พฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 409 ที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม

นางสาวทิพย์อุษา วงศ์พินิจ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีการศึกษา 2554

OXIDATION BEHAVIOR OF STAINLESS STEEL

AISI 409 COATED BY DECORATIVE

CHROMIUM PLATING

Thipusa Wongpinij

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Engineering in Metallurgical Engineering Suranaree University of Technology

Academic Year 2011

พฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 409 ที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต



คณะกรรมการสอบวิทยานิพนซ์

(อ. คร.สงบ คำค้อ) กรรมการ

(รศ. ร.อ. คร.กนต์ธร ชำนิประศาสน์) คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

(ศ. คร.ชูกิจ ถิ่มปีจำนงก์) รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการ ทิพย์อุษา วงศ์พินิจ : พฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 409 ที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม (OXIDATION BEHAVIOR OF STAINLESS STEEL AISI 409 COATED BY DECORATIVE CHROMIUM PLATING) อาจารย์ที่ ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรวสา วงศ์ปัญญา, 109 หน้า.

เหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 409 ปรับปรุงสมบัติที่พื้นผิวด้วยการชุบโครเมียมเพื่อความ สวยงาม เบื้องต้นชิ้นงานตัวอย่าง (AISI 409) เตรียมผิวด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 600 และ 1200 เพื่อเตรียมความหยาบผิวที่ต่างกัน จากนั้นชิ้นงานตัวอย่างชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลที่เวลาต่างกันคือ 0, 5, 10 และ 15 นาที ส่งผลให้มีความหนาต่างกัน สุดท้ายชบด้วยชบโครเมียมเป็นเวลา 5 นาที แล้ว ้ศึกษาการเกิดออกซิเดชัน และการติดแน่นด้วยวิธี Heat-quench test ของชิ้นงานที่ถูกเคลือบ สำหรับ การทดสอบการเกิดออกซิเดชันชิ้นงานถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียสใน บรรยากาศปกติและบรรยากาศที่มีแก๊สการ์บอนใดออกไซด์ หลังการทดสอบตรวจสอบความ เสียหายของชิ้นงานด้วยด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราค ร่วมด้วยการวิเคราะห์ชาตุต่าง ๆ ด้วย EDX จากผลพบว่า ความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันของ ้ชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อชิ้นงานชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลที่มีความหนามาก และความต้านทานต่อการเกิด ออกซิเคชันของชิ้นงานมีค่าลคลงเมื่อชิ้นงานมีความหยาบผิวสูง นอกจากนี้ยังพบว่าการทคสอบการ เกิดออกซิเดชันแบบวงรอบมือัตราการเกิดออกซิเดชันสูงกว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ผลการทดสอบการติดแน่นพบว่าความหยาบผิวและความหนาของชั้นนิกเกิลที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้การ ติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้นเพิ่มขึ้น จากผลการทดลองทั้งหมดสรุปได้ว่า เงื่อนไขการเตรียมผิวชิ้นงานที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบผิวเหล็กกล้าไร้สนิมเกรค AISI 409 ด้วยการ ้ชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม สำหรับใช้งานเป็นท่อไอเสียของรถจักรยานยนต์คือ เตรียมผิวให้มี ความหยาบปานกลางด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600 ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 15 นาที แล้วชุบ ด้วยโครเมียมเป็นเวลา 5 นาที

ลายมือชื่อนักศึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

สาขาวิชา <u>วิศวกรรมโลหการ</u> ปีการศึกษา 2554 THIPUSA WONGPINIJ : OXIDATION BEHAVIOR OF STAINLESS STEEL AISI 409 COATED BY DECORATIVE CHROMIUM PLATING. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. PORNWASA WONGPANYA, Ph.D., 109 PP.

OXIDATION/DECORATIVE CHROMIUM PLATING/STAINLESS STEEL

Stainless steel AISI 409 was surface-modified with decorative Ni-Cr plating. Firstly, the samples were polished using silicon carbide paper with various grit numbers of 180, 600 and 1200 for preparing surface roughness of the samples. Then, the samples were pre-plated by nickel plating with various times, i.e., 0, 5, 10 and 15 minutes resulting in alteration of Ni thicknesses. Finally, the samples were coated by chromium plating for 5 minutes. After that the oxidation and adhesion behavior of the coated samples were studied. For the oxidation test, the samples were exposed at 200°C and 300°C in the normal and CO₂ atmospheres. After oxidation test and heatquench test, the degradation of samples was characterized by optical microscope and scanning electron microscope (SEM) coupled with energy dispersive X-ray analysis (EDX). The results revealed that the oxidation resistance of the Ni-Cr plating samples increases with the thickness of the nickel pre-plating. And, the oxidation resistance of the Ni-Cr plating samples decreased with the surface roughness of substrate. Moreover, the cyclic oxidation test is more aggressive than the continuous oxidation test. From heat-quench test results, it was found that the adhesion between Ni-Cr plating layer and substrate increases with increasing the surface roughness of substrate and thickness of the nickel pre-plating. Finally, from all of the results, it concluded that the best condition for preparing the decorative Cr plating applied for the application of the exhaust tube system of motorcycle is to prepare surface of samples

under medium roughness with silicon carbide paper up to grit number of 600. Then, the samples were coated with Ni for 15 minutes; subsequently the samples were coated with Cr for 5 minutes.



School of <u>Metallurgical Engineering</u>

Student's Signature_____

Academic Year 2011

Advisor's Signature_____

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ ด้วยความกรุณาของ ท่านอาจารย์ ผศ. คร.พรวสา วงศ์ปัญญา ผู้ให้ความรู้ทั้งทางด้านวิชาการ และการดำรงชีวิตอย่างมีคุณธรรม และจริยธรรม ท่านได้ให้ กำแนะนำ และชี้แนวทางในการแก้ปัญหาในการทำวิทยานิพนธ์ และขอขอบคุณคณะกรรมการ ท่าน อาจารย์ อ. คร.ฐาปนีย์ พัชรวิชญ์ และ อ. คร.สงบ คำค้อ ที่ช่วยให้คำแนะนำสำหรับการทำ วิทยานิพนธ์เล่มนี้

ขอขอบพระคุณ ทางสถาบันวิจัยและพัฒนา ได้มอบทุนอุดหนุนโครงการวิจัยเพื่อทำ วิทยานิพนธ์ระดับบัณฑิตศึกษาครั้งนี้ และทุนอุดหนุนการนำเสนอผลงานระดับบัณฑิตศึกษา ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (อาคาร เครื่องมือ 6) และ ซึ่งให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือต่าง ๆ ตลอดการทำวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างดี ขอขอบคุณ สถานประกอบการณ์ J&P ชุบโครเมียม ที่ให้ความอนุเคราะห์ชุบเคลือบ ผิวชิ้นงานสำหรับการศึกษาครั้งนี้

ขอขอบคุณ นายชาญณรงก์ พิมปาน นายนิสิต แน่งน้อย นายทวีศักดิ์ พัฒนาสันดิ์ นายธีระยุทธ อุคม และ นายธำรงก์ สืบตระกูล ที่เสียสละเวลาในการเตรียมชิ้นงาน การทคสอบ เก็บ ข้อมูลการวิจัย และติคต่อประสานงานการขอใช้เครื่องมือ ณ อาการเกรื่องมือ 6

ขอบกราบขอบพระคุณบิคา มารคา ครอบครัว และอาจารย์ประจำสาขาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีที่ให้คำปรึกษา ให้ความช่วยเหลือ และเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมาในการ ทำวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ คุณค่าและคุณประโยชน์ของวิทยานิพนธ์เล่มนี้ขอมอบเป็นเครื่องบูชา พระคุณบิคา มารคา ครูอาจารย์ทุกท่านที่ให้การอบรมสั่งสอนสร้างความรู้แก่ผู้เขียน

ทิพย์อุษา วงศ์พินิจ

สารบัญ

บทคัดย่	ื่อ (ภาย	ยาไทย)ก	
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)บ			
กิตติกร	รมประ	ะกาศง	
สารบัญ			
สารบัญ	ตาราง	ซ	
สารบัญ	รูปภา	พญ	
บทที่			
1	บทนํ	11	
	1.1	ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา1	
	1.2	วัตถุประสงค์ของการวิจัย	
	1.3	ขอบเขตของการวิจัย	
	1.4	ประโยชน์ที่กาดว่าจะได้รับ4	
2	ปริทัศ	สนั่วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง5	
	2.1	การกัดกร่อน	
	2.2	การเกิดออกซิเดชันและการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง5	
	2.3	การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า (electroplating)15	
3	วัสดุ	อุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการทดลอง22	
	3.1	วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมี	
		 3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการวิจัย	
		 3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย	
		 3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย	
	3.2	ขั้นตอนและวิธีการคำเนินงานวิจัย25	
		3.2.1 การเตรียมผิวชิ้นงานก่อนการชุบเกลือบผิวด้วยไฟฟ้า	
		3.2.2 การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า	

สารบัญ (ต่อ)

32
38
40
41
41
43
45
49
54
57
52
55
59
72
73

สารบัญ (ต่อ)

ภาคเ	ผนวก	
ກ	าคผนวก ก.	ผลการทคสอบออกซิเคชัน76
ກ	าคผนวก ข.	การวิเคราะห์จำนวน ขนาค และสัคส่วนพื้นที่ของรอย
		บกพร่องบนผิวชิ้นงานตัวอย่างหลังการทคสอบ
		การติดแน่น (Adhesion test)90
រា	าคผนวก ค.	บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่98
ประวั	วัติผู้เขียน	



สารบัญตาราง

ตารางที่ หน้า		
1.1	ส่วนผสมของน้ำยาชุบเคลือบผิวและสภาวะการทำงาน	
	ของกระบวนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า3	
3.1	ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409	
3.2	ค่าความหยาบผิวของชิ้นงานโลหะพื้นก่อนการชุบเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้า	
3.3	ส่วนผสมของน้ำยาชุบและสภาวะการทำงานของกระบวน	
	การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้าในงานวิจัย	
3.4	ค่าความหยาบผิวของชิ้นงานหลังการชุบเคลือบผิว	
	โดยวิธีการชุบเกลือบผิวด้วยไฟฟ้า	
3.5	ความหนาเฉลี่ยของชั้นนิกเกิลและชั้นโครเมียม	
	โดยการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า	
3.6	เงื่อนไขในการทดสอบออกซิเดชัน	
3.7	อุณหภูมิในการทคสอบการติดแน่นด้วยวิธี Heat-Quench Test	
4.1	วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวชิ้นงาน T4 ก่อนและหลัง	
	การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบที่อุณหภูมิ 200	
	และ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ	
4.2	วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวชิ้นงาน T4 ก่อนและหลัง	
	การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ และแบบต่อเนื่อง	
	ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสในบรรยากาศปกติ47	
4.3	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวชิ้นงาน ก่อนและหลัง	
	การทดสอบออกซิเดชัน ในบรรยากาศปกติ53	
4.4	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2 และ T4	
	หลังการทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ในบรรยากาศปกติ	
	ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	

4.5	วิเกราะห์องก์ประกอบทางเกมีที่ผิวของชิ้นงาน ก่อนและหลังการทดสอบ
	ออกซิเดชันในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์
	ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส61



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	ผลการวิเคราะห์ธาตุของออกไซด์ภายในเหล็กหล่อต้านทานความร้อนสูง
	หลังจากการทคสอบออกซิเคชันที่อุณหภูมิ 1080 องศาเซลเซียส
	เป็นเวลา 100 ชั่วโมง
2.2	แผนภาพ Ellingham การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะ
2.3	การเกิดออกไซด์แบบพาราโบลิค (parabolic rate law)10
2.4	การเกิดออกไซด์แบบเส้นตรง (linear law)11
2.5	การเกิดออกไซด์แบบล็อกการิทึม (logarithmic rate law)12
2.6	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของเหล็กไร้สนิม (ก) ปริมาณ
	โครเมียมที่ต่างกันและ (ข) ปริมาณซิลิกอนที่ต่างกันใน
	เหล็กกล้าไร้สนิม 15 เปอร์เซ็นต์ โครเมียม ที่อุณหภูมิ
	900 องศาเซลเซียส ใน Ar+15%H ₂ O13
2.7	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของเหล็ก (ก) 1%Cr และ (ข) 10%Cr14
2.8	โครงสร้ำงจุลภาคของเหล็ก 1%Cr และ 10%Cr หลังการทคสอบออกซิเคชัน
	ในบรรยากาศ Ar-50% H ₂ O ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส;
	(ก) 1%Cr และ (ป) 10%Cr14
2.9	ภาพจำลองชั้นเคลือบ โครเมียมที่ได้จากการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า
	(ก) การเกิดการกัดกร่อน และ (ข) การเกิดออกซิเดชันภายในรูพรุน16
2.10	ความหนาของชั้นเคลือบระหว่างการชุบด้วยไฟฟ้าขึ้นอยู่กับเวลา
	และความหนาแน่นกระแส
2.11	ความหนาของชั้นเคลือบผิวขึ้นอยู่กับเวลา ใน
	การชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า
2.12	โครงสร้างจุลภาค ภาคตัวขวางของเหล็กกล้าที่ชุบเคลือบผิวด้วย Ni-15W หลังการ
	ทคสอบออกซิเคชัน ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

รูปที่	ห	น้า
3.1	เตาเผาอุณหภูมิสูง (tube furnace) ยี่ห้อ CARBOLITE	23
3.2	หัวเร็กกูเลเตอร์ สำหรับแก๊สแรงคันสูงอย่าง CO ₂ ตัวเรือนและวาล์ว ทำจาก	
	ทองเหลืองและประกอบกับอุปกรณ์ควบคุมการใหลของแก๊ส	24
3.3	ขนาดของชิ้นงานที่นำไปใช้ในการทดลอง	26
3.4	ขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานก่อนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า	26
3.5	การแสดงความหยาบพื้นผิวด้วยค่าเฉลี่ยทางเลขคณิตของผิวที่วัด	27
3.6	หลักการพื้นฐานของการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า	.29
3.7	ขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานโคยการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า	.29
3.8	ขั้นตอนการวัคความหนาของชั้นเกลือบโคยอาศัยเทียบแถบวัด	31
3.9	อุปกรณ์แขวนชิ้นงานสำหรับการทคสอบออกซิเคชัน	32
3.10	ขั้นตอนการทคสอบการเกิดออกซิเคชัน	33
3.11	เครื่องชั่งแบบดิจิตอล (digital)	34
3.12	การวัดขนาดชิ้นงานก่อนการทดสอบการเกิดออกซิเดชัน	35
3.13	ลักษณะการแขวนชิ้นงานในการทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง	36
3.14	ลักษณะของการวางชิ้นงานในเตาเผาอุณหภูมิสูง	.36
3.15	ลักษณะการแขวนชิ้นงานในการทคสอบออกซิเคชัน	
	แบบวงรอบ (cyclic oxidation test)	37
3.16	ขั้นตอนการทดสอบการติดแน่นของชั้นเคลือบ	38
3.17	ภาพจำลอง อุณหภูมิ และเวลาในการทคสอบการติดแน่น	39
4.1	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานในการ	
	ทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง ในบรรยากาศปกติ	
	เป็นเวลา 180 ชั่ว โมง	42
4.2	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานในการ	
	ทคสอบออกซิเคชั่นแบบวงรอบ ในบรรยากาศปกติ	
	เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)	42

รูปที่	หน้า
4.3	ลักษณะพื้นผิวชิ้นงานก่อนการทดสอบออกซิเคชัน และหลังการทดสอบ
	ออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
	และที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส43
4.4	การวิเคาระห์ SEM พื้นผิวชิ้นงานที่ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล เป็นเวลา
	15 นาที แล้วตามค้วยการชุบเกลือบผิวค้วยโครเมียม (T4)
	บนชิ้นงานโลหะพื้นที่มีความหยาบผิวต่างกัน44
4.5	พื้นผิวชิ้นงานก่อน และหลังการทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ
	และแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส45
4.6	การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวชิ้นงาน T0 T1 และ T4 หลังการทดสอบ
	ออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง และวงรอบ เป็นเวลา 180 ชั่วโมง
4.7	การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวชิ้นงาน T0-180 หลังการทดสอบออกซิเคชัน
	แบบวงรอบในบรรยากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
	เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)47
4.8	การวิเคราะห์ SEM และ EDX ภาคตัดขวางของชิ้นงาน T4 ก่อนและ
	หลังการทคสอบออกซิเคชัน 300 องศาเซลเซียส
	เป็นเวลา 180 ชั่วโมง
4.9	ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานก่อนการทคสอบออกซิเคชัน หลังการทคสอบ
	ออกซิเคชั่นในบรรยากาศปกติ ของชิ้นงาน T0-180
	และ ชิ้นงาน T4-18050
4.10	การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวของชิ้นงาน ก่อนและหลังการ
	ทคสอบออกซิเคชันที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
	เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)51
4.11	การวิเคราะห์ EDX ของผลิตภัณฑ์จากการออกซิเคชัน52
4.12	พื้นผิวของชิ้นงาน T2 T3 และ T4 หลังการทคสอบออกซิเคชัน
	แบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
	เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)54

รูปที่	หน้	้ำ
4.13	การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวของชิ้นงาน T2-180 และ T4-180ร	55
4.14	บริเวณการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ ภาคตัดขวางของชิ้นงาน	55
4.15	ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานหลังการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ	
	ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (ก) และ (ข)ในบรรยากาศปกติและ	
	(ค) และ (ง) ในบรรยาคาร์บอนไดออกไซด์ร	57
4.16	การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวของชิ้นงาน T0 หลังการทดสอบออกซิเดชัน	
	(ก) ในบรรยากาศปกติ และ (ข) ในบรรยาคาร์บอนไดออกไซด์	58
4.17	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานหลังการทดสอบ	
	ออกซิเคชันแบบวงรอบ ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์	
	เป็นเวลา 180 ชั่วโมงร	59
4.18	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานในการทคสอบ	
	ออกซิเคชั่นแบบวงรอบ และ แบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ	
	300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง	
	ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์5	59
4.19	น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานหลังการเกิดออกซิเดชัน	
	แบบวงรอบที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง	
	ในบรรยากาศปกติ และคาร์บอนไดออกไซด์	50
4.20	การวิเคราะห์รอยบกพร่องของพื้นผิวชิ้นงานด้วยโปรแกรม Image J	
	ก่อนและหลังการทคสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ	
	200 และ 300 องศาเซลเซียส	53
4.21	ปริมาณรอยบกพร่องของพื้นผิวชิ้นงาน ก่อนและ	
	หลังการทดสอบการติดแน่น	54
4.22	สัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องบนพื้นผิว	
	ชิ้นงานก่อนและหลังการทคสอบการติดแน่น	54
4.23	การวิเคราะห์รอยบกพร่องของผิวชิ้นงานด้วยโปรแกรม Image J หลัง	
	การทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	55

รูปที่	หน้า
4.24	โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวางของกลุ่มชิ้นงาน T2 และ T4 หลังการ
	ทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส67
4.25	การวิเคราะห์รอยบกพร่องของผิวชิ้นงาน T4 ด้วยโปรแกรม Image J
	หลังการทคสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส
4.26	การวิเคราะห์รอยบกพร่องของชิ้นงาน T2-1200 T3-1200 และ T4-1200
	ด้วยโปรแกรม Image J หลังการทดสอบการติดแน่น
	ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส
4.27	การวิเคราะห์ SEM ภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2-1200 หลังการ
	ทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส70
4.28	โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2-1200 T3-1200
	และ T4-1200 หลังการทคสอบการติดแน่น
	ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส71
	ร _{สาววั} กยาลัยเทคโนโลยีสุรับไว

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ชิ้นส่วนขานขนต์ที่ผลิดจากวัสดุโลหะมักพบความเสียหาขของวัสดุในระหว่างการใช้งาน เนื่องจากภาระกรรมทางกลและการกัดกร่อนเป็นสำคัญ ความเสียหาขจากการกัดกร่อนมักเกิดจาก การใช้งานในสิ่งแวดล้อมที่เป็นสารละลาข และการเกิดออกซิเดชันในบรรยากาศ และสิ่งแวดล้อมที่ เป็นแก๊สต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้องหรืออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้องจนถึงหลายร้อยองศาเซลเซียส จาก การทำปฏิกิริยาระหว่างสิ่งแวดล้อมและชิ้นส่วนโลหะทำให้ผิวของชิ้นงานเปลี่ยนไป เช่น มีออกไซด์ (ที่เรียกว่าสนิม ในกรณีการกัดกร่อนแบบเปียก) เกิดขึ้นที่ผิวส่งผลให้ชิ้นส่วนโลหะขาดความ สวยงาม (เงางาม) และอาจทำให้ชิ้นงานไม่สามารถรับการะกรรมทางกลได้ (Olive, D.C., Sephton, M., 2003) เพื่อป้องกันและแก้ไขปัญหาดังกล่าว จึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติพื้นผิวของวัสดุที่เป็น โลหะ การปรับปรุงพื้นผิวชิ้นงานโลหะให้มีความด้านทานการกัดกร่อน ความด้านทานการเกิด ออกซิเดชัน และลักษณะพื้นผิวให้สวยงาม มีหลายวิธีแต่วิธีหนึ่งที่เป็นที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมกือ การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า (Tyler, J.M., 1995) ซึ่งเป็นกระบวนการปรับปรุงสมบัติที่ผิวของชิ้นงาน โลหะให้มีสมบัติตามโลหะที่นำมาชุบเคลือบผิว กระบวนการชุบเกลือบผิวโลรเมียมด้วยไฟฟ้ามีการ ใช้งานอย่างแพร่หลายในการปรับปรุงสมบัติที่ผิวของเหล็กกล้า เนื่องจากโครเมียม (Cr) เป็นโลหะที่ มิสีขาวนวล สุกใส ไม่บุ่นมัว แข็ง มีจุดหลอมตัวสูงที่ 1615 องศาเซลเซียส สามารถนำไฟฟ้าได้ดีและ ไม่เกิดสนิม (อนันต์ ทองมอญ, 2535)

ดังนั้นโครเมียมจึงเป็นโลหะที่นิยมใช้ในการชุบเคลือบผิว เพื่อป้องกันการกัดกร่อน การเกิด ออกซิเดชัน และเพื่อความสวยงาม (เงางาม) ของพื้นผิว การชุบเคลือบผิวโครเมียมด้วยไฟฟ้ามีการ แบ่งประเภทตามความหนาของชั้นโครเมียม ดังต่อไปนี้

 การชุบโครเมียมชนิดบางหรือชุบเพื่อความสวยงาม (decorative chromium plating) การชุบเคลือบผิวชนิดนี้ มีจุดมุ่งหมายเพื่อป้องกันการเกิดสนิม ให้ความสวยงามแก่พื้นผิวชิ้นงาน ด้านทานการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชัน การชุบเคลือบผิวในลักษณะนี้มักจะมีการชุบเคลือบ ผิวโครเมียมค่อนข้างบางมาก ในการชุบโครเมียมชนิดบางจะต้องผ่านการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล (Ni) ก่อนที่จะนำมาชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม โดยทั่วไปแล้วความหนาของชั้นเคลือบโครเมียมมีค่า อยู่ระหว่าง 0.2-0.8 ไมครอน การชุบโครเมียมแบบหนา (hard chromium plating) การชุบเคลือบผิวชนิดนี้นิยมใช้ ในงานที่ต้องการความแข็ง ความต้านทานต่อการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชัน การชุบเคลือบผิว ด้วยวิธีนี้จะแตกต่างจากการชุบโครเมียมชนิดบาง (decorative chromium plating) คือ ชั้นเคลือบผิว ของโครเมียมจะหนากว่า โดยความหนาของชั้นเคลือบโครเมียมอยู่ระหว่าง 20 ไมครอนขึ้นไป

แม้ว่าโครเมียมเป็นโลหะที่แข็งมาก แต่ก็มีความเปราะมากเช่นกัน ทำให้ผิวโครเมียมที่ได้ จากการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้ามีลักษณะแตกร้าวหรือรูพรุน ด้วยเหตุที่ผิวเคลือบโครเมียมมีรูพรุนจึง เป็นสาเหตุให้เกิดการกัดกร่อนและการออกซิเดชันภายในรูพรุน จากนั้นการกัดกร่อนจะขยายกว้าง ออกไปใต้ชั้นเคลือบโครเมียม และในที่สุดชั้นเคลือบโครเมียมก็จะหลุดลอกออก (Yokoi, H., 1992) เพื่อแก้ไขปัญหาการหลุดลอกของชั้นเคลือบโครเมียม จึงนิยมใช้โลหะนิกเกิล (Ni) และ/หรือ ทองแดง (Cu) ชุบรองพื้นก่อนการชุบโครเมียม นอกจากนี้ยังพบว่าการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลจะช่วย ป้องกันการกัดกร่อน ด้านทานการเกิดออกซิเดชัน และช่วยให้โครเมียมมีความเงางาม (Snyder, D.L., 2000)

อย่างไรก็ตามยังไม่ปรากฏแน่ชัดว่าความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลมีผลต่อความ ด้านทานการเกิดออกซิเดชัน และการติดแน่นของชั้นเกลือบ (adhesion) ของชิ้นส่วนยานยนต์ที่ชุบ โครเมียมเพื่องานตกแต่งเช่นไร ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงมีความสนใจในการศึกษาพฤติกรรมการเกิด ออกซิเดชันและการติดแน่นของชั้นเกลือบของชิ้นงานที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงามหรือ การชุบโครเมียมชนิดบาง โดยศึกษาผลของความหนาชั้นนิกเกิล ความหยาบผิวของชิ้นงานโลหะพื้น ก่อนชุบเกลือบผิว ตลอดจนเงื่อนไขการเกิดออกซิเดชัน (แบบต่อเนื่องและแบบวงรอบ) เป็นสำคัญ โดยศึกษาจากกระบวนการชุบจริงในสถานประกอบการ และกาดว่าประโยชน์ที่ได้จากการวิจัยนี้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมประเภทเดียวกันได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

 1.2.1 เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน ของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409 (ชิ้นงานโลหะพื้น) ที่มีความหยาบผิวต่างกัน ก่อนและหลังการชุบโครเมียมเพื่อความ สวยงาม ด้วยเทคนิคการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า

 1.2.2 เพื่อศึกษาผลของการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล และความหนาของชั้นชุบรองพื้น นิกเกิลของชิ้นงานที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม ต่อพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน

 1.2.3 เพื่อศึกษาผลของความหยาบผิวของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI
 409 (ชิ้นงานโลหะพื้น) และความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบ และชิ้นงานโลหะพื้น ของชิ้นงานที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม 1.2.4 เพื่อศึกษาเงื่อนไขการเกิดออกซิเดชัน คือ การทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่องและ แบบวงรอบ ที่มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 โลหะที่ถูกเคลือบผิว หรือโลหะพื้น (substrate) เพื่อปรับปรุงสมบัติพื้นผิว คือ เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409 โดยมีขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร และ หนา 3 มิลลิเมตร

1.3.2 กระบวนการปรับปรุงสมบัติพื้นผิวที่สนใจศึกษา คือ กระบวนการชุบเคลือบผิว โลหะด้วยไฟฟ้า (electroplating) โดยชั้นเคลือบผิวที่ต้องการศึกษา คือ ชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลร่วมกับ ชั้นชุบโครเมียม และชั้นชุบโครเมียม อย่างไรก็ตาม กระบวนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า มีตัวแปรที่ ต้องควบคุมดังแสดงในตารางที่ 1.1

		สภาวะการทำงาน		
การชุบเคลือบผิวด้วย พ.เช	ส่วนผสมของ	อุณหภูมิ	pН	ความหนาแน่น
เพพา	น้ำยาชุบเคลอบผว	(°C)		กระแสไฟฟ้า
	E.S.	12		(A/dm^2)
การชุบเคลือบผิวด้วย	นิกเกิลซัลเฟต 250.0 กรัม/ลิตร	40	3.5	3
นิกเกิล	นิกเกิลคลอไรด์ 40.0 กรัม/ลิตร			
	กรคบอริค 250.0 กรัม/ลิตร			
การชุบเคลือบผิวด้วย	กรคโครมิค 250.0 กรัม/ลิตร	46	3.5	35
โครเมียม	กรดกำมะถัน 2.5 กรัม/ลิตร			

ตารางที่ 1.1 ส่วนผสมของน้ำยาชุบเ	คลือบผิวและสภา	วะการทำงานของกระบ	วนการชุบเคลือบผิว
ด้วยไฟฟ้า			

1 . .

1.3.3 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409 ที่ผ่านการชุบเกลือบผิวด้วยไฟฟ้า จะ นำมาวิเกราะห์และศึกษาในหัวข้อต่อไปนี้

 ก) การวิเคราะห์พื้นผิวและ โครงสร้างจุลภาคของชั้นเคลือบโดย กล้องจุลทรรศน์ แบบแสง (optical microscope), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ด้วยเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray analysis; EDX)

ข) การทดสอบการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้น (adhesion test) ด้วยวิธี Heat-Quench Test ตามมาตรฐาน ASTM B571 (ASTM B571-97, 2000

ค) พฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง (continuous oxidation) และแบบ
 วงรอบ (cyclic oxidation) ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้องภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ และ
 บรรยากาศแก๊สการ์บอน ไดออกไซด์ (CO₂) โดยเผาชิ้นงานที่อุณหภูมิระหว่าง 200±5 และ 300±5
 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการใช้งานของท่อ ไอเสียรถจักรยานยนต์ (Lai, C.-S. et al., 2002)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 เข้าใจถึงพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน ก่อนและหลังการชุบโครเมียมเพื่อความ สวยงาม (decorative chromium plating) ของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409

 1.4.2 เข้าใจผลของค่าความหยาบผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409 (ชิ้นงานโลหะพื้น) ที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน ก่อนและหลังการชุบโครเมียมเพื่อความ สวยงาม (decorative chromium plating)

1.4.3 เข้าใจผลของการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล และความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลต่อ พฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน และการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้น ของชิ้นงาน ที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม (decorative chromium plating)

 1.4.4 สามารถใช้เป็นแนวทางในการปรับปรุงสมบัติพื้นผิวสำหรับอุตสาหกรรมที่มีความ ใกล้เกียงกัน

บทที่ 2

ปริทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 การกัดกร่อน

การกัดกร่อน (corrosion) หมายถึง การที่โลหะทำปฏิกิริยากับบรรยากาศหรือสิ่งแวดล้อม โดยอาจเป็นปฏิกิริยาเคมี หรือปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี ซึ่งทำให้เกิดการสูญเสียเนื้อโลหะบางส่วนไป เนื้อ โลหะที่สูญเสียไปอาจเกิดเป็นสารประกอบ เรียกว่า Corrosion products การกัดกร่อนอาจแบ่งได้ เป็น 2 แบบ คือ การกัดกร่อนแบบชิ้น (wet หรือ aqueous corrosion) และการกัดกร่อนแบบแห้ง (dry corrosion หรือ oxidation) การกัดกร่อนแบบชิ้นจะเกิดขึ้นได้ต้องอาศัยความชื้น หรือสารละลายเป็น องค์ประกอบและต้องมีเซลล์ไฟฟ้าเคมี ส่วนการเกิดการกัดกร่อนแบบแห้งไม่จำเป็นต้องอาศัย กวามชื้น และเซลล์ไฟฟ้าเคมีเพราะปฏิกิริยาที่เกิดจะได้สารประกอบที่เป็นตัวนำ ซึ่งปกติแล้วเป็น ปฏิกิริยาระหว่างโลหะกับแก๊ส (Principles of Corrosion and Oxidation - chapter 1, 2011)

2.2 การเกิดออกซิเดชันและการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง

การเกิดออกซิเดชันมีความสำคัญมาก เมื่อวัสดุที่เป็นโลหะใช้งานสัมผัสกับสภาวะ บรรยากาศที่เป็นแก๊สที่อุณหภูมิห้องหรืออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง การเกิดออกซิเดชันของโลหะ หรือโลหะผสมจะเกิดขึ้นเมื่อมีความร้อนในบรรยากาศที่มีสภาวะการเกิดออกซิไดซ์สูง เช่น อากาศ หรือแก๊สออกซิเจน การเกิดออกซิเดชันสามารถเกิดขึ้นในสภาวะแวดล้อมอื่นๆ เช่น ในบรรยากาศ ของการ์บอนมอนออกไซด์ (CO) การ์บอนไดออกไซด์ (CO₂) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂) ไอน้ำ กลอรีน และแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟต์ (H₂S) ซึ่งมี Oxidation potentials ก่อนข้างต่ำ ในสภาวะการใช้ งานของโลหะเมื่อแก๊สสัมผัสกับผิวโลหะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันแล้วทำให้เกิดสารประกอบต่าง ๆ เช่น ออกไซด์ ซัลไฟต์ คาร์ไบด์ และอื่น ๆ การเกิดออกซิเดชันขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่างได้แก่ อุณหภูมิ ความดันไอ ปริมาณออกซิเดชันแล้วเกิดเป็นออกไซด์บนผิวโลหะ (Khanna, A.S., 2002)

จากการศึกษางานวิจัยของ Nan, X., Daniel, M., David, Y., Jader, F., 2008 ศึกษาการเกิด ออกซิเดชันในบรรยากาศ CO/CO₂ ของเหล็กหล่อต้านทานความร้อนมีส่วนประกอบทางเคมี ดังนี้ Ni (32.60%) – Cr (25.50%) – Nb (1.00%) – Si (1.5%) เมื่อเหล็กหล่อสัมผัสกับแก๊ส CO/CO₂ ที่ อุณหภูมิ 982 องศาเซลเซียส และ 1080 องศาเซลเซียส เป็นการจำลองสภาวะบรรยากาศเพื่อให้



รูปที่ 2.1 ผลการวิเคราะห์ธาตุของออกไซด์ภายในเหล็กหล่อต้านทานความร้อนสูงหลังจาก การทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1080 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 100 ชั่วโมง (Nan, X., Daniel, M., David, Y., Jader, F., 2008)

เหล็กหล่อสัมผัสกับคาร์บอน และออกซิเจน ผิวของชิ้นงานภายนอกทำปฏิกิริยาแล้วเกิดเป็น โครเมียมออกไซค์ ดังแสดงในรูปที่ 2.1 และผู้วิจัยยังได้พบการตกตะกอนของซิลิกอนออกไซค์ และ การ์ ไบค์ระหว่างแขนของเคนไครต์ โดยชิ้นงานโลหะผสมมีปริมาณซิลิกอนต่ำแต่เกิดซิลิกอน ออกไซค์อย่างต่อเนื่อง นั้นจึงเป็นสาเหตุในการช่วยชะลอการเกิดชั้นโครเมียมออกไซค์ภายนอก ชิ้นงาน การเกิดออกซิเคชันระหว่างแขนของเคนไดรต์ และการแพร่ของออกซิเจนที่ผิวเกิดขึ้นอย่าง รวคเร็ว นอกจากนี้ชิ้นงานเกิด carburization ภายในอย่างรวคเร็ว แสดงให้เห็นว่า oxide scales ล้มเหลวในการป้องกันคาร์บอนแพร่เข้าสู่ภายในชิ้นงานภายใต้เงื่อนไขของการเกิดปฏิกิริยา

2.2.1 ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation reaction)

การเกิดออกซิเดชันอย่างง่าย โลหะ M ทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจน (O₂) ทำให้ เกิดปฏิกิริยาทางเกมีที่ผิวเกิดเป็นออกไซด์ โดยออกไซด์จะช่วยชะลอการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ระหว่างโลหะกับสิ่งแวดล้อม อย่างไรก็ตามหากออกไซด์มีตำหนิ เช่น รูพรุน และรอยแตกงนาดเล็ก ทำให้ความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันลดลง การเกิดออกซิเดชันงองโลหะ M กับ แก๊สออกซิเจน (O₂) ในบรรยากาศปกติ ดังแสดงในสมการที่ 2.1

$$xM + \frac{1}{2}(yO_2) \to M_xO_y \tag{2.1}$$

โดย $M_{x}O_{y}$ จะเกิดอยู่บนพื้นผิวของโลหะซึ่งทำหน้าที่ป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ระหว่างโลหะกับสิ่งแวดล้อม โดยที่คุณสมบัติทางเกมีและทางกายภาพของออกไซด์จะเป็นสิ่งที่ กำหนดอัตราการออกซิเดชันและอายุการใช้งานของโลหะดังกล่าว (Khanna, A.S., 2002)

2.2.2 อุณหพลศาสตร์ของการออกซิเดชัน (thermodynamic of oxidation)

ปฏิกิริยาการเกิดออกซิเดชันของโลหะจะถูกกำหนดโดยคุณลักษณะทางเทอร์โม ใดนามิกส์โดยค่าของพลังงานอิสระ (standard gibbs free energy, ΔG°) ที่เปลี่ยนแปลงไป ทำให้ เกิดออกไซด์บนพื้นผิวของโลหะนั้น ๆ เมื่อความดันของแก๊สออกซิเจนในสิ่งแวดล้อมสูงกว่าความ ดันย่อยของแก๊สออกซิเจนในสภาวะสมดุลของออกไซด์ ความดันของแก๊สออกซิเจนในสภาวะ สมดุลจะพิจารณาจากพลังงานอิสระ (standard gibbs free energy, ΔG°) โดยพิจารณาจากสมการที่ 2.2

$$\Delta G^{\circ} = RT \ln(a_{MO} / a_M P_{\rho_2}^{1/2})$$
(2.2)

เมื่อ	$a_{\scriptscriptstyle MO}$ แถะ $a_{\scriptscriptstyle M}$	คือ Activities ของ ออกไซค์ และ โลหะ
	P_{O_2}	คือ ความคันย่อยของแก๊สออกซิเจน มีหน่วย พาสคัล (Pascal, Pa)
	R	คือ ค่าคงที่ของแก๊ส มีค่าเท่ากับ 8.314 จูลต่อโมล-เคลวิน (J/K*mol)
	Т	คือ อุณหภูมิ มีหน่วย เคลวิน (K)



รูปที่ 2.2 แผนภาพ Ellingham การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะ (The Ellingham diagram, 2012)

$$\Delta G^{\circ} = RT \ln P_{O_2}^{1/2} \tag{2.3}$$

สมการที่ 2.3 ใช้คำนวณความคันย่อยของแก๊สออกซิเจนในสภาวะสมคุลกับออกไซค์ จาก พลังงานอิสระ (standard gibbs free energy, ΔG°) ของการเกิดออกไซค์ เมื่อพล็อตค่าของพลังงาน อิสระสำหรับการเกิดออกไซค์เป็นฟังก์ชันของอุณหภูมิเราเรียกแผนภาพนี้ว่า Ellingham diagram คัง แสคงในรูปที่ 2.2 ซึ่งจะได้ข้อมูลของความคันย่อยที่สภาวะสมคุล (equilibrium partial pressure) ของแก๊สออกซิเจนที่จำเป็นสำหรับโลหะนั้น ๆ ในการเกิดออกไซค์ที่อุณหภูมิใด ๆ (Khanna, A.S., 2002)

2.2.3 อัตราการออกซิเดชัน (oxidation rate)

อัตราการเกิดออกซิเดชันของโลหะหรือโลหะผสมสามารถอธิบายโดยอาศัย หลักการทางจลนพลสาสตร์ จลนพลสาสตร์ถูกใช้เพื่อสึกษาหาเวลาสำหรับการเกิดออกซิเดชัน อัตรา ของการเกิดปฏิกิริยา และพฤติกรรมของออกไซด์ อัตราการเกิดปฏิกิริยาของโลหะหรือโลหะผสม ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่าง ๆ เช่น อุณหภูมิ ชนิดของแก๊สในบรรยากาส พื้นที่ผิว แต่ปัจจัยที่มีผลต่อการ ออกซิเดชันมากที่สุด คือ อุณหภูมิ ความคันของแก๊สออกซิเจน การเตรียมพื้นผิว และการ Pretreatment ของโลหะหรือโลหะผสม จลนพลศาสตร์ของการเกิดออกซิเดชันสามารถใช้ในการ ประเมินอายุการใช้งานของโลหะหรือโลหะผสม และสามารถนำมาใช้ในการเลือกใช้วัสดุให้ เหมาะสมกับสภาวะสิ่งแวดล้อมที่ต้องการ และการดูแลวัสดุ ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง แก๊สออกซิเจนกับโลหะซึ่งแสดงด้วยอัตราการเกิดออกซิเดชัน อัตราการเกิดออกซิเดชันพิจารณาจาก น้ำหนัก (oxide thickness) ที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ หรือความหนาชั้นออกไซด์ (weight change) เทียบกับระยะเวลา โดยทั่วไปแนวโน้มความเป็นไปได้ในการเกิดออกไซด์ของโลหะและ โลหะผสม แบ่งเป็น การเกิดออกไซด์แบบพาราโบลิก (parabolic rate law) การเกิดออกไซด์แบบเชิง เส้น (linear rate law) และการเกิดออกไซด์แบบล็อกการิทึม (logarithmic rate law) (Khanna, A.S., 2002 ; Birks, N., Meier, G.H., Pettit, F.S., 2006)

การเกิดออกไซด์แบบพาราโบลิค (parabolic rate law)

การเกิดออกไซด์แบบพาราโบลิค (parabolic rate law) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 การเติบโต ของออกไซด์ถูกควบคุม โดยการแพร่ของไอออนหรืออิเล็กตรอนผ่านออกไซด์ การเติบโตของ ออกไซด์เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องกับอัตราการเกิดออกซิเดชันที่ลดลง อัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นสัดส่วน ผกผันกับระดับความหนา (oxide thickness) หรือน้ำหนักของออกไซด์ (weight change) ที่เกิดขึ้น ดัง แสดงในสมการที่ 2.4

$$\frac{dx}{dt} = \frac{K_p}{x}$$
(2.4)

หรือ

$$xdx = K_p dt \tag{2.5}$$

ซึ่งเมื่ออินทิเกรตจะได้สมการที่ 2.6

$$x^2 = 2K_p t \tag{2.6}$$

เมื่อ

- x คือ การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ มีหน่วยเป็น กรัม/ตารางเมตร
- t คือ เวลาการออกซิเคชัน มีหน่วยเป็น ชั่วโมง
- *K_p* คือ ค่าคงที่ ซึ่งขึ้นอยู่กับ โลหะแต่ละชนิด



รูปที่ 2.3 การเกิดออกไซด์แบบพาราโบลิค (parabolic rate law) (Birks, N., Meier, G.H., Pettit, F.S., 2006) บ) การเกิดออกไซด์แบบเส้นตรง (linear law)

อัตราของปฏิกิริยาเป็นสัคส่วนโดยตรงกับเวลา และขึ้นอยู่กับปริมาณของแก๊สหรือ โลหะที่ใช้ในปฏิกิริยา ซึ่งสามารถแสดงได้ดังสมการที่ 2.7

$$x = K_t t \tag{2.7}$$

เมื่อ

- x คือ การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ มีหน่วยเป็น กรัม/ตารางเมตร
- t คือ เวลาการออกซิเคชัน มีหน่วยเป็น ชั่วโมง
- *K*, คือ อัตราคงที่ของการเกิดปฏิกิริยา

ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นทั้งที่ผิวหรือที่ขอบเฟส (phase boundary) เกี่ยวข้องกับ Steady state reaction และถูกจำกัดด้วยการดูดซับของสารตั้งต้นที่พื้นผิว หรือการแพร่ผ่านชั้นด้วยความหนาคงที่ ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 การเกิดออกไซด์แบบเส้นตรง (linear law) (Birks, N., Meier, G.H., Pettit, F.S., 2006)

การเกิดออกไซด์แบบถือกการิทึม (logarithmic rate law)

กฎอัตราลีอกการิทึมแสดงการเกิดออกซิเดชันของชั้นออกไซค์บางในช่วงความร้อน ของโลหะที่อุณหภูมิต่ำ ดังแสดงในสมการที่ 2.8

$$x = k_2 \log(at+1) \tag{2.8}$$

เมื่อ

x	คือ การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักออกไซด์ต่อพื้นที่ มีหน่วยเป็น
	กรัม/ตารางเมตร
t	คือ เวลาการออกซิเคชัน มีหน่วยเป็น ชั่วโมง
k_2 และ a	คือ ค่าคงที่ ซึ่งขึ้นอยู่กับโลหะแต่ละชนิดและอุณหภูมิการทดลอง
โดยการเกิดออกซิเดชันเ	เบบกฎอัตราลีอกการิทึมดังแสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 การเกิดออกไซด์แบบถ็อกการิทึม (logarithmic rate law) (Birks, N., Meier, G.H., Pettit, F.S., 2006)

(N'Dah, E., Tsipas, S., Hierro, M.P., Perez, F.J., 2007) ได้ศึกษาความต้านทานออกซิเดชัน แบบวงรอบของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่เคลือบผิวด้วยอลูมิเนียมโดยวิธี FB-CVD (chemical vapour deposition in fluidised bed reactor process) เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกมีความต้านทานการ เกิดออกซิเดชันที่ดี เนื่องจากเกิดโครเมียมออกไซด์ (protective chromia scale) ช่วยลดการเกิด nucleation และการโตของเหล็กออกไซด์ระหว่างกระบวนการทางความร้อน (thermal treatment) แต่โครเมียมออกไซด์เกิดการหลุดร่อนหรือแตกหลังทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ การเคลือบ อลูมิเนียมสามารถเพิ่มความต้านทานการเกิดออกซิเดชันแบบวงรอบให้เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก กวามต้านทานเกิดออกซิเดชันแบบวงรอบของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่เคลือบด้วยอลูมิเนียมมี จำกัด เพราะออกไซด์อลูมิเนียมเกิดการหลุดร่อนแบบ spallation เนื่องจากช่องว่างบริเวณรอยต่อ ระหว่างชั้นเคลือบและออกไซด์ ซึ่งช่องว่างบริเวณรอยต่อทำให้การยึดเกาะของชั้นเคลือบลดง อย่างไรก็ตามเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ไม่เคลือบผิวแสดงค่า parabolic rate constant สุงที่สุด

(Henry, S., Galerie, A., Antoni, L., 2001) ได้ศึกษาการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงาน ใน บรรยากาศที่เป็นไอน้ำ ชิ้นงานแสดงการกัดกร่อนแบบแยกออก (breakaway) หลังจากทดสอบ ออกซิเดชัน 8 ชั่วโมงเท่านั้น แสดงให้เห็นผลกระทบของการเติม Cr ตั้งแต่ 12 ถึง 18 เปอร์เซนต์โดย น้ำหนัก และเติม Si ตั้งแต่ 0 ถึง 1 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก



รูปที่ 2.6 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของเหล็กไร้สนิม (ก) ปริมาณโครเมียมที่ต่างกัน และ (ข) ปริมาณซิลิกอนที่ต่างกันในเหล็กกล้าไร้สนิม 15 เปอร์เซ็นต์ โครเมียม ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ใน Ar+15%H₂O (Henry, S., Galerie, A., Antoni, L., 2001)

ผลของการศึกษาพบว่าปริมาณ Si ตั้งแต่ 0 ถึง 1 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ในโลหะผสม Fe-15Cr การเพิ่มซิลิกอน 1 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ช่วยชะลอเวลาในการเกิดแยกออก (breakaway) จาก 2 ชั่วโมงเป็นมากกว่า 50 ชั่วโมง ผลของการเพิ่มปริมาณ Cr และ Si ของโลหะผสมต่อความ ต้านทานการเกิดออกซิเดชันถูกแสดงให้เห็นว่ามีผลกระทบอย่างมาก ดังแสดงในรูปที่ 2.6 การ เพิ่มขึ้นของปริมาณ Si ในโลหะผสมเหล่านี้ทำให้เกิด breakaway ช้าลง ทั้งนี้ SiO₂ ที่เกิดขึ้นช่วย ป้องกันการแพร่ของ Cr ใน internal oxide และ continuous layer นอกจากนี้ Zurek, J. et al., 2004 ได้ศึกษาพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก (ferritic stainless steel) ที่มี ปริมาณ โครเมียมต่างกันคือ 1 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก และ 10 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ในสภาวะไอ น้ำ ที่อุณหภูมิ 550 600 625 และ 650 องศาเซลเซียส พบว่าอัตราการเกิดออกซิเดชันของเหล็ก 1%Cr และ 10%Cr เพิ่มขึ้นด้วยอุณหภูมิการทดสอบออกซิเดชันที่สูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.7 (ก) และ (ข)



รูปที่ 2.7 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของเหล็ก (ก) 1%Cr และ (ข) 10%Cr (Zurek, J. et al., 2004)



รูปที่ 2.8 โครงสร้างจุลภาคของเหล็ก 1%Cr และ 10%Cr หลังการทดสอบออกซิเดชัน ในบรรยากาศ Ar-50% H₂O ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส; (ก) 1%Cr และ (ข) 10%Cr (Zurek, J. et al., 2004) อัตราการแพร่ของ anion และ/หรือ cation ในออกไซค์เกิดขึ้นเช่นเดียวกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ พื้นผิวเพิ่มขึ้นด้วยอุณหภูมิการทดสอบที่สูงขึ้น หลังการทดสอบออกซิเดชันองค์ประกอบและรูปร่าง ของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็ก 1%Cr และ 10%Cr ไม่แตกต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.8 พบว่า ชั้นนอกสุด คือ ชั้นออกไซด์ของ Fe₃O₄ มีสีน้ำตาลเข้ม

จากวรรณกรรมงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นทำให้ผิวของชิ้นงานสูญเสีย กวามสวยงาม (เงางาม) ซึ่งเป็นปัญหากับชิ้นงานที่ต้องการกวามสวยงามของผิว เช่น ชิ้นส่วนยาน ยนต์ ดังนั้นในการป้องกันปัญหาดังกล่าว จึงมีกวามจำเป็นต้องมีการปรับปรุงสมบัติพื้นผิวของวัสดุ ให้มีความต้านทานต่อการกัดกร่อนหรือการเกิดออกซิเดชัน และมีการยึดติดระหว่างชั้นเกลือบและ ชิ้นงานโลหะพื้นที่ดีขึ้นเพื่อให้วัสดุใช้งานได้นานขึ้นและยังกงสภาพผิวของชิ้นงานที่สวยงาม การ ปรับปรุงสมบัติที่ผิวชิ้นงานให้มีกวามต้านทานการกัดกร่อน ด้านทานการเกิดออกซิเดชัน และกง สภาพผิวของชิ้นงานให้สวยงามมีหลายวิธี แต่มีวิธีหนึ่งที่เป็นที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมกือ การชุบ เกลือบผิวด้วยไฟฟ้า (Tyler, J.M., 1995)

2.3 การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า (electroplating)

การปรับปรุงสมบัติที่ผิวของชิ้นงานมีหลายวิธี แต่มีวิธีหนึ่งที่เป็นที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมคือ การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า ซึ่งเป็นกระบวนการปรับปรุงสมบัติของผิวชิ้นงานให้มีสมบัติตามโลหะ ที่นำมาเคลือบผิว การชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมโดยวิธีทางไฟฟ้า มีการใช้งานอย่างแพร่หลายใน การปรับปรุงสมบัติที่ผิวของเหล็กกล้า เนื่องจากโครเมียมเป็นโลหะที่มีสมบัติสีขาวนวล สุกใส ไม่ ขุ่นมัว แข็ง มีจุดหลอมตัวสูงที่ 1615 องศาเซลเซียส สามารถนำไฟฟ้าได้ดี และไม่เกิดสนิม ดังนั้น โครเมียมจึงเป็นที่นิยมใช้ในการชุบเคลือบผิวโลหะเพื่อป้องกันการกัดกร่อนหรือการเกิดออกซิเดชัน และเพื่อความสวยงาม การชุบโครเมียมมีการแบ่งประเภทตามความหนาของชั้นเคลือบโครเมียม ดังต่อไปนี้ (อนันต์ ทองมอญ, 2535)

ก) การชุบโครเมียมชนิดบางหรือชุบเพื่อความสวยงาม (decorative chromium plating) การชุบชนิดนี้มีจุดมุ่งหมายป้องกันการเกิดสนิม ให้ความสวยงาม ด้านทานการกัดกร่อนและ ด้านทานการเกิดออกซิเดชัน การชุบเคลือบผิวในลักษณะนี้มักจะชุบโครเมียมค่อนข้างบางมาก ใน การชุบโครเมียมแบบนี้จะต้องผ่านการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนที่จะนำมาชุบด้วยโครเมียม โดยทั่วไปความหนาของชั้นโครเมียมอยู่ในช่วง 0.2-0.8 ไมครอน

 การชุบโครเมียมแบบหนา (hard chromium plating) นิยมใช้ในงานที่ต้องการความ แข็ง ความทนทานต่อการกัดกร่อนและด้านทานการเกิดออกซิเดชัน การชุบด้วยวิธีนี้จะแตกต่างจาก การชุบโครเมียมแบบบาง (decorative chromium plating) คือ ชั้นเคลือบของโครเมียมจะหนากว่า ความหนาของชั้นเคลือบโครเมียมอยู่ระหว่าง 20 ไมครอนขึ้นไป เนื่องจากโครเมียมเป็นโลหะที่แข็งมาก ดังนั้นมีความเปราะมากเช่นกัน ทำให้ชั้นเคลือบผิว โครเมียมที่ได้จากการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้ามีลักษณะแตกร้าวหรือรูพรุน ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (ก) รูพรุนจึงเป็นสาเหตุให้เกิดการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันภายในรูพรุนจากนั้นการกัดกร่อนจะ ขยายกว้างออกไปใต้ชั้นเคลือบโครเมียม และในที่สุดชั้นเคลือบโครเมียมก็จะหลุดลอกออก ดัง แสดงในรูปที่ 2.9 (ข) (Yokoi, H., 1992) จากการเกิดปัญหาการหลุดลอกออกของชั้นเคลือบผิว โครเมียม การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนการชุบโครเมียม การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนการชุบ โครเมียม



รูปที่ 2.9 ภาพจำลองชั้นเคลือบโครเมียมที่ได้จากการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า (ก) การเกิด การกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันภายในรูพรุน (ข) (Yokoi, H., 1992)

(2) สามารถช่วยแก้ไขปัญหาในเรื่องดังกล่าวได้ นิกเกิลเป็นโลหะที่นิยมสำหรับการนำมาชุบ รองพื้นก่อนการชุบด้วยโครเมียม เพราะการรองพื้นด้วยนิกเกิลจะช่วยป้องกันการกัดกร่อน ต้านทานการเกิดออกซิเดชัน และช่วยให้ชั้นเคลือบโครเมียมมีความเงางาม (Snyder, D.L., 2000)

2.3.1 หลักการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า

การชุบเกลือบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า (electroplating) อาศัยหลักการของเซลล์อิเลค โตรไลต์โดยผ่านไฟฟ้ากระแสตรง (direct current) เข้าไปในชุดเซลล์ โดยชุดเซลล์ประกอบด้วย

- 1. โลหะที่ต้องการชุบเคลือบต่อกับขั้วลบของแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงและเรียกว่าแคโทด
- 2. โลหะที่ทำหน้าที่เคลือบต่อกับขั้วบวกของแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงเรียกว่าแอโนด

 สารละลายอิเลค โตร ไลต์ที่มี ไอออนของ โลหะที่ต้องการเคลือบ ตัวอย่างเช่น ถ้าต้องการ เคลือบนิกเกิลบนผิวเหล็ก สารละลายอิเลค โตร ไลต์ที่ใช้ควรมี ไอออนของนิกเกิลกระบวนการชุบ เกลือบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า (electroplating) เกิดขึ้นเมื่อผ่านกระแสไฟฟ้ากระแสตรงเข้าไปยัง ชุด เซลล์ทำให้สารละลายอิเลคโตรไลต์จะเกิดขบวนการแยกสลายสารละลายด้วยไฟฟ้า (electrolysis) ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงที่ขั้วไฟฟ้าโดยเกิดปฏิกิริยา ออกซิเดชัน และรีดักชัน

ที่ขั้วบวก (แอ โนค) เกิดปฏิกิริยาออกซิเคชัน

Anode: $M_{(s)} \longrightarrow M_{(aq)}^{+} + e^{-}$ (2.9)

ที่ขั้วลบ (แคโทค) เกิดปฏิกิริยารีดักชัน

Cathode: $M^+_{(aq)} + e^- \longrightarrow M_{(s)}$ (2.10)

จากการเกิดขบวนการแยกสลายสารละลายด้วยไฟฟ้า (electrolysis) ทำให้อนุภาคที่มีประจุ บวก เรียกว่า แคทอิออน (cation) เคลื่อนที่เข้าหาขั้วลบ (cathode) และอนุภาคที่มีประจุลบ เรียกว่า แอนอิออน (anion) เคลื่อนที่เข้าหาขั้วบวก (anode) ทำให้เกิดชั้นเคลือบผิวของโลหะมาเคลือบอยู่บน ผิวด้านนอกของชิ้นงานที่ต่อเข้ากับขั้วลบของแหล่งจ่ายไฟฟ้า (Kim, S.H., 2005)

รัฐว_ัว_ักยาลัยเทคโนโลยีสุรบา

2.3.2 ความหนาของชั้นเคลือบจากกระบวนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า

ความหนาของชั้นเคลือบผิวที่ได้จากกระบวนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า ถูกกำหนด โดยระยะเวลาของการชุบเคลือบผิว โดยใช้กฎของฟาราเคย์ (faraday's law) เมื่อให้กระแสไฟฟ้า ใหลผ่านลงในชุดเซลล์ ได้โลหะมาเกาะที่แคโทด ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมากหรือน้อยมีส่วนสัมพันธ์ โดยตรงกับปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านเซลล์ และระยะเวลาที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าไหลผ่าน ดัง แสดงในรูปที่ 2.10 ฟาราเคย์ตั้งกฎการแยกสารละลายด้วยไฟฟ้าเพื่อใช้อธิบายความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ผ่านลงในสารละลายอิเลคโตรไลต์ และระยะเวลาที่กระแสไฟฟ้าไหลผ่านไว้ ดังนี้

ก) มวลของสารที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณไฟฟ้าที่ไหล ผ่านสารละลายนั้น

บ) มวลของสารต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าเมื่อใช้ปริมาณไฟฟ้าเท่ากันจะเป็นสัดส่วน
 เดียวกันกับน้ำหนักสมมูลของสารนั้น ๆ



รูปที่ 2.10 ความหนาของชั้นเคลือบระหว่างการชุบด้วยไฟฟ้าขึ้นอยู่กับเวลา และความหนาแน่นกระแส (Kim, S.H., 2005)

จากกฎข้อที่ 1 เราสามารถนำมาใช้ในการชุบเคลือบผิวโลหะได้ คือ ถ้าต้องการให้โลหะมา เกาะจับที่ความหนาค่าหนึ่ง เราอาจทำได้ 2 วิธี คือ ใช้กระแสไฟฟ้าต่ำแล้วใช้เวลานาน ๆ หรือเราอาจ ใช้กระแสไฟฟ้าสูงแต่ใช้ระยะเวลาสั้น ก็จะได้โลหะไปเกาะจับที่แคโทคมีปริมาณที่ ใกล้เคียงกัน

จากกฎข้อที่ 2 โลหะแต่ละชนิดมีสมบัติถูกแยกสลายต่างกันคือ ในปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ เท่า ๆ กันโลหะแต่ละชนิดจะแยกสลายออกมามีปริมาณไม่เท่ากัน โลหะบางชนิดแยกสลายออกมา น้อย โลหะบางชนิดแยกสลายออกมามาก ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติประจำตัวหรือสมมูลย์เคมีของ โลหะนั้น ๆ (อนันต์ ทองมอญ, 2535; Kim, S.H., 2005)

ผลรวมของน้ำหนักโลหะที่เคลือบ หาได้จากสมการ

$$m = \frac{ItM}{nF}$$
(2.11)

เมื่อ

Ι	คือ กระแสไฟฟ้า มีหน่วย แอมป์
t	คือ เวลาในการชุบเคลือบผิว มีหน่วย ชั่วโมง
М	คือ น้ำหนักโมเลกุลของโลหะที่เคลือบ (58.6943 g/mol สำหรับนิกเกิล)
n	คือ จำนวนอิเล็กตรอนในปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (2 สำหรับนิกเกิล)
F	คือ ค่าคงที่ของฟาราเคย์ ซึ่งหมายถึงปริมาณประจุของอิเล็กตรอน 1 โมล
	และมีค่าเท่ากับ 96,487 C/mol
ความห	นาของชั้นเคลือบคำนวณ โดยการพิจารณาถึงปริมาตรชั้นเคลือบต่อพื้นที่ผิว
e e	

ความหนาของชั้นเคลือบคำนวณโดยการพิจารณาถึงปริมาตรชั้นเคลือบต่อพื้นที่ผิว โดย ปริมาตรของชั้นเคลือบมีความสัมพันธ์กับน้ำหนักของชั้นเคลือบ และความหนาแน่นของวัสดุ เคลือบ ดังนั้นความหนาของชั้นเคลือบได้จากสมการที่ 2.12

$$d = \frac{V}{S} = \frac{m}{\sigma S} = \frac{1}{\sigma S} \bullet \frac{ItM}{nF} = \frac{M}{\sigma nF} Jt$$
(2.12)

เมื่อ

- V คือ ปริมาตรของชั้นเคลือบ มีหน่วย ลูกบาศก์เมตร
- S คือ พื้นที่ผิวที่ถูกเกลือบ มีหน่วย ตารางเมตร
- σ คือ ความหนาแน่นของชั้นเคลือบ มีหน่วย กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร
- J คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า มีหน่วย แอมป์/ตารางเมตร
แต่ในการทคลองจริงผลของโลหะที่เกาะที่ขั้วแคโทคจะมีค่าน้อยกว่าค่าที่คำนวณได้ เนื่องจากกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านน้ำยาชุบไม่ได้ไปทำหน้าที่ในการแยกโลหะในสารละลายเพียง อย่างเดียว แต่ยังมีการแยกสารละลายอื่นที่อยู่ในน้ำยาอีก เช่น แก๊สไฮโครเจน เป็นต้น

(Deqing, W., Ziyuan, S., Tangshan, K., 2005) ศึกษาผลของตัวแปรของกระบวนการชุบ ด้วยไฟฟ้า เช่น ความหนาแน่นกระแส อุณหภูมิ และเวลาในการชุบ ซึ่งตัวแปรดังกล่าวจะมีผลต่อ ความหนาของชั้นเคลือบนิกเกิล ทองแดง และโครเมียม จากกระบวนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า ดัง แสดงในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ความหนาของชั้นเคลือบผิวขึ้นอยู่กับเวลาในการชุบเคลือบผิวด้วย วิธีทางไฟฟ้า (Deqing, W., Ziyuan, S., Tangshan, K., 2005)

ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของการเคลือบนิกเกิล และเวลาในการชุบ ค่าสูงสุดของ ความหนาชั้นเคลือบเป็นฟังก์ชันของอุณหภูมิหรือความหนาแน่นกระแส จากการศึกษาทำให้ได้ ความหนาแน่นกระแส และอุณหภูมิที่ให้ความหนาของชั้นเคลือบสูงสุด ของชั้นเคลือบนิกเกิล ทองแดงและโครเมียม และจากการศึกษาคุณสมบัติในการด้านทานการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (pitting) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักโดยทำการเปรียบเทียบระหว่างอะลูมิเนียมที่ เคลือบผิวประกอบด้วยชั้นของ นิกเกิล-ทองแดง - โครเมียม อะลูมิเนียมที่ไม่ผ่านการเคลือบผิว และ เหล็กกล้าไร้สนิม (0.1 %C-13 %Cr) พบว่าอะลูมิเนียมที่ผ่านการเคลือบผิวมีการด้านทานการเกิดการ กัดกร่อนแบบรูเข็ม (pitting) มากกว่าเหล็กกล้าไร้สนิม (0.1 %C-13 %Cr) และอะลูมิเนียมที่ไม่ผ่าน การชุบเคลือบผิว นอกจากนี้ (Lee, D.B., Ko, J.H., Kwon, S.C., 2005) ได้สึกษาการเกิดออกซิเดชันของชั้น เคลือบนิกเกิลที่มีวาเนเดียมร้อยละ 12 ถึงร้อยละ 18 โดยน้ำหนัก จากกระบวนการชุบเคลือบผิวด้วย วิธีทางไฟฟ้าบนเหล็กกล้าโดยทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส ในอากาศ พบว่าชั้นเคลือบถูกออกซิไดซ์ด้วยอัตราที่เหมือนกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.12 บริเวณ I ชั้นนอกสุดของ ผิวชิ้นงาน คือ นิกเกิลออกไซด์ (NiO) บริเวณ II คือชั้นออกไซด์ผสมระหว่าง NiWO₄ ร่วมกับ NiO บริเวณ III คือ ชั้นเคลือบของ Ni-W และบริเวณ IV คือ บริเวณที่เกิดสารประกอบของ Ni-W-Fe ระหว่างการเกิดออกซิเดชัน Ni ภายในแพร่เข้าเหล็กกล้า และ Ni ภายนอกเกิดเป็น NiO บนพื้นผิว โดย W ถูกผลักดันออกจาก NiO เหล็กกล้าที่ชุบเคลือบผิวด้วย Ni-(12-18%)W มีความด้านทาน ออกซิเดชันด้อยกว่าชุบเคลือบผิวด้วยนิกเกิลเพียงอย่างเดียว อาจเนื่องจากการเกิดออกไซด์ของ NiWO₄ โดยการแพร่ของออกซิเจนเข้าไปภายในชั้นเคลือบ ในเวลาเดียวกันการแพร่ของเหล็กสู่ผิว เกลือบในที่สุดก็จะเกิดการฟอร์มของ Fe₂O₃ และ NiFe₂O₄ ในชั้น NiO



รูปที่ 2.12 โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวางของเหล็กกล้าที่ชุบเคลือบผิวด้วย Ni-15W หลังการ ทคสอบออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง (Lee, D.B., Ko, J.H., Kwon, S.C., 2005)

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้แบ่งขั้นตอนในการทคสอบออกเป็น 4 ส่วนคังต่อไปนี้

1) ขั้นตอนของการเตรียมผิวชิ้นงานก่อนชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

2) การชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

3) ขั้นตอนการทดสอบออกซิเดชันของชิ้นงานที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม

4) ขั้นตอนการทดสอบการติดแน่นของชั้นเคลือบ

แล้ววิเคราะห์พื้นผิวและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานก่อนและหลังการทดสอบออกซิเดชันและการ ติดแน่นของชั้นเคลือบ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (optical microscope) กล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และวิเคราะห์ชาตุต่าง ๆ ด้วย เครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray analysis; EDX)

3.1 วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการวิจัย

เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 409 (โลหะพื้น) ชนิดแผ่นหนา 3 มิลลิเมตร โดย ส่วนผสมทางเคมีของวัสดุที่ใช้ในการวิจัย แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรค AISI 409

	ส่วนผสมทางเกมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)						
วัสดุ	Cr	Si	С	Mn	Р	S	Fe
AISI 409	11.00	1.00	0.08	1.00	0.04	0.04	Bal

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัยสามารถแบ่งออกเป็นกลุ่มย่อยได้ดังนี้

- ก) อุปกรณ์สำหรับการเตรียมชิ้นงาน
 - เกรื่องตัดโลหะ EDM WIRECUT รุ่น CHARMILLS TECHNOLOGIES

- ROBOFIL-190 พร้อมด้วยลวดตัดทำด้วยโลหะทองเหลืองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง
 0.25 มิลลิเมตร
- เครื่องขัดชิ้นงาน (grinding machine) แบบจานหมุนยี่ห้อ BUEHLER รุ่น
 ECOMET6 เป็นอุปกรณ์ช่วยขัดหยาบชิ้นงาน
- สว่านเจาะรูชิ้นงานสำหรับแขวนชิ้นงานเพื่อเข้าเตาเผาและดอกสว่านขนาดเส้น ผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร
- กระคาษทรายและผ้าสักหลาด โดยกระคาษทรายที่ใช้ในการเตรียมพื้นผิวชิ้นงาน ประกอบด้วยกระคาษทรายเบอร์ 180 320 400 600 800 1000 และ 1200
- ข) อุปกรณ์สำหรับชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้าและวัดความหยาบผิว
 - เครื่องแปลงกระแสไฟฟ้า (rectifier) สำหรับแปลงกระแสไฟฟ้าสลับ (AC) ไปเป็น ไฟฟ้ากระแสตรง (DC)
 - ถังชุบ (plating tank) ขนาด 1000 ลิตร
 - เครื่องกวน (magnetic stirrer) ใช้การเป่าอากาศโดยใช้ปั้มอากาศ
 - เครื่องทำความร้อน
 - ถวดทองแดง
 - อุปกรณ์วัดความหยาบ profile-meter (Veeco)



รูปที่ 3.1 เตาเผาอุณหภูมิสูง (tube furnace) ยี่ห้อ CARBOLITE

- ค) อุปกรณ์สำหรับการทดสอบออกซิเดชัน
 - เตาเผาอุณหภูมิสูง (tube furnace) ยี่ห้อ CARBOLITE ดังแสดงในรูปที่ 3.1

- เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด เป็นเครื่องชั่งแบบดิจิตอล (digital) สามารถชั่งได้ ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- เวอร์เนียคาลิปเปอร์
- อุปกรณ์แขวนชิ้นงานภายในเตาเผาอุณหภูมิสูง
- เทอร์ โมคัปเปิล ชนิด K สำหรับวัดอุณหภูมิ ณ แกนกลางของเตาเผาอุณหภูมิสูง
 ระยะทุก ๆ 2 เซนติเมตร ตลอดความยาวของเตาเผา เพื่อหาระยะของช่วงอุณหภูมิ
 ภายในเตาเผา ที่มีช่วงอุณหภูมิตามอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชัน
- จุปกรณ์บรรจุแก๊สและมาตรวัความคันแก๊ส
 - ถังแก๊ส เป็นถังเหล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 เซนติเมตร สามารถบรรจุแก๊ส ภายในได้ ประมาณ 15 กิโลกรัมแรง ต่อตารางเซนติเมตร หัวเร็กกูเลเตอร์ สำหรับ แก๊สแรงดันสูงอย่าง CO₂ ตัวเรือนและวาล์วส่วนมากทำจากทองเหลือง เป็น เครื่องมือวัดความดันภายใน และประกอบกับอุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊ส (flow meter) โดยมีลักษณะและส่วนประกอบ ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 หัวเร็กกูเลเตอร์ สำหรับแก๊สแรงคันสูงอย่าง CO₂ ตัวเรือนและวาล์ว ทำจาก ทองเหลือ และประกอบกับอุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊ส

- จุปกรณ์สำหรับตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค
 - ชุดทำตัวเรือนแบบเรซินหล่อใส ใช้สำหรับทำตัวเรือนชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบ
 ออกซิเดชัน เพื่อความสะควกในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและวัดความหนา
 งองชั้นเคลือบ
 - กล้องจุลทรรศน์แบบแสง รุ่น ZEISS AX10 สำหรับตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค พร้อมด้วยโปรแกรม Image Analysis ใช้ในการวัดความหนาของชั้นเคลือบ
 - การวิเคราะห์ชั้นเคลือบ (surface coating characterization)
 โดย Optical microscope; Scanning Electron Microscope (SEM) และวิเคราะห์ ธาตุด้วย ด้วยเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray analysis; EDX)

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- ก) สารเคมีที่ใช้ในการชุบเคลือบผิว
 - นิกเกิลซัลเฟต (nickel sulfate)
 - นิกเกิลคลอไรด์ (nickel chloride)
 - กรดบอริค (boric acid)
 - กรดโครมิค (chromic acid)
 - กรดกำมะถัน (sulfuric acid)
- สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานสำหรับตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค
 - น้ำกลั่น อายาลัยเทคโนโลยีส์
 - ผงอลูมินา
 - เมทิลแอลกอฮอล์
 - ซิลิกาเจลเป็นเม็คดูดความชื้นให้กับชิ้นงาน

3.2 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

การวิจัยนี้มีหลายขั้นตอน เริ่มต้นตั้งแต่การเตรียมพื้นผิวชิ้นงานก่อนการทดสอบ ดังนี้ การ เตรียมพื้นผิวของชิ้นงานโลหะพื้นก่อนการชุบเกลือบผิว และการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า หลังจากนั้นเป็นขั้นตอนการทดสอบ โดยแบ่งออกเป็นการทดสอบการเกิดออกซิเดชัน และการ ทดสอบการติดแน่นของชั้นเกลือบผิว และขั้นตอนสุดท้าย คือ การตรวจสอบโกรงสร้างจุลภากและ ส่วนผสมของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นก่อนและหลังการทดสอบออกซิเดชันและการติดแน่น โดยมี รายละเอียดดังนี้

3.2.1 การเตรียมชิ้นงานก่อนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า

การเตรียมผิวชิ้นงานกระทำโดยนำเหล็กกล้าไร้สนินเฟอร์ริติกเกรด AISI 409 แบบ แผ่น ที่มีขนาดกว้าง 1200 มิลลิเมตร ยาว 2400 มิลลิเมตร และหนา 3 มิลลิเมตร ตัดด้วยเครื่องตัด โลหะให้มีขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร และหนา 3 มิลลิเมตร แล้วเจาะรูด้วยดอก สว่านที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.3 หลังจากนั้นทำการขัดผิวชิ้นงาน ด้วยกระดาษทราย และทำความสะอาดผิวชิ้นงานด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ โดยในขั้นตอนนี้ได้แบ่ง ชิ้นงานออกเป็นสามก่ากวามหยาบผิวดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานก่อนการชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า

26

ซึ่งพื้นผิวชิ้นงานแต่ละชิ้นงานมีค่าความหยาบผิวต่างกัน โดยใช้กระดาษทรายเป็นตัวกำหนดค่าความ หยาบผิวชิ้นงานดังนี้ ค่าความหยาบผิวที่หนึ่ง คือ ชิ้นงานโลหะพื้นขัดผิวด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180 (แทนด้วย T0-180 ซึ่งเป็นชิ้นงานโลหะพื้นที่มีความหยาบผิวสูงที่สุด) ค่าความหยาบผิวที่สอง คือ ชิ้นงานโลหะพื้นขัดผิวด้วยกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 180 320 400 ถึงเบอร์ 600 ตามลำดับ (แทนด้วย T0-600) และก่าความหยาบผิวที่สาม คือ ชิ้นงานโลหะพื้นขัดผิวด้วยกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 180 320 400 600 800 1000 ถึงเบอร์ 1200 ตามลำดับ (แทนด้วย T0-1200 ซึ่งเป็นชิ้นงานโลหะพื้นที่มี ความหยาบผิวต่ำที่สุด) ทำการวัดก่าความหยาบผิวของชิ้นงานด้วยเกรื่องวัดความหยาบ profilemeter (Veeco) โดยผลความหยาบผิว (Ra) เป็นการแสดงความหยาบพื้นผิวด้วยก่าเฉลี่ยทางเลยคณิต ของผิวที่วัด ก่าความหยาบผิวได้จากการรวมพื้นที่ของยอดกลื่นทั้งหมดโดยไม่พิจารณาเครื่องหมาย (ทิศทาง) หารด้วยกวามยาวเฉลี่ย (lm) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ความหยาบผิวของชิ้นงานแสดงใน ตารางที่ 3.2 จากนั้นทำการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้าในขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 3.5 การแสดงความหยาบพื้นผิวด้วยค่าเฉลี่ยทางเลขคณิตของผิวที่วัด (Siamstainless, 2011)

ชิ้นงาน	กระคาษทรายเบอร์สุดท้ายของ การเตรียมผิวชิ้นงาน โลหะพื้น	ค่าความหยาบผิว (Ra) (นาโนเมตร)
T0-180	ขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180	279.40
T0-600	ขัคด้วยกระคาษทรายเบอร์ 600	207.58
T0-1200	ขัคด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1200	168.53

ตารางที่ 3.2 ก่าความหยาบผิวของชิ้นงานโลหะพื้น ก่อนการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

3.2.2 การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า

นำชิ้นงานจากขั้นตอนการเตรียมผิวด้วยกระดาษทรายที่มีค่าความหยาบผิวทั้งสาม ก่า (T0-180 T0-600 และ T0-1200) ไปชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพื่อความสวยงาม โดยมีการชุบ รองพื้นด้วยนิกเกิลที่มีความหนาต่างกัน ขั้นตอนการชุบเคลือบผิวมีรายละเอียดดังนี้ ขั้นตอนแรกนำ ชิ้นงานโลหะพื้นที่มีค่าความหยาบผิวทั้งสามค่า (T0-180 T0-600 และ T0-1200) จากขั้นตอนการ เตรียมผิวด้วยกระดาษทรายร้อยด้วยลวดทองแดงบริเวณรูตรงกลางของชิ้นงานโลหะพื้น สาเหตุที่ใช้ ลวดทองแดงในการร้อยชิ้นงานเพื่อเป็นสื่อนำไฟฟ้าไปยังชิ้นงานที่ต้องการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทาง ไฟฟ้า จากนั้นนำชิ้นงานจุ่มลงในสารละลายกรดซัลฟิวริก เพื่อทำลายชั้นออกไซด์บนผิวชิ้นงาน โลหะพื้น หลังจากนั้นนำชิ้นงานมาต่อเข้ากับขั้วลบ (cathode) แล้วจุ่มลงในอ่างน้ำยาชุบนิกเกิล และ/หรือ อ่างน้ำยาชุบโครเมียม ซึ่งมีส่วนผสมทางเกมีของน้ำยาชุบและสภาวะการทำงานของอ่าง ชุบ ดังแสดงในตารางที่ 3.3 โดยมีแผ่นนิกเกิลเป็นขั้วบวก (anode) จากนั้นผ่านกระแสไฟฟ้าลงใน อ่างน้ำยาชุบ ซึ่งหลักการพื้นฐานของการชุบเกลือบผิวโลหะด้วยวิธีทางไฟฟ้า แสดงดังในรูปที่ 3.6

การชุบผิวด้วย	ส่วนผสมา	ov Z-A	สภาวะการทำงาน		
ไฟฟ้า	น้ำยาชุบเคลือบผิว		อุณหภูมิ	ความหนาแน่น	
			(°C)	กระแสไฟฟ้า (A/ dm²)	
การชุบนิกเกิล	นิกเกิลซัลเฟต 250.	0 กรัม/ลิตร	40	3	
	นิกเกิลคลอไรด์ 40.	0 กรัม/ลิตร	2		
	กรดบอริก 40.	0			
การชุบโครเมียม	กรดโครมิค 250.	0 กรัม/ลิตร	46	35	
	กรดกำมะถัน 2.	5 กรัม/ลิตร			

ตารางที่ 3.3 ส่วนผสมของน้ำยาชุบ และสภาวะการทำงานของกระบวนการชุบเกลือบผิวด้วยไฟฟ้า ในงานวิจัย



รูปที่ 3.6 หลักการพื้นฐานของการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า (Kim, S.H., 2005)



รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานโดยการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

ขั้นตอนการชุบเคลือบผิวแบ่งชิ้นงานออกเป็น 4 กลุ่ม ตามเวลาในการชุบรองพื้นนิกเกิล คัง แสดงในรูปที่ 3.7 กลุ่มชิ้นงาน T1 คือชิ้นงานที่ทำการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 0 นาที แล้วชุบ เคลือบผิวด้วยโครเมียมเป็นเวลา 5 นาที (T1 ซึ่งเป็นกลุ่มชิ้นงานที่ไม่มีการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล) กลุ่มชิ้นงาน T2 คือชิ้นงานที่ทำการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 5 นาที แล้วตามด้วยการชุบ โครเมียมเป็นเวลา 5 นาที (T2 ซึ่งเป็นกลุ่มชิ้นงานที่มีชั้นนิกเกิลบางที่สุด) กลุ่มชิ้นงาน T3 คือชิ้นงาน ที่ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 10 นาทีแล้วตามด้วยการชุบโครเมียมเป็นเวลา 5 นาที และกลุ่ม ชิ้นงาน T4 คือชิ้นงานที่ทำการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 15 นาที แล้วตามด้วยการชุบโครเมียม เป็นเวลา 5 นาที (T4 ซึ่งเป็นกลุ่มชิ้นงานที่มีชั้นนิกเกิลหนาที่สุด)

โดยชิ้นงานทั้ง 4 กลุ่มนี้ ชุบเคลือบผิวบนชิ้นงานโลหะพื้นที่มีความหยาบผิวทั้งสามค่า (T0-180 T0-600 และ T0-1200) ดังนั้นค่าความหยาบผิวของชิ้นงานหลังการชุบเคลือบผิวจึงมีค่า ความหยาบผิวแตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 3.4 ตัวอย่างเช่น ในกลุ่มชิ้นงาน T1 แบ่งออกเป็น ชิ้นงาน T1-180 คือชิ้นงานที่เตรียมพื้นผิวด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180 แล้วชุบเคลือบผิวด้วย โครเมียมเพียงอย่างเดียว T1-600 คือชิ้นงานที่เตรียมพื้นผิวด้วยกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 180 320 400 ถึงเบอร์ 600 แล้วชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพียงอย่างเดียว และ T1-1200 คือชิ้นงานที่เตรียม พื้นผิวด้วยกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 180 320 400 600 800 1000 ถึงเบอร์ 1200 แล้วชุบเคลือบผิวด้วย โครเมียมเพียงอย่างเดียว ทำเช่นเดียวกันสำหรับกลุ่มชิ้นงาน T2 T3 และ T4 จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ จากขั้นตอนนี้ใช้ในการทดสอบการเกิดออกซิเดชันและการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงาน โลหะพื้นในขั้นตอนต่อไป

ชิ้นงาน	โลหะพื้นขัดด้วย กระดาษทรายเบอร์	การชุบเคลือบผิวด้วยไฟฟ้า	ค่าความหยาบ Ra (นาโนเมตร)
T1-180	180	ชุบโครเมียม 5 นาที	157.91
T1-600	600	ชุบโครเมียม 5 นาที	148.31
T1-1200	1200	ชุบโครเมียม 5 นาที	90.21
T2-180	180	ชุบนิกเกิล 5 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	152.35
T2-600	600	ชุบนิกเกิล 5 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	138.86
T2-1200	1200	ชุบนิกเกิล 5 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	86.04
T3-180	180	ชุบนิกเกิล 10 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	148.88
T3-600	600	ชุบนิกเกิล 10 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	118.80
T3-1200	1200	ชุบนิกเกิล 10 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	70.65
T4-180	180	ชุบนิกเกิล 15 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	148.63
T4-600	600	ชุบนิกเกิล 15 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	114.47
T4-1200	1200	ชุบนิกเกิล 15 นาที + ชุบโครเมียม 5 นาที	66.96

ตารางที่ 3.4 ค่าความหยาบผิวของชิ้นงานหลังการชุบเคลือบผิว โดยวิธีการชุบเคลือบผิวค้วยไฟฟ้า

หลังจากเสร็จสิ้นการชุบเกลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้าแล้ว วัดความหนาของชั้นเกลือบโดย อาศัยเทียบแถบวัด (scale bar) ของภาพถ่าย 2 มิติ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ก) กำหนดความยาวของแถบวัด (scale bar) กับความละเอียดของภาพถ่าย (pixels) จะได้
 ความละเอียดของภาพต่อขนาดของภาพ ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการวัดความหนาของชั้นเคลือบโดยอาศัยเทียบแถบวัด (scale bar)

 ง) วัดงนาดความหนางองแต่ละชั้นเกลือบ โดยวัด 10 จุด (แสดงในภากผนวก ก) แล้วหา ค่าเฉลี่ยงองความหนาชั้นเกลือบ ผลงองก่ากวามหนางองชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลและชั้น ชุบเกลือบผิวโกรเมียม ได้ทำการแสดงในตารางที่ 3.5

ชิ้นงาน	ความหนาชั้น	ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล	ความหนาช้	ความหนาชั้นเคลือบผิวโครเมียม		
	(¹	ไมครอน)	(ใมครอน)			
	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน		
T1-180	-	-	0.14	0.05		
T1-600	-	_	0.21	0.05		
T1-1200	-	_	0.24	0.07		
T2-180	2.10	0.20	0.21	0.07		
T2-600	2.55	0.33	0.22	0.04		
T2-1200	2.72	0.25	0.19	0.05		
T3-180	3.17	0.09	0.23	0.06		
T3-600	3.33	0.09	0.24	0.05		
T3-1200	3.65	0.10	0.24	0.05		
T4-180	4.48	0.07	0.24	0.05		
T4-600	5.12	0.24	0.23	0.05		
T4-1200	6.28	0.15	0.25	0.05		

ตารางที่ 3.5 ความหนาเฉลี่ยของชั้นนิกเกิล และชั้นโครเมียม โดยการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

3.2.3 การทดสอบออกซิเดชัน

ก่อนการทดสอบออกซิเดชันวัดอุณหภูมิภายในเตาเผาอุณหภูมิสูง (tube furnace) ด้วยเทอร์ โมคัปเปิล ชนิด K เพื่อหาช่วงอุณหภูมิภายในเตาเผาที่มีอุณหภูมิตามเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ ใช้ในการทดสอบออกซิเดชัน จากนั้นสร้างอุปกรณ์แขวนชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชัน ดัง แสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 อุปกรณ์แขวนชิ้นงานสำหรับการทคสอบออกซิเคชัน

โดยขั้นตอนการทดสอบออกซิเดชันแสดงในรูปที่ 3.10 ทำการทดสอบออกซิเดชันทั้งในบรรยากาศ ปกติและบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์ เพื่อง่ายในการทำกวามเข้าใจเงื่อนไขของการทดสอบ ออกซิเดชันได้นำเสนอในตารางที่ 3.6



รูปที่ 3.10 ขั้นตอนการทคสอบการเกิดออกซิเคชัน

ตารางที่ 3.6 เงื่อนใขในการทดสอบออกซิเคชัน

สัญลักษณ์	เงื่อนไข	บรรยากาศ	อุณหภูมิ
			(องศาเซลเซียส)
C-2	การเกิดออกซิเดชันแบบวงรอบ	อากาศปกติ	200
C-3	การเกิดออกซิเดชันแบบวงรอบ	อากาศปกติ	300
D-2	การเกิดออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง	อากาศปกติ	200
D-3	การเกิดออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง	อากาศปกติ	300
C-2-CO ₂	การเกิดออกซิเดชันแบบวงรอบ	คาร์บอนไคออกไซด์	200
C-3-CO ₂	การเกิดออกซิเดชันแบบวงรอบ	คาร์บอนไดออกไซด์	300
D-2-CO ₂	การเกิดออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง	คาร์บอนไคออกไซด์	200
D-3-CO ₂	การเกิดออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง	คาร์บอนไดออกไซด์	300



รูปที่ 3.11 เครื่องชั่งแบบดิจิตอล (digital)

3.2.3.1 การทดสอบการเกิดออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง (continuous oxidation test)

การทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง (continuous oxidation test) ในบรรยากาศ ปกติ ที่อุณหภูมิ 200±5 องศาเซลเซียส ชั่งน้ำหนักชิ้นงานก่อนเข้าเตาเผาอุณหภูมิสูง (m_o) ด้วยเครื่อง ชั่งแบบคิจิตอล (digital) คังแสคงในรูปที่ 3.11 สามารถวัดได้ละเอียคถึง 0.0001 กรัม



รูปที่ 3.12 การวัดขนาดชิ้นงานก่อนการทดสอบการเกิดออกซิเดชัน

จากนั้นวัดขนาดพื้นที่ผิวชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 3.12 และกำนวณพื้นที่ผิวที่มีการสัมผัสกับ บรรยากาศของชิ้นงาน (S) ตามสมการที่ 3.1

$$S = \{(L1 x S1) + (L2 x S2) + (S2 x TH) + (S1 x TH) + (L1 x TH) + (L2 x TH) + (\pi x 2 x r x TH) - (2\pi r^{2})\}$$
(3.1)

แล้วนำชิ้นงานทำการแขวนดังแสดงในรูปที่ 3.13 เพื่อนำเข้าเตาเผาอุณหภูมิสูงดังแสดงใน รูปที่ 3.14 การทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ได้ทำการแบ่งชิ้นงานออกเป็น 4 ชุด คือ ชุดที่ 1 เผา ชิ้นงานเป็นเวลา 45 ชั่วโมง ชุดที่ 2 เผาชิ้นงานเป็นเวลา 90 ชั่วโมง ชุดที่ 3 เผาชิ้นงานเป็นเวลา 135 ชั่วโมง และชุดที่ 4 เผาชิ้นงานเป็นเวลา 180 ชั่วโมง ชิ้นงานแต่ละชุดเมื่อเผาครบตามเวลาที่กำหนด ปล่อยให้เย็นตัวภายในเตาเผาอุณหภูมิสูง (tube furnace) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำชิ้นงานออกจาก เตาเผาเย็นตัวภายนอกเตาเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นชั่งน้ำหนักชิ้นงาน (m) แล้วทำการคำนวณหา น้ำหนักของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิว (m) ขั้นตอนสุดท้าย คือ นำข้อมูลที่ได้จาก การทดลองมาเขียนกราฟระหว่าง m กับเวลาที่ใช้ในการเผาชิ้นงาน ทำการทดสอบออกซิเดชัน แบบต่อเนื่องตามขั้นตอนดังกล่าว เปลี่ยนอุณหภูมิและบรรยากาศที่ใช้ในการทดสอบตามเงื่อนไขดัง แสดงในตารางที่ 3.6



รูปที่ 3.13 ลักษณะการแขวนชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง



รูปที่ 3.14 ลักษณะของการวางชิ้นงานภายในเตาเผาอุณหภูมิสูง

3.2.3.2 การทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test)

การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test) ในบรรยากาศปกติ ที่ อุณหภูมิ 200±5 องศาเซลเซียส ชั่งน้ำหนักชิ้นงานก่อนเข้าเตาเผาอุณหภูมิสูง (m) และคำนวณหา พื้นที่ผิวของชิ้นงาน (S) ตามสมการที่ 3.1 แล้วนำชิ้นงานแขวนเพื่อนำเข้าเตาเผาคังแสคงรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.15 ลักษณะการแขวนชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test)

สำหรับการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test) เผาชิ้นงานจำนวน 90 รอบ โดยแต่ละรอบใช้เวลาในการเผา 2 ชั่วโมง (เวลาในการทดสอบออกซิเดชัน) แล้วทำการเย็นตัว ภายในเตาเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำชิ้นงานมาเย็นตัวภายนอกเตาเป็นเวลา 30 นาที ชั่งน้ำหนัก ชิ้นงาน (m) ขั้นตอนที่กล่าวมานี้ คือการทดสอบออกซิเดชันในหนึ่งรอบ จากนั้นคำนวณน้ำหนัก ของชิ้นงานที่เปลี่ยนไปต่อหน่วยพื้นที่ผิว (m) แล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาเขียนกราฟ ระหว่าง m กับจำนวนรอบ การทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ แบ่งชิ้นงานออกเป็น 3 ชุดดังแสดง ในรูปที่ 3.15 ชุดที่ 1 เผาชิ้นงาน 30 รอบ (แถวที่ 1) ชุดที่ 2 เผาชิ้นงาน 60 รอบ (แถวที่ 2) และ ชุดที่ 3 เผาชิ้นงาน 90 รอบ (แถวที่ 3) การแบ่งชิ้นงานออกเป็นสามชุดเพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของชั้น ออกไซด์ในการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ จำนวนรอบที่ 30 60 และ 90 ทำการทดสอบ ออกซิเคชันแบบวงรอบตามขั้นตอนคังกล่าว แล้วเปลี่ยนอุณหภูมิและบรรยากาศที่ใช้ในการทคสอบ ตามเงื่อนไข คังแสคงในตารางที่ 3.6

3.2.4 การทดสอบการติดแน่นของชั้นเคลือบ

ขั้นตอนการทดสอบการติดแน่นด้วยวิธี Heat-Quench Test ดังแสดงในรูปที่ 3.16 โดยการให้ความร้อนแก่ชิ้นงานที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม ในกลุ่มชิ้นงานที่มีการชุบ รองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม โดยการให้ความร้อนแก่ชิ้นงานด้วยเตาอบ ชิ้นงานแบบดังเดิม รุ่น CARBOLITE TYPE CWF 12/13 จากนั้นทำการเย็นตัวในน้ำที่อุณหภูมิห้อง ทันที ผลที่ผ่านการทดสอบคือจะต้องไม่มีรอยพุพองหรือหลุดลอกของชั้นเคลือบ โดยวัสดุพื้นแต่ละ ชนิดใช้อุณหภูมิในการทดสอบ ดังแสดงในตารางที่ 3.7



รูปที่ 3.16 ขั้นตอนการทคสอบการติดแน่นของชั้นเคลือบ

	ชั้นเกลือบ				
วัสดุพื้น	โครเมียม; นิกเกิล; นิกเกิล + โครเมียม; ทองแดง				
	(องศาเซลเซียส)				
เหล็กกล้ำ	250				
โลหะผสมสังกะสี	150				
ทองแคง และ โลหะผสมทองแคง	250				
อะลูมิเนียม และ โลหะผสม	220				
อะลูมิเนียม					

ตารางที่ 3.7 อุณหภูมิในการทดสอบการติดแน่นด้วยวิชี Heat-Quench Test (ASTM B571-97, 2000)

ในการทคสอบการติดแน่น โลหะพื้นเป็นเหล็กกล้าไร้สนิมเกรค AISI 409 ที่ผ่านการชุบ รองพื้นด้วยนิกเกิลแล้วตามด้วยการชุบโครเมียม อุณหภูมิทคสอบการติดแน่นของชั้นเคลือบด้วยวิธี Heat-quench test ที่อุณหภูมิ 200 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที หลังจากนั้นทำ การเย็นตัวในน้ำอย่างรวดเร็วเป็นเวลา 5 นาที ดังแสดงในรูปที่ 3.17



รูปที่ 3.17 ภาพจำลอง อุณหภูมิ และเวลาในการทคสอบการติดแน่น

เมื่อเสร็จสิ้นการทคสอบ Heat-quench test ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคค้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้ แสง โครงสร้างจุลภาคพื้นผิวก่อนและหลังการทคสอบการติดแน่นที่กำลังขยาย 5x นำภาพ โครงสร้างจุลภาคมาวิเคราะห์หา ขนาค ปริมาณ และสัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่อง จากการวิเคราะห์ค้วยโปรแกรม Image J ได้แสดงในภาคผนวก ข

3.3 การเตรียมชิ้นงานเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวาง (cross-section)

เมื่อเสร็จสิ้นการทคสอบออกซิเดชัน (oxidation test) และการทคสอบการติดแน่น (beatquench test) ชุบเกลือบผิวด้วยทองแดงเพื่อในขั้นตอนขัดชิ้นงานไม่ให้เกิดการหลุดลอกของชั้น เกลือบและออกไซด์ของโลหะ (Norinsan, K.O., Jianqiang, Z., Seo, M., David, J., 2010) ทำให้ชั้น ออกไซด์ที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการทดสอบออกซิเดชันไม่ถูกทำลาย จากนั้นนำชิ้นงานไปหล่อด้วยเรซิ นแบบหล่อใสเพื่อความสะดวกในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค หลังจากการหล่อตัวเรือนด้วย เรซินแข็งตัวอย่างสมบูรณ์ นำชิ้นงานไปทำการขัดผิวด้วยกระดาษทรายเริ่มต้นจากกระดาษทราย เบอร์ 180 320 400 600 800 1000 และ 1200 ตามลำดับ จากนั้นล้างด้วยน้ำสะอาด และนำชิ้นงานไป ขัดละเอียดด้วยผ้าสักหลาดโดยใช้ผงอะลูมินาขนาด 0.5 และ 0.03 ไมครอนตามลำดับ จากนั้นล้าง ชิ้นงานด้วยน้ำ ตามด้วยเอทานอลแล้วเป่าให้แห้ง จากนั้นวิเคราะห์พื้นผิวและโครงสร้างจุลภาคของ ชั้นเคลือบ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (optical microscope) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราด (scanning electron microscope; SEM) และวิเคราะห์ชาตุต่างๆ ด้วยเครื่องกระจายพลังงานของ รังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray analysis; EDX)

ร_{ัววักยา}ลัยเทคโนโลยีสุรุบา

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

้งากการทคสอบออกซิเคชันและการติคแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้น ของ เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 409 (substrate) ชุบเคลือบผิวโครเมียมชนิดบางหรือชุบ เคลือบผิวด้วยโครเมียมเพื่อความสวยงาม (decorative chromium plating) ด้วยวิธีการชุบเคลือบผิว โลหะด้วยไฟฟ้า (electroplating)

ชิ้นงานในการทคสอบแบ่งเป็น 3 กลุ่ม คือ กลุ่มที่ 1 ชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0-180 T0-600 และ T0-1200) กลุ่มที่ 2 ชิ้นงานชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเท่านั้น (T1-180 T1-600 และ T1-1200) และ กลุ่มที่ 3 ชิ้นงานชุบเคลือบผิว นิกเกิล – โครเมียม (T2 T3 และ T4) โดยกลุ่มที่ 3 แบ่ง ชิ้นงานออกเป็น 3 กลุ่ม ตามเวลาในการชบรองพื้นด้วยนิกเกิล ชิ้นงาน T2-180 T2-600 และ T2-1200 ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 5 นาที แล้วตามด้วยการชุบโครเมียม 5 นาที ชิ้นงาน T3-180 T3-600 และ T3-1200 ชุบรองพื้นค้วยนิกเกิลเป็นเวลา 10 นาที แล้วตามค้วยการชุบโครเมียม 5 นาที และชิ้นงาน T4-180 T4-600 และ T4-1200 ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 15 นาที แล้วตามด้วยการ ชุบโครเมียม 5 นาที ได้ผลการทดสอบออกซิเดชันและการติดแน่นของชั้นเคลือบดังนี้

4.1

ผลการทดสอบออกซิเดชัน รูปที่ 4.1 และ 4.2 แสดงอัตราการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงาน ทั้งการทดสอบออกซิเดชัน แบบต่อเนื่อง และแบบวงรอบ ในบรรยากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง อัตราการเกิดออกซิเดชันวัดจากน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ (น้ำหนักที่ เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ แสดงในภาคผนวก ก) เทียบกับเวลาในการทคสอบออกซิเคชัน และ ้ความสวยงามของลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานพิจารณาจาก สี และความเงางาม โคยการตรวจสอบ ด้วยตาเปล่า (visual inspection) ซึ่งได้รับการวิจารณ์ในหัวข้อต่อไป



รูปที่ 4.1 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานในการทคสอบออกซิเคชัน แบบต่อเนื่อง ในบรรยากาศปกติเป็นเวลา 180 ชั่วโมง



รูปที่ 4.2 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานในการทคสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบ ในบรรยากาศปกติ เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ) 4.1.1 อิทธิพลของอุณหภูมิการทดสอบออกซิเดชันในบรรยากาศปกติ และความหยาบผิว ของชิ้นงานต่ออัตราการเกิดออกซิเดชัน

ผู้วิจัยได้สังเกตเห็นว่าการทดสอบออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส สีผิว ของชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงสีที่รุนแรงกว่า การทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ลักษณะพื้นผิวชิ้นงานก่อนการทคสอบออกซิเคชัน และหลังการทคสอบ ออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส

้นงาน T0-180 เนื่องจากชิ้นงาน T0-180 มีการเปลี่ย

ผู้วิจัยแสดงพื้นผิวของชิ้นงาน T0-180 เนื่องจากชิ้นงาน T0-180 มีการเปลี่ยนสีที่รุนแรงที่สุด จากรูป ที่ 4.1 และ 4.2 พบว่าการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง ไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานสูงกว่าการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส กล่าวคือที่อุณหภูมิสูงมีการแพร่ของอะตอมได้เร็วกว่าที่อุณหภูมิต่ำ การเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง ส่งผลให้มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น (Birks, N., Meier, G.H., Pettit, F.S., 2006) สามารถ อธิบายได้ด้วยการวิเคราะห์ EDX ขององค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวชิ้นงาน T4 พบว่าบนพื้นผิวชิ้นงาน หลังทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีปริมาณธาตุเหล็ก และ ออกซิเจน บนพื้นผิว มากกว่าการทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 4.1 ผู้วิจัยได้ แสดงการวิเคราะห์ EDX องค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวชิ้นงาน T4 เนื่องจากงานวิจัยนี้ ชิ้นงาน T4 มี การชุบรองพื้นนิกเกิลที่หนาที่สุด ทำให้เห็นผลการแพร่ของธาตุเหล็กจากโลหะพื้นได้ชัดเจน

9/	ธาตุ (เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก)						
ชิ้นงาน	О	Si	Cr	Fe	Ni		
B-0 : T4	1.40	-	1.01	1.98	93.81		
C-2 : T4	1.48	-	0.73	1.98	95.81		
C-3 : T4	1.75	-	0.69	3.58	93.98		

ตารางที่ 4.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวชิ้นงาน T4 ก่อนและหลังการทดสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ

หมายเหตุ : B-0 คือ ก่อนการทคสอบออกซิเคชัน; C-2 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation) ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส; C-3 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.4 การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวชิ้นงานที่ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลเป็นเวลา 15 นาที แล้วตามด้วยการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม (T4) บนชิ้นงาน โลหะพื้นที่มีความหยาบผิวต่างกัน นอกจากนี้ความหยาบผิวของขึ้นงานก่อนการชุบเคลือบผิวส่งผลต่อความหยาบผิวหลังการ ชุบเคลือบผิวและอัตราการเกิดออกซิเดชันดังนี้ การเตรียมผิวชิ้นงาน โลหะพื้น (substrate) ที่มีค่า ความหยาบผิว (Ra) ต่ำส่งผลให้ผิวชิ้นงานหลังการชุบเคลือบผิวมีค่าความหยาบผิวลดลง (Wongpinij, T. et al., 2012) ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ผลของอัตราการเกิดออกซิเดชันของชิ้นงานที่มี ความหยาบผิวต่างกัน พบว่าชิ้นงาน โลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180 มีการ เปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานสูงกว่าชิ้นงานที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยกระคาษ ทรายเบอร์ 600 และ 1200 ตามลำดับ ซึ่งหมายความว่าชิ้นงานที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยกระคาษทราย เบอร์ 180 (มีก่าความหยาบผิวสูงที่สุด) แสดงอัตราการเกิดออกซิเดชันสูงที่สุด หรือมีความด้านทาน การเกิดออกซิเดชันต่ำที่สุด สำหรับทุกกลุ่มชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.1 และ 4.2 เนื่องจากชิ้นงานที่ มีกวามหยาบสูงมีพื้นที่สัมผัสระหว่างผิวชิ้นงาน

4.1.2 อิทธิพลของเงื่อนไขการทดสอบออกซิเดชันต่ออัตราการเกิดออกซิเดชัน

ผู้วิจัยได้สังเกตเห็นว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ สีผิวชิ้นงานมีการ เปลี่ยนแปลงสีที่รุนแรงกว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 4.5 จากรูปที่ 4.1 และ 4.2 การทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test) มีอัตราการออกซิเดชันที่สูงกว่า การทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง (continuous oxidation test)



รูปที่ 4.5 พื้นผิวชิ้นงานก่อน และหลังการทคสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบ และแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จากการตรวจสอบพื้นผิวชิ้นงานหลังการทคสอบออกซิเคชัน พบว่าบนพื้นผิวชิ้นงานในการ ทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบมีออกไซค์จากการออกซิเคชัน (oxidation products) ในปริมาณที่ มากกว่าผิวชิ้นงานที่ผ่านการทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง คังแสคงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวชิ้นงาน T0 T1 และ T4 หลังการทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง และวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง

9/	ธาตุ (เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก)						
ชิ้นงาน	0	Si	Cr	Fe	Ni		
B-0:T4	1.40	-	1.01	1.98	93.81		
C-3 : T4	1.75	-	0.69	3.58	93.98		
D-3 : T4	2.10	-	2.55	1.02	94.32		

ตารางที่ 4.2 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวชิ้นงาน T4 ก่อนและหลังการทคสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบ และแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ

หมายเหตุ : B-0 คือ ก่อนการทคสอบออกซิเคชัน; C-3 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส; D-3 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

จากการวิเคราะห์ EDX ขององค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวชิ้นงาน T4 พบว่า บนพื้นผิวชิ้นงาน หลังทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบมีปริมาณธาตุเหล็กมากกว่าบนพื้นผิวชิ้นงานหลังการทดสอบ ออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ดังแสดงในตารางที่ 4.2 เนื่องจากการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test) ชิ้นงานรับภาระการเปลี่ยนแปลงความร้อนแบบฉับพลัน ส่งผลให้เกิดความ เค้นตกค้าง เนื่องจากได้รับความร้อน และ การเย็นตัว เป็นจำนวนหลายครั้ง (Sadique, S.E. et al., 2000) และออกไซด์ของโลหะ ชั้นเคลือบ และชิ้นงานโลหะพื้น (substrate) มีค่าสัมประสิทธิ์การ ขยายตัวทางความร้อน (coefficient of thermal expansion) ที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.7 การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวชิ้นงาน T0-180 หลังการทคสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบในบรรยากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)

ระหว่างการเย็นตัว ออกไซด์ ชั้นเคลือบ และชิ้นงานโลหะพื้น มีการหดตัวที่ไม่เท่ากัน จึงเกิดกวาม เก้นในบริเวณรอยต่อดังกล่าว เหนี่ยวนำให้เกิดรอยแตกและการหลุดล่อนของออกไซด์ในที่สุด ดัง แสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.8 การวิเคราะห์ SEM และ EDX ภาคตัดขวางของชิ้นงาน T4 ก่อนและหลัง การทคสอบออกซิเคชัน 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง รอยแตกร้าวดังกล่าวทำให้ออกซิเจนแพร่ผ่านเข้าชั้นเคลือบผิวจนถึงชิ้นงานที่เป็นโลหะพื้น ทำให้เกิดการออกซิเดชันของโลหะพื้นต่อไป ทำให้การทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ มีอัตราการ ออกซิเดชันที่สูงกว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ผู้วิจัยได้ทำการวิเคราะห์ SEM และ EDX ภากตัดขวางของชิ้นงาน T4 ก่อนและหลังการทดสอบออกซิเดชัน ดังแสดงในรูปที่ 4.8 (ก) (ข) และ (ก) แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานหลังการทดสอบออกซิเดชันเกิดออกไซด์ สำหรับชิ้นงานที่ผ่านการ ทดสอบภายใต้เงื่อนไขการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบมีชั้นออกไซด์ ก็กิจขึ้นมาก ดังแสดงรูปที่ 4.8 (ก) ทำให้ความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลเพิ่มขึ้น (ชั้นออกไซด์ ร่วมกับชั้นชุบรองพื้นนิเกิล) เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบภายใต้เงื่อนไขการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง นี้ เป็นอีกสิ่งหนึ่งที่สามารถใช้ยืนยันว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบเกิดการออกซิเดชันที่ รุนแรงกว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง จากการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบมีการแพร่ ของออกซิเจนเข้าชั้นเลลือบผิวได้ลึกกว่าการทดสอบออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ดังแสดงรูปที่ 4.8 (ด)

4.1.3 อิทธิพลของการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพื่อ ความสวยงามต่ออัตราการเกิดออกซิเดชัน

จากรูปที่ 4.1 และ 4.2 พบว่าชิ้นงานที่ชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพียงอย่างเดียว มือัตราการเกิดออกซิเดชันสูงกว่าชิ้นงานที่ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนชุบเคลือบผิวด้วย (T1) โครเมียม (กลุ่มของชิ้นงาน T2 T3 และ T4) และ ชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0) ตามลำดับ อย่างไร ก็ตามชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิวมีความต้านทานการเกิดออกซิเดชันดีที่สุด แต่ไม่มีความเงางามของ ผิวชิ้นงานซึ่งเป็นสิ่งจำเป็นสำหรับชิ้นส่วนท่อไอเสียของยานยนต์ที่เน้นความเงางามของพื้นผิว (Oliver, D.C., Sephton, M., 2003) พบผลเช่นนี้ ในทุกเงื่อนไขการทดลอง เพราะฉะนั้นการชุบ เคลือบผิวด้วยโครเมียมเพื่อความสวยงาม การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม ้ยังมีความจำเป็นสำหรับชิ้นงานที่ต้องการความเงางามที่ผิว (Tyler J.M., 1995)เนื่องจากในการ ทดสอบออกซิเคชัน ชิ้นงานที่มีการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลแล้วตามด้วยการชุบเคลือบผิวด้วย ์ โครเมียม เมื่อชิ้นงานผ่านการทคสอบออกซิเคชัน ที่อุณหภูมิ 200±5 และ 300±5 องศาเซลเซียส ้ชิ้นงานยังคงมีสภาพผิวที่เงางามกว่าชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0) และชิ้นงานที่ชุบเคลือบผิวด้วย ์ โกรเมียมเพียงอย่างเดียว ดังแสดงในรูปที่ 4.9 ซึ่งผู้วิจัยได้แสดงรูปของชิ้นงาน T0-180 คือ ชิ้นงานที่ มีการเปลี่ยนสีที่รุนแรงที่สุด และ T4-180 คือชิ้นงานที่มีการเปลี่ยนแปลงของสีชิ้นงานน้อยที่สุด ้ลักษณะผิวชิ้นงานก่อนการทคสอบออกซิเคชัน คังแสคงในรูปที่ 4.9 (ก) และ (ค) ภายหลังการ ทคสอบออกซิเคชันผิวของชิ้นงาน T0-180 และ T4-180 มีการเปลี่ยนแปลงสี คังแสดงในรูปที่ 4.9 (ข) และ (ง) นอกจากนี้การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลยังช่วยลดอัตราการเกิดออกซิเดชันสำหรับชิ้นงาน ในกลุ่มเดียวกัน ที่ผ่านการเตรียมผิวด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 180 600 และ 1200 สำหรับทุก

เงื่อนไขการทดสอบ เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0) และชิ้นงานที่ชุบเคลือบผิว ด้วยโครเมียมเพียงอย่างเดียว (T1) จากความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลทำให้ความหยาบผิวของ ชิ้นงานที่ผ่านการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพื่อความสวยงาม (decorative chromium plating) มีค่า ความหยาบผิวลดลง (Wongpinij, T. et al., 2012)



รูปที่ 4.9 ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานก่อนการทดสอบออกซิเดชัน หลังการทดสอบออกซิเดชัน ในบรรยากาศปกติ ของชิ้นงาน T0-180 และ ชิ้นงาน T4-180

จากรูปที่ 4.10 แสดงพื้นผิวชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0-180) ชิ้นงานที่ชุบโครเมียมเท่านั้น (T1-180) และชิ้นงานที่ชุบเคลือบผิวด้วย นิกเกิล–โครเมียม (decorative chromium plating) (T4-180) หลังการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (ซึ่งเป็นเงื่อนไขการทดสอบออกซิเดชันที่รุนแรงที่สุด) จากรูปแสดงให้เห็นว่าชิ้นงาน T0-180 มีปริมาณของผลิตภัณฑ์จากการเกิดออกซิเดชันมากกว่าชิ้นงาน T1-180 และ T4-180 ตามลำดับ



รูปที่ 4.10 การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวของชิ้นงานก่อนและหลังการทคสอบออกซิเคชัน ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)



รูปที่ 4.11 การวิเคราะห์ EDX ของผลิตภัณฑ์จากการออกซิเคชัน

จากรูปที่ 4.11 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์จากการออกซิเดชัน บนผิวชิ้นงาน T0 ด้วยการวิเคราะห์ EDX พบว่าผลิตภัณฑ์จากการออกซิเดชัน ประกอบด้วยธาตุ ออกซิเจน 60.07 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก เหล็ก 25.18 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก โครเมียม 4.40 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก และ ซิลิกอน 0.61 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก การเกิดออกซิเดชันดังกล่าวสามารถอธิบายได้ด้วยผลการ วิเคราะห์ EDX ขององค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวชิ้นงาน จะพบว่าชิ้นงานที่ไม่ผ่านการชุบเคลือบผิว (T0) และชิ้นงานที่มีชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพียงเท่านั้น (T1) มีองค์ประกอบของ ออกซิเจน ซิลิกอน โครเมียม และเหล็ก ส่วนในชิ้นงานที่ผ่านการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลและตามด้วยการชุบ เคลือบผิวด้วยโครเมียม (ชิ้นงาน T4) มีองค์ประกอบของ ออกซิเจน โครเมียม เหล็ก และนิกเกิล ดังแสดงในตารางที่ 4.3 (การวิเคราะห์ EDX บริเบณภาคตัดขวาง แสดงในภาคผนวก ก)

	a)		ธาตุ (เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก)					
เงื่อนไข	ชิ้นงาน	0	Si	Cr	Fe	Ni		
B-0	Т0	2.90	0.96	10.66	85.53	-		
	T1	2.77	0.70	11.10	85.43	-		
	T4	1.40	-	1.01	1.98	93.81		
C-2	Т0	3.10	1.01	11.16	84.72	-		
	T1	3.08	0.71	11.25	84.96	-		
	T4	1.48	-	0.73	1.98	95.81		
C-3	Т0	4.23	0.63	10.89	84.26	-		
	T1	3.46	0.94	10.77	84.81	-		
	T4	1.75	H-	0.69	3.58	93.98		
D-3	Т0	3.39	0.87	10.78	81.96	-		
	T1	3.29	0.72	12.82	83.16	_		
	T4	2.10	<u> </u>	2.55	1.02	94.32		

ตารางที่ 4.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวชิ้นงาน ก่อนและหลังการทดสอบออกซิเคชัน ในบรรยากาศปกติ

หมายเหตุ : B-0 คือ ก่อนการทคสอบออกซิเคชัน; C-2 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส; C-3 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส; D-3 คือ การทคสอบ ออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

ผลของธาตุซิลิกอน ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้ชิ้นงานที่ไม่ชุบเกลือบผิว (T0) มีอัตราการเกิด ออกซิเดชันต่ำที่สุด เนื่องจากเมื่อชิ้นงานเกิดการออกซิเดชัน ธาตุซิลิกอนทำปฏิกิริยากับออกซิเจน แล้วเกิดเป็นซิลิกอนออกไซด์ เนื่องจากซิลิกอนออกไซด์มีเสถียรภาพสูง เกิดขึ้นได้ง่าย เพราะ ซิลิกอนออกไซด์มีก่าของพลังงานอิสระ (standard gibbs free energy) ที่มีก่าเป็นลบมากที่สุดเมื่อ เปรียบเทียบกับธาตุ โครเมียม เหล็ก และนิกเกิล นอกจากนี้ซิลิกอนออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวชิ้นงานที่ ไม่ชุบเกลือบผิว (T0) ยังช่วยชะลอการแตกหักของออกไซก์และป้องกันการแพร่ของโครเมียมออก จากชิ้นงานโลหะพื้น (Khanna, A.S., 2002 ; Henry, S. et al., 2001) เป็นผลให้ชิ้นงานที่ไม่ชุบเกลือบ ผิว (T0) มีกวามด้านทานการเกิดออกซิเดชันได้ดีกว่าชิ้นงานกลุ่มอื่น ๆ สำหรับชิ้นงานชุบเกลือบผิว ด้วยโกรเมียม (T1) แสดงอัตราการเกิดออกซิเดชันสูงที่สุด เนื่องจากชั้นเกลือบด้านบนของชิ้นงาน เป็นชั้นเกลือบผิวโกรเมียม เมื่อเกิดการออกซิเดชันแล้วเกิดเป็นโครเมียมออกไซด์ (Wongpinij, T. et al., 2012) เป็นที่รู้กันดีว่าโกรเมียมมีโครงสร้างผลึกแบบ BCC (body centered cubic) และนิกเกิลมี โกรงสร้างผลึกแบบ FCC (face centered cubic) โครงสร้างผลึกแบบ FCC มีการจัดเรียงตัวของ อะตอมที่หนาแน่นกว่าโครงสร้างผลึกแบบ BCC ส่งผลให้โครงสร้างผลึกแบบ BCC มีค่า สัมประสิทธิ์การแพร่สูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบ FCC ทำให้มีการแพร่ของอะตอมเข้าไปใน โครงสร้างได้ง่ายกว่า (ธนิต คุ้มปากพิง, 2545) นอกจากนี้ ชั้นเคลือบโครเมียมที่ได้จากการชุบเคลือบ ผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้ามีลักษณะแตกร้าวหรือรูพรุน (Yokoi, H., 1992) ทำให้อะตอมออกซิเจนมีการ แพร่ผ่านชั้นเคลือบโครเมียมที่บริเวณรอยแตกร้าวหรือรูพรุนทำให้โครเมียมถูกออกซิไดซ์ (reducer) เป็นโครเมียมออกไซด์ได้โคยง่าย และเมื่ออะตอมออกซิเจนแพร่ผ่านชั้นเคลือบโครเมียมจนถึง ชิ้นงานโลหะพื้น ทำให้เกิดซิลิกอนออกไซด์เช่นเดียวกับชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบ (T0) ทำให้ชิ้นงาน ในกลุ่ม T1 มีอัตราการเกิดออกซิเดชันสูงกว่าชิ้นงานในกลุ่มอื่น ๆ

4.1.4 อิทธิพลของความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลก่อนการชุบเคลือบผิวด้วย โครเมียมเพื่อความสวยงามต่ออัตราการเกิดออกซิเดชัน

จากรูปที่ 4.1 และ 4.2 ชิ้นงาน T2 ซึ่งมีการชุบด้วยนิกเกิลบางที่สุดมีอัตราการเกิด ออกซิเดชันสูงกว่าชิ้นงาน T3 และ T4 ตามลำดับ โดยชิ้นงาน T2 หลังการทดสอบออกซิเดชันมีการ เปลี่ยนแปลงสีของชิ้นงานจากสีเงินและความเงาเป็นสีน้ำตาลเหลืองดังแสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 พื้นผิวของชิ้นงาน T2 T3 และ T4 หลังการทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง (90 รอบ)

ส่วนชิ้นงานของ T3 และ T4 ยังคงมีสีเงินและความเงาเหมือนก่อนการทคสอบออกซิเคชัน (Wongpinij, T. et al., 2012) และจากการวิเคราะห์ด้วย EDX พื้นผิวชิ้นงาน T2-180 และ T4-180 หลังการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ พบว่า พื้นผิวชิ้นงาน T2-180 มีปริมาณผลิตภัณฑ์จากการ ออกซิเดชัน มากกว่าพื้นผิวชิ้นงาน T4-180 ดังแสดงในรูปที่ 4.13 ดังนั้นชิ้นงานที่ผ่านการชุบเคลือบ ผิวด้วยโครเมียมเพื่อความสวยงาม ที่มีการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลบางที่สุด (T2)



รูปที่ 4.13 การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวของชิ้นงาน T2-180 และ T4-180



รูปที่ 4.14 บริเวณการวิเคราะห์องก์ประกอบของธาตุ ภาคตัดขวางของชิ้นงาน
และชิ้นงานที่มีการชุบรองพื้นหนาที่สุด (T4) จึงถูกนำมาตัภาคตัดขวางของชิ้นงานเพื่อทำการ วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วย EDX ในบริเวณที่กำหนดไว้ ดังแสดงในรูปที่ 4.14 จากการวิเคราะห์ องค์ประกอบธาตุด้วย EDX ภาคตัดขวางของชิ้นงานในตารางที่ 4.4 แสดงให้เห็นได้ว่าบริเวณ 2 คือ บริเวณชั้นชุบรองพื้นของนิกเกิล จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ พบว่าในชิ้นงาน T4 มีธาตุ เหล็กและ โครเมียมต่ำกว่าชิ้นงาน T2 หลังการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศา เซลเซียส ซึ่งหมายความว่าชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลสามารถยับยั้งการแพร่ของธาตุเหล็กและ โครเมียม โดยความสามารถในการยับยั้งการแพร่ของธาตุเหล็กและ โครเมียมขึ้นอยู่กับความหนาของชั้นชุบ รองพื้นนิกเกิล (Wongpinij, T. et al., 2012)

ตารางที่ 4.4 การวิเคราะห้องค์ประกอบทางเคมีภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2 และ T4 หลังการทคสอบ ออกซิเคชันแบบวงรอบ ในบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

ชิ้นงาน	ธาตุ	<u>บริเวณการวิเการะห์ EDX (เปอร์เซนต์ โดยน้ำหนัก)</u>				
		บริเวณ 1	บริเวณ 2	บริเวณ 3		
B-0 : T2	0	7.56	-	-		
	Si	2.77	-	-		
	Cr	2.15	1.98	9.42		
	Fe	5.06	14.30	73.37		
	Ni	71.04	83.72	17.21		
B-0 : T4	0	-	-	-		
	Si		52	-		
	Cr	2.81	0.80	9.57		
	Fe	13.32	4.74	79.85		
	Ni	70.89	94.46	10.58		
C-3 : T2	0	6.29	-	-		
	Si	2.70	-	1.39		
	Cr	2.60	2.45	8.91		
	Fe	15.85	15.05	69.70		
	Ni	72.56	82.50	20.00		
C-3 : T4	0	2.24	1.05	-		
	Si	-	-	-		
	Cr	2.76	-	8.86		
	Fe	1.34	1.79	76.74		
	Ni	93.65	97.16	14.41		

้หมายเหตุ : B-0 คือ ก่อนการทคสอบออกซิเคชัน; C-3 คือ การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

4.1.5 ผลของบรรยากาศต่ออัตราการเกิดออกซิเดชัน

การเกิดออกซิเดชันในบรรยากาศแก๊สคาร์บอนใดออกไซด์หลังจากการทดสอบ ออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง สิ่งแรกที่ผู้วิจัยได้ สังเกตเห็น พบว่า ลักษณะสีของชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงไปจากสีเดิมน้อยมาก ๆ เมื่อเปรียบเทียบ กับการทดสอบออกซิเดชันในบรรยากาศปกติ ดังแสดงรูปที่ 4.15 จากรูปที่ 4.15 แสดงลักษณะ พื้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ (cyclic oxidation test) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นเงื่อนไขในการทดสอบออกซิเดชันที่รุนแรงที่สุด สีของชิ้นงานที่ไม่ชุบเกลือบ ผิว (T0-180) มีการเปลี่ยนแปลงจากสีเงินเป็นสีดำร่วมกับสีน้ำตาล



รูปที่ 4.15 ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานหลังการทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (ก) และ (ข) ในบรรยากาศปกติ และ (ค) และ (ง) ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์



รูปที่ 4.16 การวิเคราะห์ SEM พื้นผิวของชิ้นงาน T0 หลังการทคสอบออกซิเคชัน (ก) ในบรรยากาศการ์บอนไคออกไซค์ และ (ง) ในบรรยากาศปกติ

เมื่อเราทำการวิเคราะห์ผิวชิ้นงานด้วย SEM พบรอยสีดำขนาดใหญ่ ดังแสดงในรูปที่ 4.16 (ก) และ เมื่อวิเคราะห์ธาตุด้วย EDX พบว่าบริเวณพื้นผิวสีดำมีปริมาณการ์บอนสูงมาก ส่วนชิ้นงานที่ชุบ เกลือบผิวด้วยโครเมียมเพียงอย่างเดียว (กลุ่มชิ้นงาน T1) และชิ้นงานที่ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลแล้วชุบ เกลือบผิวด้วยโครเมียม (กลุ่มชิ้นงาน T2 T3 และT4) ยังคงมีลักษณะของผิวที่เงางามดังเดิมภายหลัง การทดสอบออกซิเดชัน เนื่องจากฟิล์มของโครเมียมมีผิวที่เรียบ จึงส่งผลให้การ์บอนมีการเกาะติด พื้นผิวชิ้นงานได้น้อยลง (ผศ.ศิริลักษณ์ นิวิฐจรรยงก์, 2549)

จากผลของอัตราการเกิดออกซิเดชันในบรรยากาศการ์บอนใดออกไซด์มีแนวโน้ม กล้ายกลึงกับผลของอัตราการเกิดออกซิเดชันในบรรยากาศปกติ กล่าวคือ กลุ่มชิ้นงานที่ชุบเกลือบ ผิวด้วยโครเมียมเพียงอย่างเดียว (กลุ่มชิ้นงาน T1) มีอัตราการเกิดออกซิเดชันสูงกว่า กลุ่มชิ้นงานที่ ชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลแล้วตามด้วยการชุบเกลือบผิวด้วยโครเมียม (กลุ่มชิ้นงาน T2 T3 และ T4) ผล ของความหยาบผิว และ อุณหภูมิการทดสอบออกซิเดชันต่ออัตราการเกิดออกซิเดชันมีแนวโน้ม เช่นเดียวกัน คือ ชิ้นงานที่มีค่าความหยาบผิวต่ำที่สุด และชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส แสดงอัตราการเกิดออกซิเดชันต่ำกว่าชิ้นงานที่มีค่าความหยาบผิวสูง และทดสอบออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน หลังการทคสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซค์เป็นเวลา 180 ชั่วโมง



รูปที่ 4.18 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ในการทดสอบออกซิเดชัน แบบวงรอบ และแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์

สำหรับผลของเงื่อนไขของการทคสอบออกซิเคชันพบว่าการทคสอบออกซิเคชันแบบต่อเนื่องมี อัตราการเกิดออกซิเคชันต่ำกว่าการทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบ โดยได้นำชิ้นงานที่ชิ้นงาน โลหะพื้นเตรียมพื้นผิวด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 180 มาทำการแสดงในรูปที่ 4.18 เนื่องจากมี การเกิดออกซิเคชันที่รุนแรงที่สุด (Wongpinij, T. et al., 2012)

แต่ในการทดสอบออกซิเดชันในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์ มีอัตราการเกิด ออกซิเดชันต่ำกว่าการทดสอบออกซิเดชันในบรรยากาศปกติ ดังแสดงในรูปที่ 4.19 การเกิด ออกซิเดชันในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์ เกิดขึ้นได้ช้ามาก เนื่องจากโมเลกุลของ CO₂ มีขนาด ใหญ่กว่าโมเลกุลของ O₂ และ การเกิดออกซิเดชันในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์มีการ เกิดปฏิกิริยาที่พื้นผิวของชิ้นงาน 2 ขั้นตอน (Nan, X., Daniel, M., David, Y., Jader, F., 2008) คือ

$$CO_2 = CO + 1/2O_2$$
 (4.1)

$$2CO = CO_2 + C \tag{4.2}$$



รูปที่ 4.19 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงานหลังการทคสอบออกซิเคชัน แบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติ และคาร์บอนไดออกไซด์

สภาวะ								
การทคสอบ	ชิ้นงาน	С	0	Si	Cr	Fe	Ni	
	Т0	-	2.90	0.96	10.66	85.53	-	
B-0	T1	-	2.77	0.70	11.10	85.43	-	
DU	T2	-	1.45	-	1.89	6.14	90.52	
	Т3	-	1.86	-	1.44	1.07	95.63	
	T4	-	1.40	-	1.01	1.98	93.81	
	Т0	5.99		0.80	10.21	83.00	-	
C-2-CO2	T1	4.39	4.16	0.65	10.32	80.48	-	
0.2.002	T2	5.79	1.42	-	1.40	6.43	84.96	
	Т3	5.60	1.34	-	0.69	3.93	88.45	
	T4	6.22	1.55	-	1.05	1.09	90.08	
	Т0	4.24	3.77	0.90	12.96	78.13	-	
C-3-CO2	T1	5.45	2.90	0.74	10.44	80.47	-	
0.5.002	T2	6.01	1.97	-	2.08	4.54	85.39	
	Т3	5.29	1.71	-	1.35	0.92	90.73	
	T4	4.26	1.30	A -	-	0.92	93.53	
	Т0	7.16	4.27	0.68	9.86	78.03	-	
D-3-CO2	T1	4.15	3.34	0.64	10.63	81.24	-	
0.5.002	T2	4.49	1.58	- 1-	1.28	4.37	88.28	
	Т3	5.11	1.71	Se	1.80	1.07	90.31	
	T4 5	5.08	1.56	250	1.31	1.11	90.94	

ตารางที่ 4.5 วิเคราะห้องค์ประกอบทางเคมีที่ผิวของชิ้นงาน ก่อนและหลังการทคสอบออกซิเคชัน ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

หมายเหตุ : B-0 คือ ก่อนการทดสอบออกซิเดชัน; C-2-CO2 คือ การทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส; C-3-CO2 คือ การทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส; D-3-CO2 คือ การทดสอบ ออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ที่อนหภมิ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์

จากการวิเคราะห์ EDX ขององค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวของชิ้นงาน แสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0) และชิ้นงานที่ชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม (T1) มีองค์ประกอบที่ เหมือนกันคือ คาร์บอน ออกซิเจน ซิลิกอน โครเมียม และเหล็ก ส่วนในกลุ่มของชิ้นงานที่ชุบรอง พื้นด้วยนิกเกิลแล้วตามด้วยการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม (ชิ้นงาน T2 T3 และ T4) มีองค์ประกอบ ของธาตุ คาร์บอน ออกซิเจน โครเมียม เหล็ก และนิกเกิล ซึ่งไม่พบธาตุซิลิกอน เมื่อพิจารณาความ เข้มข้นของธาตุ ออกซิเจน พบว่าชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว (T0) และ ชิ้นงานที่ชุบเคลือบผิวด้วย โครเมียม (T1) มีปริมาณออกซิเจนสูงกว่ากลุ่มชิ้นงานที่ผ่านการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลแล้วตามด้วย การชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียม (ชิ้นงานT2 T3 และ T4) นั้นหมายความว่าบนพื้นผิวของชิ้นงานที่ไม่ ชุบเกลือบผิว (T0) และชิ้นงานที่ชุบเกลือบผิวด้วยโครเมียม (T1) เกิดออกไซด์มากกว่าชิ้นงานที่ผ่าน การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลแล้วตามด้วยการชุบเกลือบผิวด้วยโครเมียม

4.2 ผลและวิเคราะห์ผลของการทดสอบการติดแน่น

ทคสอบการติดแน่น (adhesion test) ด้วยวิธี Heat-Quenched Test โดยการให้ความร้อนแก่ ชิ้นงานด้วยเตาเผา ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการใช้งานของท่อไอเสีย รถจักรยานยนต์ (Lai, C.-S. et al., 2002) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการเย็นตัวในน้ำที่ อุณหภูมิห้องทันที ผลการทคสอบการติดแน่น พิจารณาจากชั้นเคลือบผิวมีการติดแน่นที่ดีหรือไม่ นั้นพิจารณาจากรอยบกพร่อง (defect) ได้แก่ รอยพุพอง (blistering) หรือการหลุคลอก (peeling) ของชั้นเคลือบผิว โดยชั้นเคลือบที่มีการติดแน่นที่ดีต้องไม่มีรอยบกพร่อง (defect) ได้แก่ รอยพุพอง (blistering) หรือการหลุคลอก (peeling) ของชั้นเคลือบผิว (ASTM B571-97, 2000)

โครงสร้างจุลภาคพื้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านชุบเคลือบผิวโครเมียมเพื่อความสวยงาม (decorative chromium plating) ที่มีการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลด้วยความหนาต่างกัน (กลุ่มชิ้นงาน T2 T3 และ T4) ก่อนการทดสอบการติดแน่นด้วยวิธี Heat-Quenched Test เนื่องจากการชุบเคลือบผิว ้ดังกล่าวต้องการศึกษาผลของความหยาบผิวของชิ้นงาน โลหะพื้น (substrate) และความหนาของชั้น ้ชุบรองพื้นนิกเกิล ที่ส่งผลต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเกลือบและชิ้นงานโลหะพื้น ดังนั้นก่อนการ ทดสอบการติดแน่น จึงมีการตรวจสอบปริมาณ สัดส่วนพื้นที่ (area fraction) และขนาดของรอย บกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงานโดยโปรแกรม Image J (ดังแสดง ในภาคผนวก ข) หลังจากการทคสอบ การติดแน่นด้วยวิธี Heat-Quenched Test ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส พบว่าพื้น ้ผิวชิ้นงานมีปริมาณรอยบกพร่องของชั้นเคลือบใกล้เคียงกับชิ้นงานก่อนการทดสอบการติดแน่น ดัง แสดงในรูปที่ 4.20 จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานที่ผ่านการชบเกลือบผิว ในกรณีกลุ่ม ี้ชิ้นงาน T2 T3 และ T4 สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส ดังนั้นผู้วิจัยจึงทำ การทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิสูงขึ้น โดยทำการทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 400 และ 500 ้องศาเซลเซียส โคยพื้นที่ที่ทำการตรวจสอบการติดแน่นคิดเป็น 1.05 เปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ทั้งหมด ทำ การพิจารณาบริเวณที่มีความเสียหายของชั้นเกลือบมากที่สุด สัดส่วนพื้นที่ของรอยบกพร่องบนพื้น ้ผิวชิ้นงาน หลังการทคสอบการติดแน่น สัคส่วนพื้นที่ของรอยบกพร่องหาจากรอยบกพร่องที่มี ขนาค สูงกว่าหรือเท่ากับ 10.3 ตารางไมโครเมตร



รูปที่ 4.20 การวิเคราะห์รอยบกพร่องของพื้นผิวชิ้นงานด้วยโปรแกรม Image J ก่อนและหลัง การทคสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส

หลังการทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงานกลุ่ม T2 T3 และ T4 ที่มีการเตรียมผิวชิ้นงานโลหะพื้นด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 180 มีปริมาณ และ สัดส่วนพื้นที่ ของรอยบกพร่องน้อยกว่าชิ้นงานที่มีการเตรียมผิวชิ้นงานโลหะพื้นด้วยการขัด กระดาษทรายเบอร์ 600 และ 1200 ตามลำดับ โดย ปริมาณ และก่าสัดส่วนพื้นที่ (area fraction) ของ รอยบกพร่องบนผิวชิ้นงานมีก่าใกล้เกียงกับชิ้นงานก่อนการทดสอบการติดแน่น สำหรับการทดสอบ การติดแน่นที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.21 และ 4.22



รูปที่ 4.21 ปริมาณรอยบกพร่องของพื้นผิวชิ้นงาน ก่อนและหลังการทคสอบการติดแน่น



รูปที่ 4.22 สัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงาน ก่อนและหลังการทดสอบการติดแน่น

4.2.1 ผลของความหยาบผิวของชิ้นงานโลหะพื้นต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและ ชิ้นงาน โลหะพื้น

สำหรับการทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ชั้นเคลือบเกิดความ เสียหายอย่างชัดเจน เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้น ดังนั้นจึงได้นำกลุ่มชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบการติด แน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส มาใช้ในการอธิบายผลของความหยาบผิวของชิ้นงานโลหะพื้น ต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเกลือบและชิ้นงานโลหะพื้น ความเสียหายของชั้นเกลือบเกิดขึ้นเนื่องจาก ชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน



รูปที่ 4.23 การวิเคราะห์รอยบกพร่องของผิวชิ้นงานด้วยโปรแกรม Image J หลัง การทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิลดลงอย่างรวดเร็วทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัว แต่เนื่องจากชั้นเคลือบและ ชิ้นงานโลหะพื้น มีก่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากกวามร้อนที่ต่างกัน จึงทำให้การหดตัวของ ชิ้นงานโลหะพื้นและชั้นเคลือบไม่สัมพันธ์กันทำให้เกิดกวามเก้น (thermal stress) ระหว่างรอยต่อ ของชิ้นงานโลหะพื้นและชั้นเกลือบ (ปนัดดา นิรนาทล้ำพงส์, 2545) ส่งผลให้เกิดการหลุดลอกของ ชั้นเกลือบ จากภาพโกรงสร้างจุลภากของผิวชิ้นงาน T2 ดังแสดงในรูปที่ 4.23 (ก) (ข) และ (ก) และ ผลการวิเกราะห์รอยบกพร่อง (พื้นที่สีดำ) ด้วยโปรแกรม Image J ดังแสดงในรูปที่ 4.23

จากผลของสัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องบนพื้นผิวของกลุ่มชิ้นงาน T2 และ T3 พบว่า ชิ้นงานที่มีการเตรียมผิวของชิ้นงานโลหะพื้นด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 180 มี สัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องน้อยกว่าชิ้นงานที่มีการเตรียมผิวชิ้นงาน โลหะพื้นด้วย การขัคกระคาษทรายเบอร์ 1200 และ 600 ตามลำคับ คังแสดงในรูปที่ 4.22 ซึ่งแตกต่างจากผลของ การทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ผู้วิจัยจึงพิจารณาภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2 และ T4 ดังแสดงในรูปที่ 4.24 ชิ้นงาน T2 (ซึ่งมีการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลบางที่สุด) พบว่าชิ้นงานที่ ้มีการเตรียมผิวชิ้นงานโลหะพื้นด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180 พบรอยแตกระหว่างชั้นเคลือบและ ชิ้นงานโลหะพื้น ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (ก) ส่วนชิ้นงาน T2-600 ชั้นเกลือบผิวบางบริเวณเกิดการ สูญเสียแรงยึดเหนี่ยวทางกล (mechanical interlocking) และบางบริเวณยังมีการติดแน่นที่ดี ดัง แสดงในรูปที่ 4.24 (ก) ทำให้พื้นผิวของชั้นเกลือบเกิดรอยบกพร่องขนาดใหญ่ คังแสดงในรูปที่ 4.23 (จ) แต่สำหรับชิ้นงาน T2-1200 พบว่าชั้นเคลือบได้สูญเสียการยึดเกาะอย่างสิ้นเชิง ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (จ) ทำให้ชิ้นงาน T2-600 มีสัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงาน มากกว่าชิ้นงาน T2-1200 เช่นเดียวกันกลุ่มชิ้นงาน T3 โดยชิ้นงาน T3-600 มีสัดส่วนพื้นที่ผิวของ รอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงานมากกว่าชิ้นงาน T3-1200 ดังแสดงในรูปที่ 4.22 แต่ในความเป็นจริง แล้วชิ้นงาน T3-1200 เกิคความเสียหายที่รุนแรงกว่าชิ้นงาน T3-600 สาเหตุเพราะบริเวณรอยต่อ ระหว่างชั้นเกลือบกับชิ้นงานโลหะพื้นเป็นบริเวณที่มีกวามเก้นสูงที่สุด (ปนัดดา นิรนาทล้ำพงส์, ้2545) และความหยาบผิวของชิ้นงานโลหะพื้นที่ลคลง ส่งผลให้กลไกของการยึดเกาะ ทั้งแรงยึด เหนี่ยวทางกล (mechanical interlocking) และพันธะเคมีลดลง โดยกล ใกของการยึดเกาะเกิดขึ้น เนื่องจากไอออนของนิกเนิลแทรกตัวเข้าไปตามพื้นที่ ที่เป็นช่องว่างบนพื้นผิวของชิ้นงานโลหะพื้น และมีการแพร่ผ่านของนิกเกิลแทรกลงในชิ้นงานโลหะพื้น (diffusion theory) การที่ชิ้นงานโลหะ พื้นมีค่าความหยาบผิวสูงเป็นการเพิ่มพื้นที่สัมผัสระหว่างชั้นเคลือบนิกเนิลและชิ้นงานโลหะพื้น (Ramazan, K., Mehmet, S., Bekir, Y., 2008)



รูปที่ 4.24 โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวางของกลุ่มชิ้นงาน T2 และ T4 หลังการ ทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

สำหรับกลุ่มชิ้นงาน T4 เท่านั้น ที่ชิ้นงานมีการเตรียมผิวชิ้นงานโลหะพื้นด้วยการขัด กระดาษทรายเบอร์ 180 มีสัดส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องน้อยกว่าชิ้นงานที่เตรียมพื้น ผิวชิ้นงานโลหะพื้นด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 600 และ 1200 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.22 เพื่อยืนยันว่าการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานโลหะพื้นที่มีก่าความหยาบผิวสูงยิ่งส่งผลดีต่อการติดแน่น ระหว่างชั้นเกลือบกับชิ้นงานโลหะพื้น ซึ่งจะเห็นว่ากลุ่มชิ้นงาน T2-180 T3-180 และ T4-180 คือ กลุ่มชิ้นงานที่ชิ้นงานโลหะพื้นเตรียมพื้นผิวด้วยการกัดกระดาษทรายเบอร์ 180 มีปริมาณของรอย บกพร่อง และสัดส่วนของพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่อง มีก่าใกล้เกียงกับชิ้นงานก่อนการ ทดสอบการติดแน่นมากกว่าชิ้นงานกลุ่มอื่น ดังแสดงในรูปที่ 4.21 และรูปที่ 4.22



รูปที่ 4.25 การวิเคราะห์รอยบกพร่องของผิวชิ้นงาน T4 ด้วยโปรแกรม Image J หลังการทคสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

สำหรับชิ้นงาน T4-1200 มีสัดส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องสูงที่สุด เนื่องจาก มีขนาดของรอยบกพร่อง (พื้นที่สีดำ) ขนาดใหญ่ ดังแสดงในรูปที่ 4.25 (ก) และพิจารณา ภากตัดขวางของชิ้นงาน T4-1200 บริเวณชั้นบนสุดของชั้นเกลือบ (ชั้นโกรเมียม) มีการหลุดลอก อย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (ถ) จากข้อมูลดังกล่าว ทำให้ทราบว่ากวามหนาของชั้นนิกเกิลมี ผลต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเกลือบและชิ้นงานโลหะพื้น กล่าวคือ ชั้นนิกเกิลที่ชุบเกลือบบน ชิ้นงานโลหะพื้นที่มีความหยาบผิวสูง (ชิ้นงานโลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยการขัดกระดาษ ทรายเบอร์ 180) ส่งผลให้มีการติดแน่นที่ดีระหว่างชั้นเกลือบและชิ้นงานโลหะพื้น ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (ข) สำหรับการชุบเกลือบผิวบนชิ้นงานโลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวที่เรียบขึ้น (ชิ้นงานโลหะ พื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 600) ชิ้นงาน T4-600 พบว่า มีการติดแน่น ระหว่างชั้นเกลือบกับชิ้นงานโลหะพื้นที่ดีเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (ข) การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลที่หนาบนชิ้นงานโลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวที่เรียบขึ้น (ชิ้นงานโลหะ สั้นที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 600) ชิ้นงาน T4-600 พบว่า มีการติดแน่น ระหว่างชั้นเคลือบกับชิ้นงานโลหะพื้นที่ดีเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (ก) แต่สำหรับชิ้นงาน T4-1200 การชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลที่หนาบนชิ้นงานโลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวที่เรียบ (ชิ้นงาน โลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 1200) ส่งผลให้พื้นผิวหลังการชุบรอง พื้นด้วยนิกเกิลมีความหยาบผิวลดลง ส่งผลให้ความสามารถในการยึดเกาะระหว่างชั้นนิกเกิลและ ชั้นโครเมียมลดลง

4.2.2 ผลของความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลก่อนการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมต่อ การติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้น

ผลของความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบกับ ชิ้นงานโลหะพื้น (substrate) พิสูจน์โดยการทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดย เลือกชิ้นงาน T2-1200 T3-1200 และ T4-1200 เนื่องจากเป็นกลุ่มชิ้นงานที่ผ่านการเตรียมพื้นผิว โลหะพื้นด้วยการขัดกระดาษทรายเบอร์ 1200 และเกิดความเสียหายระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงาน โลหะพื้นมากที่สุด จากการทดสอบการติดแน่นพบว่าชิ้นงาน T2-1200 มีสัดส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่อง (พื้นที่สีดำ) บนพื้นผิวของชิ้นงานมากกว่า ชิ้นงาน T3-1200 และ T4-1200 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.26



รูปที่ 4.26 การวิเคราะห์รอยบกพร่องของผิวชิ้นงาน T2-1200 T3-1200 และ T4-1200 ด้วยโปรแกรม Image J หลังการทดสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

ชิ้นงาน T2-1200 (ซึ่งมีชั้นชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลบางที่สุด) พบรอยแตกระหว่างชั้นเคลือบ และชิ้นงานโลหะพื้น เนื่องจากชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลที่บางทำให้ออกซิเจนแพร่เข้าชั้นเคลือบเมื่อ ออกซิเจนสัมผัสกับชิ้นงานโลหะพื้นทำปฏิกิริยากับซิลิกอนเกิดเป็น ซิลิกอนออกไซด์ (ผลการ วิเคราะห์ธาตุ ได้แสดงในภาคผนวก ข) ชั้นของซิลิกอนออกไซด์ ส่งผลให้ความสามารถในการยึด เกาะลดลง (Ramazan, K., Mehmet, S., Bekir, Y., 2008) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่าง ฉับพลัน จึงทำให้เกิดความเค้นบริเวณรอยต่อระหว่าง ออกไซด์และชิ้นงานโลหะพื้น (Abdallah, A.A., Lu, K., Ovchinnikov, C.D., Bulle-Lieuwna C.W.T., de With, G., 2009 ; ปนัดดา นิรนาทล้ำ พงส์, 2545) จึงทำให้เกิดการแยกออกของชั้นเกลือบอย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 การวิเคราะห์ SEM ภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2-1200 หลังการ ทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

ในกรณี T3-1200 และ T4-1200 พบว่าชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนด้านบนสุดของชั้นเคลือบ ดังแสดงในรูปที่ 4.28 นอกจากนี้ชิ้นงาน T3-1200 ยังพบรอยแตกระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงาน โลหะพื้น เนื่องจากในระหว่างที่ชิ้นงานได้รับความร้อนทำให้ชั้นโครเมียมด้านบนสุดเกิดเป็น โครเมียมออกไซด์ ออกไซด์ดังกล่าวช่วยป้องกันการแพร่ของออกซิเจน (ปนัดดา นิรนาทล้ำพงส์, 2545) หลังจากนั้นทำการเย็นตัวอย่างรวดเร็ว ทำให้ชั้นโครเมียมเกิดการหลุดร่อน นอกจากนี้ยังมีผล เนื่องมาจากความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ความหยาบผิวของชิ้นงานลดลง ทำให้การยึดเหนี่ยวด้วยแรงทางกล และพันธะเคมี ระหว่างชั้นโครเมียมและชั้นชุบรองพื้นนิกเกิล ลดลงเช่นกัน



รูปที่ 4.28 โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวางของชิ้นงาน T2-1200 T3-1200 และ T4-1200 หลังการทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

บทที่ 5

สรุปการทดลอง

5.1 จากการศึกษาอิทธิพลของ ความหยาบผิวชิ้นงานโลหะพื้น การชุบรองพื้นด้วย นิกเกิล ความหนาชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลของชิ้นงานที่ผ่านการชุบโครเมียมเพื่อความสวยงาม และ เงื่อนไขในการทดสอบต่อพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชัน ซึ่งสามารถสรุปใจความสำคัญได้ดังนี้

5.1.1 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันเพิ่มขึ้นเมื่อความหยาบผิวลดลง
5.1.2 ชิ้นงานที่มีการชุบรองพื้นด้วยนิกเกิลก่อนการชุบโครเมียม มีอัตราการเกิด
ออกซิเดชันสูงกว่าชิ้นงานที่ผ่านการชุบเคลือบผิวด้วยโครเมียมเพียงอย่างเดียว และมีความ
เงางามของผิวชิ้นงานมากกว่าชิ้นงานที่ไม่ชุบเคลือบผิว

5.1.3 ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันเพิ่มขึ้นเมื่อกวามหนาของชั้นชุบรองพื้น นิกเกิลเพิ่มขึ้น ของชิ้นงานที่ผ่านการชุบโกรเมียมเพื่อกวามสวยงาม

5.1.4 เงื่อนไขการทคสอบออกซิเคชันต่อพฤติกรรมการเกิดออกซิเคชัน พบว่า การทคสอบออกซิเคชันแบบวงรอบมีการเกิดออกซิเคชันที่รุนแรงกว่าการทคสอบ ออกซิเคชันแบบต่อเนื่อง

5.1.5 การทดสอบออกซิเดชั่นในบรรยากาศปกติมีความรุนแรงของการเกิด ออกซิเดชั่นมากกว่าการทดสอบออกซิเดชั่นในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์

5.2 จากการศึกษาอิทธิพลของ ความหยาบผิวชิ้นงานโลหะพื้น และความหนาชั้นชุบ รองพื้นนิกเกิลต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้น ซึ่งสามารถสรุปใจความสำคัญ ได้ดังนี้

5.2.1 ความหยาบผิวต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้น พบว่าชิ้นงานโลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวที่หยาบก่อนการชุบเคลือบผิวมีการติดแน่น

ระหว่างชั้นเคลือบและชิ้นงานโลหะพื้นที่ดีกว่าชิ้นงานโลหะพื้นที่มีการเตรียมพื้นผิวเรียบ 5.2.2 ความหนาของชั้นชุบรองพื้นนิกเกิลต่อการติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและ ชิ้นงานโลหะพื้น พบว่าชั้นนิกเกิลที่หนาขึ้นส่งผลให้การติดแน่นระหว่างชั้นเคลือบและ ชิ้นงานโลหะพื้นดีขึ้น แต่ส่งผลให้ชั้นบนสุดของชั้นเคลือบ (ชั้นโครเมียม) เกิดการหลุดลอก



เอกสารอ้างอิง

- ธนิต คุ้มปากพิง. (2545).การศึกษาพฤติกรรมของการออกซิเคชั่น และการเกิคสพอลเลชั่นของผิว เคลือบ CoNiCrAIY ที่ผลิต โดยการพ่นเกลือบด้วยเปลวพลาสมา และการพ่นเกลือบด้วย เปลวเพลิงความเร็วสูงที่อุณหภูมิสูง. **วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชา** เทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานและวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย พระจอมเกล้าธนบุรี.
- ปนัดดา นิรนาทล้ำพงศ์. (2545). การเกิดออกซิเดชั่นและกลไกการเสียหายแบบ Spallation ของผิว เคลือบฉนวนความร้อนที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส. วารสารวิจัยและพัณนา มจธ. (25): 55-65.
- ผศ. ศิริลักษณ์ นิวิฐจรรยงค์ (2549). Passivity of staintess steels. [On-line]. Available: <u>http://202.28.17.1/article/atc</u>42/atc00264.html
- อนันต์ ทองมอญ. (2548).ชุโลหะด้วยไฟฟ้า. กรุงเทพ: สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมเครื่องจักรกล. 279 หน้า.
- Abdallah, A.A., Lu, K., Ovchinnikov, C.D., Bulle-Lieuwna C.W.T., de With, G. (2009). The adhesion of SiNx thin layers on silica–acrylate coated polymer substrates. Surface and Coatings Technology. (191): 324-329.
- ASTM B571-97. (2000). Standard Practice for Qualitative Adhesion Testing of Metallic Coatings¹. Annual book of ASTM standard.
- Birks, N., Meier, G.H., Pettit, F.S. (2006). Introduction to High Temperature Oxidation of Metals: 338.
- Lai, C.-S., Lin, T.-M., Lee, S.-S., Chen, T.-H., Chang, K.-P.C., Tsai, C.-C., Lin, S.-D. (2002). Case studies in contact burns caused by exhaust pipes of motorcycles. Burns. (28): 370-373.
- Deqing, W., Ziyuan, S., Tangshan, K. (2005). Composite plating of hard chromium on aluminum substrate. **Surface and Coatings Technology**. (191): 324-329.
- Henry, S., Galerie, A., Antoni, L. (2001). Abnormal oxidation of stabilized ferritic stainless stees in water vapour. Materials Science Forun. (369-372): 353-360.

- Khanna, A.S. (2002). Introduction to High Temperature Oxidation and corrosion. Publisher: ASM International: 325.
- Kim, S.H. (2005). Experimental Study of the Residual Stress-Induced Self-Assembly of memsstructures during deposition (Dissertation). Texas A&M University. 117.
- Lee, D.B., Ko, J.H., Kwon, S.C. (2005). Oxidation of Ni–W coatings at 700 and 800°C in air. Surface and Coatings Technology. (193): 292-296.
- Nan, X., Daniel, M., David, Y., Jader, F. (2008). High temperature corrosion of cast heat resisting steels in CO + CO₂ gas mixtures. **Corrosion Science**. (50): 2398-2406.
- N'Dah, E., Tsipas, S., Hierro, M.P., Perez, F.J. (2007). Study of the cyclic oxidation resistance of Al coated ferritic steels with 9 and 12%Cr. Corrosion Science. (46): 2850-2865.
- Norinsan, K.O., Jianqiang, Z., Seo, M., David, J.Y. (2010). Temperature and water vapour effects on the cyclic oxidation behavior of Fe-Cr alloys. **Corrosion Science**. (52): 2827-2836.
- Oliver, D.C., Sephton, M. (2003). External corrosion resistance of steel and ferrit stainless steel Exhaust systems. **The Journal of The South African Institute of mining and Metallurgy**: 93-100.
- Principles of Corrosion and Oxidation chapter 1. (2011) [On-line].

http://refinerypedia.blogspot.com/2011/10/principles-of-corrosion-and-oxidation.html

- Ramazan, K., Mehmet, S., Bekir, Y. (2008).Influence of adhesive thickness and filler content on the mechanical performance of aluminum single-lap joints bonded with aluminum powder filled epoxy adhesive. Journal of Materials Processing Technology. (205): 183-189.
- Sadique, S.E., Mollah, A.H., Islam, M.S., Ali, M.M., Megat, M.H.H., Basri, S. (2000). Hightemperature oxidation behavior iron-chromium-aluminum alloys. Oxidatoin of Metals. (54): 385-400.
- Siamstainless. ความหยาบผิวของสเตนเลสแผ่น. (2011) <u>http://siamstainless.com/?p=1110</u>
- Snyder, D.L. Atotech USA Inc of Rock Hill. (2000). Decorative chromium plating. Metal finishing. (98): 215-222.

The Ellingham diagram. (2012) [On-line].

http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/ellingham_diagrams/ellingham.php

- Wongpinij, T., U-dom, T., Suptrakun, T., Puttanasun, T., Pimpan, C., Nangnoi, N., Wongpanya, P. (2012). The oxidation behaviour of stainless steel AISI 409 coated by decorative nickel-chromium plating. Proceedings of the 5th Thailand Metallurgy Conference.
- Tyler, J.M. Atotech USA Inc of Cleveland. (1995). Automotive applications for chromium. Metal finishing. (93): 11-14.
- Yokoi, H. Kanto kasei Co., Lid., assignee. (1992). Nickel Plating Solution, Nickel-Chromium Electroplating Method and Nickel-Chromium Plating Film. United states patent US005160423A. Oct30.
- Zurek, J., Wessel, E., Niewolak, L., Schmitz, F., Kern, T.-U., Singheiser, L., Quadakkers, W.J. (2004). Anomalous temperature dependence of oxidation kinetics during steam oxidation of ferritic steels in the temperature range 550-650°C. Corrosion Science. (46): 2310-2317.



ภาคผนวก ก

ผลการทดสอบออกซิเดชัน

รั_{ราวัทยาลัยเทคโนโลยีสุร}บัง

	ความหนาชั้นชุบรองพื้นด้วยนิกเกิล (ไมครอน)									
	กลุ่มชิ้นงาน									
ครั้งที่		T2			Т3			T4		
	180	600	1200	180	600	1200	180	600	1200	
1	1.70	1.70	2.20	180	600	1200	4.40	4.70	6.00	
2	2.20	3.00	3.20	3.10	3.20	3.70	4.50	5.20	6.50	
3	2.00	2.60	2.50	3.20	3.30	3.50	4.50	5.00	6.10	
4	2.30	2.70	2.70	3.00	3.40	3.60	4.40	5.20	6.10	
5	2.20	2.50	2.70	3.20	3.20	3.60	4.60	5.40	6.30	
6	2.30	2.80	2.80	3.30	3.30	3.70	4.60	4.80	6.30	
7	2.40	2.40	2.60	3.20	3.30	3.70	4.50	5.40	6.40	
8	2.00	2.60	2.90	3.20	3.50	3.90	4.40	5.40	6.40	
9	1.90	2.50	2.80	3.10	3.30	3.60	4.40	5.00	6.30	
10	2.00	2.70	2.80	3.10	3.40	3.60	4.50	5.10	6.40	
ค่าเฉลี่ย	2.10	2.55	2.72	3.17	3.33	3.65	4.48	5.12	6.28	
ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน	0.20	0.33	0.25	0.09	0.09	0.10	0.07	0.24	0.15	

ตารางที่ 1 ความหนาเฉลี่ยของชั้นนิกเกิล โดยการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

	ความหนาชั้นโครเมียม (ไมครอน)								
ครั้งที่	กลุ่มชิ้นงาน								
		T1	I		T2	I			
	180	600	1200	180	600	1200			
1	0.10	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20			
2	0.10	0.20	0.20	0.10	0.20	0.10			
3	0.10	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20			
4	0.10	0.20	0.20	0.10	0.20	0.10			
5	0.20	0.20	0.30	0.20	0.20	0.20			
6	0.10	0.30	0.40	0.30	0.30	0.20			
7	0.10	0.30	0.20	0.20	0.20	0.30			
8	0.20	0.20	0.20	0.30	0.30	0.20			
9	0.20	0.20	0.30	0.30	0.20	0.20			
10	0.20	0.10	0.20	0.20	0.20	0.20			
ค่าเฉลี่ย	0.14	0.21	0.24	0.21	0.22	0.19			
ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน	0.05	<u>ึกยาลัย</u> แ 0.05	0.07	0.07	0.04	0.05			

ตารางที่ 2 ความหนาเฉลี่ยของชั้นโครเมียม โดยการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

	ความหนาชั้นโครเมียม (ไมครอน)								
ดรังที่	กลุ่มชิ้นงาน								
113 111		Т3	1		T4				
	180	600	1200	180	600	1200			
1	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20			
2	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.30			
3	0.30	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20			
4	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20			
5	0.30	0.20	0.30	0.20	0.30	0.30			
6	0.30	0.30	0.20	0.30	0.30	0.20			
7	0.20	0.30	0.30	0.30	0.20	0.30			
8	0.30	0.20	0.20	0.20	0.30	0.20			
9	0.20	0.30	0.30	0.30	0.20	0.30			
10	0.20	0.30	0.30	0.30	0.20	0.30			
ค่าเฉลี่ย	0.23	0.24	0.24	0.24	0.23	0.25			
ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน	0.06	<i>งกยาลัย</i> แ 0.05	0.05	0.05	0.05	0.05			

ตารางที่ 3 ความหนาเฉลี่ยของชั้นโครเมียม โดยการชุบเคลือบผิวด้วยวิธีทางไฟฟ้า

ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	S (mm ²)	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.9713	3.9718	554.4665	9.0176E-07
T0-600	3.8553	3.8558	539.8165	9.2624E-07
T0-1200	3.7704	3.7708	537.2615	7.4451E-07
T1-180	3.7847	3.7854	541.8102	1.2919E-06
T1-600	3.6853	3.6859	537.9990	1.1152E-06
T1-1200	3.5953	3.5958	517.4881	9.6620E-07
T2-180	3.9035	3.9041	553.0965	1.0848E-06
T2-600	3.3808	3.3813	509.3765	9.8159E-07
T2-1200	3.8169	3.8174	542.2952	9.2200E-07
T3-180	3.9456	3.9462	553.7202	1.0835E-06
T3-600	3.6465	3.6470	521.6973	9.5841E-07
T3-1200	3.4454	3.4459	507.9440	9.8436E-07
T4-180	3.6694	3.6700	502.4015	1.1942E-06
T4-600	3.7934	3.7939	537.7831	9.2974E-07
T4-1200	3.7453	3.7458	533.9115	9.3648E-07

ตารางที่ 4 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันแบบ ต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ

ตารางที่ 5 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทคสอบออกซิเคชันแบบ ต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ

ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	$S(mm^2)$	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.7217	3.7223	526.2198	1.1402E-06
T0-600	3.6567	3.6572	521.1969	9.5933E-07
T0-1200	3.7154	3.7159	527.0915	9.4860E-07
T1-180	3.4458	3.4465	498.0640	1.4054E-06
T1-600	3.5535	3.5542	521.2081	1.3430E-06
T1-1200	3.5471	3.5477	515.8348	1.1631E-06
T2-180	3.8844	3.8850	538.2948	1.1146E-06
T2-600	3.7874	3.7879	530.2827	9.4289E-07
T2-1200	3.8238	3.8243	533.5061	9.3719E-07
T3-180	3.9963	3.9970	549.2898	1.2743E-06
T3-600	3.6310	3.6316	508.2198	1.1805E-06
T3-1200	3.0408	3.0413	540.2140	9.2555E-07
T4-180	4.0225	4.0232	543.7148	1.2874E-06
T4-600	3.6505	3.6511	506.7786	1.1839E-06
T4-1200	3.7548	3.7553	522.2798	9.5734E-07

		-		
ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	$S (mm^2)$	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.7963	3.7967	545.7931	7.3287E-07
T0-600	3.7516	3.7519	534.9302	5.6100E-07
T0-1200	3.8150	3.8152	528.3386	3.7854E-07
T1-180	3.9210	3.9218	528.3386	1.5100E-06
T1-600	3.6881	3.6888	546.5077	1.2800E-06
T1-1200	3.8006	3.8010	532.7256	7.5100E-07
T2-180	4.0451	4.0457	559.9248	1.0715E-06
T2-600	3.7801	3.7807	541.8690	1.1072E-06
T2-1200	3.8109	3.8114	538.0398	9.2929E-07
T3-180	3.9467	3.9472	550.1090	9.0891E-07
T3-600	3.9516	3.9521	555.4665	9.0014E-07
T3-1200	3.9078	3.9083	550.1343	9.0900E-07
T4-180	3.9266	3.9271	558.5510	8.9500E-07
T4-600	3.9332	3.9337	554.1673	9.0200E-07
T4-1200	3.4778	3.4781	507.3452	5.9100E-07

ตารางที่ 6 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทคสอบออกซิเคชันแบบ วงรอบ (รอบที่ 90) ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ

ตารางที่ 7 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทคสอบออกซิเคชันแบบ วงรอบ (รอบที่ 90) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติ

.

ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	$S(mm^2)$	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.2319	3.2324	481.0498	1.0393E-06
T0-600	3.8719	3.8728	540.7040	9.2500E-07
T0-1200	3.9247	3.9250	553.0965	5.4240E-07
T1-180	3.3049	3.3055	488.7981	1.2300E-06
T1-600	3.4457	3.4464	496.9090	1.4087E-06
T1-1200	3.8687	3.8693	550.5043	1.0899E-06
T2-180	3.7978	3.7985	548.5160	1.2761E-06
T2-600	3.7920	3.7922	546.4598	1.0979E-06
T2-1200	3.6100	3.6105	521.9948	9.5786E-07
T3-180	3.9890	3.9896	558.7798	1.0737E-06
T3-600	3.6986	3.6991	536.5706	9.3184E-07
T3-1200	3.8643	3.8647	543.6665	7.3600E-07
T4-180	3.8060	3.8064	544.0265	7.3500E-07
T4-600	3.8943	3.8948	550.8148	9.0800E-07
T4-1200	3.8950	3.8955	557.9981	8.9600E-07

	લ વા			
ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	$S(mm^2)$	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.6921	3.6922	532.8473	1.8800E-07
T0-600	3.7684	3.7684	535.9997	0.0000E-07
T0-1200	3.8286	3.8286	511.2923	0.0000E-07
T1-180	3.5568	3.5570	525.1310	3.8100E-07
T1-600	3.7364	3.7365	536.8915	1.8600E-07
T1-1200	3.9487	3.9488	556.5398	1.8000E-07
T2-180	3.9392	3.9393	551.6129	1.8100E-07
T2-600	3.9133	3.9134	558.5223	1.7900E-07
T2-1200	3.8497	3.8498	543.1673	1.8400E-07
T3-180	3.8520	3.8521	556.9119	1.8000E-07
T3-600	3.8783	3.8784	551.7683	1.8100E-07
T3-1200	3.8295	3.8296	537.8573	1.8600E-07
T4-180	3.9411	3.9412	560.0600	1.7900E-07
T4-600	3.4238	3.4239	508.5472	1.9700E-07
T4-1200	3.7972	3.7973	543.4515	1.8400E-07

ตารางที่ 8 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันแบบ ต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์

³ ว_ักยาลัยเทคโนโลยีสุรบ์

	· 9	eU		
ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	$S(mm^2)$	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.8512	3.8514	551.6408	3.6255E-07
T0-600	3.7655	3.7657	542.8705	3.6800E-07
T0-1200	3.6691	3.6692	529.3722	1.8890E-07
T1-180	3.8518	3.8520	547.2473	3.6500E-07
T1-600	3.7835	3.7837	529.7018	3.7800E-07
T1-1200	3.8744	3.8746	544.2198	3.6700E-07
T2-180	3.8481	3.8483	553.0598	3.6162E-07
T2-600	3.8484	3.8486	545.4623	3.6666E-07
T2-1200	3.6135	3.6136	516.1233	1.9375E-07
T3-180	4.0173	4.0175	562.3983	3.5562E-07
T3-600	3.8614	3.8616	540.6653	3.6991E-07
T3-1200	3.8361	3.8362	548.0464	1.8200E-07
T4-180	3.9832	3.9834	562.3983	3.5600E-07
T4-600	3.9211	3.9212	540.6653	1.8500E-07
T4-1200	3.9620	3.9621	548.0464	1.8200E-07

ตารางที่ 9 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทคสอบออกซิเคชันแบบ วงรอบ (รอบที่ 90) ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์

ตารางที่ 10 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ผิวของชิ้นงาน ที่ผ่านการทคสอบออกซิเคชันแบบ วงรอบ (รอบที่ 90) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศการ์บอนไดออกไซด์

9/				
ชิ้นงาน	m _o (g)	m (g)	$S (mm^2)$	$m_t (g/mm^2)$
T0-180	3.9005	3.9007	546.1658	3.6600E-07
T0-600	3.9101	3.9103	538.8026	3.7100E-07
T0-1200	3.6041	3.6043	522.4385	3.8300E-07
T1-180	3.9795	3.9798	551.5995	5.4400E-07
T1-600	3.8979	3.8982	550.4116	5.4500E-07
T1-1200	3.6733	3.6735	532.2533	3.7600E-07
T2-180	4.0129	4.0132	566.6504	5.2900E-07
T2-600	3.5442	3.5444	518.9948	3.8500E-07
T2-1200	3.7479	3.7481	536.4548	3.7300E-07
T3-180	3.7293	3.7295	540.1289	3.7000E-07
T3-600	3.8004	3.8006	545.0710	3.6700E-07
T3-1200	3.8221	3.8223	542.4864	3.6900E-07
T4-180	3.9646	3.9648	559.4914	3.5700E-07
T4-600	3.8916	3.8918	552.6823	3.6200E-07
T4-1200	3.9413	3.9415	564.3741	3.5400E-07

การวิเคราะองค์ประกอบของธาตุ บริเวณภาคตัดขวางของชิ้นงาน ก่อนและหลังการทดสอบ ออกซิเดชัน ในบรรยากาศปกติ



รูปที่ 1 บริเวณการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ ภาคตัดขวางของชิ้นงาน



รูปที่ 2 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T2 ก่อนการทดสอบออกซิเดชัน



รูปที่ 3 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ คังแสคงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T4 ก่อนการทคสอบออกซิเคชัน



รูปที่ 4 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T4 หลังการทดสอบ ออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส



รูปที่ 5 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T0 ก่อนการทดสอบออกซิเดชัน และหลังการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 6 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T0 ก่อนการทดสอบออกซิเดชัน และหลังการทดสอบออกซิเดชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

6



รูปที่ 7 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ คังแสคงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T2 หลังการทคสอบ ออกซิเคชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 8 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T4 หลังการทดสอบ ออกซิเดชันแบบวงรอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 9 การวิเคราะห์ EDX บริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 1 ของชิ้นงาน T4 หลังการทดสอบ ออกซิเดชันแบบต่อเนื่อง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์จำนวน ขนาด และสัดส่วนพื้นที่ของรอย บกพร่องบนผิวชิ้นงานตัวอย่างหลังการทดสอบการติดแน่น (Adhesion test)
การวิเคราะห์จำนวน ขนาด และสัดส่วนพื้นที่ของรอยบกพร่องบนผิวชิ้นงานตัวอย่างหลังการ ทดสอบการติดแน่น (Adhesion test)

การวิเคราะห์พื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างหลังจากการทดสอบ การติดแน่นโดยวิธี Heat-Quenched Test โดยทำการวิเคราะห์หาจำนวน ขนาด และสัดส่วนพื้นที่ของรอยบกพร่องของพื้น ผิวชิ้นงานตัวอย่างหลังการทดสอบการติดแน่น ด้วยวิธีการนำภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของพื้น ผิวชิ้นงานตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 1 ก) มาทำการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Image J ซึ่งจะได้ผลของ ภาพ Mask ดังแสดงในรูปที่ 1 ข) ผลการวิเคราะห์ขนาดของรอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงานตัวอย่าง ของแต่ละรอยบกพร่องด้วยโปรแกรม Image J ซึ่งขนาดที่ได้จากการวัดเป็นหน่วยของพื้นที่ (μm²) และสามารถแสดงผลในรูปของสัดส่วนพื้นที่ของรอยบกพร่อง (area fraction)



รูปที่ 1 การวิเคราะห์ภาพโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างด้วยโปรแกรม Image J

		,			
ชิ้นงาน	จำนวนของ	ขนาดเฉลี่ย	ขนาดต่ำสุด	ขนาดที่สูงสุด	Area
	รอยบกพร่อง	μm^2	μm^2	μm^2	fraction
T2-180	60.0	94.2	10.3	603.8	0.1
T2-600	54.0	40.4	10.3	1659.6	0.1
T2-1200	141.0	92.6	10.3	870.9	0.2
T3-180	55.0	101.6	10.3	1830.8	0.1
T3-600	90.0	77.2	10.3	1725.7	0.1
T3-1200	163.0	200.7	10.3	2416.2	0.3
T4-180	126.0	200.8	10.3	2612.5	0.3
T4-600	181.0	90.8	10.3	4468.7	0.3
T4-1200	234.0	142.2	10.3	2277.1	0.4

ตารางที่ 1 ปริมาณ ขนาด และสัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องก่อนการทคสอบการติด แน่นในภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นงาน



รูปที่ 2 โครงสร้างจุลภาคผิวชั้นเคลือบชิ้นงาน T2 ก่อนการทดสอบการติดแน่น และภาพการ วิเคราะห์รอยบกพร่องบนผิวชิ้นงานตัวอย่างโดยโปรแกรม Image J



รูปที่ 3 โครงสร้างจุลภาคผิวชั้นเคลือบชิ้นงาน T3 ก่อนการทคสอบการติดแน่น และภาพการ วิเคราะห์รอยบกพร่องบนผิวชิ้นงานตัวอย่างโคยโปรแกรม Image J



รูปที่ 4 โครงสร้างจุลภาคผิวชั้นเคลือบชิ้นงาน T4 ก่อนการทคสอบการติดแน่น และภาพการ วิเคราะห์รอยบกพร่องบนผิวชิ้นงานตัวอย่างโคยโปรแกรม Image J



รูปที่ 5 โครงสร้างจุลภาคผิวชั้นเคลือบชิ้นงาน T2 หลังการทคสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และภาพการวิเคราะห์รอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงาน



รูปที่ 6 โครงสร้างจุลภาคผิวชั้นเคลือบชิ้นงาน T2 หลังการทคสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และภาพการวิเคราะห์รอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงาน

		ય પ			
ชิ้นงาน	จำนวนของ	ขนาดเฉลี่ย	ขนาดต่ำสุด	ขนาคสูงสุด	Area
	รอยบกพร่อง	μm^2	μm^2	μm^2	fraction
T2-180	36	40.2	10.3	187.2	0.0
T2-600	401	184.8	10.3	3555.5	1.3
T2-1200	535	140.9	10.3	5206.1	1.3
T3-180	151	224.5	10.3	4750.6	0.6
T3-600	353	133.3	10.3	7191.0	0.8
T3-1200	496	184.5	10.3	11269.3	1.6
T4-180	165	151.0	10.3	1910.7	0.4
T4-600	411	105.6	10.3	2426.7	0.8
T4-1200	575	117.8	10.3	3303.3	1.2

ตารางที่ 2 ปริมาณ ขนาด และสัดส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่องบนพื้นผิวชิ้นงานหลัง การทดสอบการติดแน่น ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



รูปที่ 7 โครงสร้างจุลภาคผิวของชิ้นงานหลังการทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

ชิ้นงาน	จำนวนของ	ขนาดเฉลี่ย	ขนาคต่ำสุด	ขนาคสูงสุด	Area
	รอยบกพร่อง	μm^2	μm^2	μm^2	fraction
T2-180	257	152.7	10.3	2611.6	0.7
T2-600	979	570.5	10.3	181468.7	9.8
T2-1200	1527	230.1	10.3	125652.9	6.2
T3-180	259	227.1	10.3	20706.6	1.0
T3-600	188	1303.7	10.3	77808.8	4.3
T3-1200	401	254.9	10.3	19342.6	1.8
T4-180	312	85.4	10.3	3496.2	0.5
T4-600	380	93.6	10.3	1582.0	0.6
T4-1200	674	192.3	10.3	28951.2	2.3

ตารางที่ 3 ปริมาณ ขนาด และสัคส่วนพื้นที่ (area fraction) ของรอยบกพร่อง บนผิวของกลุ่มชิ้นงาน หลังการทดสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส



รูปที่ 8 โครงสร้างจุลภาคผิวของชิ้นงานหลังการทคสอบการติดแน่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส



รูปที่ 9 ภาพ SEM ภาคตัดขวางของกลุ่มชิ้นงาน T2-1200 หลังการทคสอบ การติดแน่นที่อุณภูมิ 500 องศาเซลเซียส



รูปที่ 9 การวิเคราะห์ EDX บริเวณที่ 1 และ บริเวณที่ 2 ดังแสดงในรูปที่ 9

ภาคผนวก ค

บทความวิชาการที่ใด้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

รั_{ราวักยาลัยเทคโนโลยีสุรบ}ัง

รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

Wongpinij, T., U-dom, T., Suptrakun, T., Puttanasun, T., Pimpan, C., Nangnoi, N., Wongpanya, P. (2012). The oxidation behaviour of stainless steel AISI 409 coated by decorative nickelchromium plating. **Proceedings of the 5th Thailand Metallurgy Conference** ; Jan 19-20; Bangkok, Thailand. (อยู่ในระหว่างดำเนินการตีพิมพ์)



SE008

The Oxidation Behaviour of Stainless Steel AISI 409 Coated by Decorative Nickel-Chromium Plating

Thipusa Wongpinij, Theerayut U-dom, Thamrong Suptrakun, Tawesuk Puttanasun, Channarong Pimpan, Nisit Nangnoi and Pornwasa Wongpanya*

School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand (* Corresponding author. E-mail address: pornwasa@sut.ac.th)

Abstract

The continuous and cyclic oxidation behaviour of ferritic stainless steel AISI 409 surface-coated by decorative nickel-chromium plating was studied. Firstly, the plated AISI 409 steel samples were cut into rectangular pieces of 20*10*3 mm. Nickel plating was electroplated with various times, i.e., 0, 5, 10 and 15 minutes; subsequently the decorative chromium plating was performed for 5 minutes. Then, the samples were exposed to 200°C and 300°C. The degradation of samples was evaluated by considering weight alteration after oxidation test. The oxidation products and surface of samples were characterized by optical microscope and scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive X-ray analysis (EDX). From the results, it is obvious that the samples with the nickel pre-plating before chromium plating show higher oxidation resistance than the samples with only the chromium plating. Moreover, the oxidation resistance of the samples prior to nickel and/or chromium plating and temperature of testing drastically affect oxidation rate. The best condition to approaching the high oxidation resistance and the beautiful appearance is that the samples have to be nickel pre-plated for 15 minutes.

Keywords: Oxidation behaviour, Ferritic stainless steel AISI 409, Decorative nickel-chromium plating

Surface Engineering

หน้า 45

The Oxidation Behaviour of Stainless Steel AISI 409 Coated by Decorative Nickel-Chromium Plating

Thipusa Wongpinij, Theerayut U-dom, Thamrong Suptrakun, Tawesuk Puttanasun, Channarong Pimpan, Nisit Nangnoi and Pornwasa Wongpanya*

School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, 30000 Thailand (* Corresponding author. E-mail address: pornwasa@sut.ac.th)

Abstract

The continuous and cyclic oxidation behaviour of ferritic stainless steel AISI 409 surface-coated by decorative nickel-chromium plating was studied. Firstly, the plated AISI 409 steel samples were cut into rectangular pieces of 20*10*3 mm. Nickel plating was electroplated with various times, i.e., 0, 5, 10 and 15 minutes; subsequently the decorative chromium plating was performed for 5 minutes. Then, the samples were exposed to 200°C and 300°C. The degradation of samples was evaluated by considering weight alteration after oxidation test. The oxidation products and surface of samples were characterized by optical microscope and scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive X-ray analysis (EDX). From the results, it is obvious that the samples with the nickel pre-plating before chromium plating show higher oxidation resistance than the samples with only the chromium plating. Moreover, the oxidation resistance of the samples gradually increases with the thickness of nickel pre-plating. In addition, surface roughness of the samples prior to nickel and/or chromium plating and temperature of testing drastically affect oxidation rate. The best condition to approaching the high oxidation resistance and the beautiful appearance is that the samples have to be nickel pre-plated for 15 minutes.

Keywords: Oxidation behaviour, Ferritic stainless steel AISI 409, Decorative nickel-chromium plating

1 Introduction

Ferritic stainless steel is generally used in many industrial applications such as sink, washingmachine part, furniture and exhaust systems of motor vehicles because its price, mechanical property and corrosion resistance are reasonable [1]. In general, the ferritic stainless steel can be used to resist atmosphere and exhaust gas corrosion as well but the corrosion product, which is rust, on the surface is not desirable for decorative application [2]. Therefore, surface modification has been extensively used for improvement of surface of engineering parts. The most important technique using for surface improvement is chromium plating. The chromium plating is versatile and can be applied to a variety of substrates, including steel and stainless steel [3]. However, it is easy to obtain flaws or cracks in the chromium surface plating. In order to improve chromium plating process and reduce defects, nickel is necessarily pre-plated prior to chromium plating [4]. Moreover, it is well known that nickel not only protects the substrate from corrosion, but

it also supports chromium plating to have a white color that is desirable for decorative applications. Therefore, nickel-chromium plating is frequently made on the surfaces of automobile cars, electrical products and engineering parts for the purpose of improving the corrosion resistance of the basic materials and improving the decorative effect by combination with decorating [5]. However, it still remains in question about the effective thickness of nickel pre-plating on the decorative chromium plating in particular for the exhaust tube system of motorcycle. In order to understand effect of Ni pre-plating on the oxidation behaviour of decorative chromium-nickel plating on AISI 409 stainless steel, firstly the samples were Ni preplated with various times, i.e., 0, 5, 10 and 15 minutes before they were Cr plated at a constant time of 5 minutes. Then, they were exposed to the temperatures of 200°C and 300°C, which are typical temperature ranges of the exhaust system of motorcycle, in the normal atmosphere of the tube furnace. After the oxidation test, degradation

The 5th Thailand Metallurgy Conference (TMETC-5)

of the samples was evaluated by weight alteration of each sample. For oxidation products, they were characterized by optical microscope and scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive X-ray analysis (EDX).

2 Experimental

2.1 Sample preparation

The AISI 409 ferritic stainless steel was selected to be a substrate in this study. The chemical composition of the AISI 409 steel was measured at the Center for Scientific and Technological Equipment, Suranaree University of Technology. The result is presented in Table 1.

 Table 1: Chemical composition of the studied stainless steel AISI 409 (in wt. %)

Grade	Cr	Si	С	Mn	Р	S	Fe
409	11.00	1.00	0.08	1.00	0.04	0.04	Bal.

Figure 1 shows the preparation of samples. Firstly, the samples were cut into rectangular pieces of 20 x 10 x 3 mm. Then, the samples were surface-prepared with alteration of surface roughness prior to the decorative nickel-chromium plating in order to monitor effect of surface roughness of substrate on degradation at temperature above room temperature of the decorative nickel-chromium plating. The samples were polished by a silicon carbide paper with various grit numbers such as 180, 600 and 1200 for preparing surface roughness of the substrate. In addition, a profile-meter (Veeco) model was used to measure surface roughness in terms of Ra (μ m) of samples before and after plating.



Figure 1: Flow chart of sample preparation.

For electroplating process, the samples were immersed in a nickel plating bath (pH 3.5) containing 250 g/l of nickel sulfate, 40 g/l of nickel chloride, 40 g/l of boric acid at 40°C and 3 A/dm² at various times, i.e., 0, 5, 10 and 15 minutes. After being nickel plating, the samples were then immersed in a chromium plating bath (pH 3.5) containing 250 g/l of Chromic acid, 2.5 g/l of sulfuric acid, at 46°C and 35 A/dm² at a constant time of 5 minutes. The thickness of nickel and/or chromium plating was measured by SEM and the results were presented in Table 2.

 Table 2: Thickness of decorative Ni-Cr plating and surface roughness of samples before and after electroplating

Samples	Thick decoration plating	ness of ve Ni-Cr (in μm)	Surface roughness (in Ra)	
	Ni	Cr	Before plating	After plating
T0 ₁₈₀	none	none	279.40	none
T0 ₆₀₀	none	none	207.58	none
T0 ₁₂₀₀	none	none	168.53	none
T1 ₁₈₀	none	0.10	294.32	157.91
T1 ₆₀₀	none	0.20	215.42	148.31
T1 ₁₂₀₀	none	0.20	167.53	90.21
T2 ₁₈₀	2.00	0.20	267.53	152.35
T2 ₆₀₀	2.00	0.20	198.60	138.86
T2 ₁₂₀₀	2.50	0.20	165.56	86.04
T3 ₁₈₀	3.00	0.30	225.30	148.88
T3 ₆₀₀	3.40	0.20	185.35	118.80
T3 ₁₂₀₀	3.60	0.20	156.74	70.65
T4 ₁₈₀	4.00	0.20	284.56	148.63
T4 ₆₀₀	5.00	0.20	195.45	114.47
T4 ₁₂₀₀	5.00	0.20	177.35	66.96

As shown in Table 2, it is clearly demonstrated that the surface roughness of the samples significantly changed with the SiC paper. For example, the samples polished with the SiC paper of up to number 180 have rougher surface than the samples that are polished with the SiC paper of up to number 600 and 1200, respectively. In addition, it is found that surface roughness of substrate prior to electroplating significantly affects roughness of the electroplating.

2.2 Experimental procedure

The degradation of bare and coated AISI 409 stainless steel was studied by heating at the temperature of 200°C and 300°C in the normal atmosphere of the tube furnace. The degradation of the samples was evaluated by measuring the weight alteration per the exposure area ($\Delta W/S$) versus the oxidation time. Firstly, the weight and the exposure area of the samples were measured before oxidation test. Then, the samples were exposed to a given temperature with various exposure procedures, i.e., continuous and cyclic oxidation tests. Effect of exposure time on the degradation of the samples also has been evaluated. For example, the oxidation times were 45, 90, 135 and 180 hours for the continuous oxidation test. For the thermal-cycle test, the oxidation time were 90 cycles and each cycle is performed by heating for 2 hours at the given temperature; subsequently cooling in the tube furnace for 30 minutes and finally cooling in the air for 30 minutes. The deterioration of each sample was measured after high temperature exposure by weight measurement in each condition, i.e., every 45, 90, 135 and 180 hours for the continuous oxidation test and every cycle for thermal-cycle test.



Figure 2 shows the procedure of weight measurement and oxidation test. After exposure, the oxidation products were characterized by optical microscope, scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive X-ray analysis (EDX). Before mounting the samples for metallographic cross-section analyses, the samples were electroplated by copper in order to avoid evolution of oxide layer during grinding and polishing. In addition, the copper electroplating is useful for a better optical contrast between oxide and mounting material [6].

3 Results

As described previously in the introduction and the experiment procedure, the degradation of bare and decorative plating samples in terms of weight change per exposure area have been studied with various parameters such as surface roughness, exposure temperature, thickness of nickel preplating and condition of oxidation test. The important results are shown as followings.

3.1 Oxidation behaviour





b) Cyclic oxidation

Figure 3: Weight change of bare, Cr plating and Ni-Cr plating samples at 200°C and 300°C with different exposure techniques:
a) Continuous oxidation and b) Cyclic oxidation.

Figure 3 shows weight change of bare, Cr plating and Ni-Cr plating samples at 200°C and 300°C for 180 hours with different exposure techniques, i.e., continuous and cyclic oxidation. It is obvious that exposure techniques significantly affect oxidation rate, representing in terms of weight change per surface area (g/mm²), of all samples. The

T. Wongpinij, et al.

oxidation rate of all samples tested under the cyclic oxidation test is higher than that of all samples tested under the continuous oxidation test. This might be explained that metal firstly reacts with oxygen in air at temperature above room temperature; subsequently metal oxide produces on such surface. At high temperature, the metal oxide is still ductile and it adheres on the surface. However, the metal oxide losses adhesion force between its self and metal substrate during cooling process due to the difference of thermal expansion coefficient between the metal substrate and metal oxide. As a result, the metal oxide is removed easily during the cyclic oxidation test [7]. By considering surface roughness, it is obvious that surface roughness prior to electroplating significantly affects the oxidation rate. The samples prepared under the finer surface roughness, i.e., 600 and 1200, have lower oxidation rate than the samples prepared under the rough surface (180) for all exposure techniques (Figure 3a and Figure 3b). In addition, it is found that the surface roughness of all samples is changed to be finer, after the Cr and/or Cr-Ni plating have been applied to such surface of samples, as shown in Table 2. This implies that the oxidation resistance is better since the Cr and/or Ni-Cr plating have been coated on the surface of AISI 409 stainless steel. Those are certainly observed by monitoring weight change per surface area of T1, T2, T3 and T4 samples, respectively. It is found that the weight change per surface area is gradually decreased since the Cr and/or Ni-Cr plating have been applied on the surface. And, the best oxidation resistance can be found in T4 sample that is prepared by the nickel pre-plating for 15 minutes and chromium plating for 5 minutes. However, it is remarkable that the bare sample shows higher oxidation resistance than the Cr and/or Ni-Cr plating samples for all conditions, i.e., at 200°C and 300°C and for continuous and cyclic exposures. This can be explained by considering EDX analysis of elements on surface of each sample as demonstrated in Table 3. It is clearly demonstrated that the bare sample (T0) and the Cr plating sample (T1) have the same elements on the surface in particular for silicon, while the Ni-Cr plating samples, i.e., T2, T3 and T4, do not have silicon on the surface after oxidation test. This implies that the silicon is a helpful element to reduce oxidation of AISI 409 stainless steel. This might be the fact that a silicon-rich layer was

developed at the surface of bare sample (T0) during oxidation process. The reason why the silicon-rich layer occurred easily is that the silicon dioxide (SiO₂) has the largest negative value of ΔG^0 for the bare sample (T0). In addition, the SiO₂ produced on the surface of the bare sample (T0) is helpful to delay oxide fracture and to prevent the chromium diffusion away from the substrate [8, 9]. As a result, the bare sample (T0) has better oxidation resistance than the other samples. However, the Ni-Cr plating is still important for the decorative application because its appearance after high temperature exposure is more beautiful than the appearance of the bare sample as shown in Figure 4. From Figure 4, it can be seen that the color of the T0 and T1 samples changed from silver-white to dark-brown, while the T2 sample changed from silver-white to yellow. And, the color of Ni-Cr plating with the thickest of Ni is brighter than the other samples as can be seen in the T4 sample.

 Table 3: EDX analysis of elements on surface of the samples.

Elei	nent	TO	T1	Т2	Т3	T4
0	B-0	2.90	2.77	1.45	1.86	1.40
	C-2	3.10	3.08	1.76	2.24	1.48
	C-3	4.23	3.46	2.24	2.31	1.75
	D-3	3.39	3.29	1.48	1.94	2.10
Si	B-0	0.96	0.70	-	-	-
	C-2	1.01	0.71	-	-	-
	C-3	0.63	0.96	-	-	-
	D-3	0.87	0.72	-	-	-
Cr	B-0	10.66	11.10	1.89	1.44	1.01
	C-2	11.16	11.25	2.12	3.10	0.73
	C-3	10.89	10.77	1.00	2.12	0.69
	D-3	10.78	12.82	1.15	2.65	2.55
Fe	B-0	85.53	85.43	6.14	1.07	3.79
	C-2	84.73	84.96	6.25	1.14	1.98
	C-3	84.26	84.81	5.07	1.25	3.58
	D-3	84.96	83.16	5.35	1.22	1.03
Ni	B-0	-	-	90.52	95.63	93.81
	C-2	-	-	89.86	93.52	95.81
	C-3	-	-	91.47	94.32	93.98
	D-3	-	-	91.95	94.19	94.32
*Rem	arks: B	-0 – Be	efore ox	idation.	C-2 –	Cvelie

oxidation at 200 °C, C-3 – Cyclic oxidation, C-2 – Cyclic oxidation at 300 °C and D-3 – Continuous oxidation at 300 °C

From Figure 3, the Cr plating sample (T1) shows the highest weight change. This is due to the fact that such sample was only Cr plated. And, after the T1 sample was subjected to the given temperatures, the chromium layer was oxidized to

chromium oxide easily [10]. And, it is well known that the Cr layer, performed by electroplating method, normally has flaws or cracks in its layer [5]. As a result, oxygen atoms diffuse through the flaws or cracks and chromium oxide to oxidize the substrate easily. In contrast to the chromium oxide, it is not easy for the oxygen atoms to diffuse through the SiO₂ and to react with the substrate [9]. Therefore, the Cr plating sample (T1) shows higher weight change than the bare sample (T0).



Figure 4: The surface color of samples after oxidation test at 300°C for 180 hours.

- a) Bare samples b) Cr plating samples
- c) Ni-Cr plating samples (thinnest Ni layer)
- d) Ni-Cr plating samples (thickest Ni layer)

As to be expected, the weight change of all samples significantly increased with the test temperature. As shown in Figures 3a and Figure 3b, it is obvious that the oxidation rate of all samples at the temperature of 300°C is higher than that of all samples at the temperature of 200°C. This is due to the fact that the higher temperature atmosphere in general accelerates the diffusion of metal or oxygen atoms through the oxide layer than the lower temperature atmosphere [11]. This means that the metal reacted with the oxygen easily at the high temperature.



c) after the continuous oxidation test

Figure 5: The SEM images on cross-section of Ni-Cr plating samples with the thickest Ni layer (T4) tested at 300°C for 180 hours.

Sample	Element		Region				
		1	2	3	4		
T0	0	2.24	-	-			
B-0	Si	0.70	0.78	-	-		
ЪV	Cr	10.04	11.08	-1	() -		
	Fe	87.02	88.14	-	-		
	Ni	-	-	-	84		
T1	0	5.90	2.40	-			
B-0	Si	0.98	0.93	-	-		
Ъ	Cr	14.72	11.09	-	1.2		
	Fe	78.40	85.52	-	14		
	Ni	-	-	-			
T2	0	7.56	-	-			
B-0	Si	2.77	-	-	<u></u>		
10	Cr	2.15	1.98	9.42	(-		
	Fe	5.06	14.30	73.37	-		
	Ni	71.04	83.72	17.21	142		
T4	0	-	-	-	-		
B-0	Si		-	-			
1.00	Cr	2.81	0.80	9.57	-		
	Fe	13.32	4.74	79.85	<u></u>		
	Ni	70.89	94.46	10.58			
T0	0	1.50	-	-			
C-3	Si	- 120 - 1	0.57	-	-		
	Cr	10.68	10.85	-	:		
	Fe	87.97	88.58		<u>ः</u>		
	Ni	-	-	-	-		
T1	0	1.91	1.70	-	-		
C-3	Si	100	-	-	10-		
	Cr	10.57	10.55		1.7		
	Fe	87.52	87.65		-		
	Ni)	-	-			
T2	0	6.29	-				
C-3	Si	2.70	-	1.39			
	Cr	2.60	2.45	8.91	-		
	Fe	15.85	15.05	69.70	100		
	Ni	72.56	82.50	20.00			
T4	0	2.24	1.05	-	-		
C-3	Si		-	-	0.9		
	Cr	2.76	-	8.86	10.		
	Fe	1.34	1.79	76.74	87.		
12-200	Ni	93.65	97.16	14.41	1.0		
T4	0	5.69	1.37	7	107		
D-3	Si	0.98	-	0.98	17		
	Cr	1.44	0.49	8.48	-		
	Fe	4.09	4.49	64.72	-		
	Ni	87.80	03.65	25.81	1		

*Remarks: B-0 – Before oxidation, C-2 – Cyclic oxidation at 200 °C, C-3 – Cyclic oxidation at 300 °C and D-3 – Continuous oxidation at 300 °C

From Figure 3 and Figure 4, the Ni-Cr plating sample with the thickest Ni layer (T4) shows

better oxidation resistance and better appearance than the other plating samples, i.e., T1, T2 and T3. In order to understand such behaviour, the T4 sample was cut and was chemical analyzed as shown in Figure 5. For a comparison, the other interesting samples such as T0, T1 and T2 also were cut and were chemical analyzed as shown in Table 4. As shown in Table 4 in particular for region 2 that is the Ni layer, it is obvious that the T4 has iron and chromium lower than T0, T1 and T2 after exposure to 300°C. This means that the ability to inhibit oxidation of iron and chromium depends on the thickness of the Ni layer. The thicker the Ni layer, the greater the oxidation resistance. Figure 5b and Figure 5c show that the sample tested under cyclic oxidation test exhibits much thicker oxide layer than the sample tested under continuous oxidation test. This can be used to confirm that the cyclic oxidation test is more aggressive than the continuous oxidation test.

3.2 Microstructure evaluation



Figure 6: The SEM images of the samples before oxidation test.

Figure 6 shows SEM images of surface of the bare (T0), the Cr plating only (T1) and the Ni-Cr plating samples (T2 and T4) before oxidation test. It is seen that at the same surface-prepared by polishing with SiC No. 180, i.e., T0-180, T1-180, T2-180 and T4-180, the plated samples have smoother surface than the bare sample. Moreover, it is found that the smoother surface of the plated

T. Wongpinij, et al.

The 5th Thailand Metallurgy Conference (TMETC-5)

samples can be approached by polishing the substrate with SiC No. 600 and 1200. Figure 7 shows the surface of the bare (T0), the Cr plating only (T1) and the Ni-Cr plating samples (T4) after oxidation test at 300°C for 180 hours (the worst case). It is obvious that the exposure procedures, i.e., continuous and cyclic oxidation tests, significantly affect the degradation of samples. The cyclic oxidation test is more severe than the continuous oxidation test. Those can be observed by considering the corrosion products and cracks produced on the sample surface. The corrosion products formed on surface of the bare (T0) and Cr plating (T1) samples. Figure 8 shows the crack area of the bare sample after the cyclic oxidation test at 300°C for 180 hours. The EDX analysis confirms the content of Fe and O within corrosion products as shown in Figure 9.



*Remarks: C-3 – Cyclic oxidation at 300 $^\circ$ C and D-3 Continuous oxidation at 300 $^\circ$ C

4 Conclusions

From the first investigation of oxidation resistance of nickel-chromium decorative plating on AISI 409 stainless steel at the temperature of 200°C and 300°C in the normal atmosphere, the following conclusion can be drawn:

[1] The surface roughness of substrate prior to decorative Ni-Cr plating significantly affected the

oxidation resistance. The smoother substrate yielded better oxidation resistance.

[2] The bare samples represented lower weight change than the Ni-Cr plating samples. However, the appearance of the Ni-Cr plating samples after oxidation test was more beautiful than that of the bare samples. As a result, the Ni-Cr plating is necessary for the exhaust tube system of motorcycle.

[3] The surface roughness of the decorative Ni-Cr plating decreased with immersion time of nickel pre-plating prior to chromium plating. And, the Ni-Cr plating samples showed lower weight change than that of the Cr plating samples.

[4] It was observed that the beautiful appearance and good oxidation resistance strongly depended on the thickness of nickel layer. And, the best condition for decorative Ni-Cr plating in this study was 15 minutes for Ni pre-plating and subsequently 5 minutes for Cr plating.

[5] The oxidation of samples were strongly affected by exposure procedures, i. e. continuous and cyclic oxidation tests. The degradation of samples were increased significantly by the cyclic oxidation test.



Figure 8: The SEM images of surfaces of the bare sample after the cyclic oxidation test at 300 °C for 180 hours.

Acknowledgments

The authors gratefully appreciate to J&P Chromium Plating for preparation of the nickelchromium decorative plating and Pradabot project that is the one of vital projects from Suranaree University of Technology to giving financial supports for graduate students.

Figure 7: The SEM images of the samples after the oxidation test at 300°C for 180 hours.



ประวัติผู้เขียน

นางสาวทิพย์อุษา วงศ์พินิจ เกิดเมื่อวันที่ 20 กรกฎาคม พุทธศักราช 2529 สำเร็จการศึกษา ระดับชั้นมัธยมศึกษาจากโรงเรียนสีคิ้วสวัสดิ์ผดุงวิทยา จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2548 และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรม โลหการ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทค โนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2551 หลังจากสำเร็จ การศึกษาในระดับปริญญาตรี ได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทค โนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2552 โดยได้รับทุนการศึกษา แก่นักศึกษาระดับบัญฑิตศึกษาที่คณาจารย์ได้รับทุนวิจัยจากแหล่งทุนภายนอกจากกองทุน สนับสนุนการวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยเทค โนโลยีสุรนารี

้โดยมีบทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ดังนี้

Thipusa, W., Theerayut, U., Thamrong, S., Tawesuk, P., Channarong, P., Nisit, N., Pornwasa, W. (2012). The oxidation behaviour of stainless steel AISI 409 coated by decorative nickel-chromium plating. Proceedings of the 5th Thailand Metallurgy Conference ; Jan 19-20; Bangkok, Thailand.

