

การปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นโดยใช้พลาสมาไนไตรดิง  
อุณห์ภูมิตำ

วิทยานิพนธ์  
ของ  
กชพร ชินรัตน์

เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

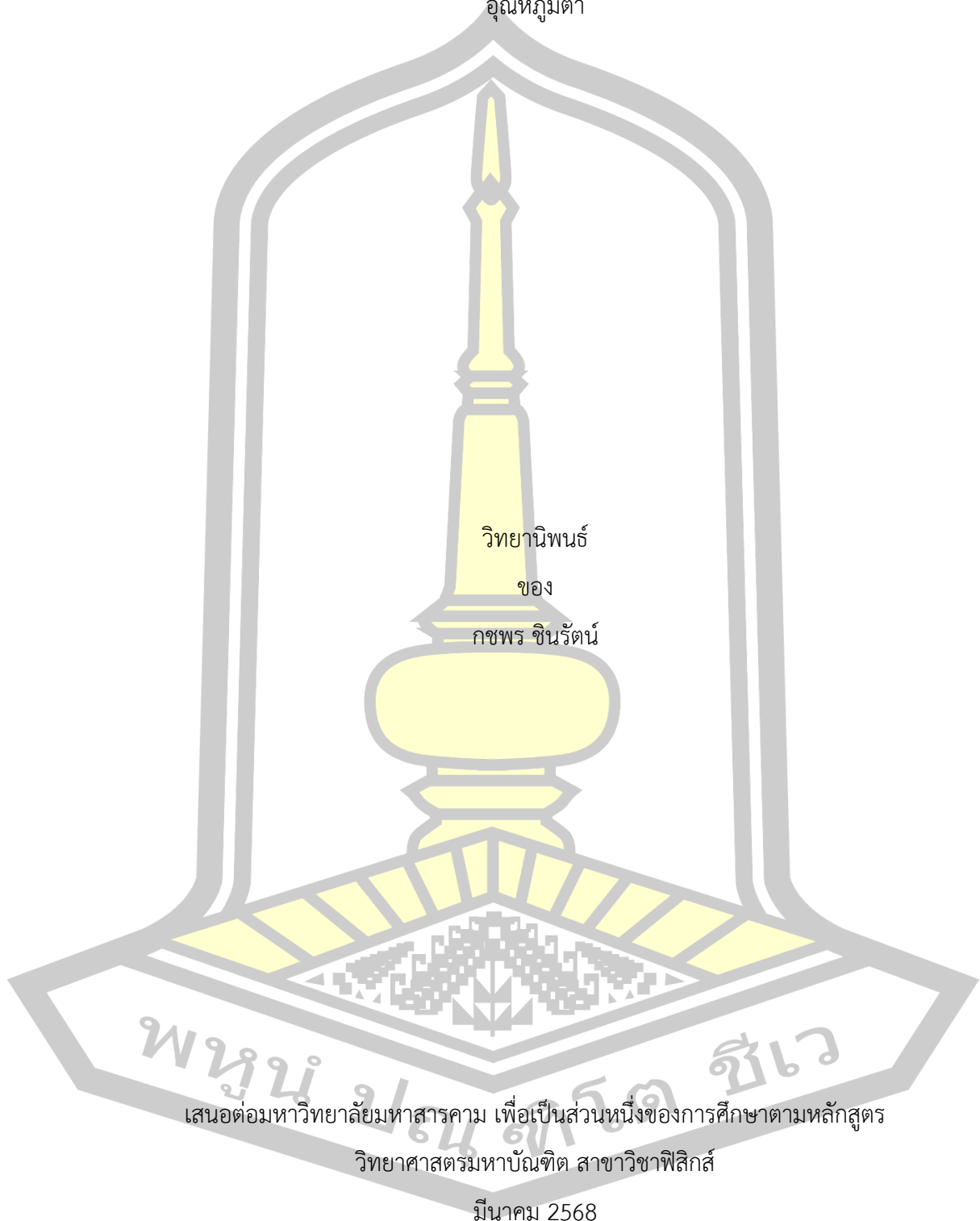
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

มีนาคม 2568

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

การปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นโดยใช้พลาสมาไนไตรดิง

อุณภูมิต่ำ



วิทยานิพนธ์

ของ

กชพร ชินรัตน์

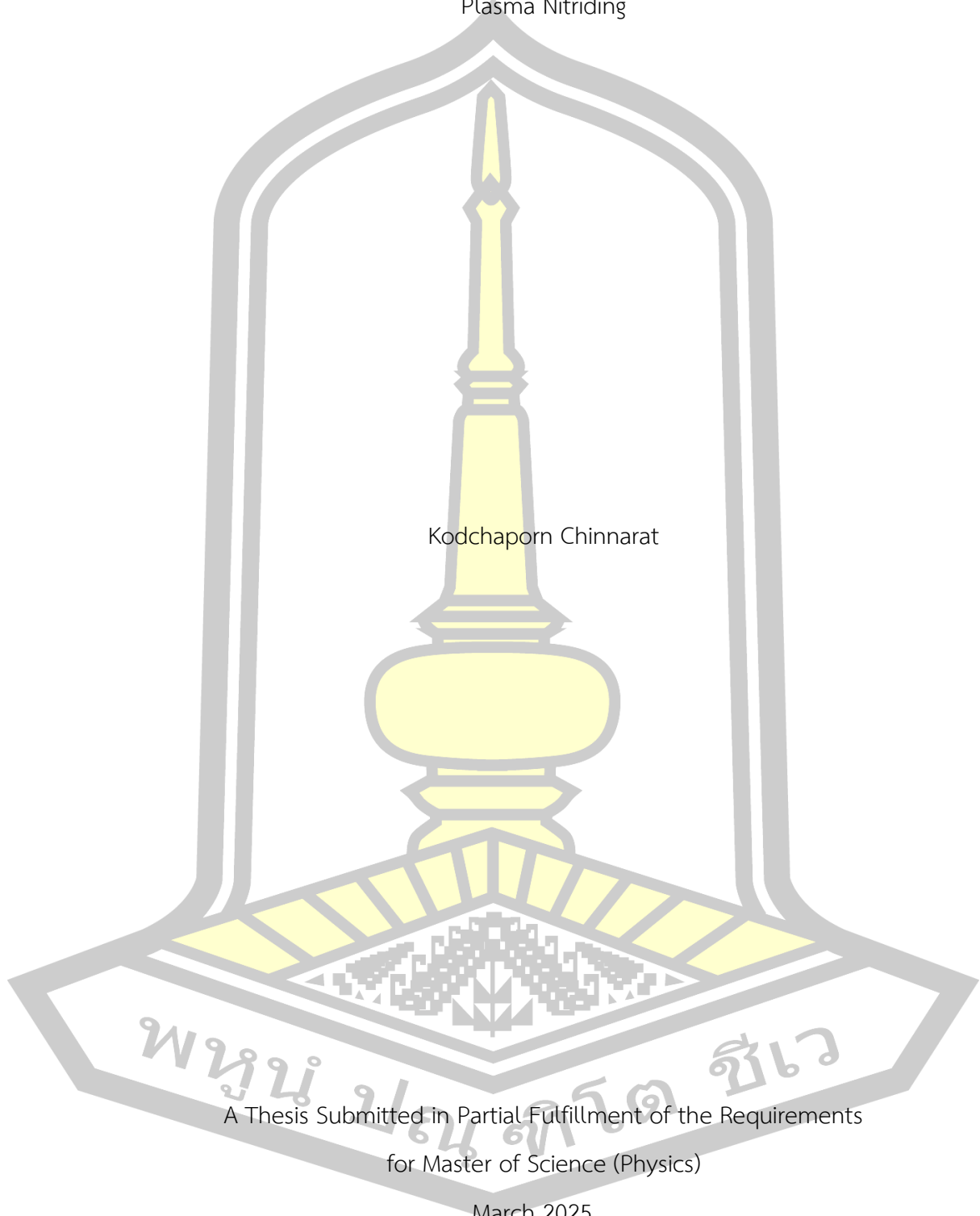
เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

มีนาคม 2568

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

Wear Resistance Improvement of Cold Work Tool Steels using Low-Temperature  
Plasma Nitriding

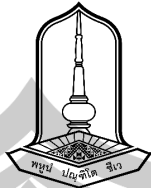


Kodchaporn Chinnarat

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

March 2025

Copyright of Mahasarakham University



คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณาวิทยานิพนธ์ของ นางสาวกชพร ชินรัตน์ แล้วเห็นสมควร  
รับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัย  
มหาสารคาม

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร.วิรัตน์ เจริญบุญ)

อาจารย์ที่ปรึกษา

(ผศ. ดร.อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน)

กรรมการ

(ผศ. ดร.พิษณุ พูลเจริญศิลป์)

กรรมการ

(อ. ดร.นิติศักดิ์ ปาสาจะ)

กรรมการ

(ผศ. ดร.ประเมษฐ์ จันทร์เพ็ง)

มหาวิทยาลัยอนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศา  
ศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

(ศ. ดร.ไพโรจน์ ประมวล)

(ผศ. ดร.พลเดช เขาวรัตน์)

คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อเรื่อง	การปรับปรุงความต้านทานการสึกหรอของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นโดยใช้พลาสมาไนโตรดิงอุณหภูมิต่ำ
ผู้วิจัย	กชพร ชินรัตน์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชา ฟิสิกส์
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ปีที่พิมพ์ 2568

### บทคัดย่อ

การวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ชั้นไนโตรด์บนเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ด้วยกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำโดยมีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลและเชิงไตรโบโลยี เริ่มจากการทำความสะอาดผิวด้วยพลาสมาผสมระหว่างไฮโดรเจนและอาร์กอนเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นอุ่นร้อนชิ้นงานด้วยพลาสมาจนชิ้นงานมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิในการทำพลาสมาไนโตรดิง ได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิการทำพลาสมาไนโตรดิงในช่วง 350-450°C ผลของสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่อแก๊สไนโตรเจน 0.1 ถึง 0.5 และผลของเวลาการทำพลาสมาไนโตรดิงในช่วง 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยกำหนดอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ เท่ากับ 1000 sccm ภายใต้ความดันปฏิบัติการ 350 Pa โดยการจุดพลาสมาใช้แหล่งจ่ายไฟไบโพลาร์พัลส์แบบไม่สมมาตรที่ความถี่ 50 kHz ปรับค่า Duty cycle ที่ 20%

ได้ทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชั้นไนโตรด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) พร้อมกับการตรวจสอบความแข็งเชิงผิวระดับจุลภาคด้วยวิธีวิกเกอร์ และความแข็งตามความลึกด้วยเทคนิคนาโนอินเดนเตชัน นอกจากนี้ การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีอย่างละเอียดใช้เทคนิค GD-OES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) ขณะที่คุณสมบัติทางไตรโบโลยีตรวจวัดด้วยเทคนิค Pin-on-disk ร่วมกับการวิเคราะห์พื้นผิวด้วยเครื่องสแกนเชิงแสงแบบสามมิติ ผลการวิจัยแสดงให้เห็นว่าชิ้นงาน DC53 ที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงปรากฏเฟสเหล็กไนโตรด์ 2 ชนิด ได้แก่ เฟสเหล็กไนโตรด์  $Fe_{2-3}N$  และ  $Fe_4N$  โดยเฟสเหล็กไนโตรด์  $Fe_{2-3}N$  กับพีคการเลี้ยวเบนที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $38.0^\circ$ ,  $43.9^\circ$  และ  $56.9^\circ$  ตามลำดับ ในขณะที่เฟสเหล็กไนโตรด์  $Fe_4N$  แสดงพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $41.5^\circ$ ,  $47.3^\circ$  และ  $69.4^\circ$  การทดสอบความแข็งเชิงผิวระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ที่แรงกด 0.2 กิโลกรัม พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 400°C และอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจน 200 sccm มีค่าความแข็งสูงสุดที่  $1,121.5 \pm 69.2$  HV เมื่อเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาในกระบวนการพลาสมาไน

ไนโตรดิง พบว่าอะตอมไนโตรเจนสามารถแพร่กระจายจากผิวเข้าสู่ภายในชิ้นงานมากขึ้น ส่งผลให้ชั้นไนโตรดิงมีความหนาเพิ่มขึ้น โดยพบปริมาณไนโตรเจนสูงสุดประมาณร้อยละ 11 โดยมวล ที่ความลึกสูงสุด 20 ไมโครเมตร เมื่อทำพลาสมาไนโตรดิงเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ผลการทดสอบสมบัติทางโทรโพลีพบว่าค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายของผิวไนโตรดิงมีค่าประมาณ 0.8 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับผิวชิ้นงานควบคุม ในขณะที่ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบสามมิติแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานที่ผ่านการพลาสมาไนโตรดิงด้วยสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจน 200 sccm มีพื้นที่การสึกหรอเฉลี่ยประมาณ 13 ตารางไมโครเมตร เมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่มีพื้นที่การสึกหรอสูงถึง 163 ตารางไมโครเมตร แสดงให้เห็นว่าการทำพลาสมาไนโตรดิงด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสมสามารถลดอัตราการสึกหรอของชิ้นงานได้ถึงร้อยละ 92 ซึ่งช่วยให้การนำเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ไปประยุกต์ใช้งานเชิงโทรโพลีมีประสิทธิภาพมากขึ้น

คำสำคัญ: พลาสมาไนโตรดิงอุณหภูมิต่ำ, แหล่งจ่ายไฟโพลาร์พัลส์แบบไม่สมมาตร, เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น, ความต้านทานการสึกหรอ



<b>TITLE</b>	Wear Resistance Improvement of Cold Work Tool Steels using Low-Temperature Plasma Nitriding		
<b>AUTHOR</b>	Kodchaporn Chinnarat		
<b>ADVISORS</b>	Assistant Professor Artit Chingsungnoen, Ph.D.		
<b>DEGREE</b>	Master of Science	<b>MAJOR</b>	Physics
<b>UNIVERSITY</b>	Maharakham University	<b>YEAR</b>	2025

### ABSTRACT

In this research work, the nitride layer on the cold work tool steel DC53 was prepared using a plasma nitriding process to improve the mechanical and tribological properties. The process started with a 20-minute plasma cleaning process under a hydrogen-argon gas mixture, followed by plasma preheating until the temperature of the sample reached the nitriding temperature. A constant nitrogen gas flow of 1000 sccm was maintained during the process. The effects of nitriding temperature in the range of 350-450 °C, hydrogen to nitrogen ratio of 0.1-0.5 and nitriding time of 4-12 hours were investigated. The plasma was generated with an asymmetric bipolar pulsed power supply operating at 50 kHz and a duty cycle of 20 %.

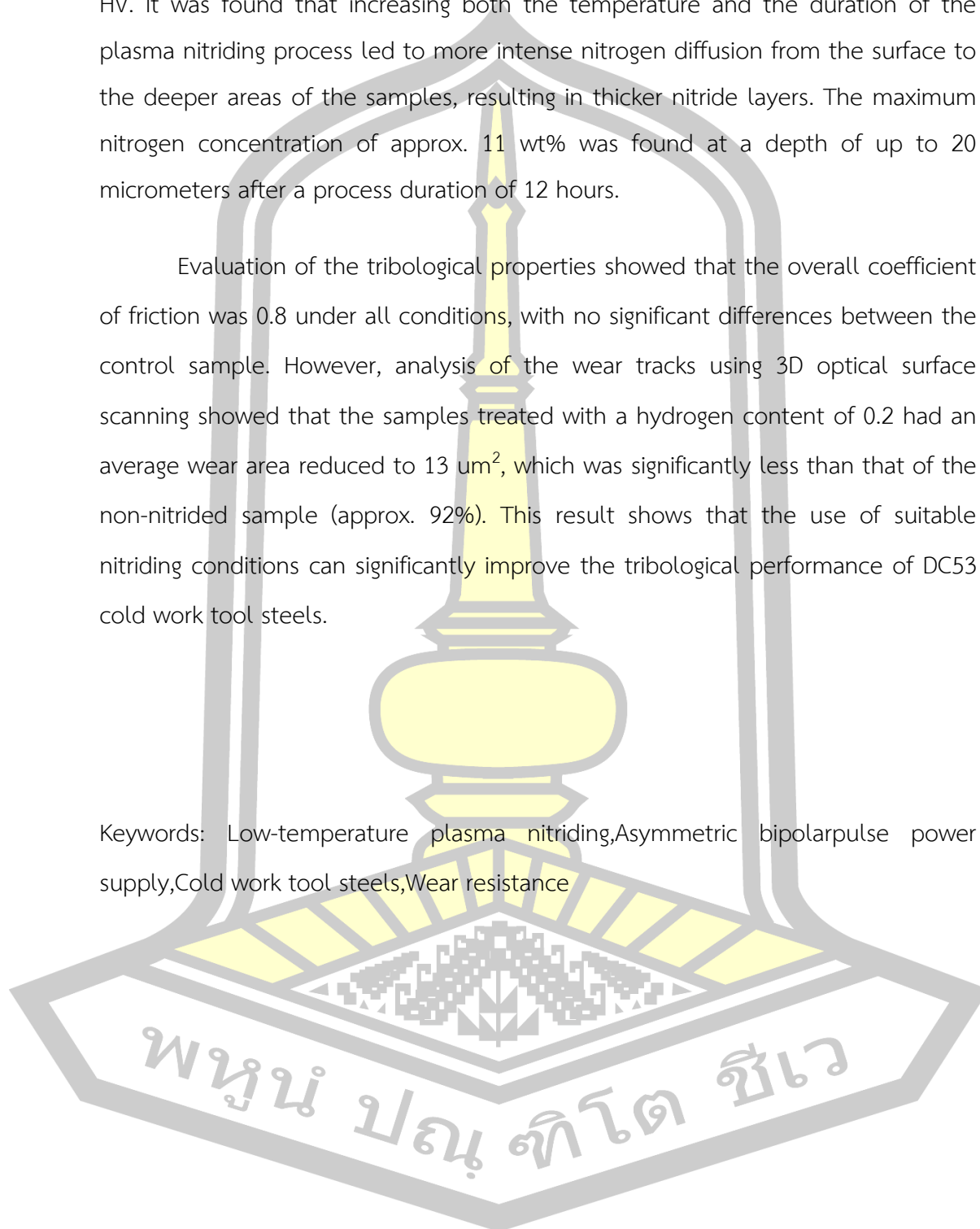
The microstructural characterization of the nitride layers was performed by X-ray diffraction analysis (XRD), while the microhardness of the surface was evaluated using the Vickers method. Depth-dependent hardness profiles were determined by nanoindentation techniques. In addition, detailed elemental composition analysis was performed using glow discharge optical emission spectroscopy (GD-OES), and tribological properties were evaluated by pin-on-disk tests in conjunction with 3D optical surface scans.

The results showed that the plasma-nitrided DC53 samples exhibited two types of iron nitride phases:  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  and  $\text{Fe}_4\text{N}$ . The iron nitride  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  phase showed diffraction peaks at  $2\theta$  positions of 38.0°, 43.9° and 56.9°, while the iron nitride  $\text{Fe}_4\text{N}$  phase showed peaks at  $2\theta$  positions of 41.5°, 47.3° and 69.4°. Vickers microhardness testing at a load of 0.2 kg showed that the samples nitrided at 400°C for 4 hours

with a hydrogen content of 0.2 reached the maximum hardness of  $1,121.5 \pm 69.2$  HV. It was found that increasing both the temperature and the duration of the plasma nitriding process led to more intense nitrogen diffusion from the surface to the deeper areas of the samples, resulting in thicker nitride layers. The maximum nitrogen concentration of approx. 11 wt% was found at a depth of up to 20 micrometers after a process duration of 12 hours.

Evaluation of the tribological properties showed that the overall coefficient of friction was 0.8 under all conditions, with no significant differences between the control sample. However, analysis of the wear tracks using 3D optical surface scanning showed that the samples treated with a hydrogen content of 0.2 had an average wear area reduced to  $13 \text{ um}^2$ , which was significantly less than that of the non-nitrided sample (approx. 92%). This result shows that the use of suitable nitriding conditions can significantly improve the tribological performance of DC53 cold work tool steels.

Keywords: Low-temperature plasma nitriding, Asymmetric bipolar pulse power supply, Cold work tool steels, Wear resistance



## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความรู้และความช่วยเหลืออย่างดียิ่งจากบุคคล และหน่วยงานต่างๆ ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำ ข้อเสนอแนะ ความช่วยเหลือ ตลอดจน กำลังใจแก่ผู้วิจัย

ขอกราบขอบพระคุณ ผศ. ดร.อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณา ให้คำปรึกษา คำแนะนำ และตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ด้วยความเอาใจใส่อย่างดียิ่ง ตลอดจนให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยตลอดระยะเวลาของการทำวิทยานิพนธ์

ขอกราบขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน อันประกอบด้วย ผศ. ดร.วิรัตน์ เจริญบุญ ประธานกรรมการ ผศ. ดร.พิชญ์ พูลเจริญศิลป์ กรรมการ ดร.นิติศักดิ์ ปาสาจะ กรรมการ และ ผศ. ดร.ปรเมษฐ์ จันทร์เพ็ง กรรมการที่ได้กรุณาให้คำแนะนำและ ข้อเสนอแนะที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการปรับปรุงวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณศูนย์เชี่ยวชาญเทคโนโลยีพลาสติก มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ที่ให้ความ อนุเคราะห์สถานที่และเครื่องมือในการทำการทดลอง และศูนย์เครื่องมือกลางคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่ให้ความอนุเคราะห์การวัดและวิเคราะห์ข้อมูลอันเป็นประโยชน์อย่างยิ่ง ต่องานวิจัย

ขอขอบคุณนิสิตในศูนย์เชี่ยวชาญเทคโนโลยีพลาสติกทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือในการทำ การทดลอง คอยให้คำแนะนำ และเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมา

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ผู้วิจัย และขอขอบคุณ บุคลากรในคณะและมหาวิทยาลัยทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆ เป็นอย่างดี

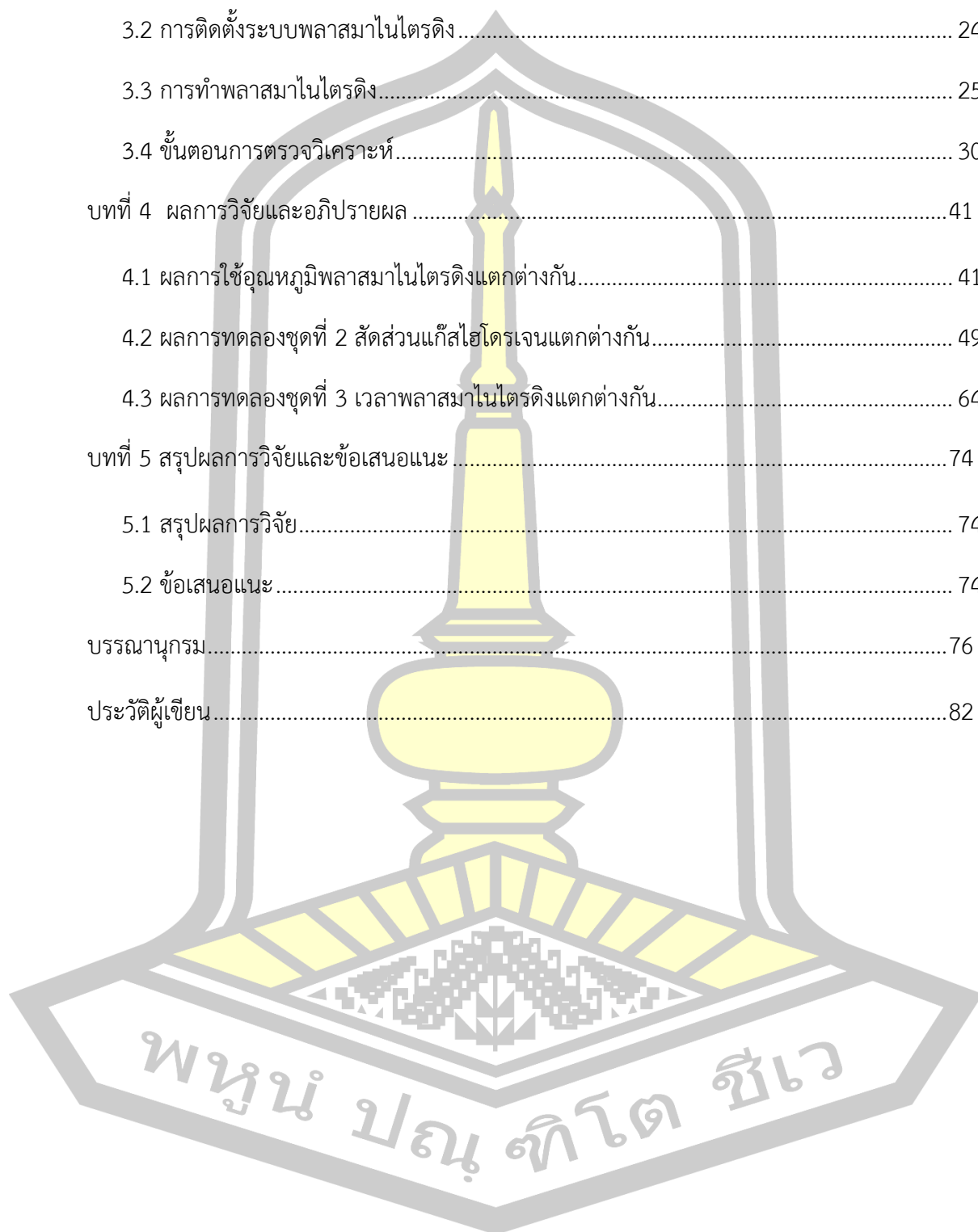
สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัวที่คอยให้การสนับสนุนทั้ง ทางด้านการศึกษาและเป็นกำลังใจสำคัญของผู้วิจัยเสมอมา คุณค่าและประโยชน์อันพึงมีจาก วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบเป็นเครื่องบูชาพระคุณของบิดา มารดา ครูอาจารย์ และผู้มี พระคุณทุกท่าน

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ฉ
กิตติกรรมประกาศ .....	ช
สารบัญ .....	ฅ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	ฅ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
1.5 สถานที่ทำการวิจัย.....	4
1.6 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	4
บทที่ 2 ปรีทัศน์เอกสารข้อมูล .....	6
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	6
2.2 เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น (cold work tool steels).....	10
2.3 กลไกการก่อตัวของชั้นไนไตรต์.....	13
2.4 การทำพลาสมาไนไตรดิง.....	15
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	21

3.1	วิธีการเตรียมชิ้นงาน .....	22
3.2	การติดตั้งระบบพลาสติกไมไตรดิง .....	24
3.3	การทำพลาสติกไมไตรดิง .....	25
3.4	ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์ .....	30
บทที่ 4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล .....	41
4.1	ผลการใช้อุณหภูมิพลาสติกไมไตรดิงแตกต่างกัน .....	41
4.2	ผลการทดลองชุดที่ 2 สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน .....	49
4.3	ผลการทดลองชุดที่ 3 เวลาพลาสติกไมไตรดิงแตกต่างกัน .....	64
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ .....	74
5.1	สรุปผลการวิจัย .....	74
5.2	ข้อเสนอแนะ .....	74
บรรณานุกรม	.....	76
ประวัติผู้เขียน	.....	82



## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 จำแนกประเภทของเหล็กกล้า.....	10
ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง .....	29
ตารางที่ 3.2 เทคนิคการตรวจวิเคราะห์.....	30
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์หุ้มการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการ ทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน .....	43
ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์หุ้มการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการ ทำพลาสมาไนไตรดิงที่ใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน.....	50
ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงานควบคุมและชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาไนไตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิง แสงแบบ 3 มิติ.....	64



## สารบัญรูปภาพ

หน้า

ภาพประกอบที่ 2.1	เปรียบเทียบโครงสร้างผลึกของ (ก) เหล็ก $\alpha$ -Fe (ข) ของเหล็กไนไตรต์ $\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N และ (ค) $\epsilon$ -Fe <sub>2</sub> -3N ที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการไนไตรดิง [19].....	14
ภาพประกอบที่ 2.2	โครงสร้างชั้นผิวของชิ้นงาน D2 หลังการทำพลาสมาไนไตรดิง [20] .....	15
ภาพประกอบที่ 2.3	การแยกตัวของแอมโมเนียและการดูดซับไนโตรเจนบนพื้นผิวของเหล็ก.....	17
ภาพประกอบที่ 2.4	ลักษณะเฉพาะตัวของแรงดันไฟฟ้ากับกระแสไฟฟ้าในระหว่างการเกิดพลาสมา รูปแบบต่าง ๆ [27].....	19
ภาพประกอบที่ 2.5	การแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ระหว่างกระบวนการทำพลาสมาไนไตรดิง [21] .....	20
ภาพประกอบที่ 3.1	แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย .....	22
ภาพประกอบที่ 3.2	ขั้นตอนการทำความสะอาดเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นด้วยสารละลาย.....	23
ภาพประกอบที่ 3.3	แผนผังระบบพลาสมาไนไตรดิง.....	24
ภาพประกอบที่ 4.1	เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ไม่ที่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน.....	42
ภาพประกอบที่ 4.2	ความแข็งระดับจุลภาคเฉลี่ยของผิวด้านบนและฐานด้านล่างของชิ้นงาน DC53 ที่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน .....	45
ภาพประกอบที่ 4.3	ความแข็งตามความลึกของผิวด้านบนชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน.....	46
ภาพประกอบที่ 4.4	ภาพตัดขวางของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน เทียบกับสัดส่วนธาตุไนโตรเจนตามความลึก .....	48

ภาพประกอบที่ 4.5 ร้อยละโดยมวลธาตุไนโตรเจนตามความลึกของชั้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาใน ไตรดิงที่อุณหภูมิต่างกัน.....	49
ภาพประกอบที่ 4.6 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชั้นงาน DC53 ไม่ที่ผ่านและผ่าน การทำพลาสมาในไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน.....	51
ภาพประกอบที่ 4.7 ข้อมูลและภาพห้วงกตที่ได้จากการวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ของชั้นงาน H300 โดยใช้โหลดในการกด 0.2 kg .....	52
ภาพประกอบที่ 4.8 ความแข็งเชิงผิวของชั้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาในไตรดิง โดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน (ใช้โหลดในการกด 0.2 kg และกดแชนัน นาน 20 วินาที) .....	53
ภาพประกอบที่ 4.9 ข้อมูลและภาพรอยกตที่ได้จากการวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ของชั้นงาน H200 (โดยใช้โหลดในการกด 5.0 kg และกดแชนัน 20 วินาที).....	54
ภาพประกอบที่ 4.10 ความแข็งเชิงผิวชั้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาในไตรดิง โดย ใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน (โดยใช้โหลดในการกด 5.0 kg และกดแชนัน นาน 20 วินาที) .....	55
ภาพประกอบที่ 4.11 ความแข็งตามความลึกของผิวด้านบนชั้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำ พลาสมาในไตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนที่แตกต่างกัน.....	57
ภาพประกอบที่ 4.12 ภาพตัดขวางของชั้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในไตรดิงที่ใช้สัดส่วนแก๊ส ไฮโดรเจนแตกต่างกันเทียบกับปริมาณของธาตุไนโตรเจนตามความลึก.....	58
ภาพประกอบที่ 4.13 ร้อยละของมวลธาตุไนโตรเจนตามความลึกของชั้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาใน ไตรดิงที่ใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่างกัน .....	59
ภาพประกอบที่ 4.14 ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายที่ได้จากการวัดความต้านทานการสึกหรอด้วย เทคนิค Pin-on disk .....	61

ภาพประกอบที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ.....	62
ภาพประกอบที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงาน H100 ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ.....	63
ภาพประกอบที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงาน H200 ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ.....	64
ภาพประกอบที่ 4.18 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ไม่ที่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่เวลาแตกต่างกัน .....	66
ภาพประกอบที่ 4.19 ความแข็งเชิงผิวของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้เวลาแตกต่างกัน (ใช้โหลดในการกด 0.2 kg และกดแช่นาน 20 วินาที) .....	67
ภาพประกอบที่ 4.20 ความแข็งเชิงผิวชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยใช้เวลาแตกต่างกัน(โดยใช้โหลดในการกด 5.0 kg และกดแช่นาน 20 วินาที).....	68
ภาพประกอบที่ 4.21 ความแข็งตามความลึกของผิวด้านบนชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้เวลาแตกต่างกัน.....	70
ภาพประกอบที่ 4.22 ภาพตัดขวางของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ใช้เวลาแตกต่างกันเทียบกับปริมาณของธาตุไนโตรเจนตามความลึก .....	72
ภาพประกอบที่ 4.23 ร้อยละโดยมวลอะตอมไนโตรเจนตามความลึกของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ใช้เวลาแตกต่างกัน .....	73

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ที่มาและความสำคัญ

เหล็กกล้าเครื่องมือ (tool steels) เป็นกลุ่มเหล็กกล้าที่มีการผสมหรือการเจือ (doping) ธาตุอื่นๆ เช่น คาร์บอน ซิลิกอน โครเมียม วาเนเดียม ทังสเทน หรือ โมลิบดีนัม ในสัดส่วนที่เหมาะสม เพื่อเพิ่มความแข็งแรง ความต้านทานการเสียรูป ความต้านทานการสึกหรอ และความต้านทานการกัดกร่อน เหล็กกล้าเครื่องมือถูกนำไปใช้งานด้านต่างๆ เช่น เครื่องมือช่าง เครื่องมืออุตสาหกรรม อุปกรณ์เครื่องจักร และเครื่องมือขึ้นรูปโลหะ เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น (cold work tool steels) เป็นกลุ่มที่ใช้ผลิตเครื่องมือสำหรับนำไปใช้ในงานแปรรูปโลหะที่ไม่ได้ให้ความร้อนก่อนการแปรรูป เช่น แม่พิมพ์ตัดแผ่นโลหะเย็น ใบมีดตัดกระดาษ เฟืองกัดไม้ คัดเตอร์ เป็นต้น คุณสมบัติสำคัญที่ต้องการสำหรับเหล็กกล้าเครื่องมือกลุ่มนี้ คือ มีความต้านทานการสึกหรอสูง มีความเหนียว ทนแรงอัด กระแทกได้ดี สามารถกลึงไสได้ และขนาดมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมากภายหลังการชุบแข็ง (quenching) ในน้ำมันหรือในอากาศ เหล็กกล้าเครื่องมือ DC53 เป็นเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นชนิดหนึ่ง que พัฒนาโดยบริษัท Daido Steel ประเทศญี่ปุ่น โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อแทนที่เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น SKD11 เนื่องจากเหล็กกล้า DC53 มีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่า มีเสถียรภาพเชิงขนาดสูง มีความต้านทานการกัดกร่อนสูง และมีความแข็งแรงเชิงกลที่เหนือกว่าเหล็กกล้าเครื่องมือ SKD11 จึงนิยมใช้ทำแม่พิมพ์สำหรับงานปั๊ม งานตัด งานอัดขึ้นรูปเย็น ลูกรีด ใบมีดตัดโลหะ และงานที่ต้องทนกับการเสียดสีสูง เหล็กกล้า DC53 เป็นเหล็กกล้ากลุ่มงานเย็นที่มีส่วนผสมของคาร์บอน และโครเมียม ในปริมาณสูง นอกจากนี้ยังมีการผสมธาตุโมลิบดีนัมเพื่อช่วยเพิ่มความสามารถในการชุบแข็ง มีการผสมธาตุวาเนเดียมประมาณ 1% เพื่อช่วยรักษาความคมตัดและความแข็งแรง มีอายุการใช้งานยาวนาน [1], [2]

ผลกระทบจากการแพร่ระบาดของ COVID-19 ในปี พ.ศ. 2562 ทำให้กิจกรรมทางเศรษฐกิจทั่วโลกทั้งภาคการผลิตและการค้าเผชิญกับสภาวะวิกฤติ โดยเฉพาะในช่วงครึ่งแรกของปี พ.ศ. 2563 [3], [4] ส่งผลให้ความต้องการผลิตภัณฑ์พลาสติกโดยรวมหดตัว ยกเว้นผลิตภัณฑ์พลาสติกประเภทใช้ครั้งเดียวทิ้ง (Single-used plastics) เช่น เครื่องมือทางการแพทย์ และบรรจุภัณฑ์ใส่อาหาร เป็นต้น เนื่องจากสถานการณ์โรคระบาดกระตุ้นความต้องการใช้วัสดุทางการแพทย์และการส่งอาหารออนไลน์ (Food delivery) [5] ทำให้ต้องมีการผลิตพลาสติกขึ้นมาเป็นจำนวนมาก ซึ่งความต้องการที่เพิ่มมากขึ้น

ขึ้นอย่างรวดเร็วนี้ส่งผลให้ในปี พ.ศ. 2564 อุตสาหกรรมแม่พิมพ์ไทยต้องเข้าสู่ภาวะขาดดุลการค้า เนื่องจากต้องนำเข้าแม่พิมพ์เป็นจำนวนมาก เพื่อให้เพียงพอต่อความต้องการของผู้บริโภค [6] หนึ่งในนั้นคือเหล็กกล้าเครื่องมือ DC53 ซึ่งเป็นเหล็กกล้าที่มีส่วนผสมของธาตุคาร์บอนในปริมาณที่สูง ในการชุบแข็งด้วยวิธีการทั่วไปเป็นการชุบแข็งที่อุณหภูมิสูงทำให้เกิดเฟสคาร์ไบด์ที่มีความแข็งเพิ่มขึ้นแต่เปราะ ส่งผลให้ความเหนียว ความต้านทานความล้าและความต้านทานการสึกหรอของเหล็กกล้าลดลง เมื่อใช้งานภายใต้สภาวะที่มีแรงดัน การกระแทกและการเสียดสีสูงเป็นเวลานานอย่างต่อเนื่อง จะส่งผลให้แม่พิมพ์เกิดรอยแตกร้าวจากผิวด้านนอกสู่ด้านในและเสื่อมประสิทธิภาพในที่สุด ซึ่งทำให้มีอายุการใช้งานโดยรวมสั้นลง

ดังนั้นเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นจึงต้องมีสมบัติทางด้านความแข็งที่สูงโดยเฉพาะความแข็งเชิงผิว (surface hardness) ทนต่อแรงกระแทกได้ดี จึงมีการปรับปรุงพัฒนากระบวนการทางวิศวกรรมพื้นผิว เพื่อเพิ่มความแข็งเชิงผิวของเหล็กกล้า DC53 เช่น การทำพลาสมาไนโตรดิง (plasma nitriding) ซึ่งเดิมพัฒนาขึ้นสำหรับวัสดุประเภทโลหะผสมเหล็ก การทำพลาสมาไนโตรดิงจะช่วยเพิ่มความต้านทานการสึกหรอได้ด้วยการก่อตัวของชั้นไนไตรด์ กระบวนการไนโตรดิง (nitriding) เป็นการชุบแข็งที่ผิวซึ่งใช้การแพร่ของอะตอมไนโตรเจนเข้าไปในผิวของเหล็กกล้าและใช้ความร้อนกระตุ้นให้เกิดการฟอร์มตัวของเหล็กกับไนโตรเจน เกิดเป็นเฟสเหล็กไนไตรด์ ชั้นไนไตรด์ประกอบด้วยชั้นสารประกอบ (compound layer) และชั้นการแพร่ (diffusion layer) การทำไนโตรดิงเพื่อเพิ่มความแข็งให้กับผิวโลหะ สามารถทำได้ 3 เทคนิค คือ 1. การทำไนโตรดิงแบบอบแก๊ส 2. การทำไนโตรดิงแบบซัลเฟอร์ (ใช้การจุ่มในสารเคมี) และ 3. การทำพลาสมาไนโตรดิง เทคนิคแรกมีข้อเสียคือใช้เวลานาน ใช้อุณหภูมิสูง จึงสิ้นเปลืองพลังงานมาก ส่วนเทคนิคที่ 2 ใช้สารเคมีที่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม จึงมีข้อเสียเรื่องต้นทุนในการกำจัดสารเคมีที่ใช้แล้ว ในขณะที่เทคนิคพลาสมาไนโตรดิง ใช้เวลาการทำสั้น ใช้พลังงานน้อยกว่า ผิวชิ้นงานมีความเรียบสม่ำเสมอ อีกทั้งยังไม่มีรอยปล่อยของเสียออกสู่สิ่งแวดล้อม นอกจากนั้นการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำจะช่วยเพิ่มความแข็งเชิงผิวของเหล็กกล้าให้มีค่าสูงขึ้น 2-3 เท่า แต่ค่าความแข็งและความเหนียวภายในเนื้อชิ้นงานรวมถึงขนาดของชิ้นงานยังคงเดิม [7], [8], [9], [10]

ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เทคนิคพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำในการปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือ DC53 แต่อย่างไรก็ตามยังมีงานวิจัยน้อยชิ้นที่ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดชั้นไนไตรด์ เช่น อุณหภูมิ กำลังไฟฟ้าแบบโพลาร์พัลส์ที่ใช้ในการจุดพลาสมา เวลาการทำพลาสมาไนโตรดิง สัดส่วนแก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ ) ต่อไฮโดรเจน ( $H_2$ ) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ศึกษาอิทธิพล

ของอุณหภูมิ สัดส่วนแก๊สและเวลาที่ใช้ในการทำพลาสมาไนไตรดิงต่อความแข็งเชิงผิวของเหล็กกล้า เครื่องมืองานเย็น DC53 ที่ถูกทำพลาสมาไนไตรดิงอุณหภูมิต่ำ

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนต่อไนโตรเจนและเวลาที่ใช้ในการทำพลาสมาไนไตรดิง ต่อความต้านทานการสึกหรอและความแข็งเชิงผิวของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นที่ถูกทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้สนใจศึกษาการเพิ่มความต้านทานการสึกหรอและความแข็งเชิงผิวของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นด้วยการทำพลาสมาไนไตรดิงอุณหภูมิต่ำในภาชนะสุญญากาศ (vacuum chamber) ซึ่งตั้งอยู่ในศูนย์เชี่ยวชาญเทคโนโลยีพลาสมา มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ซึ่งมีขอบเขตของงานวิจัยดังต่อไปนี้

### 1.3.1 ตัวแปรต้น (independent variable)

- ใช้อุณหภูมิขณะทำพลาสมาไนไตรดิง (nitriding temperature) 350 °C, 375°C, 400 °C, 425 °C และ 450 °C
- ใช้อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจน 100, 200, 300, 400 และ 500 sccm
- ใช้เวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิง 4, 8 และ 12 ชั่วโมง

### 1.3.2 ตัวแปรควบคุม (control variable)

- ใช้ความดันขณะทำพลาสมาไนไตรดิง (operating pressure) ในช่วง 2-5 torr
- ใช้เหล็กกล้าเครื่องมือ DC53 เป็นตัวอย่างในการศึกษา
- ใช้แหล่งจ่ายไฟไบโพลาร์พัลส์แบบไม่สมมาตร (Asymmetric bipolar pulse power supply) ความถี่ 50 kHz ในการจุดพลาสมา (Duty cycle 20%) และใช้โหมดควบคุมกำลังไฟฟ้า (power control mode)

### 1.3.3 ตัวแปรตาม (dependent variable)

- ตรวจสอบวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนไตรต์ โดยใช้เทคนิคการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)
- ตรวจสอบวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก โดยใช้เทคนิคนาโนอินเดนเทนชัน (Nanoindentation) โหมด Enhanced Stiffness Procedure (ESP)

- ตรวจสอบวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวของชิ้นงาน โดยใช้เทคนิค Vicker microhardness
- ตรวจสอบวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของชิ้นงาน ความหนาของชั้นไนไตรด์ที่แพร่เข้าไปในผิวของชิ้นงาน โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนใช้แสง (Optical microscopy, OM)
- ตรวจสอบวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุตามความลึก โดยใช้เทคนิค Glow discharge optical emission spectroscopy (GD-OES)
- ตรวจสอบวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายและความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงาน โดยใช้เทคนิค Pin-on Disk ร่วมกับเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- สามารถปรับปรุงผิวชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นให้มีความต้านทานการสึกหรอและความแข็งเพิ่มมากขึ้น โดยที่ไม่ทำให้สมบัติภายในของชิ้นงานเปลี่ยนแปลง
- สามารถยืดอายุการใช้งานเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงอุณหภูมิต่ำ

#### 1.5 สถานที่ทำการวิจัย

ศูนย์เชี่ยวชาญเทคโนโลยีพลาสมา มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

#### 1.6 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

##### ระบบสุญญากาศ (vacuum system)

- ภาชนะสุญญากาศ (vacuum chamber)
- ปั๊มโรตารี (rotary pump) และปั๊มบูสเตอร์ (booster pump)
- ชุดเกจวัดความดันคาปาซิแตนซ์ (capacitance gauge)

##### ระบบแหล่งจ่ายไฟ (power supply system)

- แหล่งจ่ายไฟไบโพลาร์พัลส์ 0-250 kHz กำลังไฟฟ้าสูงสุด 10 kW

##### ระบบแก๊ส (gases system)

- แก๊สไนโตรเจน อาร์กอนและไฮโดรเจน ความบริสุทธิ์ 99.995%
- แก๊สอาร์กอน เกรดอุตสาหกรรม ความบริสุทธิ์ 99.95%

- ชุดควบคุมอัตราการไหล (mass flow controller) ของแก๊สไนโตรเจน MKS instrument รุ่น GV50A013103GMV020 มีอัตราการไหลสูงสุด 1,000 sccm
- ชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจน MKS instrument รุ่น GFO 40 มีอัตราการไหลสูงสุด 500 sccm
- ชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน Yamatake Corporation รุ่น CMQ-V MQV9500BSSN0000 มีอัตราการไหลสูงสุด 500 sccm

#### ระบบควบคุม (control system)

- ชุดวัดอุณหภูมิชนิดเค (K-type thermocouple) Mizumi สามารถวัดอุณหภูมิช่วงที่วัดได้  $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ถึง  $+1350\text{ }^{\circ}\text{C}$  จำนวน 1 ตัว
- เครื่องพีเอ็กซ์ไอ (PXI) พร้อมโปรแกรมแลปวิว (LabVIEW program) รุ่น NI PXI – 1042 8 – Slot CHASSIS



## บทที่ 2 ปริทัศน์เอกสารข้อมูล

### 2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

หนึ่งในการประยุกต์การใช้งานที่สำคัญที่สุดของวิศวกรรมพื้นผิว (surface engineering) คือ การสร้างชั้นแข็ง (hard layer) บนพื้นผิวของโลหะ เพื่อปรับปรุงความแข็งแรงเชิงผิวและความต้านทานการสึกหรอ (surface hardness and wear resistance) โดยการใช้กระบวนการทางเคมีความร้อน (thermochemical treatments) ประเภทต่าง ๆ เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของพื้นผิวให้ดียิ่งขึ้น หนึ่งในวิธีที่มีการใช้งานอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรม คือ การทำไนไตรดิง (nitriding) พื้นฐานของวิธีนี้คือ การแพร่กระจายของอะตอมไนโตรเจนสู่พื้นผิวของเหล็กกล้าในขณะที่อยู่ในสถานะเฟอร์ริติก (ferritic) กลไกของไนไตรดิงหมายถึงความสัมพันธ์ระหว่างไนโตรเจนกับเหล็ก เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์แบบกลางตัว (Body-Centered Cubic, BCC) ของเหล็กเฟอร์ริติกจะเริ่มสั่น เนื่องจากการสั่นสะเทือนนี้ อะตอมของไนโตรเจนขนาดเล็กสามารถแพร่เข้าสู่โครงสร้างของเหล็ก และก่อตัวเป็นเหล็กไนไตรด์ [1], [2], [11], [12]

ในช่วงหลายสิบปีที่ผ่านมาได้มีนักวิจัยจำนวนมากที่ได้พัฒนาโดยการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ในการทำพลาสมาไนไตรดิงที่มีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนแปลงของคุณสมบัติของโลหะชนิดต่าง ๆ เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติให้เป็นไปตามความต้องการ ในปี ค.ศ. 2009 Dong-Cherng Wen ได้ศึกษาโครงสร้างในระดับจุลภาค (microstructure) ของชั้นไนไตรด์ ที่มีผลต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 โดยใช้เวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิงที่แตกต่างกัน 4 8 และ 12 ชั่วโมง ภายใต้ความดัน 600 Pa ที่อุณหภูมิ 520 °C ใช้สัดส่วนของแก๊ส N<sub>2</sub> 25% และ H<sub>2</sub> 75% พบว่าชั้นไนไตรด์ซึ่งประกอบไปด้วยชั้นสารประกอบ (compound layer) และชั้นการแพร่ (diffusion layer) มีความหนาและลึกเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาของการทำพลาสมาไนไตรดิงที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ความต้านทานการกัดกร่อนยังเพิ่มขึ้นตามความหนาของชั้นไนไตรด์ ซึ่งบ่งชี้ว่าการมีอยู่ของชั้นไนไตรด์ช่วยเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 [13]

ในปี 2012 Soleimani และคณะ ได้ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิงที่มีผลต่อโครงสร้างระดับจุลภาค และค่าความล้า (fatigue) ของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น

DIN 1.2210 ที่ผ่านการชุบแข็งและอบคืนตัว เพื่อเพิ่มความแข็งเชิงผิว (surface hardness) ความแข็งแรงล้า (fatigue strength) ความต้านทานการสึกหรอ (wear resistance) และความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance) ของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น โดยทำพลาสมาไนโตรดิงด้วยแหล่งจ่ายไฟแบบ DC pulsed voltage ภายใต้อุณหภูมิ 5 torr ใช้สัดส่วนของแก๊ส  $N_2$  30% และ  $H_2$  70% ในเงื่อนไขอุณหภูมิที่ต่างกัน 450 °C และ 550 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และเงื่อนไขเวลาที่ต่างกัน 3 6 และ 9 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 500 °C ผลลัพธ์แสดงให้เห็นว่าการทำพลาสมาไนโตรดิงทุกเงื่อนไขทำให้ค่าความแข็งระดับจุลภาคและค่าความแข็งแรงล้าเพิ่มขึ้นอย่างมาก โดยชิ้นงานที่ทำพลาสมาไนโตรดิงอุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าความแข็งเชิงผิวมากที่สุด เท่ากับ 550 HV มีค่าความแข็งแรงล้ามากที่สุด เท่ากับ 910 MPa ซึ่งค่าความแข็งเชิงผิวและค่าความแข็งแรงล้ามีแนวโน้มลดลงตามอุณหภูมิและเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ลดลง เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงลดลงส่งผลให้ไนไตรด์ซึ่งประกอบไปด้วย ชั้นสารประกอบ (compound layer) และชั้นแพร่กระจาย (diffusion layer) มีความหนาและความลึกลดลง [6]

ในปี 2013 Soleimani และคณะศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงที่มีผลต่อโครงสร้างระดับจุลภาค (microstructure) ความแข็งเชิงผิว (surface hardness) ความต้านทานการสึกหรอ (wear resistance) และความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance) ของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DIN 1.2210 ที่ผ่านการชุบแข็งและอบคืนตัว โดยทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่างกัน 450 °C, 500 °C และ 550 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และทำพลาสมาไนโตรดิงที่เวลาต่างกัน 3 6 และ 9 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 500 °C ทุกเงื่อนไขใช้แหล่งจ่ายไฟแบบ DC-pulsed voltage ภายใต้อุณหภูมิ 650 Pa และใช้สัดส่วนของแก๊ส  $N_2$  30% และ  $H_2$  70% ผลลัพธ์แสดงให้เห็นว่าชั้นสารประกอบ (compound layer) และชั้นการแพร่ (diffusion layer) ที่เกิดจากการทำพลาสมาไนโตรดิงมีความหนาเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิง ชั้นสารประกอบ ประกอบด้วยเฟสไนไตรด์  $\epsilon$ - $Fe_3N$   $\gamma'$ - $Fe_4N$  ในทุกเงื่อนไขของพลาสมาไนโตรดิง อุณหภูมิไนโตรดิงที่เพิ่มขึ้นจะลดปริมาณเฟส  $\epsilon$  ในขณะที่ปริมาณเฟส  $\gamma'$  เพิ่มขึ้น การเพิ่มเวลาไนโตรดิงทำให้ปริมาณเฟส  $\epsilon$  และ  $\gamma'$  เพิ่มขึ้น ในตัวอย่างชิ้นงานที่ทำพลาสมาไนโตรดิงเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของชิ้นงานที่ทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 450 °C 500 °C และ 550 °C เท่ากับ 0.6 0.4 และ 0.7 ตามลำดับ ซึ่งชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานเท่ากับ 0.75 ค่าความแข็งเชิงผิวของตัวอย่างที่ทำพลาสมาไนโตรดิงเป็นเวลา 3 6 และ 9 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 500 °C เท่ากับ 484 HV 522 HV และ 536 HV

ตามลำดับ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 9 ชั่วโมง มีศักยภาพในการกัดกร่อนได้ดีที่สุด (0.39 V) และมีความต้านทานการกัดกร่อนดีที่สุด เนื่องจากมีการก่อตัวของเฟส  $\epsilon$ :  $\text{Fe}_3\text{N}$  ในชั้นสารประกอบสูงสุดและมีความหนาของชั้นสารประกอบสูงสุดนั่นเอง [5]

ในปี 2014 Maycoln Depianti Conci และคณะได้ทำการศึกษาผลของศักยภาพพลาสมาไนโตรดิงต่อพฤติกรรมไตรโบโลยีของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น AISI D2 โดยใช้สัดส่วนของแก๊ส  $\text{N}_2:\text{H}_2$  ที่แตกต่างกันคือ 5%:95% 10%:90% และ 20%:80% ที่อัตราการไหล 400 sccm อุณหภูมิ 470 °C ความดัน 540 Pa และใช้เวลาที่แตกต่างกันคือ 1 3 และ 6 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงทุกเงื่อนไขมีการสึกหรอน้อยกว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ค่าความแข็งเชิงผิวมีค่ามากที่สุดเมื่อใช้แก๊ส  $\text{N}_2$  5% และ 10% ในเวลาที่สั้นที่สุดคือ 1 ชั่วโมง มีค่าความแข็งเชิงผิวประมาณ 1350 HV แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิง ส่งผลให้ค่าความแข็งเชิงผิวลดลงเป็น 1,180-1,220 HV แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของแก๊ส  $\text{N}_2$  เป็น 20% ในเวลา 1 ชั่วโมง ค่าความแข็งเชิงผิวอยู่ที่ประมาณ 1,300 HV และมีแนวโน้มลดลงจนถึง 1,200 HV ตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่สัดส่วนแก๊ส  $\text{N}_2$  5% พบเพียงเฟส  $\alpha$ -Fe และ CrN เมื่อเพิ่ม  $\text{N}_2$  เป็น 10% และ 20% ตรวจพบเฟส  $\epsilon$ - $\text{Fe}_2\text{N}$  ร่วมกับ CrN และ  $\alpha$ -Fe ซึ่งบ่งชี้ว่าการเพิ่มอัตราส่วนของ  $\text{N}_2$  ช่วยเพิ่มการก่อตัวของเฟส  $\epsilon$ - $\text{Fe}_2\text{N}$  โดยความหนาของชั้นไนโตรดิงที่เพิ่มขึ้นไม่ได้เพิ่มความต้านทานการสึกหรอให้มากขึ้นเสมอไป และการลดลงของความต้านทานการสึกหรออาจจะไม่เกี่ยวข้องกับความหนาของชั้นไนโตรดิงด้วยเช่นกัน [7]

ในปี 2020 Ahmet และคณะได้นำเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น ได้แก่ D2, D6 และ Calmax ที่ผ่านการอบด้วยความร้อนและชุบแข็งแบบสุญญากาศทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ภายใต้ความดัน 2 mbar ในสัดส่วนของแก๊ส  $\text{N}_2$ 75% และ  $\text{H}_2$ 25% เพื่อศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค (microstructure) ความแข็งระดับจุลภาค (microhardness) ความขรุขระของพื้นผิว (surface roughness) และลักษณะการสึกหรอแบบเสียดทาน (friction-wear characteristics) ของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นทั้งสามชนิด พบว่าหลังการทำพลาสมาไนโตรดิงเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นที่มีชั้นไนโตรดิงหนาที่สุด คือ Calmax, D6 และ D2 ตามลำดับ เนื่องจาก Calmax มีปริมาณคาร์บอนและโลหะผสมต่ำกว่า D6 และ D2 ทำให้อะตอมของไนโตรเจนสามารถกระจายเข้าสู่โครงสร้างจุลภาคได้ง่ายกว่า แต่ D2 มีค่าความต้านทานการสึกหรอสูงที่สุดในขณะที่ Calmax มีค่าความต้านทานการสึกหรอที่ต่ำที่สุด แต่มีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำที่สุด และค่าความแข็งเชิงผิวมากที่สุดคือ D6, Calmax และ D2 ตามลำดับ ซึ่งบ่งชี้ว่าการทำพลาสมาไนโตรดิง

ช่วยเพิ่มความทนทานต่อการสึกหรอและลดค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นได้จริง การมีชั้นไนไตรต์มากที่สุดไม่ได้เพิ่มค่าความต้านทานการสึกหรอแต่สามารถลดค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานได้ดีที่สุด [14]

นอกจากนี้ Díaz-Guillén และคณะ ได้ศึกษาอิทธิพลของการทำพลาสมาออกซิเดชัน (plasma oxidation) ของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น D2 หลังการทำพลาสมาไนไตรดิงแบบที่มีชั้นสารประกอบ (compound layer, white layer) ด้วยอุณหภูมิสูง 550 °C ในสัดส่วนของแก๊ส N<sub>2</sub>75% และ H<sub>2</sub>25% เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และการทำพลาสมาไนไตรดิงแบบไม่มีชั้นสารประกอบ (no compound layer, no white layer) ด้วยอุณหภูมิต่ำ 470 °C ในสัดส่วนของแก๊ส N<sub>2</sub>50% และ H<sub>2</sub>50% เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำ plasma oxidation โดยใช้สัดส่วนของแก๊ส O<sub>2</sub>30% และ H<sub>2</sub>70% ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทุกกระบวนการดำเนินการภายใต้ความดัน 2 torr และมีความหนาแน่นกระแส (current density) เท่ากับ 1.5 mA/cm<sup>2</sup> ในการทดสอบ microhardness และ nanohardness ด้วย Vickers hardness พบว่าการทำพลาสมาไนไตรดิงและพลาสมาออกซิเดชันสามารถเพิ่มความแข็งเชิงผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นได้จริง ซึ่งการทำพลาสมาไนไตรดิงอุณหภูมิต่ำเพียงอย่างเดียวสามารถเพิ่มความแข็งเชิงผิวได้ดีกว่าการทำพลาสมาไนไตรดิงอุณหภูมิสูงเพียงอย่างเดียว และสามารถเพิ่มความแข็งเชิงผิวได้ดีกว่าการทำพลาสมาออกซิเดชันหลังการทำพลาสมาไนไตรดิงและการทำพลาสมาออกซิเดชันเพียงอย่างเดียว เมื่อเปรียบเทียบกับแล้วชั้นไนไตรต์มีความแข็งกว่าชั้นออกไซด์อย่างมีนัยสำคัญ แต่การทำพลาสมาออกซิเดชันหลังการทำพลาสมาไนไตรดิงช่วยเพิ่มความต้านทานการสึกหรอของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นได้เป็นอย่างดี เนื่องจากมีชั้นออกไซด์ป้องกันการสึกกร่อนของชั้นไนไตรต์ [15]

ในปี 2021 สุนิภา และ อาทิตย์ ได้ทำการศึกษาตัวแปรเพิ่มเติมที่มีอิทธิพลต่อเพิ่มความแข็งเชิงผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมือชนิด SKD61 ในการทำพลาสมาไนไตรดิง ทั้งในกลุ่มที่ผ่านการชุบแข็ง (quenching: Q) และในกลุ่มที่ยังไม่ผ่านการชุบแข็ง (non-Quenching: nQ) ด้วยการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ เท่ากับ 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหลแตกต่างกัน คือ 0 300 และ 500 sccm และควบคุมความดันขณะทำพลาสมาไนไตรดิงที่ 1.12 torr พลาสมาถูกจุดโดยใช้แหล่งจ่ายไฟกระแสสลับ ความถี่ 10 kHz กำลังไฟฟ้า 53 W จากการวัดความแข็งตามความลึก พบว่าทุกเงื่อนไขความแข็งมีค่าสูงสุดที่ผิวด้านนอกและมีแนวโน้มลดลงเรื่อย ๆ ตามความลึก นั่นหมายถึงการทำพลาสมาไนไตรดิงมีผลทำให้ความแข็งที่ผิวเพิ่มขึ้นจริง แต่ยังคงสมบัติความแข็งและเหนียวของเนื้อชิ้นงานเดิมไว้ได้ พบว่าเมื่อใช้แก๊สไฮโดรเจนที่ 0 300 และ 500 sccm เกิดการก่อตัวของชั้นไนไตรต์หนาเท่ากับ

184±9.51  $\mu\text{m}$  93±7.96  $\mu\text{m}$  และ 77±5.56  $\mu\text{m}$  ตามลำดับ โดยความหนาของชั้นไนไตรต์ที่ลดลง เป็นผลมาจากการใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนที่มากเกินไปจะส่งผลให้เกิดการก่อตัวของแก๊ส  $\text{NH}_3$  จึงทำให้สัดส่วนอะตอมไนโตรเจนลดลง ทำให้อัตราการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนลดลงด้วย ค่าความหนาของชั้นไนไตรต์จึงลดลงและส่งผลโดยตรงต่อค่าความแข็งที่ลดลงด้วยเช่นเดียวกัน [16]

## 2.2 เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น (cold work tool steels)

เหล็กกล้าเครื่องมือ (tool steels) เป็นเหล็กชนิดพิเศษที่ผลิตขึ้นมาเพื่อใช้ทำอุปกรณ์หรือเครื่องมือต่าง ๆ ส่วนใหญ่มักมีวัตถุประสงค์เพื่อตัดเฉือนวัสดุอื่น ๆ ดังนั้นเหล็กกล้าเครื่องมือจึงต้องมีสมบัติพิเศษทางด้านความแข็งสูง ความทนทานต่อแรงกระแทก หรือมีความแข็งที่อุณหภูมิสูง เป็นต้น

### ตารางที่ 2.1 จำแนกประเภทของเหล็กกล้า

กลุ่ม	สัญลักษณ์	ชนิด
เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปงานเย็น	W (ชุบแข็งด้วยน้ำ) O (ชุบแข็งด้วยน้ำมัน) A (อบแข็งด้วยอากาศ) D (C สูง, Cr สูง)	W1, W2, W5 O1, O2, O6, O7 A2, A4, A6, A7, A8, A9, A10, A11 D2, D3, D4, D5, D7
เหล็กกล้าเครื่องมือทนแรงกระแทก	S	S1, S2, S4, S5, S6, S7
เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปร้อน	H	H10-H19 กลุ่มโครเมียม H20-H39 กลุ่มทังสเตน H40-H59 กลุ่มโมลิบดีนัม
เหล็กกล้าเครื่องมือความเร็วสูง	M P	กลุ่มโมลิบดีนัม : M1, M2, M3-1, M3-2, M4, M6, M7, M10, M33, M34, M36, M41, M42, M46, M50 กลุ่มทังสเตน : T1, T4, T5, T6, T8, T15
เหล็กกล้าแม่พิมพ์กลุ่มพิเศษ	L	เหล็กกล้าพิเศษ : L2, L6

ตามมาตรฐาน AISI จะจำแนกประเภทของเหล็กกล้าเครื่องมือโดยอาศัยกระบวนการชุบแข็ง การใช้งานและคุณสมบัติพิเศษ ซึ่งสามารถจำแนกได้ 5 กลุ่ม โดยเหล็กแต่ละชนิดจะใช้ตัวอักษรแทนชนิดของเหล็ก ดังแสดงตามตารางที่ 1

เหล็กกล้าเครื่องมือที่นิยมใช้มาก คือ เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปเย็น (cold work) เหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปร้อน (hot work) เหล็กกล้าเครื่องมือทนแรงกระแทก (shock-resisting) เหล็กกล้าความเร็วสูง (high speed) และเหล็กกล้าแม่พิมพ์ (mold steel) เหล็กกล้าทั้ง 5 กลุ่มนี้มีส่วนผสมทางเคมีที่แตกต่างกัน เหล็กกล้าขึ้นรูปร้อนจะมีคาร์บอนผสมอยู่ปานกลาง และมีโลหะผสมที่ทนความร้อนสูงอยู่แตกต่างกันไป เช่น โครเมียม ทังสเตน และโมลิบดีนัม เหล็กกล้าเครื่องมือทนแรงกระแทกจะมีคาร์บอนประมาณ 50% และมีธาตุผสมอื่นอีกเล็กน้อย [1]

## 2.2.1 ชนิดและการใช้งานเหล็กกล้าเครื่องมือ

**2.2.1.1 เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น (cold work tool steel)** เป็นกลุ่มที่ใช้ผลิตเครื่องมือสำหรับนำไปใช้ในงานแปรรูปโลหะที่ไม่ได้ให้ความร้อนก่อนการแปรรูป เช่น แม่พิมพ์ตัดแผ่นโลหะเย็น ใบมีดตัดกระดาษ เฟืองกัดไม้ คัตเตอร์ เป็นต้น คุณสมบัติสำคัญที่ต้องการสำหรับเหล็กกล้าเครื่องมือกลุ่มนี้ คือ สามารถกลึงไสได้ ขนาดเปลี่ยนแปลงน้อยมากหลังการชุบแข็งในน้ำมัน หรือเย็นตัวในอากาศ ทนทานต่อการสึกหรอสูง มีความเหนียวทนแรงอัดกระแทกได้ดี

- เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น : เกรดชุบแข็งด้วยน้ำ (W: W1 W2 W5) มีคาร์บอนเป็นธาตุผสมหลัก ไม่มีคาร์ไบด์ชนิดพิเศษใด ๆ มีอัตราการเย็นตัวของอุณหภูมิวิกฤตสูง จึงต้องจุ่มชุบด้วยน้ำเพื่อให้การเย็นตัวเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เหล็กกลุ่มนี้มีราคาต่ำ แต่มักเกิดปัญหาการแตกร้าวเพราะการจุ่มชุบในน้ำ

- เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น : เกรดชุบแข็งด้วยน้ำมัน (O: O1 O2 O6 O7) มีคาร์บอน 1 wt.% และคาร์ไบด์ขนาดเล็กที่มีอยู่อย่างกระจัดกระจาย ธาตุผสมของโครเมียม โมลิบดีนัม และทังสเตน มีความสามารถในการชุบแข็งค่อนข้างดี สามารถชุบแข็งด้วยน้ำมันที่ให้อัตราการเย็นตัวที่ช้ากว่าน้ำ เป็นกลุ่มที่มีคุณสมบัติทนทานต่อการสึกหรอ มีความแข็งสูง ทำให้ชิ้นงานมีความทนทานต่อการบิดตัวและแตก

- เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น : เกรดชุบแข็งด้วยอากาศ (A: A2 A4 A6 A7 A8 A9 A10 A11) มีปริมาณคาร์บอน 1-2 wt.% โครเมียม 5 wt.% และธาตุเจืออื่น ๆ อีกเล็กน้อย โครเมียมและโมลิบดีนัมที่ผสมอยู่จะช่วยเพิ่มความสามารถในการชุบแข็งดีขึ้นและทำให้เกิดคาร์ไบด์ รักษารูปร่างและขนาดได้ดีเยี่ยมและทนต่อการเสียดสีดี

- เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น : เกรดคาร์บอนและโครเมียมสูง (D: D2 D3 D4 D5 D7) มีปริมาณคาร์บอนมากกว่า 1.5 wt.% โครเมียม 12 wt.% และธาตุเจืออื่น ๆ อีกเล็กน้อย เหล็กกลุ่มนี้บางชนิดถูกชุบแข็งด้วยน้ำ บางชนิดถูกชุบแข็งด้วยน้ำมัน ปริมาณโครเมียมที่สูงมีส่วนทำให้เหล็กกลุ่มนี้มีความทนทานต่อการสึกหรอ ทนการเสียดสีดีเยี่ยม สามารถรักษาความคมจากการมีปริมาณคาร์ไบต์ในระดับสูงและโครงสร้างเทมเปอร์มาร์เทนไซด์หลังการชุบแข็งและอบคืนตัว แต่กัดแต่งได้ยาก

**2.2.1.2 เหล็กกล้าเครื่องมืองานร้อน (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.% ธาตุผสมหลักมีส่วนสำคัญในการยับยั้งการเกิดดิสโลเคชันและลดความอ่อนตัวอันเนื่องมาจากความร้อน เพราะธาตุผสมหลักเหล่านี้ทำให้เกิดเฟสคาร์ไบต์ขณะทำเทมเปอร์ เหล็กกลุ่มโครเมียมจะต้านทานการอ่อนตัวเนื่องจากการทำเทมเปอร์ที่อุณหภูมิสูงถึง 430 °C ส่วนกลุ่มทังสเทนจะสูงถึง 620 °C เหล็ก H13 เป็นที่นิยมใช้ในงานทนร้อนมากที่สุด เช่น แม่พิมพ์ฉีดพลาสติกหรือโลหะนอกกลุ่มเหล็ก แม่พิมพ์อัดขึ้นรูป เป็นต้น

**2.2.1.3 เหล็กกล้าเครื่องมือทนแรงกระแทก (shock-resisting tool steel: S)** (S: S1 S2 S4 S5 S7) มีปริมาณคาร์บอน 0.5 wt.% และธาตุผสมค่อนข้างต่ำ เนื่องจากปริมาณคาร์บอนที่ค่อนข้างต่ำ ส่งผลให้ไม่มีเฟสคาร์ไบต์ และโครงสร้างของเหล็กกลุ่มนี้จะมีความแข็งไม่สูงมากนัก แต่ค่าความเหนียว (toughness) จะสูงมากกว่าเหล็กกลุ่มอื่น ๆ จึงเหมาะกับการที่ต้องรับแรงกระแทก

**2.2.1.4 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.% และ ทังสเทน 12-18 wt.% เหล็กกลุ่มนี้จะใช้ทำเครื่องมือที่ใช้ตัดเฉือนโลหะชนิดอื่นที่ความเร็วรอบสูง ๆ จึงมีธาตุผสมอยู่ในปริมาณมาก คาร์บอนและโครเมียมจะช่วยเพิ่มความสามารถในการชุบแข็ง วาเนเดียมจะช่วยให้เกรนละเอียด และถ้าวาเนเดียมมีปริมาณสูงจะทำให้เกิดเฟสคาร์ไบต์ที่ทนการเสียดสีได้ดี ทังสเทนจะช่วยยับยั้งการอ่อนตัวอันเนื่องมาจากอุณหภูมิสูงถึง 540 °C

**2.2.1.5 เหล็กกล้าแม่พิมพ์ (mold steel: P)** มีปริมาณคาร์บอนน้อยกว่า 0.35 wt.% จึงทำให้ไม่สามารถชุบแข็งได้ แต่นิยมขึ้นรูปก่อนแล้วนำไปทำคาร์บูไรส์ซิง (carburizing) ก่อนจะนำไป

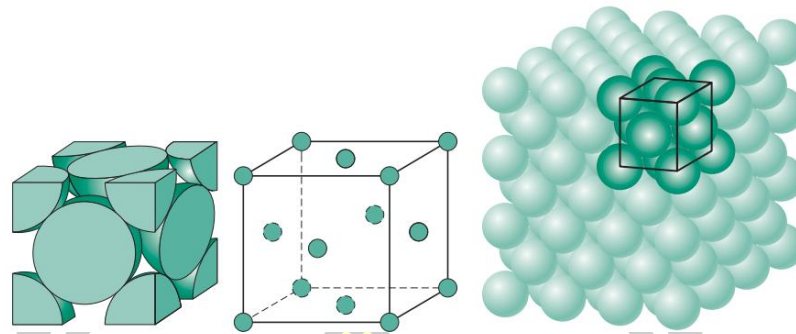
ผ่านกระบวนการตกตะกอนเพื่อเพิ่มความแข็ง เหล็กกลุ่มนี้ใช้ทำแม่พิมพ์ฉีดพลาสติกและแม่พิมพ์ต่าง ๆ [17]

### 2.3 กลไกการก่อตัวของชั้นไนไตรต์

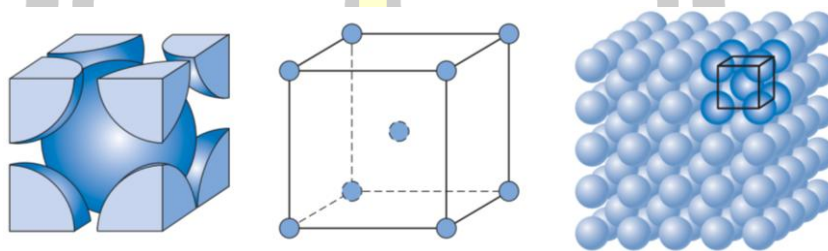
การก่อตัวของชั้นไนไตรต์เกิดขึ้นจากอะตอมของไนโตรเจน (N) แพร่เข้าไปทำปฏิกิริยากับเหล็ก (Fe) ซึ่งเป็นโลหะหลักของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น ทำให้เกิดโครงสร้างเป็นเหล็กไนไตรต์ (iron nitrides :  $Fe_xN$ ) โดยทั่วไปเมื่ออุณหภูมิของชิ้นงานเหล็กกล้าสูงมากพอ อะตอมไนโตรเจนจะสามารถแพร่เข้าไปจากผิวสู่นิวของเหล็กและก่อตัวเป็นชั้นสารประกอบ (compound layer) และชั้นการแพร่ (diffusion layer) โดยความหนาหรือความลึกของชั้นไนไตรต์จะขึ้นอยู่กับระยะเวลาและอุณหภูมิของการทำพลาสมาไนไตรดิง [18] ภาพประกอบที่ 2.1 แสดงโครงสร้างผลึกของเหล็กเฟอร์ไรต์  $\alpha$ -Fe แบบ body-centered cubic (BCC) ก่อนทำไนไตรดิง และภายหลังทำไนไตรดิงที่อุณหภูมิที่เหมาะสมโครงสร้างผลึกของเหล็กจะมีโอกาสเปลี่ยนเป็นเหล็กไนไตรต์  $\gamma'$ - $Fe_4N$  แบบ face-centered cubic (FCC) และ  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  แบบ hexagonal-closed packed (HCP) ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของอะตอมไนโตรเจนที่แพร่เข้าไป

- ชั้นสารประกอบ

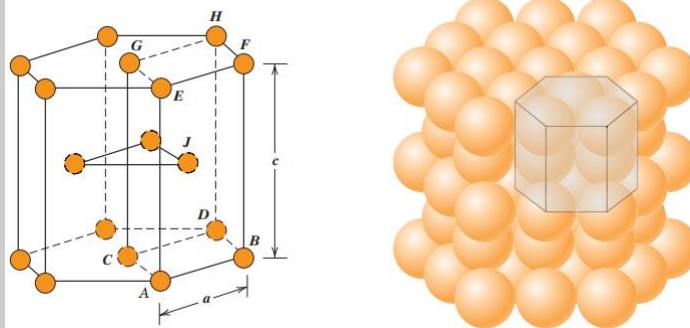
ชั้นสารประกอบเป็นชั้นบนสุดดังแสดงตามภาพประกอบที่ 2.2 ความหนาของชั้นบนสุดนี้ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบทางเคมี เช่น ในกรณีของเหล็กกล้าคาร์บอนธรรมดา ชั้นสารประกอบจะหนากว่าเมื่อเทียบกับโลหะผสม ชั้นสารประกอบส่วนใหญ่ประกอบด้วยเหล็กไนไตรต์สองตัวคือ  $\gamma'$ - $Fe_4N$  และ  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  ในพื้นผิวที่มีปริมาณไนโตรเจนสูง การก่อตัวของ  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  จะถูกเร่งให้เร็วขึ้นอย่างไรก็ตามเมื่อความลึกจากพื้นผิวลงไปยังแกนกลางของชิ้นงานเพิ่มขึ้น เฟส  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  จะถูกแทนที่ด้วย  $\gamma'$ - $Fe_4N$  ทำให้สัดส่วนของเฟส  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  ลดลง ซึ่งชั้นสารประกอบที่มีสัดส่วนเฟส  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  มากกว่าจะทำให้พื้นผิวมีความแข็ง แต่จะมีความต้านทานแรงกระแทกน้อย เนื่องจากเฟส  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  มีความเค้นสูง ในการใช้งานบางประเภทจึงต้องมีการควบคุมความหนาของชั้นสารประกอบ



(ก) โครงสร้างผลึกแบบ body-centered cubic (BCC) ของเหล็ก ( $\alpha$ -Fe เรียกว่า ferrite)



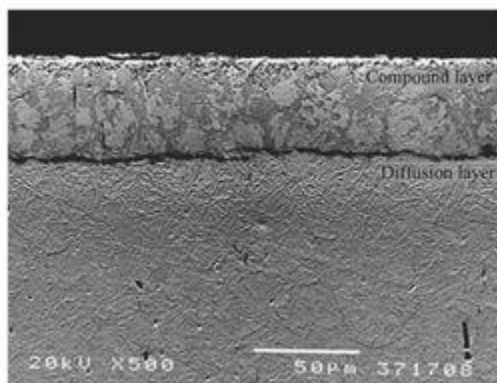
(ข) โครงสร้างผลึกแบบ face-centered cubic (FCC) ของเหล็กไนไตรด์ ( $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N)



(ค) โครงสร้างผลึกแบบ hexagonal-closed packed (HCP) ของเหล็กไนไตรด์ ( $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N)

ภาพประกอบที่ 2.1 เปรียบเทียบโครงสร้างผลึกของ (ก) เหล็ก  $\alpha$ -Fe (ข) ของเหล็กไนไตรด์  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N และ (ค)  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N ที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการไนไตรดิง [19]

พหุ ม ปณ ทั โด ช ๖



ภาพประกอบที่ 2.2 โครงสร้างชั้นผิวของชิ้นงาน D2 หลังการทำพลาสมาไนโตรดิง [20]

- ชั้นการแพร่

ชั้นการแพร่จะอยู่ถัดลงมาจากชั้นสารประกอบ โดยไนโตรเจนจะแพร่กระจายเข้าสู่ด้านใน และรวมตัวกับโลหะผสมก่อตัวเป็นชั้นโลหะไนไตรด์ที่ส่วนใหญ่ประกอบด้วยเฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ในกรณีที่เหล็กกล้ามีส่วนผสมของโครเมียม อาจเกิดเฟส CrN ผสมอยู่ด้วย บทบาทของชั้นการแพร่มีความสำคัญอย่างยิ่งในการเพิ่มความแข็ง เพิ่มความต้านทานความล้าของชิ้นงาน และทำให้อายุการใช้งานของชิ้นงานยาวนานขึ้น ความแข็งที่เพิ่มขึ้นของเหล็กไนไตรด์เป็นผลมาจากการมีอยู่และการกระจายตัวของเฟสไนไตรด์โลหะผสม โดยทั่วไปแล้ว การทำไนโตรดิงใช้ได้กับเหล็กกล้าหลายประเภท เช่น เหล็กกล้าคาร์บอน เหล็กกล้าโลหะผสมต่ำ เหล็กกล้าเครื่องมือ และเหล็กกล้าไร้สนิม องค์ประกอบที่ก่อให้เกิดไนไตรด์ที่แข็งแรงซึ่งก่อให้เกิดชั้นไนไตรด์ที่เสถียร ได้แก่ Al, Cr, V, W และ Mo แต่ยังมีข้อจำกัดที่สำคัญเกี่ยวกับปริมาณคาร์บอนในเหล็กที่จะทำไนโตรดิง ซึ่งไม่ควรเกิน 0.5 % เนื่องจากอะตอมของคาร์บอนสามารถสร้างพันธะกับอะตอมของโครเมียมที่อุณหภูมิสูง จึงมีโอกาที่จะเกิดเฟสโครเมียมคาร์ไบด์เพิ่มขึ้นและลดการก่อตัวของเหล็กไนไตรด์ [21]

## 2.4 การทำพลาสมาไนโตรดิง

ไนโตรดิงเป็นกระบวนการปรับปรุงพื้นผิวชนิดหนึ่งเพื่อให้ทนทานต่อการสึกหรอและทนทานต่อความเค้นในขณะเสียดสี (dynamic stresses) โดยเป็นการให้ไนโตรเจนแพร่เข้าไปทำปฏิกิริยากับสารประกอบ (alloys) ของธาตุโลหะหลักของโลหะนั้น ๆ ที่บริเวณผิวของโลหะ ซึ่งจะทำให้ผิวมีความแข็งเพิ่มมากขึ้น ชั้นโลหะไนไตรด์จะทำให้พื้นผิวของชิ้นงานมีแข็งประมาณ 1050-1100 HV ที่ความลึก 250-900  $\mu\text{m}$  โดยการทำไนโตรดิงมักจะนำมาเพิ่มความแข็งที่ผิวให้กับชิ้นงานโลหะที่ผ่านการขึ้นรูปมาแล้ว เพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับเหล็กกล้าชนิดต่าง ๆ วิธีการทำไนโตรดิงจะทำในช่วงอุณหภูมิที่

ไม่สูงมากนัก (ประมาณ 450-600 °C) ซึ่งยังไม่ถึงอุณหภูมิที่จะทำให้เหล็กกล้าเปลี่ยนโครงสร้างเป็นเฟสออสเทนไนต์ (austenite) ทำให้สามารถลดปัญหาด้านการงอและโค้งตัวระหว่างกระบวนการได้

#### 2.4.1 เทคนิคการไนไตรดิง

- แก๊สไนไตรดิง (gaseous nitriding)

เทคนิคนี้ใช้แก๊สแอมโมเนีย (NH<sub>3</sub>) ซึ่งเทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ใช้กันแพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากอุปกรณ์ภายในกระบวนการมีราคาไม่แพง แต่เทคนิคนี้ใช้เวลาในการปรับปรุงพื้นผิวงาน ในบางชิ้นงานอาจนานถึง 120 ชั่วโมง ทำให้ต้องสูญเสียพลังงานความร้อนและแก๊สในปริมาณมาก ซึ่งเทคนิคนี้สามารถควบคุมโครงสร้างได้ยาก อุณหภูมิในการทำแก๊สไนไตรดิงจะอยู่ระหว่าง 500–565 °C และต่ำกว่า Ac<sub>1</sub> (อุณหภูมิการเกิดออสเทนไนต์สำหรับเหล็กกล้าเฟอร์ริติก) ก่อนที่จะถึงอุณหภูมิ 150 °C ควรปั๊มอากาศที่มีอยู่ในเตาเผาออก เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชันกับชิ้นงาน แก๊สแอมโมเนียแห้งจะถูกฉีดเข้าไปในเตาเผาและเกิดการแตกตัวตามสมการ 2.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อแก๊สแอมโมเนียเกิดการแตกตัวแล้ว จะได้โมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนและแก๊สไฮโดรเจน



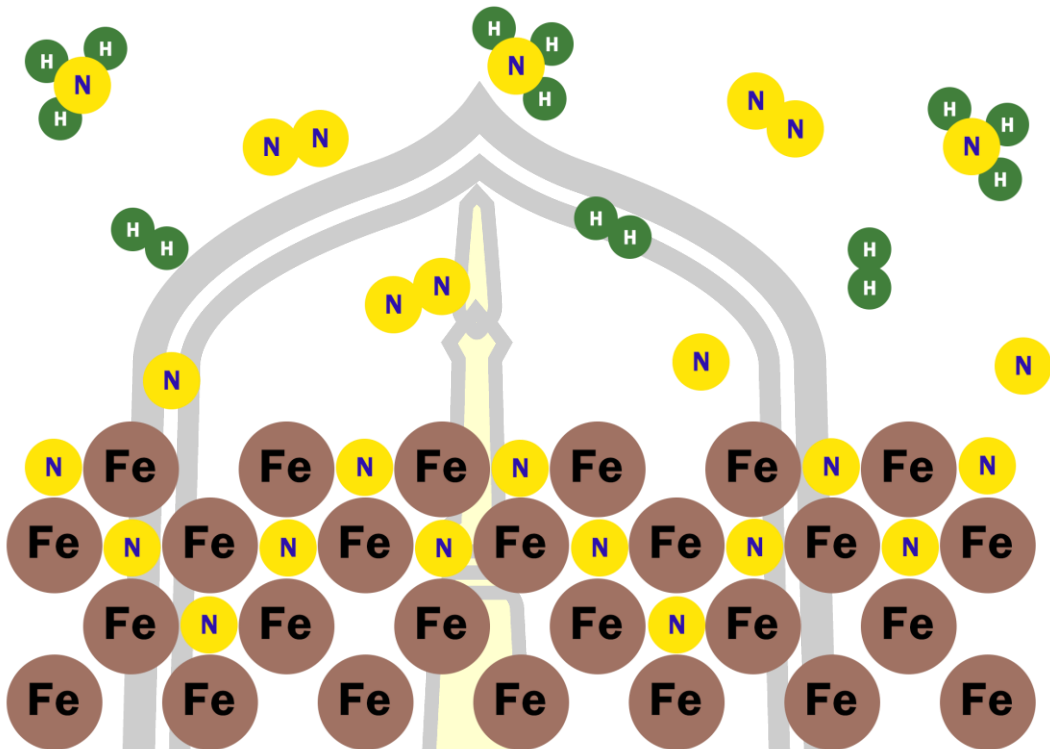
เมื่อแก๊สแอมโมเนียเกิดการแตกตัว จะได้ไนโตรเจนที่อยู่ในรูปของอะตอม ดังนั้นจึงสามารถแพร่เข้าสู่พื้นผิวของชิ้นงาน ตามภาพประกอบที่ 2.3 และก่อตัวเป็นเฟสไนไตรต์ โดยการทำแก๊สไนไตรดิงทำได้ 2 วิธี คือ

1. วิธีขั้นตอนเดียว (Single-Stage Method)

ในขั้นตอนนี้ อุณหภูมิจะอยู่ที่ 500–530 °C และการแยกตัวของแอมโมเนียจะอยู่ระหว่าง 15 ถึง 30 % ความหนาของชั้นสารประกอบประมาณ 50 μm ส่งผลให้พื้นผิวมีความแข็งแต่เปราะ

2. วิธีสองขั้นตอน (Two-Stage Method)

วิธีการนี้เรียกว่า “กระบวนการลอยน้ำ” จะดำเนินการที่อุณหภูมิประมาณ 500–510 °C ใน 15–20 ชั่วโมงแรก หลังจากนั้น อุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นเป็น 550 °C สำหรับรอบการทำงานที่เหลือ ระดับการแยกตัวของแอมโมเนียอยู่ระหว่าง 65 ถึง 85 % ข้อได้เปรียบที่สำคัญของกระบวนการนี้คือการลดความหนาของชั้นสารประกอบ



ภาพประกอบที่ 2.3 การแยกตัวของแอมโมเนียและการดูดซับไนโตรเจนบนพื้นผิวของเหล็ก

- อ่างเกลือไนไตรดิง (salt-bath nitriding)

เทคนิคนี้ไม่นิยมใช้ในปัจจุบัน เนื่องจากในหลายประเทศมีกฎหมายห้ามใช้สารเคมีที่ทำลายธรรมชาติและสภาพแวดล้อม อีกทั้งกระบวนการนี้ยังสิ้นเปลืองพลังงานสูง ปัจจุบันหลายประเทศจึงหาเทคนิคใหม่มาใช้แทน กระบวนการนี้เกิดขึ้นในอ่างเกลือหลอมเหลว (molten salt bath) ชิ้นงานที่จะทำไนไตรดิงจะต้องจุ่มลงในอ่างเกลือที่มีส่วนผสมของ NaCN 60-70 % และ KCN 30-40 % นอกจากนี้ยังมีคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) และไซยาเนต ( $\text{NaCNO}$ ) ที่อุณหภูมิ 510–580 °C เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ต่ำ การแพร่กระจายของไนโตรเจนจึงเร็วกว่าคาร์บอน ดังนั้นจึงไม่เกิดคาร์บูไรซิง (carburizing) ขึ้น อ่างเกลือควรบ่มก่อนใช้งาน การกระทำนี้ส่งผลให้ปริมาณไซยาไนด์และคาร์บอเนตลดลง และคุณสมบัติของชั้นไนไตรด์ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนไซยาไนด์ต่อไซยาเนตและปริมาณของไซยาเนตที่มีอยู่ในอ่าง ปริมาณของไซยาเนตที่เหมาะสมควรอยู่ที่ประมาณ 45% ซึ่งสามารถทำได้โดยการบ่มในอ่างเกลือเป็นเวลา 12 ชั่วโมง การทำไนไตรดิงมักทำในช่วงอุณหภูมิ 540–595 °C และระยะเวลาในการนำชิ้นงานแช่ในอ่างเกลือประมาณ 2-4 ชั่วโมง [22] โดยของเหลวในอ่างเกลือจะปล่อยคาร์บอนและไนโตรเจนออกมา ดังสมการต่อไปนี้





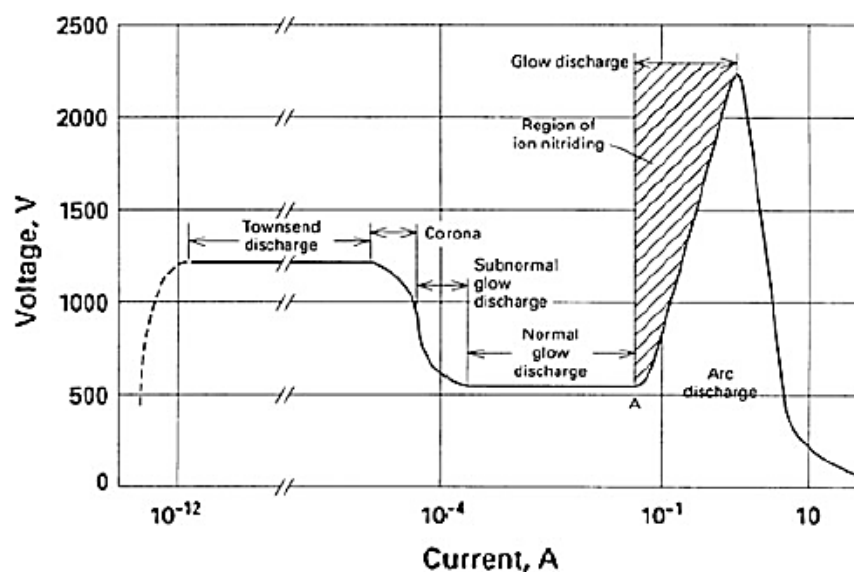
- พลาสมาไนไตรดิง (plasma nitriding)

พลาสมา คือ สถานะที่ 4 ของสสาร ที่เกิดจากการไอออไนซ์ (Ionization) ของแก๊ส ทำให้เกิดสปีชีส์ขึ้นหลายชนิด เช่น ไอออน อิเล็กตรอน และเรดิคัล (radical) ซึ่งนอกจากการใช้ความร้อนทำให้เกิดเป็นพลาสมานั้น ยังมีการเหนี่ยวนำให้เกิดสถานะพลาสมาอีกหลายวิธี เช่น การใช้สนามแม่เหล็กไฟฟ้าแรงสูง เป็นต้น ในช่วงเริ่มแรกมีการนำมาใช้กับเตาผนังเย็นและเตาผนังร้อน ซึ่งพลาสมาไนไตรดิงมีจุดเด่น คือ ใช้ระยะเวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิงสั้น และใช้พลังงานในกระบวนการน้อย มีชั้นผิวและโครงสร้างที่ดี เทคนิคนี้มีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม เพราะไม่มีการปลดปล่อยของเสียที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม สถานะของพลาสมาจะมีส่วนช่วยเพิ่มการแตกตัวของแก๊สไนโตรเจน ทำให้มีสัดส่วนของอะตอมไนโตรเจนที่จะสามารถแพร่เข้าไปในผิวของเหล็กมากขึ้น นอกจากนี้การระดมชนของไอออน (ion bombardment) กับชิ้นงานในพลาสมายังมีส่วนช่วยทำให้เกิดความร้อน (self heating) ที่ผิวชิ้นงานมากขึ้น ซึ่งจะทำให้กระบวนการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนมีความไวขึ้น มีช่วงอุณหภูมิในการทำที่กว้างขึ้น ซึ่งจะส่งผลต่อต้นทุนที่ต่ำลงด้วย แต่อย่างไรก็ตาม เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ถูกต้องอาศัยความรู้และประสบการณ์สูง [16], [19], [23], [24], [25], [26]

#### 2.4.2 กลไกของพลาสมาไนไตรดิง

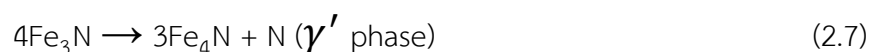
พลาสมาถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในการบำบัดพื้นผิวจำนวนมาก เช่น การพ่น การสะสมไอ ไนไตรต์ ฯลฯ พลาสมาเกิดขึ้นจากการแตกตัวเป็นไอออนของอะตอมของก๊าซโดยความร้อน การแผ่รังสี หรือการปล่อยประจุไฟฟ้า ในความเป็นจริง พลาสมาเป็นก๊าซนำไฟฟ้าซึ่งประกอบด้วยสัดส่วนที่ประเมินได้ของอนุภาคที่มีประจุ ในพลาสมาไนไตรดิงธาตุไนโตรเจนจะถูกนำไปใช้กับพื้นผิวของชิ้นงานเพื่อการแพร่กระจายเข้าสู่โลหะในภายหลังพลังงานไฟฟ้าแรงสูงจะก่อตัวเป็นพลาสมา ซึ่งอะตอมไนโตรเจนจะถูกเร่งให้ชนกับชิ้นงาน การระดมยิงด้วยไอออนจะทำให้ชิ้นงานร้อน ทำความสะอาดพื้นผิว และให้ไนโตรเจนแบบแอคทีฟ เมื่อใช้แรงดันไฟฟ้าต่ำจะสร้างกระแสไฟฟ้าที่อ่อน กระแสเริ่มต้นนี้จะคงที่เมื่อแรงดันไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเกินค่าที่กำหนด กระแสไฟฟ้าจะทำให้อิเล็กตรอนจากอะตอมของแก๊สภายในห้องสุญญากาศหลุดออกจากเปลือกนอกของอิเล็กตรอนที่ไหลเวียนรอบนิวเคลียสของอะตอม อิเล็กตรอนที่ปล่อยออกมาเหล่านี้จะถูกเร่งไปยังอิเล็กโทรดแคโทด และส่งผลกระทบต่ออิเล็กตรอนอื่น ๆ และทำให้มันถูกเร่งในลักษณะคล้ายลูกโซ่ นอกจากนี้ อิเล็กตรอนที่มีพลังงานจลน์บางตัวยังกระหน่ำโจมตีพื้นผิวขั้วบวก และทำให้อิเล็กตรอนออกจากพื้นผิวและชนกับอิเล็กตรอนตัวอื่น ดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.4 ความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้นอย่างกะทันหัน

เกิดขึ้นในภูมิภาคนี้ เรียกว่า "การปล่อยทาวนด์เซนด" ค่าที่เหมาะสมสำหรับแรงดันไฟฟ้าและความหนาแน่นของกระแสสำหรับพลาสมาไนโตรดิง เรียกว่า "Glow discharge" จะแสดงอยู่ในภาพประกอบที่ 2.4 เพื่อจุดประสงค์นี้ ควรสร้างกระแสพลาสมาที่สม่ำเสมอซึ่งจะเป็นไปตามรูปร่างและรูปทรงทางเรขาคณิตของชิ้นงาน อาจเกิดการปล่อยส่วนโค้งและนำไปสู่การไหม้และความเสียหายของพื้นผิว



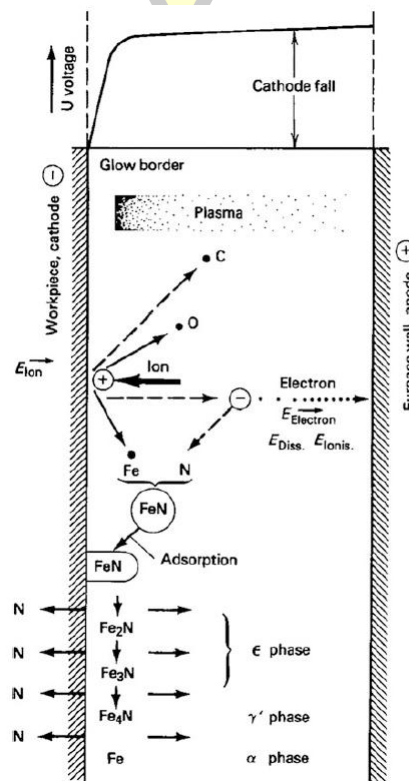
ภาพประกอบที่ 2.4 ลักษณะเฉพาะตัวของแรงดันไฟฟ้ากับกระแสไฟฟ้าในระหว่างการเกิดพลาสมา รูปแบบต่าง ๆ [27]

กระบวนการนี้จะเริ่มจากการที่ไอออนของไนโตรเจนที่มี พลังงานจลน์สูงวิ่งเข้าชนกับพื้นผิวเหล็ก ทำให้อะตอมของเหล็กหลุดออก (sputter) จากผิวชิ้นงานและรวมตัวกับอะตอมไนโตรเจนในทันทีปฏิกิริยาของอะตอมไนโตรเจนกับเหล็กที่หลุดออกมาจากผิวชิ้นงาน ส่งผลให้เกิดการก่อตัวของ FeN ซึ่งเป็นเฟสไนโตรดิงนี้ไม่มีความเสถียรและถูกเปลี่ยนแปลงเป็นเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N และ  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ดังสมการที่ 2.4 -2.8 ซึ่งทำให้หลงเหลืออะตอมไนโตรเจนเพียงอะตอมเดียว





และอะตอมของไนโตรเจนนี้จะเกิดการกระบวนกรแพร่แบบแทรก (interstitial diffusion) ดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.5 โดยจะละลายผ่านเกรนเข้าไปในเนื้อชิ้นงานกลายเป็นลักษณะชั้นไนไตรต์ แต่ถ้าหากที่ผิวมีความหนาแน่นของไนโตรเจนมากเกินไปจะทำให้อะตอมไนโตรเจนละลายลงไปไม่หมด และฟอร์มตัวเป็นชั้นสารประกอบขึ้น



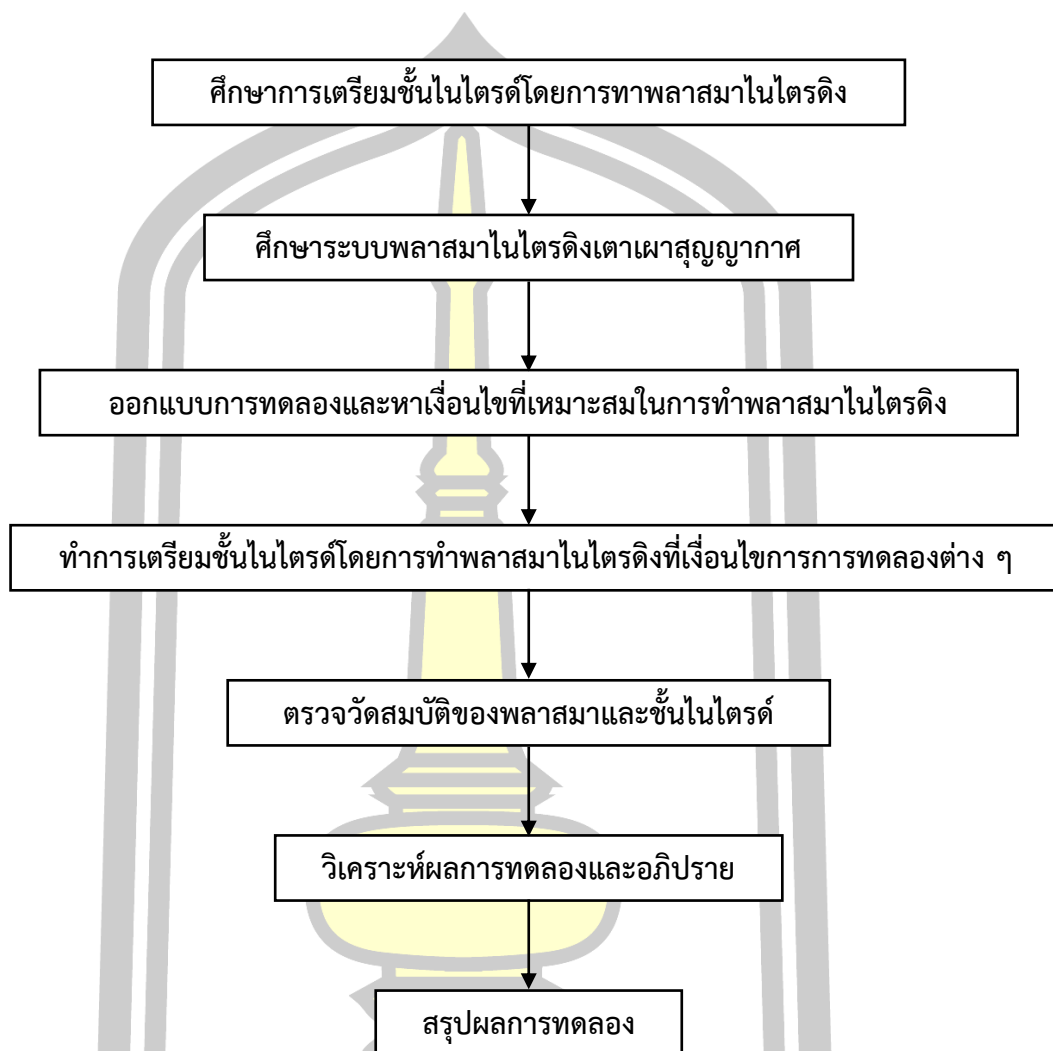
ภาพประกอบที่ 2.5 การแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ระหว่างกระบวนการทำพลาสมาไนไตรดิง [21]

ตัวแปรที่สำคัญที่ใช้ทำให้แก๊สแตกตัวเป็นพลาสมาและมีผลต่อโครงสร้างของชั้นไนไตรต์ คือ ส่วนผสมของแก๊ส ปกติที่ใช้สำหรับพลาสมาไนไตรดิง คือ  $\text{N}_2 25\% + \text{H}_2 75\%$  การเพิ่มสัดส่วนแก๊สไนโตรเจนส่งผลให้ชั้นสารประกอบหนาขึ้น และอุณหภูมิของชิ้นงาน มีบทบาทสำคัญในกลไกของชั้นสารประกอบและชั้นการแพร่ และควรอยู่ในช่วง  $350\text{--}580\text{ }^\circ\text{C}$  สำหรับเหล็กอัลลอยด์ อุณหภูมิที่ต้องการจะต่ำกว่าเหล็กกล้าคาร์บอน

### บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมชั้นไนไตรด์เพื่อเพิ่มความแข็งเชิงผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ด้วยการพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งสามารถอธิบายขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยได้ ดังนี้

1. ศึกษาการเตรียมชั้นไนไตรด์โดยการพลาสมาไนไตรดิง
  2. ศึกษากระบวนการพลาสมาไนไตรดิงแอมเบอร์สุญญากาศ
    - 2.1) ออกแบบระบบพลาสมาไนไตรดิงแอมเบอร์สุญญากาศ
    - 2.2) ติดตั้งและทดสอบระบบพลาสมาไนไตรดิงแอมเบอร์สุญญากาศ
  3. ออกแบบการทดลองและหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการทำพลาสมาไนไตรดิง
  4. ทำการเตรียมชั้นไนไตรด์โดยการพลาสมาไนไตรดิงที่เงื่อนไขการทดลองต่าง ๆ
  5. ตรวจสอบสมบัติของพลาสมาและชั้นไนไตรด์ ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้
    1. ตรวจสอบวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนไตรด์ โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)
    2. ตรวจสอบวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก โดยใช้เทคนิคนาโนอินเดนเตชัน (Nanoindentation) โหมด Enhanced Stiffness Procedure (ESP)
    3. ตรวจสอบวิเคราะห์ความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vicker microhardness)
    4. ตรวจสอบวิเคราะห์ความหนาของชั้นไนไตรด์ที่แพร่เข้าไปในผิวของชิ้นงาน โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนใช้แสง (Optical microscopy, OM)
    5. ตรวจสอบวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุตามความลึก โดยใช้เทคนิค Glow discharge optical emission spectroscopy (GD-OES)
    6. ตรวจสอบวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานและความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงาน โดยใช้เทคนิค Pin-on Disk ร่วมกับเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ
  6. วิเคราะห์ผลการทดลองและอภิปราย
  7. สรุปผลการทดลอง
- โดยขั้นตอนการดำเนินการวิจัยสามารถแสดงได้ดังภาพประกอบที่ 3.1



ภาพประกอบที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

### 3.1 วิธีการเตรียมชิ้นงาน

ชิ้นงานที่นำมาทำการทดลองเป็นชิ้นงานที่ผ่านการชุบแข็งด้วยน้ำมัน (oil quenching) เนื่องจากชิ้นงานเป็นวัสดุประเภทเหล็กกล้า ในกระบวนการทำความสะอาดด้วยสารละลาย (wet cleaning) จึงหลีกเลี่ยงไม่ให้ออกซิเจนสัมผัสกับน้ำ เพื่อลดโอกาสที่ผิวเหล็กจะทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนและความชื้นเกิดเป็นสารประกอบประเภทไฮดรอกไซด์ (hydrated ferric oxide:  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) หรือสนิมเหล็ก รวมไปถึงอาจมีสารปนเปื้อน (contaminants) ต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นคราบไขมันจากมือสัมผัส คราบไขมันจากกระบวนการขึ้นรูป รวมไปถึงเศษอนุภาคนาโนขนาดเล็กจาก

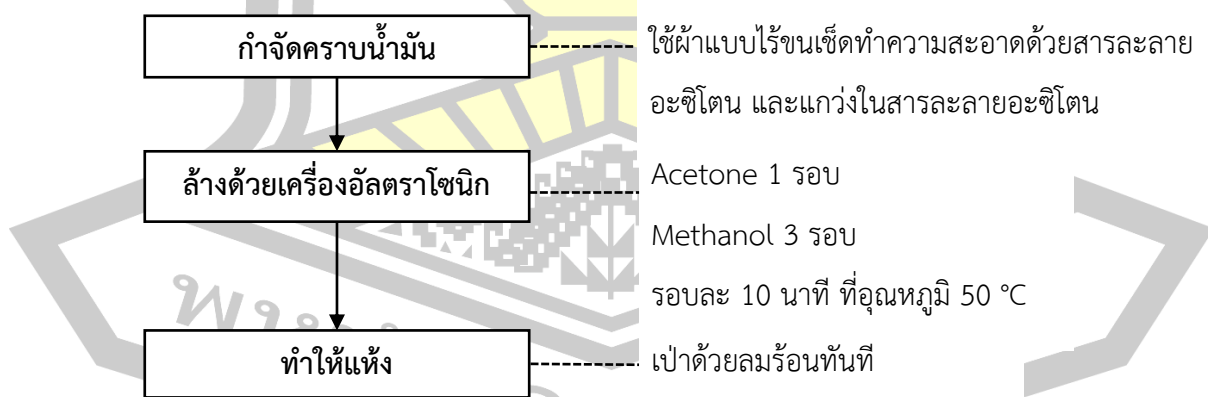
สิ่งแวดล้อมโดยรอบ ซึ่งชั้นออกไซด์และสารปนเปื้อนเหล่านี้เป็นปัจจัยที่สำคัญต่อที่สามารถยับยั้งการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ดังนั้นก่อนที่จะนำชิ้นงานเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศเพื่อเริ่มกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง ต้องผ่านกระบวนการทำความสะอาดเบื้องต้นด้วยสารละลายก่อน เพื่อกำจัดกำจัดคราบน้ำมันจากการชุบแข็งเหล่านี้ ออก ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. สวมถุงมือไนไตรล์ (nitrile หรือน้ำยาสั่งเคราะห์แบบไม่มีแป้ง) ก่อนทำการล้างหรือจับชิ้นงาน เพื่อป้องกันสารเคมีหรือไขมันจากมือติดบนชิ้นงาน จากนั้นกำจัดคราบน้ำมันจากการชุบแข็งโดยใช้ผ้าแบบไร้ขน (cleanroom wipes) เช็ดทำความสะอาดด้วยสารละลายอะซิโตน และแกว่งในสารละลายอะซิโตน

2. ล้างด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic cleaner) อันดับแรกจะสั่นในสารละลายอะซิโตนเป็นเวลา 10 นาที ต่อด้วยสั่นในสารละลายเมทานอล 3 ครั้ง ครั้งละ 10 นาที โดยที่ให้ความร้อนขณะสั่นที่ 50 °C

3. จากขั้นตอนที่ 2 เพื่อป้องกันการเกิดออกไซด์จากการสัมผัสกับอากาศนานเกินไป เมื่อครบเวลาให้นำชิ้นงานออกจากสารละลายเมทานอลและเป่าด้วยลมร้อนทันที

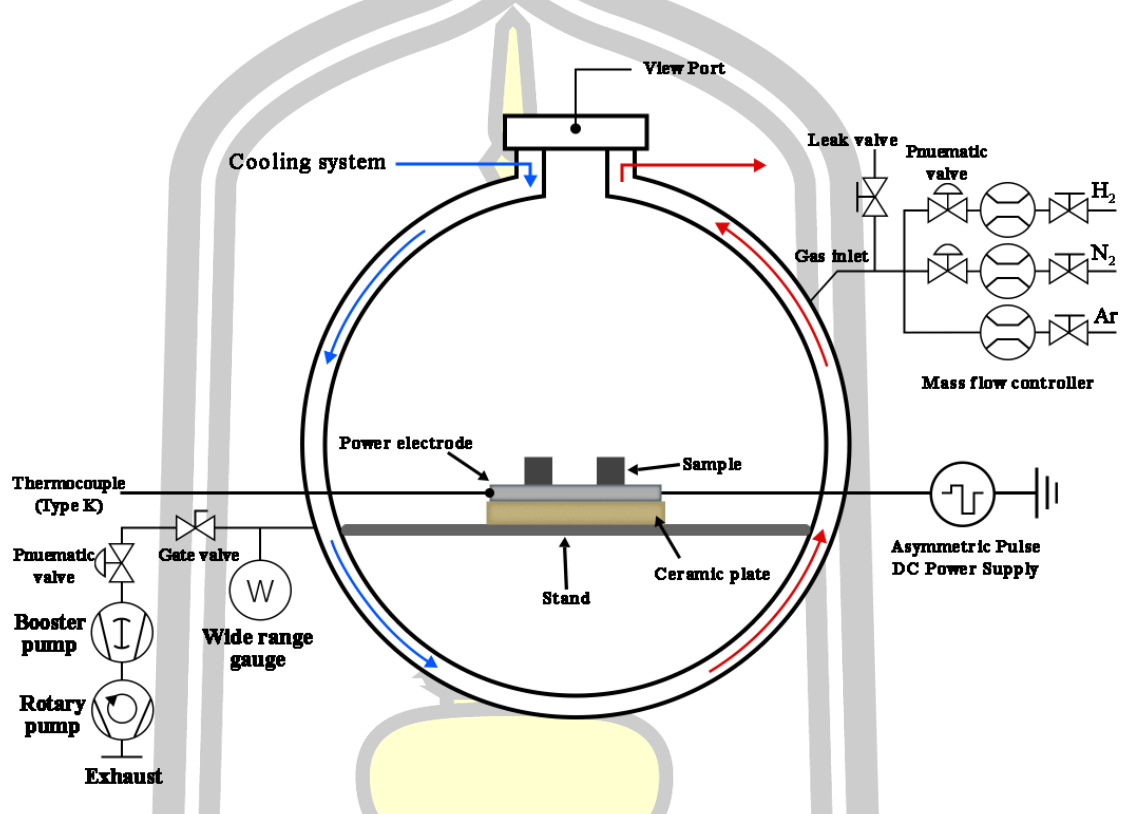
หลังจากผ่านการทำความสะอาดด้วยสารละลายแล้วชิ้นงานจะถูกนำเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศเพื่อทำการทำความสะอาดผิวหน้าและชั้นออกไซด์อีกครั้งด้วยพลาสมาไฮโดรเจน (H<sub>2</sub> plasma cleaning) และพลาสมาอาร์กอน (Ar plasma cleaning) ก่อนที่จะเริ่มกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง



ภาพประกอบที่ 3.2 ขั้นตอนการทำความสะอาดเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็นด้วยสารละลาย

### 3.2 การติดตั้งระบบพลาสมาไนโตรดิง

ภาพประกอบที่ 3.3 แสดงแผนผังของระบบพลาสมาไนโตรดิง ซึ่งประกอบด้วยภาชนะสุญญากาศทรงกระบอกเล็ก 0.66 เมตร รัศมี 0.66 เมตร ความจุ 0.9 ลูกบาศก์เมตร ระบบน้ำหล่อเย็น



ภาพประกอบที่ 3.3 แผนผังระบบพลาสมาไนโตรดิง

(cooling water) โดยรอบภาชนะสุญญากาศและสามารถควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ 22-25 °C ตลอดช่วงที่ทำการทดลอง ทำให้ภายในภาชนะมีสถานะสุญญากาศด้วยปั๊มโรตารี (rotary pump: Edward, EH250 PFPE 50 Hz) เนื่องจากภาชนะสุญญากาศมีขนาดใหญ่จึงต้องมีปั๊มบูสเตอร์ (booster pump: Edward, E2M40 PFPE) ช่วยดูดอากาศ โดยค่าความดันภายในภาชนะสุญญากาศถูกอ่านด้วย Wide-range gauge (PFEIFFER VACUUM, PKR 361) ที่สามารถอ่านค่าความดันได้ในช่วง  $1 \times 10^{-9}$  ถึง 1 Pa ซึ่งบริเวณระหว่างปั๊มโรตารีและปั๊มบูสเตอร์ถูกกั้นด้วย Angle valve และควบคุมความดันภายในภาชนะสุญญากาศโดยการปรับพื้นที่ภาคตัดขวางของท่อผ่าน Gate valve ระบบควบคุมอัตราการไหล (mass flow controller: MFC) ด้วยชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน MKS instrument รุ่น GV50A013103GMV020 มีอัตราการไหลสูงสุด 1,000 sccm, ชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจน MKS instrument รุ่น GFO 40 มีอัตราการไหลสูงสุด 500 sccm และชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน Yamatake Corporation รุ่น CMQ-V MQV9500BSSN0000

มีอัตราการไหลสูงสุด 500 sccm เครื่องพีเอ็กซ์ไอ (PXI) พร้อมโปรแกรมแลปวิว (LabVIEW program) รุ่น NI PXI – 1042 8 – Slot CHASSIS เป็นโมดูลที่ใช้ในการควบคุมระบบต่าง ๆ ในการอ่านค่าอุณหภูมิใช้ชุดวัดอุณหภูมิชนิดเค (K-type thermocouple) Mizumi สามารถวัดอุณหภูมิได้ในช่วง  $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ถึง  $+1350\text{ }^{\circ}\text{C}$  หัววัดอุณหภูมิถูกหุ้มด้วยเซรามิก เพื่อป้องกันการถูกรบกวนจากแหล่งจ่ายไฟที่ใช้ในการจุดพลาสมา ในขณะที่ขั้วไฟฟ้าที่ใช้จุดพลาสมาซึ่งต่อไปนี้จะเรียกว่า ขั้วกำลัง (Power electrode) ได้รับความกำลังไฟมาจากแหล่งจ่ายไฟไบโพลาร์พัลส์แบบไม่สมมาตร (Asymmetric Bipolar pulse; Advanced Energy, Pinnacle Plus+) ซึ่งสามารถปรับความถี่ได้ในช่วง 0-250 kHz และให้แรงดันไฟฟ้าสูงสุด  $-800\text{ V}$  ชิ้นงานจะถูกติดตั้งบนขั้วกำลัง โดยแหล่งจ่ายไฟไบโพลาร์พัลส์ทำหน้าที่เป็นแหล่งพลังงานทำให้แก๊สแตกตัวเป็นพลาสมาในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง นอกจากนี้ยังช่วยให้ชิ้นงานมีอุณหภูมิสูงขึ้นเนื่องจากการชนของไอออนในพลาสมา

#### ขั้นตอนประกอบระบบพลาสมาไนไตรดิง

1. นำฐานรองติดตั้งในแชมเบอร์ ตามด้วยติดตั้งแผ่นเซรามิกเพื่อป้องกันการถูกรบกวนจากแหล่งจ่ายไฟที่ใช้ในการจุดพลาสมา
2. ติดตั้งขั้วกำลัง และเสียบหัววัดเทอร์โมคัปเปิลที่หุ้มด้วยเซรามิกในขั้วกำลัง
3. ดูดฝุ่นและเช็ดทำความสะอาดภายในระบบสุญญากาศโดยใช้ผ้าไร้ขนและสารละลายเมทานอล
4. ใช้มัลติมิเตอร์ตรวจสอบขั้วกราวด์และขั้วกำลังว่าช็อตกันหรือไม่
5. นำชิ้นงานวางบนขั้วกำลังที่ใช้ในการจุดพลาสมา
6. ปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

### 3.3 การทำพลาสมาไนไตรดิง

#### ขั้นตอนการเปิดระบบสุญญากาศ

1. เปิดระบบน้ำหล่อเย็น โดยตั้งอุณหภูมิไว้ที่  $22\text{ }^{\circ}\text{C}$
2. เปิดปั๊มลม ที่ใช้สำหรับควบคุมการเปิด-ปิดของนิวมาติกวาล์ว (Pneumatic valve) ของระบบ
3. เปิดหน้าจอคอมพิวเตอร์และเปิดเครื่องพีเอ็กซ์ไอ (PXI controller) ซึ่งเป็นโมดูลที่ใช้ในการตรวจวัดและควบคุมระบบต่าง ๆ
4. ปิดวาล์วปล่อยอากาศ (leak valve) เพื่อไม่ให้อากาศภายนอกไหลเข้าภาชนะสุญญากาศ
5. เปิด Gate valve ให้สุด เพื่อให้ปั๊มสุญญากาศกับภาชนะสุญญากาศเชื่อมต่อกัน

6. ใช้โปรแกรมแลปวิวเพื่อ เปิด Angle valve
7. เปิด Rotary pump
8. เปิดเกจวัดความดันเพื่ออ่านค่าความดันจาก Wide-range gauge
9. ใช้โปรแกรมแลปวิวเพื่อเปิดวาล์ว Capacitance gauge เปิดวาล์วแก๊สไนโตรเจน และ แก๊สไฮโดรเจน
10. เพื่อไล่แก๊สที่หลงเหลืออยู่ภายในท่อแก๊สออกจากระบบให้หมด จึงต้องเชื่อมต่อท่อแก๊สกับภาชนะสุญญากาศเข้าด้วยกัน โดยการเปิดเครื่องควบคุมอัตราการไหลไปที่อัตราการไหลสูงสุด (500 sccm สำหรับแก๊สอาร์กอน, 1,000 sccm สำหรับแก๊สไนโตรเจน และ 500 sccm สำหรับแก๊สไฮโดรเจน) ในขณะที่ยังไม่ได้เปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส
11. รอประมาณ 20 นาที เพื่อให้ความดันลดลงเหลือประมาณ  $3 \times 10^{-2}$  torr จากนั้นเปิด Booster pump
12. รอให้ความดันลดลงเหลือประมาณ  $6 \times 10^{-3}$  torr จากนั้นใช้โปรแกรมแลปวิวเพื่อหยุดปิดการเชื่อมต่อระหว่างท่อแก๊สกับภาชนะสุญญากาศ โดยการกำหนดอัตราการไหลของทั้งหมดไปที่ 0 sccm
13. เปิดแหล่งจ่ายไฟที่ใช้จุดพลาสมา (จะต้องเชื่อมต่อเครื่อง Pinnacle plus กับ Adapter 110 V ก่อนเสมอ)

#### ขั้นตอนการทำความสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมา (plasma cleaning)

การทำความสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมาได้ใช้แก๊สอาร์กอนและไฮโดรเจนเป็นแก๊สตั้งต้น ชิ้นงานที่วางอยู่ที่ขั้วกำลังจะถูกกระตุ้นด้วยไอออนอาร์กอน ( $Ar^+$ ) ที่แตกตัวจากแก๊สอาร์กอน กระบวนการนี้สามารถกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่ในชิ้นงานและอยู่ในภาชนะสุญญากาศ และชิ้นงานจะถูกกระตุ้นด้วยไอออนไฮโดรเจน ( $H^+$ ) จากการแตกตัวของแก๊สไฮโดรเจน กระบวนการนี้สามารถทำให้อะตอมของออกซิเจนที่อยู่ในชั้นโลหะออกไซด์ (metal oxide) หลุดออกมาเป็นแก๊สออกมาจากผิว และถูกดูดออกไปผ่านปั๊มสุญญากาศ ดังสมการที่ 3.1 ดังนี้



โดยการทำความสะอาดผิวชิ้นงานด้วยพลาสมา มีขั้นตอนดังนี้

1. เปิดหัวถังแก๊สอาร์กอน และแก๊สไฮโดรเจน
2. จ่ายแก๊สอาร์กอนอัตราการไหล 500 sccm ที่เครื่อง mass flow controller
3. จ่ายแก๊สไฮโดรเจนอัตราการไหล 500 sccm ผ่านโปรแกรมแลปวิว
4. ปรับค่าตัวแปรที่แหล่งจ่ายไฟ (Pinnacle plus) โดยปรับความถี่เป็น 50 kHz ปรับค่า Duty cycle ไปที่ 20% โดยการปรับค่า  $t_{on} = 4 \mu s$

5. ในขั้นตอนของการทำความสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมา จำเป็นจะต้องใช้ความต่างศักย์สูง เพื่อเร่งให้อิออนพุ่งเข้าชนชิ้นงานด้วยพลังงานจลน์ที่มากพอ ในงานวิจัยนี้ใช้ความต่างศักย์  $-800\text{ V}$  โดยการควบคุมความดันให้มีค่าประมาณ  $0.2\text{ torr}$  และใช้โหมด power control โดยการปรับกำลังไฟฟ้าไปที่  $500\text{ W}$

6. ในขั้นตอนของการทำความสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมาจะใช้เวลาประมาณ 15 นาที จากนั้น ให้อัตราจ่ายกำลังไฟฟ้าโดยกด off ที่แหล่งจ่ายไฟ (Pinnacle plus)

### ขั้นตอนการอุ่นร้อนชิ้นงาน (preheating)

การอุ่นร้อนชิ้นงานคือการทำให้ชิ้นงานมีอุณหภูมิค่อยๆ สูงขึ้นไปจนถึงอุณหภูมิที่ใช้ในการทำพลาสมาไนโตรดิง ในขั้นตอนนี้ชิ้นงานจะเกิดการคายแก๊ส (degassing) และความชื้น ที่อาจจะขัดขวางการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนเข้าสู่ผิวชิ้นงานในขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิง และเพื่อไม่ให้อุณหภูมิของชิ้นงานเพิ่มขึ้นเร็วเกินไป ซึ่งอาจทำให้ชิ้นงานเกิดการแตกร้าวจากการขยายตัวที่เร็วเกินไป

1. เปลี่ยนโหมดเป็นควบคุมกระแสไฟฟ้า (current control) ที่เครื่อง Pinnacle plus จากนั้นปรับกระแสไฟฟ้าเป็น  $0.1\text{ A}$  และกด on เพื่อเริ่มจุดพลาสมาอีกครั้ง
2. ควบคุมความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ที่ประมาณ  $2\text{ torr}$  โดยการปรับลดพื้นที่หน้าตัดของ Gate valve เพื่อลดอัตราการสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ
3. ปรับกระแสไฟฟ้าเป็น  $0.8\text{ A}$  และรอให้อุณหภูมิตามเงื่อนไขการทดลองที่ต้องการแสดง ดังตารางที่ 3.1 จากนั้นกด off ที่เครื่อง Pinnacle plus
4. หยุดจ่ายแก๊สไฮโดรเจนอัตราการไหล  $0\text{ sccm}$  ผ่านโปรแกรมแลปวิว
5. หยุดจ่ายแก๊สอาร์กอน โดยควบคุมที่ mass flow controller
6. เปิด Gate valve ให้สุด

### ขั้นตอนการทำพลาสมาไนโตรดิง

ขั้นตอนนี้จะเริ่มขึ้นทันทีเมื่อเสร็จสิ้นขั้นตอนการอุ่นร้อนชิ้นงาน เพื่อรักษาอุณหภูมิให้คงที่

1. จ่ายแก๊สไนโตรเจน  $1,000\text{ sccm}$  และจ่ายแก๊สไฮโดรเจน  $500\text{ sccm}$
2. ควบคุมความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ระหว่าง  $2-5\text{ torr}$  โดยการปรับเพิ่ม-ลดพื้นที่หน้าตัดของ Gate valve
3. เปลี่ยนโหมดเป็นควบคุมกำลังไฟฟ้า (power control) ที่เครื่อง Pinnacle plus จากนั้นปรับกำลังไฟฟ้าเป็น  $100\text{ W}$  และกด on เพื่อเริ่มจุดพลาสมาอีกครั้ง
4. ปรับเพิ่มกำลังไฟฟ้า เพื่อให้อุณหภูมิของชิ้นงานอยู่ที่  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  ใช้ระยะเวลาในกระบวนการนี้ 240 นาที หรือ 4 ชั่วโมง

5. เมื่อกระบวนการพลาสมาไนไตรดิงครบ 4 ชั่วโมง กด off ที่เครื่อง Pinnacle plus
6. หยุดจ่ายแก๊สไฮโดรเจนก่อน จากนั้นจึงหยุดจ่ายแก๊สไนโตรเจน ผ่านโปรแกรมแลปวิว
7. ปลอ่ยให้ชิ้นงานเย็นตัวลงเข้าสู่อุณหภูมิห้องภายในภาชนะสุญญากาศ จึงนำชิ้นงานออกมาเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ต่อไป
8. สำหรับการทดลองในชุดที่ 1 ทำซ้ำในขั้นตอนที่ 1-7 แต่เปลี่ยนอุณหภูมิของชิ้นงานในขั้นตอนการทำพลาสมาไนไตรดิง ไปที่ 375 400 425 และ 450 °C ตามลำดับ
9. สำหรับการทดลองในชุดที่ 2 จะทำการทดลองคล้ายกับขั้นตอนที่ 1-7 แต่ใช้อุณหภูมิในการทำพลาสมาไนไตรดิงต่ำสุดที่ทำให้ชิ้นงานมีสมบัติเชิงกลและไตรโบโลยีที่ดีที่สุด และทำการเปลี่ยนเวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิงไปที่ 4 8 และ 12 ชั่วโมง ดังแสดงตามตารางที่ 3.1

#### ขั้นตอนการให้ชิ้นงานเย็นตัว

ขั้นตอนนี้จะให้ชิ้นงานเย็นตัวลงในภาชนะสุญญากาศ โดยปั๊มโรตารีและปั๊มบูสเตอร์ดูดอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ และระบบหล่อเย็นยังทำงาน จนกว่าชิ้นงานจะเย็นตัวลงโดยมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง โดยการเย็นตัวของชิ้นงานใช้เวลาประมาณ 10 ชั่วโมง โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. เปิด Gate valve ให้สุด และปลอ่ยให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างช้าๆ จนถึงอุณหภูมิห้องประมาณ 25 °C ซึ่งจะใช้เวลาเย็นตัวประมาณ 10 ชั่วโมง
2. เมื่อชิ้นงานเย็นตัวแล้วจะทำการปิดระบบน้ำหล่อเย็น
3. ปิดวาล์วแก๊สไฮโดรเจน แก๊สไนโตรเจน และปิดวาล์ว Capacitance gauge ผ่านโปรแกรมแลปวิว
4. ปิด Root pump ตามด้วยปิด Rotary pump จากนั้นเปิดวาล์วปลอ่ยอากาศ ให้ความดันจากภายนอกไหลเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ เพื่อปรับความดันให้เป็นความดันบรรยากาศก่อนเปิดฝาภาชนะสุญญากาศ จึงจะสามารถนำชิ้นงานออกจากภาชนะสุญญากาศได้
5. ปิด Angle valve ผ่านโปรแกรมแลปวิว และเปิดฝาภาชนะสุญญากาศและนำชิ้นงานออกมา
6. เมื่อจะเริ่มการทดลองใหม่ให้เริ่มการทดลองอีกครั้งตามขั้นตอนที่กล่าวมา เงื่อนไขการทดลองสรุปได้ตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง

ชุดการทดลอง	รหัส	N <sub>2</sub> flow rate (sccm)	H <sub>2</sub> flow rate (sccm)	Nitriding Temperature (°C)	Nitriding Time (h)
Control	Control	-	-	-	-
1	T350	1,000	500	350 °C	4
	T375	1,000	500	375 °C	4
	T400	1,000	500	400 °C	4
	T425	1,000	500	425 °C	4
	T450	1,000	500	450 °C	4
2	H100	1,000	100	400 °C	4
	H200	1,000	200	400 °C	4
	H300	1,000	300	400 °C	4
	H400	1,000	400	400 °C	4
	H500	1,000	500	400 °C	4
3	t4h	1,000	200	400 °C	4
	t8h	1,000	200	400 °C	8
	t12h	1,000	200	400 °C	12

### 3.4 ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์

ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงจะถูกเก็บไว้ภายในตู้ดูดความชื้นเพื่อลดโอกาสที่จะเกิดออกไซด์ที่ผิวของชิ้นงาน ก่อนนำไปตรวจวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเทคนิคต่างๆ ดังตาราง 3.2

ตารางที่ 3.2 เทคนิคการตรวจวิเคราะห์

เทคนิคการตรวจวิเคราะห์	วัตถุประสงค์
X-ray diffraction (XRD)	เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนไตรด์
Vicker microhardness	เพื่อวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวของชิ้นงาน
Nanoindentation โหมด Enhanced Stiffness Procedure (ESP)	เพื่อวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก
Optical microscopy (OM)	เพื่อวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานและความหนาของชั้นไนไตรด์
Glow discharge optical emission spectroscopy (GD-OES)	เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุตามความลึก
Pin-on Disk	เพื่อวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานและทดสอบความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงาน
เครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ	เพื่อวิเคราะห์ปริมาตรการสึกหรอ

#### 3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนไตรด์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่มีความสำคัญอย่างยิ่งในการศึกษาโครงสร้างผลึกของวัสดุ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในวัสดุประเภทเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น (Cold work tool steel) เทคนิคนี้ให้ข้อมูลที่มีความละเอียดสูงเกี่ยวกับโครงสร้างระดับอะตอมของวัสดุ ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงกับสมบัติทางกลและประสิทธิภาพการใช้งานของเหล็กกล้าประเภทนี้

รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01-10 นาโนเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับระยะห่างระหว่างอะตอมในโครงสร้างผลึกของวัสดุแข็ง เมื่อรังสีเอ็กซ์กระทบกับอะตอมในผลึก อิเล็กตรอนในอะตอมจะทำหน้าที่เป็นตัวกระเจิงคลื่น (scatterer) โดยการสั่นในความถี่เดียวกับคลื่นตกกระทบและปล่อยคลื่นทุติยภูมิออกมา

หลักการสำคัญของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ คือ ปรากฏการณ์แทรกสอดอย่างสร้างสรรค์ (constructive interference) ของคลื่นที่กระเจิงจากระนาบผลึกต่างๆ โดยเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law)

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (3.2)$$

โดยที่

- $n$  คือ ลำดับของการเลี้ยวเบน (order of diffraction) ซึ่งเป็นจำนวนเต็มบวก (โดยทั่วไปใช้  $n = 1$ )
- $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (หน่วย: นาโนเมตร)
- $d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (interplanar spacing) (หน่วย: นาโนเมตร)
- $\theta$  คือ มุมตกกระทบหรือมุมแบรกก์ (Bragg angle) วัดจากระนาบผลึก (หน่วย: องศา)

กฎของแบรกก์อธิบายว่า การแทรกสอดอย่างสร้างสรรค์จะเกิดขึ้นเมื่อผลต่างของระยะทางที่รังสีเดินทางจากระนาบผลึกที่อยู่ติดกันเท่ากับจำนวนเต็มเท่าของความยาวคลื่น

#### การเตรียมตัวอย่าง

การเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อความถูกต้องของผลการวิเคราะห์ XRD สำหรับเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างประกอบด้วย:

- การตัดชิ้นงานให้ได้ขนาดที่เหมาะสมกับเครื่อง XRD โดยระวังไม่ให้เกิดความร้อนสูงที่จะเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก
- การขัดผิวด้วยกระดาษทรายและผ้าขัดเพื่อให้ได้ผิวที่เรียบและสะอาด
- การกัดผิวด้วยสารละลายกรดที่เหมาะสม (etching) เพื่อกำจัดชั้นผิวที่อาจเกิดการเปลี่ยนแปลงจากการขัด
- การล้างทำความสะอาดและทำให้แห้งเพื่อป้องกันการเกิดออกไซด์บนผิว

#### องค์ประกอบของเครื่อง XRD

เครื่อง XRD พื้นฐานประกอบด้วยองค์ประกอบหลักดังนี้

- แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ (X-ray source): มักใช้หลอดรังสีเอ็กซ์ที่มีเป้า (target) เป็นทองแดง ( $\text{Cu K}\alpha$ ,  $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$ ) หรือโคบอลต์ ( $\text{Co K}\alpha$ ,  $\lambda = 0.17902 \text{ nm}$ ) สำหรับการวิเคราะห์เหล็กกล้า

- ตัวกรองหรือโมนโครเมเตอร์ (monochromator): ใช้เพื่อคัดเลือกรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นเดียว
- ระบบปรับมุมและการจัดวางตัวอย่าง (goniometer): ควบคุมมุมระหว่างแหล่งกำเนิดรังสีตัวอย่าง และตัวตรวจจับ
- ตัวตรวจจับรังสี (detector): บันทึกความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบน
- ระบบประมวลผลและซอฟต์แวร์วิเคราะห์: แปลงข้อมูลจากตัวตรวจจับเป็นแผนภูมิการเลี้ยวเบน

### วิธีการตรวจวัด

วิธีการตรวจวัดที่นิยมใช้สำหรับการวิเคราะห์เหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น ได้แก่

1. การสแกนแบบ  $\theta$ - $2\theta$  (Bragg-Brentano geometry): ตัวอย่างหมุนด้วยความเร็วมุม  $\theta$  ขณะที่ตัวตรวจจับหมุนด้วยความเร็วมุม  $2\theta$  เหมาะสำหรับการวิเคราะห์เฟสและโครงสร้างผลึกโดยทั่วไป
2. การสแกนแบบ grazing incidence (GIXRD): ใช้มุมตกกระทบต่ำและคงที่ เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ชั้นผิวบางๆ เช่น ชั้นผิวที่ผ่านการชุบแข็ง (case hardening) หรือการเคลือบผิว
3. การวิเคราะห์เนื้อ (texture analysis): ใช้สำหรับวิเคราะห์การจัดเรียงตัวของผลึกในทิศทางเฉพาะ ซึ่งสำคัญในการศึกษาเหล็กกล้าที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปเย็น

### การระบุเฟสและโครงสร้างผลึก

แผนภูมิ XRD จะแสดงพีค (peak) ที่ตำแหน่งมุม  $2\theta$  ต่างๆ โดยตำแหน่งของพีคสัมพันธ์กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d-spacing) ตามกฎของแบรกก์ สำหรับเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น สามารถระบุเฟสต่างๆ ได้ดังนี้

- เฟสเฟอร์ไรต์ ( $\alpha$ -Fe): โครงสร้างผลึกแบบ BCC (body-centered cubic) มีพีคหลักที่  $2\theta$  ประมาณ  $44.7^\circ$  (110),  $65.0^\circ$  (200), และ  $82.3^\circ$  (211) เมื่อใช้รังสี Cu  $K\alpha$
- เฟสออสเตไนต์ตกค้าง ( $\gamma$ -Fe): โครงสร้างผลึกแบบ FCC (face-centered cubic) มีพีคหลักที่  $2\theta$  ประมาณ  $43.6^\circ$  (111) และ  $50.8^\circ$  (200)
- เฟสมาร์เทนไซต์ ( $\alpha'$ -Fe): โครงสร้างผลึกแบบ BCT (body-centered tetragonal) มีพีคที่แยกออกจากพีคของเฟอร์ไรต์เล็กน้อย

- คาร์ไบด์ชนิดต่างๆ: เช่น M7C3, M23C6, MC, M6C โดยแต่ละชนิดมีรูปแบบการเลี้ยวเบนเฉพาะตัว

การระบุเฟสทำได้โดยเปรียบเทียบแผนภูมิ XRD ที่ได้จากฐานข้อมูลมาตรฐาน เช่น ฐานข้อมูล ICDD (International Centre for Diffraction Data) หรือ JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)

### การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

นอกจากการระบุชนิดของเฟสแล้ว XRD ยังสามารถใช้วิเคราะห์ปริมาณของเฟสต่างๆ ในเหล็กกล้าได้ โดยอาศัยหลักการที่ว่าความเข้มของพีคสัมพันธ์กับปริมาณของเฟสนั้นๆ วิธีที่นิยมใช้ได้แก่

- วิธีการเทียบอัตราส่วนความเข้มพีค (relative intensity ratio method)
- วิธี Rietveld refinement ซึ่งเป็นการวิเคราะห์โดยการสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ของแผนภูมิการเลี้ยวเบนและปรับค่าพารามิเตอร์จนกว่าแบบจำลองจะตรงกับข้อมูลจริง

สำหรับเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น การวิเคราะห์ปริมาณออสเตไนต์ตกค้าง (retained austenite) มีความสำคัญอย่างยิ่ง เนื่องจากมีผลต่อสมบัติทางกลและความเสถียรของชิ้นงาน โดยทั่วไปสามารถคำนวณได้จากอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของออสเตไนต์และมาร์เทนไซต์ [28], [29], [30]

### 3.4.2 การวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์

การวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vickers Microhardness Testing) เป็นวิธีการทดสอบที่มีความสำคัญในการศึกษาคุณสมบัติเชิงกลของวัสดุ โดยเฉพาะในระดับจุลภาค การทดสอบความแข็งวิธีนี้ได้รับการพัฒนาโดย Smith และ Sandland ในปี ค.ศ. 1925 และได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายในการวิเคราะห์วัสดุหลากหลายชนิด

การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์เป็นวิธีการวัดความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness) โดยใช้ เครื่อง Vicker hardness tester โมเดล 200HVS-5 หัวกดเพชรรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส กดลงบนชิ้นงาน ค่าความแข็งคำนวณได้จากอัตราส่วนระหว่างแรงกดต่อพื้นที่ในแนวตั้งฉากกับรอยกด ในการศึกษานี้ได้ทำการทดสอบความแข็งของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ทั้งก่อนและหลัง กระบวนการพลาสมาไนไตรดิง โดยใช้แรงกด 0.2 kgf (~ 2 N) ผ่านหัวกดเพชรที่มีมุมปลาย 136° การทดสอบดำเนินการโดยวัดค่าความแข็งที่ตำแหน่งต่างกัน 5 จุดบนชิ้นงานเดียวกัน แบ่งเป็นการวัดบริเวณผิวที่ผ่านการพลาสมาไนไตรดิง (Surface hardness) และบริเวณด้านหลังชิ้นงานซึ่งเป็น

บริเวณที่ไม่ได้เกิดการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ซึ่งจะถือว่าเป็นความแข็งเดิมของชิ้นงาน (Bulk hardness) จากนั้นทำการวัดขนาดของเส้นทแยงมุมของรอยกดเพื่อคำนวณค่าความแข็งเชิงผิว ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV) สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$HV = \frac{1.8544F}{d^2} \quad (3.3)$$

โดยที่

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (3.4)$$

$$HV = \frac{1.8544F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2} \quad (3.5)$$

โดยที่:

- F คือ แรงกดที่ใช้ (นิวตัน)
- d คือ ค่าเฉลี่ยของความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกด (มิลลิเมตร)
- 1.854 คือ ค่าคงที่ที่มาจากรูปทรงของหัวกด

และสามารถหาความลึกที่หัวกดสามารถกดจากผิวชิ้นงานลงไป จากสมการต่อไปนี้

$$h = \frac{d}{7} \quad (3.6)$$

$$h = \frac{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)}{7} \quad (3.7)$$

ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์มีหน่วยเป็น กิโลกรัมต่อตารางมิลลิเมตร (kg/mm<sup>2</sup>) หรือนิยมใช้หน่วย HV ซึ่งหมายถึง Hardness Vickers

#### ข้อได้เปรียบของการทดสอบแบบวิกเกอร์

1. ความแม่นยำสูง วิธีการนี้ให้ความแม่นยำในการวัดความแข็งของวัสดุที่มีความแข็งแตกต่างกันได้อย่างกว้างขวาง
2. เหมาะสำหรับวัสดุบาง สามารถทดสอบชิ้นงานที่มีความบางได้ด้วยการใช้แรงกดที่ต่ำ
3. แสดงโครงสร้างจุลภาค สามารถวิเคราะห์ความแข็งในพื้นที่เฉพาะของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุ
4. ไม่ทำลายชิ้นงาน เนื่องจากรอยกดมีขนาดเล็ก จึงไม่ส่งผลต่อการใช้งานของชิ้นงานจริง
5. สามารถทดสอบได้ทั้งวัสดุอ่อนและแข็ง ใช้ได้กับวัสดุหลายประเภท ตั้งแต่โลหะอ่อนไปจนถึงวัสดุแข็งเช่น เซรามิก

### การเตรียมชิ้นงานสำหรับการทดสอบ

การเตรียมชิ้นงานที่เหมาะสมเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อความแม่นยำของการทดสอบ ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานประกอบด้วย

1. การขัดผิว ชิ้นงานต้องได้รับการขัดจนมีความเรียบและมันวาว เพื่อให้สามารถวัดรอยกดได้อย่างชัดเจน
2. การล้างทำความสะอาด ต้องกำจัดสิ่งปนเปื้อนบนผิวชิ้นงานก่อนการทดสอบ
3. การยึดชิ้นงาน ชิ้นงานต้องถูกยึดให้แน่นเพื่อป้องกันการเคลื่อนที่ระหว่างการทดสอบ
4. การควบคุมอุณหภูมิ การทดสอบควรทำที่อุณหภูมิห้องที่ควบคุมได้ เพื่อลดผลกระทบจากการขยายตัวเนื่องจากความร้อน

### ปัจจัยที่มีผลต่อความแม่นยำของการทดสอบ

1. คุณภาพของการเตรียมผิววัสดุ ผิวที่ไม่เรียบส่งผลให้การวัดขนาดรอยกดคลาดเคลื่อน
2. น้ำหนักกด การเลือกน้ำหนักกดที่เหมาะสมกับชนิดของวัสดุมีความสำคัญ
3. ระยะเวลาในการกด เวลาที่ใช้ในการกดต้องสอดคล้องกับมาตรฐานการทดสอบ
4. ระยะห่างระหว่างรอยกด รอยกดแต่ละจุดต้องมีระยะห่างเพียงพอเพื่อป้องกันการรบกวนกัน
5. ความแม่นยำของเครื่องวัด คุณภาพของกล้องจุลทรรศน์และระบบการวัดมีผลต่อความแม่นยำ

[31], [32], [33], [34]

### 3.4.3 การวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก ด้วยเทคนิค Nanoindentation

Nanoindentation เป็นเทคนิคการทดสอบที่ใช้วัดสมบัติเชิงกลในระดับนาโนเมตรของวัสดุ โดยเฉพาะความแข็งและค่ามอดูลัสยืดหยุ่น (Elastic modulus) โดย ESP mode (Enhanced Stiffness Procedure) เป็นโหมดพิเศษที่พัฒนาขึ้นเพื่อเพิ่มความแม่นยำในการทดสอบ โดยกดหัวกดขนาดเล็ก (indenter) ลงบนพื้นผิววัสดุที่ต้องการทดสอบด้วยแรงควบคุมในระดับนาโนนิวตัน เริ่มต้นจากแรงกด 0.1 mN และเพิ่มขึ้นทีละ 0.1 mN จนถึงค่าสูงสุดที่ 2000 mN จากนั้นจึงลดแรงกดลงในอัตราเดียวกัน เครื่อง Nanoindenter (FISCHERSCOPE® HM2000) จะแสดงผลการวัดในรูปแบบของค่าความแข็งแรงเชิงผิวที่สัมพันธ์กับความลึก (Stiffness in depth profile) ระบบจะวัดความลึกของรอยกด (displacement) ที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ข้อมูลแรง-ความลึก (force-displacement) จะถูกนำมาวิเคราะห์ สำหรับ ESP mode มีลักษณะเฉพาะคือ ใช้การซ้อนทับสัญญาณความถี่สูง (high-frequency oscillation) เข้าไปในแรงกดหลัก ขณะที่กดหัวกดลงไป จะมีการสั่นด้วยความถี่สูง

และแอมพลิจูดต่ำเพื่อวัดค่าความแข็งตึง (stiffness) อย่างต่อเนื่อง ทำให้วัดค่าความแข็งตึงได้ตลอดช่วงการกด ไม่ใช่แค่ช่วงถอนหัวกดเท่านั้น ช่วยให้ได้ข้อมูลการเปลี่ยนแปลงของความแข็งตามความลึกที่ละเอียดยิ่งขึ้น [35]

### 3.4.4 การวิเคราะห์สัดส่วนการแพร่ของอะตอมในโตรเจนของชิ้นงานด้วยเทคนิค GD-OES

เทคนิค Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (GD-OES) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่มีประสิทธิภาพสูงในการวิเคราะห์ธาตุตามความลึกของชิ้นงาน โดยเฉพาะในวัสดุที่มีชั้นเคลือบหรือชั้นออกไซด์ที่ซับซ้อน เทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุจากผิวชิ้นงานไปจนถึงความลึกหลายสิบลมิลลิเมตรได้อย่างรวดเร็วและแม่นยำ

เทคนิค GD-OES ทำงานบนพื้นฐานของการกัดเซาะผิวชิ้นงานด้วยพลาสมาและการวิเคราะห์แสงที่เปล่งออกมาจากอะตอมที่ถูกกระตุ้น โดยชิ้นงานจะถูกวางในห้องสุญญากาศที่มีแก๊สอาร์กอนความดันต่ำ (ประมาณ 100-1000 Pa) จากนั้นให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าระหว่างขั้วแอโนด (ที่เป็นท่อทองแดง) และขั้วแคโทด (ที่เป็นชิ้นงาน) ประมาณ 500-1500 V ทำให้เกิดการปล่อยประจุแบบเรืองแสง ไอออนอาร์กอนบวกในพลาสมาถูกเร่งเข้าหาผิวชิ้นงานที่เป็นขั้วลบ เมื่อไอออนเหล่านี้ชนกับผิวชิ้นงาน พลังงานจลน์จะถ่ายโอนไปยังอะตอมที่ผิวชิ้นงาน ทำให้อะตอมหลุดออกจากผิว กระบวนการนี้เรียกว่า "sputtering" ซึ่งทำให้ผิวชิ้นงานถูกกัดเซาะทีละชั้นอย่างสม่ำเสมอ อะตอมที่หลุดออกมาจากผิวชิ้นงานจะเคลื่อนที่เข้าไปในพลาสมาและถูกกระตุ้นโดยการชนกับอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูง ทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น (excited state) อะตอมที่ถูกกระตุ้นจะไม่เสถียรและต้องการกลับสู่สถานะพื้น (ground state) โดยการปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของโฟตอน (photon) หรือแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะสำหรับแต่ละธาตุ แสงที่เปล่งออกมาจะถูกรวบรวมและส่งไปยังเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งจะแยกแยะความยาวคลื่นต่างๆ และวัดความเข้มของแสงที่แต่ละความยาวคลื่น ทำให้สามารถระบุชนิดและปริมาณของธาตุที่มีอยู่ในชิ้นงานได้

#### การวิเคราะห์ตามความลึก (Depth Profiling)

การวิเคราะห์ตามความลึกด้วย GD-OES อาศัยหลักการดังนี้:

1. **อัตราการกัดเซาะ** การกัดเซาะผิวชิ้นงานเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอ โดยมีอัตราการกัดเซาะที่สามารถควบคุมได้ผ่านการปรับพารามิเตอร์ต่างๆ เช่น กำลังไฟฟ้า ความดัน และการไหลของแก๊ส
2. **ความสัมพันธ์เวลากับความลึก** เนื่องจากกระบวนการกัดเซาะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ระยะเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์จึงสามารถแปลงเป็นความลึกจากผิวชิ้นงานได้ โดยใช้ความสัมพันธ์ ความลึก = อัตราการกัดเซาะ × เวลา

3. การสอบเทียบอัตราการกัดเซาะ อัตราการกัดเซาะขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ชนิดของวัสดุ ความแข็ง และความพรุน จึงจำเป็นต้องทำการสอบเทียบด้วยวัสดุมาตรฐานหรือใช้เทคนิคเสริม เช่น การวัดความลึกของหลุมที่เกิดจากการกัดเซาะด้วยโปรไฟล์มิเตอร์ (profilometer)

เครื่อง GD-OES ประกอบด้วยส่วนประกอบหลักดังนี้

1. ส่วนสร้างพลาสมา ประกอบด้วยห้องสุญญากาศ (vacuum chamber) ที่มีขั้วแอโนดและขั้วแคโทด ระบบจ่ายแก๊สอาร์กอน และแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC) หรือความถี่วิทยุ (RF)
2. ระบบเก็บและวิเคราะห์แสง ประกอบด้วยเลนส์รวมแสง (collecting lens) ที่รวบรวมแสงจากพลาสมาและส่งไปยังเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งอาจเป็นแบบ Polychromator หรือ Monochromator
3. ระบบตรวจวัดและประมวลผล ประกอบด้วยอุปกรณ์ตรวจวัดแสง เช่น Photomultiplier tubes (PMTs) หรือ Charge-coupled devices (CCDs) และระบบประมวลผลข้อมูลที่แปลงสัญญาณแสงเป็นข้อมูลความเข้มข้นของธาตุ

#### การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative Analysis)

การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย GD-OES ต้องอาศัยการสอบเทียบด้วยวัสดุมาตรฐาน โดยมีขั้นตอนดังนี้:

1. การสร้างเส้นสอบเทียบ วัสดุมาตรฐานที่มีความเข้มข้นที่แน่นอนของธาตุต่างๆ ถูกวิเคราะห์ด้วยเงื่อนไขเดียวกันกับตัวอย่าง จากนั้นสร้างเส้นสอบเทียบที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของสัญญาณกับความเข้มข้นของธาตุ
2. การแก้ไขผลกระทบจากเมทริกซ์ องค์ประกอบหลักของวัสดุ (matrix) มีผลต่อความเข้มของสัญญาณที่วัดได้ จึงต้องมีการแก้ไขผลกระทบดังกล่าวโดยใช้วิธีการเชิงเมทริกซ์หรือโมเดลทางสถิติ
3. การกำหนดความเข้มข้น ความเข้มข้นของธาตุในตัวอย่างถูกคำนวณโดยการเปรียบเทียบความเข้มของสัญญาณกับเส้นสอบเทียบที่สร้างไว้
4. การประเมินความไม่แน่นอน ความไม่แน่นอนของการวิเคราะห์ถูกประเมินจากปัจจัยต่างๆ เช่น ความไม่แน่นอนของวัสดุมาตรฐาน ความแปรปรวนของสัญญาณ และความไม่แน่นอนในการกำหนดอัตราการกัดเซาะ [36]

#### 3.4.5 การวิเคราะห์ความหนาของชั้นไนตรัดจากภาพภาคตัดขวางจาก Optical Microscope (OM)

การถ่ายภาพโลหะเพื่อศึกษาโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope หรือ OM) มีหลักการสำคัญที่ต้องคำนึงถึงเพื่อให้ได้ภาพที่มีคุณภาพสูงสำหรับการวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ การเตรียมชิ้นงานโลหะเป็นขั้นตอนแรกๆ

สำคัญอย่างยิ่ง โดยต้องเริ่มจากการตัดชิ้นงานให้มีขนาดเหมาะสมกับแท่นวางตัวอย่าง รมั้ดระวังไม่ให้เกิดความร้อนที่มากเกินไปซึ่งอาจเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของโลหะ จากนั้นต้องทำการขัดผิวชิ้นงานโดยเริ่มจากการขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์หยาบไปจนถึงการขัดละเอียดด้วยผงขัดขนาดไมครอน และสุดท้ายคือการกัดผิว (Etching) ด้วยสารเคมีที่เหมาะสมกับชนิดของโลหะเพื่อให้เห็นโครงสร้างชั้นไนไตรต์ได้ชัดเจน

การตั้งค่ากล้อง OM ที่เหมาะสมมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อคุณภาพของภาพและความแม่นยำในการวัดความหนาของชั้นไนไตรต์ โดยเฉพาะการเลือกกำลังขยายที่เหมาะสมกับขนาดความหนาของชั้นไนไตรต์ที่ต้องการวิเคราะห์ การปรับแสงเป็นปัจจัยสำคัญอีกประการหนึ่ง โดยควรปรับให้เห็นขอบของชั้นไนไตรต์อย่างชัดเจนเพื่อให้การวัดมีความแม่นยำ การโฟกัสที่แม่นยำเป็นสิ่งจำเป็นสำหรับการถ่ายภาพตัดขวางของชั้นไนไตรต์ โดยต้องใช้ในการปรับละเอียด (Fine Focus) เพื่อให้ได้ภาพที่คมชัดที่สุด

เทคนิคการวิเคราะห์ความหนาของชั้นไนไตรต์จากภาพถ่ายตัดขวางควรใช้ซอฟต์แวร์วิเคราะห์ภาพที่มีฟังก์ชันการวัดระยะทางที่แม่นยำ โดยควรวัดความหนาในหลายตำแหน่งเพื่อหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ซึ่งจะช่วยให้การวิเคราะห์มีความน่าเชื่อถือมากขึ้น การใช้สเกลบาร์เป็นสิ่งสำคัญในทุกภาพ เพื่อใช้เป็นมาตรฐานอ้างอิงในการวัดขนาด และต้องมั่นใจว่าการตั้งค่าสเกลบาร์มีความถูกต้องสอดคล้องกับกำลังขยายที่ใช้

#### 3.4.6 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานและทดสอบความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงานด้วยเทคนิค Pin-on disk

เทคนิค Pin-on-disk ประกอบด้วยแท่งทดสอบ (pin) ที่มีปลายเป็นหัวกลมหรือแบน และจานหมุน (disk) ซึ่งเป็นชิ้นงานที่ต้องการทดสอบ ในระหว่างการทดสอบ จานหมุนจะหมุนด้วยความเร็วคงที่ภายใต้น้ำหนักกดที่กำหนด แท่งทดสอบจะถูกนำมากดที่ผิวของจานหมุน ทำให้เกิดรอยขีดข่วนเป็นวงกลมที่ผิวของจานหมุน ระหว่างการทดสอบ เครื่องจะวัดแรงเสียดทาน (friction force) ที่เกิดขึ้นระหว่างแท่งทดสอบและผิวของจานหมุน เครื่องทดสอบ Pin-on-disk จะบันทึกค่าแรงเสียดทานตลอดระยะเวลาการทดสอบ ทำให้สามารถวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานในฟังก์ชันของเวลาหรือระยะทางได้ ข้อมูลที่ได้จะถูกนำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานกับระยะเวลาหรือระยะทางในการทดสอบ

การทดสอบความต้านทานการสึกหรอและค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของชิ้นงานที่ผ่านการทำให้พลาสมาไนไตรต์ดำเนินการโดยใช้เครื่อง CSEM Tribometer Pin on disk รุ่น 94-H1405 ซึ่งเป็นอุปกรณ์ทดสอบมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์คุณสมบัติทางไตรโบโลยี เครื่องมือนี้รองรับการทดสอบแบบรูปแบบการสัมผัสแบบ pin on disc ทั้งในสภาวะแห้งและมีสารหล่อลื่น โดยมีการเคลื่อนที่แบบเลื่อนไถลในทิศทางเดียว (unidirectional sliding) การทดสอบกำหนดค่าแรงกดที่ 2

นิวตัน ซึ่งอยู่ในช่วงความสามารถของเครื่องที่รองรับแรงกดได้ตั้งแต่ 1 ถึง 30 นิวตัน ความเร็วเชิงเส้น ถูกกำหนดไว้ที่ 10 เซนติเมตรต่อวินาที ซึ่งสอดคล้องกับช่วงความเร็วที่เครื่องสามารถทำงานได้ คือ  $10^{-2}$  ถึง 2 เมตรต่อวินาที การทดสอบดำเนินการที่อุณหภูมิห้อง 20 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติที่มีการควบคุมให้เป็นอากาศแห้งหรือไนโตรเจน เพื่อลดผลกระทบจากความชื้นและ ออกซิเจนที่อาจส่งผลต่อกลไกการสึกหรอ รัศมีวงทดสอบกำหนดไว้ที่ 5 มิลลิเมตร และจำนวนรอบ การทดสอบ 10,000 รอบ เพื่อให้ได้ข้อมูลที่เพียงพอสำหรับการวิเคราะห์พฤติกรรมการสึกหรอและ ความเสียหายในระยะยาวและการเปลี่ยนแปลงของค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายที่เกิดขึ้นระหว่าง การทดสอบ โดยผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบจะถูกนำไปวิเคราะห์เพื่อประเมินประสิทธิภาพของ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงและเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว [37]

### 3.4.7 การวิเคราะห์ความต้านทานการสึกหรอเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

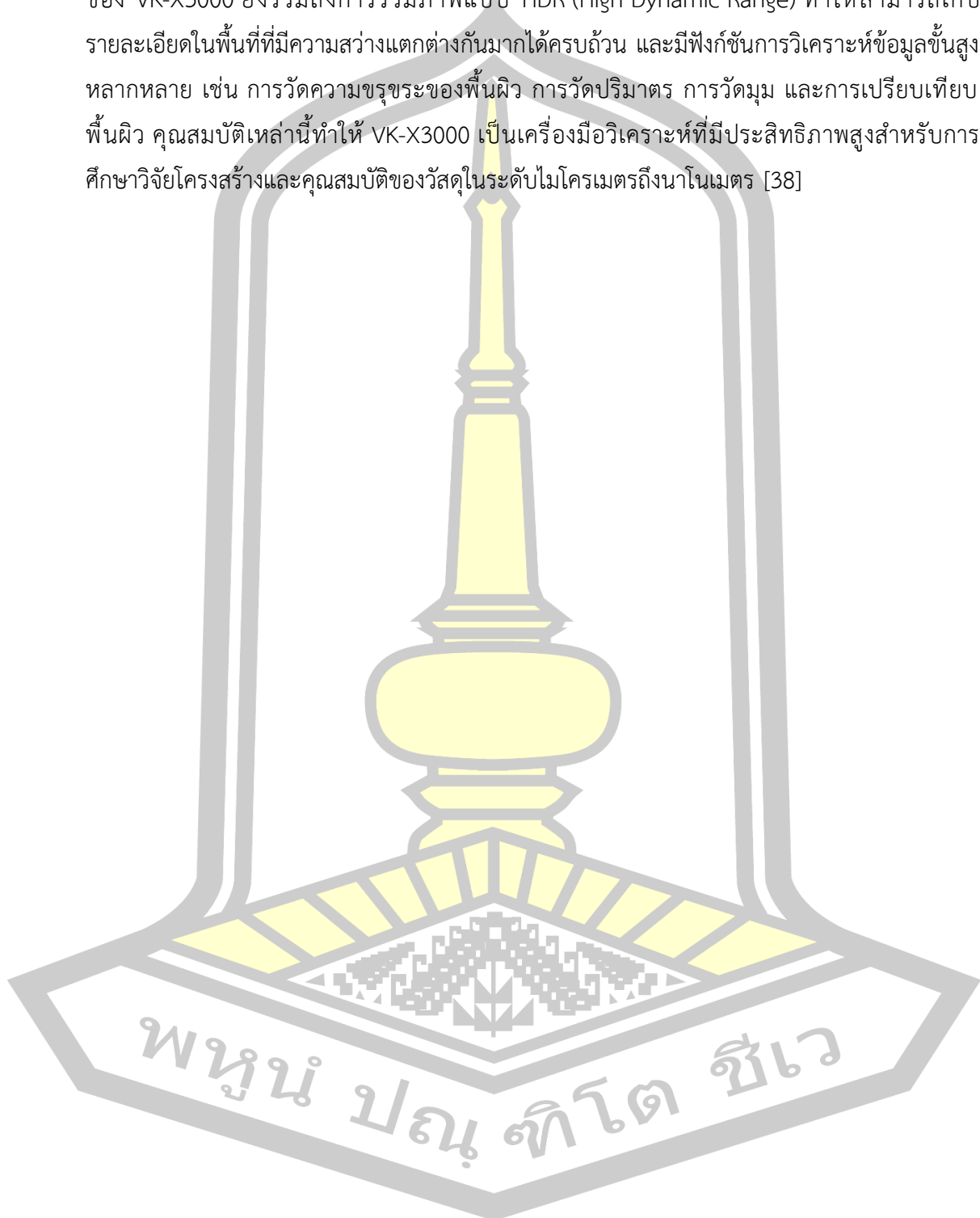
กล้องจุลทรรศน์เลเซอร์ KEYENCE รุ่น VK-X3000 เป็นเครื่องมือวิเคราะห์พื้นผิวระดับสูงที่ ทำงานด้วยหลักการของกล้องจุลทรรศน์แบบคอนโฟคอล (Confocal Microscopy) ผสมผสานกับ เทคโนโลยีการสแกนด้วยเลเซอร์ หลักการทำงานหลักของเครื่องนี้คือการฉายลำแสงเลเซอร์ที่มีความ ยาวคลื่นเฉพาะไปยังตัวอย่าง โดยลำแสงจะถูกโฟกัสผ่านเลนส์วัตถุไปยังจุดเล็กๆ บนพื้นผิวของ ตัวอย่าง ระบบได้ใช้รูเปิดขนาดเล็ก (Pinhole) ที่วางในตำแหน่งคอนโฟคอลกับจุดโฟกัสเพื่อกรอง เฉพาะแสงที่สะท้อนจากระนาบโฟกัสเท่านั้น ซึ่งช่วยกำจัดแสงรบกวนจากระนาบอื่นออกไป

เครื่อง VK-X3000 มีระบบควบคุมการเคลื่อนที่ของลำแสงเลเซอร์ในแนวแกน X และ Y เพื่อ ทำการสแกนพื้นผิวของตัวอย่างทั้งหมด ในขณะเดียวกัน ระบบจะทำการปรับตำแหน่งในแนวแกน Z เพื่อหาระนาบโฟกัสที่ให้ความเข้มแสงสูงสุดสำหรับแต่ละจุดบนพื้นผิว หลักการนี้ทำให้เครื่องสามารถ วัดความสูงของพื้นผิวได้อย่างแม่นยำ โดยอาศัยการตรวจจับตำแหน่ง Z ที่ให้ค่าความเข้มแสงสูงสุดใน แต่ละตำแหน่ง X และ Y บนพื้นผิวตัวอย่าง

เทคโนโลยีการสแกนแบบผสมผสาน (Multi-line Scanning) ที่ใช้ในเครื่อง VK-X3000 ช่วย เพิ่มความเร็วในการเก็บข้อมูลโดยไม่สูญเสียคุณภาพ ระบบจะทำการเก็บข้อมูลของตำแหน่งความสูง (Z) ทุกจุดบนพื้นผิวพร้อมกับข้อมูลสี (หากมี) แล้วนำข้อมูลเหล่านี้มาประมวลผลผ่านซอฟต์แวร์เพื่อ สร้างเป็นภาพ 3 มิติของพื้นผิวตัวอย่างที่มีความละเอียดสูง ด้วยความสามารถนี้ เครื่องสามารถให้ ข้อมูลทั้งโครงสร้างและลักษณะทางกายภาพของพื้นผิวอย่างละเอียด

ข้อดีของระบบคอนโฟคอลใน VK-X3000 คือการให้ความละเอียดสูงทั้งในแนวราบและ แนวตั้ง โดยสามารถวัดความสูงของพื้นผิวได้ด้วยความแม่นยำในระดับนาโนเมตร (ประมาณ 5 นาโน เมตร) และยังให้ภาพที่คมชัดจากการตัดเฉพาะข้อมูลในระนาบโฟกัส นอกจากนี้ การวัดด้วยเลเซอร์ยังเป็น การวัดแบบไม่สัมผัสกับตัวอย่าง (Non-contact Measurement) จึงไม่ก่อให้เกิดความเสียหาย

ต่อตัวอย่าง ซึ่งเหมาะสมอย่างยิ่งสำหรับงานวิจัยที่ต้องการรักษาภาพของตัวอย่าง ความสามารถพิเศษของ VK-X3000 ยังรวมถึงการรวมภาพแบบ HDR (High Dynamic Range) ทำให้สามารถเก็บรายละเอียดในพื้นที่ที่มีความสว่างแตกต่างกันมากได้ครบถ้วน และมีฟังก์ชันการวิเคราะห์ข้อมูลขั้นสูงหลากหลาย เช่น การวัดความขรุขระของพื้นผิว การวัดปริมาตร การวัดมุม และการเปรียบเทียบพื้นผิว คุณสมบัติเหล่านี้ทำให้ VK-X3000 เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพสูงสำหรับการศึกษาวิจัยโครงสร้างและคุณสมบัติของวัสดุในระดับไมโครเมตรถึงนาโนเมตร [38]



## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเพิ่มความแข็งที่ผิวให้กับเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ด้วยการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยการทดลองแบ่งออกเป็น 3 ชุด โดยการทดลองชุดที่ 1 คือ การทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน 350°C ถึง 450 °C การทดลองชุดที่ 2 ใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกันในช่วง 100 ถึง 500 sccm และการทดลองชุดที่ 3 ใช้เวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงที่แตกต่างกัน 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยใช้รหัสแทนในแต่ละเงื่อนไขดังตารางที่ 3.1

ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงแล้ว นำไปตรวจสอบโครงสร้างเฟสไนโตรดิงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และตรวจวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ และตรวจวัดความแข็งตามความลึกโดยใช้เทคนิคนาโนอินเดนเตชัน (Nanoindentation) ในโหมด ESP (Enhanced stiffness procedure) ตรวจวัดความหนาของชั้นไนโตรดิงโดยใช้เป็นกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical microscopy, OM) และ Glow discharge optical emission spectroscopy (GD-OES) ตรวจวัดค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานและความต้านทานการสึกหรอของโดยใช้เทคนิค Ball-on disk

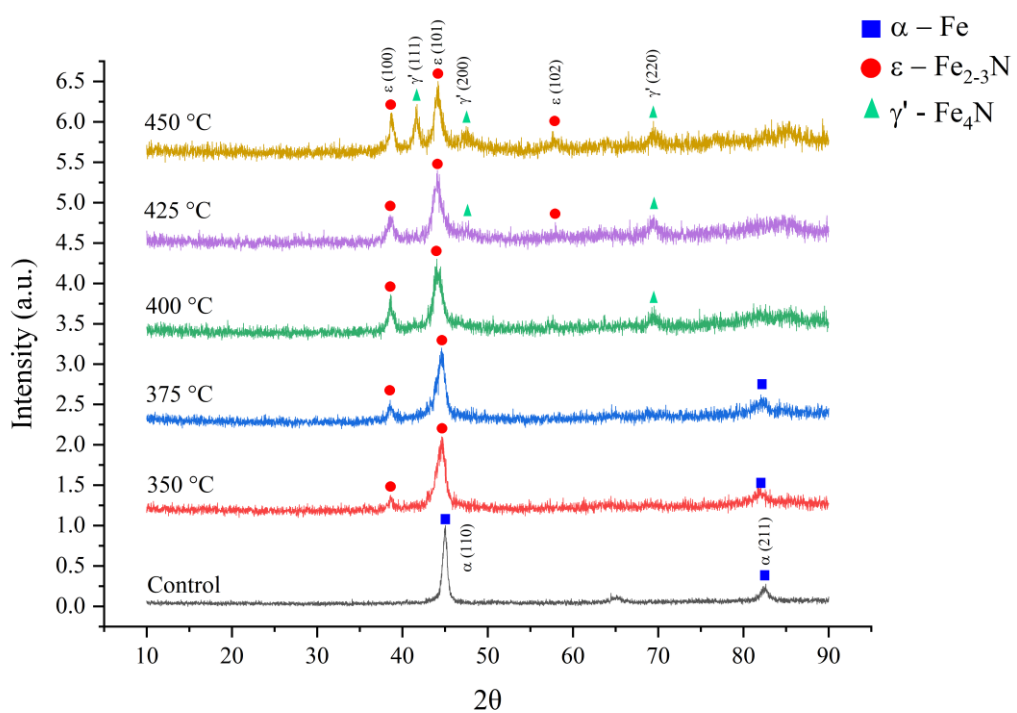
#### 4.1 ผลการใช้อุณหภูมิพลาสมาไนโตรดิงแตกต่างกัน

ในงานวิจัยนี้ได้ทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิค่าแตกต่างกัน คือ 350°C 375°C 400°C 425°C และ 450°C โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 500 sccm เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ในที่นี้ใช้รหัสแทนเป็น T350 T375 T400 T425 และ T450

##### 4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนโตรดิง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

เพื่อตรวจสอบการก่อตัวของเฟสไนโตรดิงโดยการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่มุม  $2\theta$  ในช่วง  $10^\circ$  ถึง  $90^\circ$  ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังภาพประกอบที่ 4.1 เมื่อเปรียบเทียบกับตำแหน่งพิกัดฐานข้อมูล JCPDs ที่ปรากฏอยู่ในงานวิจัยของ Dong-Cherng Wen, 2010; พบว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงปรากฏพิกัดของเหล็ก  $\alpha$ -Fe ที่ตำแหน่งมุมเลี้ยวเบน  $45.2^\circ$  และ  $82.6^\circ$  ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ปรากฏพิกัดของเฟสเหล็กไนโตรดิง  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N ที่ตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบน  $38^\circ$   $43.9^\circ$  และ  $56.9^\circ$  ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบ HCP (hexagonal close-

packed) พบเฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ที่เป็นโครงสร้างแบบ FCC (face-center cubic) ปรากฏที่ตำแหน่งมุม การเลี้ยวเบน 41.5° 47.3° และ 69.4° ดังแสดงในตารางที่ 4.1 ทั้งสองเฟสนี้เป็นเฟสที่ประกอบอยู่ใน ชั้นสีขาว (white layer) ที่บริเวณผิวชั้นนอก ซึ่งตรงกับลักษณะของเม็ดเกรนที่ปรากฏในภาพประกอบ ที่ 4.4 ซึ่งการตกตะกอนของโลหะไนไตรด์เหล่านี้มักเกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรนในชั้นใต้ชั้นสีขาว หรือ เรียกชั้น นี้ว่า “ชั้นการแพร่ (diffusion layer)” ที่มีความสำคัญอย่างมากในการเพิ่มความแข็งที่ผิว ให้กับชิ้นงาน [11]



ภาพประกอบที่ 4.1 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ไม่ที่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน



ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์หุ้มมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน

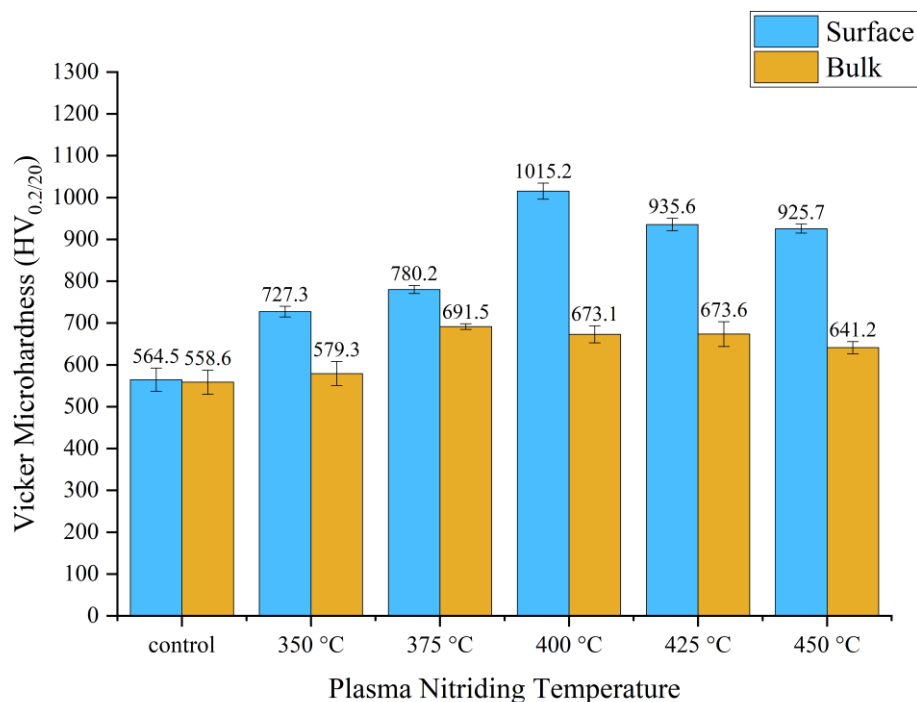
เงื่อนไขการทดลอง	2 $\theta$ (องศา)	ระนาบผลึก	เฟส
Control	45.2	(1 1 0)	$\alpha$ -Fe
	82.6	(2 1 1)	$\alpha$ -Fe
350°C	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	82.6	(2 1 1)	$\alpha$ -Fe
375°C	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	82.6	(2 1 1)	$\alpha$ -Fe
400°C	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
425°C	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	47.3	(2 0 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
	56.9	(1 0 2)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
450°C	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	41.5	(1 1 1)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N

เงื่อนไขการทดลอง	2 $\theta$ (องศา)	ระนาบผลึก	เฟส
	47.3	(2 0 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
	56.9	(1 0 2)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N

ผล XRD แสดงให้เห็นว่าแม่ในอุณหภูมิพลาสมาไนโตรดิงต่ำสุดที่ 350°C อะตอมไนโตรเจนก็สามารถทำปฏิกิริยากับเหล็กเกิดเป็นเฟสเหล็กไนไตรด์ ซึ่งถือเป็นการค้นพบที่สำคัญที่แสดงให้เห็นว่ากระบวนการพลาสมาไนโตรดิงสามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิก่อนข้างต่ำ ในขณะที่อุณหภูมิกการทำพลาสมาไนโตรดิงสูงขึ้น 450°C เฟสเหล็กไนไตรด์ก็ถูกตรวจอย่างเด่นชัดมากขึ้น เป็นที่น่าสังเกตว่าแม่ที่อุณหภูมิกการทำพลาสมาไนโตรดิงสูงถึง 450°C ยังไม่สามารถตรวจพบเฟสโครมเมียมไนไตรด์ (Cr-N phases) ที่จะส่งผลให้ชิ้นงาน DC53 มีความแข็งแต่เปราะได้

#### 4.1.2 ผลการวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์

การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์เป็นวิธีการวัดความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness) โดยใช้ เครื่อง Vicker hardness tester โมเดล 200HVS-5 หัวกดเพชรรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส กดลงบนชิ้นงาน ค่าความแข็งคำนวณได้จากอัตราส่วนระหว่างแรงกดต่อพื้นที่ในแนวตั้งฉากกับรอยกด ในการศึกษานี้ได้ทำการทดสอบความแข็งของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ทั้งก่อนและหลังกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง โดยใช้แรงกด 0.2 kgf (~ 2 N) ผ่านหัวกดเพชรที่มีมุมปลาย 136° การทดสอบดำเนินการโดยวัดค่าความแข็งที่ตำแหน่งต่างกัน 5 จุดบนชิ้นงานเดียวกัน แบ่งเป็นการวัดบริเวณผิวที่ผ่านการพลาสมาไนโตรดิง (Surface hardness) และบริเวณด้านหลังชิ้นงานซึ่งเป็นบริเวณที่ไม่ได้เกิดการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ซึ่งจะถือว่าเป็นความแข็งเดิมของชิ้นงาน (Bulk hardness) ดังที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.2 ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับตัวอย่างควบคุมที่ไม่ผ่านการพลาสมาไนโตรดิง ( $564.5 \pm 28 \text{ HV}_{0.2}$ ) ที่อุณหภูมิจากพลาสมาไนโตรดิงต่ำสุดที่ 400°C ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานสูงสุดที่  $1015.2 \pm 19.2 \text{ HV}_{0.2}$  ที่อุณหภูมิก่อนขึ้นความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานลดลงเล็กน้อยเป็น  $935.6 \pm 15 \text{ HV}_{0.2}$  (425°C) และ  $925.7 \pm 10.7 \text{ HV}_{0.2}$  (450°C) นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความแข็งของเนื้อภายในชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับชิ้นงานควบคุม แสดงให้เห็นว่ากระบวนการพลาสมาไนโตรดิงส่งผลต่อการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลเฉพาะบริเวณผิวของชิ้นงานเท่านั้นโดยเนื้อชิ้นงานยังคงคุณสมบัติความแข็งเดิม

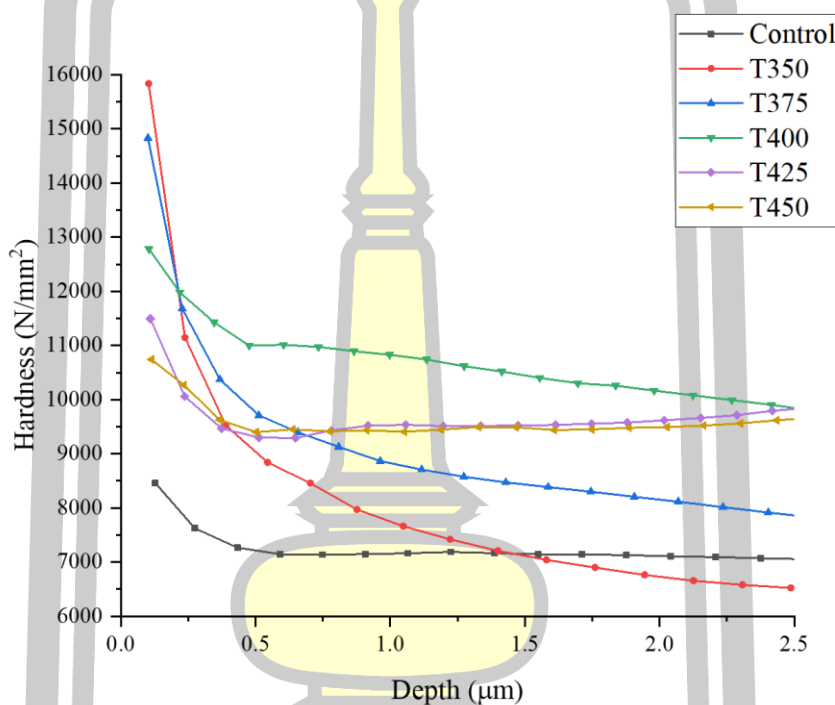


ภาพประกอบที่ 4.2 ความแข็งระดับจุลภาคเฉลี่ยของผิวด้านบนและฐานด้านล่างของชิ้นงาน DC53 ที่ผ่านและไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน

#### 4.1.3 ผลการวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก ด้วยเทคนิค Nanoindentation

การวัดความทนทานต่อการเสียรูปของชิ้นงาน ซึ่งสามารถวัดค่าความแข็งและความเหนียวของผิวชิ้นงานได้พร้อมกัน โดยใช้วิธีการเพิ่มและลดแรงกดอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นการวัดนาโนอินเดนเตชันในโหมด Enhanced stiffness procedure (ESP) เริ่มต้นจากแรงกด 0.1 mN และเพิ่มขึ้นทีละ 0.1 mN จนถึงค่าสูงสุดที่ 2000 mN จากนั้นจึงลดแรงกดลงในอัตราเดียวกัน เครื่อง Nanoindenter (FISCHERSCOPE® HM2000) จะแสดงผลการวัดในรูปแบบของค่าความแข็งแรงเชิงผิวที่สัมพันธ์กับความลึก (Stiffness in depth profile) จากภาพประกอบที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งและความลึกของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าชิ้นงานทุกเงื่อนไข ค่าความแข็งมีค่าสูงสุดที่ผิวและมีแนวโน้มลดลงตามความลึกที่เพิ่มขึ้น โดยเฉพาะในช่วงความลึก 0-0.5 ไมครอนแรก ค่าความแข็งมีการลดลงอย่างรวดเร็ว หลังจากนั้นการลดลงของค่าความแข็งจะช้าลงจนค่อนข้างคงที่เข้าสู่ความแข็งเดิมของชิ้นงาน เมื่อพิจารณาที่ผิวชิ้นงานพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 350°C มีค่าความแข็งสูงสุดประมาณ 15,800 N/mm<sup>2</sup> (15.8 GPa) รองลงมาคือชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 375°C มีค่าความแข็งประมาณ 14,800 N/mm<sup>2</sup>

(14.8 GPa) ในขณะที่ชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงมีค่าความแข็งต่ำสุดประมาณ 8,500 N/mm<sup>2</sup> (8.5 GPa) ที่ความลึก 2.5 ไมครอน ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 400°C (T400) ยังคงรักษาค่าความแข็งได้สูงสุดที่ประมาณ 10,000 N/mm<sup>2</sup> (10.0 GPa) ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำพลาสมาไนโตรดิง คือ 400°C ซึ่งสามารถรักษาค่าความแข็งได้ดีที่สุดตลอดความลึกที่ทำการทดสอบ



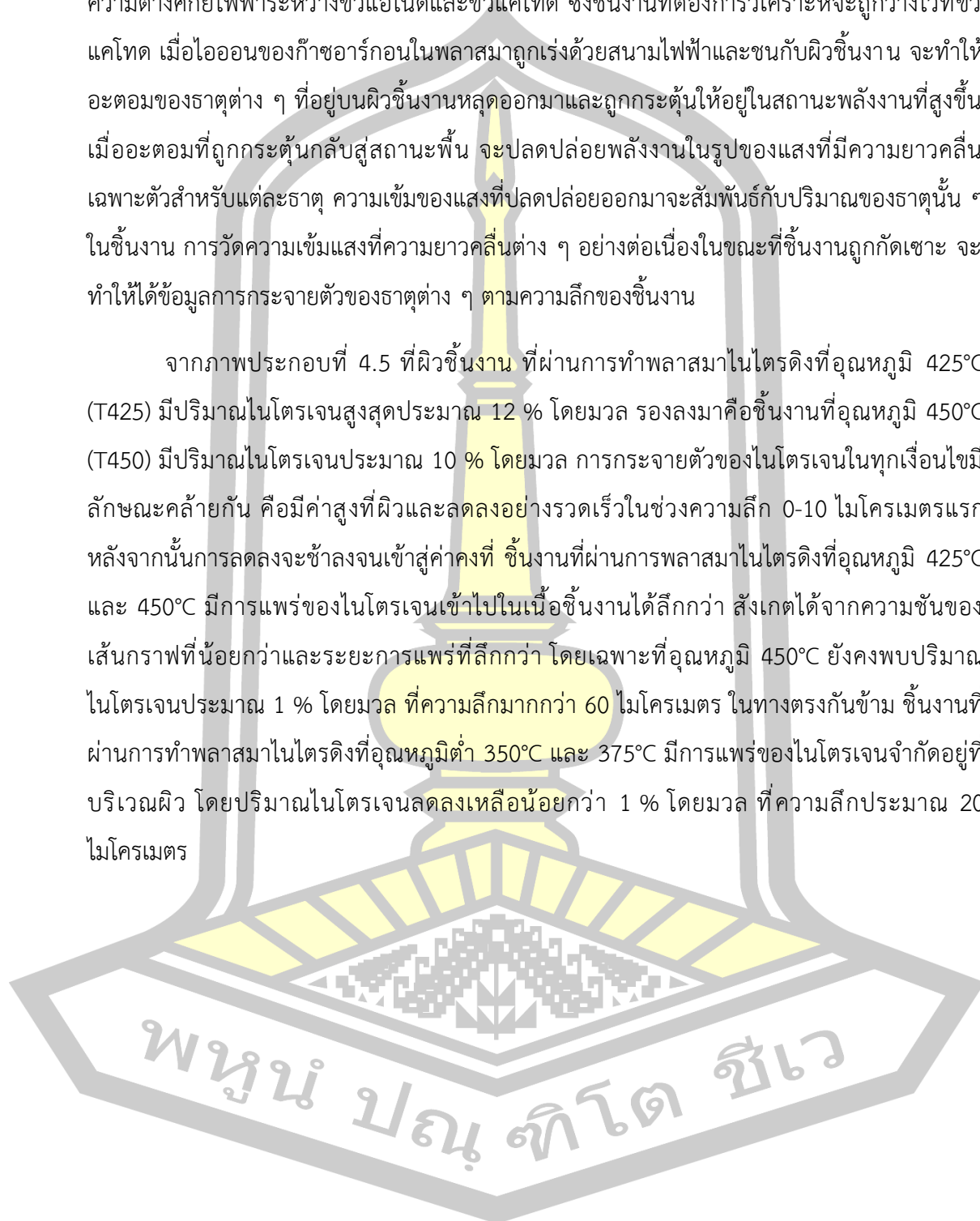
ภาพประกอบที่ 4.3 ความแข็งตามความลึกของผิวด้านบนชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิที่ต่างกัน

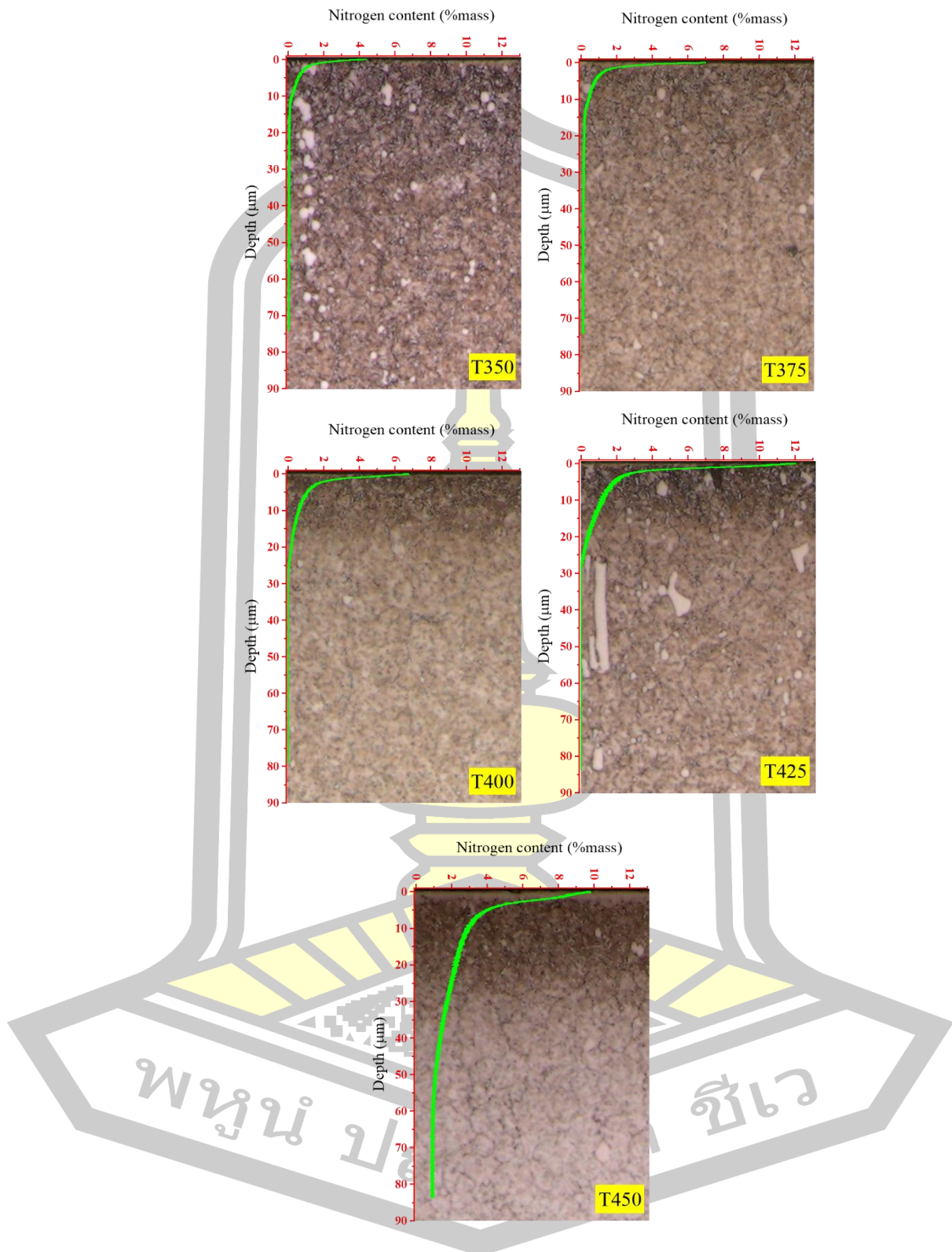
#### 4.1.4 ผลการวิเคราะห์สัดส่วนการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนร่วมกับภาพภาคตัดขวางของชิ้นงานด้วยเทคนิค GD-OES และ OM

จากภาพตัดขวางของชิ้นงานที่ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical microscopy, OM) ดังภาพประกอบที่ 4.4 จะพบว่าผิวด้านบนสุดของชิ้นงานจะมีชั้นสีขาวบาง ๆ อยู่ในทุกเงื่อนไข เรียกชั้นนี้ว่า ชั้นสารประกอบ ซึ่งตรงกับปริมาณไนโตรเจนที่ตรวจพบในปริมาณที่มากที่สุดบริเวณผิวด้านบนสุดของชิ้นงาน ซึ่งตรวจวัดด้วยเทคนิค GD-OES (Glow discharge optical emission spectroscopy) วิธีการนี้สามารถวิเคราะห์สัดส่วนธาตุตามความลึก โดยอาศัยหลักการของการปลดปล่อยแสงจากอะตอมที่ถูกกระแทก (sputtering) และถูกกระตุ้นให้แตกตัวเป็นพลาสมา

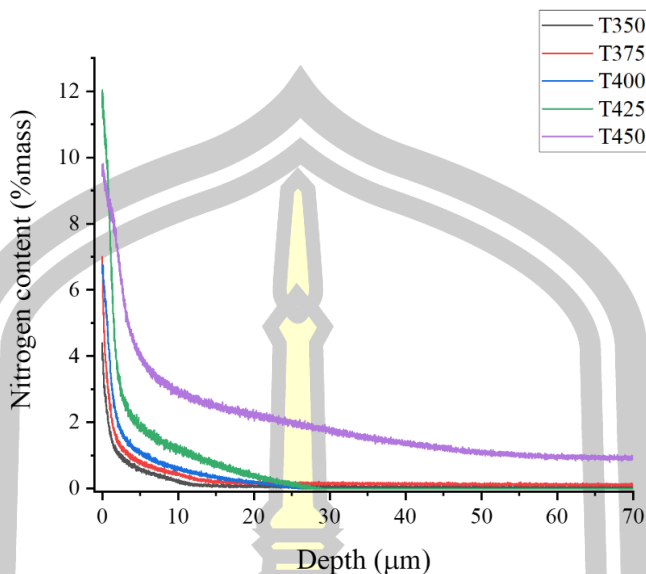
กระบวนการวิเคราะห์เริ่มต้นด้วยการสร้างพลาสมาในห้องสุญญากาศที่บรรจุก๊าซเฉื่อย โดยการให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าระหว่างขั้วแอโนดและขั้วแคโทด ซึ่งชิ้นงานที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกวางไว้ที่ขั้วแคโทด เมื่อไอออนของก๊าซอาร์กอนในพลาสมาถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าและชนกับผิวชิ้นงาน จะทำให้อะตอมของธาตุต่าง ๆ ที่อยู่บนผิวชิ้นงานหลุดออกมาและถูกกระตุ้นให้อยู่ในสถานะพลังงานที่สูงขึ้น เมื่ออะตอมที่ถูกกระตุ้นกลับสู่สถานะพื้น จะปลดปล่อยพลังงานในรูปของแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะตัวสำหรับแต่ละธาตุ ความเข้มของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจะสัมพันธ์กับปริมาณของธาตุนั้น ๆ ในชิ้นงาน การวัดความเข้มแสงที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ อย่างต่อเนื่องในขณะที่ชิ้นงานถูกกัดเซาะ จะทำให้ได้ข้อมูลการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ตามความลึกของชิ้นงาน

จากภาพประกอบที่ 4.5 ที่ผิวชิ้นงาน ที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 425°C (T425) มีปริมาณไนโตรเจนสูงสุดประมาณ 12 % โดยมวล รองลงมาคือชิ้นงานที่อุณหภูมิ 450°C (T450) มีปริมาณไนโตรเจนประมาณ 10 % โดยมวล การกระจายตัวของไนโตรเจนในทุกเงื่อนไขมีลักษณะคล้ายกัน คือมีค่าสูงที่ผิวและลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงความลึก 0-10 ไมโครเมตรแรก หลังจากนั้นการลดลงจะช้าลงจนเข้าสู่ค่าคงที่ ชิ้นงานที่ผ่านการพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 425°C และ 450°C มีการแพร่ของไนโตรเจนเข้าไปในเนื้อชิ้นงานได้ลึกกว่า สังเกตได้จากความชันของเส้นกราฟที่น้อยกว่าและระยะการแพร่ที่ลึกกว่า โดยเฉพาะที่อุณหภูมิ 450°C ยังคงพบปริมาณไนโตรเจนประมาณ 1 % โดยมวล ที่ความลึกมากกว่า 60 ไมโครเมตร ในทางตรงกันข้าม ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ 350°C และ 375°C มีการแพร่ของไนโตรเจนจำกัดอยู่ที่บริเวณผิว โดยปริมาณไนโตรเจนลดลงเหลือน้อยกว่า 1 % โดยมวล ที่ความลึกประมาณ 20 ไมโครเมตร





ภาพประกอบที่ 4.4 ภาพตัดขวางของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน  
เทียบกับสัดส่วนธาตุไนโตรเจนตามความลึก



ภาพประกอบที่ 4.5 ร้อยละโดยมวลธาตุไนโตรเจนตามความลึกของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่างกัน

#### 4.2 ผลการทดลองชุดที่ 2 สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน

สำหรับการทดลองชุดนี้จะเป็นการศึกษาผลของสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่อลักษณะของชั้นไนโตรดิงที่เกิดขึ้นบนชิ้นงาน DC53 โดยได้ทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิ 400 °C และใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหลแตกต่างกัน 100 200 300 400 และ 500 sccm ใช้เวลาการทำพลาสมาไนโตรดิง 4 ชั่วโมง ซึ่งสอดคล้องกับรหัสชิ้นงาน คือ H100 H200 H300 H400 และ H500 ตามลำดับ

##### 4.2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนโตรดิง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

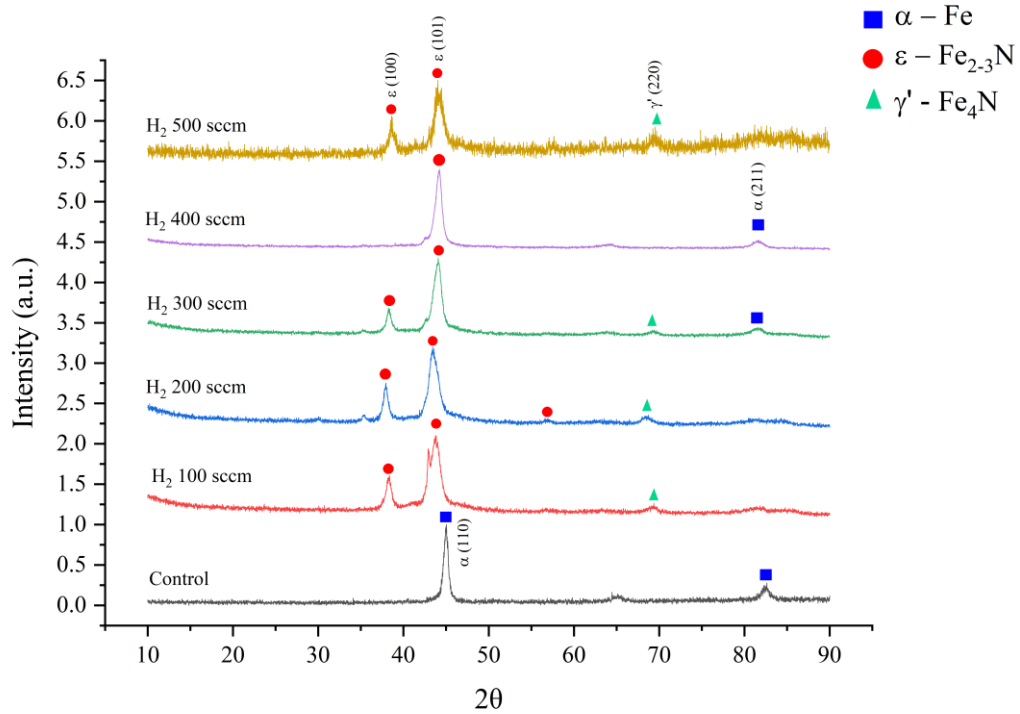
จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่มุม  $2\theta$  ในช่วง  $10^\circ$  ถึง  $90^\circ$  ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังภาพประกอบที่ 4.6 เมื่อเปรียบเทียบตำแหน่งพีคกับฐานข้อมูล JCPDs ที่ปรากฏอยู่ในงานวิจัยของ Dong-Cherng Wen, 2010; จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าปริมาณแก๊สไฮโดรเจนที่ใช้ในกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงส่งผลต่อการก่อตัวของเฟสไนโตรดิงอย่างมีนัยสำคัญ ในชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง พบเพียงเฟส  $\alpha$ -Fe ซึ่งเป็นโครงสร้างพื้นฐานของเหล็กกล้า สอดคล้องกับพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $45.2^\circ$  และ  $82.6^\circ$  ขณะที่ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้แก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 100-500 sccm พบการเกิดเฟสไนโตรดิง 2 ชนิด ได้แก่  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N และ  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N โดยเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N แสดงพีคที่

ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $38.0^\circ$   $43.9^\circ$  และ  $56.9^\circ$  ในขณะที่เฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N แสดงพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $41.5^\circ$   $47.3^\circ$  และ  $69.4^\circ$  ดังตารางที่ 4.2 นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าความเข้มของพีคเฟส  $\alpha$ -Fe ลดลงเมื่อเทียบกับชิ้นงานควบคุม ซึ่งบ่งชี้ถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเหล็กกล้าเป็นสารประกอบไนไตรด์ที่ผิวชิ้นงาน ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าการควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อการก่อตัวและสัดส่วนของเฟสไนไตรด์ในชั้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนไตรดิง จากภาพประกอบที่ 4.6 พบว่าชิ้นงาน H400 ไม่พบพีคของเฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N และพบพีคของเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N เพียงตำแหน่งเดียว ผลการวิเคราะห์นี้แสดงให้เห็นว่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่เหมาะสมมีผลต่อการก่อตัวของเฟสไนไตรด์และความเข้มของพีคในแต่ละเฟส

**ตารางที่ 4.2** ผลการวิเคราะห์มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการพลาสมาไนไตรดิงที่ใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน

เงื่อนไขการทดลอง	$2\theta$ (องศา)	ระนาบผลึก	เฟส
Control	45.2	(1 1 0)	$\alpha$ -Fe
	82.6	(2 1 1)	$\alpha$ -Fe
H100	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
H200	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	56.9	(1 0 2)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
H300	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N
	82.6	(2 1 1)	$\alpha$ -Fe
H400	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	82.6	(2 1 1)	$\alpha$ -Fe
H500	38	(1 0 0)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N

เงื่อนไขการทดลอง	2 $\theta$ (องศา)	ระนาบผลึก	เฟส
	43.9	(1 0 1)	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N
	69.4	(2 2 0)	$\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N

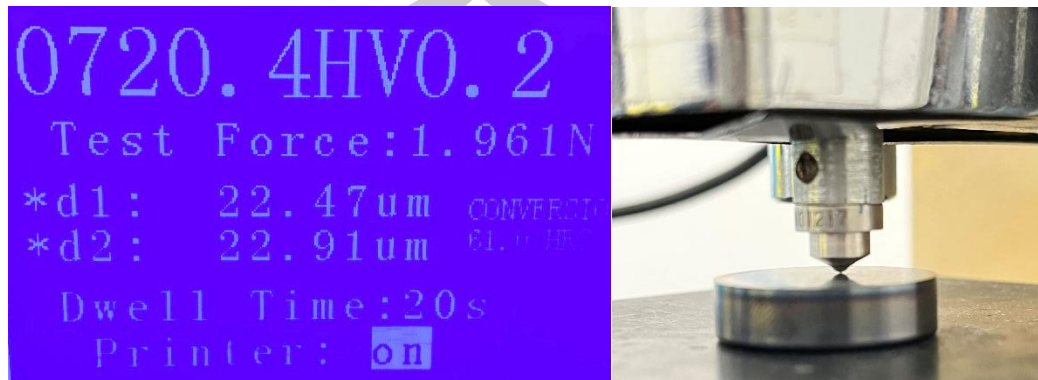


ภาพประกอบที่ 4.6 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ไม่ที่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่อุณหภูมิแตกต่างกัน

#### 4.2.2 ผลการวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวแบบวิกเกอร์

การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์เป็นวิธีการวัดความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness) โดยใช้ เครื่อง Vicker hardness tester โมเดล 200HVS-5 หัวกดเพชรรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส กดลงบนชิ้นงาน ค่าความแข็งคำนวณได้จากอัตราส่วนระหว่างแรงกดต่อพื้นที่ในแนวตั้งฉากกับรอยกด ในการศึกษานี้ได้ทำการทดสอบความแข็งของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ทั้งก่อนและหลัง กระบวนการพลาสมาไนไตรดิง โดยใช้แรงกดต่ำสุด 0.2 kgf (~ 2 N) และใช้แรงกดสูงสุด 5.0 kgf (~ 50 N) ผ่านหัวกดเพชรที่มีมุมปลาย 136° ทำการวัดค่าความแข็งที่ตำแหน่งต่างกัน 5 จุดบนชิ้นงานเดียวกัน แบ่งเป็นการวัดบริเวณผิวที่ผ่านการพลาสมาไนไตรดิง (Surface hardness) และบริเวณ

ด้านหลังชิ้นงานซึ่งเป็นบริเวณที่ไม่ได้เกิดการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ซึ่งจะถือว่าเป็นความแข็งเดิมของชิ้นงาน (Bulk hardness)



ภาพประกอบที่ 4.7 ข้อมูลและภาพห้วงวัดที่ได้จากการวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ของชิ้นงาน H300 โดยใช้โหลดในการกด 0.2 kg

จากภาพประกอบที่ 4.7 สามารถนำข้อมูลมาหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ได้จากสมการ 3.4

โดยที่

$$HV = \frac{1.8544F}{d^2}$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

$$HV = \frac{1.8544F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2}$$

$$HV = \frac{1.8544(0.2\text{kgf})}{\left(\frac{22.47\mu\text{m} + 22.91\mu\text{m}}{2}\right)^2}$$

$$HV = 720.4 \text{ kg/mm}^2$$

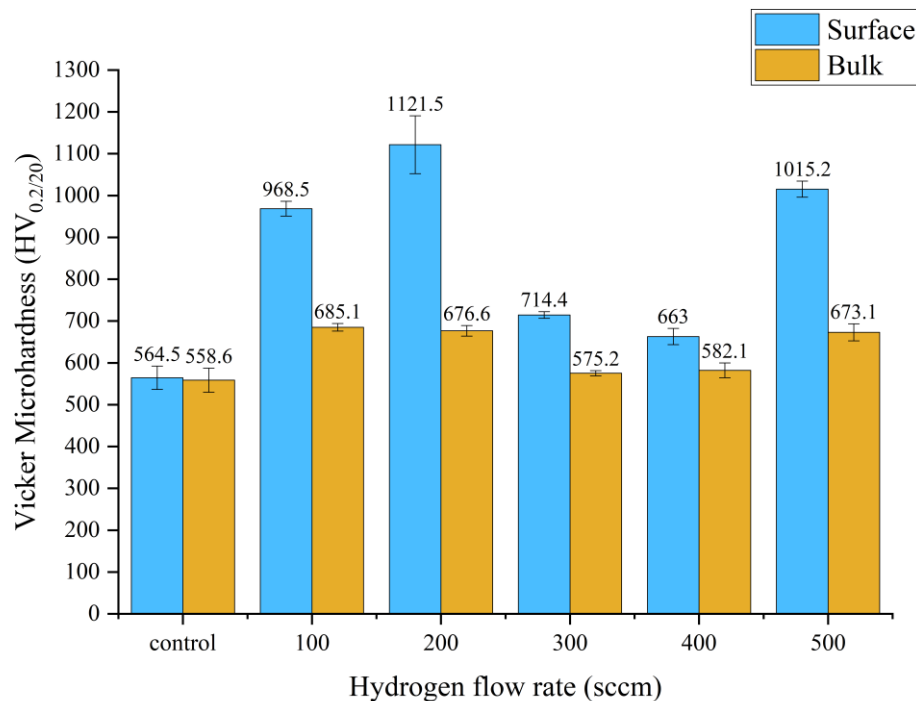
และสามารถหาความลึกที่หัวกดสามารถกดจากผิวชิ้นงานลงไป จากสมการ 3.7

$$h = \frac{d}{7}$$

$$h = \frac{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)}{7}$$

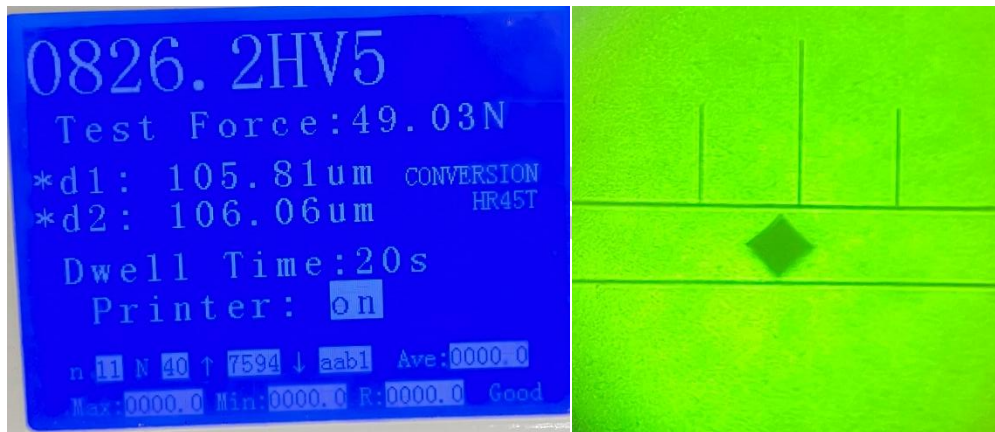
$$h = \frac{\left(\frac{22.47\mu\text{m} + 22.91\mu\text{m}}{2}\right)}{7}$$

$$h = 3.24 \mu\text{m}$$



**ภาพประกอบที่ 4.8** ความแข็งเชิงผิวของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน (ใช้ไหลในการกด 0.2 kg และกดเป็นเวลา 20 วินาที)

ชิ้นงานที่ตรวจวัดด้วยไหลในการกดต่ำสุด 0.2 kgf ดังที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.8 แสดงความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับตัวอย่างควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ( $564.5 \pm 28 \text{ HV}_{0.2}$ ) ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานสูงสุด ( $1121.5 \pm 69.2 \text{ HV}_{0.2}$ ) คือ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจน 200 sccm ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานลดลงเล็กน้อยที่ 100 sccm และ 500 sccm ประมาณ  $968.5 \pm 17.8 \text{ HV}_{0.2}$  และ  $1015.2 \pm 19.2 \text{ HV}_{0.2}$  ตามลำดับ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจน 300 และ 400 sccm สามารถเพิ่มความแข็งที่ผิวของชิ้นงานได้เพียงเล็กน้อย ประมาณ  $714.4 \pm 7.9$  และ  $663.0 \pm 19.4 \text{ HV}_{0.2}$  ตามลำดับ



ภาพประกอบที่ 4.9 ข้อมูลและภาพรอยกดที่ได้จากการวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ของชิ้นงาน H200 (โดยใช้โหลดในการกด 5.0 kg และกดแช่นาน 20 วินาที)

จากภาพประกอบที่ 4.9 สามารถนำข้อมูลมาหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ได้จากสมการ 3.4

โดยที่

$$HV = \frac{1.8544F}{d^2}$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

$$HV = \frac{1.8544F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2}$$

$$HV = \frac{1.8544(5.0\text{kgf})}{\left(\frac{105.81\mu\text{m} + 106.06\mu\text{m}}{2}\right)^2}$$

$$HV = 826.2 \text{ kg/mm}^2$$

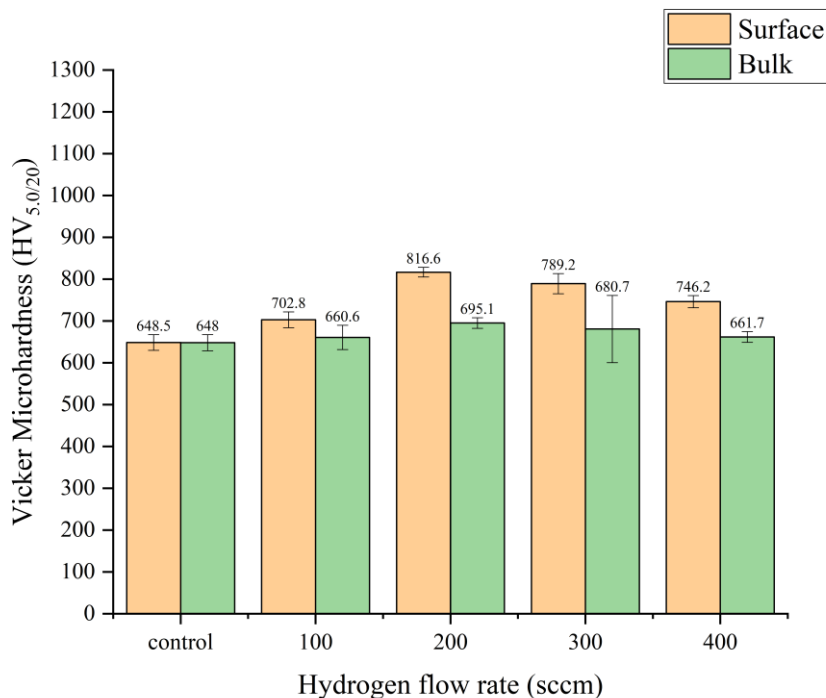
และสามารถหาความลึกที่หัวกดสามารถกดจากผิวชิ้นงานลงไป จากสมการ 3.7

$$h = \frac{d}{7}$$

$$h = \frac{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)}{7}$$

$$h = \frac{\left(\frac{105.81\mu\text{m} + 106.06\mu\text{m}}{2}\right)}{7}$$

$$h = 15.13 \mu\text{m}$$



ภาพประกอบที่ 4.10 ความแข็งเชิงผิวชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน (โดยใช้โหลดในการกด 5.0 kg และกดแช่นาน 20 วินาที)

ชิ้นงานที่ตรวจวัดด้วยโหลดในการกดสูงสุด 5.0 kgf ดังที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.10 แสดงความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับตัวอย่างควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ( $648.5 \pm 18.7$  HV<sub>5.0</sub>) ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานสูงสุด ( $816.6 \pm 11.6$  HV<sub>5.0</sub>) คือชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจน 200 sccm ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานลดลงเล็กน้อยที่ 300 sccm และ 400 sccm ประมาณ  $789.2 \pm 24.1$  HV<sub>5.0</sub> และ  $746.2 \pm 14.4$  HV<sub>5.0</sub> ตามลำดับ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจน 100 sccm สามารถเพิ่มความแข็งที่ผิวของชิ้นงานได้เพียงเล็กน้อยประมาณ  $702.8 \pm 18.8$  HV<sub>5.0</sub> ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความแข็งของเนื้อภายในชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับชิ้นงานควบคุม

จากการตรวจวัดด้วยโหลดในการกดที่แตกต่างกัน 0.2 และ 5.0 kgf พบว่าชิ้นงานที่ตรวจวัดด้วยโหลด 0.2 kgf หัวกดของเครื่อง Vicker microhardness สามารถกดจากผิวชิ้นงานลงไปเนื้อในของชิ้นงานได้ประมาณ 5 ไมครอนเท่านั้น ค่าความแข็งที่วัดได้เป็นอิทธิพลความแข็งของชั้นสารประกอบเป็นหลัก ที่ส่วนใหญ่จะพบเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N ซึ่งมีคุณสมบัติที่แข็งแต่เปราะ แต่ชิ้นงานที่

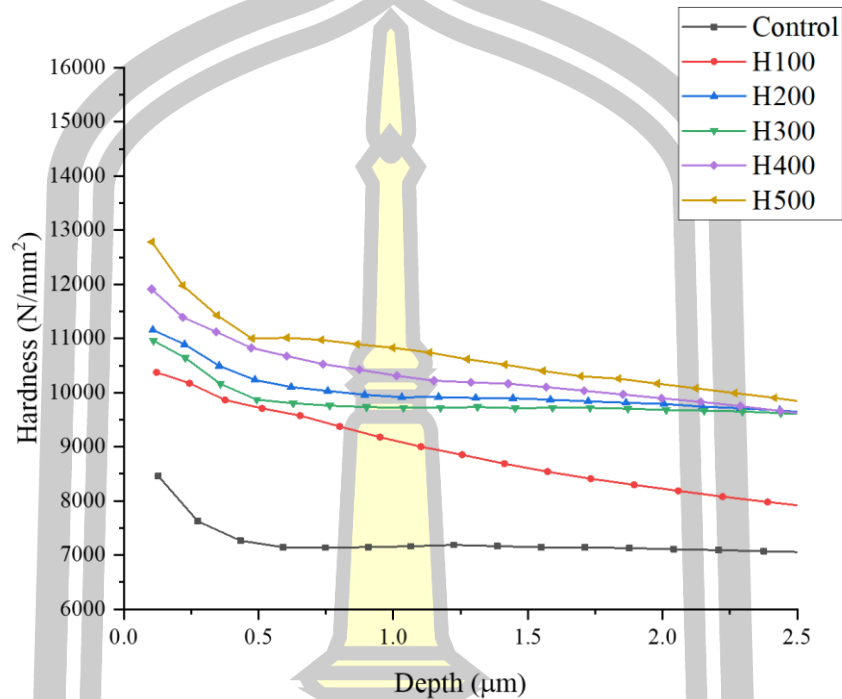
ตรวจวัดด้วยโหลด 5.0 kgf หัวกดของเครื่อง Vicker microhardness สามารถกดจากผิวชิ้นงานลงไป เนื้อในของชิ้นงานได้ประมาณ 15 ไมครอน ค่าความแข็งเฉลี่ยที่วัดได้เป็นอิทธิพลความแข็งของชั้น สารประกอบ ชั้นการแพร่ และความแข็งเดิมของชิ้นงานอีกเล็กน้อย ซึ่งการวัดโดยใช้โหลดต่ำสุดจึงทำให้ค่าความแข็งเฉลี่ยสูงกว่าการวัดโดยใช้โหลดสูงสุด เนื่องจากความลึกของหัวกดที่น้อยกว่าถึง ประมาณ 3 เท่านั่นเอง

นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความแข็งของเนื้อภายในชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่อ เทียบกับชิ้นงานควบคุม แสดงให้เห็นว่ากระบวนการพลาสมาไนไตรดิงส่งผลต่อการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลเฉพาะบริเวณผิวของชิ้นงานเท่านั้นโดยเนื้อชิ้นงานยังคงคุณสมบัติเดิม

#### 4.2.3 ผลการวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก ด้วยเทคนิคนาโนอินเดนเตชันในโหมด ESP

เครื่อง Nanoindenter (FISCHERSCOPE® HM2000) จะแสดงผลการวัดในรูปแบบของค่าความ แข็งแรงเชิงผิวที่สัมพันธ์กับความลึก (Stiffness in depth profile) วัดความทนทานต่อการเสีรูปร่าง ของชิ้นงาน ซึ่งสามารถวัดค่าความแข็งและความเหนียวของผิวชิ้นงานได้พร้อมกัน โดยใช้วิธีการเพิ่ม และลดแรงกดอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นการวัดนาโนอินเดนเตชันในโหมด Enhanced stiffness procedure (ESP) เริ่มต้นจากแรงกด 0.1 mN และเพิ่มขึ้นทีละ 0.1 mN จนถึงค่าสูงสุดที่ 2000 mN จากนั้นจึงลดแรงกดลงในอัตราเดียวกัน จากภาพประกอบที่ 4.11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความ แข็งและความลึกของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่ใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน พบว่าชิ้นงานทุกเงื่อนไขค่าความแข็งมีค่าสูงสุดที่ผิวและมีแนวโน้มลดลงตามความลึกที่เพิ่มขึ้น โดยเฉพาะในช่วงความลึก 0-0.5 ไมครอนแรก ค่าความแข็งมีการลดลงอย่างรวดเร็ว หลังจากนั้นการ ลดลงของค่าความแข็งจะช้าลงจนค่อนข้างคงที่เข้าสู่ความแข็งเดิมของชิ้นงาน เมื่อพิจารณาที่ ผิวชิ้นงานพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงที่ใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจน 500 sccm (H500) มีค่าความแข็งสูงสุดประมาณ 15,800 N/mm<sup>2</sup> (15.8 GPa) รองลงมาคือชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาไนไตรดิงที่ใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจน 400 200 300 และ 100 sccm ตามลำดับ มีค่า ความแข็งมากกว่า 10,000 N/mm<sup>2</sup> (10.0 GPa) ในขณะที่ชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไน ไตรดิงมีค่าความแข็งต่ำสุดประมาณ 8,500 N/mm<sup>2</sup> (8.5 GPa) ที่ความลึก 2.5 ไมครอน ชิ้นงานที่ ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง ยังคงรักษาค่าความแข็งได้สูงสุดที่ประมาณ 10,000 N/mm<sup>2</sup> (10.0 GPa) ยกเว้นชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจน 100 sccm (H100) ที่ความลึก 2.5 ไมครอน ค่าความแข็งได้สูงสุดประมาณ 8,500 N/mm<sup>2</sup> (8.5 GPa) ดังนั้นสัดส่วนของ

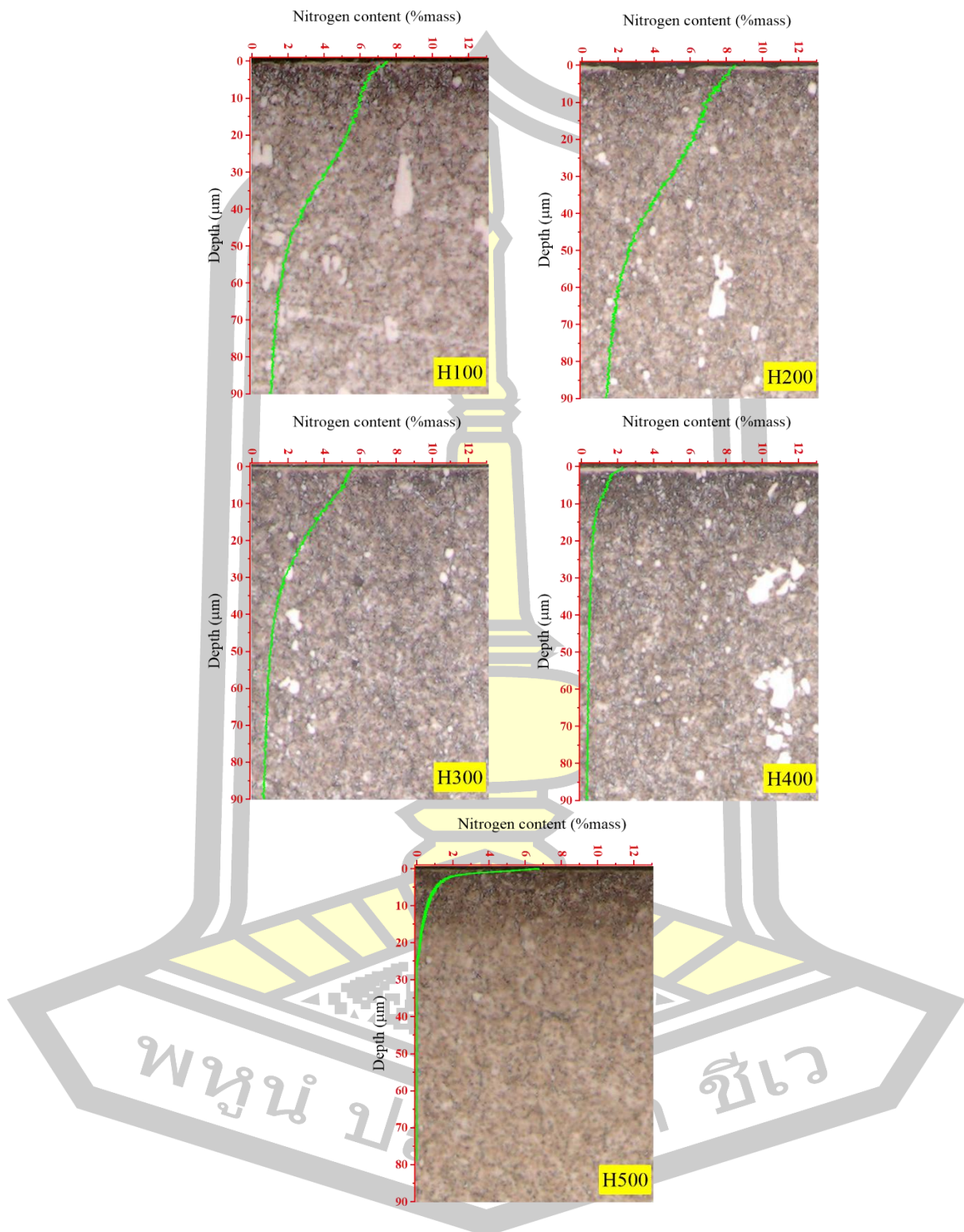
แก๊สไฮโดรเจนที่เหมาะสมที่สุดอยู่ในช่วง 200-500 sccm ซึ่งสามารถรักษาค่าความแข็งได้ดีที่สุดตลอดความลึกที่ทำการทดสอบ



ภาพประกอบที่ 4.11 ความแข็งตามความลึกของผิวด้านบนชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนที่แตกต่างกัน

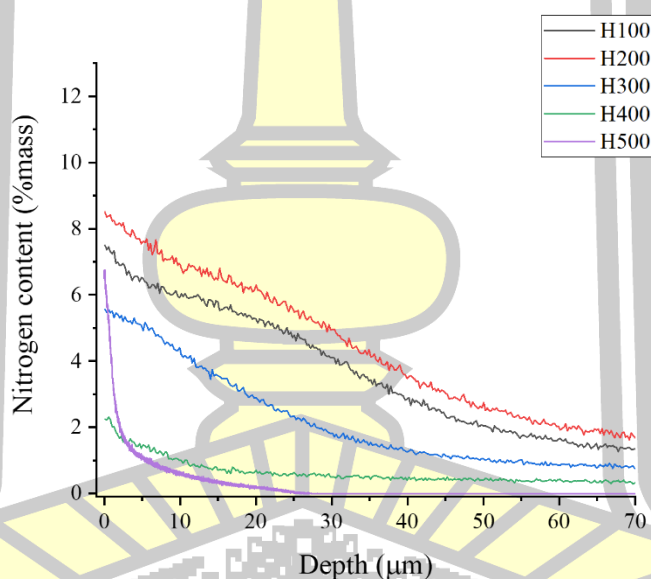
4.2.4 ผลการวิเคราะห์สัดส่วนการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนร่วมกับภาพภาคตัดขวางของชิ้นงานด้วยเทคนิค GD-OES และ OM

การศึกษานี้วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของภาคตัดขวางและความหนาของชั้นไนโตรดิงด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical microscopy) และการกระจายตัวของไนโตรเจนตามความลึกในชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนที่แตกต่างกัน (100-500 sccm)



ภาพประกอบที่ 4.12 ภาพตัดขวางของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกันเทียบกับปริมาณของธาตุไนโตรเจนตามความลึก

จากภาพประกอบที่ 4.12 พบว่าชิ้นงานทั้งหมดแสดงลักษณะชั้นผิวที่เกิดจากการแทรกซึมของอะตอมไนโตรเจนตามความลึก โดยมีความแตกต่างกันอย่างชัดเจนตามสัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจน จากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไนโตรเจนและความลึกดังภาพประกอบที่ 4.13 พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนไฮโดรเจนที่ต่างกัน 100-500 sccm มีการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนตามความลึกที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ชิ้นงาน H200 แสดงการแพร่ของไนโตรเจนสูงที่สุด โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นที่ประมาณ 8% และค่อยๆ ลดลงตามความลึกที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่ชิ้นงาน H100 แสดงแนวโน้มที่คล้ายคลึงกันแต่มีความเข้มข้นเริ่มต้นที่ต่ำกว่า (ประมาณ 7%) ชิ้นงาน H300 มีการแพร่ของไนโตรเจนในระดับปานกลาง โดยเริ่มต้นที่ประมาณ 5% และลดลงอย่างต่อเนื่อง ส่วนชิ้นงาน H400 และ H500 แสดงการแพร่ของไนโตรเจนที่ต่ำที่สุด โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นเพียง 2% และ 1% ตามลำดับ และลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงความลึก 10 ไมครอนแรก



ภาพประกอบที่ 4.13 ร้อยละของมวลธาตุไนโตรเจนตามความลึกของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่างกัน

ในกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงสัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนที่ใช้มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อการแพร่ของไนโตรเจนในชิ้นงาน โดยสัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนในช่วง 200 sccm ให้ผลการแพร่ที่ดีที่สุด ในขณะที่สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนที่สูงขึ้น (400-500 sccm) ส่งผลให้การแพร่ของไนโตรเจนลดลงอย่างมาก ข้อมูลนี้มีความสำคัญต่อการเลือกตัวแปรที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการปรับปรุงผิวด้วยไนโตรเจน เนื่องจากการใช้แก๊สไนโตรเจนมากเกินไปทำให้มีสัดส่วนของอะตอมไนโตรเจนในพลาสมา

ลดลง ซึ่งส่งผลให้อัตราการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนลดลงตามไปด้วย ในทางตรงกันข้าม การใช้แก๊สไฮโดรเจนในสัดส่วนที่น้อยเกินไป ทำให้ความสามารถในการกำจัดชั้นออกไซด์ลดลง เนื่องจากอุณหภูมิสูง การเกิดชั้นออกไซด์จะสามารถเกิดได้เร็วและง่ายขึ้น

#### 4.2.5 ผลการวิเคราะห์ความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงานด้วยเทคนิค Pin-on disk ร่วมกับเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

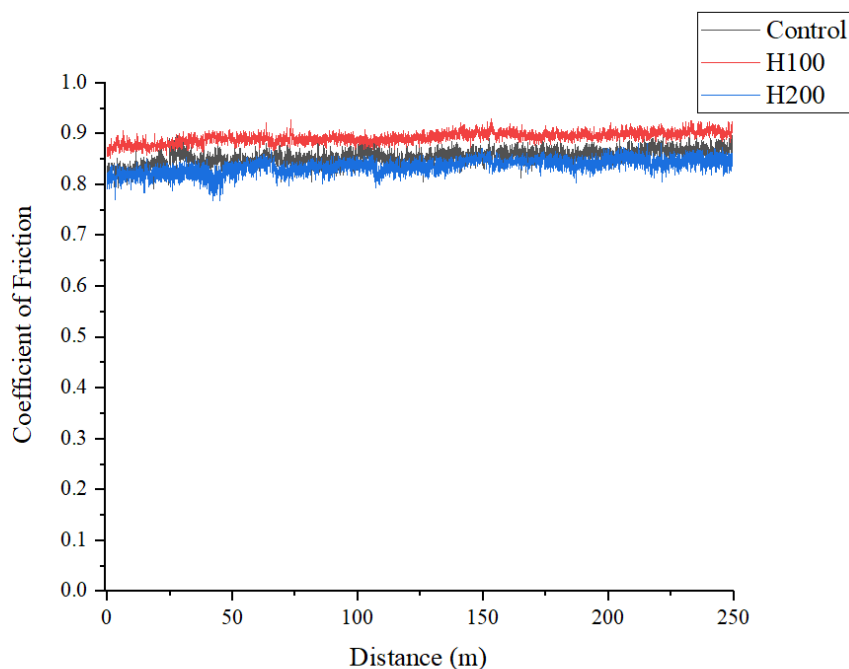
จากการศึกษาคุณสมบัติเชิงกลของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจนที่ต่างกัน โดยพิจารณาจากค่าความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิว ค่าความแข็งตามความลึก และความเสถียรของการแพร่ของไนโตรเจนเข้าสู่เนื้อวัสดุ ผลการวิเคราะห์นี้แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจน 100 และ 200 sccm (H100 และ H200) แสดงคุณสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าชิ้นงานอื่นๆ อย่างมีนัยสำคัญ และ

เพื่อประเมินประสิทธิภาพด้านการต้านทานการสึกหรอของชิ้นงานดังกล่าว ผู้วิจัยได้คัดเลือกชิ้นงานที่มีคุณสมบัติเชิงกลโดยรวมดีที่สุด ได้แก่ ชิ้นงาน H100 และ H200 รวมถึงชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง เพื่อนำมาทดสอบความต้านทานการสึกหรอด้วยเทคนิค Pin-on-disk การทดสอบความต้านทานการสึกหรอ ดำเนินการโดยใช้เครื่อง CSEM Tribometer Pin on disk รุ่น 94-H1405 โดยมีตัวแปรการทดสอบดังนี้

- ค่าแรงกดที่ใช้ 2 N
- ความเร็วเชิงเส้น 10 cm/s
- รัศมีวงทดสอบ 5 mm
- จำนวนรอบการทดสอบ 10,000 รอบ

ระหว่างการทดสอบ เครื่องได้คำนวณค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทาน (Coefficient of Friction, COF) อย่างต่อเนื่องตลอดการทดสอบโดยใช้อัตราส่วนระหว่างแรงลากในแนวสัมผัส (Tangent force) ต่อแรงกดในแนวตั้งฉากกับพื้นผิว (Normal force) ผลการทดสอบแสดงในภาพประกอบที่ 4.14

ภาพประกอบที่ 4.14 แสดงเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของชิ้นงานทั้ง 3 กลุ่มตลอดระยะเวลาการทดสอบ 10,000 รอบ จากผลการทดสอบพบว่าชิ้นงาน H100 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานสูงสุดโดยค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 0.89 ชิ้นงานควบคุม (Control) แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานปานกลางที่เฉลี่ยประมาณ 0.86 ชิ้นงาน H200 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำสุดที่ค่าเฉลี่ยประมาณ 0.84 ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานโดยรวมทุกเงื่อนไขไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ



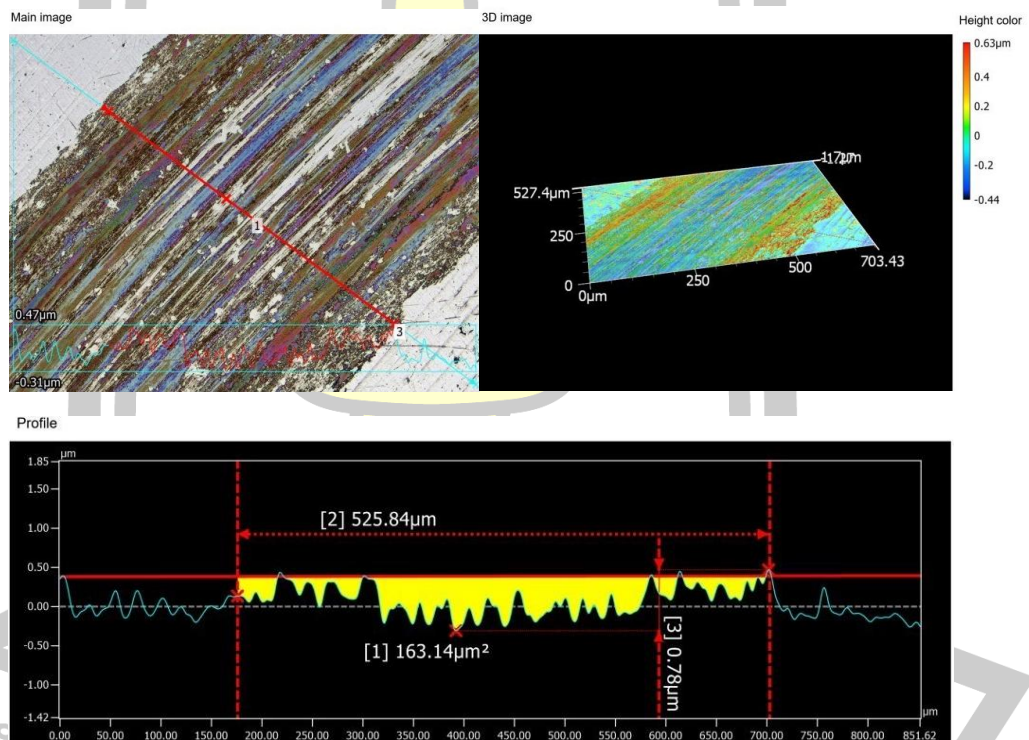
**ภาพประกอบที่ 4.14** ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่ได้จากการวัดความต้านทานการสึกหรอด้วยเทคนิค Pin-on disk

ภายหลังจากการวัดค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่เกิดจากการใช้หัวกดสแตนเลส กดลงไปบนชิ้นงานด้วยแรง 2 N ที่กำลังหมุนด้วยอัตราเร็วเชิงมุม 20 rad/s เป็นจำนวนทั้งหมด 10,000 รอบ ทั้งผิวชิ้นงานและหัวกดจะเกิดการสึกหรอ ในการทดลองนี้ได้นำผิวชิ้นงานมาตรวจวัดร่องรอยการสึกหรอ (wear track) ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ ผลการทดสอบการสึกหรอของชิ้นงานจะแสดงผลเป็น 3 ภาพย่อย ดังแสดงในภาพประกอบที่ 4.15 ซึ่งเป็นตัวอย่างชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง ดังนี้

1. Main image แสดงภาพถ่ายจริงของร่องรอยการสึกหรอ เส้นสีแดงหมายเลข 1 เป็นเส้นที่ลากตรงจากขอบซ้ายไปยังขอบขวาของร่อง สีของผิวชิ้นงานกับสีของร่องรอยการสึกหรอมีความแตกต่างกันอย่างชัดเจน จะเห็นว่าชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงสามารถตรวจพบรอยขีดข่วนได้อย่างชัดเจน เนื่องจากการทดสอบแบบไม่มีสารหล่อลื่น ร่องรอยที่ตรวจพบจึงเกิดจากการเสียดสีกันโดยตรงระหว่างผิวชิ้นงานกับหัวกด
2. 3D image เป็นภาพจำลองร่องรอยการสึกหรอแบบ 3 มิติ ซึ่งสามารถเห็นทั้งแนว กว้าง ยาว และสูง-ต่ำ โดยแสดงความสูงต่ำเป็นเฉดสี สีแดงเข้มจะหมายถึงพื้นที่สูง

ขณะที่สีน้ำเงินจะหมายถึงพื้นที่ต่ำ ในภาพจะเห็นว่าขอบของร่องรอยการสึกหรอทั้งสองข้างจะมีความสูงกว่าระดับอ้างอิง (ผิวเดิมของชิ้นงาน) ประมาณ  $0.6 \mu\text{m}$  ขณะที่ตรงกลางของร่องรอยการสึกหรอจะอยู่ต่ำกว่าระดับอ้างอิงประมาณ  $0.2 \mu\text{m}$  (ค่าติดลบ)

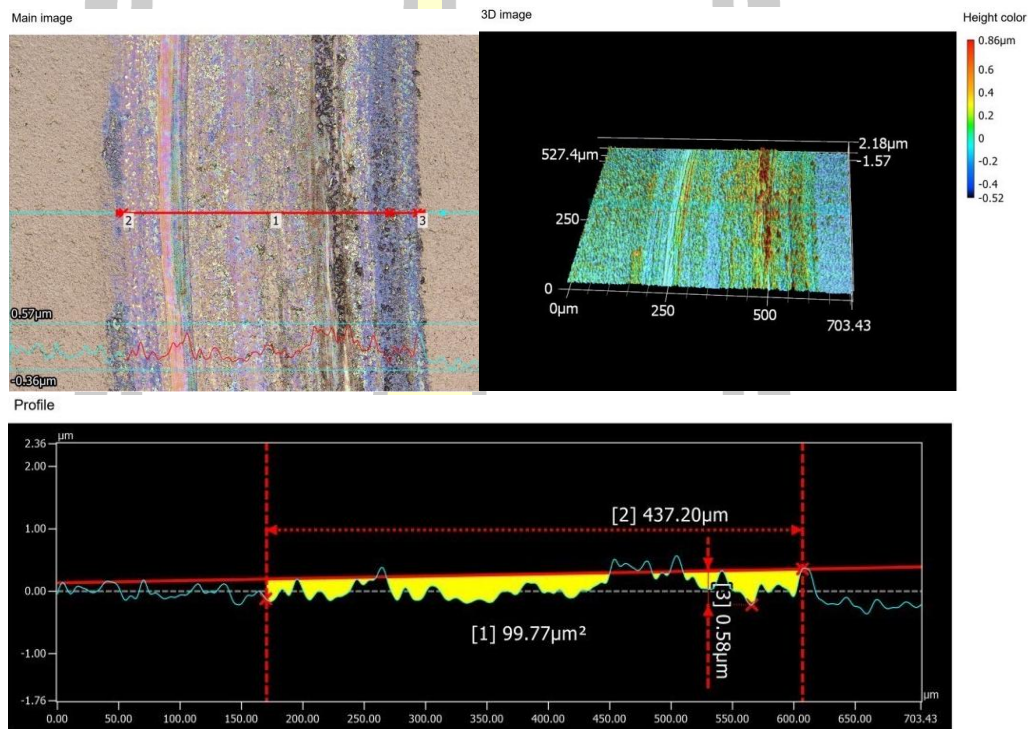
3. Profile เป็นภาพจำลองภาพภาคตัดขวางของร่องรอยการสึกหรอ แสดงให้เห็นถึงความกว้างเฉลี่ยของร่องรอยการสึกหรอ (wear track width) และร่องรอยความลึก (wear track depth) ตามแนวภาคตัดขวาง บริเวณสีเหลืองแสดงพื้นที่การสึกหรอตามแนวภาคตัดขวาง ซึ่งจากภาพพบว่าชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงมีพื้นที่การสึกหรอเฉลี่ย เท่ากับ  $163.14 \mu\text{m}^2$  สอดคล้องกับความกว้างของร่องรอยการสึกหรอเฉลี่ย เท่ากับ  $525.84 \mu\text{m}$



ภาพประกอบที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

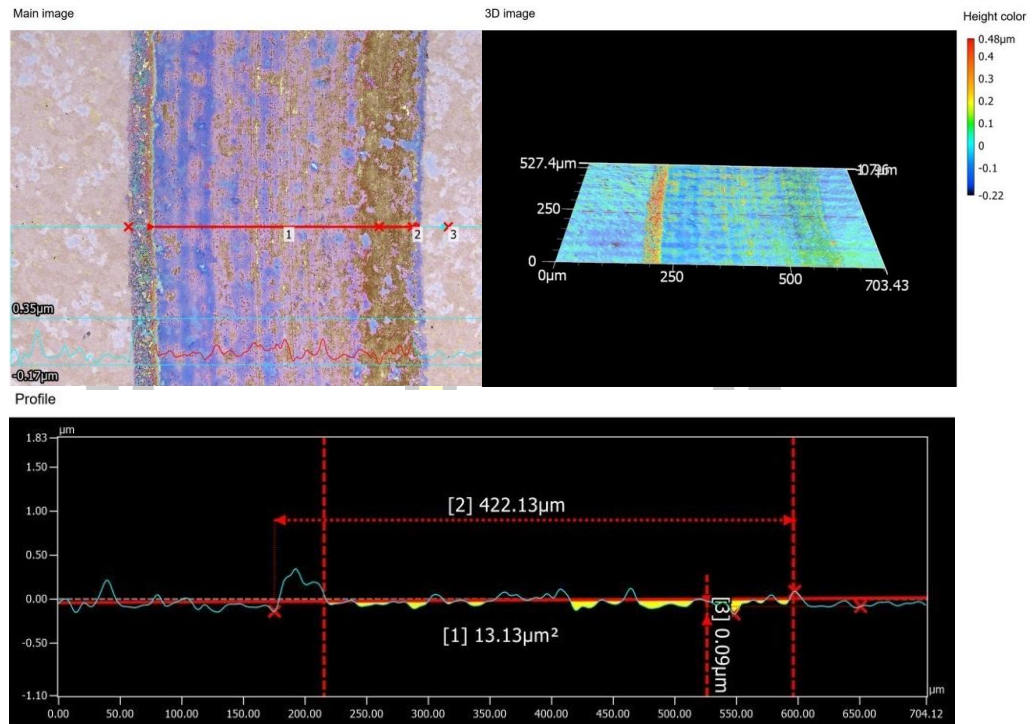
เมื่อทำการตรวจวัดร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงด้วยสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจน 100 sccm ดังแสดงในภาพประกอบที่ 4.16 แสดงร่องรอยการสึกหรอที่มีพื้นที่การสึกหรอตามแนวภาคตัดขวางเฉลี่ย เท่ากับ  $99.77 \mu\text{m}^2$

โดยความกว้างของร่องลดลงเหลือเพียง  $437.20\ \mu\text{m}$  ซึ่งพื้นที่การสึกหรอลดลงร้อยละ 39 เมื่อเทียบกับชิ้นงานควบคุม และชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงด้วยสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจน  $200\ \text{sccm}$  ดังแสดงในภาพประกอบที่ 4.17 มีพื้นที่การสึกหรอตามแนวภาคตัดขวางเฉลี่ย เท่ากับ  $13.13\ \mu\text{m}^2$  โดยความกว้างของร่องลดลงเหลือเพียง  $422.13\ \mu\text{m}$  ซึ่งพื้นที่การสึกหรอลดลงถึงร้อยละ 92 เมื่อเทียบกับชิ้นงานควบคุม แสดงให้เห็นว่าการทำพลาสมาไนโตรดิงด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสมจะสามารถเพิ่มความต้านทานการสึกหรอของชิ้นงาน DC53 ได้อย่างมีนัยสำคัญ



ภาพประกอบที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงาน H100 ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

พหุ ประถม ศึกษาศาสตร์



ภาพประกอบที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงาน H200 ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ร่องรอยการสึกหรอของชิ้นงานควบคุมและชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้สัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนแตกต่างกัน ด้วยเครื่องสแกนพื้นผิวเชิงแสงแบบ 3 มิติ

Samples name	wear track width ( $\mu\text{m}$ )	wear track area ( $\mu\text{m}^2$ )
Control	525.84	163.14
H100	437.20	99.77
H200	422.13	13.13

ผลการทดลองนี้ช่วยยืนยันประสิทธิภาพของเทคนิคพลาสมาไนโตรดิงในการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงไตรโบโลยีของพื้นผิววัสดุ และแสดงให้เห็นถึงความสำคัญของการควบคุมสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่อไนโตรเจนเพื่อให้ได้คุณสมบัติการต้านทานการสึกหรอที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้งานเฉพาะทาง

#### 4.3 ผลการทดลองชุดที่ 3 เวลาพลาสมาไนโตรดิงแตกต่างกัน

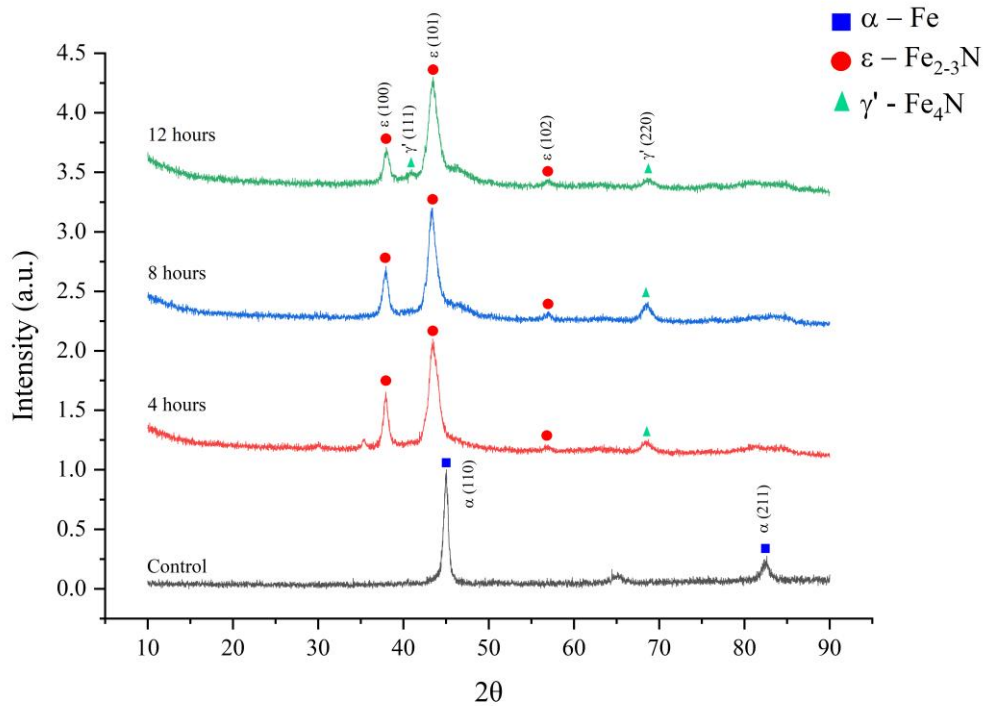
สำหรับการทดลองชุดนี้จะเป็นการศึกษาผลของสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่อลักษณะของชั้นไนโตรดิงที่เกิดขึ้นบนชิ้นงาน DC53 โดยได้ทำพลาสมาไนโตรดิงที่อุณหภูมิต่ำ 400 °C และใช้อัตราการ

ไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ 1000 sccm ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหลคงที่ 200 sccm ใช้เวลาการทำพลาสมาไนโตรดิงที่แตกต่างกัน 4 8 และ 12 ชั่วโมง ซึ่งสอดคล้องกับรหัสชิ้นงาน คือ t4h t8h และ t12h ตามลำดับ

#### 4.3.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสไนโตรดิงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่มุม  $2\theta$  ในช่วง  $10^\circ$  ถึง  $90^\circ$  ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังภาพประกอบที่ 4.18 เมื่อเปรียบเทียบกับตำแหน่งพิกัดพื้นฐานข้อมูล JCPDs ที่ปรากฏอยู่ในงานวิจัยของ Dong-Cherng Wen, 2010; จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าปริมาณแก๊สไฮโดรเจนที่ใช้ในกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงส่งผลต่อการก่อตัวของเฟสไนโตรดิงอย่างมีนัยสำคัญ ในชิ้นงานควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง พบเพียงเฟส  $\alpha$ -Fe ซึ่งเป็นโครงสร้างพื้นฐานของเหล็กกล้า สอดคล้องกับพิกัดตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $45.2^\circ$  และ  $82.6^\circ$  ขณะที่ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้แก๊สไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 100-500 sccm พบการเกิดเฟสไนโตรดิง 2 ชนิด ได้แก่  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N และ  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N โดยเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N แสดงพิกัดตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $38.0^\circ$   $43.9^\circ$  และ  $56.9^\circ$  ในขณะที่เฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N แสดงพิกัดตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $47.3^\circ$  และ  $69.4^\circ$  นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าชิ้นงาน t12h พบเฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ที่  $41.5^\circ$  ซึ่งบ่งชี้ถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเหล็กกล้าเป็นสารประกอบไนโตรดิงที่ผิวชิ้นงาน ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าการเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อการก่อตัวและสัดส่วนของเฟสไนโตรดิงในชั้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนโตรดิง ผลการวิเคราะห์นี้แสดงให้เห็นว่าเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงที่มีผลต่อการก่อตัวของเฟสไนโตรดิงและความเข้มของพิกัดในแต่ละเฟส

พหุ ประถมศึกษา

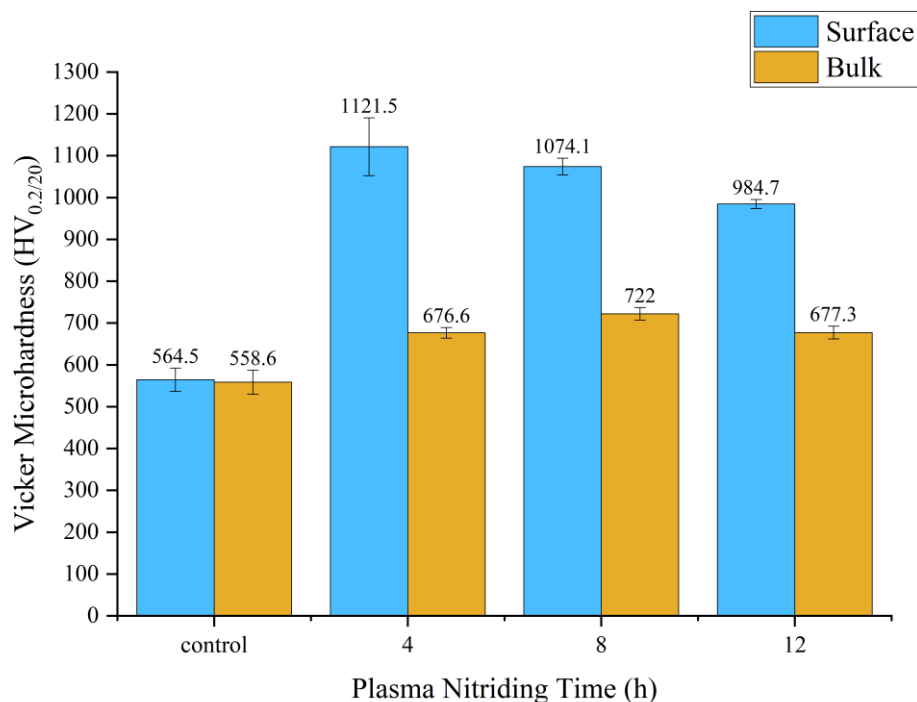


ภาพประกอบที่ 4.18 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน DC53 ไม่ที่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่เวลาแตกต่างกัน

#### 4.3.2 ผลการวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์

ในการศึกษานี้ได้ทำการทดสอบความแข็งของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 ทั้งก่อนและหลังกระบวนการพลาสมาไนโตรดิงที่เวลาแตกต่างกัน 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยใช้แรงกดต่ำสุด 0.2 kgf (~ 2 N) และใช้แรงกดสูงสุด 5.0 kgf (~ 50 N) ผ่านหัวกดเพชรที่มีมุมปลาย 136° ทำการวัดค่าความแข็งที่ตำแหน่งต่างกัน 5 จุดบนชิ้นงานเดียวกัน แบ่งเป็นการวัดบริเวณผิวที่ผ่านการพลาสมาไนโตรดิง (Surface hardness) และบริเวณด้านหลังชิ้นงานซึ่งเป็นบริเวณที่ไม่ได้เกิดการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ซึ่งจะถือว่าเป็นความแข็งเดิมของชิ้นงาน (Bulk hardness)

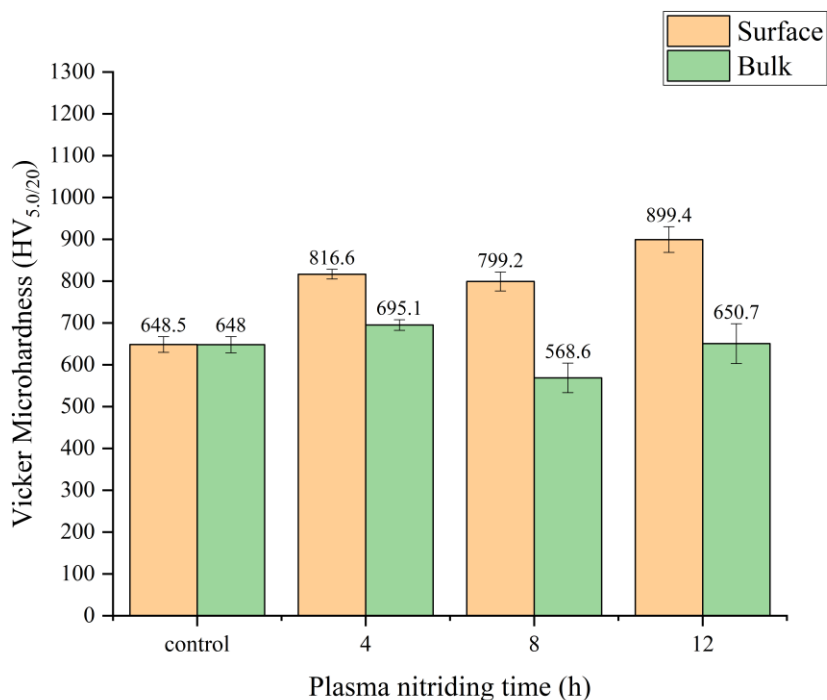
พหุ ประถมศึกษา



ภาพประกอบที่ 4.19 ความแข็งเชิงผิวของชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง โดยใช้เวลาแตกต่างกัน (ใช้โหลดในการกด 0.2 kg และกดแช่นาน 20 วินาที)

ชิ้นงานที่ตรวจวัดด้วยโหลดในการกดต่ำสุด 0.2 kgf ดังที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.19 แสดงความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับตัวอย่างควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง ( $564.5 \pm 28$  HV<sub>0.2</sub>) ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานสูงสุด ( $1121.5 \pm 69.2$  HV<sub>0.2</sub>) คือ ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิง 4 ชั่วโมง ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานลดลงเล็กน้อยเมื่อใช้เวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิง 8 และ 12 ชั่วโมง ประมาณ  $1074.1 \pm 20.0$  HV<sub>0.2</sub> และ  $984.7 \pm 10.7$  HV<sub>0.2</sub> ตามลำดับ

พหุ ประถมศึกษา



ภาพประกอบที่ 4.20 ความแข็งเชิงผิวชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยใช้เวลาแตกต่างกัน(โดยใช้โหลดในการกด 5.0 kg และกดแช่นาน 20 วินาที)

ชิ้นงานที่ตรวจวัดด้วยโหลดในการกดสูงสุด 5.0 kgf ดังที่แสดงในภาพประกอบที่ 4.20 แสดงความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับตัวอย่างควบคุมที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง ( $648.5 \pm 18.7 \text{ HV}_{5.0}$ ) ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานสูงสุด ( $899.4 \pm 30.7 \text{ HV}_{5.0}$ ) คือชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง 12 ชั่วโมง ความแข็งเฉลี่ยของพื้นผิวด้านบนชิ้นงานลดลงเล็กน้อยที่ 4 และ 8 ชั่วโมง ประมาณ  $816.6 \pm 11.6 \text{ HV}_{5.0}$  และ  $799.2 \pm 22.6 \text{ HV}_{5.0}$  ตามลำดับ

จากผลการทดลองที่พบว่าค่าความแข็งผิวของชิ้นงานเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาการทำพลาสมาไนโตรดิง โดยเฉพาะที่ 12 ชั่วโมง ( $899.4 \text{ HV}_{5.0}$ ) สามารถอธิบายได้ว่าเป็นผลมาจากการที่ไนโตรเจนมีเวลาเพียงพอในการแพร่และก่อตัวเป็นชั้นสารประกอบไนไตรด์ที่มีความหนาและสมบูรณ์มากขึ้น รวมถึงการเกิดชั้นการแพร่ที่มีความหนาเพิ่มขึ้น

การที่ความแข็งผิวลดลงเล็กน้อยที่ 8 ชั่วโมงเมื่อเทียบกับ 4 ชั่วโมงอาจเกิดจากการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของเฟสในชั้นสารประกอบ หรือการเกิดการคลายตัวของความเค้นตกค้างในระหว่างกระบวนการ ก่อนที่จะเพิ่มขึ้นอีกครั้งเมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 12 ชั่วโมง

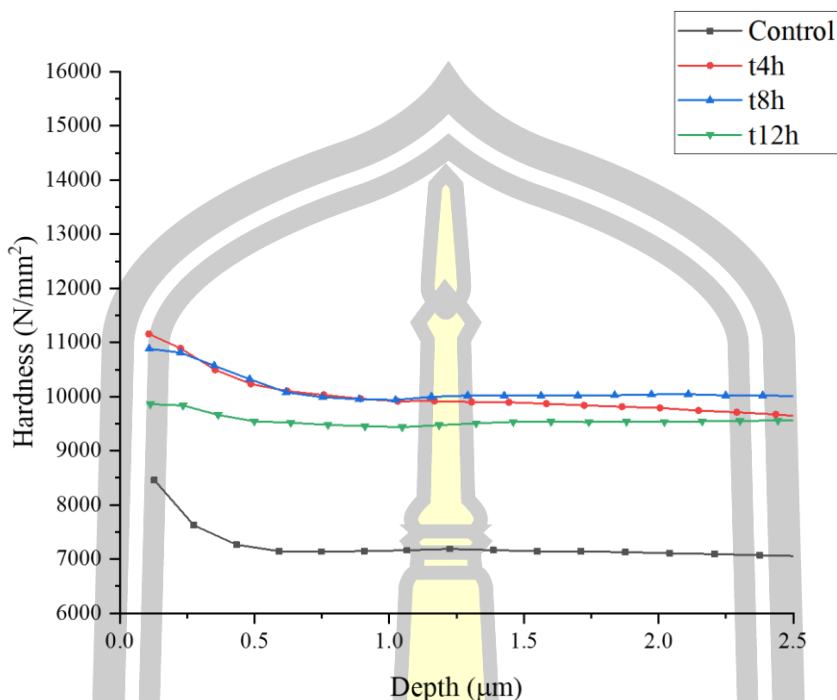
จากการตรวจวัดด้วยโพลต์ในการกดที่แตกต่างกัน 0.2 และ 5.0 kgf พบว่าชั้นงานที่ตรวจวัดด้วยโพลต์ 0.2 kgf หัวกดของเครื่อง Vicker microhardness สามารถกดจากผิวชั้นงานลงไปเนื้อในของชั้นงานได้ประมาณ 5  $\mu\text{m}$  เท่านั้น ค่าความแข็งที่วัดได้เป็นอิทธิพลความแข็งของชั้นสารประกอบเป็นหลัก ที่ส่วนใหญ่จะพบเฟส  $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$  ซึ่งมีคุณสมบัติที่แข็งแต่เปราะ แต่ชั้นงานที่ตรวจวัดด้วยโพลต์ 5.0 kgf หัวกดของเครื่อง Vicker microhardness สามารถกดจากผิวชั้นงานลงไปเนื้อในของชั้นงานได้ประมาณ 15  $\mu\text{m}$  ค่าความแข็งเฉลี่ยที่วัดได้เป็นอิทธิพลความแข็งของชั้นสารประกอบ ชั้นการแพร่ และความแข็งเดิมของชั้นงานอีกเล็กน้อย ซึ่งการวัดโดยใช้โพลต์ต่ำจึงทำให้ค่าความแข็งเฉลี่ยสูงกว่าการวัดโดยใช้โพลต์สูง เนื่องจากความลึกของหัวกดที่น้อยกว่าถึงประมาณ 3 เท่านั้นเอง

นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความแข็งของเนื้อภายในชั้นงานมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับชั้นงานควบคุม แสดงให้เห็นว่ากระบวนการพลาสมาไนไตรดิงส่งผลต่อการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลเฉพาะบริเวณผิวของชั้นงานเท่านั้นโดยเนื้อชั้นงานยังคงคุณสมบัติเดิม

#### 4.3.3 ผลการวิเคราะห์ความแข็งเชิงผิวตามความลึก ด้วยเทคนิคนาโนอินเดนเตชันในโหมด ESP

เครื่อง Nanoindenter (FISCHERSCOPE® HM2000) จะแสดงผลการวัดในรูปแบบของค่าความแข็งแรงเชิงผิวที่สัมพันธ์กับความลึก (Stiffness in depth profile) วัดความทนทานต่อการเสียรูปของชั้นงาน ซึ่งสามารถวัดค่าความแข็งและความเหนียวของผิวชั้นงานได้พร้อมกัน โดยใช้วิธีการเพิ่มและลดแรงกดอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นการวัดนาโนอินเดนเตชันในโหมด Enhanced stiffness procedure (ESP) เริ่มต้นจากแรงกด 0.1 mN และเพิ่มขึ้นทีละ 0.1 mN จนถึงค่าสูงสุดที่ 2000 mN จากนั้นจึงลดแรงกดลงในอัตราเดียวกัน จากภาพประกอบที่ 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งและความลึกของชั้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนไตรดิงโดยใช้เวลาในการทำพลาสมาไนไตรดิงแตกต่างกัน

พหุ ประ โท ชี เว



ภาพประกอบที่ 4.21 ความแข็งตามความลึกของผิวด้านบนชิ้นงาน DC53 ที่ไม่ผ่านและผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้เวลาแตกต่างกัน

จากภาพประกอบที่ 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งและความลึกในช่วง 0-2.5  $\mu\text{m}$  เนื่องจากเป็นช่วงความลึกที่น้อยมากเมื่อเทียบกับความหนาโดยรวมของชั้นไนโตรดิง ( $> 90 \mu\text{m}$ ) จึงถือว่าผลการตรวจวัดนี้เป็นเพียงการทดสอบความแข็งเชิงผิวของชั้นสารประกอบ (Compound layer) เป็นส่วนใหญ่ ชิ้นงาน DC53 พบว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิง (Control) แสดงค่าความแข็งที่ต่ำกว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ทุกความลึก โดยมีค่าความแข็งเริ่มต้นที่ผิวประมาณ  $8,500 \text{ N/mm}^2$  ( $8.5 \text{ GPa}$ ) และลดลงจนคงที่ที่ประมาณ  $7,000 \text{ N/mm}^2$  ( $7.0 \text{ GPa}$ ) เมื่อความลึกมากกว่า  $0.5 \mu\text{m}$  ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงทุกระยะเวลาแสดงการเพิ่มขึ้นของความแข็งอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับชิ้นงานควบคุม โดยเฉพาะในบริเวณผิวและใกล้ผิว ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 4 ชั่วโมง (t4h) และ 8 ชั่วโมง (t8h) แสดงค่าความแข็งสูงสุดที่ผิวประมาณ  $11,000 \text{ N/mm}^2$  ( $11.0 \text{ GPa}$ ) โดยค่าความแข็งลดลงตามความลึกที่เพิ่มขึ้น แต่ยังคงสูงกว่าชิ้นงานควบคุมแม้ที่ความลึก  $2.5 \mu\text{m}$  ชิ้นงานที่ t8h แสดงประสิทธิภาพดีที่สุดในการรักษาค่าความแข็งที่สูงตลอดช่วงความลึกที่ทดสอบ โดยมีค่าความแข็งที่ความลึก  $2.5 \mu\text{m}$  ประมาณ  $10,000 \text{ N/mm}^2$  ( $10.0 \text{ GPa}$ ) ชิ้นงาน t12h แสดงค่าความแข็งเริ่มต้นที่ผิวต่ำกว่าชิ้นงาน t4h และ t8h โดยมี

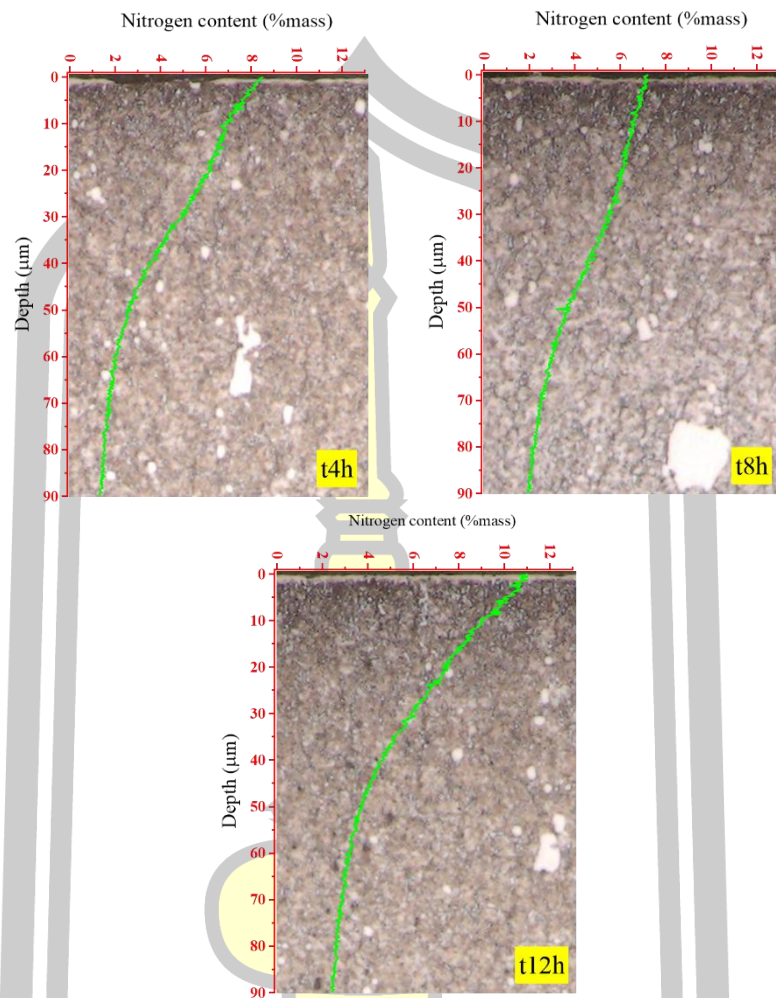
ค่าประมาณ 10,000 N/mm<sup>2</sup> (10.0 GPa) และลดลงจนค่อนข้างคงที่ที่ประมาณ 9,500 N/mm<sup>2</sup> (9.5 GPa)

จากข้อมูลในกราฟพบความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาการทำพลาสมาไนโตรดิงกับรูปแบบการกระจายความแข็งตามความลึก พบว่าระยะเวลาการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 8 ชั่วโมงให้ผลลัพธ์ที่ดีที่สุดในแง่ของการรักษาความแข็งที่สูงตลอดช่วงความลึกที่ทดสอบ ขณะที่ระยะเวลา 4 ชั่วโมงให้ค่าความแข็งที่ผิวสูงเทียบเท่ากับ 8 ชั่วโมง แต่ลดลงเร็วกว่าตามความลึกที่เพิ่มขึ้น การที่ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 12 ชั่วโมงมีค่าความแข็งที่ผิวดำกว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ 4 และ 8 ชั่วโมง อาจเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสในชั้นสารประกอบที่ผิวเนื่องจากระยะเวลาการทำพลาสมาที่นานทำให้อะตอมของไนโตรเจนสามารถแพร่จากผิวสู่เนื้อชิ้นงานได้มากขึ้นและสามารถฟอร์มตัวเป็นเฟส  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ได้มากขึ้น ซึ่งเป็นเฟสที่มีความแข็งน้อยกว่าเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>3N

#### 4.3.4 ผลการวิเคราะห์สัดส่วนการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนร่วมกับภาพภาคตัดขวางของชิ้นงานด้วยเทคนิค GD-OES และ OM

การศึกษานี้วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของภาคตัดขวางและความหนาของชั้นไนโตรดิงด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical microscopy) และการกระจายตัวของไนโตรเจนตามความลึกในชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้เวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงที่แตกต่างกัน (4 8 และ 12 ชั่วโมง)



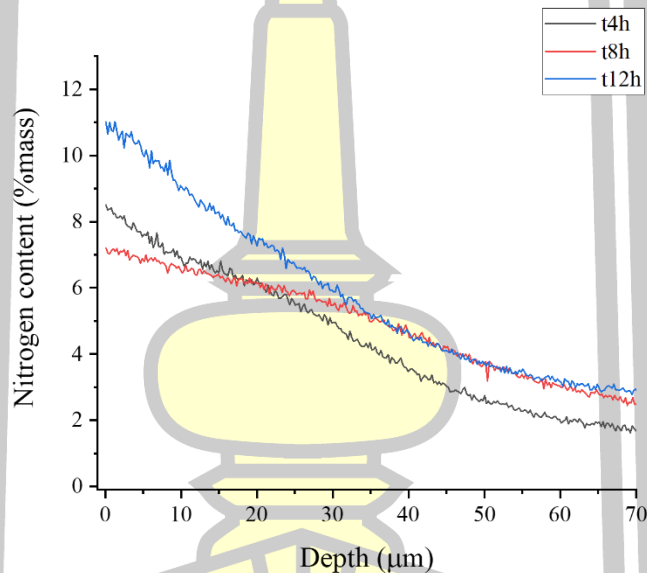


ภาพประกอบที่ 4.22 ภาพตัดขวางของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ใช้เวลาแตกต่างกัน เทียบกับปริมาณของธาตุไนโตรเจนตามความลึก

จากภาพประกอบที่ 4.22 พบว่าชิ้นงานทั้งหมดแสดงลักษณะชั้นผิวที่เกิดจากการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนตามความลึก โดยมีความแตกต่างกันอย่างชัดเจนตามสัดส่วนของแก๊สไฮโดรเจน จากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไนโตรเจนและความลึกดังภาพประกอบที่ 4.23 พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงโดยใช้เวลา 4-12 ชั่วโมง มีการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนตามความลึกที่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ชิ้นงาน t12h แสดงการแพร่ของไนโตรเจนสูงที่สุด โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นที่ประมาณ 11% และค่อยๆ ลดลงตามความลึกที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่ชิ้นงาน t4h แสดงแนวโน้มที่คล้ายคลึงกันแต่มีความเข้มข้นเริ่มต้นที่ต่ำกว่า (ประมาณ 8.5%) ชิ้นงาน t8h มีการแพร่ของไนโตรเจนเริ่มต้นที่ประมาณ 7% และลดลงอย่างต่อเนื่อง ที่ความลึก 70  $\mu\text{m}$  ชิ้นงาน t12h ยังคง

มีปริมาณของอะตอมไนโตรเจนที่สูงที่สุด ประมาณ 3% ชั้นงาน t8h มีปริมาณของอะตอมไนโตรเจนประมาณ 2.5% และปริมาณของอะตอมไนโตรเจนที่น้อยที่สุดคือ ชั้นงาน t4h ที่มีปริมาณของอะตอมไนโตรเจนประมาณ 1.5%

การเพิ่มระยะเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงจาก 4 เป็น 12 ชั่วโมงส่งผลให้ปริมาณไนโตรเจนที่บริเวณผิวเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ โดยเฉพาะในช่วงความลึก 0-30  $\mu\text{m}$  เวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงมีผลต่อระยะทางการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนอย่างมีนัยสำคัญ การเพิ่มระยะเวลาในการทำพลาสมาไนโตรดิงจะสามารถเพิ่มสัดส่วนของอะตอมไนโตรเจนได้ตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นข้อมูลสำคัญในการเลือกตัวแปรที่เหมาะสมสำหรับการปรับปรุงสมบัติของวัสดุให้ตรงตามความต้องการในการใช้งาน



ภาพประกอบที่ 4.23 ร้อยละโดยมวลอะตอมไนโตรเจนตามความลึกของชั้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรดิงที่ใช้เวลาแตกต่างกัน

พหุ ประถม ศึกษาศาสตร์

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

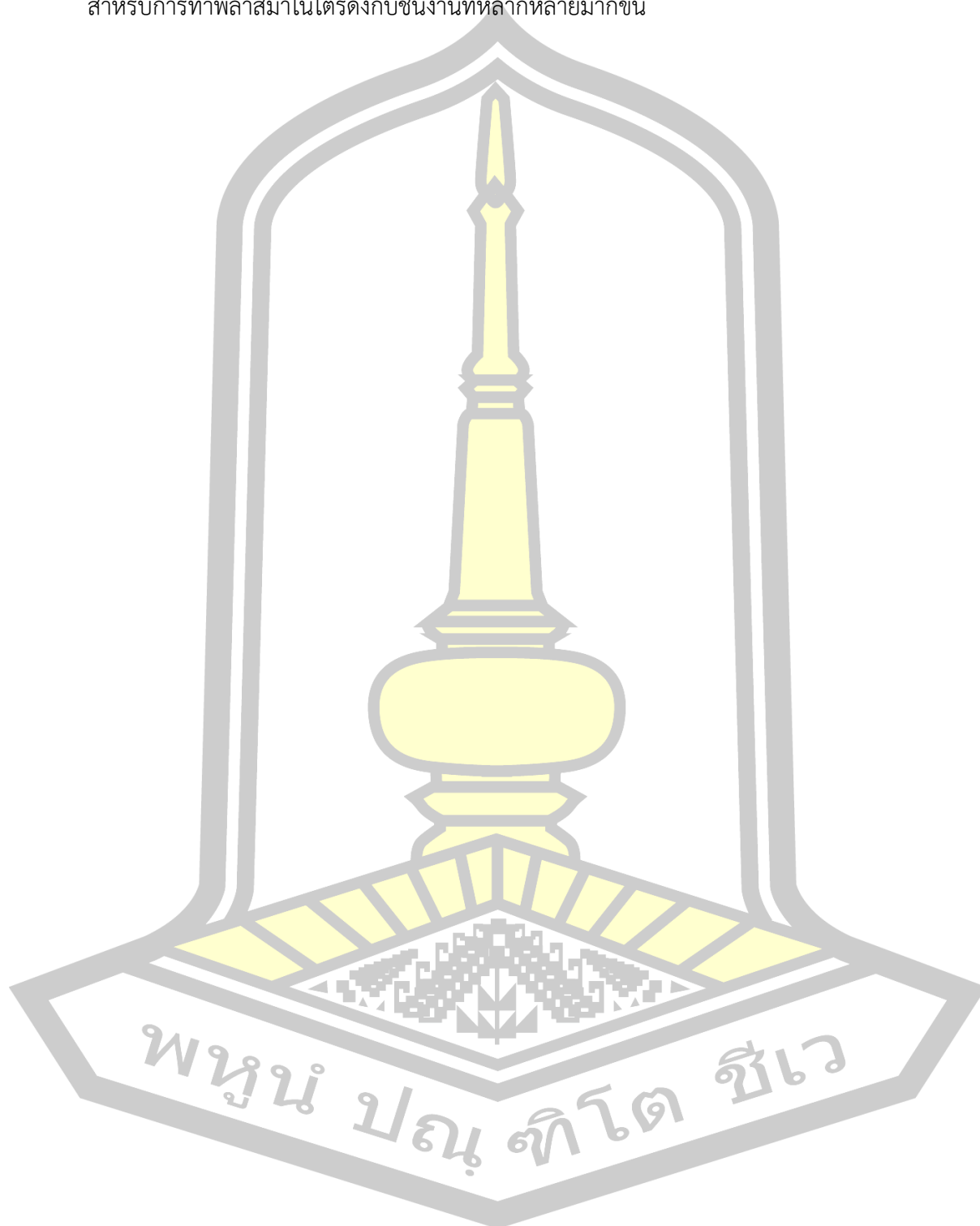
งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าเครื่องมืองานเย็น DC53 โดยการทำให้พลาสมาไนโตรดิงจากแก๊สผสมระหว่างไนโตรเจนกับไฮโดรเจน จุดพลาสมาโดยใช้แหล่งจ่ายไฟไบโพลาร์พัลส์แบบไม่สมมาตรที่ความถี่ 50 kHz ขึ้นงานถูกทำความสะอาดผิวเชิงกายภาพและเชิงเคมีโดยใช้พลาสมา (Plasma cleaning) ของแก๊สอาร์กอนผสมไฮโดรเจน ที่ความดันต่ำ จากนั้นชิ้นงานจะถูกอุ่นร้อน (Preheating) โดยใช้พลาสมาของแก๊สอาร์กอนผสมไฮโดรเจนที่ความดันสูง จึงเข้าสู่กระบวนการทำให้พลาสมาไนโตรดิง ในการทดลองนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 ชุด ชุดที่ 1 ศึกษาผลของอุณหภูมิการทำให้พลาสมาไนโตรดิงในช่วง 350-450°C ชุดที่ 2 ศึกษาผลของสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่อแก๊สไนโตรเจน 0.1 ถึง 0.5 ชุดที่ 3 ศึกษาผลของเวลาการทำให้พลาสมาไนโตรดิงในช่วง 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยกำหนดอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนคงที่ เท่ากับ 1000 sccm

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ยืนยันการก่อตัวของชั้นไนโตรด์ด้วยการตรวจพบเฟส  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N และ  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ผลการทดสอบความแข็งตามระดับความลึกแสดงให้เห็นว่าทุกสภาวะการทดลองส่งผลให้ค่าความแข็งสูงสุดอยู่ที่ผิวชิ้นงาน ความแข็งมีค่าลดลงตามความลึกเข้าสู่ค่าความแข็งเดิมของชิ้นงาน สะท้อนให้เห็นว่ากระบวนการพลาสมาไนโตรดิงสามารถเพิ่มความแข็งที่ผิวโดยไม่ส่งผลกระทบต่อความแข็งภายในของเนื้อวัสดุ การวิเคราะห์การแพร่ของอะตอมไนโตรเจนด้วยเทคนิค GD-OES แสดงให้เห็นการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของไนโตรเจนที่บริเวณผิวอย่างชัดเจน โดยพบว่าทั้งอุณหภูมิและระยะเวลาในกระบวนการมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความหนาของชั้นไนโตรด์และระยะทางการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ผลการวิจัยชี้ให้เห็นว่าการใช้อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่ 200 sccm อุณหภูมิการทำให้พลาสมาไนโตรดิง 400°C สามารถสร้างชั้นไนโตรด์ให้กับชิ้นงาน DC53 ทำให้ผิวมีความแข็งและความต้านทานการสึกหรอสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

ผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่าสัดส่วนแก๊สไฮโดรเจนต่อไนโตรเจน อุณหภูมิ เวลา มีผลโดยตรงต่ออัตราการแพร่ของอะตอมไนโตรเจน ซึ่งจะส่งผลโดยตรงต่อทั้งสมบัติเชิงกลและเชิงไตรโบโลยีของผิวชิ้นงาน ในกรณีของชิ้นงานเหล็กกล้าชนิดอื่นๆ ที่มีสัดส่วนของธาตุเจือแตกต่างกันไปตามการ

ประยุกต์ใช้งาน ก็จำเป็นจะต้องศึกษาผลของตัวแปรข้างต้นเพิ่มเติมเพื่อให้ได้ข้อมูลที่ครอบคลุม  
สำหรับการทำพลาสมาไมโครดิงกับชิ้นงานที่หลากหลายมากขึ้น



## บรรณานุกรม

- [1] Narongsuk Thammachot, *Metallurgy*, 2nd ed. Thailand: Chulalongkorn University Press, 2017.
- [2] สรวินท์ ปุคะภาค, “เอกสารประกอบการสอน วัสดุวิศวกรรม EY20201,” 2016.
- [3] “Steel express limited.” Accessed: Sep. 04, 2024. [Online]. Available: <https://www.steelexpress.co.uk/toolsteel/DC53.html>
- [4] “Daido steel.” Accessed: Sep. 04, 2024. [Online]. Available: [https://www.daido.co.jp/english/products/tool/coldwork\\_properties.html](https://www.daido.co.jp/english/products/tool/coldwork_properties.html)
- [5] A. R. Mashreghi, S. M. Y. Soleimani, and S. Saberifar, “The investigation of wear and corrosion behavior of plasma nitrided DIN 1.2210 cold work tool steel,” *Mater Des*, vol. 46, pp. 532–538, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.10.046.
- [6] S. M. Y. Soleimani, A. R. Mashreghi, S. S. Ghasemi, and M. Moshrefifar, “The effect of plasma nitriding on the fatigue behavior of DIN 1.2210 cold work tool steel,” *Mater Des*, vol. 35, pp. 87–92, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2011.09.067.
- [7] M. D. Conci, A. Ô. C. Bozzi, and A. R. Franco, “Effect of plasma nitriding potential on tribological behaviour of AISI D2 cold-worked tool steel,” *Wear*, vol. 317, no. 1–2, pp. 188–193, Sep. 2014, doi: 10.1016/j.wear.2014.05.012.
- [8] T. Aizawa and H. Kuwahara, “Plasma Nitriding as an Environmentally Benign Surface Structuring Process,” 2003.

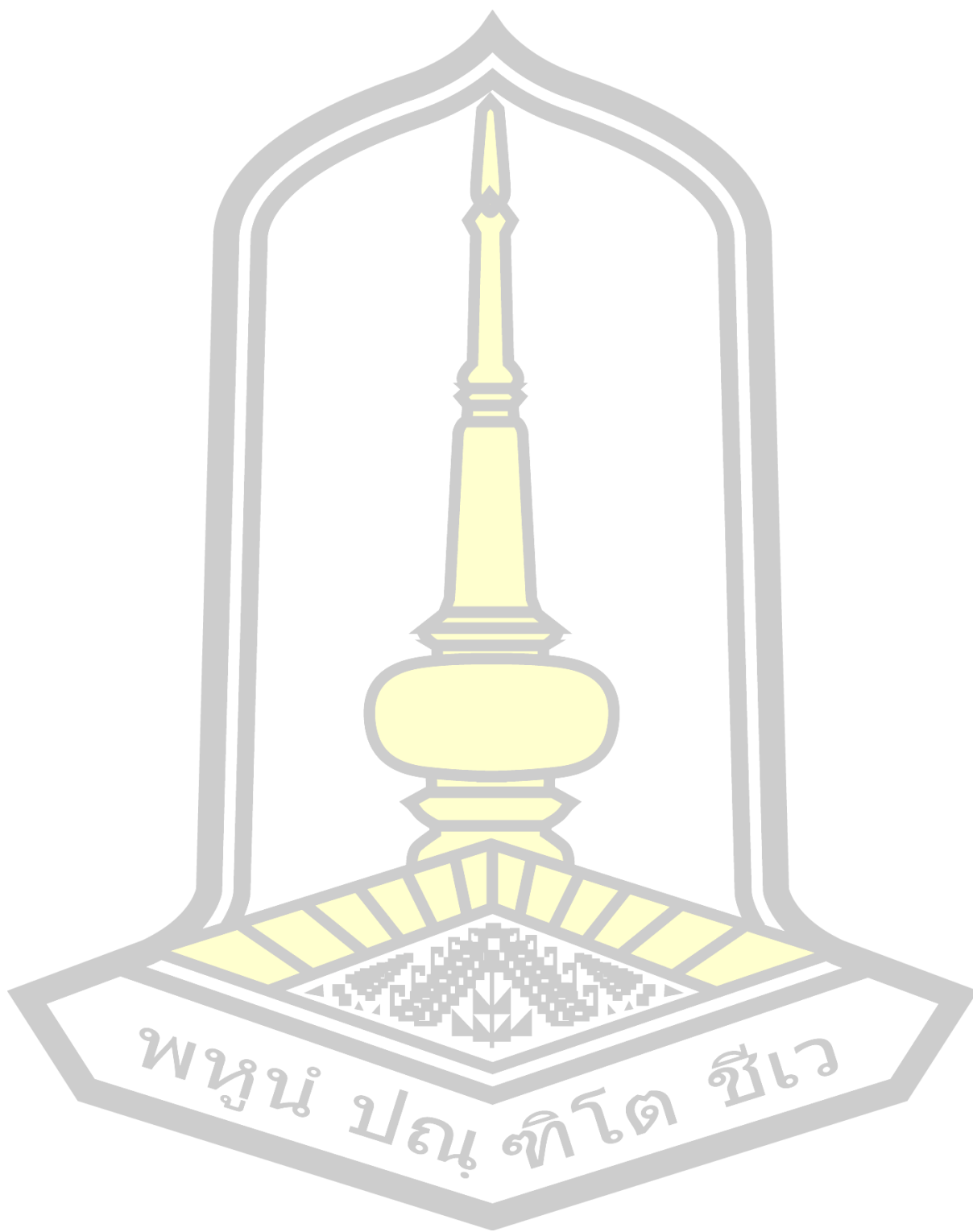
- [9] C. X. Li and T. Bell, "Sliding wear properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel," *Wear*, vol. 256, no. 11–12, pp. 1144–1152, Jun. 2004, doi: 10.1016/j.wear.2003.07.006.
- [10] G. Jiang Li *et al.*, "Effect of DC plasma nitriding temperature on microstructure and dry-sliding wear properties of 316L stainless steel," *Surf Coat Technol*, vol. 202, no. 12, pp. 2749–2754, Mar. 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.10.002.
- [11] C. P. Bergmann, H. Aghajani, and S. Behrangi, "Plasma Nitriding of Steels," Switzerland, 2017. doi: 10.1007/978-3-319-43068-3.
- [12] Frank Czerwinski, *Heat Treatment - Conventional and Novel Applications*. InTech, 2012. doi: 10.5772/2798.
- [13] D. C. Wen, "Influence of layer microstructure on the corrosion behavior of plasma nitrided cold work tool steel," *J Mater Sci*, vol. 45, no. 6, pp. 1540–1546, Mar. 2010, doi: 10.1007/s10853-009-4121-4.
- [14] A. YILMAZ and H. AYDIN, "Friction-wear characteristics of plasma nitrided cold work tool steels," *Uludağ University Journal of The Faculty of Engineering*, pp. 609–622, Apr. 2020, doi: 10.17482/uumfd.630430.
- [15] J. C. Díaz-Guillén *et al.*, "Duplex plasma treatment of AISI D2 tool steel by combining plasma nitriding (with and without white layer) and post-oxidation," *Surf Coat Technol*, vol. 385, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125420.
- [16] S. Kaewnissai and A. Chingsungnoen, "Surface Hardening of SKD61 Steel using Low-Temperature Plasma Nitriding," *J Appl Sci (Thailand)*, vol. 20, no. 2, pp. 277–292, Sep. 2021, doi: 10.14416/j.appsci.2021.02.019.
- [17] ณรงค์ศักดิ์ ธรรมโชติ, *โลหวิทยา*. 2560.

- [18] D. C. Wen, "Influence of layer microstructure on the corrosion behavior of plasma nitrided cold work tool steel," *J Mater Sci*, vol. 45, no. 6, pp. 1540–1546, Mar. 2010, doi: 10.1007/s10853-009-4121-4.
- [19] William D. Callister, *Materials Science and Engineering an introduction*. Hachette Livre - Département Pratique, 2018.
- [20] A. R. Mashreghi, S. M. Y. Soleimani, and S. Saberifar, "The investigation of wear and corrosion behavior of plasma nitrided DIN 1.2210 cold work tool steel," *Mater Des*, vol. 46, pp. 532–538, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.10.046.
- [21] C. P. Bergmann, H. Aghajani, and S. Behrangi, "Plasma Nitriding of Steels." [Online]. Available: <http://www.springer.com/series/11054>
- [22] A. Bernal and M. -Colombia, "INVESTIGATION ON NITRIDING WITH ENPHASIS IN PLASMA NITRIDING PROCESS, CURRENT TECHNOLOGY AND EQUIPMENT," 2006.
- [23] T. de Souza Lamim *et al.*, "Plasma nitrided compound layers in sintered parts: Microstructures and wear mechanisms," *Wear*, vol. 477, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.wear.2021.203810.
- [24] A. Ari, "Effect of Plasma Nitriding Parameters on Microstructure and Mechanical Properties of DIN 1.2367 Hot Work Tool Steel," *International Journal of Advanced Natural Sciences and Engineering Researches*, vol. 6, no. 6, pp. 89–99, 2023, [Online]. Available: <https://orcid.org/0000-0003-2702-2982>.
- [25] A. R. Mashreghi, S. M. Y. Soleimani, and S. Saberifar, "The investigation of wear and corrosion behavior of plasma nitrided DIN 1.2210 cold work tool steel," *Mater Des*, vol. 46, pp. 532–538, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.10.046.

- [26] S. M. Y. Soleimani, A. R. Mashreghi, S. S. Ghasemi, and M. Moshrefifar, "The effect of plasma nitriding on the fatigue behavior of DIN 1.2210 cold work tool steel," *Mater Des*, vol. 35, pp. 87–92, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2011.09.067.
- [27] A. Bernal and M. -Colombia, "Investigation on Nitriding with Enphasis in Plasma Nitriding Process, Current Technology and Equipment," Sweden, Jan. 2006.
- [28] J. C. Díaz-Guillén *et al.*, "Duplex plasma treatment of AISI D2 tool steel by combining plasma nitriding (with and without white layer) and post-oxidation," *Surf Coat Technol*, vol. 385, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125420.
- [29] B.D. Cullity and S.R. Stock, *Elements of X-Ray Diffraction*, 3rd ed. Pearson Education Limited, 2014.
- [30] Y. Waseda, E. Matsubara, and K. Shinoda, *X-Ray Diffraction Crystallography X-Ray Diffraction Crystallography Introduction, Examples and Solved Problems*. Springer, 2011.
- [31] H. A. Murdoch, K. A. Darling, A. J. Roberts, and L. Kecskes, "Mechanical behavior of ultrafine gradient grain structures produced via ambient and cryogenic surface mechanical attrition treatment in iron," *Metals (Basel)*, vol. 5, no. 2, pp. 976–985, Jun. 2015, doi: 10.3390/met5020976.
- [32] L. Qian, M. Li, Z. Zhou, H. Yang, and X. Shi, "Comparison of nano-indentation hardness to microhardness," *Surf Coat Technol*, vol. 195, no. 2–3, pp. 264–271, May 2005, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.07.108.
- [33] E. Broitman, "Indentation Hardness Measurements at Macro-, Micro-, and Nanoscale: A Critical Overview," Mar. 01, 2017, *Springer Science and Business Media, LLC*. doi: 10.1007/s11249-016-0805-5.

- [34] ASTM International, "Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials," West Conshohocken, PA: ASTM International, 2017. doi: 10.1520/E0384-17.
- [35] Fischer-Cripps and Anthony C, *Nanoindentation*, 3rd ed. New York, 11AD. [Online]. Available: <http://www.springer.com/series/1161>
- [36] R. Kenneth Marcus and José A.C. Broekaert, "Glow Discharge Plasmas in Analytical Spectroscopy," in *Glow Discharge Plasmas in Analytical Spectroscopy*, R. Kenneth Marcus and José A. C. Broekaert, Eds., Chichester, UK: Wiley, 2002, ch. 2, pp. 207–229. doi: 10.1002/0470857854.ch7.
- [37] Laboratory for tribology and interface nanotechnology, "Tribometer - CSEM Instruments." Accessed: Mar. 29, 2024. [Online]. Available: [https://www.tint.fs.uni-lj.si/en/equipment/tribology/2015031210301589/tribometer\\_\\_csem\\_instruments/](https://www.tint.fs.uni-lj.si/en/equipment/tribology/2015031210301589/tribometer__csem_instruments/)
- [38] Keyence Corporation of America, "3D Surface Profiler." Accessed: Feb. 17, 2025. [Online]. Available: <https://www.keyence.com/products/microscope/laser-microscope/vk-x3000/>





พหุมนุ ปณ ทิโต สีเว

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นางสาวกชพร ชินรัตน์
วันเกิด	17 กุมภาพันธ์ 2543
สถานที่เกิด	อำเภอเอราวัณ จังหวัดเลย
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	139 หมู่ 13 ตำบลท่าสองคอน อำเภอเมืองมหาสารคาม จังหวัดมหาสารคาม 44000
ตำแหน่งหน้าที่การงาน	
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	
ประวัติการศึกษา	<ul style="list-style-type: none"><li>• 2559 จบการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนศรีสงครามวิทยา อำเภอวังสะพุง จังหวัดเลย</li><li>• 2562 จบการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนศรีสงครามวิทยา อำเภอวังสะพุง จังหวัดเลย</li><li>• 2566 จบการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตร คบ. ฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยราชภัฏเลย</li></ul>

พูนุ์ ปณุ์ ทิโต ชีเว