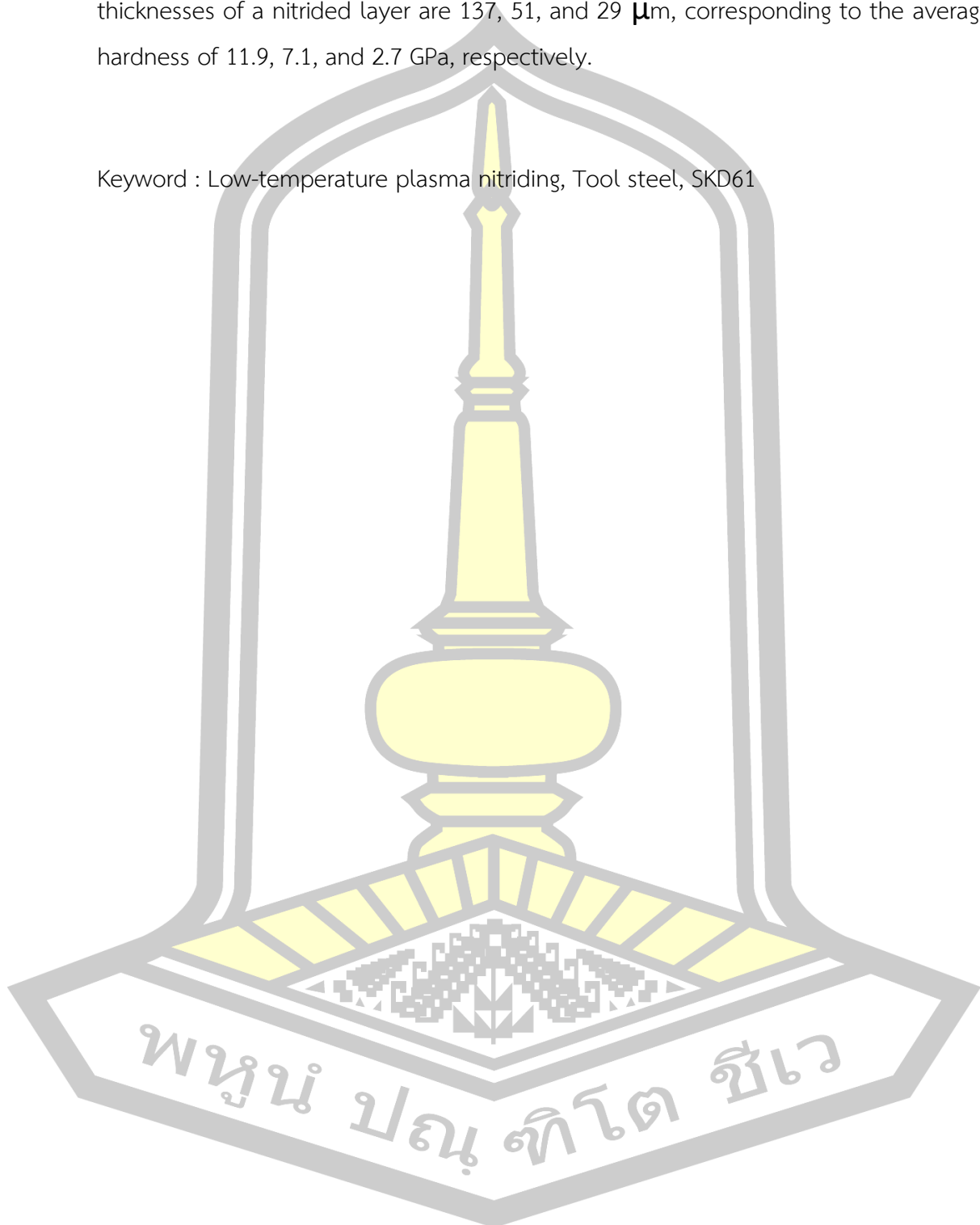
UNIVERSITY Mahasarakham **YEAR** 2021
University

ABSTRACT

In this research, a nitrided layer was synthesized on the tool steel samples (quenching and non-quenching) using a plasma-assisted nitriding process at low temperatures. Before nitriding, the surface of SKD61 tool steels was cleaned with a hydrogen plasma for half an hour. Then, it was heated in a vacuum with 450 °C for half an hour and followed by plasma nitriding for 4 hours. The nitrogen flow rate was kept at 1000 sccm and mixed with the hydrogen as a different flow rate of 0, 300, and 500 sccm. The operating pressure was held at 149 Pa. The plasma was generated using a 10 kHz power supply with an average power of 53 W. The optical emission spectra during the plasma nitriding process were analyzed. The atomic nitrogen species were detected at the wavelengths of 427.33 and 585.57 nm. The atomic hydrogens at the wavelengths of 434.05, 486.14, and 656.28 nm also were founded. The energy-dispersive X-ray spectroscopy was used for the elemental analysis of a sample. The atomic nitrogen concentration at the surface of both groups decreases with the increase of hydrogen flow rate. The structural property of the nitrided specimens was examined using the X-ray diffraction technique. The Fe₃N phase was found corresponding to the X-ray diffraction angle of 41.17°, 57.9°, and 77° and the Fe₄N phase was also detected at 47.97° and 70.2°. Moreover, the CrN phase arising from the precipitation was identified at 63.30°. The results from the SEM cross-section images of quenching specimens reveal that the thicknesses of a nitrided layer are 184, 93, and 77 μm, corresponding to the average hardness of 11.4,

12.2, and 7.4 GPa, respectively. While the non-quenching specimens show the thicknesses of a nitrided layer are 137, 51, and 29 μm , corresponding to the average hardness of 11.9, 7.1, and 2.7 GPa, respectively.

Keyword : Low-temperature plasma nitriding, Tool steel, SKD61



กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จสมบูรณ์ได้ด้วยความกรุณาและความช่วยเหลือจากบุคลากรหลายท่าน เป็นอย่างดี ผู้วิจัยขอขอบคุณ ผศ.ดร.อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษา ที่ได้ให้ความรู้ คำแนะนำ คำปรึกษา ให้ความช่วยเหลือในการทำวิจัย ตรวจสอบข้อบกพร่องและแนะนำวิธีการแก้ไข ปัญหาด้วยความเอาใจใส่อย่างดียิ่งตลอดมาตั้งแต่ต้นจนเสร็จสิ้นการวิจัยเรียบร้อย ขอขอบคุณประธาน กรรมการสอบ ดร.วิรัตน์ เจริญบุญ ตลอดจนคณะกรรมการสอบ ผศ. ดร.พิชญ พูลเจริญศิลป์ และ ดร. นิติศักดิ์ ปาสาจะ ที่ได้สละเวลาใน การให้คำแนะนำและปรับปรุงวิทยานิพนธ์เล่มนี้ให้สมบูรณ์และ ขอขอบคุณ คุณเอกพล เพ็ชรนวก เจ้าหน้าที่โรงงานกลประจําภาควิชาฟิสิกส์ที่ให้ความช่วยเหลือแนะนำ ด้านอุปกรณ์ในการดำเนินงาน ตลอดจนอบรมสั่งสอนให้ความรู้ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการทำงานได้ ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือกลางคณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือ ในการวัดและวิเคราะห์ ขอขอบคุณ บิดา มารดา ที่ให้การอบรมเลี้ยงดูอุปการะในการศึกษา เป็นผู้ซึ่ง คอยให้กำลังใจ อยู่เบื้องหลังของความสำเร็จ ขอขอบคุณพี่ ๆ เพื่อน ๆ และรุ่นน้อง ภาควิชาฟิสิกส์ที่มี ส่วนเกี่ยวข้องให้การช่วยเหลือและคอยให้กำลังใจในการทำงานวิจัยนี้จนสำเร็จ และขอขอบคุณนิสิตชั้นปี ที่ 4 สังกัด หน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา ที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการทำวิจัยมาโดยตลอด สุดท้าย ขอขอบคุณศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ ที่ได้สนับสนุนค่าใช้จ่ายในการศึกษาระดับปริญญาโท

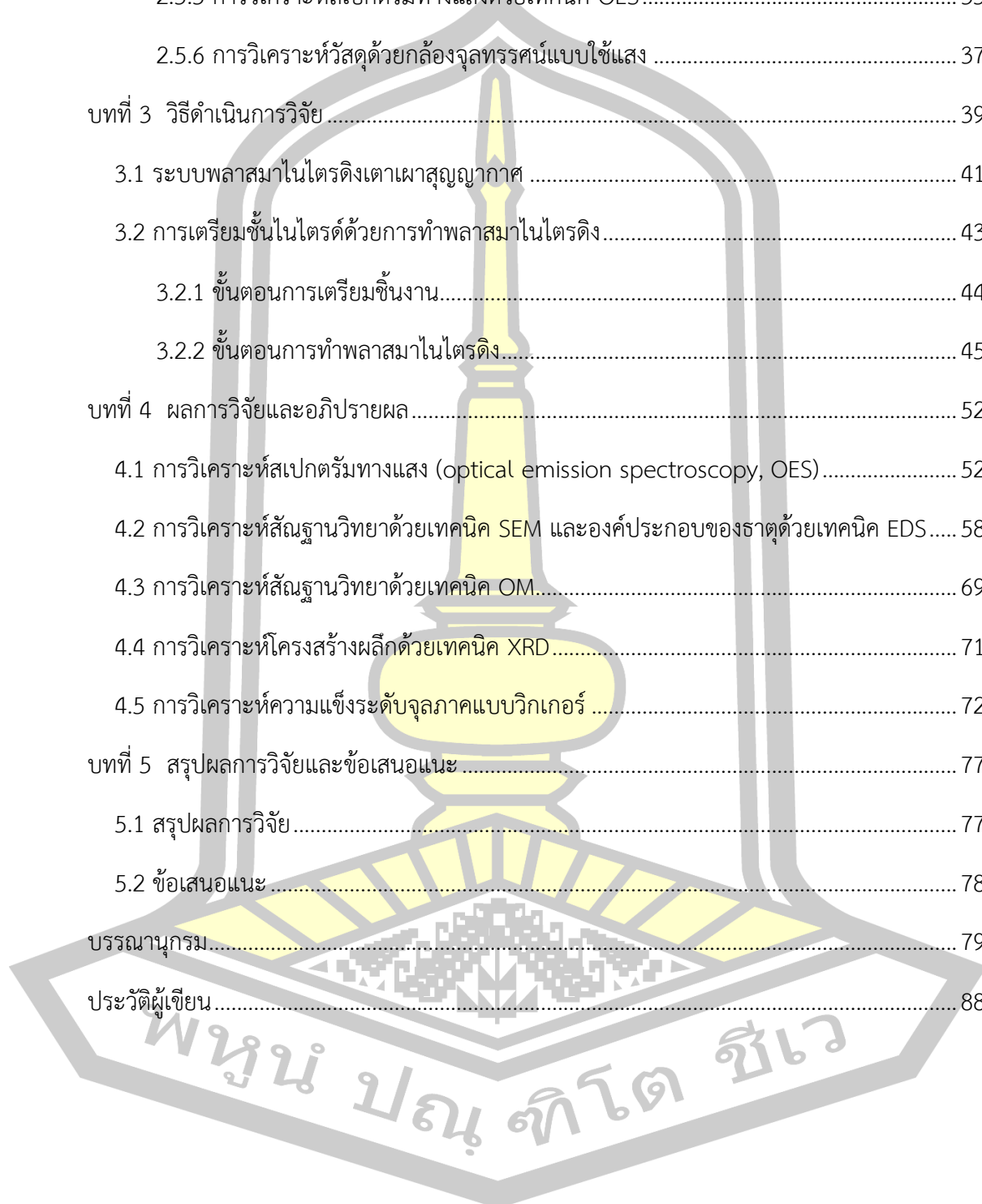
สุนิษา แก้วนิสัย



สารบัญ

| | หน้า |
|---|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | ง |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | จ |
| กิตติกรรมประกาศ..... | ช |
| สารบัญ..... | ช |
| สารบัญตาราง..... | ญ |
| สารบัญภาพประกอบ..... | ฎ |
| บทที่ 1 บทนำ..... | 1 |
| 1.1 ที่มาและความสำคัญ..... | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย..... | 3 |
| 1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ..... | 4 |
| 1.4 สถานที่ทำการวิจัย..... | 4 |
| 1.5 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย..... | 5 |
| บทที่ 2 ปริทัศน์เอกสารข้อมูล..... | 6 |
| 2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 6 |
| 2.2 เหล็กกล้า (steel)..... | 10 |
| 2.3 กลไกการก่อตัวของชั้นไนไตรด์..... | 17 |
| 2.4 การทำพลาสมาไนไตรดิง..... | 22 |
| 2.5 เทคนิคการตรวจวัดวิเคราะห์ชั้นไนไตรด์..... | 24 |
| 2.5.1 การวิเคราะห์วัสดุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด..... | 25 |
| 2.5.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอ็กซ์แบบกระจายพลังงาน..... | 29 |
| 2.5.3 เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์..... | 31 |

| | |
|--|----|
| 2.5.4 เทคนิคการวิเคราะห์ความแข็งแบบวิกเกอร์ | 34 |
| 2.5.5 การวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงด้วยเทคนิค OES | 35 |
| 2.5.6 การวิเคราะห์วัสดุด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง | 37 |
| บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย | 39 |
| 3.1 ระบบพลาสมาไนโตรดิงเตาเผาสุญญากาศ | 41 |
| 3.2 การเตรียมชั้นไนไตรด์ด้วยการทำพลาสมาไนโตรดิง | 43 |
| 3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน | 44 |
| 3.2.2 ขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิง | 45 |
| บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล | 52 |
| 4.1 การวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสง (optical emission spectroscopy, OES) | 52 |
| 4.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และองค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDS | 58 |
| 4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค OM | 69 |
| 4.4 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD | 71 |
| 4.5 การวิเคราะห์ความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ | 72 |
| บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ | 77 |
| 5.1 สรุปผลการวิจัย | 77 |
| 5.2 ข้อเสนอแนะ | 78 |
| บรรณานุกรม | 79 |
| ประวัติผู้เขียน | 88 |



สารบัญตาราง

หน้า

| | |
|---|----|
| ตารางที่ 2.1 ผลการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาใน ไตรดิงที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง (Paa-rai, 2005)..... | 8 |
| ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง | 49 |
| ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ธาตุโดยน้ำหนักของชิ้นงาน SKD61 ในกลุ่มชุบแข็ง (Quenching) และไม่ ชุบแข็ง (non-Quenching) ก่อนและหลังการทำพลาสมาไนไตรดิง | 65 |



สารบัญภาพประกอบ

หน้า

| | | |
|-------------------|--|----|
| ภาพประกอบที่ 2.1 | ความแข็งที่ผิวสำหรับอุณหภูมิต่ำ (a) 260 °C 330 °C และ 370 °C (b) 420 °C 490 °C และ 510 °C และ (c) ความแข็งที่ระยะ 20-400 μm (Zagonel et al., 2006) | 7 |
| ภาพประกอบที่ 2.2 | รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมือ H13 ที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง (Paa-rai, 2005) | 9 |
| ภาพประกอบที่ 2.3 | แผนผังการจำแนกประเภทของเหล็กกล้า (Thammachot, 2017)..... | 10 |
| ภาพประกอบที่ 2.4 | แผนผังการจำแนกประเภทของเหล็กกล้าเครื่องมือ..... | 16 |
| ภาพประกอบที่ 2.5 | โครงสร้างผลึกของเหล็กไนโตรดิง ที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการไนโตรดิง (Gronostajski et al., 2020; Lendzion-Bieluń et al., 2018) | 18 |
| ภาพประกอบที่ 2.6 | แผนภาพสัดส่วนของเหล็ก-ไนโตรเจน (von Goldbeck, 1982) | 19 |
| ภาพประกอบที่ 2.7 | แผนภาพแสดงของเหล็ก-ไนโตรเจน (von Goldbeck, 1982) | 20 |
| ภาพประกอบที่ 2.8 | การแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ระหว่างกระบวนการทำพลาสมาไนโตรดิง (Asm International, 1991)..... | 24 |
| ภาพประกอบที่ 2.9 | ภาพถ่าย SEM โหมด SE กำลังขยาย 1000 เท่า ของเหล็กกล้าที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง (a) เหล็ก-ไนโตรดิง (iron-nitride: $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ / $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$) (b) ออสเทนไนต์ (austenite: γ_{N}) (c) เฟสเฟอร์ไรท์ที่ถูกเสริมด้วยไนโตรเจน (nitrogen-enriched ferrite) และเกรนของเฟสไนโตรเจนเพิร์ลไลต์ (granular nitrogen pearlite) (d) เฟสเฟอร์ไรต์ของเหล็กกล้าทั่วไป (Srikanth et al., 2013)..... | 26 |
| ภาพประกอบที่ 2.10 | (a) ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และ (b) ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (COMPO mode) (วิทย์ภรณ์ กรองทอง, 2016) | 27 |
| ภาพประกอบที่ 2.11 | (a) ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และ (b) ภาพ BSE3D (วิทย์ภรณ์ กรองทอง, 2016) | 28 |

| | | |
|-------------------|--|----|
| ภาพประกอบที่ 2.12 | การตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดร่วมกับอุปกรณ์ตรวจจับ EDS (a) ภาพพื้นผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือ (b) สเปกตรัม EDS จากการวิเคราะห์ผิว เหล็กกล้าเครื่องมือ..... | 30 |
| ภาพประกอบที่ 2.13 | ภาพจากการใช้เทคนิค EDS ด้วยโหมดการวัดแบบ line scan analysis (วิทยากร กรองทอง, 2016)..... | 31 |
| ภาพประกอบที่ 2.14 | รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างของผลึก (Brown, 1966)..... | 32 |
| ภาพประกอบที่ 2.15 | สเปกตรัม XRD ของเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ที่อุณหภูมิ 400 °C 450 °C และ 500 °C..... | 33 |
| ภาพประกอบที่ 2.16 | โครงสร้างจุลภาคที่ได้จากเทคนิคการถ่ายภาพ (a) OM ของเหล็กกล้า 3.5 Mn (b) OM ของเหล็ก 10 Mn (c) SEM ของเหล็ก 3.5 Mn (d) SEM ของเหล็ก 10 Mn (He et al., 2020) | 38 |
| ภาพประกอบที่ 3.1 | แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย | 40 |
| ภาพประกอบที่ 3.2 | แผนผังระบบพลาสมาไนโตรดิงเตาเผาสุญญากาศ | 42 |
| ภาพประกอบที่ 3.3 | แผนผังแผ่นทำความร้อนจากหม้อแปลง 3 เฟส และต่อใส่ความร้อนแบบ Y.... | 43 |
| ภาพประกอบที่ 3.4 | ขั้นตอนการเตรียมชิ้นไนโตรดด้วยกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง..... | 44 |
| ภาพประกอบที่ 3.5 | การขึ้นและลดอุณหภูมิในขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิง | 47 |
| ภาพประกอบที่ 3.6 | ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานและการตรวจวิเคราะห์ | 51 |
| ภาพประกอบที่ 4.1 | สเปกตรัมของแสงที่เปล่งออกมาจาก (a) พลาสมาไฮโดรเจน (b) พลาสมา ไนโตรเจน และ (c) พลาสมาไนโตรเจนผสมไฮโดรเจน..... | 54 |
| ภาพประกอบที่ 4.2 | สเปกตรัมของแสงที่เปล่งออกมาในระหว่างกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงภายใต้ เงื่อนไข H500 ในขณะที่ฮีตเตอร์ทำงาน (on heater) และฮีตเตอร์หยุดทำงาน (off heater)..... | 57 |
| ภาพประกอบที่ 4.3 | ลักษณะทางกายภาพของชิ้นงาน SKD61 กลุ่ม (a) Quenching และ (b) non- Quenching ที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงภายใต้เงื่อนไข $N_2 = 1000$ sccm (H0) $N_2 = 1000$ sccm + $H_2 = 300$ sccm (H300) และ $N_2 = 1000$ sccm + $H_2 = 500$ sccm (H500)..... | 59 |
| ภาพประกอบที่ 4.4 | ลักษณะการเกิดพลาสมาซีสต์ที่บริเวณด้านบน และด้านล่างของชิ้นงาน..... | 60 |

| | | |
|-------------------|--|----|
| ภาพประกอบที่ 4.5 | ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 3000 เท่า ของชิ้นงาน SKD61 (a) ควบคุม (Pristine) และทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้แก๊ส (b) N ₂ 1000 sccm (H0) (c) N ₂ 1000 sccm และ H ₂ 300 sccm (H300) (d) N ₂ 1000 sccm และ H ₂ 500 sccm (H500) | 62 |
| ภาพประกอบที่ 4.6 | ภาพถ่าย SEM ในโหมด SE กำลังขยาย 10,000 เท่า ที่บริเวณผิว และ องค์ประกอบของธาตุที่บริเวณเม็ดเกรน (spectrum 11) และพื้นผิว (spectrum 12) ของชิ้นงาน H0Q..... | 63 |
| ภาพประกอบที่ 4.7 | สเปกตรัมการกระจายพลังงานของชิ้นงานในกลุ่ม Quenching (a) Pristine_Q (c) H0Q (e) H300Q และ (g) H500Q และชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching (b) Pristine_nQ (d) H0nQ (f) H300nQ และ (h) H500nQ | 64 |
| ภาพประกอบที่ 4.8 | ปริมาณไนโตรเจนโดยน้ำหนักตามเงื่อนไขการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ต่างกัน... 66 | |
| ภาพประกอบที่ 4.9 | ความหนาของชั้นไนโตรดิงที่ได้จากเทคนิคภาพถ่ายภาคตัดขวาง SEM ในโหมด BSE ของชิ้นงาน SKD61 ในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching..... | 68 |
| ภาพประกอบที่ 4.10 | ความหนาของชั้นไนโตรดิงที่ได้จากเทคนิคภาพถ่ายภาคตัดขวาง OM ของ ชิ้นงาน SKD61 ในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching | 70 |
| ภาพประกอบที่ 4.11 | เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน SKD61 ที่ไม่ผ่านและ ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ในกลุ่ม..... | 71 |
| ภาพประกอบที่ 4.12 | ความแข็งแบบวิกเกอร์ที่ผิวด้านบนและฐานด้านล่างของชิ้นงานในกลุ่ม (a) Quenching และ (b) non-Quenching ที่ผ่านและไม่ผ่านการทำ พลาสมาไนโตรดิง | 74 |
| ภาพประกอบที่ 4.13 | ความแข็งแบบวิกเกอร์ตามความลึกของชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านการทำ พลาสมาไนโตรดิง ในกลุ่ม (a) Quenching (b) non-Quenching ใช้เทคนิค นาโนอินเดนเตชันโหมด ESP..... | 76 |

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

เหล็กกล้าเครื่องมือ (tool steels) เป็นเหล็กกล้าที่ใช้สำหรับทำเครื่องมือขึ้นรูปโลหะ เช่น แบบหล่อโลหะในขบวนการอัดฉีดโลหะร้อน (Die casting) แม่พิมพ์สำหรับตีขึ้นรูป หรือตัดวัสดุต่าง ๆ เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่น คือ แปรเปลี่ยนรูปได้ตามที่ต้องการ แข็งแรง ยืดหยุ่น ทนทานต่อแรงกระแทกหรือสภาวะทางธรรมชาติ สามารถรับน้ำหนักได้ดี ไม่ฉีกขาดหรือแตกหักง่าย เป็นต้น เหล็กกล้าเครื่องมือถูกผลิตขึ้นเพื่อใช้ทำเครื่องมือหรืออุปกรณ์ต่าง ๆ ส่วนมากใช้ทำเป็นเครื่องมือสำหรับตัดเฉือนวัสดุอื่น หรือแม่พิมพ์งานร้อน เมื่อเหล็กกล้าที่ถูกนำไปทำเป็นแม่พิมพ์ถูกอัดฉีดด้วยโลหะหลอมละลายที่มีความร้อนสูงมาก ๆ จะทำให้พื้นผิวของเหล็กกล้าที่สัมผัสกับโลหะเกิดการละลายคาร์บอนเข้าไปในโครงสร้างมากขึ้น ส่งผลให้โครงสร้างที่ผิวหน้าของแม่พิมพ์เปลี่ยนเป็นโครงสร้างมาร์เทนไซต์และการตกตะกอนของเฟสคาร์ไบด์ ซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีความแข็งแต่เปราะและจะส่งผลให้แม่พิมพ์เกิดรอยแตกร้าวจากผิวด้านนอกสู่ด้านในและเสื่อมประสิทธิภาพในที่สุด ดังนั้นเหล็กกล้าเครื่องมือจึงต้องมีสมบัติทางด้านความแข็งที่สูงโดยเฉพาะความแข็งเชิงผิว (surface hardness) ทนต่อแรงกระแทก และคงความแข็งที่อุณหภูมิสูงได้ เป็นต้น ซึ่งสมบัติเหล่านี้เกิดจากการเจือคาร์บอนและธาตุผสมอื่น ๆ ในปริมาณสูง เพื่อให้มีความสามารถในการชุบแข็งสูง เพื่อสร้างเฟสคาร์ไบด์และปรับปรุงคุณสมบัติด้านทานการสึกหรอ การจำแนกประเภทของเหล็กกล้าเครื่องมือตามมาตรฐาน AISI สามารถแบ่งออกเป็น 6 ประเภท คือ เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปเย็น เหล็กกล้าเครื่องมือทนแรงกระแทก เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปร้อน เหล็กกล้าเครื่องมือความเร็วสูง เหล็กกล้าแม่พิมพ์ และเหล็กกล้ากลุ่มพิเศษ ในงานวิจัยนี้ใช้ H13 หรือ SKD61 เป็นเหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปร้อนในกลุ่มโครเมียม ที่มีส่วนผสมของธาตุคาร์บอน 0.35 wt.% ซิลิกอน 1.0 wt.% โครเมียม 5.0 wt.% โมลิบดีนัม 1.5 wt.% และวานาเดียม 1.0 wt.% โดยประมาณ (Thammachot, 2017) นิยมนำไปใช้ทำเครื่องมืองานร้อนต่าง ๆ เช่น แม่พิมพ์อัดขึ้นรูป หรือแม่พิมพ์ฉีดพลาสติก เป็นต้น การเติมธาตุผสมจำพวก โครเมียม โมลิบดีนัม และวานาเดียม จะช่วยทำให้เกิดเฟสคาร์ไบด์ขึ้นขณะทำเทมเพอริง (tempering) ซึ่งเป็นเฟสที่จะช่วยลดความอ่อนตัวเนื่องจากอุณหภูมิที่สูงถึง 430 °C (Thammachot 2017) ถึงแม้ว่าเฟสคาร์ไบด์จะสามารถคงความแข็งไว้ได้ที่อุณหภูมิสูง แต่ถ้าต้องอยู่ภายใต้ความร้อนสูงมากและเป็นระยะเวลานาน จะส่งผลให้เฟสคาร์ไบด์นั้นละลายจนหมดและเกิด

การอ่อนตัวของวัสดุได้ และในบางสภาวะงานที่ต้องรองรับแรงกระแทก ชั้นส่วนเหล่านั้นมักจะเกิดการแตกร้าวและเสื่อมประสิทธิภาพในที่สุด ดังนั้นจึงมีความคิดที่จะเพิ่มความแข็งให้กับ SKD61 เพื่อเพิ่มขอบเขตการประยุกต์ใช้งานให้กว้างขึ้นและเพื่อยืดอายุการใช้งานด้วยการชุบแข็งที่ผิว (surface hardening)

การชุบผิวแข็งมีหลากหลายกรรมวิธี เช่น การทำไนไตรดิง (nitriding) เป็นการสร้างชั้นแข็ง (hard layer) โดยวิธีการปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วยกระบวนการทางเคมีความร้อน (thermochemical surface modification) อุณหภูมิโดยทั่วไปมักอยู่ที่ 450-600 °C (Allenstein et al., 2010; Boztepe et al., 2018; Panfil et al., 2017; Yan et al., 2020) การทำไนไตรดิง คือ การทำให้อะตอมของไนโตรเจนแพร่เข้าไปทำปฏิกิริยากับเหล็กในช่วงเฟอร์ไรท์ (Paa-rai, 2005) ซึ่งเป็นธาตุโลหะหลักเกิดเป็นเหล็กไนไตรด์ (iron nitrides: Fe_xN) ในเฟสเฟอร์ไรต์ ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 590°C (Thammachot, 2017) หรือทำปฏิกิริยากับธาตุโลหะผสมที่บริเวณผิวเกิดเป็นโลหะไนไตรด์ (metals nitrides) เช่น โครเมียมไนไตรด์ (CrN) หรือโมลิบดีนัมไนไตรด์ (Mo₂N) เป็นต้น ซึ่งโครงสร้างโลหะไนไตรด์เหล่านี้จะส่งผลให้เกิดความแข็งเพิ่มขึ้นประมาณ 1000-1100 HV หรือ 9.8-10.8 GPa (Aghajani & Behrang, 2017; Díaz-Guillén et al., 2020; Pinedo & Monteiro, 2004) กรรมวิธีของการทำไนไตรดิงสามารถทำได้หลากหลายวิธี วิธีที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลาย คือ แก๊สไนไตรดิง (gaseous nitriding) ทำได้โดยการวางชิ้นงานลงในเตาเผาอะลูมินา (alumina crucible) หลังจากนั้นใส่แก๊สตั้งต้นเข้าไป โดยส่วนใหญ่แล้วจะเป็นแก๊สแอมโมเนีย (NH₃) ซึ่งใช้อุณหภูมิในการทำไนไตรดิงสูง (อุณหภูมิอยู่ในช่วง 510°C ถึง 565°C (Aghajani & Behrang, 2017; Bernal, 2006)) ส่งผลให้ความแข็งที่แกนกลางของชิ้นงานลดลง (Ashrafizadeh, 2003) อีกหนึ่งวิธีการทำไนไตรดิง คือ การทำไนไตรดิงด้วยของเหลว (liquid nitriding) ซึ่งเป็นการชุบผิวแข็งโดยกระบวนการเคมีความร้อน (อุณหภูมิอยู่ในช่วง 550 ถึง 580 °C (Aghajani & Behrang, 2017; Bernal, 2006)) ด้วยสารละลายในกลุ่มของไซยาไนด์ (cyanides) ที่มีความเป็นพิษต่อธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม จึงมีการใช้ลดลงในปัจจุบัน

ในงานวิจัยนี้มีความสนใจการทำพลาสมาไนไตรดิง (plasma nitriding) ซึ่งจะก่อให้เกิดกลไกไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ จึงเรียกระบวนการนี้ว่า “low temperature plasma nitriding” เนื่องจากเป็นกรรมวิธีที่ใช้พลาสมาเป็นตัวช่วยในการแตกตัวของไนโตรเจน และสร้างชั้นไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าการทำไนไตรดิงแบบใช้แก๊ส เพราะถ้าหากวัสดุได้รับความร้อนที่สูงต่อเนื่องเป็นระยะเวลานาน จะส่งผลให้โครงสร้างผลึกของวัสดุทั้งก่อนเปลี่ยนเป็นเฟสมาร์เทนไซต์ที่มีสมบัติที่แข็งแต่เปราะ (Liu et al., 2020) กระบวนการพลาสมาไนไตรดิง คือ การทำให้แก๊สไนโตรเจนเกิดการแตกตัวเป็นไนโตรเจนไอออนและไนโตรเจนอะตอม แล้วเข้าไปจับกับอะตอมของเหล็กที่ผิววัสดุที่อยู่ในเฟสเฟอร์ไรท์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 590 °C (Thammachot 2017) และซึมเข้าไปตามขอบเกรนด้วยกระบวนการแพร่

แบบแทรก (interstitial diffusion) เนื่องจากอะตอมของไนโตรเจนมีขนาดเล็กจึงสามารถเคลื่อนที่ไปตามช่องว่างระหว่างโครงสร้างของเหล็กที่มีขนาดใหญ่ (Callister 1991) ก่อนจะสร้างพันธะและเกิดเป็นเฟสเหล็กไนไตรด์จนส่งผลให้ผิวชิ้นงานมีความแข็งเพิ่มขึ้นมากกว่า 10 GPa (Díaz-Guillén et al., 2020; Pinedo & Monteiro, 2004)

ระบบของพลาสมาไนไตรดิงที่ใช้ในงานวิจัยนี้ เป็นระบบพลาสมาไนไตรดิงเตาเผาสุญญากาศ (plasma nitriding vacuum furnace) ซึ่งองค์ประกอบหลัก 4 ส่วน คือ ระบบสุญญากาศ (vacuum system) ระบบแก๊ส (gases system) ระบบหล่อเย็น (cooling System) และแหล่งจ่ายไฟ (power supply) โดยได้ใช้แหล่งจ่ายไฟกระแสสลับความถี่ 10 kHz จ่ายกำลังไฟฟ้าให้กับขั้วกำลัง (power electrode) ซึ่งใช้เป็นฐานวางชิ้นงาน ในส่วนของระบบสุญญากาศในงานวิจัยนี้ใช้ภาชนะสุญญากาศแบบเตาเผาสุญญากาศ (vacuum furnace) ใช้ปั๊มโรตารี (rotary pump) และปั๊มรุต (root pump) ในการสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ ระบบแก๊สประกอบไปด้วยแก๊สไนโตรเจนและไฮโดรเจนเป็นแก๊สตั้งต้น และชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊สทั้งสองชนิด การทำพลาสมาไนไตรดิงจะช่วยลดระยะเวลาและเพิ่มอัตราการแตกตัวของแก๊สไนโตรเจน ส่งผลให้เกิดการแพร่ของอะตอมของไนโตรเจนและเกิดการก่อตัวของเฟสไนไตรด์ได้เร็วขึ้น ซึ่งเป็นเฟสที่ส่งผลโดยตรงกับความแข็งของผิวโลหะ ในงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะเพิ่มความแข็งเชิงผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 โดยการทำไนไตรดิงด้วยพลาสมาอุณหภูมิต่ำ ซึ่งจะช่วยลดความเสียหายของชิ้นงานอันเนื่องมาจากความร้อนสูง อีกทั้งยังสามารถยืดอายุการใช้งานของชิ้นส่วนเชิงกลที่ถูกใช้งานในโรงงานอุตสาหกรรมให้ยาวนานขึ้น นอกจากนี้การปรับปรุงผิววัสดุโดยใช้พลาสมาถือเป็นการวิธีที่สะอาด ไม่ใช่สารเคมี จึงเป็นเทคโนโลยีที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. สามารถเตรียมชิ้นไนไตรด์บนเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 โดยการทำไนไตรดิงด้วยพลาสมาอุณหภูมิต่ำได้
2. สามารถเพิ่มความแข็งเชิงผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 โดยการทำไนไตรดิงด้วยพลาสมาอุณหภูมิต่ำได้

1.2 ขอบเขตของการวิจัย

ในงานวิจัยนี้สนใจการเตรียมชั้นไนไตรด์บนเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 โดยการทำให้พลาสมาไนไตรด์ภายใต้เตาเผาสุญญากาศซึ่งตั้งอยู่ในหน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ซึ่งมีขอบเขตของงานวิจัยดังต่อไปนี้

1.3.1 ตัวแปรต้น (independent variable)

- อัตราส่วนการไหลของแก๊สไฮโดรเจน (H_2 flow rate)

1.3.2 ตัวแปรควบคุม (control variable)

- อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน (N_2 flow rate)
- ความดันขณะทำพลาสมาไนไตรด์ (operate pressure)
- อุณหภูมิขณะทำพลาสมาไนไตรด์ (nitriding temperature)
- กำลังไฟฟ้าเฉลี่ยที่จ่ายให้กับขั้วไฟฟ้า (average power)

1.3.3 ตัวแปรตาม (dependent variable)

- ความหนาของชั้นไนไตรด์ที่แพร่เข้าไปในผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61
- ความแข็งที่ผิวเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถพัฒนาระบบการทำพลาสมาไนไตรด์และทราบเงื่อนไขที่เหมาะสมในการทำพลาสมาไนไตรด์บนเหล็กกล้าเครื่องมือ

1.4 สถานที่ทำการวิจัย

หน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

1.5 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

ระบบสุญญากาศ (vacuum system)

- เตาเผาสุญญากาศ (vacuum furnace)
- ปั๊มสุญญากาศแบบโรตารี (rotary pump) และปั๊มสุญญากาศแบบรูท (root pump)
- ชุดเกจวัดความดันคาปาซิแตนซ์ (capacitance gauge)
- แผ่นทำความร้อน (heater)

ระบบแหล่งจ่ายไฟ (power supply system)

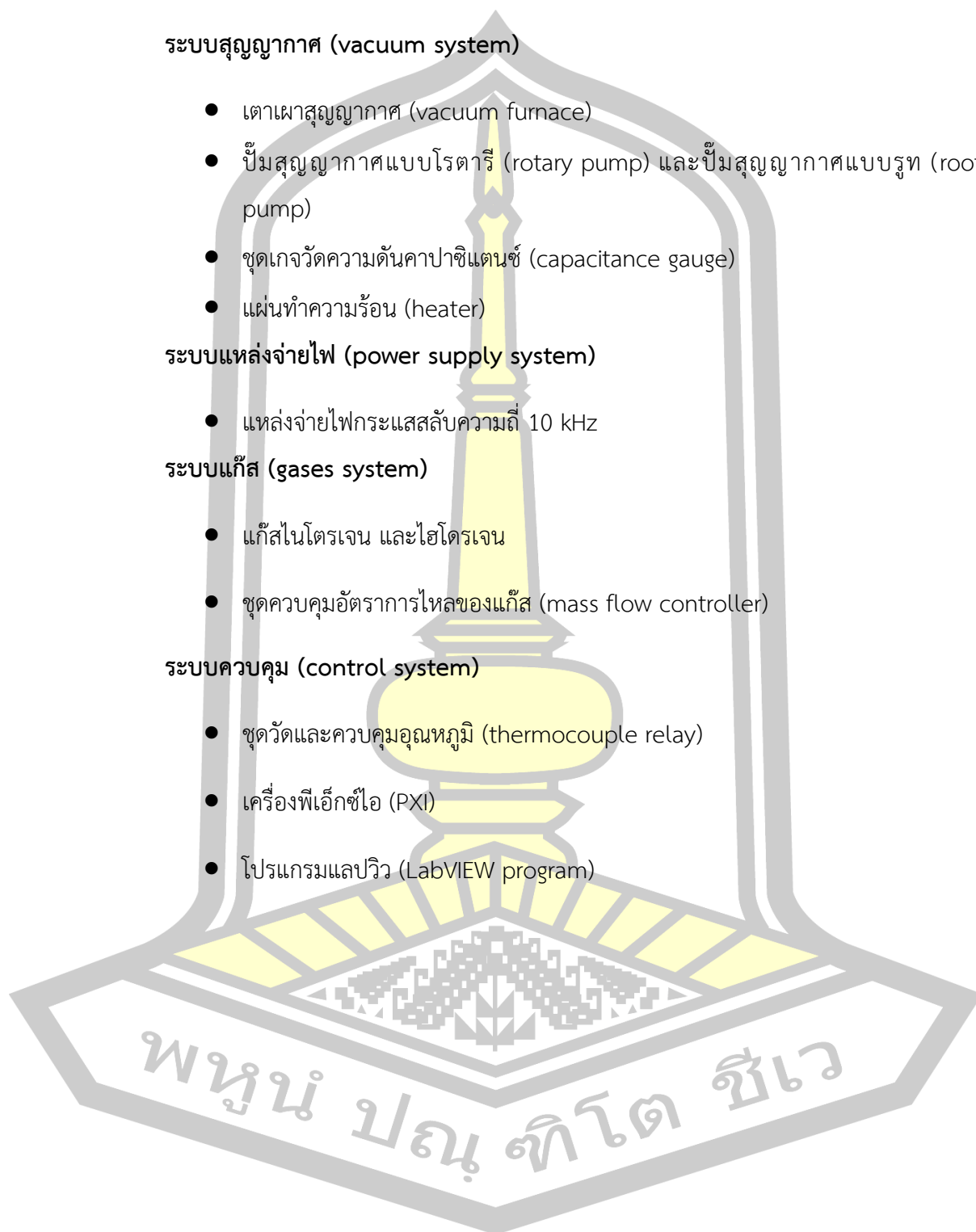
- แหล่งจ่ายไฟกระแสสลับความถี่ 10 kHz

ระบบแก๊ส (gases system)

- แก๊สไนโตรเจน และไฮโดรเจน
- ชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส (mass flow controller)

ระบบควบคุม (control system)

- ชุดวัดและควบคุมอุณหภูมิ (thermocouple relay)
- เครื่องพีเอ็กซ์ไอ (PXI)
- โปรแกรมแลบวิว (LabVIEW program)



ปริทัศน์เอกสารข้อมูล

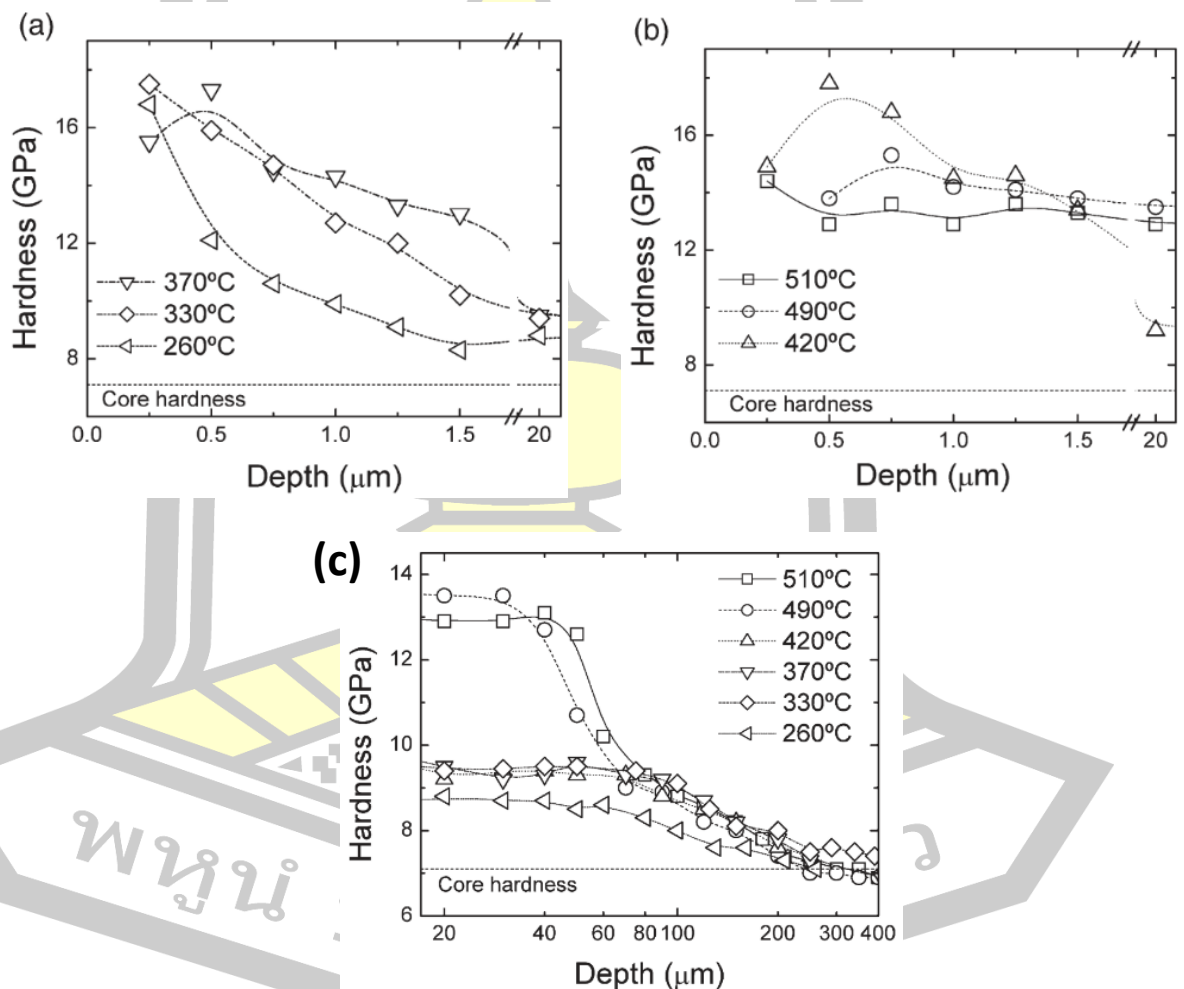
ปริทัศน์เอกสารข้อมูลนี้ได้ค้นคว้าและอ้างอิง งานวิจัย หนังสือ วิทยานิพนธ์ และสารสนเทศอื่น ๆ ในหัวข้อของเหล็กกล้า กลไกการเกิดขึ้นไนไตรด์ ความแตกต่างของกรรมวิธีการทำไนโตรดิงแต่ละประเภท และวิธีการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ได้เลือกใช้ในงานวิจัยนี้ รวมไปถึงเทคนิคการตรวจวัดและวิเคราะห์ผลการทดลอง ดังนี้

2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

หนึ่งในการประยุกต์ใช้ที่น่าสนใจเกี่ยวกับวิศวกรรมพื้นผิว (surface engineering) คือ การสร้างชั้นเคลือบแข็ง (hard layer) เพื่อปรับปรุงสมบัติความต้านทานสึกหรอ (wear resistance) เช่น การใช้กระบวนการทางเคมีความร้อน (thermochemical treatments) ชนิดต่าง ๆ มาใช้เพื่อปรับปรุงสมบัติของพื้นผิวให้ดียิ่งขึ้น ในบรรดาวิธีการเหล่านี้ ไนโตรดิง (nitriding) ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรม หลักการเบื้องต้นของวิธีนี้คือการแพร่อะตอมไนโตรเจนลงสู่พื้นผิวของเหล็กกล้า ในขณะที่เหล็กกล้าอยู่ในสถานะเฟอร์ริติก หรือเหล็กกล้าที่มีโครงสร้างจุลภาคเป็นเฟอร์ไรต์ (ferrite) ซึ่งเป็นโครงสร้างพื้นฐานของเหล็กกล้าทั่วไป และกระบวนการไนโตรดิงนี้จะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่อดูดซับของชิ้นงานเหล็กกล้าไว้ให้อยู่ระหว่าง 510°C ถึง 590 °C (Aghajani & Behrangi, 2017) (F Czerwinski, 2012)

ตั้งแต่ต้นศตวรรษที่ผ่านมากระบวนการไนโตรดิงได้รับการพิสูจน์แล้วว่าเป็นการรักษาพื้นผิวที่สำคัญ ในปี ค.ศ. 2006 ที่ผ่านมามี Zagonel และคณะ (Zagonel et al., 2006) ได้นำเทคนิคพลาสมา มาพัฒนาและประยุกต์ใช้ โดยมีจุดมุ่งหมายเพื่อผลิตพื้นผิววัสดุให้มีคุณสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น ด้วยกระบวนการทางเคมีความร้อน ตัวแปรที่สำคัญที่สุดที่มีผลต่อการแพร่ของไนโตรเจน คือ “อุณหภูมิ” การเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมจะทำให้ได้สมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด รวมถึงการกำหนดเวลาขั้นต่ำ ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญทางด้านเศรษฐกิจ ในบทความนี้รายงานผลการศึกษเกี่ยวกับอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและความแข็งของเหล็กกล้าเครื่องมือ AISI H13 ที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงตามภาพประกอบที่ 2.1 ที่อุณหภูมิ 260 °C ถึง 510 °C ซึ่งจะผลิตชั้นไนไตรด์ (nitride layers) โดยไม่มีการสูญเสียความแข็งของแกนวัสดุ ซึ่งอธิบายอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อความแข็งโดยใช้เทคนิค

นาโนอินเดนทเทชัน (nanoindentation) พบว่าเกิดกลไกการแพร่กระจายของการตกตะกอนของโลหะไนไตรด์ที่สังเกตได้จากการถ่ายภาพ SEM คือ ที่อุณหภูมิของกระบวนการที่ค่อนข้างต่ำชั้นบนสุดจะเกิดเฟส ϵ -Fe₂N ส่วนบริเวณด้านล่างส่วนใหญ่พบการกระจายตัวของไนโตรเจนอยู่ที่ขอบเกรน และที่อุณหภูมิระดับกลาง (< 420 °C) ไนโตรเจนจะเพิ่มอัตราการตกตะกอนของโลหะไนไตรด์ที่ขอบเกรน ซึ่งจะเพิ่มความแข็งแรงให้ผิววัสดุในระดับปานกลาง และที่อุณหภูมิก่อนข้างสูง ไนโตรเจนจะแพร่กระจายไปในเกรนทำให้ไนไตรด์ของโลหะเกิดขึ้นภายในเกรนซึ่งเป็นส่วนสำคัญที่ส่งผลทำให้ผิวชิ้นงานมีความแข็งแรงสูง



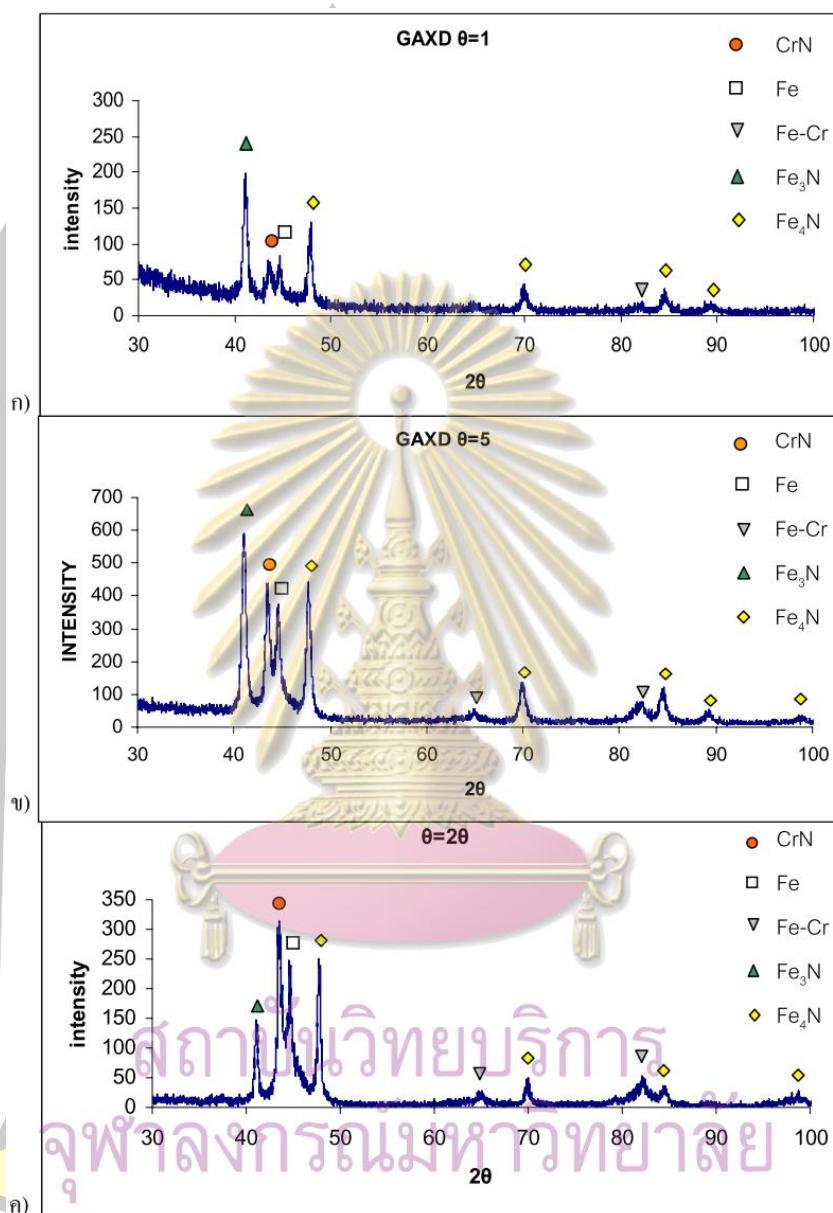
ภาพประกอบที่ 2.1 ความแข็งแรงที่ผิวสำหรับอุณหภูมิ (a) 260 °C 330 °C และ 370 °C (b) 420 °C 490 °C และ 510 °C และ (c) ความแข็งแรงที่ระยะ 20-400 μm (Zagonel et al., 2006)

ในปี ค.ศ. 2010 Allenstein และ Mauricio (Alenstein et al., 2010) ได้ศึกษาผลกระทบที่เกิดขึ้นกับโครงสร้างสารประกอบไนไตรต์บนผิวภายหลังการชุบผิวแข็งด้วยพลาสมาไนไตรดิงที่ 500 °C ที่สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนและไนโตรเจนต่างกัน พบว่าเมื่อปริมาณไนโตรเจนในส่วนผสมของแก๊สมากขึ้น ความน่าจะเป็นที่จะสร้างเฟสไนไตรต์ต่าง ๆ ในชั้นสารประกอบหรือชั้นสีขาวยิ่งสูงขึ้น หรืออาจกล่าวได้ว่าเมื่อปริมาณของไฮโดรเจนสูงขึ้นมีส่วนทำให้เกิดชั้นสีขาวน้อยลง ซึ่งโครงสร้างที่พบในชั้นสีขาวนั้นเป็นเฟส ϵ -Fe₂₋₃N γ '-Fe₄N และ CrN ทำให้ผิวชิ้นงานมีความแข็งสูงชันในช่วง 1200-1400 HV

ในปี ค.ศ. 2005 ชูลิพรีย์ ป่าไร่ (Paa-rai, 2005) ได้ทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึก และทดสอบความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเหล็กกล้าเครื่องมือ H13 ที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิ 500-550 °C พบว่าโครงสร้างจุลภาคของชั้นผิวแข็งในเหล็กกล้าเครื่องมือประกอบด้วยเฟสเหล็กไนไตรต์ Fe₃N Fe₄N และ CrN ทั่วทั้งชั้นผิวแข็ง ดังภาพประกอบที่ 2.2 และตำแหน่งมุมเลี้ยวเบนของเฟสเหล็กไนไตรต์ต่าง ๆ ถูกเปรียบเทียบจากฐานข้อมูล JCPDs ดังตารางที่ 2.1 และเมื่ออุณหภูมิในการทำพลาสมาไนไตรดิงสูงชัน ทำให้ชั้นไนไตรต์มีความหนาเพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิเท่ากัน ความหนาของชั้นไนไตรต์จะหนาขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการทำพลาสมาไนไตรดิงสูงชัน และอุณหภูมิที่สูงกว่าส่งผลให้ความแข็งที่ผิวชิ้นงานมีความแข็งน้อยลง

ตารางที่ 2.1 ผลการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง (Paa-rai, 2005)

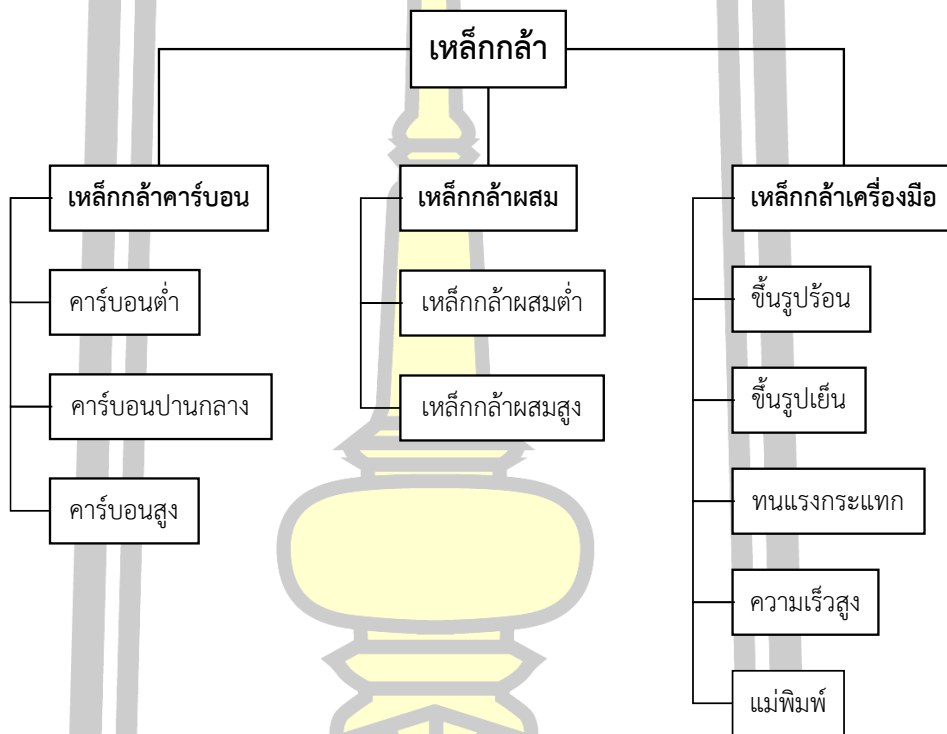
| 2θ (องศา) | สูตรเคมี | JCPDs No. | JCPDs 2θ (องศา) |
|-----------|-------------------|-----------|-----------------|
| 41.051 | Fe ₃ N | 03-0925 | 41.069 |
| 43.526 | CrN | 11-0065 | 43.738 |
| 44.718 | Fe | 06-0696 | 44.674 |
| 47.911 | Fe ₄ N | 06-0627 | 47.915 |
| 69.880 | Fe ₄ N | 06-0627 | 70.058 |
| 82.108 | Fe-Cr | 34-0396 | 81.986 |
| 84.622 | Fe ₄ N | 06-0627 | 84.651 |
| 89.192 | Fe ₄ N | 06-0627 | 89.412 |



ภาพประกอบที่ 2.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมือ H13 ที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง (Paa-rai, 2005)

2.2 เหล็กกล้า (steel)

เหล็กกล้า คือ เหล็กที่มีปริมาณธาตุคาร์บอนน้อยกว่า 2 wt.% โดยประมาณ เหล็กชนิดนี้มีความเหนียวมากกว่าเหล็กหล่อทำให้สามารถทำการขึ้นรูปโดยใช้กรรมวิธีทางกลได้ ทำให้เหล็กชนิดนี้ถูกนำไปใช้งานอย่างกว้างขวาง จึงพบเห็นได้ทั่วไปในชีวิตประจำวัน เช่น เหล็กเส้น เหล็กแผ่น เหล็กโครงสร้างยนต์ ท่อเหล็กต่าง ๆ เหล็กกล้าสามารถแบ่งได้เป็นกลุ่มต่าง ๆ ได้ตามภาพประกอบที่ 2.3



ภาพประกอบที่ 2.3 แผนผังการจำแนกประเภทของเหล็กกล้า (Thammachot, 2017)

เหล็กกล้า คือ โลหะผสมที่ประกอบด้วยธาตุตั้งต้นพื้นฐาน คือ เหล็ก (Fe) และมีการเจือธาตุอื่นเข้าไปเพื่อให้มีผลต่อเฟสออสเทนไนต์ เฟอร์ไรต์ หรือการเกิดคาร์ไบด์ ซึ่งจะทำให้กระบวนการอบชุบ โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกลเปลี่ยนแปลงไปอย่างมาก และเพื่อปรับปรุงสมบัติโดยรวมให้ดีขึ้นโดยเฉพาะสมบัติเชิงกล ซึ่งธาตุหลัก ๆ ที่เจือ คือ คาร์บอน (C) โครเมียม (Cr) ธาตุโลหะอื่น ๆ อีกเล็กน้อย (Da Luz et al., 2020) เช่น แมงกานีส (Mn) ฟอสฟอรัส (P) ซัลเฟอร์ (S) ซิลิกอน (Si) โคบอลต์ (Co) โบรอน (B) นิกเกิล (Ni) โมลิบดีนัม (Mo) ทังสแตน (W) วาเนเดียม (V) ไนโอเบียม (Nb)

แทนทาลัม (Ta) อะลูมิเนียม (Al) และ ไทเทเนียม (Ti) เป็นต้น โดยบทบาทของธาตุผสมเหล่านี้สามารถอธิบายได้ดังนี้

คาร์บอน เป็นธาตุผสมหลักของเหล็กกล้า จะไปรวมตัวกับธาตุผสมตัวอื่น เช่น โครเมียม โมลิบดีนัม ทังสเตน และกลายเป็นเฟสคาร์ไบด์ (carbide) ซึ่งจะช่วยให้คุณสมบัติในการใช้งานต่าง ๆ ให้ดียิ่งขึ้น เช่น การคงความแข็งแรงไว้ได้ที่อุณหภูมิสูง ทำให้ชิ้นงานที่มีปริมาณคาร์บอนสูงสามารถทำการชุบแข็งได้ดี และคาร์บอนยังมีผลต่อคุณสมบัติเชิงกลโดยตรง คือ ช่วยเพิ่มความแข็งแรง ความแข็งแรงของโครงสร้าง และความสามารถในการคงสมบัติเดิมของชิ้นงานเมื่อต้องอยู่ในสภาวะที่อุณหภูมิสูง แต่ถ้าปริมาณคาร์บอนที่มากเกินไป จะส่งผลให้สมบัติการยึดตัวของเหล็กกล้าลดลง (Kosolapova, 1995)

โครเมียม โดยทั่วไปจะส่งผลให้เหล็กกล้าทนการผุกร่อน ทนความร้อนและต้านทานการเกิดออกไซด์ แต่ในเหล็กกล้าเครื่องมือการเติมโครเมียมในปริมาณมากเพื่อต้องการให้โครเมียมไปรวมตัวกับคาร์บอนให้เป็นคาร์ไบด์เท่านั้น เมื่อโครเมียมรวมตัวกับคาร์บอนจะกลายเป็นโครเมียมคาร์ไบด์ที่มีเสถียรภาพสูงอีกทั้งยังช่วยเพิ่มความสามารถในการชุบแข็งด้วย ถึงแม้เฟสคาร์ไบด์จะส่งผลดีต่อโครงสร้างของเหล็ก แต่โครเมียมคาร์ไบด์ก็เป็นเฟสที่ไม่สามารถทนอุณหภูมิได้สูง เพราะถ้าหากมีการนำไปใช้งานภายใต้ความร้อนสูงเป็นระยะเวลานาน อาจจะทำให้เฟสคาร์ไบด์ละลายจนหมด และเมื่อโครเมียมส่วนหนึ่งไปรวมตัวกับคาร์บอนแล้ว จะเหลือโครเมียมอีกส่วนที่เรียกว่า “โครเมียมอิสระ” ที่จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนเกิดเป็นชั้นฟิล์มโครเมียมออกไซด์ (chromium oxide film: CrO_2 หรือเรียกว่า passive film) ปกคลุมพื้นผิวชิ้นงาน ทำให้เนื้อเหล็กกล้าไม่สามารถทำปฏิกิริยากับอากาศได้ ยิ่งโครเมียมอิสระมากขึ้นเท่าใดจะทำให้อัตราการเกิดสนิมเหล็กลดลงเท่านั้น (Gronostajski et al., 2020) และถ้าหากฟิล์มนี้ถูกทำลายจากแรงเชิงกล (mechanic force) ฟิล์มโครเมียมออกไซด์จะถูกสร้างทดแทนขึ้นใหม่ด้วยตัวเอง

แมงกานีส สามารถเพิ่มความแข็งแรงและความแข็งแรงให้กับเหล็กกล้าโดยกลไกการละลายของแข็งและเพิ่มความสามารถในการชุบแข็ง แมงกานีสทำหน้าที่ในการลดออกซิเจนและซัลเฟอร์จากกระบวนการผลิตเหล็กกล้า โดยรวมตัวกับซัลเฟอร์กลายเป็นแมงกานีสซัลไฟด์ (MnS) และถูกกำจัดออกมาในรูปขี้ตะกรัน ส่งผลให้ลดความเสี่ยงต่อการแตกร้าวที่อุณหภูมิสูงเมื่อมีการขึ้นรูป แต่ถ้าเติมแมงกานีสมากเกินไปจะส่งผลให้ขณะทำเทมเปอร์เกิดการแตกร้าวได้ อีกทั้งยังมีความเสี่ยงต่อการบิดงอขณะทำการชุบแข็งด้วย

ซิลิกอน เป็นธาตุที่ใช้ลดออกซิเจนในกระบวนการผลิตเหล็กกล้า ซิลิกอนจะเพิ่มความทนทานการเสียดสี หากมีน้อยกว่า 0.3 wt.% จะสามารถละลายในโครงสร้างเฟอร์ไรต์ทั้งหมด ส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้นโดยที่ความเหนียวไม่ลดลง แต่ถ้ามีเกิน 0.4 wt.% ความเหนียวจะลดลง (Thammachot, 2017)

โมลิบดีนัม เป็นธาตุที่ทำให้เกิดเฟสคาร์ไบด์ ทำให้เหล็กมีเกรนที่ละเอียด เพิ่มความสามารถในการชุบแข็ง เพิ่มความต้านทานการล้า และทำให้เกิดความแข็งทุติยภูมิ (secondary hardening) ขณะทำเทมเปอร์ โมลิบดีนัมในปริมาณ 0.15-0.3 wt.% และวาเนเดียมอีกเล็กน้อย จะช่วยลดความเปราะได้ โมลิบดีนัมมักใช้ร่วมกับเหล็กกล้าโครเมียมสูง เนื่องจากจะช่วยเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อน

วาเนเดียม เป็นตัวทำให้เกิดคาร์ไบด์ที่มีความเสถียรภาพสูง ทำให้ละลายในโครงสร้างออสเทนไนต์ยาก แต่มีความสามารถในการละลายในเฟสเฟอร์ไรต์ได้ดี และมีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันสูง วาเนเดียมจะเพิ่มความสามารถในการชุบแข็งถ้าเติมในปริมาณน้อย 0.05 wt.% ถ้าหากมากกว่านี้ความสามารถในการชุบแข็งจะมีแนวโน้มลดลง วาเนเดียมจะเพิ่มความทนทานต่อการเสียดสีได้ดีที่อุณหภูมิสูง จึงนิยมเติมลงไปเหล็กกล้าความเร็วสูงและเหล็กกล้าขึ้นรูปร้อน การเติมวาเนเดียม 0.75 wt.% จะช่วยเพิ่มความแข็งทุติยภูมิและความแข็งที่อุณหภูมิสูงถึง 565 °C (Thammachot, 2017) วาเนเดียมเป็นธาตุที่ทำให้เกรนของเหล็กมีขนาดเล็กและละเอียดทำให้ความแข็งที่ได้จากการชุบแข็งมีค่าสูง แต่วาเนเดียมก็มีราคาค่อนข้างสูง

สัดส่วนธาตุผสมที่กล่าวมาข้างต้นมีผลต่อสมบัติของเหล็กกล้าอย่างมาก ในทางโลหะวิทยา โลหะเหล็กสามารถจำแนกออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ เหล็กกล้าและเหล็กหล่อ ซึ่งมีความแตกต่างกันตามสัดส่วนของคาร์บอน ในส่วนของเหล็กกล้าถูกจำแนกตามปริมาณของธาตุผสมที่เติมเข้าไป จึงจำแนกออกเป็น 3 กลุ่มดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.3 คือ เหล็กกล้าคาร์บอน เหล็กกล้าผสม และเหล็กกล้าเครื่องมือ ซึ่งรายละเอียดสามารถอธิบายได้ดังนี้

เหล็กกล้าคาร์บอน (carbon steel) คือ เหล็กที่มีปริมาณของธาตุผสมรวมกันน้อยกว่าธาตุคาร์บอน จึงทำให้เหล็กกล้าคาร์บอนมีสมบัติเชิงกลที่โดดเด่นในเรื่องความแข็ง และสามารถทนต่อสภาวะอุณหภูมิสูงได้ เมื่อใช้ปริมาณคาร์บอนเป็นตัวจำแนกประเภทแล้วจะสามารถแยกประเภทของเหล็กกล้าคาร์บอนได้ออกเป็น 3 ประเภท ดังนี้

- เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ (low carbon steel) จะมีปริมาณคาร์บอนไม่เกิน 0.1 wt.% ถึง 0.2 wt.% (American iron and steel institute (AISI) (Total Materia, 2001)) ทำให้เหล็กชนิดนี้มีความยืดตัวสูงแต่ความแข็งต่ำ นิยมนำไปตีหรือรีดเป็นเหล็กแผ่น ใช้ทำเหล็กโครงสร้างต่าง ๆ เหล็กแผ่นบาง ๆ และเหล็กแผ่นขนาดใหญ่ในงานอุตสาหกรรม
- เหล็กกล้าคาร์บอนปานกลาง (medium carbon steel) มีคาร์บอนผสมอยู่ระหว่าง 0.2 wt.% ถึง 0.5 wt.% มีความแข็งมากกว่าเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ แต่ยังมีความยืดตัวสูงอยู่ จึงเป็นที่นิยมนำไปผลิตเป็นชิ้นส่วนเครื่องจักรกลในอุตสาหกรรมทั่วไป (Cheng et al., 2019)
- เหล็กกล้าคาร์บอนสูง (high carbon steel) มีคาร์บอนผสมมากกว่า 0.5 wt.% เหล็กกลุ่มนี้มีความแข็งสูง นิยมนำไปใช้งานประเภทงานทนความร้อน ใช้ทำเครื่องมือ หรือแม่พิมพ์ แต่ไม่นิยมนำไปใช้ในงานประเภทงานทนการกัดกร่อน เนื่องจากมีปริมาณคาร์บอนที่สูง จึงมีความเสี่ยงต่อการเกิดสนิมและการกัดกร่อนสูง (Thelning, 1975)

เหล็กกล้าผสม (alloy steel) เป็นเหล็กที่เติมธาตุผสมอื่น ๆ ที่นอกเหนือจากคาร์บอนเข้าไปเพื่อปรับปรุงสมบัติต่าง ๆ เช่น สมบัติเชิงกล เหล็กกล้าผสมเป็นเหล็กที่มีปริมาณโครเมียมและธาตุผสมอื่น ๆ รวมกันแล้วมีปริมาณที่มากกว่าคาร์บอน คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเหล็ก และสามารถแบ่งตามปริมาณธาตุผสมในเหล็กได้ 2 ประเภท ดังนี้

- เหล็กกล้าผสมต่ำ (low alloy steel) เป็นเหล็กกล้าที่มีธาตุผสมรวมกันน้อยกว่า 5 wt.% ส่งผลให้เหล็กสามารถชุบแข็งได้ มีความแข็งแรงสูง เหมาะสำหรับการใช้ในการทำชิ้นส่วนเครื่องจักร เช่น เฟืองหรือเพลลา ซึ่งเหล็กกล้าชนิดนี้ต้องผ่านกระบวนการชุบแข็งหรืออบร้อนก่อนเพื่อเพิ่มสมบัติความแข็ง
- เหล็กกล้าผสมสูง (high alloy steel) หรืออาจเรียกว่า “เหล็กกล้าไร้สนิม” คือ มีโครเมียมผสมอยู่ระหว่าง 13% ถึง 30% และธาตุผสมรวมอื่น ๆ มีมากกว่า

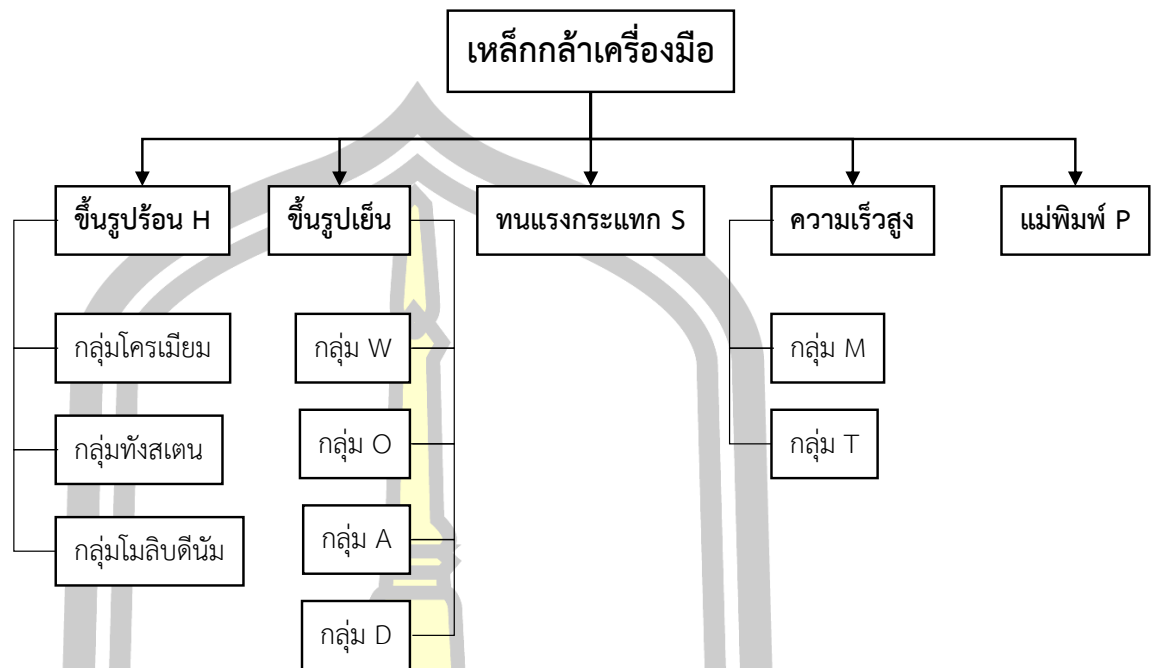
5 wt. มีความสามารถในการทนความร้อน ทนการเสียดสี และมีสมบัติทนการกัดกร่อนที่ดี (Gurumurthy et al., 2020; Thammachot, 2017)

เหล็กกล้าเครื่องมือ (tool steel) เป็นเหล็กที่ผลิตขึ้นมาเพื่อใช้ทำอุปกรณ์หรือเครื่องมือที่ใช้ตัดเฉือนวัสดุชนิดอื่น ๆ ดังนั้นเหล็กกล้าเครื่องมือจึงต้องมีสมบัติพิเศษทางด้านความแข็งแรงสูง ความทนทานต่อแรงกระแทก หรือความแข็งที่อุณหภูมิสูง เป็นต้น ตามมาตรฐาน AISI จำแนกประเภทของเหล็กกล้าเครื่องมือโดยอาศัยกระบวนการชุบแข็ง การใช้งานและคุณสมบัติพิเศษ ซึ่งสามารถจำแนกได้ 5 กลุ่ม ดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.4

- **เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปเย็น : เกรดชุบแข็งด้วยน้ำ (W: W1 W2 W5)** มีคาร์บอนเป็นธาตุผสมหลัก ไม่มีคาร์ไบด์ชนิดพิเศษใด ๆ มีอัตราการเย็นตัวของอุณหภูมิวิกฤตสูง จึงต้องชุบด้วยน้ำเพื่อให้การเย็นตัวเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เหล็กกลุ่มนี้มีราคาต่ำ แต่มักเกิดปัญหาการแตกร้าวเพราะการชุบในน้ำ
- **เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปเย็น : เกรดชุบแข็งด้วยน้ำมัน (O: O1 O2 O6 O7)** มีคาร์บอน 1 wt.% และธาตุผสมที่ค่อนข้างต่ำ มีความสามารถในการชุบแข็งค่อนข้างดี สามารถชุบแข็งด้วยน้ำมันที่ให้อัตราการเย็นตัวที่ช้ากว่าน้ำ
- **เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปเย็น : เกรดชุบแข็งด้วยอากาศ (A: A2 A4 A6 A7 A8 A9 A10 A11)** มีปริมาณคาร์บอน 1-2 wt.% โครเมียม 5 wt.% และธาตุเจืออื่น ๆ อีกเล็กน้อย โครเมียมและโมลิบดีนัมที่ผสมอยู่จะช่วยให้เพิ่มความสามารถในการชุบแข็งดีขึ้น และทำให้เกิดคาร์ไบด์
- **เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปเย็น : เกรดคาร์บอนและโครเมียมสูง (D: D2 D3 D4 D5 D7)** มีปริมาณคาร์บอนมากกว่า 1.5 wt.% โครเมียม 12 wt.% และธาตุเจืออื่น ๆ อีกเล็กน้อย เหล็กกลุ่มนี้บางชนิดถูกชุบแข็งด้วยน้ำ บางชนิดถูกชุบแข็งด้วยน้ำมัน ปริมาณโครเมียมที่สูงมีส่วนทำให้เหล็กกลุ่มนี้ทนการเสียดสีได้ดี แต่กัดแต่งได้ยาก
- **เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปร้อน (hot work tool steel: H)** เหล็กกล้ากลุ่มนี้ใช้ปริมาณของธาตุผสมหลักเป็นเกณฑ์ในการจำแนกชนิดของกลุ่มย่อย คือ กลุ่มโครเมียม (H10 H11 H12 H13 H14 H19) มีปริมาณคาร์บอน 0.4 wt.% โครเมียม 5 wt.% กลุ่มทังสเทน (H21 H22 H23 H24 H26) มีปริมาณคาร์บอน 0.6 wt.% โมลิบดีนัม 5 wt.% โครเมียม 4 wt.% และทังสเทน 6

wt.% กลุ่มโมลิบดีนัม (H42) มีปริมาณคาร์บอน 0.4 wt.% โคบอลต์ 9 wt.% โครเมียม 2-12 wt.% และทังสเทน 8 wt.% ธาตุผสมหลัก มีส่วนสำคัญในการยับยั้งการเกิดดิสโลเคชันและลดความอ่อนตัวอันเนื่องมาจากความร้อน เพราะธาตุผสมหลักเหล่านี้ทำให้เกิดเฟสคาร์ไบด์ขณะทำเทมเปอร์ เหล็กกลุ่มโครเมียมจะต้านทานการอ่อนตัวเนื่องจากการทำเทมเปอร์ที่อุณหภูมิสูงถึง 430 °C ส่วนกลุ่มทังสเทนจะสูงถึง 620 °C (Thammachot, 2017) เหล็ก H13 เป็นที่นิยมใช้ในงานทนร้อนมากที่สุด เช่น แม่พิมพ์ฉีดพลาสติกหรือโลหะนอกกลุ่มเหล็กแม่พิมพ์อัดขึ้นรูป เป็นต้น

- **เหล็กกล้าเครื่องมือทนแรงกระแทก (shock-resisting tool steel: S)** (S: S1 S2 S4 S5 S7) มีปริมาณคาร์บอน 0.5 wt.% และธาตุผสมค่อนข้างต่ำ เนื่องจากปริมาณคาร์บอนที่ค่อนข้างต่ำ ส่งผลให้ไม่มีเฟสคาร์ไบด์และโครงสร้างของเหล็กกลุ่มนี้จะมีความแข็งไม่สูงมากนัก แต่ค่าที่พเนสส์จะสูงมากกว่าเหล็กกลุ่มอื่น ๆ จึงเหมาะกับงานที่ต้องรับแรงกระแทก
- **เหล็กกล้าเครื่องมือความเร็วสูง (high-speed tool steel)** กลุ่มโมลิบดีนัม: M มีปริมาณคาร์บอน 1 wt.% โมลิบดีนัม 4-10 wt.% และโครเมียม 4 wt.% และกลุ่มทังสเทน: T จะมีปริมาณคาร์บอน 1 wt.% โครเมียม 4 wt.% และทังสเทน 12-18 wt.% เหล็กกลุ่มนี้จะใช้ทำเครื่องมือที่ใช้ตัดเฉือนโลหะชนิดอื่นที่ความเร็วรอบสูง ๆ จึงมีธาตุผสมอยู่ในปริมาณมาก คาร์บอนและโครเมียมจะช่วยเพิ่มความสามารถในการชุบแข็ง วาเนเดียมจะช่วยให้เกรนละเอียด และถ้าวาเนเดียมมีปริมาณสูงจะทำให้เกิดเฟสคาร์ไบด์ที่ทนการเสียดสีได้ดี ทังสเทนจะช่วยยับยั้งการอ่อนตัวอันเนื่องมาจากอุณหภูมิสูงถึง 540 °C (Thammachot, 2017)
- **เหล็กกล้าแม่พิมพ์ (mold steel: P)** มีปริมาณคาร์บอนน้อยกว่า 0.35 wt.% จึงทำให้ไม่สามารถชุบแข็งได้ แต่นิยมขึ้นรูปก่อนแล้วนำไปทำคาร์บูไรส์ซิง (carburizing) ก่อนจะนำไปผ่านกระบวนการตกตะกอนเพื่อเพิ่มความแข็ง เหล็กกลุ่มนี้ใช้ทำแม่พิมพ์ฉีดพลาสติกและแม่พิมพ์ต่าง ๆ



ภาพประกอบที่ 2.4 แผนผังการจำแนกประเภทของเหล็กกล้าเครื่องมือ

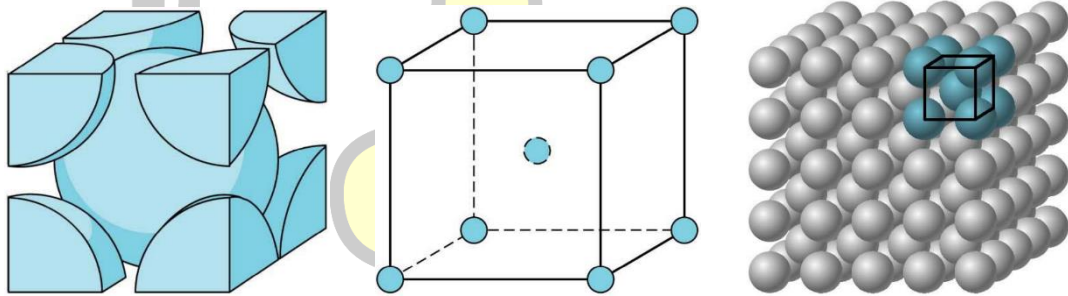
เหล็กกล้าเป็นวัสดุที่ถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตเกือบทุกประเภท เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่น คือ เปลี่ยนหรือขึ้นรูปได้ตามที่ต้องการ แข็งแรงแต่มียังความยืดตัวอยู่ ทนทานต่อแรงกระแทกหรือสภาวะทางธรรมชาติ สามารถรับน้ำหนักได้ดี ไม่ขาดหรือแตกหักง่าย แต่อย่างไรก็ตามเหล็กทุกประเภทยังมีข้อจำกัดอีกมากมาย ทั้งปฏิกิริยาที่เหล็กทำกับน้ำ ความชื้นในอากาศ และออกซิเจน ทำให้เหล็กค่อย ๆ แปรสภาพกลายเป็นสนิมเหล็กที่ทำให้เหล็กเกิดการผุกร่อน มีความแข็งแรงแต่เปราะ เป็นต้น จึงมีการคิดค้นกรรมวิธีการสร้างชั้นเคลือบแข็งบนพื้นผิวของวัสดุให้ดีขึ้น โดยวิธีการปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วยกระบวนการทางเคมีความร้อน (thermochemical surface modification) ในบรรดาวิธีการเหล่านี้ไนไตรดิง (nitriding) ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมเพื่อเพิ่มขอบเขตการประยุกต์ใช้งานให้กว้างขึ้นและเพื่อยืดอายุการใช้งานของวัสดุ

กลไกของไนไตรดิง หมายถึง ความสัมพันธ์ของไนโตรเจนกับเหล็กเมื่อเหล็กถูกทำให้อุณหภูมิสูงขึ้นถึงจุดหนึ่ง แลตทิซแบบ BCC ของเหล็กเฟอร์ริติกจะเริ่มมีการสั่น และจากการสั่นนี้ทำให้อะตอมไนโตรเจนที่มีขนาดเล็กสามารถแพร่เข้าไปในโครงสร้างของเหล็กได้ และรวมตัวเป็นเฟสไนไตรด์กับเหล็ก หรือรวมกับธาตุผสมอื่น ๆ เช่น อะลูมิเนียม, โครเมียม, โมลิบดีนัม, และวาเนเดียม เป็นต้น จะมี

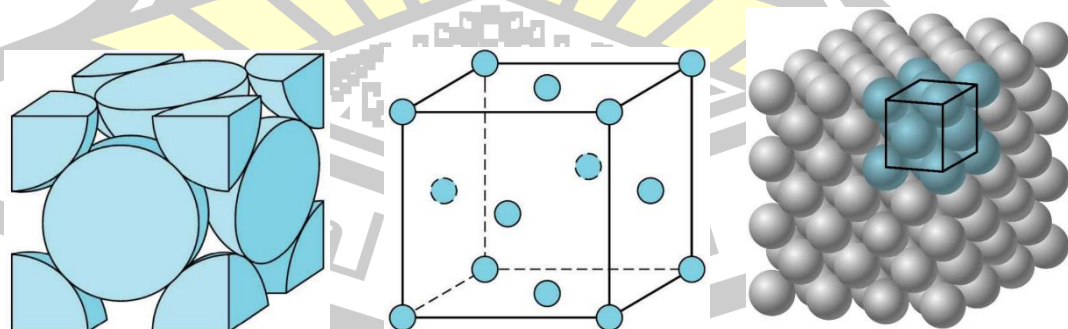
รูปแบบโลหะไนไตรด์ที่มีสูตรเคมีต่าง ๆ เช่น Cr_2N , Mo_2N , AlN , VN และ W_2N ซึ่งโลหะไนไตรด์เหล่านี้ทำให้ความแข็งแรงเชิงผิวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น (Prabhudev, 1988; Totten, 2006)

2.3 กลไกการก่อตัวของชั้นไนไตรด์

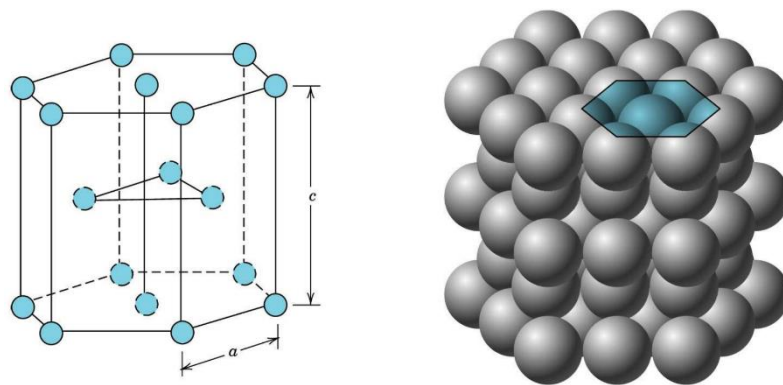
วัตถุประสงค์ของการทำไนไตรดิง คือ การทำให้อะตอมไนโตรเจนสามารถแพร่เข้าไปทำปฏิกิริยากับเหล็กซึ่งเป็นธาตุโลหะหลัก ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างไนไตรด์ประเภทต่าง ๆ ซึ่งในกรณีนี้จะพบโครงสร้างไนไตรด์ของเฟสเหล็กไนไตรด์ (iron nitrides: Fe_xN) ตามภาพประกอบที่ 2.5 หรือทำปฏิกิริยากับธาตุผสมอื่น ๆ ที่บริเวณผิวเกิดเป็นโลหะไนไตรด์ (metals nitrides) เช่น โครเมียมไนไตรด์ (Cr_2N), อลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) และโมลิบดีนัมไนไตรด์ (Mo_2N) เป็นต้น ซึ่งโครงสร้างโลหะไนไตรด์เหล่านี้จะส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้น (Larisch et al., 1999)



(ก) โครงสร้างผลึกแบบ body-centered cubic (BCC) ของเหล็กไนไตรด์ (α -Fe เรียก ferrite) (ผศ.ดร.วรพจน์ เสรีรัฐ et al., 2001)



(ข) โครงสร้างผลึกแบบ face-centered cubic (FCC) ของเหล็กไนไตรด์ (γ - Fe_4N) (ผศ.ดร.วรพจน์ เสรีรัฐ et al., 2001)

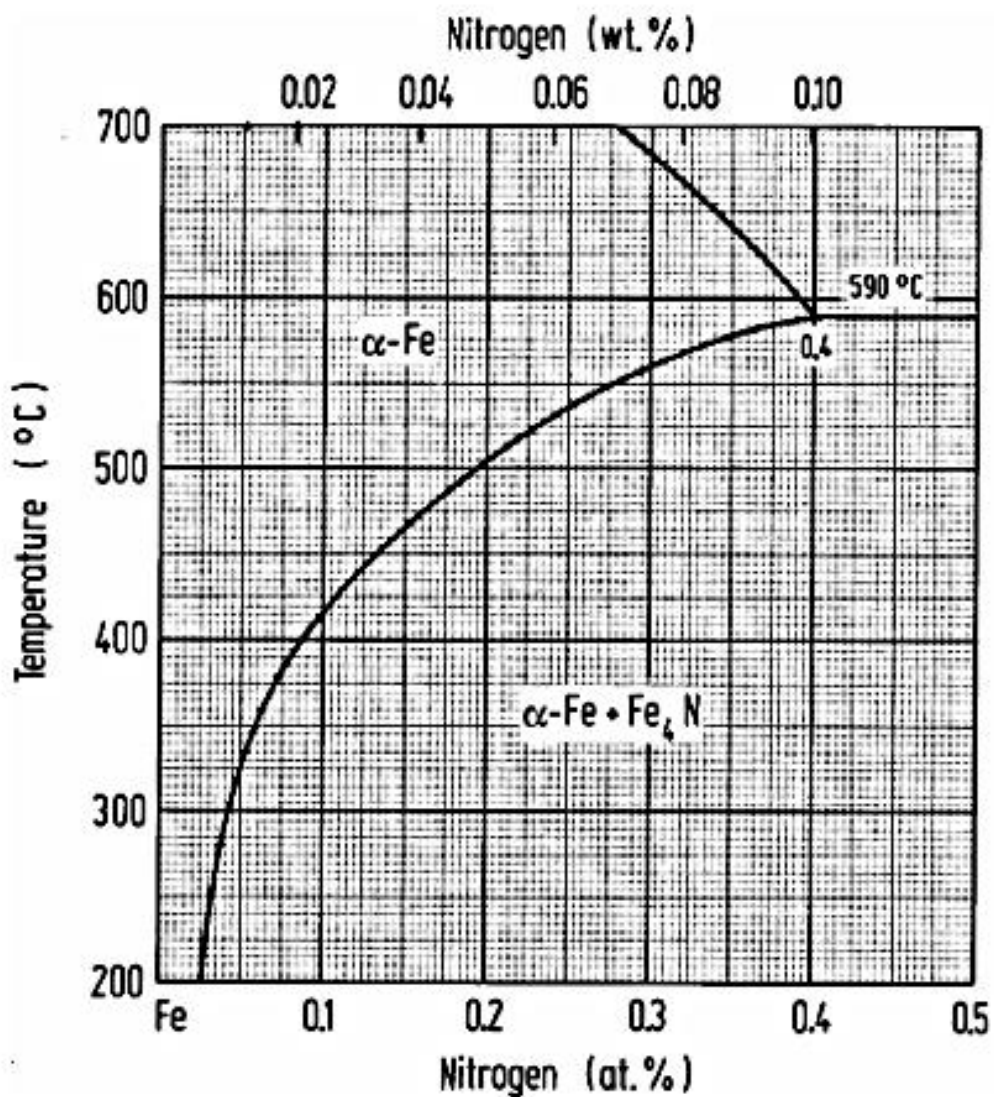


(ค) โครงสร้างผลึกแบบ hexagonal-closed packed (HCP) ของเหล็กไนไตรต์ (ϵ -Fe₂₃N) หรือ ζ -Fe₂N และ ϵ -Fe₃N (ผศ.ดร.วราภรณ์ เสรีรัฐ et al., 2001)

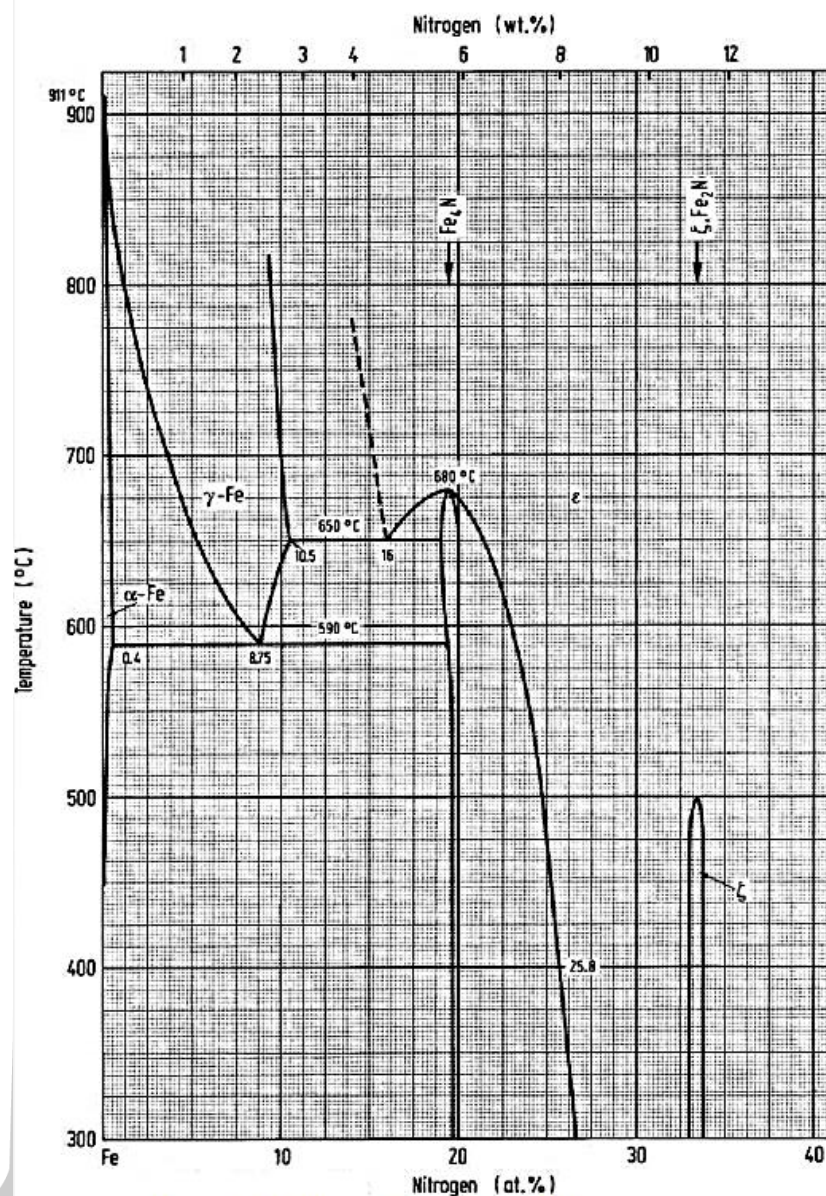
ภาพประกอบที่ 2.5 โครงสร้างผลึกของเหล็กไนไตรต์ ที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการไนไตรดิง (Gronostajski et al., 2020; Lenzion-Bieluń et al., 2018)

โดยทั่วไปการทำไนไตรดิงจะใช้อุณหภูมิอยู่ในช่วง 450 °C ถึง 600 °C ซึ่งจะทำให้อะตอมของไนโตรเจนสามารถแพร่เข้าไปในเหล็กเฟอร์ไรต์ได้ปริมาณสูงสุดเพียงแค่ 0.1 wt.% (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) (von Goldbeck, 1982) ตามที่แสดงในภาพประกอบที่ 2.6 แต่เมื่อปริมาณอะตอมไนโตรเจนแพร่เข้าไปสูงกว่า 0.1 wt.% จะเริ่มมีการก่อตัวของเฟส γ -Fe₄N และถ้าความเข้มข้นของไนโตรเจนสูงเกินกว่า 6 wt.% เฟส γ -Fe₄N จะเริ่มเปลี่ยนเป็นเฟส ϵ -Fe₃N และเมื่อถึงจุดที่ปริมาณของไนโตรเจนสามารถแพร่เข้าไปได้ประมาณ 11 wt.% เฟส ϵ -Fe₂N (Bernal, 2006) จะเริ่มก่อตัวขึ้น ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 500 °C (von Goldbeck, 1982) ตามภาพประกอบที่ 2.7 และถ้าหากมีการนำชิ้นงานที่ผ่านการทำไนไตรดิงไปถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์ จะสามารถแยกความแตกต่างได้อย่างชัดเจน 3 ส่วน คือ ชั้นสีขาวด้านนอกสุด ซึ่งชั้นนี้จะประกอบไปด้วยเฟสของ γ -Fe₄N และ ϵ -Fe₃N ซึ่งเรียกบริเวณนี้ว่า “ชั้นสีขาว (white layer)” หรือ “ชั้นสารประกอบ (compound layer)” เนื่องจากลักษณะสีขาวที่สังเกตได้ในกล้องจุลทรรศน์เป็นชั้นสารประกอบที่มีลักษณะแข็งและเปราะมาก ซึ่งไม่เป็นที่ต้องการในหลาย ๆ การประยุกต์ใช้งาน จึงมีการขัดชั้นสีขาวออก ซึ่งชั้นสารประกอบนี้เป็นชั้นแรกที่จะเกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการไนไตรดิง แต่เมื่อความหนาของชั้นสารประกอบเพิ่มขึ้นอะตอมไนโตรเจนจะพยายามแพร่กระจายเข้าไปยังแกนกลางของวัสดุ จะเกิดเป็นบริเวณที่สามารถแยกความแตกต่างที่ 2 ออกได้ ซึ่งรู้จักกันในชื่อ “ชั้นการแพร่ (diffusion zone)” ที่เมื่อไนโตรเจนมีปริมาณสูงจะก่อตัวเป็นเฟส γ -Fe₄N และถ้าหาปริมาณไนโตรเจนมีมากเกินไปในบริเวณนี้

จะเกิดการละลายของไนโตรเจนและตกตะกอนที่ขอบเกรน ในส่วนของชั้นที่ 3 จะเป็นแกนกลางของวัสดุ ซึ่งจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงโดยกระบวนการไนไตรดิง



ภาพประกอบที่ 2.6 แผนภาพสัดส่วนของเหล็ก-ไนโตรเจน (von Goldbeck, 1982)



ภาพประกอบที่ 2.7 แผนภาพเฟสของเหล็ก-ไนโตรเจน (von Goldbeck, 1982)

โดยทั่วไปแล้วพื้นผิวที่ผ่านการปรับปรุง (treated) ด้วยแก๊สไนโตรเจนจะประกอบด้วยชั้นผิวสองส่วน คือ ชั้นสารประกอบ ชั้นบนสุดนี้สารประกอบส่วนใหญ่จะประกอบไปด้วยเหล็กไนไตรด์ (Fe_xN) สองชนิด คือ $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ และ $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ และอาจพบการตกตะกอนของโครเมียมไนไตรด์ด้วย ในบริเวณพื้นผิวที่มีความหนาแน่นของไนโตรเจนสูงจะเป็นการช่วยเร่งการก่อตัวของเฟส $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ แต่เมื่อชั้นสารประกอบมีการขยายตัวจากพื้นผิวไปสู่แกนกลาง พบว่าเฟส $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ จะมีปริมาณลดลงตามความลึกจากผิว เนื่องจากถูกแทนที่ด้วยเฟส $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ ซึ่งชั้นสารประกอบของเฟส $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$

ส่วนใหญ่จะทำให้พื้นผิวมีสมบัติด้านทานการสึกหรอที่ดีขึ้น แต่ไม่สามารถรับแรงกระแทกได้ดี หรือ แข็งแต่เปราะนั่นเอง แต่การปรากฏของเฟส γ -Fe₄N จะช่วยเพิ่มความทนทานต่อแรงกระแทกได้ดีขึ้น ในส่วนของชั้นการแพร่ ชั้นนี้เกิดขึ้นที่ใต้ชั้นสารประกอบ ส่วนใหญ่จะประกอบด้วยไนไตรด์ของธาตุผสม (alloy nitrides) กล่าวคือ เมื่อมีการก่อตัวของชั้นสารประกอบ ไนโตรเจนจะพยายามแพร่เข้า ด้านในแกนกลางวัสดุ และรวมเข้ากับธาตุผสมอื่น ๆ เพื่อสร้างสารประกอบไนไตรด์ (compound nitrides) และการตกตะกอนของไนไตรด์เหล่านี้มักเกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรน ทำให้บทบาทสำคัญของ ชั้นนี้ คือ การเพิ่มความแข็งให้กับผิววัสดุ โลหะไนไตรด์ที่มีความเสถียรภาพสูง คือ W, Al, Cr, V, และ Mo แต่ก็ยังมีข้อจำกัดเกี่ยวกับปริมาณคาร์บอนในเหล็กกล้าที่จะนำมาทำไนไตรด์ ซึ่งไม่ควรเกิน 0.5 wt.% เพราะคาร์บอนจะเป็นตัวเพิ่มความเปราะไปได้ของการสร้างเฟสคาร์ไบด์ ส่งผลให้การก่อตัวของ เฟสไนไตรด์ลดลง (Aghajani & Behrangi, 2017)

ข้อได้เปรียบที่สำคัญมากของการทำไนไตรด์ที่เหนือกว่ากระบวนการชุบผิวแข็งกรณีอื่น ๆ คือ ใช้อุณหภูมิในกระบวนการชุบผิวแข็งที่ต่ำ ในขณะที่การทำคาร์บูไรซิ่งจะทำที่อุณหภูมิสูงประมาณ 970 °C (Bernal, 2006) อะตอมคาร์บอนถึงจะสามารถแพร่เข้าไปในโครงสร้างของเฟสออสเทนไนต์ ได้ แต่การทำไนไตรด์จะเกิดกระบวนการแพร่ของไนโตรเจนและรวมตัวกับโครงสร้างเฟสออสเทนไนต์ที่อุณหภูมิ 590 °C (Schneider, 2015) ทำให้เหล็กบางเกรดยังสามารถรักษาสมบัติเชิงกลไว้ได้ดี (Kim et al., 2003; Schneider, 2015) แต่ในกรณีการทำไนไตรด์ส่วนใหญ่ จะมีการให้ความร้อน กับชิ้นงานก่อนที่จะนำไปทำไนไตรด์ เพื่อให้แกนกลางมีความแข็งสูงขึ้น แต่ถ้าหากกระบวนการนี้ถูก ทำที่อุณหภูมิสูงเกินไป แกนกลางของเหล็กจะมีความแข็งลดลง (Bernal, 2006) ต่อมาจึงมีความ พยายามที่จะลดอุณหภูมิในการทำไนไตรด์และเพิ่มชนิดของวัสดุที่จะสามารถใช้ในกระบวนการนี้ให้ หลากหลายขึ้น กรรมวิธีของการทำไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี วิธีที่ถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลาย คือ แก๊สไนไตรด์ (gaseous nitriding) ทำได้โดยใส่ชิ้นงานในเตาเผาอะลูมินา (alumina crucible) หลังจากนั้นใส่แก๊สตั้งต้นเข้าไปโดยส่วนใหญ่แล้วจะเป็นแก๊สแอมโมเนีย (NH₃) ซึ่งใช้อุณหภูมิในการทำ ไนไตรด์สูงในช่วง 510°C ถึง 565°C (Aghajani and Behrangi 2017; Bernal 2006) ส่งผลให้ความ แข็งที่แกนกลางของชิ้นงานลดลง (Ashrafizadeh 2003) อีกหนึ่งวิธีการทำไนไตรด์ คือ การทำไนไตร ดิงด้วยของเหลว (liquid nitriding) ซึ่งเป็นการชุบผิวแข็งโดยกระบวนการเคมีความร้อน อุณหภูมิ สารละลายอยู่ในช่วง 550 ถึง 580 °C (Aghajani and Behrangi 2017; Bernal 2006) ใช้ สารละลายในกลุ่มของไซยาไนด์ (cyanides) ที่มีความเป็นพิษต่อธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม จึงมีการใช้ ลดลงในปัจจุบัน

อย่างไรก็ตามการทำไนโตรดิงโดยใช้ความร้อนเป็นหลักเพียงอย่างเดียวมันมีข้อเสีย คือ ต้องใช้พลังงานมากเพื่อให้ได้ความร้อนสูง ซึ่งโดยทั่วไปมักสูงกว่า 550 °C (สมนึก วัฒนศรีกุล, 2001) และการได้รับความร้อนที่มากเกินไปจะส่งผลเสียกับโครงสร้างของชิ้นงาน จึงได้นำกรรมวิธีการทำไนโตรดิงอีกรูปแบบหนึ่งมาใช้ คือ **การทำพลาสมาไนโตรดิง** ซึ่งจะทำให้เกิดกลไกไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ จึงเรียกขบวนการนี้ว่า “**low temperature plasma nitriding**” หรือเรียกย่อ ๆ ว่า “**plasma nitriding**” จึงมีการศึกษาเทคโนโลยีพลาสมา เพื่อช่วยลดอุณหภูมิในกระบวนการทำไนโตรดิงให้ได้มากที่สุด ซึ่งจะได้กล่าวถึงรายละเอียดในหัวข้อถัดไป

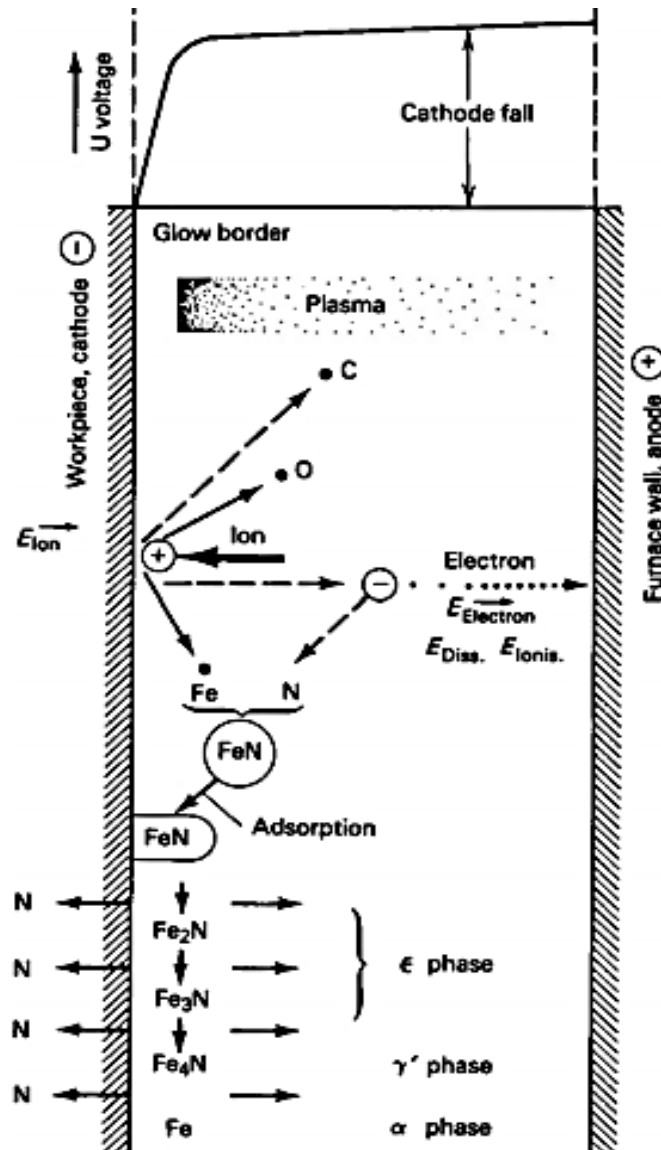
2.4 การทำพลาสมาไนโตรดิง

พลาสมาไนโตรดิง เป็นการใช้พลาสมาเพื่อช่วยทำให้เกิดกระบวนการไนโตรดิง (plasma assisted metal nitriding) กล่าวคือ กระบวนการนี้จะเริ่มจากการที่ไอออนของไนโตรเจนที่มีพลังงานจลน์สูง วิ่งเข้าชนกับพื้นผิวเหล็ก ทำให้อะตอมของเหล็กหลุดออก (sputter) จากผิวชิ้นงาน และรวมตัวกับอะตอมไนโตรเจนในทันที เกิดเป็นสารประกอบเหล็กไนไตรด์ (FeN) ซึ่งเป็นเฟสที่ไม่มี ความเสถียร และตกกลับลงมาที่ผิวชิ้นงาน แล้วเหล็กจะสลายตัวในทันที ทำให้ไนโตรเจนเป็นอิสระ และไนโตรเจนก็จะเกิดการแพร่ผ่านเกรนสู่เนื้อเหล็กตามภาพประกอบที่ 2.8 ซึ่งต่างจากกระบวนการทำไนโตรดิงแบบอื่น ๆ ที่ไนโตรเจนจะแพร่ผ่านขอบเกรนที่มีสารประกอบคาร์ไบด์อยู่ ซึ่งจะให้เกิด การรวมตัวกันระหว่างไนโตรเจนกับคาร์ไบด์ เกิดเป็นสารประกอบคาร์ไบด์ไนไตรด์ที่ขอบเกรน ส่งผลให้ไนโตรเจนที่จะแพร่เข้ามาอีกนั้นไม่สามารถเข้ามาได้ เนื่องจากมีการขวางเส้นทางที่ขอบเกรนอยู่ แต่ นอกเหนือจากการที่เหล็กถูกสputter ออกแล้ว คาร์บอนที่บริเวณขอบเกรนยังหลุดออกมาด้วย นั้น ทำให้การแพร่ของอะตอมไนโตรเจนในกระบวนการทำพลาสมาไนโตรดิงนั้น สามารถเกิดการแพร่ได้ ทั้งแบบแพร่ที่บริเวณขอบเกรนและการแพร่แบบผ่านเกรน ซึ่งจะลดอัตราการเกิดคาร์ไบด์ไนไตรด์ที่ทำให้ผิวเหล็กมีความเปราะอีกด้วย (Paa-rai, 2005) จากภาพประกอบที่ 2.8 ปฏิกริยาของอะตอมไนโตรเจนกับเหล็กที่หลุดออกมาจากผิวชิ้นงาน ส่งผลให้เกิดการก่อตัวของ FeN ซึ่งเป็นเฟสไนไตรด์นี้ ไม่มีความเสถียรและถูกเปลี่ยนแปลงเป็นเฟส ϵ -Fe₂3N และ γ -Fe₄N ดังสมการที่ 2.1-2.5 ซึ่งทำให้ หลงเหลืออะตอมไนโตรเจนเพียงอะตอมเดียว และอะตอมของไนโตรเจนนี้จะเกิดการกระบวนการแพร่แบบแทรก (interstitial diffusion) โดยจะละลายผ่านเกรนเข้าไปในเนื้อชิ้นงานกลายเป็น ลักษณะชั้นไนไตรด์ แต่ถ้าหากที่ผิวมีความหนาแน่นของไนโตรเจนมากเกินไปจะทำให้อะตอมไนโตรเจนละลายลงไปไม่หมดและฟอร์มตัวเป็นชั้นสารประกอบขึ้น กระบวนการพลาสมาไนโตรดิงมี

ตัวแปรที่สำคัญ ดังนี้ สัดส่วนแก๊สตั้งต้น (gas mixture) แก๊สโดยทั่วไปที่ใช้สำหรับการทำพลาสมาไนโตรดิง คือ แก๊สไนโตรเจนผสมกับไฮโดรเจน แต่ถ้าสัดส่วนของปริมาณไนโตรเจนเพิ่มขึ้นถึง 50 % อัตราการการขยายตัวของขนาดเกรนก็จะเพิ่มขึ้น และการเพิ่มขึ้นของปริมาณไนโตรเจนส่งผลกับความหนาของชั้นสารประกอบ (Prabhudev, 1988) ในขณะที่ปริมาณสัดส่วนของไฮโดรเจนต่อการเกิดขึ้นไนโตรยังไม่ทราบแน่ชัด นักวิจัยบางคนกล่าวถึงบทบาทในเชิงบวกของไฮโดรเจน เช่น ความหนาของไนไตรต์ แต่ในขณะเดียวกันนักวิจัยบางคนสรุปว่าไฮโดรเจนไม่มีผลดีหรือผลกระทบใด ๆ (Bouanis et al., 2010) (Negm, 2006) ตัวแปรอีกตัวที่มีความสำคัญอย่างมาก คือ อุณหภูมิ (temperature) อุณหภูมิสำหรับพลาสมาไนโตรดิงมีบทบาทสำคัญในเรื่องของระยะลึกของชั้นไนไตรต์ และยังมีตัวแปรอื่น ๆ ที่มีผลต่อการทำพลาสมาไนโตรดิง เช่น เวลา ความดัน และพลังงานของพลาสมา เป็นต้น (Totten, 2006) (Aghajani & Behrangji, 2017)



พหุ ประถม วิชา



ภาพประกอบที่ 2.8 การแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ระหว่างกระบวนการทำพลาสมาไนไตรดิง (ASM International, 1991)

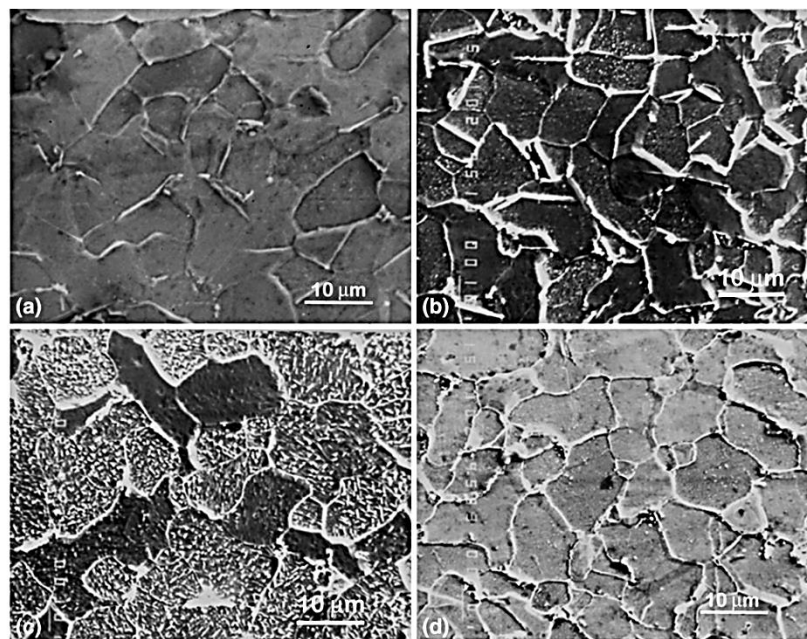
2.5 เทคนิคการตรวจวัดวิเคราะห์ชั้นไนไตรด์

เมื่อชิ้นงานถูกทำไนไตรดิงเสร็จแล้ว จำเป็นต้องมีการตรวจสอบสมบัติของผิวชิ้นงาน เช่น ลักษณะเชิงกายภาพและสัณฐานวิทยา สมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกล เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ของตัวแปรต่อสมบัติต่าง ๆ ว่ามีความสอดคล้องกันหรือไม่ และผลจากการทดลองจะมีแนวโน้มไปในทิศทางใด เป็นต้น โดยเทคนิคที่มักใช้ในการตรวจวัดมีดังนี้

2.5.1 การวิเคราะห์วัสดุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

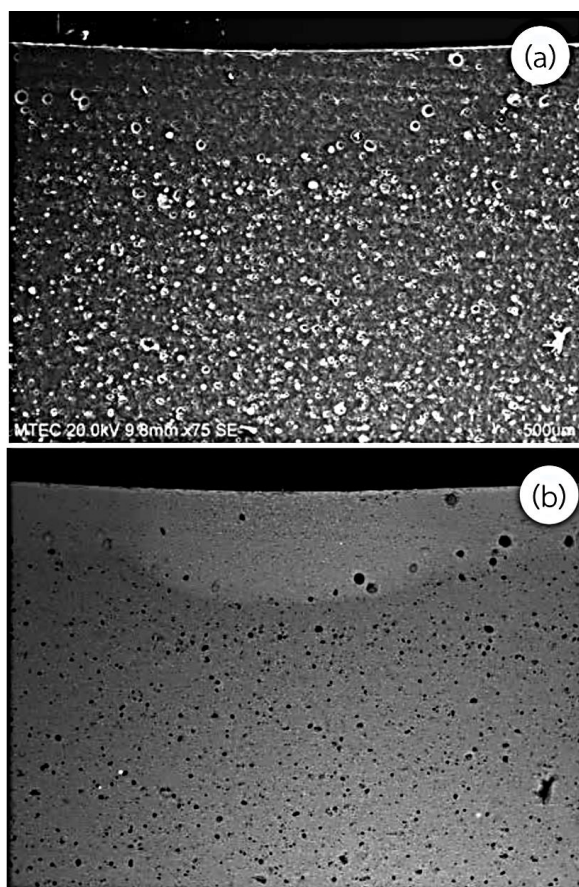
การวิเคราะห์วัสดุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy) หรือ SEM ใช้ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นไนไตรด์ ทั้งลักษณะเกรนและความหนาของชิ้นไนไตรด์จะถูกตรวจสอบด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจากภาคตัดขวางของชิ้นงาน หลักการทำงานของกล้องชนิดนี้ คือ จะผลิตลำอิเล็กตรอนความยาวคลื่นที่สั้นกว่าแสงภายใต้สภาวะสุญญากาศ (ความดันในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-7} torr (Joy, 2006)) ที่มีแหล่งกำเนิดมาจากปืนอิเล็กตรอน (electron gun) ที่เป็นแบบไส้หลอดทังสเตน ผลิตแลนทานัมเฮกซะโบรด์ (LaB₆) โคลด์และฟิลด์อิมิสชันทังสเตนผลึกเดี่ยว เป็นต้น เรียกลำอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดเหล่านี้ว่า “อิเล็กตรอนปฐมภูมิ” (primary electron) ลำอิเล็กตรอนจะถูกลดขนาดด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic lens) ซึ่งจะประกอบไปด้วยเลนส์ 3 ชุด ที่จะช่วยเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน คือ เลนส์คอนเดนเซอร์ (condenser lens) ที่ 1 และ 2 จะทำหน้าที่ควบคุมกระแสของลำอิเล็กตรอน และควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของลำอิเล็กตรอน ตามลำดับก่อนจะส่งผ่านเลนส์วัตถุ (objective lens) ที่ทำหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอนให้ตกลงบนชิ้นงานที่วางอยู่บนฐานรองชิ้นงาน (sample stage) ซึ่งฐานรองชิ้นงานโดยทั่วไปสามารถปรับแนวแกน (X, Y, Z, เอียง และหมุน 360 องศา) ได้และหลังจากที่ลำอิเล็กตรอนตกกระทบบนผิวชิ้นงานจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุของชิ้นงาน ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนแบบต่าง ๆ สัญญาณอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกตรวจจับด้วยอุปกรณ์ต่างชนิดกัน จากนั้นจึงใช้อุปกรณ์แปลงสัญญาณอิเล็กตรอนเป็นภาพแสดงบนจอรับภาพ (วิทยกรณ์ กรองทอง, 2016) (อัจฉราพร ศรีอ่อน, 2016) ซึ่งโดยส่วนใหญ่จะมีอุปกรณ์ตรวจจับ 3 แบบ ได้แก่

อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron detector: SE detector) เป็นอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งมีพลังงานต่ำ มักจะเกิดขึ้นที่ผิวชิ้นงานระดับไม้มิลลิเมตร (ประมาณ 10 นาโนเมตร) (อัจฉราพร ศรีอ่อน, 2016) จะแสดงเป็นภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron image: SE) มีลักษณะเป็นภาพ 2 มิติ ดังภาพประกอบที่ 2.9



ภาพประกอบที่ 2.9 ภาพถ่าย SEM โหมด SE กำลังขยาย 1000 เท่า ของเหล็กกล้าที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง (a) เหล็ก-ไนไตรด์ (iron-nitride: ϵ -Fe₃N / γ' -Fe₄N) (b) ออสเทนไนต์ (austenite: γ_N) (c) เฟสเฟอร์ไรท์ที่ถูกรวมด้วยไนโตรเจน (nitrogen-enriched ferrite) และเกรนของเฟสไนโตรเจนเพิร์ลไลต์ (granular nitrogen pearlite) (d) เฟสเฟอร์ไรท์ของเหล็กกล้าทั่วไป (Srikanth et al., 2013)

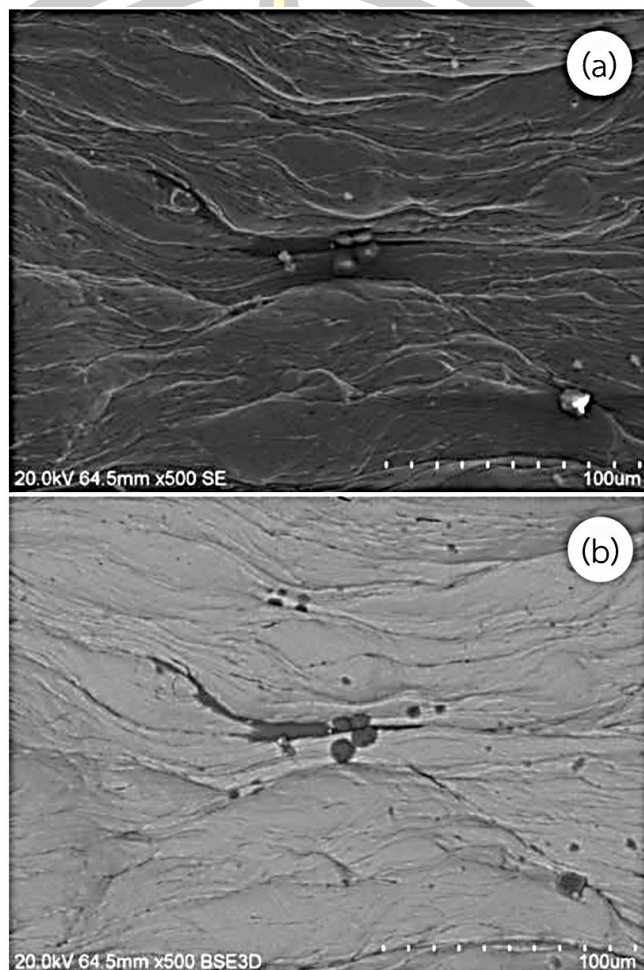
อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (backscatter electron detector) หรือ BE detector ให้สัญญาณภาพที่เรียกว่า ภาพอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (backscattered electron image: BE) สัญญาณอิเล็กทรอนิกส์จะถูกตรวจจับด้วยอุปกรณ์ตรวจจับสถานะของแข็ง (solid state detector: SSD) โดยสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับที่มีพลังงานมากพอจะสามารถผ่านไดโอดที่ผิวหน้าตัวนำได้ และเกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล (electron-hole pairs) ทำให้เกิดกระแสไหลในไดโอดและจะให้ข้อมูลภาพออกมา สัญญาณอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อวิเคราะห์ธาตุที่มีเลขอะตอมสูงขึ้น เกิดเป็นสัญญาณองค์ประกอบ (composition: COMPO) จะให้ข้อมูลองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน (Joy, 2006)



ภาพประกอบที่ 2.10 (a) ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และ (b) ภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (COMPO mode) (วิทยากรณ์ กรองทอง, 2016)

ภาพประกอบที่ 2.10 เป็นภาพตัวอย่างแสดงให้เห็นถึงความแตกต่างของการใช้ BE detector กับ SE detector ซึ่งจะช่วยให้ระบุบริเวณหรือตำแหน่งที่สนใจได้อย่างรวดเร็วและชัดเจนมากขึ้น ในกรณีนี้ตำแหน่งอยู่บริเวณขอบบนของชิ้นงาน ซึ่งน่าจะเป็นบริเวณที่ธาตุที่มีเลขอะตอมเฉลี่ยสูงกว่าบริเวณโดยรอบ ในภาพประกอบที่ 2.10 เป็นภาพตัวอย่างของภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับในโหมดลักษณะพื้นผิว (โหมด topography: TOPO) ซึ่งให้ข้อมูลภาพในลักษณะความขรุขระของพื้นผิวจากมุมตกกระทบที่ต่างกันของพื้นผิวที่ตำแหน่งต่างกัน ทำให้ได้เห็นพื้นผิวที่เป็นหลุมหรือเนินได้ชัดเจนขึ้น ซึ่งสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิไม่สามารถแสดงให้เห็นได้อย่างชัดเจน จากภาพประกอบที่ 2.11 เป็นภาพถ่ายที่เกิดจากการรวมกันของสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิและสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับเข้าด้วยกันเกิดเป็นภาพ BSE3D หรือภาพจาก upper electron detector (UED) คือ ภาพที่

สามารถบอกความแตกต่างขององค์ประกอบเคมีได้ และยังเป็นภาพที่มีมิติเหมือนภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (วิจัยภรณ์ กรองทอง, 2016)



ภาพประกอบที่ 2.11 (a) ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และ (b) ภาพ BSE3D (วิจัยภรณ์ กรองทอง, 2016)

อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (electron backscattered diffraction: EBSD) เป็นอีกหนึ่งเทคนิคที่น่าสนใจสำหรับการศึกษารายตัวของเกรนในเหล็กกล้าที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง เนื่องจากสารประกอบไนไตรด์จะละลายและตกตะกอนที่บริเวณขอบเกรน EBSD เป็นอุปกรณ์ “ตรวจจับรูปแบบการแทรกสอดของอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับออกมาจากพื้นผิวชิ้นงานที่เรียกว่า รูปแบบคิคุชิ (Kikuchi pattern)” (นาท เสาวดี, 2014) มักใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึก เกรน และขอบเกรน (grain boundary) เทคนิคนี้ควรจัด

หรือเตรียมผิวหน้าชิ้นงานก่อนการตรวจวัดอย่างระมัดระวัง เนื่องจากผิวหน้าของชิ้นงานต้องทำมุมเอียง 70 องศา กับอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ (นาท เสาวดี, 2014; วิภรณ์ กรองทอง, 2016)

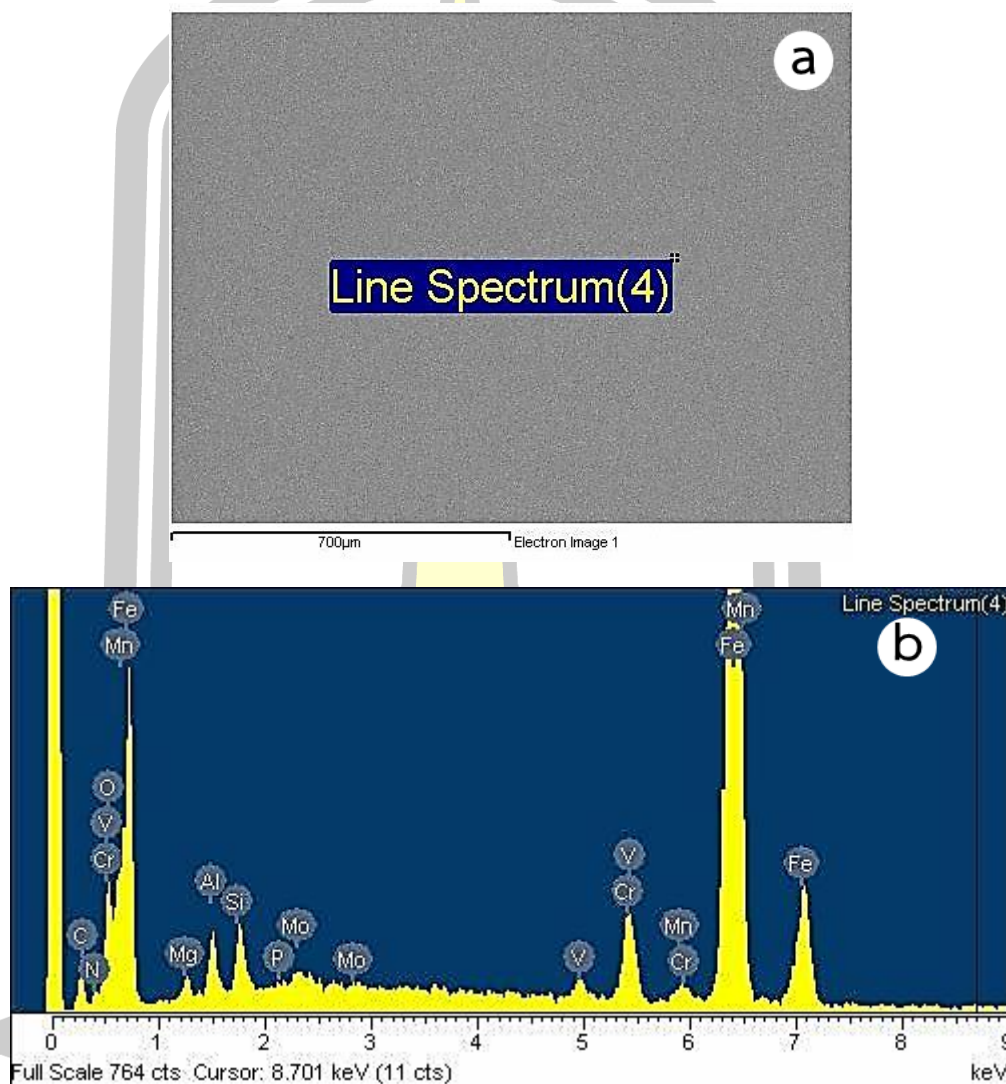
นอกจากนี้อุปกรณ์ตรวจจับประเภทต่าง ๆ ที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว ในปัจจุบันยังมีอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ในบรรยากาศที่สามารถปรับความดันได้ environmental secondary electron detector (ESED) และอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณซอฟต์แวร์เอกซเรย์ (soft X-ray emission spectrometer: SXES) ซึ่งอุปกรณ์ตรวจจับเหล่านี้ได้รับการออกแบบมาเพื่อใช้สำหรับชิ้นงานที่มีข้อจำกัดมากกว่าวัสดุทั่วไป เช่น ขนาดของชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่ ชิ้นงานที่ไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ แต่ไม่ต้องการเคลือบผิวใด ๆ ชิ้นงานที่ต้องการถ่ายภาพที่กำลังขยายสูงแต่ไม่ต้องการให้ผิวชิ้นงานถูกทำลาย จึงจำเป็นต้องใช้พลังงานต่ำ ซึ่งเครื่องส่วนใหญ่ถ้าต้องการภาพถ่ายกำลังขยายสูงมักจะใช้พลังงานที่สูงไปด้วย ซึ่งอาจทำให้รายละเอียดบางอย่างที่เป็นลักษณะเฉพาะของชิ้นงานไปหายไป รวมไปถึงชิ้นงานที่มีความชื้น กล่าวคือ ชิ้นงานนั้นไม่สามารถทำให้แห้ง หรือผ่านกระบวนการอบร้อนได้ เพื่อต้องการรักษาสมบัติของชิ้นงานไว้ เป็นต้น (วิภรณ์ กรองทอง, 2016; อัจฉราพร ศรีอ่อน, 2016)

2.5.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจาย

พลังงาน

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (energy dispersive x-ray spectrometry, EDS) เป็นเทคนิคที่ใช้แยกสัญญาณเอกซเรย์ที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุด้วยพลังงานของสเปกตรัมนั้น ๆ (พลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ) ทำให้ระบุชนิดของธาตุที่เป็นส่วนผสมของชิ้นงานได้ หลักการของเทคนิคนี้ คือ เมื่อชิ้นงานถูกชนด้วยลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ทำให้อะตอมของธาตุที่ถูกชนเกิดการแตกตัวเป็นไอออน (ionization) อิเล็กตรอนชั้นในสุดของธาตุหลุดออกจากอะตอม อิเล็กตรอนที่อยู่วงโคจรชั้นถัดไปจะลดสถานะพลังงานเข้ามาแทนที่เพื่อเป็นการรักษาเสถียรภาพ และในขณะนั้นเองจะเกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ เรียกว่า “characteristic X-ray” ซึ่งพลังงานของรังสีเอกซ์นี้มีค่าเฉพาะตามชนิดของธาตุ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนอุปกรณ์ตรวจจับ SSD และสร้างสัญญาณไฟฟ้าซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของรังสีที่ตกกระทบ (Goldstein et al., 1992) นำสัญญาณที่ได้มาวิเคราะห์หาความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนสัญญาณเอกซเรย์ที่ตรวจจับได้ (X-ray counts: แกน Y) กับ

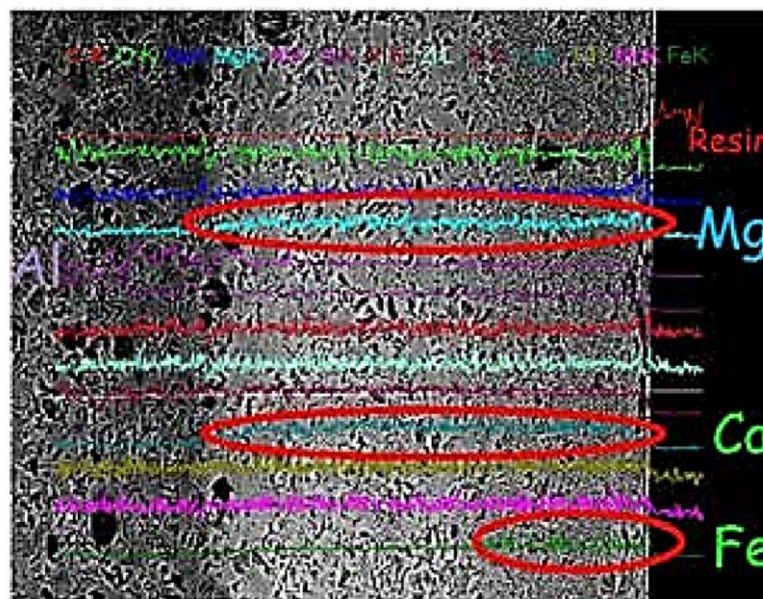
พลังงานในหน่วยอิเล็กตรอนโวลต์ (energy (eV): แกน X) พิกัดที่เกิดขึ้นจะสอดคล้องกับชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวของชิ้นงานดังภาพประกอบที่ 2.12



ภาพประกอบที่ 2.12 การตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดร่วมกับอุปกรณ์ตรวจจับ EDS (a) ภาพพื้นผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือ (b) สเปกตรัม EDS จากการวิเคราะห์ผิวเหล็กกล้าเครื่องมือ

ภาพประกอบที่ 2.12 เป็นการตรวจวัดทางองค์ประกอบของธาตุบนพื้นผิวของวัสดุประเภทเหล็กกล้าเครื่องมือถูกถ่ายในโหมด “point analysis” (ตามแนวเส้นที่เลือก 5 ตำแหน่ง ในภาพจะแสดง

ตำแหน่งที่ 4) เป็นโหนดที่ให้ลำของอิเล็กตรอนตกกระทบบนผิวชิ้นงานตรงจุดที่สนใจ นอกจากนี้เทคนิค EDS ยังสามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (qualitative element analysis) และวิเคราะห์ธาตุเชิงกึ่งปริมาณ (semi-quantitative element analysis) ได้อีกด้วย เทคนิค EDS สามารถตรวจจับและแสดงพื้นที่ที่กำหนด (X-ray element mapping) บนพื้นผิวชิ้นงาน และแสดงในแบบการสแกนเชิงเส้นตรง (line scan analysis) เป็นการให้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดตามแนวบนชิ้นงานตรงตำแหน่งที่สนใจ มักนิยมใช้ในกรณีของการหาขอบเขตของรอยต่อหรือเฟสของโครงสร้าง ซึ่งจะวิเคราะห์สัญญาณตามแนวเส้นตรงที่เลือกบนผิวชิ้นงาน ดังภาพประกอบที่ 2.13 แสดงปริมาณของธาตุที่ลากเส้นตรงผ่านระหว่างรอยต่อที่ปกติกับที่มีตำหนิบนชิ้นงาน จากผลการวิเคราะห์พบว่าตำแหน่งที่ตำหนิ มีธาตุซัลเฟอร์ในปริมาณที่สูงกว่าบริเวณปกติ

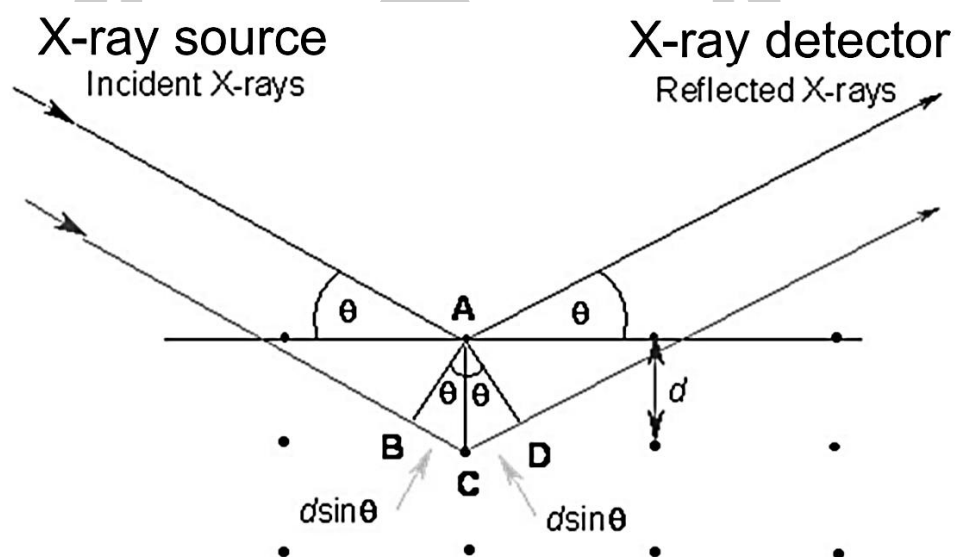


ภาพประกอบที่ 2.13 ภาพจากการใช้เทคนิค EDS ด้วยโหมดการวัดแบบ line scan analysis (วิจารย์ กรองทอง, 2016)

2.5.3 เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD) เป็นเทคนิคที่วิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ในงานวิจัยนี้จะศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างของชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมือทั้งที่

ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง เพื่อตรวจสอบการก่อตัวของชั้นไนไตรด์ เทคนิคนี้อาศัยสมบัติของรังสีเอ็กซ์ ที่ประพฤติตัวเป็นทั้งคลื่นและอนุภาค กล่าวคือ รังสีเอ็กซ์มีสมบัติการของเลี้ยวเบนและการสะท้อนกลับเช่นเดียวกับคลื่น แต่ก็มีโมเมนตัมเช่นเดียวกับอนุภาค ดังนั้นการฉายรังสีเอ็กซ์ให้ตกกระทบที่ผิวชิ้นงาน จะทำให้เกิดการเลี้ยวเบน และสะท้อนกลับที่มุมต่าง ๆ ซึ่งธาตุหรือองค์ประกอบแต่ละชนิดจะทำให้มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ต่างกันออกไป จากนั้นรังสีเอ็กซ์ที่พลังงานต่างกันจะตกกระทบลงบนอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ ซึ่งข้อมูลที่ได้จะสามารถบ่งชี้ชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในชิ้นงานได้ และสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของเฟสที่พบในชิ้นไนไตรด์ได้ (Díaz-Guillén et al., 2020)



ภาพประกอบที่ 2.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างของผลึก (Brown, 1966)

จากภาพประกอบที่ 2.14 ผลึกของแข็งประกอบด้วยอาร์เรย์ของอะตอม ไอออน หรือโมเลกุล ที่มีระยะห่างระหว่างอะตอมหรือระนาบ (d-spacing: d_{hkl}) อยู่ในระดับ 100 พิโคเมตร (pm) หรือ 1 อังสตรอม (Å) ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ (incident X-ray) จะต้องมีค่าใกล้เคียงกับระยะห่างระหว่างอะตอม ค้นพบโดยนักวิจัย 2 ท่าน คือ W.H. และ W.L. แบรกก์ ซึ่งเป็นผู้กำหนดโครงสร้างผลึกของ NaCl, KCl, ZnS, CaF_2 , CaCO_3 และเพชร การสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ (reflected X-ray) จะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อ เกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันของคลื่น 2 ขบวนที่ตกกระทบกับระนาบ A และ C แล้วสะท้อนออกมา คลื่น 2 ขบวนมี “ความแตกต่างระหว่างระยะทาง” (difference in

path length) เท่ากับระยะ BC + CD โดยที่ BC = CD และสามารถหาระยะ BC ได้จาก ความสัมพันธ์เชิงตรีโกณมิติของสามเหลี่ยม $B\hat{A}C$ ดังนั้นจะได้ระยะ BC เท่ากับ $d \sin \theta$ หรือ $d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl}$ จากภาพจะเห็นว่าความแตกต่างระหว่างระยะทาง เท่ากับ BC + CD ซึ่งสมมูลกับ $2d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl}$ นั่นเอง เรียกสมการนี้ว่า “Bragg equation” ตามสมการ 2.6 (Brown, 1966)

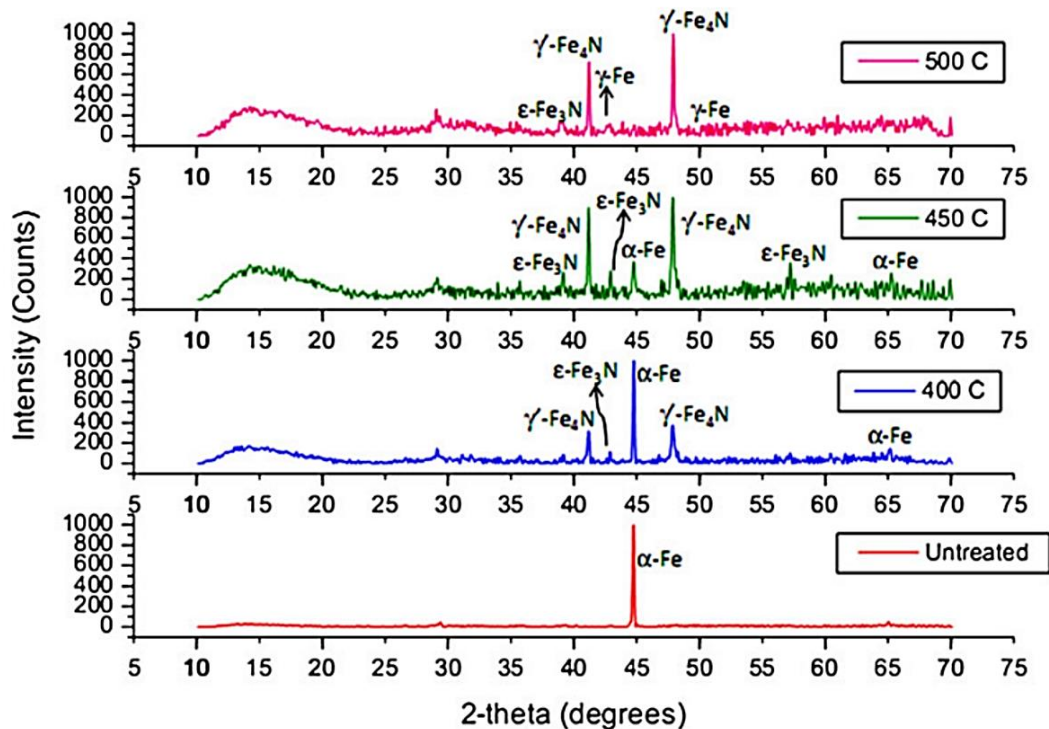
$$n\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} \quad \dots(2.6)$$

เมื่อ n คือ ลำดับการสะท้อนของรังสีเอกซ์ต้องเป็นจำนวนนับเท่านั้น (1, 2, 3,...)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ

d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบที่สอดคล้องกับดัชนีบอกทิศทาง หรือดัชนีมิลเลอร์ (h, k, l)

θ_{hkl} คือ มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์หรือมุมสะท้อนจากระนาบของผลึก



ภาพประกอบที่ 2.15 สเปกตรัม XRD ของเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่ อุณหภูมิ 400 °C 450 °C และ 500 °C

ภาพประกอบที่ 2.15 แสดงการเพิ่มขึ้นของการก่อตัวของเฟสเหล็กไนไตรต์ ($\gamma\text{-Fe}_4\text{N}/\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$) และการเกิดของเฟสออสเทนไนต์ $\gamma\text{-Fe}$ ที่ 500 °C และในขณะที่อุณหภูมิในการทำไนไตรต์สูงขึ้นเฟสเฟอร์ไรต์ ($\alpha\text{-Fe}$) จะมีปริมาณลดลง (Srikanth et al., 2013)

2.5.4 เทคนิคการวิเคราะห์ความแข็งแบบวิกเกอร์

การทดสอบความแข็ง หมายถึง การวัดความต้านทานของโลหะต่อการกดให้เป็นรอยบุ๋ม (resistance to indentation) เป็นการนำวัสดุชนิดหนึ่งมากดลงบนวัสดุอีกชนิดหนึ่ง วัสดุใดที่สามารถทำให้เกิดรอยบุ๋มได้ใหญ่หรือลึก แสดงว่าวัสดุนั้นมีความแข็งน้อย แต่ถ้ารอยบุ๋มเล็กหรือตื้น แสดงว่าวัสดุนั้นมีความแข็งมาก การทดสอบความแข็งมีหลายวิธี เช่น การทดสอบโดยการเสียดสี ซึ่งจะพิจารณาความแข็งจากการสึกหรอของผิววัสดุ การทดสอบโดยการขีดข่วน ใช้วัสดุที่แข็งกว่ามาขีดวัสดุที่อ่อนกว่า ซึ่งเป็นหลักการของวัดความแข็งของสเกลโมห์ (Moh's scale of hardness) การทดสอบความแข็งแบบหัวกดในเชิงโลหะวิทยาจะเป็นการทดสอบความต้านทานต่อการแปรเปลี่ยนรูปร่าง สามารถแบ่งได้เป็น 3 ระดับ ขึ้นอยู่กับขนาดแรงกด คือ

1. macro-hardness แรงกดมากกว่า 1 kgf
2. micro-hardness แรงกดน้อยกว่าหรือเท่ากับ 1 kgf
3. nano-hardness แรงกดน้อยกว่า 500 mN เมื่อ 1 kgf = 9.81 N

การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness, HV) เหมาะสำหรับชิ้นงานที่ผ่านการชุบแข็ง ชิ้นงานชุบเคลือบผิว เป็นต้น หัวที่ใช้กดทำด้วยเพชรรูปปิระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส มุมรวมที่ปลายหัวกดเท่ากับ 136° น้ำหนักหรือแรงที่ใช้กดมีขนาดตั้งแต่ 0.2-200 kg เมื่อหัวกด กดลงบนผิวโลหะ (load) จะใช้เวลาในการกดค้างไว้ (dwell time) 10-30 วินาที และคลายแรงกด (unload) จากนั้นจะวัดขนาดรอยกดด้วยกล้องจุลทรรศน์เพื่อนำค่าที่ได้ไปหาความแข็งจากสมการที่ 2.7 เมื่อ P คือ แรงหรือน้ำหนักกด มีหน่วยเป็น นิวตัน และ D คือ ค่าเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (Thammachot, 2017)

$$HV = \frac{1.854 \cdot P}{D^2} \quad \dots(2.7)$$

ความแข็งแบบวิกเกอร์ตามความลึกวัดโดยการใช้โหมด enhanced stiffness procedure หรือ ESP ซึ่งเป็นการเพิ่มแรงกดเป็นค่าที่แน่นอน เช่น 0.1 N จากนั้นจึงลดแรงกด และเพิ่มแรงกดเป็น 0.2 N

และลดแรงกด ทำซ้ำเช่นนี้จนถึงค่าแรงกดสูงสุดที่ตั้งไว้ ในทุกค่าแรงกดเครื่อง Nanoindentor จะแสดงค่าความแข็งที่สอดคล้องกับความลึก (depth) ออกมา

2.5.5 การวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงด้วยเทคนิค OES

การวิเคราะห์สเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจากพลาสมา เป็นเทคนิคที่สามารถตรวจสอบชนิดของสปีชีส์ที่อยู่ในพลาสมาในระหว่างขั้นตอนการทำพลาสมาไนไตรดิง เทคนิคการวิเคราะห์สเปกตรัมอาศัยหลักการเปล่งแสงของอะตอมหรือโมเลกุลที่อยู่ในสถานะกระตุ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานของอิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานสูงเปลี่ยนสถานะกลับมาที่ระดับพลังงานต่ำกว่า ความยาวคลื่นของโฟตอนที่คายพลังงานออกมาสามารถนำไปจำแนกเป็นชนิดของสปีชีส์ และความเข้มเส้นสเปกตรัมจะแปรผันโดยตรงกับความหนาแน่นของสปีชีส์นั้น ๆ

การวิเคราะห์สเปกตรัมของแสงโดยใช้เครื่อง optical spectrometer สามารถประยุกต์ใช้ตรวจสอบชนิดและปริมาณของอนุภาคที่อยู่ในพลาสมาภายในภาชนะสุญญากาศได้ ทั้งนี้ยังสามารถนำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์หาอุณหภูมิของอิเล็กตรอนได้โดยที่ไม่เป็นการรบกวนต่อระบบ โดยการติดตั้งหัววัดหรือเลนส์เก็บแสง (collimator lens) ที่ด้านข้างภาชนะสุญญากาศ แล้วเชื่อมต่อเข้ากับสายไฟเบอร์ออปติก (fiber optic wire) ในขณะที่สายไฟเบอร์ออปติกอีกด้านจะถูกเชื่อมต่อเข้ากับสเปกโตรมิเตอร์ จากนั้นเชื่อมต่อสาย USB จากสเปกโตรมิเตอร์เข้ากับคอมพิวเตอร์ เพื่ออาศัยคอมพิวเตอร์ในการประมวลผลข้อมูลผ่านโปรแกรมแสดงผล เทคนิคการวิเคราะห์สเปกตรัมอาศัยหลักการเปล่งแสงจากอนุภาคและโมเลกุล โดยการเปล่งแสงจากอนุภาคจะเกิดขึ้นจากความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของอะตอม (N_j) ในระดับพลังงาน j ที่มีพลังงาน E_j ที่อิเล็กตรอนของอะตอมเหล่านั้นถูกกระตุ้นแล้วเปลี่ยนสถานะ (transition) จากระดับพลังงานที่ต่ำกว่า (lower energy level, i) ไปยังระดับพลังงานที่สูงกว่า (upper energy level, j) หลังจากนั้นอิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงจะปลดปล่อยโฟตอนออกมาโดยการเปลี่ยนสถานะกลับมาที่ระดับพลังงานต่ำกว่า ถ้าความยาวคลื่นของโฟตอนอยู่ในช่วงที่สเปกโตรมิเตอร์สามารถตรวจวัดได้ ก็จะปรากฏเป็นพีคของสเปกตรัมที่สามารถนำไปจำแนกเป็นชนิดของสปีชีส์นั่นเอง ถ้ากำหนดให้ความหนาแน่นของอะตอมทั้งหมด คือ N ความหนาแน่นของอะตอม (N_j) ในระดับพลังงาน j สามารถอธิบายด้วยการกระจายตัวแบบโบลทซ์มันน์ (Boltzmann distribution) ตามสมการที่ 2.8 (Chingsungnoen et al., 2007) คือ

$$\frac{N_j}{N} = \frac{g_j \exp\left(-\frac{E_j}{k_B T_e}\right)}{\sum_m g_m \exp\left(-\frac{E_m}{k_B T_e}\right)} \quad \dots(2.8)$$

โดยที่ k_B คือ ค่าคงที่ของโบลทซ์มันน์ (Boltzmann constant) (1.38×10^{-23} J/K)

T_e คือ อุณหภูมิอิเล็กตรอน (K)

g_j คือ ค่าถ่วงน้ำหนักทางสถิติของระดับพลังงาน j

พลังงานโฟตอนที่คายออกมาต่อพื้นที่ต่อความยาวคลื่น หมายถึงสภาพการเปล่งแสงของพลาสมาตามสมการที่ 2.9

$$\varepsilon_{ji} = \frac{hc}{\lambda_{ji}} N_j A_{ji} \quad \dots(2.9)$$

โดยที่ ε_{ji} คือ สภาพการเปล่งแสงของพลาสมาจากระดับ $j \rightarrow i$ ($\text{W cm}^{-1} \text{nm}^{-1}$)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ ($\text{m}^2 \text{kg s}^{-1}$)

c คือ ค่าความเร็วของแสง (m s^{-1})

λ_{ji} คือ ความยาวคลื่นของการคายพลังงานจากระดับ $j \rightarrow i$ (nm)

N_j คือ สภาพการเปล่งแสงของพลาสมาจากระดับ $j \rightarrow i$ (m^{-3})

A_{ji} คือ สัมประสิทธิ์การปลดปล่อยแบบทันทีทันใดของ Einstein (s^{-1})

ความเข้มของการเปล่งแสงจะสอดคล้องกับสภาพการเปล่งแสงของพลาสมา จากการเปลี่ยนสถานะในระดับพลังงาน $j \rightarrow i$ สามารถเขียนได้ตามสมการที่ 2.10

$$I_{ji} = \frac{\Omega V}{4\pi} \varepsilon_{ji} F_c \quad \dots(2.10)$$

โดยที่ F_c คือ Correction function ซึ่งสามารถกำหนดได้จากความยาวคลื่นและความไวของหัววัด

V คือ ปริมาตรของพลาสมาที่อยู่ในโคนของกรวยที่เข้าสู่เลนส์รวมแสง (collimator lens)

Ω คือ มุมตันที่สอดคล้องกับขนาดของเลนส์รวมแสง

ถ้ากำหนดให้ค่าคงที่

$$C = \frac{\Omega V}{4\pi} \quad \dots(2.11)$$

โดยที่ C คือ ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับ Spectrometer จากนั้นแทนค่าของสมการที่ 2.9 2.10 และ 2.11 ลงใน 2.8 จะได้ความเข้มของพีคที่สอดคล้องกับการเปลี่ยนสถานะของอิเล็กตรอนในอะตอม คือ

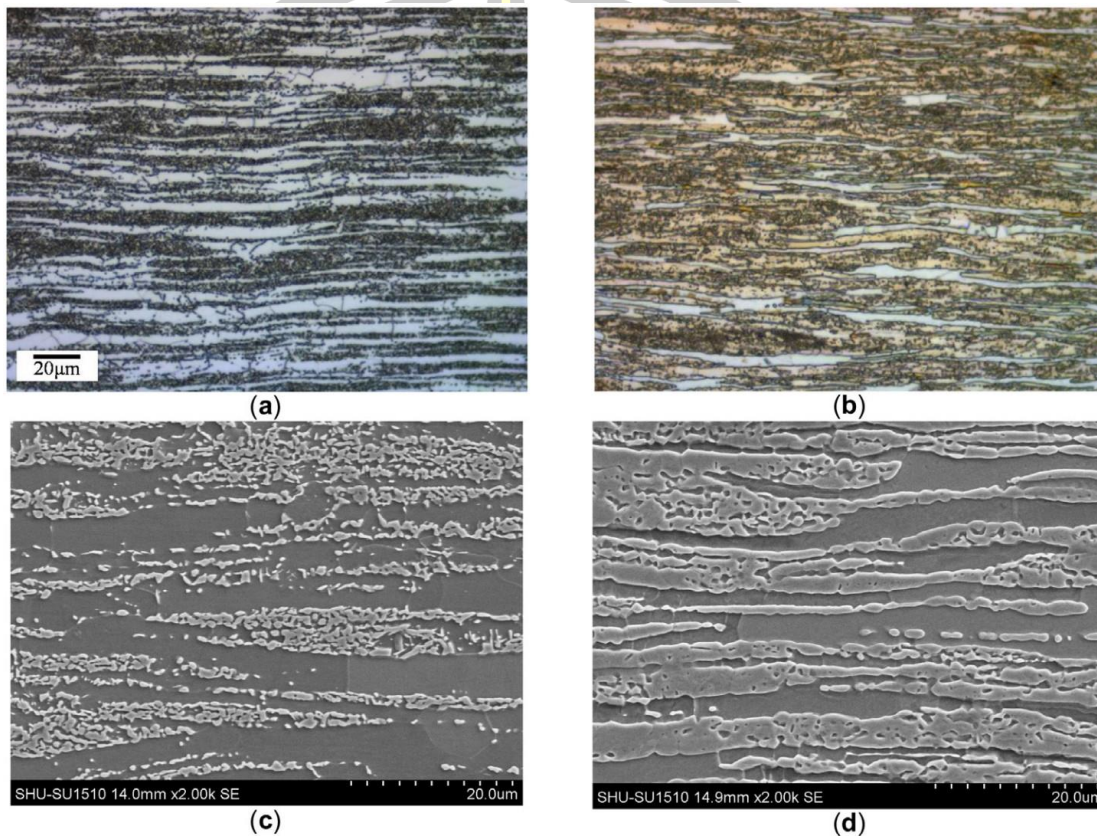
$$I_{ji} = C \frac{A_{ji} g_j}{\lambda_{ji}} \exp\left(-\frac{E_j}{k_B T_e}\right) \quad \dots(2.12)$$

โดยที่ ($k_B T_e$) คือ อุณหภูมิของอิเล็กตรอนในหน่วยอิเล็กตรอนโวลต์ (eV)

2.5.6 การวิเคราะห์วัสดุด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง

กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง หรือ “optical microscope” (OM) ใช้ดูลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานในรูปแบบ 2 มิติ โดยทั่วไปประกอบด้วยเลนส์นูนความยาวโฟกัสสั้น ๆ 2 อัน โดยเลนส์อันหนึ่งอยู่ใกล้วัตถุเรียกว่าเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) และเลนส์อันหนึ่งอยู่ใกล้ตาเรียกว่าเลนส์ใกล้ตา (eyepiece lens) โดยความยาวโฟกัสของเลนส์ใกล้วัตถุจะน้อยกว่าความยาวโฟกัสของเลนส์ใกล้ตามาก ผลลัพธ์ที่ได้จึงเป็นภาพที่มีกำลังขยายสูงกว่าการใช้เลนส์เพียงตัวเดียว กล้อง OM เป็นกล้องที่ใช้แสงเป็นตัวช่วยในการทำให้มองเห็นภาพ โดยแสงจะวิ่งผ่านระบบเลนส์ต่างๆ และมีการส่องไปที่วัตถุ ก่อนที่แสงจะส่องผ่านเข้าสู่สายตาเรา ซึ่งแสงที่อยู่ภายในระบบที่สะท้อนกลับเข้าสู่สายตาเราจะทำให้เราเห็นภาพได้โดยการมองผ่านเลนส์ eyepiece ถ้าต้องการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค หรือต้องการวัดขนาดของโครงสร้างผลึกในโลหะ ลักษณะของชิ้นงานควรจะมีขนาดเล็กพอที่จะวางลงบนแท่นวางวัตถุได้ และต้องเป็นชิ้นงานที่ผ่านการเจียรนัย (grinding) การขัดเงา (polishing) และการกัดกร่อน (etching) แล้ว เพราะจะทำให้เห็นลักษณะของโครงสร้างจุลภาคได้ชัดเจนมากขึ้น ตัวอย่างเช่นในงานวิจัยของ Zhongping He (He et al., 2020) ในภาพประกอบที่ 2.16 เป็นการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้อง OM ของเหล็กกล้า 3.5 Mn และ 10 Mn ตามลำดับ พบว่าบริเวณแถบสีขาวเป็นโครงสร้างแบบเฟอร์ไรต์ และบริเวณที่เป็นสีเทาหรือน้ำตาลเป็นโครงสร้างแบบออสเทนไนต์ และเมื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ในภาพประกอบที่ 2.16 (c) พบออสเทนไนต์ที่มีลักษณะคล้ายเกาะสีขาวกระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์ของเฟอร์ไรต์ ในภาพประกอบที่ 2.16 (d) พบเฟสออสเทนไนต์ส่วนใหญ่ขยายตัวเป็นวงกว้าง และเกาะออสเทนไนต์ส่วนน้อยที่กระจายอยู่ในเฟสเฟอร์ไรต์ เมื่อนำผลการวิเคราะห์โลหะเชิงปริมาณและการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะสามารถระบุได้ว่าโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า 3.5 Mn ประกอบด้วยเฟสเฟอร์ไรต์ 82 % และเฟสออสเทนไนต์

ไนต์ 18 % และโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า 10 Mn ประกอบด้วยเฟสเฟอร์ไรต์ 45 % และเฟส ออสเทนไนต์ 55 %



ภาพประกอบที่ 2.16 โครงสร้างจุลภาคที่ได้จากเทคนิคการถ่ายภาพ (a) OM ของเหล็กกล้า 3.5 Mn (b) OM ของเหล็ก 10 Mn (c) SEM ของเหล็ก 3.5 Mn (d) SEM ของเหล็ก 10 Mn (He et al., 2020)

พหุ ประถม ศึกษาศาสตร์

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมชั้นไนไตรด์เพื่อเพิ่มความแข็งแรงเชิงผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 ด้วยการพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งสามารถอธิบายขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยได้ดังนี้

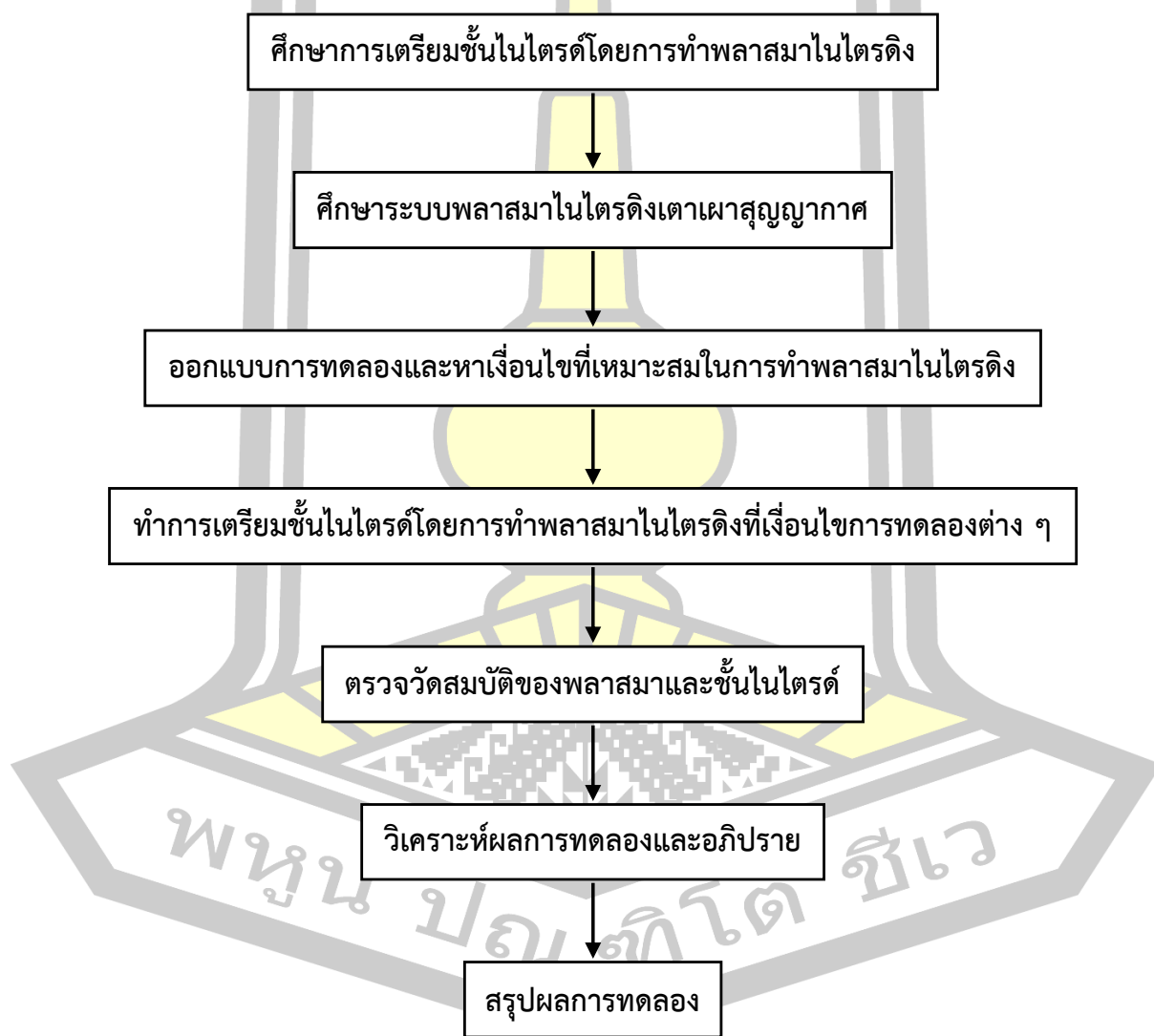
1. ศึกษาการเตรียมชั้นไนไตรด์โดยการพลาสมาไนไตรดิง
2. ศึกษากระบวนการพลาสมาไนไตรดิงเตาเผาสุญญากาศ
 - 2.1) ออกแบบระบบพลาสมาไนไตรดิงเตาเผาสุญญากาศ
 - 2.2) ติดตั้งและทดสอบระบบพลาสมาไนไตรดิงเตาเผาสุญญากาศ
3. ออกแบบการทดลองและหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการทำพลาสมาไนไตรดิง
4. ทำการเตรียมชั้นไนไตรด์โดยการพลาสมาไนไตรดิงที่เงื่อนไขการทดลองต่าง ๆ
5. ตรวจสอบสมบัติของพลาสมาและชั้นไนไตรด์ ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้
 - 5.1 ตรวจสอบสเปกตรัมที่ปล่อยในพลาสมา ด้วยเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสง (optical emission spectroscopy: OES)
 - 5.2 ประเมินความหนาของชั้นไนไตรด์ ด้วยเทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (optical microscope: OM)
 - 5.3 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวและความหนาของชั้นไนไตรด์ ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM)
 - 5.4 ตรวจสอบชนิดของธาตุด้วยเทคนิควิเคราะห์การกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ (energy dispersive X-ray spectroscopy: EDS)
 - 5.5 ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD)

5.6 ตรวจวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vickers micro-hardness test) และตรวจวัดความแข็งตามความลึกโดยใช้เทคนิคนาโนอินเดนเตชัน (Nanoindentation) โหมด ESP

6. วิเคราะห์ผลการทดลองและอภิปราย

7. สรุปผลการทดลอง

โดยขั้นตอนการดำเนินการวิจัยสามารถแสดงได้ดัง ภาพประกอบที่ 3.1



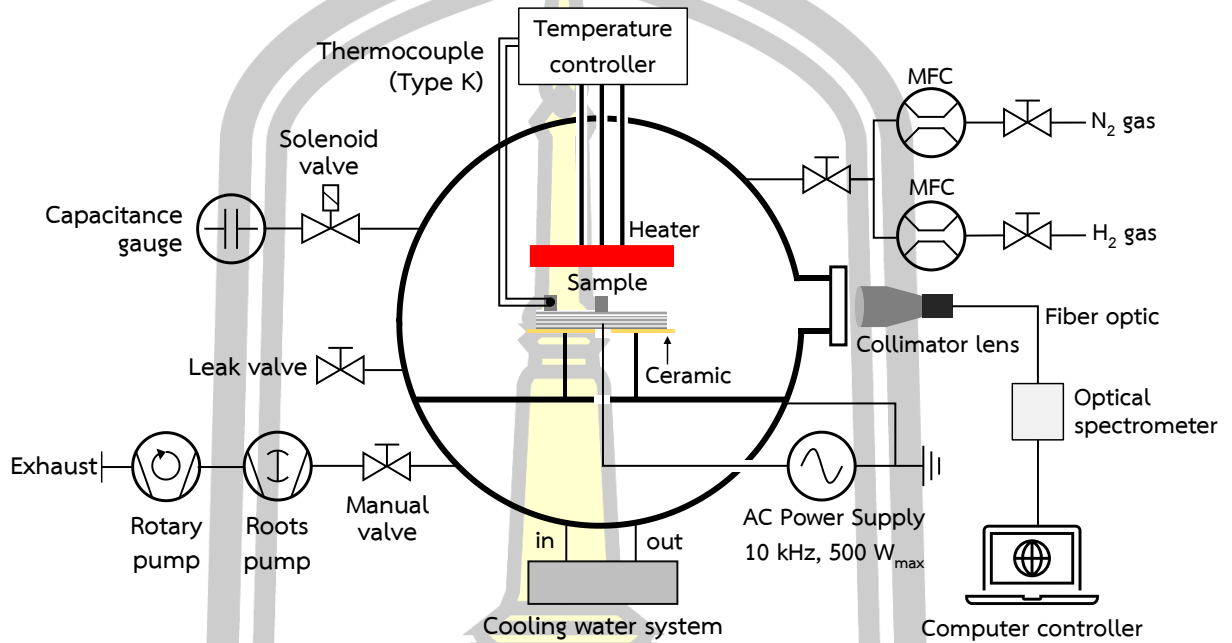
ภาพประกอบที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 ระบบพลาสมาไนโตรดิงเตาเผาสุญญากาศ

ภาพประกอบที่ 3.2 แสดงแผนผังของระบบพลาสมาไนโตรดิงเตาเผาสุญญากาศ ซึ่งประกอบด้วยภาชนะสุญญากาศทรงกระบอกความจุ 0.16 ลูกบาศก์เมตร ที่มีน้ำหล่อเย็น (Cooling system) โดยรอบภาชนะสุญญากาศและสามารถควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ เท่ากับ 15 °C ตลอดช่วงที่ทำการทดลอง ปัมโรตารี (rotary pump: Edward, EH250 PFPE 50 Hz) และปัมรูท (roots pump: Edward, E2M40 PFPE) ถูกใช้ในการสร้างสภาวะสุญญากาศ โดยค่าความดันภายในภาชนะสุญญากาศถูกอ่านด้วยเกจวัดความดันแบบคาปาซิแตนซ์ (capacitance gauge: Inficon AG, CDG100D) ที่สามารถอ่านความดันได้ในช่วง 0.13 Pa ถึง 1.3×10^5 Pa อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน (MKS GV50A, 0-1000 sccm) และไฮโดรเจน (MKS 2179A, 0-500 sccm) ถูกควบคุมด้วยชุดควบคุมอัตราการไหล (mass flow controller: MFC) ซึ่งงานถูกติดตั้งบนขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการจุดพลาสมา โดยมีแผ่นให้ความร้อน (heater) อยู่ด้านบนของขั้วไฟฟ้าเหนือชิ้นงาน ในการอ่านค่าและควบคุมอุณหภูมิจะใช้ชุดหัววัดเทอร์โมคัปเปิลชนิด K (K-type thermocouple) ที่ถูกหุ้มด้วยเซรามิกเพื่อป้องกันการถูกรบกวนจากแหล่งจ่ายไฟที่ใช้ในการจุดพลาสมา อุณหภูมิของชิ้นงานถูกควบคุมด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) ซึ่งแผนผังการทำงานของแผ่นทำความร้อนแสดงดังภาพประกอบที่ 3.3 ซึ่งขั้วฮีตเตอร์ทำจากแผ่นโมลิบดีนัม (Molybdenum) ถูกเชื่อมต่อแบบ Y และต่อเข้ากับหม้อแปลงไฟ 3 เฟส ขนาด 30 kVA (input: 380 VAC, 46 A, output: 30 VAC, 580 A) ผ่าน SCR module และ Magnetic contactor ของชุดควบคุมอุณหภูมิ จากนั้นจะมีเบรกเกอร์หลัก (main breaker) และสวิตช์ คอยควบคุมไฟ 3 เฟส เข้าระบบพลาสมาไนโตรดิงอีกครั้งหนึ่ง ในขณะที่ขั้วไฟฟ้าที่ใช้จุดพลาสมาได้รับกำลังไฟมาจากแหล่งจ่ายไฟกระแสสลับความถี่ 10 kHz กำลังไฟฟ้าสูงสุด 200 W ซึ่งทำหน้าที่เป็นแหล่งให้พลังงานกับแก๊สในกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง

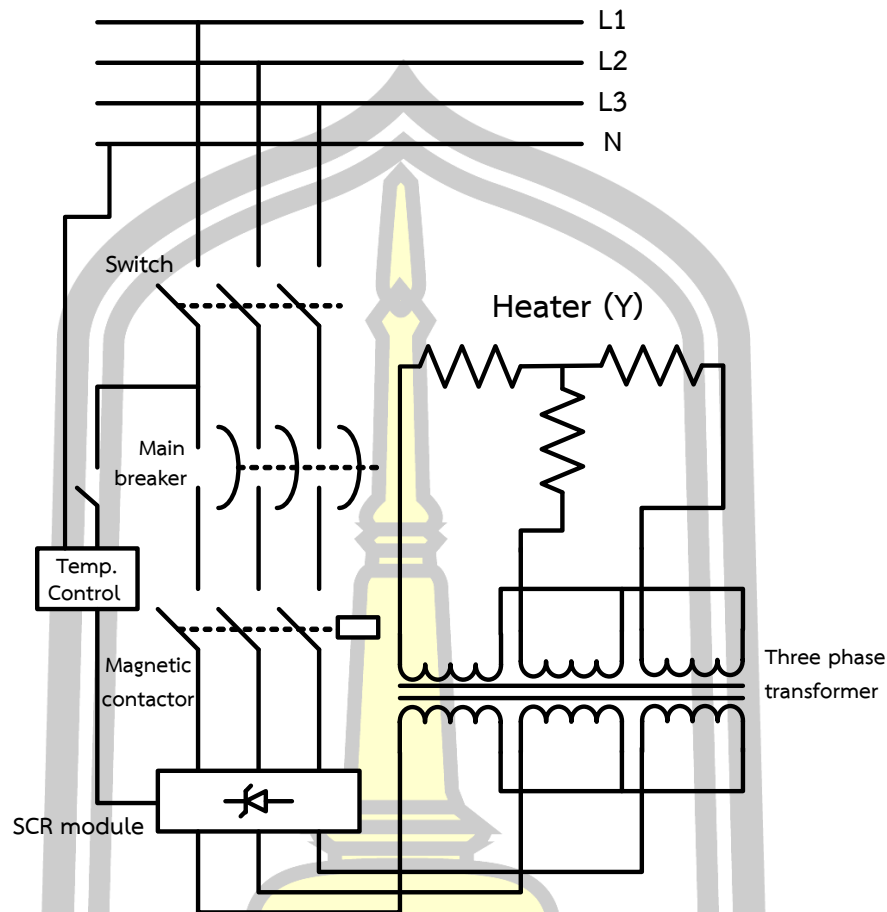
ขั้นตอนการวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงมีรายละเอียด ดังนี้ เลนส์รวมแสง (collimator lens) ความยาวโฟกัส 10 เซนติเมตร ถูกใช้สำหรับเก็บแสงที่เปล่งออกมาจากพลาสมาและส่งสัญญาณผ่านไฟเบอร์ออปติก เข้าสู่เครื่องวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสง (optical spectrometer, AvaSpec-ULS4096CL-EVO) ที่มีความหนาแน่นเกรตติง 300 line/mm ความละเอียด (resolution) 1.2-1.3 nm ที่ถูกควบคุมโดยคอมพิวเตอร์เพื่อแสดงและประมวลผลผ่านโปรแกรม AvaSoft 8 ก่อนการใช้งานสเปกโตรมิเตอร์ ความไวของซีซีดี (charge couple device) ทั้ง 4,096 พิกเซล จะถูกสอบเทียบ (calibrate) กับสเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจากหลอดไส้ทั้งสแตนท์ที่ประพุดิตัวคล้ายวัตถุดำ (blackbody radiation) เส้นสเปกตรัมของแสงถูกบันทึกในช่วงความยาวคลื่น 300-900 nm ใช้ระยะเวลาเก็บแสง 500 ms และเฉลี่ย 3 ครั้ง ลักษณะเส้นสเปกตรัมของแสงที่บันทึกได้จะถูกนำมา

จำแนก (identified) เป็นชนิดของสปีซีส์โดยใช้ฐานข้อมูลจากออนไลน์จาก NIST Atomic Spectra Database Lines Data (Kramida et al., 2020)



ภาพประกอบที่ 3.2 แผนผังระบบพลาสมาไมโครดิงเดาเผาสุญญากาศ

พหุ ประถม ชาติ โตะ ชีวะ

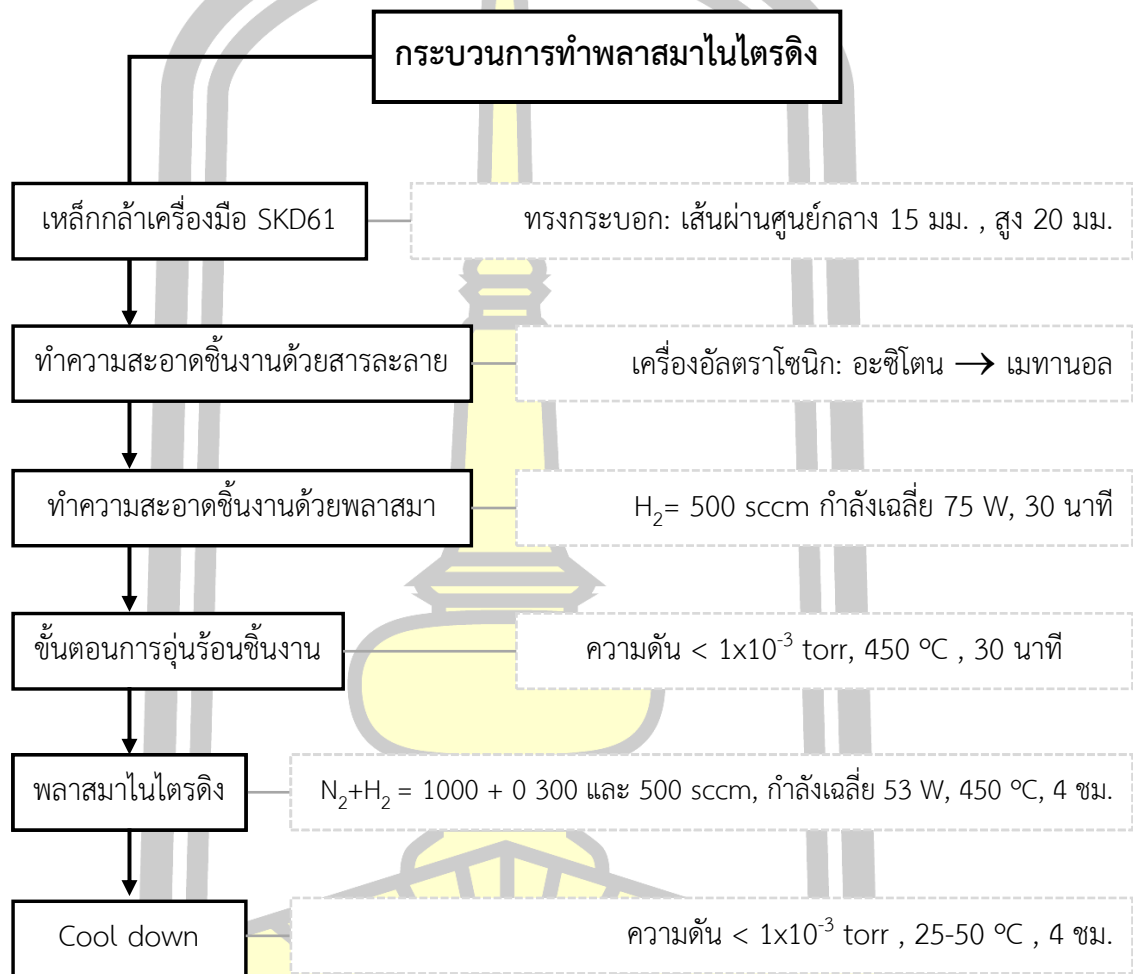


ภาพประกอบที่ 3.3 แผนผังทำความร้อนจากหม้อแปลง 3 เฟส และต่อใส่ความร้อนแบบ Y

3.2 การเตรียมชิ้นไนไตรต์ด้วยการทำพลาสมาไนไตรดิง

ในงานวิจัยนี้ได้นำเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 มาใช้เป็นชิ้นงานทดสอบในการปรับปรุงความแข็งเชิงผิวด้วยการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งชิ้นงานที่นำมาทำการทดลองจะใช้ชิ้นงานที่ผ่านการชุบแข็ง (Quenching) และไม่ผ่านการชุบแข็ง (non-Quenching) เนื่องจากชิ้นงานเป็นวัสดุประเภทเหล็กกล้า ในกระบวนการทำความสะอาดด้วยสารละลาย (wet cleaning) จึงหลีกเลี่ยงไม่ให้อุปกรณ์สัมผัสกับน้ำเพื่อลดโอกาสที่ผิวเหล็กจะทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนและความชื้นเกิดเป็นสารประกอบประเภทไฮเดรตเฟอริกออกไซด์ (hydrated ferric oxide: $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) หรือสนิมเหล็ก (Stratmann & Müller, 1994) หลังจากผ่านการทำความสะอาดด้วยสารละลายแล้วชิ้นงานจะถูกนำเข้าภาชนะสุญญากาศ เพื่อทำการทำความสะอาดผิวหน้าอีกครั้งด้วยพลาสมาไฮโดรเจน (H_2)

plasma cleaning) ก่อนที่จะเริ่มกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง และปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวลงอย่างช้าในสภาวะสุญญากาศ โดยขั้นตอนทำการทดลองแสดงดังภาพประกอบที่ 3.4 ซึ่งรายละเอียดขั้นตอนจะอธิบายไว้ในหัวข้อ 3.2.1 และ 3.2.2



ภาพประกอบที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นไนไตรด์ด้วยกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

เนื่องจากชิ้นงานเป็นวัสดุประเภทเหล็กกล้าซึ่งมีการเกิดชั้นออกไซด์อยู่ รวมไปถึงอาจมีสารปนเปื้อน (contaminants) ต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นคราบไขมันจากมือสัมผัส คราบไขมันจากกระบวนการขึ้นรูป รวมไปถึงเศษอนุภาคขนาดเล็กจากสิ่งแวดล้อมโดยรอบ ซึ่งชั้นออกไซด์และสารปนเปื้อนเหล่านี้เป็นปัจจัยที่สำคัญต่อที่สามารถยับยั้งการแพร่ของอะตอม

ไนโตรเจน ดังนั้นก่อนที่จะนำชิ้นงานเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศเพื่อเริ่มกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง ต้องผ่านกระบวนการทำความสะอาดเบื้องต้นด้วยสารละลายก่อน เพื่อกำจัดชั้นออกไซด์และสารปนเปื้อนเหล่านี้ ออก ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. สวมถุงมือไนไตรล์ (nitrile หรือน้ำยาสั่งเคราะห์แบบไม่มีแป้ง) ก่อนทำการล้างหรือจับชิ้นงาน เพื่อป้องกันสารเคมีหรือไขมันจากมือติดบนชิ้นงาน จากนั้นเช็ดทำความสะอาดด้วยสารละลายอะซิโตน โดยใช้ผ้าแบบไร้ขน (cleanroom wipes) และแกว่งในสารละลายอะซิโตน
2. ล้างด้วยเครื่องอัลตราโซนิค (ultrasonic cleaner) อันดับแรกจะสั่นในสารละลายอะซิโตนเป็นเวลา 10 นาที โดยที่ให้ความร้อนขณะสั่นที่ 50 °C ต่อด้วยสั่นในสารละลายเมทานอล 3 ครั้ง ครั้งละ 10 นาที
3. จากขั้นตอนที่ 2 เพื่อป้องกันการเกิดออกไซด์จากการสัมผัสกับอากาศนานเกินไป เมื่อครบเวลาให้นำชิ้นงานออกจากสารละลายเมทานอลและเป่าด้วยลมร้อนทันที และเตรียมชิ้นงานเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศเพื่อเริ่มกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงต่อไป

3.2.2 ขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิง

ขั้นตอนการเปิดระบบ

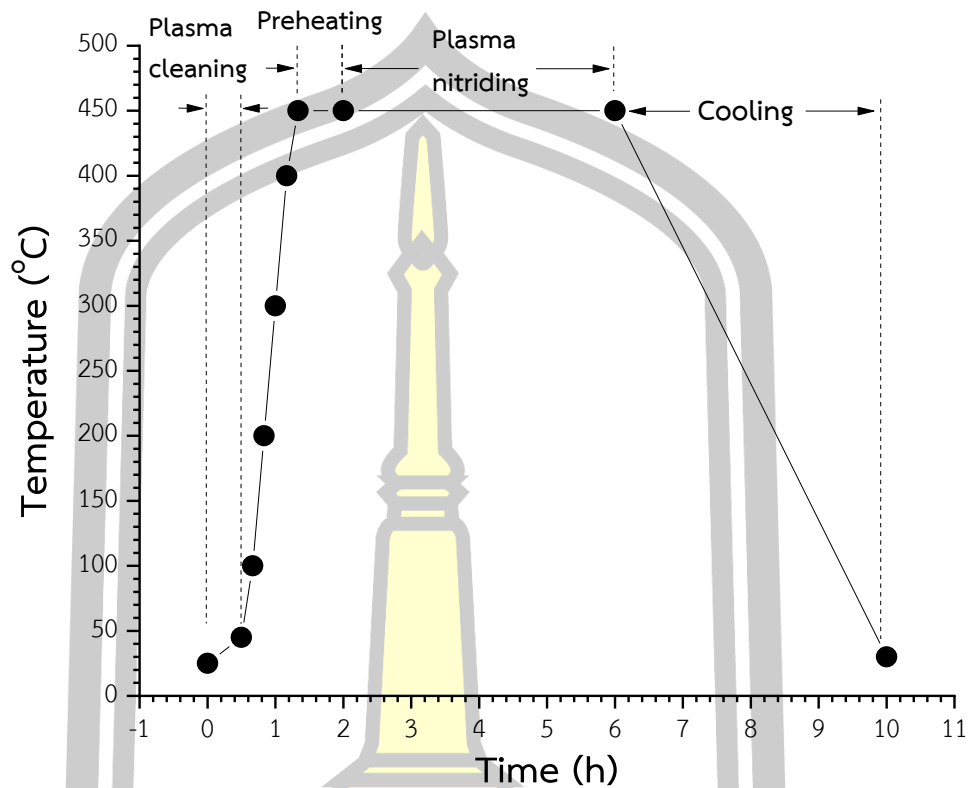
1. ตรวจสอบระบบน้ำหล่อเย็น (cooling system) โดยตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 15 °C เปิดระบบทำความร้อน (heater) ระบบแก๊ส และวาล์ว (valve) ต่าง ๆ และเครื่องพีเอ็กซ์ไอ (PXI controller) ซึ่งเป็นโมดูลที่ใช้ในการตรวจวัดและการควบคุมระบบต่าง ๆ และเปิดโปรแกรมแลปวิว
2. เปิดปั๊มลม ที่ใช้สำหรับควบคุมการเปิด-ปิดของวาล์วโซลินอยด์ (solenoid valve)
3. ติดตั้งขั้วกำลัง ที่เชื่อมกับแหล่งจ่ายไฟแบบกระแสสลับ
4. ปิดวาล์วปล่อยอากาศ (leak valve) เพื่อไม่ให้อากาศภายนอกไหลเข้าภาชนะสุญญากาศ
5. ตั้งค่าช่วงอุณหภูมิของแผ่นทำความร้อนที่ใช้ในกระบวนการทั้งหมด ดังภาพประกอบที่ 3.5 คือ

- 25-45 °C ใช้เวลา 30 นาที (plasma cleaning แผ่นทำความร้อนยังไม่ทำงาน)

- 45-100 °C ใช้เวลา 10 นาที และใช้ประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 20 %
- 100-200 °C ใช้เวลา 10 นาที และใช้ประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 20 %
- 200-300 °C ใช้เวลา 10 นาที และใช้ประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 20 %
- 300-400 °C ใช้เวลา 10 นาที และใช้ประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 25 %
- 400-450 °C ใช้เวลา 10 นาที และใช้ประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 25 %
- 450-450 °C ใช้เวลา 30 นาที และใช้ประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 25 % (preheating)
- 450-450 °C ใช้เวลา 240 นาที และประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 25 % (plasma nitriding)
- 450-30 °C ใช้เวลา 240 นาที และประสิทธิภาพการทำงานของหม้อแปลง 0 % (cool down แผ่นทำความร้อนหยุดการทำงาน)

6. เปิดฝาภาชนะสุญญากาศแล้วติดตั้งชิ้นงานทั้งสองกลุ่มลงบนฐานวางชิ้นงานที่เป็นขั้วกำลัง โดยใช้ชิ้นงานในกลุ่ม Quenching จำนวน 2 ชิ้น และชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching จำนวน 2 ชิ้น และมีชิ้นงานตัวแทน 1 ชิ้น ที่ใช้ในการเจาะและให้หัววัดอุณหภูมิเข้าไปเพื่อให้สามารถอ่านค่าอุณหภูมิได้ใกล้เคียงอุณหภูมิชิ้นงานจริงที่สุด เมื่อติดตั้งชิ้นงานเสร็จแล้วก็ปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

พหุ ประสิทธิภาพ



ภาพประกอบที่ 3.5 การขึ้นและลดอุณหภูมิในขั้นตอนการทำพลาสมาไนไตรดิง

ขั้นตอนการทำความสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมา (plasma cleaning)

การทำความสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมาได้ใช้แก๊สไฮโดรเจนเป็นแก๊สตั้งต้น โดยชิ้นงานที่วางอยู่ที่ขั้วกำลังจะถูกกระตุ้นด้วยไอออนไฮโดรเจน (H^+) กระบวนการนี้สามารถทำให้อะตอมของออกซิเจนที่อยู่ในชั้นโลหะออกไซด์ (metal oxide) หลุดออกเปลี่ยนเป็นแก๊สหลุดออกมาจากผิว และถูกดูดออกไปผ่านปั๊มสุญญากาศ ดังสมการที่ 3.1 ดังนี้



- จากขั้นตอนที่ 6 เปิดวาล์วโซลินอยด์ที่กั้นระหว่างปั๊มกับภาชนะสุญญากาศผ่านโปรแกรมแลปวิว ปั๊มโรตารีจะเริ่มสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อสร้างสภาวะสุญญากาศที่ความดัน 5×10^{-3} torr แล้วเปิดปั๊มรูดเพื่อสร้างความดันฐาน

(base pressure) ที่ต่ำกว่า 1×10^{-3} torr อ่านผ่านเกจวัดความดันแบบคาปาซิแตนซ์ จากนั้นทำการจ่ายแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 500 sccm ผ่านโปรแกรมแลปวิว โดยเปิดวาล์วโซลินอยด์ที่กั้นระหว่างภาชนะสุญญากาศกับทางเข้าแก๊ส (gas inlet) ไฮโดรเจนก่อน แล้วเริ่มใส่ค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเป็น 100 200 300 400 และ 500 sccm ตามลำดับ เข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เมื่อเวลาผ่านไป ประมาณ 1 นาที ความดันจะมีค่าคงที่ประมาณ 0.12 torr

8. จากนั้นทำการจ่ายกำลังไฟฟ้าผ่านเพาเวอร์แอมป์ (power amplifier) 8 step ซึ่งจะได้กำลังไฟฟ้าเฉลี่ยประมาณ 75 W ใช้ระยะเวลาในกระบวนการนี้ 30 นาที อุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นจาก 25°C เป็น 45°C
9. เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการทำความสะอาดด้วยพลาสมา จะหยุดจ่ายกำลังไฟฟ้าโดยลดสแตปเพาเวอร์แอมป์ให้เป็น 0 และหยุดจ่ายแก๊สโดยปรับค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนให้เป็น 0 sccm และปิดวาล์วโซลินอยด์ผ่านโปรแกรมแลปวิว

ขั้นตอนการอุ่นร้อนชิ้นงาน (preheating)

หลังเสร็จสิ้นกระบวนการทำความสะอาดด้วยพลาสมา จะเริ่มให้ความร้อนกับชิ้นงานด้วยแผ่นทำความร้อน เรียกขั้นตอนนี้ว่า “การอุ่นร้อน” เพื่อที่จะช่วยให้ชิ้นงานเกิดการคายแก๊ส (degassing) ไฮโดรเจนหรือแก๊สอื่น ๆ ที่จะอาจส่งผลเสียต่อโครงสร้างออกมา ก่อน (Phaniraj et al., 2015) และเพื่อไม่ให้เกิดอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิสูงเกินไป ซึ่งอาจทำให้ชิ้นงานเกิดการแตกร้าจากการขยายตัวที่เร็วเกินไป

10. หลังเสร็จสิ้นกระบวนการทำความสะอาดด้วยพลาสมา แผ่นทำความร้อนจะเริ่มทำงานทันที จากภาพประกอบที่ 3.4 อุณหภูมิจะเริ่มจาก 45°C เป็น 450°C ใช้ระยะเวลา 50 นาทีและรักษาอุณหภูมิไว้ที่ 450°C เป็นเวลา 30 นาที เรียกช่วงนี้ว่า “preheating”

ขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิง

ขั้นตอนนี้จะเริ่มขึ้นทันทีเมื่อเสร็จสิ้นขั้นตอนการอุ่นร้อนชิ้นงานครบ 30 นาที แต่แผ่นทำความร้อนยังคงทำงานอยู่ เพื่อรักษาอุณหภูมิให้คงที่ เท่ากับ 450°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวลงอย่างช้า ๆ มาที่อุณหภูมิ $25-50^{\circ}\text{C}$

11. เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการอุ่นร้อนชิ้นงาน แก๊สไนโตรเจน 1000 sccm จะถูกใส่เข้าไปในภาชนะสุญญากาศที่ควบคุมผ่านโปรแกรมแลปวิว โดยเปิดวาล์วโซลินอยด์ที่กั้น

ระหว่างภาชนะสุญญากาศกับทางเข้าแก๊ส (gas inlet) ไนโตรเจนก่อน แล้วเริ่มใส่ค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเป็น 100 200 300 400 500 600 700 800 900 และ 1000 sccm ตามลำดับ เพื่อไม่ให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความดันที่เร็วเกินไป จากนั้นใส่ค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนด้วยขั้นตอนเดียวกัน ที่อัตราการไหลของแก๊สเป็น 0 300 และ 500 sccm ตามเงื่อนไขการทดลองที่แสดงดังตารางที่ 3.1 เมื่อจ่ายแก๊สครบตามเงื่อนไขแล้วจะได้ความดันที่ไม่เท่ากัน จึงต้องทำการปรับความดันให้เท่ากันทุกเงื่อนไขที่ 1.12 torr โดยการปรับลดพื้นที่หน้าตัดของ manual valve ในภาพประกอบที่ 3.2 เล็กน้อย เพื่อลดอัตราการสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง

| Parameters | Plasma cleaning | Preheating | Plasma nitriding | Cool down |
|---------------------------------|-----------------|----------------------|------------------|----------------------|
| operate pressure (torr) | 0.12 | $< 1 \times 10^{-3}$ | 1.12 | $< 1 \times 10^{-3}$ |
| voltage (V_{rms}) | 475 ± 15 | - | 220, 240, 340 | - |
| average power (W) | ~ 75 | - | ~ 53 | - |
| H ₂ flow rate (sccm) | 500 | - | 0, 300, 500 | - |
| N ₂ flow rate (sccm) | - | - | 1000 | - |
| operated time (min) | 30 | 30 | 240 | 240 |

12. จากนั้นทำการจ่ายกำลังไฟฟ้าผ่านเพาเวอร์แอมป์ 7 step ซึ่งจะได้กำลังไฟฟ้าเฉลี่ยประมาณ 53 W ใช้ระยะเวลาในกระบวนการนี้ 240 นาที หรือ 4 ชั่วโมง โดยที่อุณหภูมิจะถูกรักษาให้คงที่ เท่ากับ 450 °C ตลอดกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง

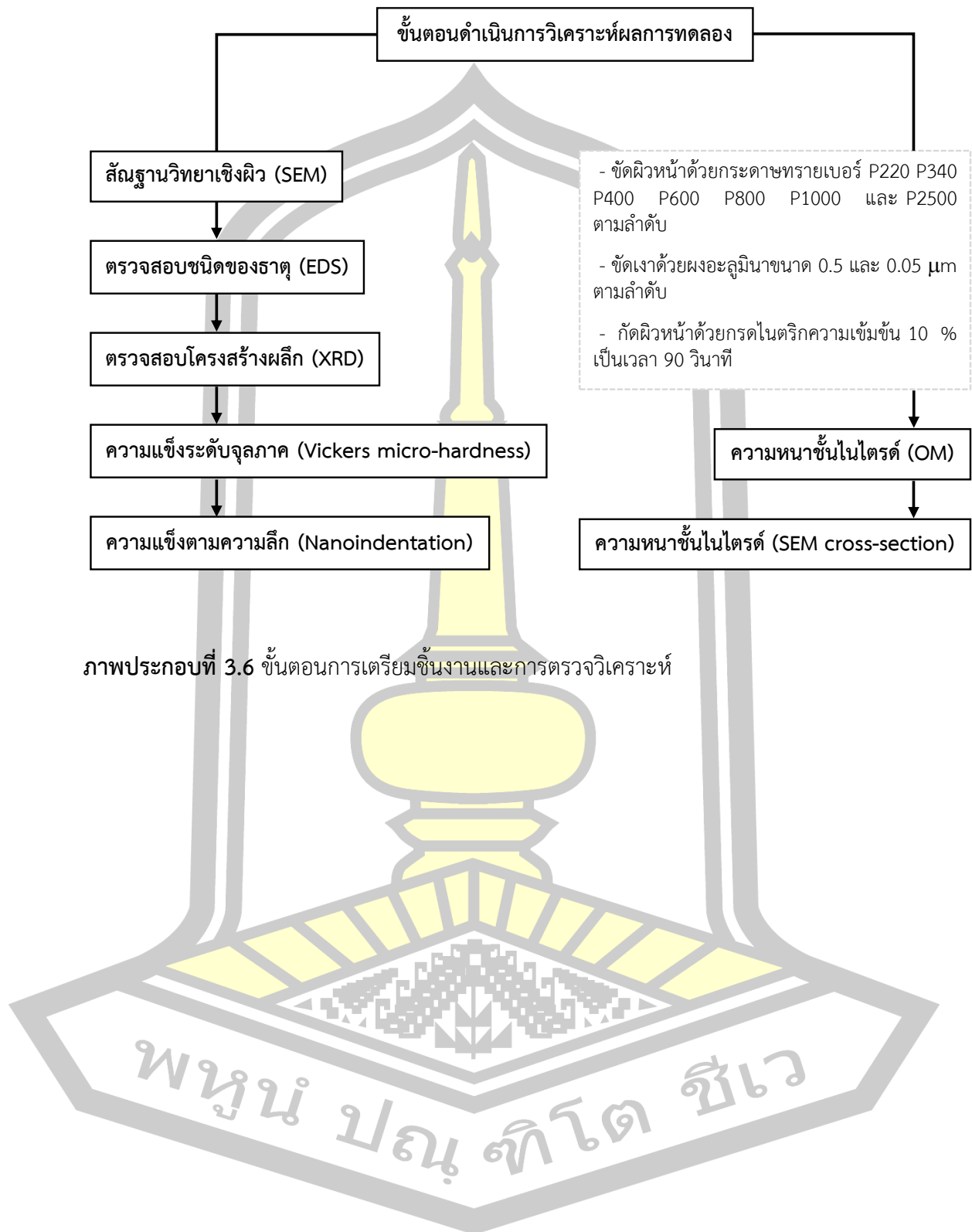
13. เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง แผ่นทำความร้อนจะหยุดให้ความร้อนอัตโนมัติตามช่วงอุณหภูมิที่ตั้งไว้ในภาพประกอบที่ 3.4 จากนั้นทำการหยุดจ่ายกำลังไฟฟ้าโดยลดสแตปเพาเวอร์แอมป์ให้เป็น 0 และหยุดจ่ายแก๊สทั้งสองชนิดโดยปรับค่า

อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนและไฮโดรเจนให้เป็น 0 sccm และปิดวาล์วลิโซลินอยด์ผ่านโปรแกรมแลปวิว

14. จากนั้นทำการเปิด manual valve ให้สุด และปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวลงอย่างช้า ๆ มาที่อุณหภูมิ 25-50 °C ซึ่งจะใช้เวลาเย็นตัว (cool down) ประมาณ 240 นาที หรือ 4 ชั่วโมง จากนั้นเปิดวาล์วปล่อยอากาศให้ความดันจากภายนอกไหลเข้าภาชนะสุญญากาศ เพื่อปรับความดันให้เป็นความดันบรรยากาศก่อนเปิดฝาภาชนะและนำชิ้นงานออกจากภาชนะสุญญากาศได้ เมื่อนำชิ้นงานของการทดลองชุดนั้น ๆ ออกมาแล้ว ก็นำชิ้นงานในชุดการทดลองถัดไปใส่เข้าไปและเริ่มทำการทดลองอีกครั้งตามขั้นตอนที่กล่าวมา

ก่อนนำชิ้นงานไปตรวจวัดและวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเทคนิคต่าง ๆ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงจะถูกเก็บไว้ภายในตู้ดูดความชื้นเพื่อลดโอกาสที่จะเกิดออกไซด์ที่ผิว ดังภาพประกอบที่ 3.6 ในส่วนของชิ้นงานที่ต้องนำไปถ่ายภาพด้วยเทคนิค SEM ภาคตัดขวาง ผิวหน้าของชิ้นงานจะถูกขัดด้วยด้วยกระดาษทรายไล่ระดับจากเบอร์ P220 P340 P400 P600 P800 P1000 และ P2500 ตามลำดับ หลังจากนั้นนำไปขัดชิ้นงานต่อด้วยผ้าละเอียด (Micropad polishing cloth) ฉีดด้วยสารแขวนลอยผงอะลูมินาผสมน้ำดีไอ (deionization water: DI) ขนาด 0.5 μm และ 0.05 μm ตามลำดับ หลังจากนั้นชิ้นงานจะถูกล้างในสารละลายเมทานอล 1 ครั้ง เป็นเวลา 10 นาที เพื่อกำจัดผงอะลูมินาที่หลงเหลืออยู่บนผิวชิ้นงาน ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกและนำชิ้นงานเป่าด้วยลมร้อนทันที หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปกัดผิวหน้าด้วยกรดไนตริก เพื่อให้เห็นขอบเกรนได้ชัดเจนขึ้น โดยนำชิ้นงานแช่ลงในกรดไนตริก ความเข้มข้น 10 % เป็นเวลา 90 วินาที แล้วนำชิ้นงานล้างด้วยน้ำดีไอ โดยให้น้ำดีไอไหลผ่านชิ้นงาน และใช้สาลีเช็ดที่ผิวหน้าไปพร้อมกัน จากนั้นใช้สารละลายเอทานอลไหลผ่านชิ้นงานเป็นครั้งสุดท้ายก่อนที่จะเป่าด้วยลมร้อนทันที

พหุ ประถมศึกษา



บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

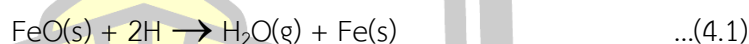
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเพิ่มความแข็งที่ผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD61 ทั้งในกลุ่มชุบแข็ง (Quenching: Q) และไม่ผ่านการชุบแข็ง (non-Quenching: nQ) ด้วยการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ 450 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ เท่ากับ 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหลต่างกัน คือ 0 300 และ 500 sccm ซึ่งชิ้นงานในกลุ่ม Quenching จะใช้รหัสแทนเป็น H0Q H300Q และ H500Q ตามลำดับ และในกลุ่ม non-Quenching ใช้รหัสแทนเป็น H0nQ H300nQ และ H500nQ ตามลำดับ และในส่วนของชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง หรือชิ้นงานควบคุม จะใช้รหัสแทนเป็น Pristine_Q และ Pristine_nQ ในระหว่างกระบวนการทำพลาสมาไนโตรดิงได้ตรวจสอบสเปกตรัมที่อยู่ที่อยู่ในพลาสมาโดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงในช่วงความยาวคลื่น 300-900 nm และประมาณความหนาของชั้นไนโตรดิงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตรวจสอบชนิดของธาตุด้วยเทคนิควิเคราะห์การกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ ตรวจสอบโครงสร้างเฟสไนโตรดิงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และตรวจวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ และตรวจวัดความแข็งตามความลึกโดยใช้เทคนิคนาโนอินเดนเตชัน (Nanoindentation) ในโหมด ESP (enhanced stiffness procedure)

4.1 การวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสง (optical emission spectroscopy, OES)

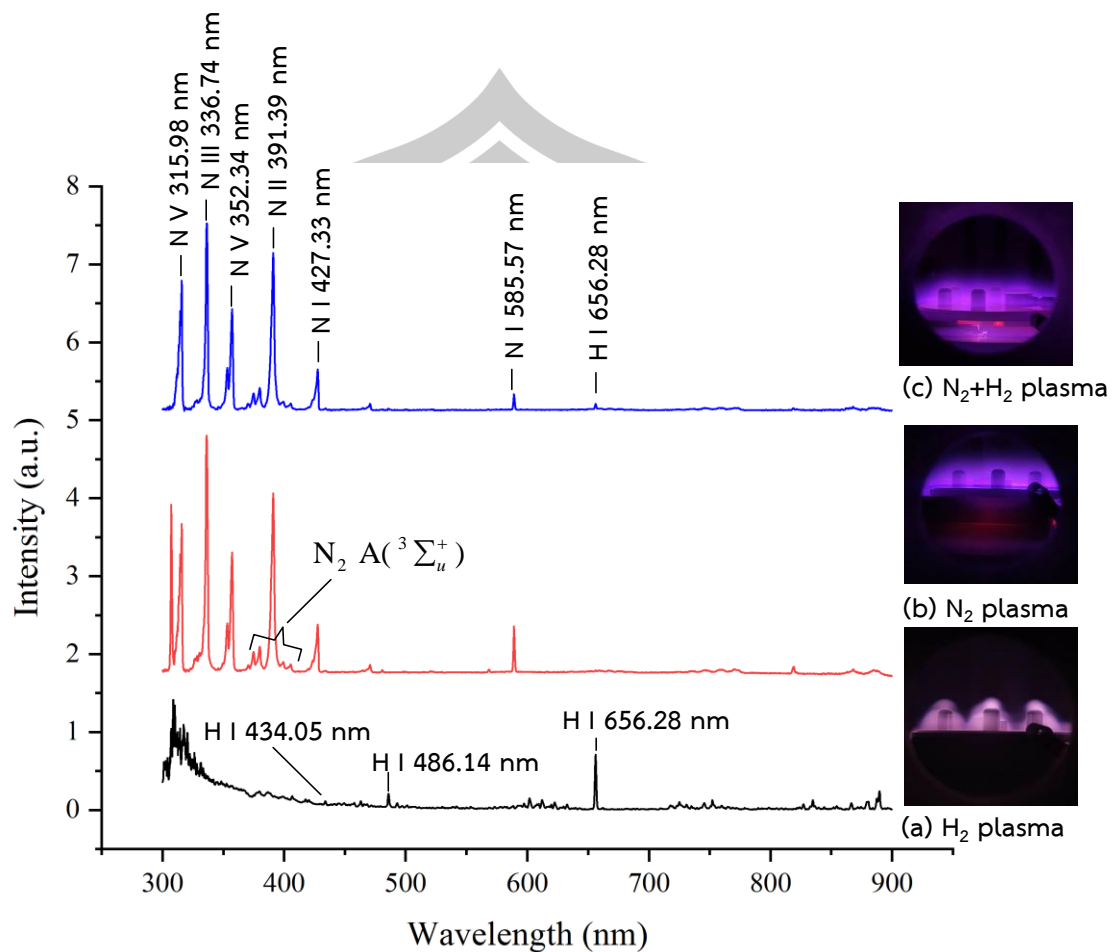
แสงที่เปล่งออกมาในระหว่างกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง ถูกเก็บและส่งสัญญาณเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสง (optical spectrometer, AvaSpec-ULS4096CL-EVO) ที่ถูกควบคุมโดยคอมพิวเตอร์เพื่อแสดงและประมวลผลผ่านโปรแกรม AvaSoft 8 เส้นสเปกตรัมของแสงถูกบันทึกในช่วงความยาวคลื่น 300-900 nm ใช้ระยะเวลาเก็บแสง 500 ms และเฉลี่ย 3 ครั้ง ลักษณะเส้นสเปกตรัมของแสงที่บันทึกได้จะถูกนำมาจำแนก (identified) เป็นชนิดของสเปกตรัมโดยใช้ฐานข้อมูลออนไลน์จาก NIST Atomic Spectra Database Lines Data (Kramida et al., 2020)

การวิเคราะห์สเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจากพลาสมาสามารถจำแนกชนิดของสเปกตรัมที่อยู่ที่อยู่ในพลาสมาระหว่างขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิงได้ ทั้งนี้ยังสามารถนำข้อมูลที่วัดได้มาวิเคราะห์หาอุณหภูมิของอิเล็กตรอนได้โดยที่ไม่เป็นการรบกวนต่อระบบ (Chingsungnoen et al.,

2007) เทคนิคการวิเคราะห์สเปกตรัมอาศัยหลักการเปล่งแสงของอะตอมหรือโมเลกุลที่อยู่ในสถานะกระตุ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานของอิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานสูงเปลี่ยนสถานะกลับมาที่ระดับพลังงานต่ำกว่า ความยาวคลื่นของโฟตอนที่คายพลังงานออกมาสามารถนำไปจำแนกเป็นชนิดของสปีชีส์และความเข้มเส้นสเปกตรัมจะแปรผันโดยตรงกับความหนาแน่นของสปีชีส์นั้น ๆ ดังแสดงตามภาพประกอบที่ 4.1 เส้นสเปกตรัม (a) เกิดจากการเปล่งแสงของพลาสมาไฮโดรเจนในขั้นตอนการทำความสะอาดผิวและกำจัดชั้นออกไซด์ ปรากฏเส้นสเปกตรัมที่มีความยาวคลื่น 434.05 486.14 และ 656.28 nm ซึ่งสอดคล้องกับการเปลี่ยนสถานะของอิเล็กตรอนในอะตอมไฮโดรเจนจากระดับพลังงานที่ 5 4 และ 3 กลับลงมาที่ระดับพลังงาน 2 ตามลำดับ แสงของพลาสมา มีลักษณะเป็นสีชมพู เนื่องจากเส้นสเปกตรัมสีแดงความยาวคลื่น 656.28 nm มีความเข้มมากกว่าเส้นอื่น ๆ นั่นเอง อะตอมไฮโดรเจนมีส่วนสำคัญอย่างมากในการลดความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจนที่หลงเหลืออยู่ (residue oxygen gas) ในระบบสุญญากาศ เนื่องจากทั้งอะตอมไฮโดรเจนและออกซิเจนที่เกิดจากการแตกตัวเป็นพลาสมา สามารถรวมตัวกันเป็นไอน้ำ (H₂O) จึงถูกปั๊มสุญญากาศสูบออกไปจากภาชนะสุญญากาศได้ ปริมาณออกซิเจนที่ลดลงจะลดการเกิดชั้นออกไซด์ที่บริเวณผิวชิ้นงานในระหว่างการทำพลาสมาไนโตรดิง ทำให้อะตอมของไนโตรเจนสามารถแพร่เข้าไปในผิวชิ้นงานได้ง่ายขึ้น เนื่องจากไอออนถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าที่บริเวณชีสต์ของพลาสมา (plasma sheath) ชิ้นงานที่วางอยู่ที่ขั้วกำลังจึงถูกระดมชนด้วยไอออนไฮโดรเจน (H⁺) ขบวนการนี้สามารถทำให้อะตอมของออกซิเจนที่อยู่ในชั้นโลหะออกไซด์ (metal oxide) หลุดออกเปลี่ยนเป็นสถานะแก๊สและถูกปั๊มสุญญากาศดูดออกไปในที่สุด ตัวอย่างของสมการกำจัดชั้นโลหะออกไซด์โดยใช้พลาสมาไฮโดรเจน แสดงได้ตามสมการที่ 4.1



พหุ ประทีป ชีวะ



ภาพประกอบที่ 4.1 สเปกตรัมของแสงที่เปล่งออกมาจาก (a) พลาสมาไฮโดรเจน (b) พลาสมาไนโตรเจน และ (c) พลาสมาไนโตรเจนผสมไฮโดรเจน

ตามภาพประกอบที่ 4.1 เส้นสเปกตรัม (b) เกิดจากการเปล่งแสงของพลาสมาไนโตรเจนในระหว่างขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิงของชิ้นงาน HO ที่ใช้แก๊สไนโตรเจนเพียงอย่างเดียว จะเห็นว่าแสงพลาสมามีสีออกไปทางสีน้ำเงินม่วง เนื่องจากเส้นสเปกตรัมส่วนใหญ่ที่พบมีความยาวคลื่นน้อยกว่า 450 nm ซึ่งปรากฏพิคของอะตอมไนโตรเจนที่อยู่ในสถานะกระตุ้น N I N II N III และ N V นอกจากนี้ยังพบพิคของโมเลกุลไนโตรเจนในสถานะกระตุ้น $N_2 A(^3\Sigma_u^+)$ ซึ่งเป็นอนุมูล (radical) ที่มักพบจากการแตกตัวของแก๊สไนโตรเจน (Uhm, 2015) สปีชีส์เหล่านี้มีบทบาทสำคัญต่อการเกิดปฏิกิริยาของเหล็กไนโตรที่ผิว ตามแบบจำลองของโกเบล (Koebel's model) ในภาพประกอบที่ 2.8 (ASM International, 1991)

พีคของโมเลกุลไนโตรเจนในสถานะกระตุ้นสามารถอธิบายโดยใช้สัญลักษณ์เชิงโมเลกุล (molecular term symbols) ดังนี้

Ref.: https://chem.libretexts.org/Courses/Pacific_Union_College/Quantum_Chemistry

สถานะพลังงานของอิเล็กตรอนในโมเลกุลที่อยู่ในสภาวะกระตุ้น สามารถเขียนแทนด้วยสัญลักษณ์ “molecular term symbol” ซึ่งประกอบด้วย 5 ส่วน คือ ผลรวมของเลขควอนตัมสปิน (spin multiplicity) เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมของวงโคจรตามแนวแกนนิวเคลียส z (azimuthal angular momentum) เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมรวม (total angular momentum) ความสมมาตร (symmetry) และภาวะคู่หรือคี่ (parity) ดังสมการที่ 2.13 มีรายละเอียด ดังนี้

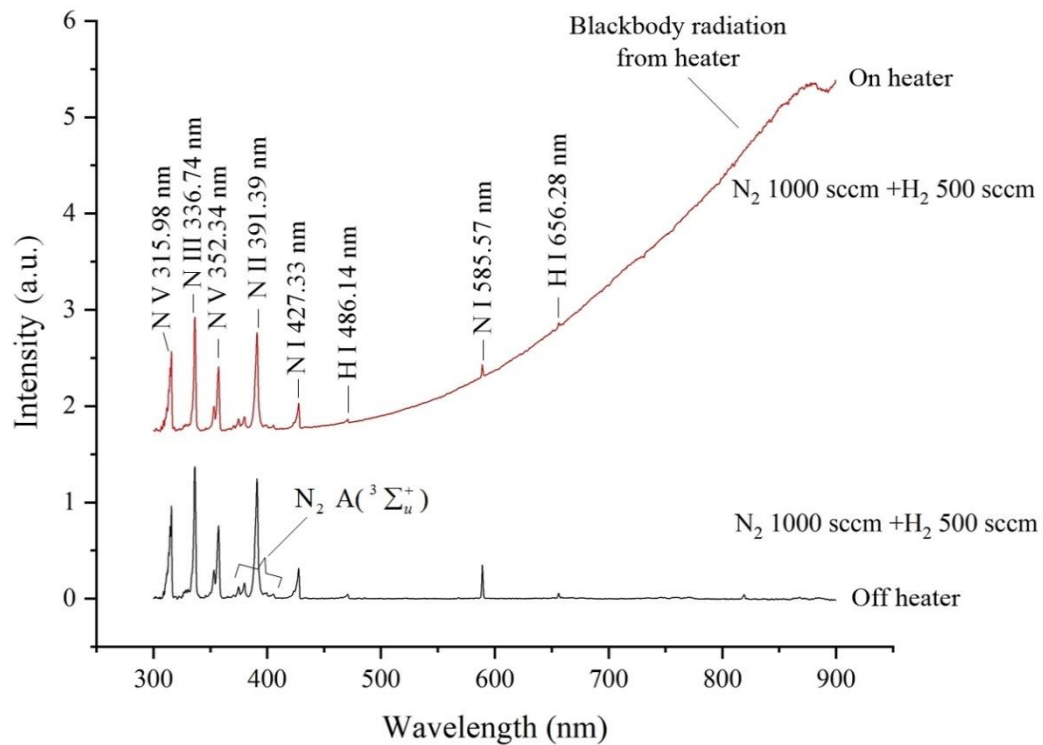
$$2S+1 \Lambda^{(+/-)}_{\Omega(g/u)} \quad \dots(4.2)$$

1. ผลรวมของเลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมสปิน (total spin angular momentum quantum number) แทนด้วย S คือ ผลรวมของเลขควอนตัมสปินของวาเลนซ์อิเล็กตรอนเดี่ยวในออร์บิทัล (unpaired electron) ค่า S จึงเป็นได้ทั้ง $\frac{1}{2}$ และจำนวนเต็ม
2. เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมออร์บิทัลรวม (total orbital angular momentum quantum number) แทนด้วยอักษรกรีกตัวพิมพ์ใหญ่ ดังนี้ $\Lambda = 0, 1, 2, 3, \dots$ แทนด้วย $\Sigma, \Pi, \Delta, \Phi, \dots$ ตามลำดับ (คล้ายกับสัญลักษณ์ของอะตอม $L = 0, 1, 2, 3, \dots$ จะแทนด้วยสัญลักษณ์ S, P, D, F)
3. เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมรวม (total angular momentum quantum number) ดังนั้น Ω จึงเป็นผลรวมของ ผลรวมของเลขควอนตัมสปิน และเลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมตามแนวแกน z
4. ความสมมาตร (symmetry) ของฟังก์ชันคลื่น (wave function) ของอิเล็กตรอนในการเปลี่ยนตำแหน่งจาก (x_i, y_i, z_i) ไปยัง $(-x_i, -y_i, -z_i)$ กล่าวคือ ถ้าฟังก์ชันคลื่นไม่เปลี่ยนแปลงจะแทนด้วยสัญลักษณ์ g ซึ่งย่อมาจากภาษาเยอรมัน “gerade” แปลว่า “even” หรือฟังก์ชันคู่ในทางคณิตศาสตร์นั่นเอง แต่ถ้าฟังก์ชันคลื่นเปลี่ยนแปลงจะแทนด้วยสัญลักษณ์ u ซึ่งย่อมาจากภาษาเยอรมัน “ungerade” แปลว่า “odd” หรือฟังก์ชันคี่ในทางคณิตศาสตร์นั่นเอง

5. ภาวะคู่หรือคี่ (parity) หรือ “inversion” หมายถึง เมื่อพลิกโมเลกุลกลับด้าน ออร์บิทัลจะมีความสมมาตรแบบ symmetric หรือ anti-symmetric โดยจะใช้เครื่องหมาย + แทนสมมาตรแบบ symmetric และเครื่องหมาย - แทนสมมาตรแบบ anti-symmetric ดังนั้นในกรณีทีอเล็กตรอนในโมเลกุลของไนโตรเจนอยู่ที่สถานะ $^3\Sigma_u^+$ จะตีความได้ดังนี้

1. ผลรวมของเลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมสปิน $S = 1$ ทำให้ค่า Multiplicity $2S+1 = 3$ นั่นคือ มี unpaired σ -electron จำนวน 2 ตัว $S = \left| \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \right| = 1$
2. ผลรวมของเลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมออร์บิทัล $\Lambda = 0$ เนื่องจาก unpaired σ -electron ทั้ง 2 ตัว อยู่ใน p -orbital จึงมีความเป็นไปได้ที่จะเกิดเงื่อนไข $\Lambda = |1-1| = 0 \equiv \Sigma$
3. ฟังก์ชันคลื่นของอเล็กตรอนมีสมบัติเป็นฟังก์ชันคี่เนื่องจากการเปลี่ยนตำแหน่งจาก (x_i, y_i, z_i) ไปยัง $(-x_i, -y_i, -z_i)$ จึงแทนด้วยสัญลักษณ์ u
4. เมื่อพลิกโมเลกุลไนโตรเจนกลับด้าน (reflection in a plane containing the nuclei) ออร์บิทัลจะมีความสมมาตรแบบ symmetric แทนด้วยเครื่องหมาย + ตามภาพประกอบที่ 4.1 เส้นสเปกตรัม (c) เกิดจากการเปล่งแสงของพลาสมาไนโตรเจนผสมไฮโดรเจนในระหว่างขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิงของเงื่อนไข $H_500 (N_2 = 1000 \text{ sccm} + H_2 = 500 \text{ sccm})$ จะเห็นว่าพบพีคของอะตอมและโมเลกุลไนโตรเจนที่อยู่ในสถานะกระตุ้นที่มีความเข้มพีคสูง และพีคของอะตอมไฮโดรเจนที่มีความยาวคลื่น 656.28 nm ที่เป็นแสงสีแดงแต่ความเข้มพีคต่ำ จึงทำให้แสงของพลาสมามีลักษณะเป็นสีม่วงอมชมพู และเนื่องจากอะตอมไฮโดรเจนมีขนาดเล็กและมีมวลน้อย จึงทำให้แก๊สไนโตรเจนสามารถพาอะตอมของไฮโดรเจนออกไปจากระบบได้มาก ซึ่งส่งผลให้อะตอมของไฮโดรเจนหลงเหลืออยู่ในภาชนะสุญญากาศน้อยกว่าในกระบวนการทำความสะอาดด้วยพลาสมา

พหุ ประ โท ชีวะ



ภาพประกอบที่ 4.2 สเปกตรัมของแสงที่เปล่งออกมาในระหว่างกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงภายใต้เงื่อนไข H500 ในขณะที่ฮีตเตอร์ทำงาน (on heater) และฮีตเตอร์หยุดทำงาน (off heater)

ในกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงทุกเงื่อนไขการทดลอง ฮีตเตอร์จะทำงานเมื่ออุณหภูมิขึ้นงานต่ำกว่า 450 °C และฮีตเตอร์จะหยุดทำงานเมื่ออุณหภูมิที่ขึ้นงานสูงกว่า 450 °C เพื่อรักษาอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 450 °C จึงสามารถตรวจพบแสงที่เปล่งออกมาจากฮีตเตอร์ตามภาพประกอบที่ 4.2 (on heater) ซึ่งลักษณะสเปกตรัมของแสงจากฮีตเตอร์นั้น มีลักษณะคล้ายกับสเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจากวัตถุดำ (blackbody radiation) กล่าวคือ อนุภาคใด ๆ ที่มีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิศูนย์สัมบูรณ์ (0 เคลวิน) จะมีการแผ่รังสีความร้อนออกมา โดยลักษณะเส้นสเปกตรัมจะเป็นแบบต่อเนื่อง (continuous spectrum) และความยาวคลื่นที่ความเข้มสูงสุด (peak emission wavelength, λ_{peak}) จะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับอุณหภูมิของวัตถุนั้นตามกฎการขจัดของวิน (Wien's displacement law) ตามสมการที่ 4.2 ซึ่งจะเห็นว่าความยาวคลื่นที่ความเข้มสูงสุด มีค่าประมาณ 1000 nm สามารถคำนวณอุณหภูมิของฮีตเตอร์ประมาณ 2900 K โดยที่ค่าคงที่ b เท่ากับ $2.8977685 \times 10^{-3} \text{ m}\cdot\text{K}$

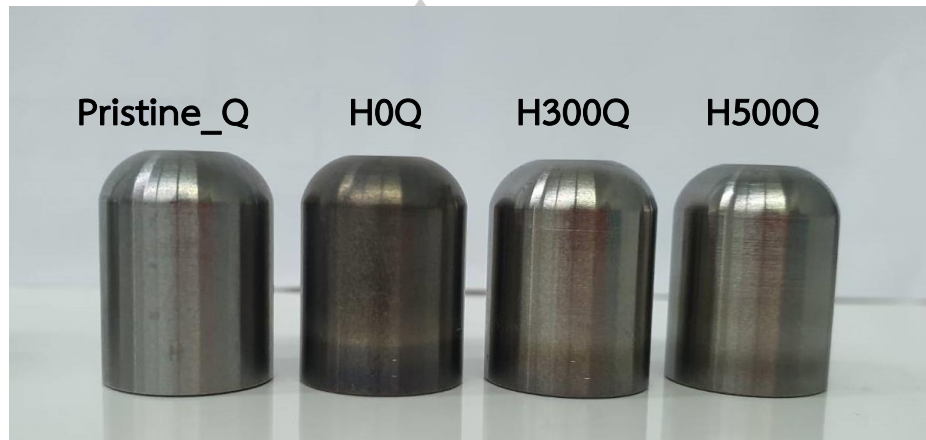
$$T(\text{heater}) = \frac{b}{\lambda_{peak}} \quad \dots(4.2)$$

4.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และองค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDS

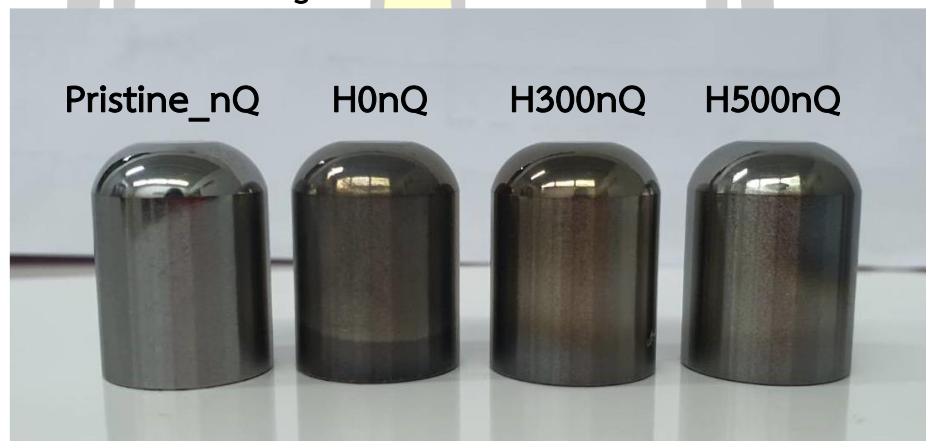
ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงจะมีลักษณะทางกายภาพที่แตกต่างจากชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงอย่างชัดเจน คือ สีที่พื้นผิวด้านนอกจะมีสีที่ดำคล้ำขึ้น แต่สีที่เปลี่ยนไปนั้นไม่มีความสม่ำเสมอโดยที่ส่วนด้านล่างของชิ้นงานจะมีแถบสีดำเข้มกว่าส่วนด้านบน ดังภาพประกอบที่ 4.3 ซึ่งเกิดจากความไม่สม่ำเสมอของพลาสมาซีสต์ที่สังเกตได้ในภาพประกอบที่ 4.4



(a) Quenching

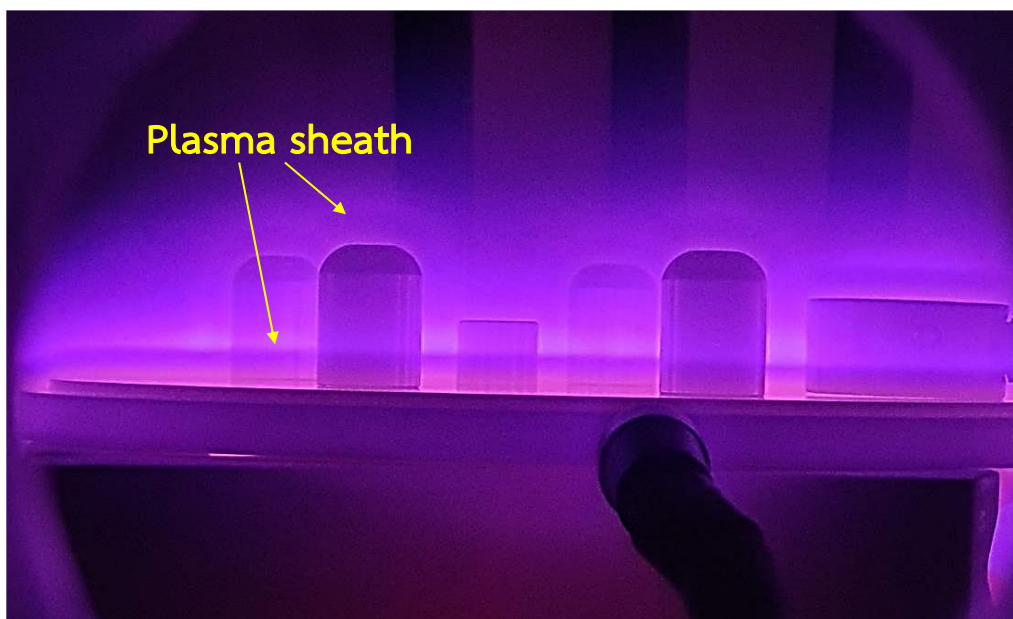


(b) non-Quenching



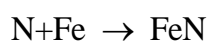
ภาพประกอบที่ 4.3 ลักษณะทางกายภาพของชิ้นงาน SKD61 กลุ่ม (a) Quenching และ (b) non-Quenching ที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงภายใต้เงื่อนไข $N_2 = 1000$ sccm (H0) $N_2 = 1000$ sccm + $H_2 = 300$ sccm (H300) และ $N_2 = 1000$ sccm + $H_2 = 500$ sccm (H500)

พหุ ประถม ทัต ชีเว



ภาพประกอบที่ 4.4 ลักษณะการเกิดพลาสมาชีตที่บริเวณด้านบน และด้านล่างของชิ้นงาน

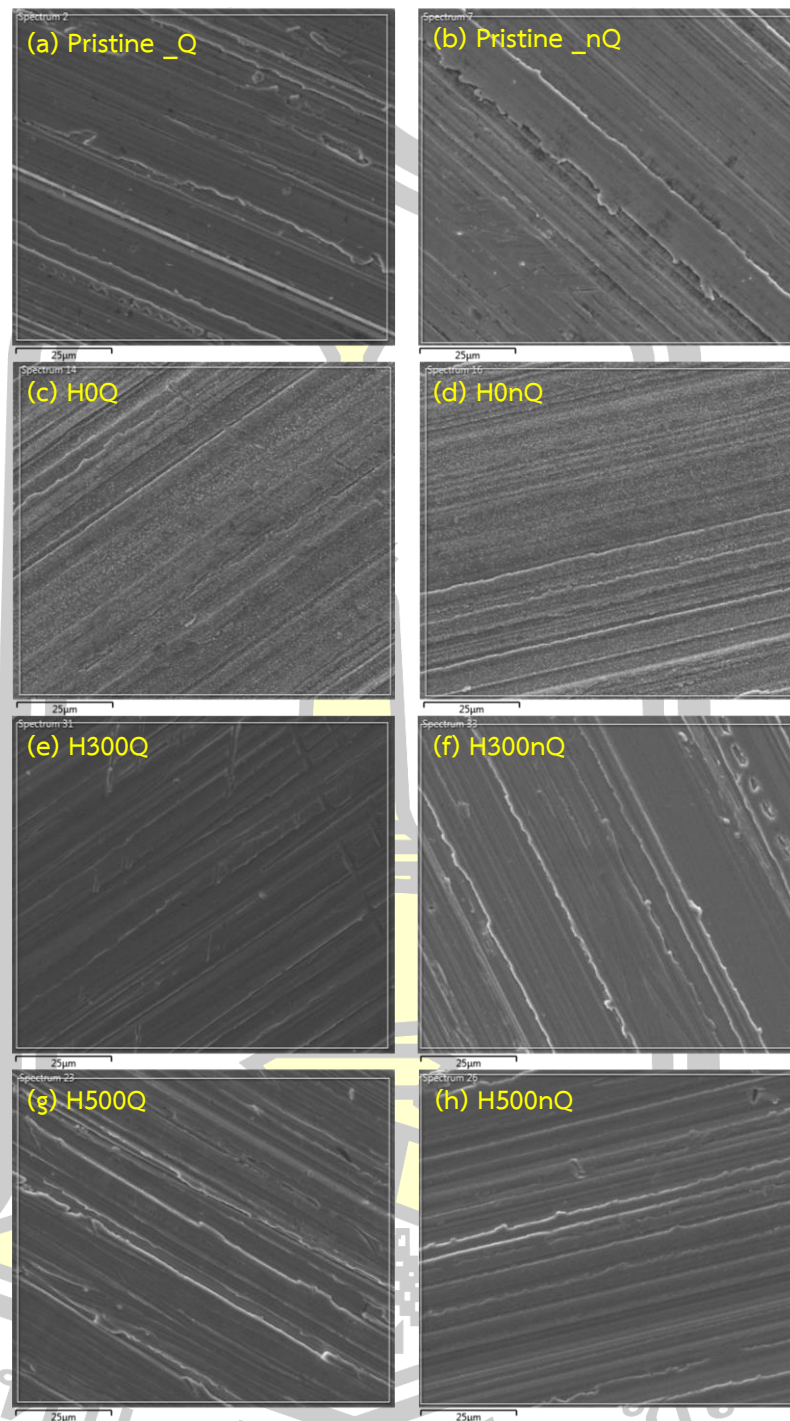
ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงจะได้รับการตรวจสอบการมีอยู่ของปริมาณไนโตรเจนที่บริเวณผิว และความหนาของชั้นไนโตรด์ด้วยเทคนิค EDS และ SEM ตามลำดับ จากภาพประกอบที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย SEM ในโหมด SE (secondary electron) ที่กำลังขยาย 3000 เท่า ในบริเวณที่ทำการวิเคราะห์ห้องประกอบธาตุของผิวชิ้นงาน SKD61 (a) (c) (e) และ (g) คือ ชิ้นงานในกลุ่ม Quenching และ (b) (d) (f) และ (h) คือ ชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching ภายใต้เงื่อนไขการทดลอง Pristine H0 H300 และ H500 ตามลำดับ จะเห็นว่าชิ้นงาน H0Q และ H0nQ ที่ไม่มีส่วนผสมของแก๊สไฮโดรเจนในพลาสมา ผิวชิ้นงานมีเม็ดเกรนขนาดเล็กกระจายทั่วทั้งพื้นผิวชิ้นนอก ซึ่งน่าจะเกิดจากการที่ไม่มีไอออนไฮโดรเจนมาช่วยกำจัดชั้นออกไซด์ที่ผิวชิ้นงาน จึงทำให้อะตอมของไนโตรเจนแพร่เข้าไปได้ช้า ทำให้เกิดการออกันของอะตอมไนโตรเจนที่บริเวณผิว ในขณะเดียวกันไนโตรเจนไอออนที่ระดมชนพื้นผิวก็ทำให้อะตอมของเหล็กหลุดออกและตกกลับไปทีพื้นผิวและฟอร์มตัวกับอะตอมไนโตรเจนเกิดเป็นอนุภาคนาโนไนโตรด์ (nitride nano-particle) (Díaz-Guillén et al., 2020) ดังสมการที่ 4.3 ที่สามารถรวมตัวกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ได้ง่ายภายใต้อุณหภูมิสูง (She et al., 2013)



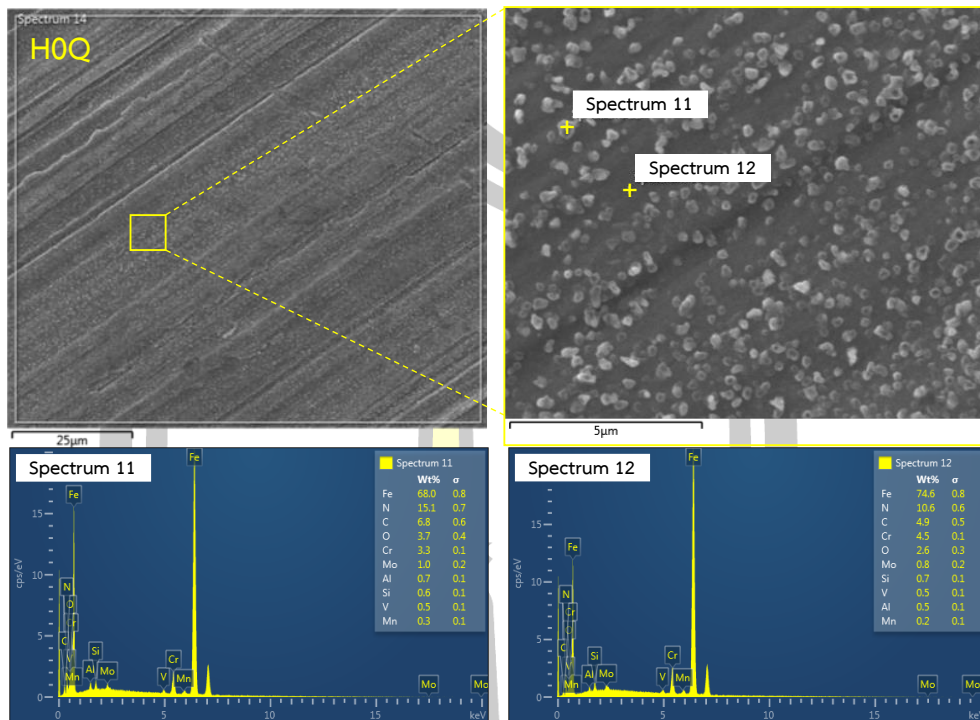
...(4.3)

อนุภาคขนาดใหญ่เหล่านี้เมื่อก่อตัวเป็นจำนวนมากและหนาขึ้นจะมีลักษณะเป็นชั้นสีขาว (white layer) ซึ่งโดยทั่วไปจะประกอบไปด้วยเฟส ϵ -Fe₃N (Bernal, 2006) และเป็นชั้นที่มีสมบัติต้านทานการสึกหรอและมีความแข็งสูงแต่เปราะ (Aghajani & Behrangi, 2017) ในขณะที่ชิ้นงาน H300Q H300nQ H500Q และ H500nQ ที่มีส่วนผสมของแก๊สไฮโดรเจนในพลาสติกจะพบว่าไม่มีเม็ดเกรนที่บริเวณผิว ซึ่งน่าจะเกิดชั้นสีขาวย่น้อยมาก หรือไม่เกิดขึ้นเลย (Díaz-Guillén et al., 2020) เนื่องจากไฮโดรเจนไอออนมีส่วนช่วยในกำจัดชั้นออกไซด์ที่ผิวทำให้อะตอมไนโตรเจนสามารถแพร่เข้าไปในเนื้อชิ้นงานได้ง่ายขึ้น จึงลดการก่อตัวของอนุภาคนาโนไนไตรด์ที่เป็นจุดเริ่มต้นของการก่อตัวของชั้นสีขาว



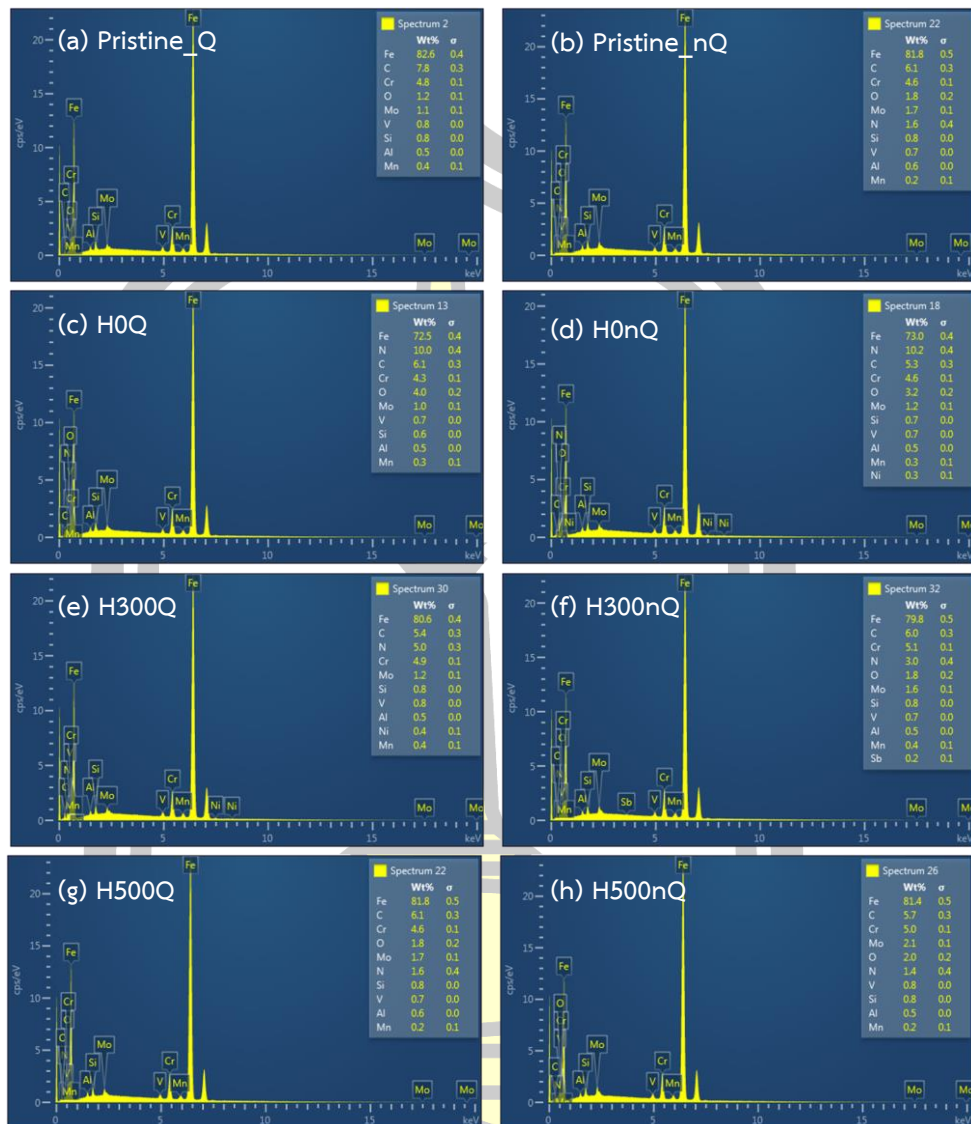


ภาพประกอบที่ 4.5 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 3000 เท่า ของชิ้นงาน SKD61 (a) ควบคุม (Pristine) และทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้แก๊ส (b) N_2 1000 sccm (H0) (c) N_2 1000 sccm และ H_2 300 sccm (H300) (d) N_2 1000 sccm และ H_2 500 sccm (H500)



ภาพประกอบที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ในโหมด SE กำลังขยาย 10,000 เท่า ที่บริเวณผิว และ องค์ประกอบของธาตุที่บริเวณเม็ดเกรน (spectrum 11) และพื้นผิว (spectrum 12) ของชิ้นงาน H0Q

เพื่อตรวจสอบว่าลักษณะของเม็ดเกรนที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคนาโนไนไตรด์จึงมีการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนด้วยเทคนิค EDS ดังภาพประกอบที่ 4.6 บริเวณเม็ดเกรน (spectrum 11) พบว่ามีปริมาณของไนโตรเจนถึง 15.1 wt.% และที่พื้นผิว (spectrum 12) มีปริมาณไนโตรเจน 10.6 wt.% ซึ่งเป็นการยืนยันว่าเม็ดเกรนที่เห็นนี้เกิดจากสถานะที่ผิวมีความหนาแน่นของไนโตรเจนสูง (nitrogen supersaturation) จึงการรวมกันของอนุภาคนาโนไนไตรด์เกิดเป็นเม็ดเกรนขนาดใหญ่ขึ้นเอง



ภาพประกอบที่ 4.7 สเปกตรัมการกระจายพลังงานของชิ้นงานในกลุ่ม Quenching (a) Pristine_Q (c) H0Q (e) H300Q และ (g) H500Q และชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching (b) Pristine_nQ (d) H0nQ (f) H300nQ และ (h) H500nQ

โดยทั่วไปองค์ประกอบธาตุของ SKD61 ที่ถูกใช้ในงานอุตสาหกรรมจะมีปริมาณ C 0.4 wt.% Si 1.0 wt.% Cr 5.3 wt.% Mo 1.4 wt.% และ V 1.0 wt.% (Thammachot, 2017) และองค์ประกอบธาตุที่ได้จากการวิเคราะห์ชิ้นงานวิจัยนี้แสดงได้ดังตารางที่ 4.1 พบปริมาณออกซิเจนเล็กน้อยที่ผิวของชิ้นงานควบคุมซึ่งแสดงถึงการมีอยู่ของชั้นโลหะออกไซด์ ในขณะที่การพบปริมาณออกซิเจนที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านการทำไนไตร์ น่าจะเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันชั้นภายหลังเอาชิ้นงานออกจากระบบและจะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตร์ดังทุกเงื่อนไขมีปริมาณของไนโตรเจน

เพิ่มขึ้นมาจากชิ้นงานควบคุม (Pristine) โดยที่ชิ้นงานในกลุ่ม Quenching คือ H0Q H300Q และ H500Q มีปริมาณไนโตรเจนที่พื้นผิวเท่ากับ 9.0 ± 1.5 4.0 ± 0.7 และ 0.7 ± 0.7 ตามลำดับ และในกลุ่ม non-Quenching คือ H0nQ H300nQ และ H500nQ มีปริมาณไนโตรเจนที่พื้นผิวเท่ากับ 8.8 ± 2.0 2.5 ± 3.6 และ 1.4 ± 0.05 ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าปริมาณไนโตรเจนมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนเพิ่มขึ้น แสดงดังกราฟในภาพประกอบที่ 4.8 ซึ่งสามารถอธิบายได้ในเชิงพฤติกรรมของพลาสมา คือ แม้ว่าไอออนไฮโดรเจนจะมีบทบาทสำคัญในการกำจัดชั้นออกไซด์ แต่เมื่อปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนมากขึ้น ทำให้มีโอกาสมากขึ้นที่อะตอมไฮโดรเจนและไอออนไฮโดรเจนจะเกิดการก่อดัวกับอะตอมไนโตรเจนที่บริเวณผิวและเปลี่ยนเป็นแก๊สแอมโมเนีย (NH_3) ดังสมการที่ 4.4-4.6 (Ben Yaala et al., 2019) ที่มี rate coefficient ประมาณ $4.7 \times 10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$ (Carrasco et al., 2011)

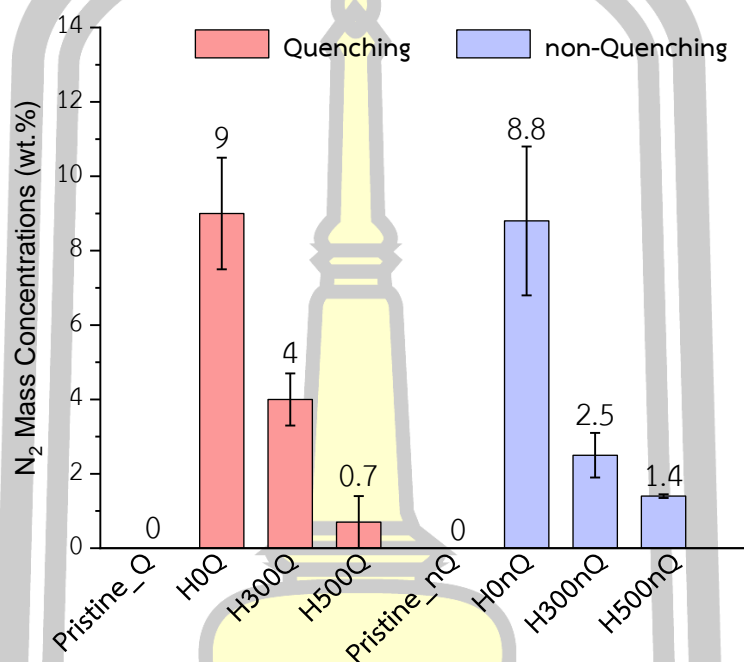


เมื่อเกิดการก่อดัวของแก๊สแอมโมเนียมากขึ้นทำให้สัดส่วนอะตอมไนโตรเจนลดลง ส่งผลให้การก่อดัวของเฟสไนไตรต์ลดลงไปด้วย

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ธาตุโดยน้ำหนักของชิ้นงาน SKD61 ในกลุ่มชุบแข็ง (Quenching) และไม่ชุบแข็ง (non-Quenching) ก่อนและหลังการทำพลาสมาไนไตรดิง

| รหัส | Elementary concentration (wt.%) | | | | | | | |
|-------------|---------------------------------|---------------|----------------|----------------|----------------|----------------|---------------|---------------|
| | Fe | C | Cr | Mo | Si | V | O | N |
| Pristine_Q | 82.0 ± 0.9 | 8.7 ± 0.8 | 4.9 ± 0.1 | 1.2 ± 0.1 | 0.8 ± 0.1 | 0.8 ± 0.04 | 0.6 ± 0.6 | - |
| Pristine_nQ | 80.6 ± 2.0 | 9.4 ± 1.9 | 5.0 ± 0.2 | 0.9 ± 0.6 | 0.8 ± 0.04 | 0.9 ± 0.2 | 1.0 ± 0.6 | - |
| H0Q | 72.7 ± 1.0 | 6.6 ± 0.8 | 4.0 ± 0.8 | 1.0 ± 0.04 | 0.6 ± 0.1 | 0.7 ± 0.04 | 4.2 ± 0.3 | 9.0 ± 1.5 |
| H0nQ | 74.1 ± 2.8 | 5.9 ± 1.1 | 4.6 ± 0.2 | 0.9 ± 0.5 | 0.6 ± 0.1 | 0.8 ± 0.1 | 3.3 ± 0.3 | 8.8 ± 2.0 |
| H300Q | 80.9 ± 1.0 | 5.5 ± 0.5 | 4.9 ± 0.04 | 1.4 ± 0.1 | 0.8 ± 0.1 | 0.8 ± 0.04 | 0.8 ± 0.8 | 4.0 ± 0.7 |
| H300nQ | 81.5 ± 2.0 | 5.1 ± 1.0 | 5.1 ± 0.1 | 1.6 ± 0.1 | 0.8 ± 0.04 | 0.8 ± 0.1 | 1.5 ± 0.2 | 2.5 ± 0.6 |

| | | | | | | | | |
|--------|----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|
| H500Q | 82.8±1.1 | 5.8±1.2 | 4.7±0.1 | 1.6±0.2 | 0.8±0.1 | 0.8±0.1 | 1.9±0.1 | 0.7±0.7 |
| H500nQ | 86.6±1.0 | 6.0±0.4 | 4.9±0.1 | 2.1±0.1 | 0.8±0.0 | 0.9±0.1 | 2.0±0.2 | 1.4±0.05 |



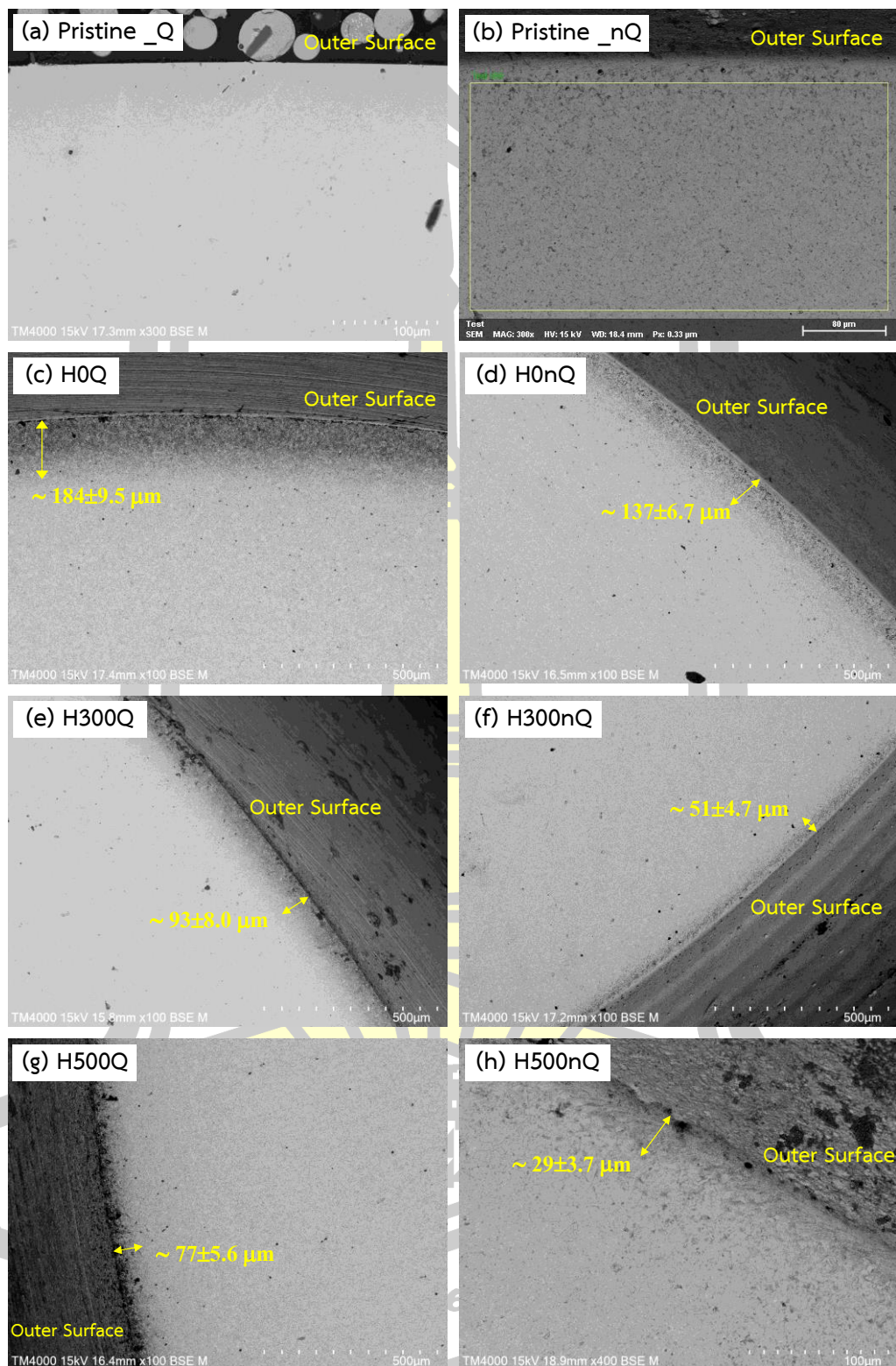
ภาพประกอบที่ 4.8 ปริมาณไนโตรเจนโดยน้ำหนักตามเงื่อนไขการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ต่างกัน

ก่อนการตรวจสอบความหนาของชั้นไนโตรด์ ชิ้นงานจะถูกขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทรายไล่ระดับจากเบอร์ P200 ถึง P2500 จากนั้นขัดเงาด้วยผงอะลูมินาขนาด 0.5 μm และ 0.05 μm ตามลำดับ และนำไปกัดผิวหน้าด้วยกรดไนตริก (HNO_3) ความเข้มข้น 10% เป็นเวลา 90 วินาที จากนั้นล้างกรดออกด้วยน้ำดีไอ (deionized water: DI) และล้างด้วยสารละลายเอทานอล (ethanol) ก่อนเป่าด้วยลมร้อนทันที จากภาพประกอบที่ 4.9 เป็นภาพถ่ายภาคตัดขวาง SEM ที่กำลังขยาย 100 เท่า ในโหมด back scattered electron (BSE) บริเวณขอบของชิ้นงานที่ถูกขัดผิวหน้าออก เมื่อพิจารณาชิ้นงานในกลุ่ม Quenching พบว่าความหนาของชั้นไนโตรด์เป็น $184 \pm 9.5 \mu\text{m}$ $93 \pm 8.0 \mu\text{m}$ และ $77 \pm 5.6 \mu\text{m}$ ภายใต้เงื่อนไข H0Q H300Q และ H500Q ตามลำดับ และเมื่อพิจารณาชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching พบว่าความหนาของชั้นไนโตรด์เป็น $137 \pm 6.7 \mu\text{m}$ $51 \pm 4.7 \mu\text{m}$ และ $29 \pm 3.7 \mu\text{m}$ ภายใต้เงื่อนไข H0nQ H300nQ และ H500nQ ตามลำดับ จะสังเกต

ว่าความหนาของชั้นไนไตรต์ของชิ้นงานทั้งสองกลุ่มนั้นมีแนวโน้มลดลง เมื่ออัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเพิ่มขึ้น นั่นก็เพราะว่าเมื่อปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนมากเกินไป ส่งผลทำให้โอกาสที่อะตอมไฮโดรเจนและไอออนไฮโดรเจนจะเกิดการก่อตัวกับอะตอมไนโตรเจนและเปลี่ยนเป็นแก๊สแอมโมเนีย ดังสมการที่ 4.6 มากขึ้น ทำให้สัดส่วนของไนโตรเจนลดลง อัตราการพอร์มตัวเป็นเฟสไนไตรต์ชนิดต่าง ๆ ก็จะลดลงไปด้วย ส่งผลให้อะตอมไนโตรเจนมีอัตราการแพร่เข้าไปในเนื้อชิ้นงานลดลง ซึ่งสามารถอธิบายได้จากสมการที่ 4.7-4.11 (Bernal, 2006) คือ เมื่อไนโตรเจนไอออนพลังงานสูงที่ระดมชนพื้นผิวทำให้อะตอมของเหล็กหลุดออกและตกกลับไปพื้นผิวจะพอร์มตัวกับอะตอมไนโตรเจน เกิดเป็นอนุภาคนาโนไนไตรต์ (FeN) ซึ่งเป็นโครงสร้างที่ไม่เสถียร อะตอมของเหล็กจึงพยายามกลับสู่โครงสร้างที่เสถียรโดยการไปรวมตัวกับเหล็กด้วยกันกลายเป็นเฟส Fe₂N Fe₃N และ Fe₄N ดังสมการที่ 4.8 4.9 และ 4.10 ตามลำดับ ซึ่งทำให้หลงเหลืออะตอมไนโตรเจนเพียงอะตอมเดียว และอะตอมของไนโตรเจนนี้จะเกิดการกระบวนกรแพร่แบบแทรก (interstitial diffusion) โดยจะละลายผ่านเกรนเข้าไปในเนื้อชิ้นงานกลายเป็นลักษณะชั้นไนไตรต์ที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.9 และถ้าหากสัดส่วนไนโตรเจนน้อย อัตราการพอร์มตัวเป็น FeN ก็จะลดลง ส่งผลให้อะตอมไนโตรเจนที่จะเกิดการกระบวนกรแพร่นั้นลดลง และทำให้ความหนาของชั้นไนไตรต์ลดลงนั่นเอง



และจากภาพประกอบที่ 4.9 จะพบว่าภายใต้เงื่อนไขการทำพลาสมาไนไตรต์เดียวกัน คือ H0 H300 และ H500 ชิ้นงานในกลุ่ม Quenching จะมีความหนาของชั้นไนไตรต์มากกว่าชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching เนื่องจากชิ้นงานในกลุ่ม Quenching จะต้องถูกทำให้เกิดความร้อนที่มีอุณหภูมิความร้อนที่สูงและควบคุมอัตราการเย็นตัวเพื่อทำให้โครงสร้างผลึกเกิดการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบมากขึ้นและทำให้เกิดโครงสร้างแบบมาร์เทนไซต์ มีขอบเกรนขยายใหญ่และชัดเจนขึ้น ทำให้โลหะมีความแข็งมากขึ้น ดังนั้นเมื่อนำชิ้นงานกลุ่ม Quenching มาทำพลาสมาไนไตรต์ต่อ อะตอมของไนโตรเจนจึงแพร่เข้าไปบริเวณขอบเกรนได้ง่ายกว่าชิ้นงานกลุ่ม non-Quenching นั่นเอง

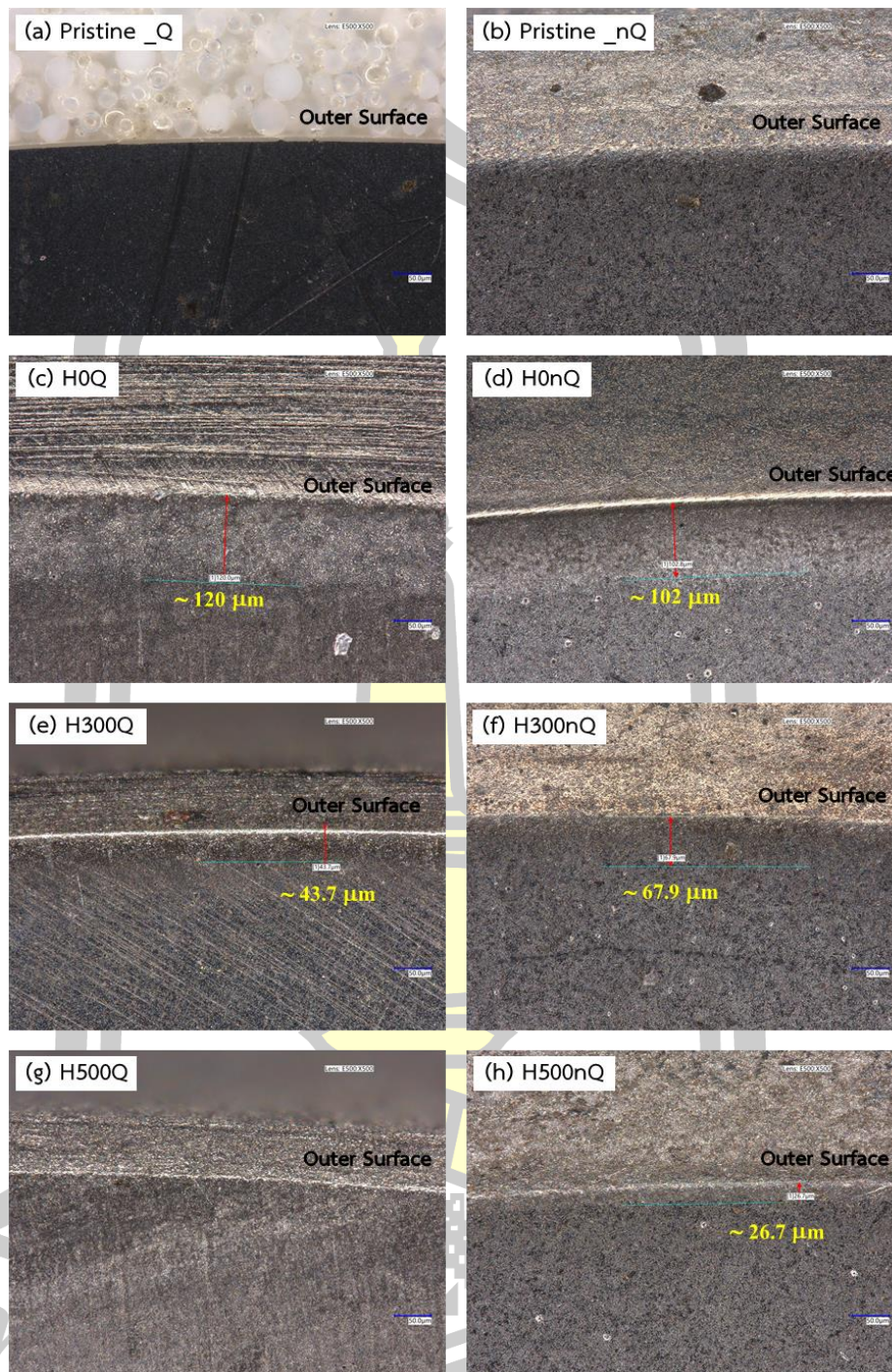


ภาพประกอบที่ 4.9 ความหนาของชั้นไนไตรต์ที่ได้จากเทคนิคภาพถ่ายภาคตัดขวาง SEM ในโหมด BSE ของชิ้นงาน SKD61 ในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching

4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค OM

การตรวจวัดความหนาของชั้นไนไตรด์ ได้ใช้เทคนิคการถ่ายภาพ OM ความคมชัดสูง ด้วยเครื่องดิจิทัลไมโครสโคป เซนเซอร์ภาพ CMOS 4K (KEYENCE, VHX-7000 series) ซึ่งมีความชัดลึกมากกว่ากล้อง OM ทั่วไปถึง 20 เท่า เนื่องจากมีการให้แสงรอบทิศทาง ภาพที่ได้จึงมีความละเอียดเทียบเท่า SEM และทำให้การวัดแบบ 2 มิติ สามารถวัดขนาดผลึกได้ด้วย ในภาพประกอบที่ 4.10 แสดงความหนาชั้นไนไตรด์ของชิ้นงาน SKD61 ทั้งในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching ภายใต้เงื่อนไข H0 H300 และ H500 พบว่าความหนาชั้นไนไตรด์ของชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching ประมาณ 102 μm 67.9 μm และ 26.7 μm ตามลำดับ ซึ่งความหนามีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณแก๊สไฮโดรเจนเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับผลที่ได้จากเทคนิค SEM และในกลุ่ม Quenching พบความหนา 120 μm และ 43.7 μm ภายใต้เงื่อนไข H0Q และ H300Q ตามลำดับ แต่เงื่อนไข H500Q ไม่สามารถสังเกตความแตกต่างของชั้นไนไตรด์ได้อย่างชัดเจน และจะสังเกตว่าชั้นไนไตรด์ที่วัดได้นั้นมีการกระจายตัวของจุดสีขาวที่สันนิษฐานได้ว่าเป็นเฟส γ' -Fe₄N (Avner, 1974; Thammachot, 2017) ที่กระจายตัวอยู่ในโครงสร้างเทมเปอร์มาร์เทนไซต์ (tempered martensite) ที่เป็นโครงสร้างที่เกิดขึ้นหลังจากการเทมเปอร์ของเหล็กกล้าเครื่องมืออยู่แล้ว

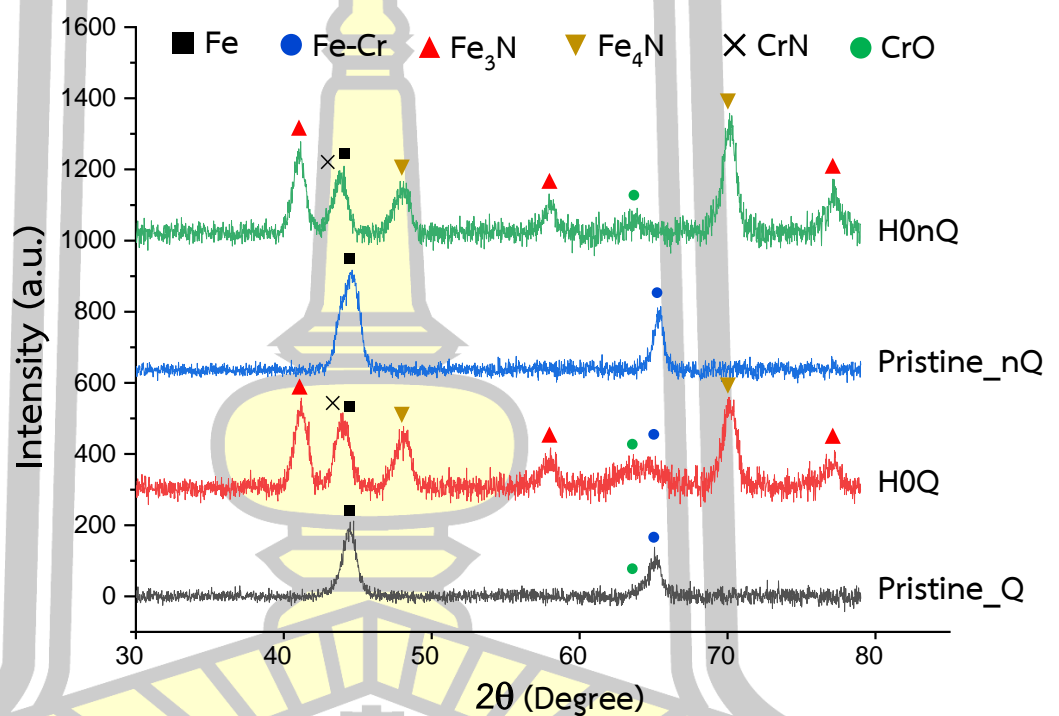




ภาพประกอบที่ 4.10 ความหนาของชั้นไนไตรต์ที่ได้จากเทคนิคภาพถ่ายภาคตัดขวาง OM ของชิ้นงาน SKD61 ในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching

4.4 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนและโครงสร้างของ SKD61 ในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching ทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง เพื่อตรวจสอบการก่อตัวของเฟสไนไตรด์โดยการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่มุม 2θ ในช่วง 30 ถึง 79 องศา ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังภาพประกอบที่ 4.11



ภาพประกอบที่ 4.11 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน SKD61 ที่ไม่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง ในกลุ่ม

เมื่อเปรียบเทียบกับตำแหน่งพีคกับฐานข้อมูล JCPDs ที่ปรากฏอยู่ในงานวิจัยของ Farghali & Aizawa, 2018; Huang et al., 2021; Keddani et al., 2005; Nascimento et al., 2009; Paa-rai, 2005; Xi et al., 2008 พบว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงทั้งในกลุ่ม Quenching และ non-

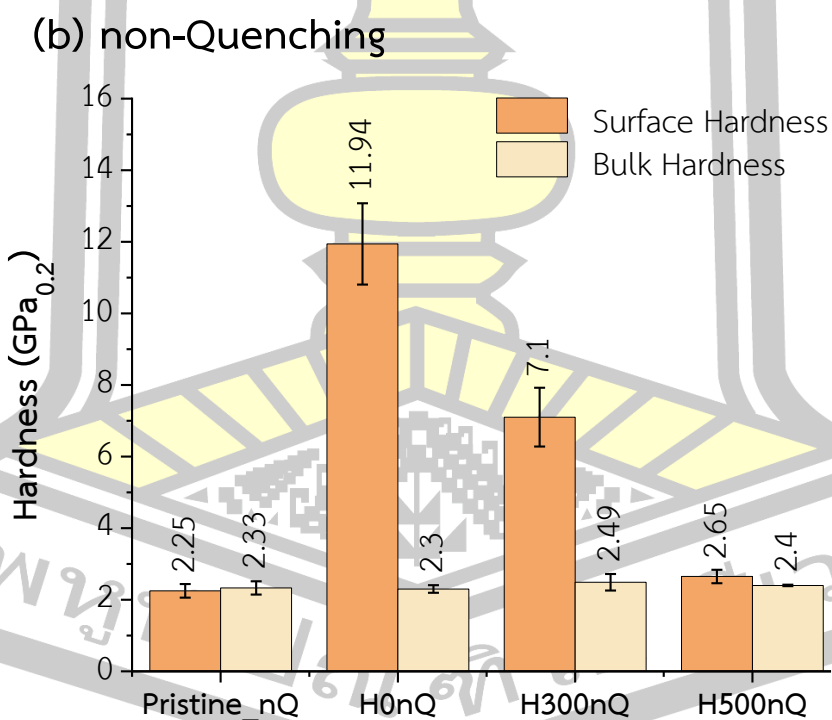
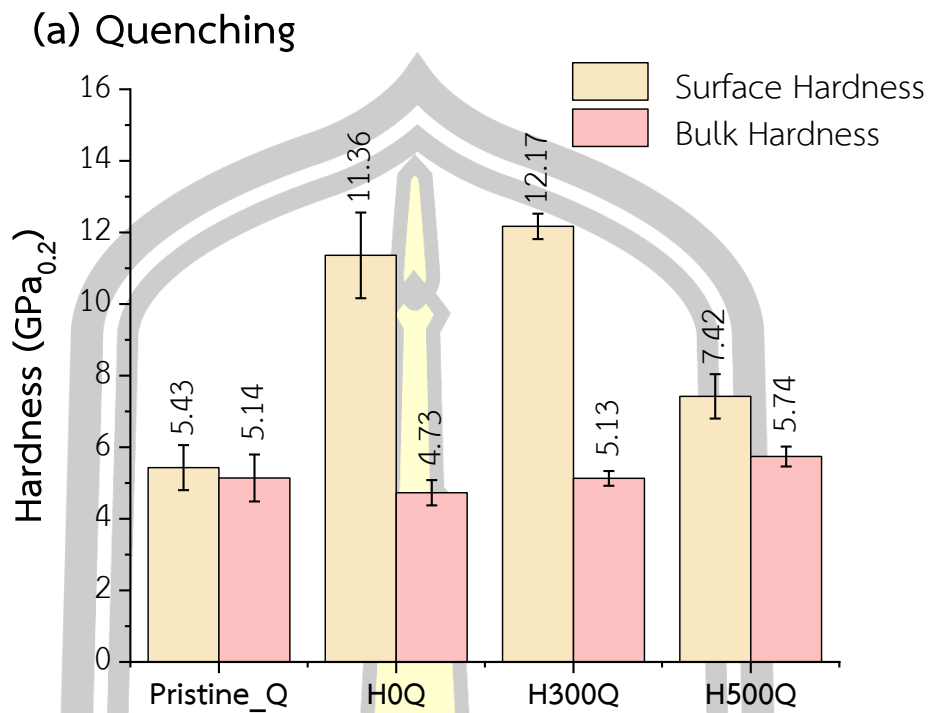
Quenching ปรากฏพิคของเหล็กที่ตำแหน่งมุมเหลี่ยมเบน 44.47 องศา พิคของ Fe-Cr ที่ตำแหน่งมุมมุมการเหลี่ยมเบน 65.1 องศา และพบการเกิดโครเมียมออกไซด์ (CrO) เพียงเล็กน้อยที่ตำแหน่งมุมมุมการเหลี่ยมเบน 63.3 องศา ชิ้นงานที่ผ่านการทำให้พลาสมาไนโตรดิงภายใต้เงื่อนไข H0Q และ H0nQ ปรากฏพิคของเฟส ϵ -Fe₃N ที่ตำแหน่งมุมมุมการเหลี่ยมเบน 41.17 องศา 57.9 องศา และ 77 องศา ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบ HCP (hexagonal close-packed) พบเฟส γ' -Fe₄N ที่เป็นโครงสร้างแบบ FCC (face-center cubic) ปรากฏที่ตำแหน่งมุมมุมการเหลี่ยมเบน 47.97 และ 70.20 องศา ทั้งสองเฟสนี้เป็นเฟสที่ประกอบอยู่ในชั้นสีขาวที่บริเวณผิวชั้นนอก ซึ่งตรงกับลักษณะของเม็ดเกรนที่ปรากฏในภาพประกอบที่ 4.6 อีกทั้งยังพบการตกตะกอนของเฟส CrN ที่ตำแหน่งมุมมุมการเหลี่ยมเบน 43.9 องศา ซึ่งการตกตะกอนของโลหะไนโตรดิงเหล่านี้มักเกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรนในชั้นใต้ชั้นสีขาว หรือเรียกชั้นนี้ว่า “ชั้นการแพร่ (diffusion layer)” ที่มีความสำคัญอย่างมากในการเพิ่มความแข็งที่ผิวให้กับชิ้นงาน (Aghajani & Behrangi, 2017) และจะสังเกตเห็นว่ารูปแบบการเหลี่ยมเบนรังสีเอ็กซ์ของ H0Q และ H0nQ จะพบชั้นโครเมียมออกไซด์ที่ผิวสูงชันจากชิ้นงานควบคุม ที่มุมการเหลี่ยมเบน 63.3 องศา ซึ่งน่าจะเกิดจากการที่เงื่อนไขการทำพลาสมาไนโตรดิง H0 ไม่ได้ใช้แก๊สไฮโดรเจนช่วยในการกำจัดชั้นออกไซด์ดังกล่าว

4.5 การวิเคราะห์ความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์

ได้ทำการวัดความแข็งของชิ้นงาน SKD61 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำให้พลาสมาไนโตรดิงทั้งในกลุ่ม Quenching และ non-Quenching จากภาพประกอบที่ 4.12 เป็นผลการทดสอบความแข็งระดับจุลภาค (microhardness) แบบวิกเกอร์ ใช้แรงกด 0.2 kgf หรือ 2 N กดผ่านหัวกดที่ทำด้วยเพชรรูปปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส มุมรวมที่ปลายหัวกด 136° โดยที่ชิ้นงานหนึ่งชิ้นจะถูกวัดความแข็งในบริเวณที่โดนพลาสมาไนโตรดิง (ด้านบน) เทียบกับบริเวณที่ไม่โดนพลาสมาไนโตรดิง (ฐานด้านล่าง) แต่ละชิ้นทำการวัดทั้งหมด 5 จุดที่แตกต่างกันแล้วหาค่าเฉลี่ย จากภาพประกอบที่ 4.12 (a) พบว่าชิ้นงานควบคุม Pristine Q มีค่าความแข็งเฉลี่ยเท่ากับ 5.43 ± 0.63 GPa เมื่อทำให้พลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้แก๊สไนโตรเจนที่อัตราการไหล 1000 sccm (H0Q) ความแข็งเพิ่มขึ้นเป็น 11.36 ± 1.20 GPa และเมื่อผสมแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 300 sccm (H300Q) ความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเป็น 12.17 ± 0.35 GPa แต่เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเป็น 500 sccm (H500Q) ค่าความแข็งกลับลดลงเหลือ 7.42 ± 0.62 GPa ในขณะที่ฐานด้านล่างชิ้นงานเป็นบริเวณที่ไม่ได้สัมผัสกับแก๊สและพลาสมา ค่าความแข็งภายใน (bulk hardness) จึงมีค่าใกล้เคียงกับชิ้นงานควบคุมที่ไม่ได้ผ่านการทำให้พลาสมาไนโตรดิง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการทำให้พลาสมาไนโตรดิง

สามารถเพิ่มความแข็งเชิงผิว (surface hardness) ของชิ้นงานโดยที่ไม่ได้ไปทำให้ความแข็งและความเหนียวภายในชิ้นงานเปลี่ยนแปลง การใช้แก๊สไฮโดรเจนที่มากเกินไป (ชิ้นงาน H500) จะลดอัตราการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนส่งผลให้ความหนาของชั้นไนไตรด์ลดลง ความแข็งเชิงผิวของชิ้นงานจึงลดลง เพราะฉะนั้นการเติมไฮโดรเจนในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิงควรอยู่ในช่วงที่เหมาะสม กล่าวคือ ในช่วง 0-300 sccm หรือ ในช่วงที่น้อยกว่า 500 sccm ซึ่งในที่นี้ควรมีการศึกษาปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนในช่วงที่ละเอียดขึ้นกว่านี้ แต่การเติมไฮโดรเจนยังคงมีความสำคัญต่อการกำจัดชั้นออกไซด์และลดอัตราการเกิดชั้นสีขาวอยู่

จากภาพประกอบที่ 4.12 (b) เป็นความแข็งที่ด้านบน และฐานด้านล่างของชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching ซึ่งโดยส่วนมากเหล็กกล้าเครื่องมือที่นิยมนำมาทำไนไตรดิงโดยทั่วแล้วต้องผ่านกรรมวิธีชุบแข็งก่อน เพื่อให้เกิดโครงสร้างจุลภาคแบบมาร์เทนไซต์และคาร์ไบด์ของธาตุผสม ซึ่งคาร์ไบด์เหล่านี้จะทำหน้าที่ในการยับยั้งการเกิดดิสโลเคชัน (dislocation) และลดความอ่อนตัวเนื่องจากความร้อน แต่เมื่อนำชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching มาทำพลาสมาไนไตรดิง พบว่ามีความแข็งที่ผิวเพิ่มขึ้นถึง 11.94 ± 1.13 7.1 ± 0.8 และ 2.65 ± 0.19 GPa ภายใต้เงื่อนไข H0nQ H300nQ และ H500nQ ตามลำดับ ซึ่งความแข็งมีแนวโน้มลดลง ตามความหนาของชั้นไนไตรด์ที่ลดลงตามภาพประกอบที่ 4.9 (b) (d) (f) และ (h) ความแข็งที่ผิวสูงสุดของชิ้นงาน H0nQ สูงกว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงถึง 6 เท่า และความแข็งของเนื้อชิ้นงานที่ฐานด้านล่างไม่มีความอ่อนตัวลงเนื่องจากความร้อนในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิงด้วย ดังนั้นในทำนองเดียวกันการเติมไฮโดรเจนในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิงของชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching ควรอยู่ในช่วง 0-300 sccm และทั้งนี้ควรมีการศึกษาปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนในช่วงที่ละเอียดขึ้นเช่นกัน เพราะการเติมไฮโดรเจนมีความสำคัญต่อการกำจัดชั้นออกไซด์และลดอัตราการเกิดชั้นสีขาว

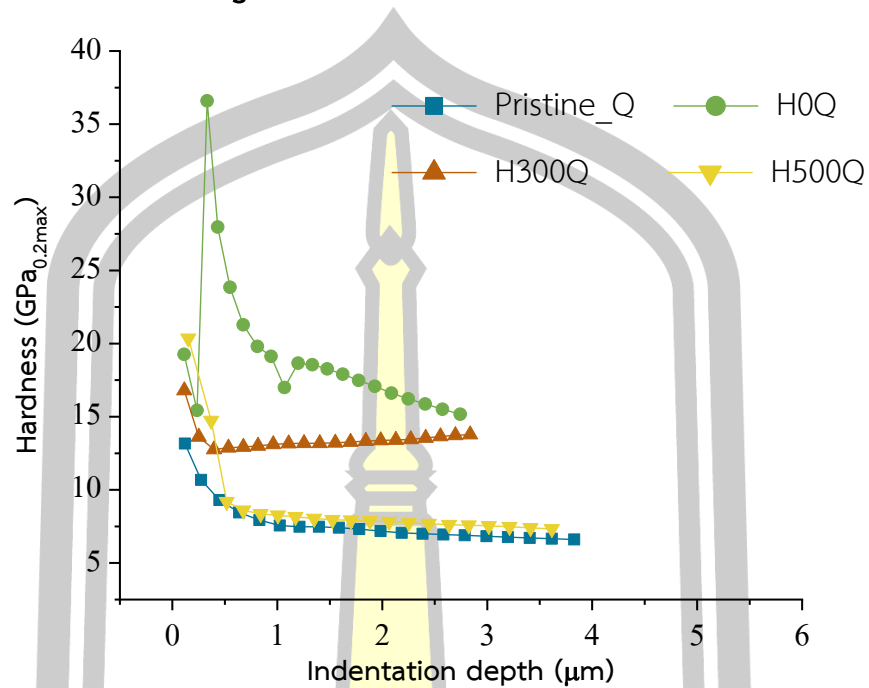


ภาพประกอบที่ 4.12 ความแข็งแบบวิกเกอร์ที่ผิวด้านบนและฐานด้านล่างของชิ้นงานในกลุ่ม (a) Quenching และ (b) non-Quenching ที่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง

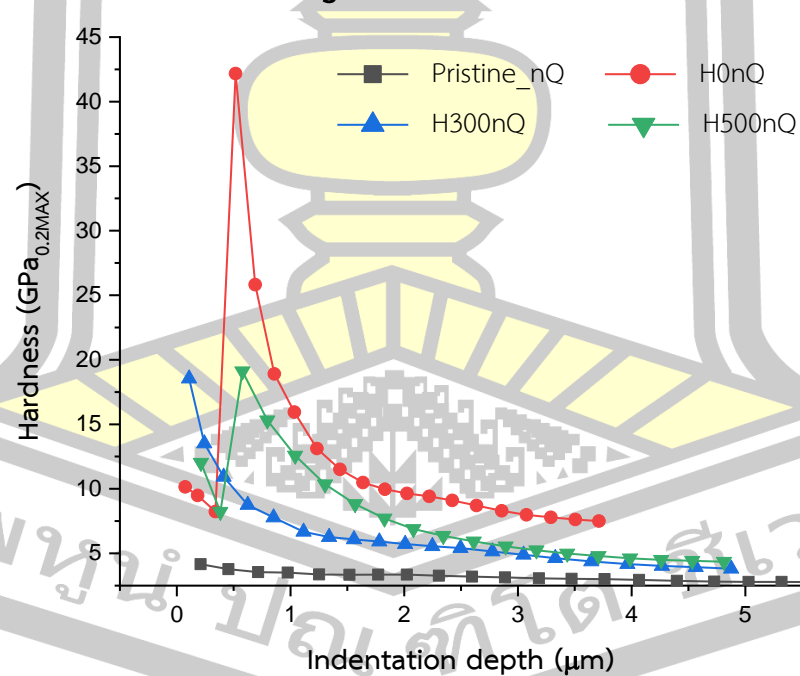
ภาพประกอบที่ 4.13 แสดงความแข็งแบบวิกเกอร์ตามความลึกของชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยใช้เทคนิคนาโนอินเดนเตชัน (Nanoindentation) วัดโดยใช้โหมด enhanced stiffness procedure หรือ ESP ซึ่งเป็นการเพิ่มแรงกด (load) และลดแรงกด (unload) เป็นช่วง ๆ จาก 0.1 N จนถึง 2.0 N ใช้การเพิ่มขึ้นครั้งละ 0.1 N ในทุกค่าแรงกด เครื่อง Nanoindenter (FISCHERSCOPE® HM2000) จะแสดงค่าความแข็งที่สอดคล้องกับความลึก (depth) ออกมา จากภาพประกอบที่ 4.13 (a) พบว่าเมื่อใช้แรงกดถึงค่าสูงสุด 2 N ความแข็งของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง H0Q และ H300Q มีค่าใกล้เคียงกัน ในขณะที่ชิ้นงาน H500Q มีค่าความแข็งลดลง ซึ่งสอดคล้องกับค่าความแข็งระดับจุลภาคในภาพประกอบที่ 4.12 (a) และที่แรงกดเท่ากันผิวชิ้นงานที่อ่อนกว่าหวัคจะลงไปได้ลึกมากกว่า ซึ่งจะเห็นว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง Pristine_Q ที่โหลดสูงสุด 2 N ตำแหน่งหวัคจะลึกลงไปจากผิวถึงประมาณ 3.8 μm แต่ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงตำแหน่งของหวัคจะลงไปได้น้อยกว่า คือ 2.7 μm 2.8 μm และ 3.6 μm ภายใต้เงื่อนไข H0Q H300Q และ H500Q ตามลำดับ และชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงทุกเงื่อนไข พบว่าความแข็งที่บริเวณผิวในช่วงความลึกน้อยกว่า 0.5 μm จะมีค่าสูงกว่าภายใน เป็นผลมาจากชั้นสีขาว (white layer) ที่เกิดขึ้นบริเวณผิวโดยธรรมชาติระหว่างกระบวนการไนโตรดิง ซึ่งโดยทั่วไปแล้วชั้นสีขาวจะมีความแข็งมากกว่าชั้นการแพร่ (diffusion layer) เล็กน้อย และจะลดลงเรื่อย ๆ ตามความลึก (Bernal, 2006) ดังนั้นในช่วงแรงกดที่มีค่าน้อย ๆ ชิ้นงาน H0Q จึงมีความแข็งมากกว่าชิ้นงาน H300 และ H500 ซึ่งเป็นผลมาจากความหนาของชั้นสีขาวที่มากกว่าชิ้นงานอื่น ๆ นั่นเอง

ภาพประกอบที่ 4.13 (b) เป็นชิ้นงานในกลุ่ม non-Quenching เป็นชิ้นงานที่ไม่ผ่านการชุบแข็งและไม่ผ่านการเทมเปอร์ ทำให้โครงสร้างส่วนมากเป็นโครงสร้างแบบออสเทนไนต์ที่มีอัตราการแพร่ของไนโตรเจนต่ำกว่าเฟสเฟอร์ไรต์ (Paa-rai, 2005) พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงภายใต้เงื่อนไข H0nQ H300nQ และ H500nQ ความแข็งมีแนวโน้มลดลงตามความลึกทั้งหมด โดยที่ชิ้นงาน H0nQ มีความแข็งในช่วงแรกสูงกว่าชิ้นงานอื่น ๆ อย่างชัดเจน ซึ่งเป็นผลมาจากอนุภาคนาโนไนโตรดิงที่ก่อตัวเป็นชั้นสีขาวที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.6 นั่นเอง และเมื่อแรงกดสูงสุดที่ 2 N พบว่าความแข็งของชิ้นงาน H300nQ และ H500nQ ลดลงและมีความแข็งใกล้เคียงกันเฉลี่ยที่ 4 GPa แต่ยังคงมีความแข็งมากกว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง

(a) Quenching



(b) non-Quenching



ภาพประกอบที่ 4.13 ความแข็งแบบวิกเกอร์ตามความลึกของชิ้นงานที่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ในกลุ่ม (a) Quenching (b) non-Quenching ใช้เทคนิคนาโนอินเดนเตชันโหมด ESP

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

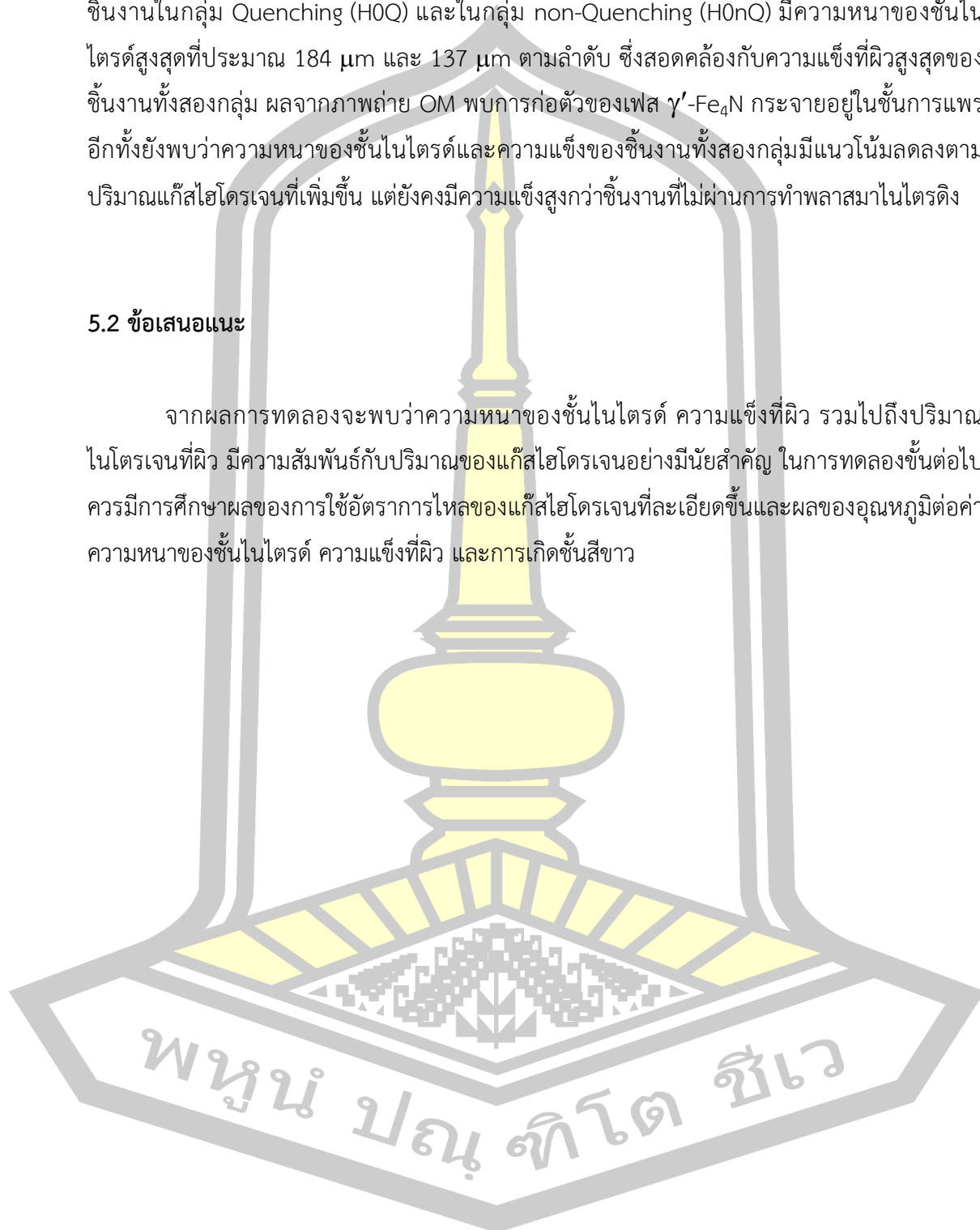
งานวิจัยนี้ได้ทำการเพิ่มความแข็งที่ผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมือชนิด SKD61 ทั้งในกลุ่มที่ผ่านการชุบแข็งแล้ว (Quenching: Q) และในกลุ่มที่ยังไม่ผ่านการชุบแข็ง (non-Quenching: nQ) ด้วยการชุบแข็งการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ เท่ากับ 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหลแตกต่างกัน คือ 0 300 และ 500 sccm และควบคุมความดันขณะทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 1.12 torr พลาสมาถูกจุดโดยใช้แหล่งจ่ายไฟกระแสสลับความถี่ 10 kHz กำลังไฟฟ้า 53 W

ผลการตรวจวิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงระหว่างการทำพลาสมาไนโตรดิง พบอะตอมไนโตรเจนและไฮโดรเจนที่สถานะกระตุ้น ซึ่งอะตอมไนโตรเจนมีบทบาทสำคัญในการก่อตัวของเหล็กไนโตรดิง ในขณะที่ไอออนไฮโดรเจนมีส่วนสำคัญในการกำจัดชั้นโลหะออกไซด์ที่ผิวชิ้นงาน ในขณะเดียวกันก็สามารถจับกับอะตอมไนโตรเจนเกิดเป็นแก๊สแอมโมเนียและถูกสูบลอกไปจากภาชนะสุญญากาศได้เช่นกัน โดยทั่วไปเหล็กกล้าเครื่องมือชิ้นรูปร้อนมักนำไปใช้เป็นส่วนเครื่องจักรกลที่ต้องอยู่ภายใต้การเสียดสี หรือต้องรองรับแรงกระแทก รวมไปถึงนำไปทำเป็นแม่พิมพ์งานร้อน ในอุตสาหกรรมจะทำไนโตรดิงเพื่อเพิ่มความแข็งเชิงผิวให้สูงขึ้นเพื่อให้วัสดุชิ้น ๆ สามารถทนการกัดกร่อนได้ดี และรองรับแรงกระแทกได้ดียิ่งขึ้น ซึ่งโดยทั่วไปสมบัติเหล่านี้มักเกิดจากโครงสร้างของโลหะไนโตรดิง ซึ่งจะส่งผลให้เกิดความแข็งเพิ่มขึ้นประมาณ 9.8-10.8 GPa แต่ชิ้นงานในกลุ่ม Quenching ภายใต้เงื่อนไขการใช้แก๊สไนโตรเจน 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจน 300 sccm (H300Q) มีความแข็งที่ผิวเพิ่มขึ้นสูงสุดถึงประมาณ 12.17 GPa ซึ่งค่อนข้างใกล้เคียงกับเงื่อนไขที่ใช้แก๊สไนโตรเจนเพียงอย่างเดียว แต่ต่างกันตรงที่ H300Q ไม่มีการก่อตัวของเม็ดเกรนขนาดเล็กที่ผิว ผลการวัดความแข็งตามความลึก พบว่าทุกเงื่อนไขความแข็งมีค่าสูงสุดที่ผิวด้านนอกและมีแนวโน้มลดลงเรื่อย ๆ ตามความลึก นั่นหมายถึง การทำพลาสมาไนโตรดิงมีผลทำให้ความแข็งที่ผิวเพิ่มขึ้นจริง แต่ยังคงสมบัติความแข็งและเหนียวของเนื้อชิ้นงานเดิมไว้ได้ และได้ทำการตรวจสอบการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนโดยใช้เทคนิค EDS พบว่าที่ผิวมีปริมาณไนโตรเจนเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิค XRD พบเฟส ϵ -Fe₃N และ γ' -Fe₄N และการตกตะกอนของ

CrN ซึ่งเป็นการยืนยันการมีอยู่ของชั้นไนไตรต์ ผลจากภาพถ่ายภาคตัดขวาง SEM แสดงให้เห็นว่า ชั้นงานในกลุ่ม Quenching (H0Q) และในกลุ่ม non-Quenching (H0nQ) มีความหนาของชั้นไนไตรต์สูงสุดที่ประมาณ 184 μm และ 137 μm ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับความแข็งที่ผิวสูงสุดของชั้นงานทั้งสองกลุ่ม ผลจากภาพถ่าย OM พบการก่อตัวของเฟส γ' -Fe₄N กระจายอยู่ในชั้นการแพร่ อีกทั้งยังพบว่าความหนาของชั้นไนไตรต์และความแข็งของชั้นงานทั้งสองกลุ่มมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณแก๊สไฮโดรเจนที่เพิ่มขึ้น แต่ยังคงมีความแข็งสูงกว่าชั้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากผลการทดลองจะพบว่าความหนาของชั้นไนไตรต์ ความแข็งที่ผิว รวมไปถึงปริมาณไนโตรเจนที่ผิว มีความสัมพันธ์กับปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนอย่างมีนัยสำคัญ ในการทดลองขั้นต่อไปควรมีการศึกษาผลของการใช้อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่ละเอียดขึ้นและผลของอุณหภูมิต่อค่าความหนาของชั้นไนไตรต์ ความแข็งที่ผิว และการเกิดชั้นสีขาว



บรรณานุกรม



บรรณานุกรม

- นาท เสาวดี. (2014). 3D Electron Backscattered Diffraction by Using Focused Ion Beam. *KKU Science Journal*, 42(2), 303–312.
http://scijournal.kku.ac.th/files/Vol_42_No_2_P_303-312.pdf
- ผศ.ดร.วรพจน์ เสรีรัฐ, ดร.อนิรุท ไชยจารุณิช, ดร.วสวัชร นาคเขียว, & อ.ดร.ชนม์เจริญ แสวงรัตน์. (2001). Atomic Structure And Interatomic Bonding. In *Construction Materials*. Spon Press. <https://doi.org/10.4324/9780203478981.ch3>
- วิยภรณ์ กรองทอง. (2016). รู้จักอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง. *MTEC*, 11–18. https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/301_11.pdf
- สมนึก วัฒนศรีกุล. (2001). การชุบผิวแข็ง. *สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.)*, 37–42. https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/280_37.pdf
- อัจฉราพร ศรีอ่อน. (2016). Electron Microscope. *MTEC*, 77–80.
https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/299_77.pdf
- Aghajani, H., & Behrangi, S. (2017). Plasma Nitriding of Steels. In C. P. Bergmann & P. Alegre (Eds.), *SEASI Quarterly (South East Asia Iron and Steel Institute)* (Vol. 17, Issue 3). Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-43068-3>
- Allenstein, A. N., Lepienski, C. M., Buschinelli, A. J. de A., & Brunatto, S. F. (2010). Plasma Nitriding of CA-6NM Steel: Effect of H₂+N₂ Gas Mixtures in Nitride Layer Formation for Low N₂ Contents at 500 °C. *Materials Research*, 13(4), 557–562.
<https://doi.org/10.1590/S1516-14392010000400020>

Ashrafizadeh, F. (2003). Influence of Plasma and Gas Nitriding on Fatigue Resistance of Plain Carbon (Ck45) Steel. *Surface and Coatings Technology*, 174–175, 1196–1200. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00460-2](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00460-2)

ASM International. (1991). Heat Treating. In *ASM International, Materials Park, OH* (Vol. 4).

Avner, S. H. (1974). Introduction to Physical Metallurgy. In *McGraw Hill Book Company* (2nd ed., pp. 1–690).

Ben Yaala, M., Saeedi, A., Scherrer, D.-F., Moser, L., Steiner, R., Zutter, M., Oberkofler, M., De Temmerman, G., Marot, L., & Meyer, E. (2019). Plasma-Assisted Catalytic Formation of Ammonia in N₂-H₂ Plasma on a Tungsten Surface. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 21(30), 16623–16633. <https://doi.org/10.1039/C9CP01139K>

Bernal, A. (2006). Investigation on Nitriding with Emphasis in Plasma Nitriding Process, Current Technology and Equipment. *Royal Institute of Technology-KTH*, 1–37.

Bouanis, F. Z., Jama, C., Traisnel, M., & Bentiss, F. (2010). Study of Corrosion Resistance Properties of Nitrided Carbon Steel using Radiofrequency N₂/H₂ Cold Plasma Process. *Corrosion Science*, 52(10), 3180–3190. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.05.021>

Boztepe, E., Alves, A. C., Ariza, E., Rocha, L. A., Cansever, N., & Toptan, F. (2018). A Comparative Investigation of the Corrosion and Tribocorrosion Behaviour of Nitrocarburized, Gas Nitrided, Fluidized-Bed Nitrided, and Plasma Nitrided Plastic Mould Steel. *Surface and Coatings Technology*, 17(334), 116–123. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.11.033>

Brown, J. G. (1966). Diffraction of X-Rays. In *X-Rays and Their Applications* (pp. 95–

121). Springer US. https://doi.org/10.1007/978-1-4899-5687-3_6

Carrasco, E., Jiménez-Redondo, M., Tanarro, I., & Herrero, V. J. (2011). Neutral and Ion Chemistry in Low Pressure DC Plasmas of H₂/N₂ Mixtures: Routes for the Efficient Production of NH₃ and NH₄⁺. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 13(43), 19561. <https://doi.org/10.1039/c1cp22284h>

Cheng, C., Kadoi, K., Tokita, S., Fujii, H., Ushioda, K., & Inoue, H. (2019). Effects of Carbon and Chromium on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Friction Stir Weldment in Medium-Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, 762, 138060. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138060>

Chingsungnoen, A., Wilson, J. I. B., Amornkitbamrung, V., Thomas, C., & Burinprakhon, T. (2007). Spatially Resolved Atomic Excitation Temperatures in CH₄/H₂ and C₃H₈/H₂ RF Discharges by Optical Emission Spectroscopy. *Plasma Sources Science and Technology*, 16(3), 434–440. <https://doi.org/10.1088/0963-0252/16/3/002>

Czerwinski, F. (2012). *Heat Treatment - Conventional and Novel Applications* (Frank Czerwinski (ed.)). InTech. <https://doi.org/10.5772/2798>

Da Luz, F. S., Pinheiro, W. A., Monteiro, S. N., Candido, V. S., & Da Silva, A. C. R. (2020). Mechanical Properties and Microstructural Characterization of a Novel 316L Austenitic Stainless Steel Coating on A516 Grade 70 Carbon Steel Weld. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(1), 636–640. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.11.004>

Díaz-Guillén, J. C., Naeem, M., Hdz-García, H. M., Acevedo-Davila, J. L., Díaz-Guillén, M. R., Khan, M. A., Iqbal, J., & Mtz-Enriquez, A. I. (2020). Duplex Plasma Treatment of AISI D2 Tool Steel by Combining Plasma Nitriding (With and Without White Layer)

and Post-Oxidation. *Surface and Coatings Technology*, 385, 125420.

<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125420>

Farghali, A., & Aizawa, T. (2018). Nitrogen Supersaturation Process in the AISI420 Martensitic Stainless Steels by Low Temperature Plasma Nitriding. *ISIJ International*, 58(3), 401–407. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-451>

Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Echlin, P., Joy, D. C., Romig, A. D., Lyman, C. E., Fiori, C., & Lifshin, E. (1992). Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. In *Plenum Press* (2nd ed., Issue 1). Springer US. <https://doi.org/10.1007/978-1-4613-0491-3>

Gronostajski, Z., Widomski, P., Kaszuba, M., Zwierzchowski, M., Polak, S., Piechowicz, Ł., Kowalska, J., & Długozima, M. (2020). Influence of the Phase Structure of Nitrides and Properties of Nitrided Layers on the Durability of Tools Applied in Hot Forging processes. *Journal of Manufacturing Processes*, 52, 247–262. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.01.037>

Gurumurthy, B. M., Gowrishankar, M. C., Sharma, S., Kini, A., Shettar, M., & Hiremath, P. (2020). Microstructure Authentication on Mechanical Property of Medium Carbon Low Alloy Duplex Steels. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3), 5105–5111. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.027>

He, Z., Yang, H., He, Y., Zheng, W., Guan, Z., & Li, L. (2020). Influence of Manganese on Deformation Behavior of lightweight Steel at Different Strain Rate. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(5), 11611–11621. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.08.020>

Huang, Z., Guo, Z. X., Liu, L., Guo, Y. Y., Chen, J., Zhang, Z., Li, J. L., Li, Y., Zhou, Y. W.,

& Liang, Y. S. (2021). Structure and Corrosion Behavior of Ultra-Thick Nitrided Layer Produced by Plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel. *Surface and Coatings Technology*, 405, 126689.

<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126689>

Joy, D. C. (2006). Scanning Electron Microscopy. In *Materials Science and Technology* (pp. 39–42). Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.

<https://doi.org/10.1002/9783527603978.mst0012>

Keddam, M., Djeghlal, M. E., & Barrallier, L. (2005). The use of Calphad Approach to Analyse the Phase Stability of Nitrided 32CrMoV13 Grade Steel: Validation by XRD Experiment. *Materials Letters*, 59(10), 1214–1218.

<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.12.030>

Kim, S. K., Yoo, J. S., Priest, J. M., & Fewell, M. P. (2003). Characteristics of Martensitic Stainless Steel Nitrided in a Low-Pressure RF Plasma. *Surface and Coatings Technology*, 163–164, 380–385. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00631-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00631-X)

Kosolapova, T. Y. (1995). *Carbides* (1st ed.). Springer US. <https://doi.org/10.1007/978-1-4684-8006-1>

Kramida, A., Ralchenko, Y., Reader, J., & Team, N. A. (2020). NIST Atomic Spectra Database (version 5.8). In *National Institute of Standards and Technology* (5.8).

<https://doi.org/https://doi.org/10.18434/T4W30F>

Larisch, B., Brusky, U., & Spies, H.-J. (1999). Plasma Nitriding of Stainless Steels at Low Temperatures. *Surface and Coatings Technology*, 116–119, 205–211.

[https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00084-5](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00084-5)

Lendzion-Bieluń, Z., Moszyński, D., & In., I. (2018). *Postępy w Technologii i inżynierii chemicznej*. West Pomeranian University of Technology in Szczecin

Faculty of Chemical Technology and Engineering Polish Chemical Society.

<https://docplayer.pl/112849769-Postepy-w-technologie-i-inzynierii-chemicznej-2018.html>

Liu, B. X., Fan, K. Y., Yin, F. X., Feng, J. H., & Ji, P. G. (2020). Effect of Caliber Rolling Reduction Ratios on the Microstructure and Mechanical Properties of 45 Medium Carbon Steel. *Materials Science and Engineering: A*, 774, 138954.

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.138954>

Nascimento, F. C., Foerster, C. E., Silva, S. L. R. da, Lepienski, C. M., Siqueira, C. J. de M., & Alves Junior, C. (2009). A Comparative Study of Mechanical and Tribological Properties of AISI-304 and AISI-316 Submitted to Glow Discharge Nitriding. *Materials Research*, 12(2), 173–180. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392009000200011>

Negm, N. Z. (2006). A Study on RF Plasma Nitriding at a Constant Power in Different H₂-N₂ Mixtures at Different Temperatures. *Materials Science and Engineering: B*, 129(1–3), 207–210. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2006.01.015>

Paa-rai, C. (2005). Characterization of Plasma Nitrided H13 Tool Steel. In *Chulalongkorn university*. Chulalongkorn University, Bangkok.

Panfil, D., Kulka, M., Wach, P., Michalski, J., & Przystacki, D. (2017). Nanomechanical Properties of Iron Nitrides Produced on 42CrMo4 Steel by Controlled Gas Nitriding and Laser Heat Treatment. *Journal of Alloys and Compounds*, 706, 63–75. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.02.220>

Phaniraj, M. P., Kim, H.-J., Suh, J.-Y., Shim, J.-H., Park, S.-J., & Lee, T.-H. (2015).

Hydrogen Embrittlement in High Interstitial Alloyed 18Cr10Mn Austenitic Stainless Steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 40(39), 13635–13642.

<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.07.163>

Pinedo, C. E., & Monteiro, W. A. (2004). On the Kinetics of Plasma Nitriding a Martensitic Stainless Steel Type AISI 420. *Surface and Coatings Technology*, 179(2–3), 119–123. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00853-3](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00853-3)

Prabhudev, K. H. (1988). *Handbook of Heat Treatment of Steels* (Vol. 1). Tata McGraw-Hill.

<https://books.google.co.th/books?id=yu2r5uqJBGIC&printsec=frontcover&hl=th#v=onepage&q&f=false>

Schneider, R. S. E. (2015). Austenitic Nitriding and Nitrocarburizing of Steels. In *Thermochemical Surface Engineering of Steels* (pp. 373–400). Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857096524.3.373>

She, D., Yue, W., Fu, Z., Gu, Y., Wang, C., & Liu, J. (2013). The Effect of Nitriding Temperature on Hardness and Microstructure of Die Steel Pre-Treated by Ultrasonic Cold Forging Technology. *Materials & Design*, 49, 392–399. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.01.003>

Srikanth, S., Saravanan, P., Joseph, A., & Ravi, K. (2013). Surface Modification of Commercial Low-Carbon Steel using Glow Discharge Nitrogen Plasma and its Characterization. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 22(9), 2610–2622. <https://doi.org/10.1007/s11665-013-0533-z>

Stratmann, M., & Müller, J. (1994). The Mechanism of the Oxygen Reduction on Rust-Covered Metal Substrates. *Corrosion Science*, 36(2), 327–359. [https://doi.org/10.1016/0010-938X\(94\)90161-9](https://doi.org/10.1016/0010-938X(94)90161-9)

Thammachot, N. (2017). *Metallurgy* (2nd ed.). Chulalongkorn University Press.

- Thelning, K.-E. (1975). Alloying Elements in Steel. In *Steel and its Heat Treatment* (1st ed., pp. 82–126). Maskinaktiebolaget Karlebo. <https://doi.org/10.1016/b978-0-408-70934-7.50008-1>
- Total Materia. (2001). *Classification of Carbon and Low-Alloy Steels*. Total Materia. <http://www.totalmateria.com/articles/Art62.htm>
- Totten, G. E. (2006). Steel Heat Treatment. In G. E. Totten (Ed.), *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/NOF0849384523>
- Uhm, H. S. (2015). Generation of Various Radicals in Nitrogen Plasma and Their Behavior in Media. *Physics of Plasmas*, 22(12). <https://doi.org/10.1063/1.4936796>
- von Goldbeck, O. K. (1982). *IRON—Binary Phase Diagrams*. Springer Berlin Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-08024-5>
- Xi, Y., Liu, D., & Han, D. (2008). Improvement of Corrosion and Wear Resistances of AISI 420 Martensitic Stainless Steel using Plasma Nitriding at Low Temperature. *Surface and Coatings Technology*, 202(12), 2577–2583. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.09.036>
- Yan, G., Lu, S., Zhang, M., Wang, J., Yang, X., Zhang, Z., Gu, J., & Li, C. (2020). Wear and Corrosion Behavior of P20 Steel Surface Modified by Gas Nitriding With Laser Surface Engineering. *Applied Surface Science*, 530, 147306. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.147306>
- Zagonel, L. F., Figueroa, C. A., Droppa, R., & Alvarez, F. (2006). Influence of the Process Temperature on the Steel Microstructure and Hardening in Pulsed Plasma Nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 201(1–2), 452–457. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.11.137>

ประวัติผู้เขียน

| | |
|---------------------|--|
| ชื่อ | นางสาวสุนิษา แก้วนิตย์ |
| วันเกิด | 27 กรกฎาคม 2539 |
| สถานที่เกิด | อำเภอนางรอง จังหวัดบุรีรัมย์ |
| สถานที่อยู่ปัจจุบัน | 135 หมู่ 6 บ้านฟากคลอง ตำบลลำไทรโยง อำเภอนางรอง จังหวัดบุรีรัมย์ 31110 |
| ประวัติการศึกษา | พ.ศ. 2555 มัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนนางรอง อำเภอนางรอง จังหวัดบุรีรัมย์ พ.ศ. 2558 มัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนนางรอง อำเภอนางรอง จังหวัดบุรีรัมย์ พ.ศ. 2562 ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (วท.บ.) สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม พ.ศ. 2564 ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วท.ม.) สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม |

พูนุ ปณุกิตโต ชีวะ