

ผลของบรรยากาศในกระบวนการแบทช์แอนนีสลิงต่อการ
เกิดสเกลบนเหล็กกล้าไร้สนิม เกรด AISI 430



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2558

**EFFECTS OF BATCH ANNEALING ATMOSPHERES
ON SCALE FORMATION OF STAINLESS
STEEL AISI 430**



**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 2015

ผลของบรรยากาศในกระบวนการแบทช์แอนนีลลิ่งต่อการ

เกิดสเกลบนเหล็กกล้าไร้สนิม เกรด AISI 430

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(ผศ. ดร.ฐาปนีย์ พชรวิชญ์)

ประธานกรรมการ

(อ. ดร.สงบ คำค้อ)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)

(รศ. ดร.พรวิภา วังศ์ปัญญา)

กรรมการ

(อ. ดร.ปัญญา บัวสมนุรา)

กรรมการ

(อ. ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์)

กรรมการ

(ศ. ดร.ชูกิจ ลิมปิจำนงค์)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและนวัตกรรม

(รศ. ร.อ. ดร.กนต์ธร ชำนิประศาสน์)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ชนักิต สีเกาะ : ผลของบรรยากาศในกระบวนการแบทช์แอนนีลิ่งต่อการเกิดสเกลบน
เหล็กกล้าไร้สนิม เกรด AISI 430 (EFFECTS OF BATCH ANNEALING ATMOSPHERES
ON SCALE FORMATION OF STAINLESS STEEL AISI 430) อาจารย์ที่ปรึกษา :
อาจารย์ ดร.สงบ คำค้อ, 96 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของบรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อนต่อส่วนผสมทางเคมีและโครงสร้างจุลภาคของออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่ผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 โดยขั้นตอนการวิจัยเริ่มจากการตัดเหล็กกล้าไร้สนิมให้ได้ขนาด $15 \times 20 \times 3 \text{ mm}^3$ และชั่งน้ำหนักของชิ้นงานเริ่มต้น จากนั้นนำชิ้นงานไปอบอ่อนในเตาทรงทอ อุณหภูมิที่ใช้อบอ่อนคือ 720°C , 750°C และ 780°C ตามลำดับ เวลาที่ใช้อบอ่อนคือ 24 ชั่วโมง โดยบรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อน คือ อากาศปกติ แก๊สไนโตรเจน (99.9%) แก๊สผสม 5% และ 10% โดยปริมาตรของไฮโดรเจนผสมกับไนโตรเจน จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อนและชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนมาทำการวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ โดยภาพถ่ายตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานได้ทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM - EDS ทำการวิเคราะห์หองค์ประกอบทางเคมีของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานด้วยเทคนิค XRD จากผลการทดลองพบว่า ออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นจากการรีดร้อนมีลักษณะที่อัดแน่นและขรุขระซึ่งเกิดจากการรีด ซึ่งประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 ขณะที่เมื่อทำการอบอ่อนในบรรยากาศปกติ พบว่าชิ้นงานประกอบด้วยออกไซด์ชนิด Fe_2O_3 เป็นหลักและมีปริมาณมากกว่าชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน นอกจากนี้ น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อพื้นที่ยังเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้อบอ่อนเพิ่มขึ้น ส่วนชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจนพบว่าออกไซด์มีลักษณะที่คล้ายกับออกไซด์ที่เกิดในชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อนและน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ในขณะที่ชิ้นงานที่ถูกอบอ่อนในบรรยากาศ 5% โดยปริมาตรของไฮโดรเจนผสมกับไนโตรเจนพบว่าที่อุณหภูมิ 780°C พบชั้นออกไซด์ของ FeCr_2O_4 ล้อมรอบเกาะของออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุเหล็กบริสุทธิ์เป็นจำนวนมาก เช่นเดียวกับกับชิ้นงานที่ถูกอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมกับไนโตรเจน ซึ่งพบออกไซด์ในลักษณะนี้เช่นกันในทุกอุณหภูมิที่ทำการทดสอบอบอ่อน นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อทำการอบอ่อนชิ้นงานในบรรยากาศแบบรีดิวซ์ น้ำหนักของชิ้นงานมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มมากขึ้น

สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ

ปีการศึกษา 2558

ลายมือชื่อนักศึกษา _____

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา _____

THANAKIT SEEKOH : EFFECTS OF BATCH ANNEALING

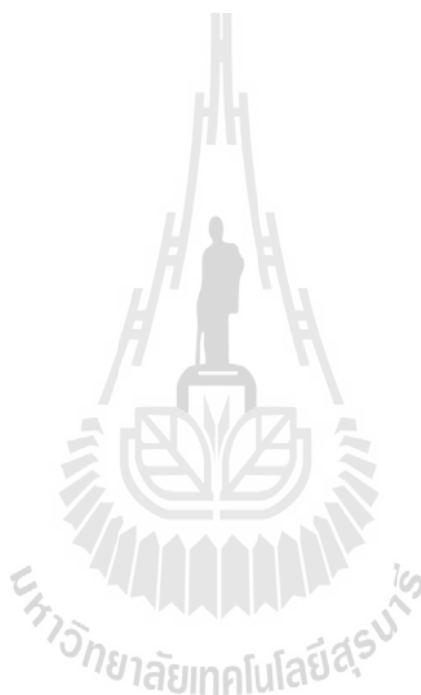
ATMOSPHERES ON SCALE FORMATION OF STAINLESS STEEL

AISI 430. THESIS ADVISOR : SAKHOB KHUMKOA, Dr.-Ing., 96 PP.

STAINLESS STEEL/ FERRITIC/BATCH ANNEALING/OXIDE SCALE

The effects of annealing atmospheres on the compositions and microstructures of the oxide scales formed on the AISI 430 stainless steel surface were investigated. The as-hot rolled sheets were cut into dimensions of 15mm x 20mm x 3mm, and were annealed in a laboratory tube furnace. The weight of specimens before and after annealing were recorded. The annealing was performed at 720°C, 750°C and 780°C for 24 hours. The atmospheres to which the specimens exposed were air, N₂ (99.9% purity), 5% vol H₂+N₂ and 10% vol H₂+N₂. A cross-section micrograph of each annealed specimen was obtained by using a scanning-electron microscope (SEM). Energy-dispersive spectroscopy (EDS) was employed to chemically analyze the oxide formed. X-ray diffraction (XRD) analyzes were conducted to identify the structures of the oxides formed on the annealed specimen. The oxide on the hot rolled specimens has a compact layer and rough surface caused by rolling. The oxide scale consisted of Fe₂O₃, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄. After annealing in the air atmosphere, the diffraction spectrum of Fe₂O₃ was major peak and had intensity more than the as-received samples. The weight change per surface area of the annealed samples in this atmosphere increased when the temperature increased. The oxide scale of annealed sample in N₂ atmosphere were formed similar to the oxide originated on as-received specimens, and the weight change per surface area of annealed specimens slightly

increased when the temperature increased. When the annealing was conducted in 5% vol H₂ balanced with N₂ at 780°C, the oxide consisted of layer of FeCr₂O₄ around Fe-rich island in the middle of oxide layers. Similar to the samples that were annealed in 10% vol H₂+N₂, the oxide consisted of layer of FeCr₂O₄ around Fe-rich island in the middle of oxide layers too. For annealing in 10% vol H₂+N₂ the weight change per surface area decreased when the temperature increased.



School of Metallurgical Engineering

Academic Year 2015

Student's Signature _____

Advisor's Signature _____

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลืออย่างยิ่ง ทั้งด้านวิชาการ และด้านการดำเนินการวิจัย จากบุคคลและกลุ่มบุคคลต่าง ๆ ได้แก่

อาจารย์ ดร.สงบ คำคือ อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้โอกาสทางการศึกษา ให้คำแนะนำปรึกษา ช่วยแก้ปัญหา และให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด รวมทั้งช่วยตรวจทาน และแก้ไขวิทยานิพนธ์เล่มนี้จนเสร็จสมบูรณ์

รองศาสตราจารย์ ดร.พรวิสา วงศ์ปัญญา อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่กรุณาให้คำปรึกษาด้านวิชาการ และให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาตลอด

คุณบรรณิณี พันธเสถียร นักวิทยาศาสตร์ ประจำห้องปฏิบัติการจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด คณะวิศวกรรมศาสตร์ ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยขอนแก่น ซึ่งให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือในการทำวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างดี

เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (อาคารเครื่องมือ6, อาคารเครื่องมือ10) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ซึ่งให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือต่าง ๆ ตลอดการทำวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างดี

ขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ผู้ให้ทุนวิทยานิพนธ์บัณฑิตศึกษา เพื่อเป็นงบประมาณสนับสนุนในการทำวิจัย

ขอขอบคุณ บริษัท โพลโค-ไทยน็อกซ์ จำกัด มหาชน ที่ให้ความอนุเคราะห์ชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด 430 ที่ใช้สำหรับการทำวิจัยครั้งนี้

สำหรับคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ผู้วิจัยขอมอบให้กับบิดา มารดา อันเป็นที่เคารพและรักยิ่ง ตลอดจนครูอาจารย์ที่เคารพทุกท่าน ซึ่งบุคคลเหล่านี้เป็นผู้ให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด อันเป็นส่วนสำคัญอย่างยิ่งที่ทำให้การทำวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ธนกิต สีเกาะ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย.....	4
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	5
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
2 ปิทธิรศ่นัวรณกรรณและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	6
2.1.1 ประเภทและส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	7
2.1.2 สมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	8
2.1.3 สมบัติต้านทานการกัดกร่อนและการใช้งาน ของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	9
2.2 การผลิตเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	10
2.2.1 การผลิตเหล็กม้วนรีดร้อน.....	11
2.2.2 การผลิตเหล็กม้วนรีดเย็นเฟอร์ริติก.....	12
2.3 การเกิดออกซิเดชันของ โลหะที่อุณหภูมิสูง.....	13
2.4 เทอร์โมไดนามิกส์ของการเกิดออกซิเดชัน.....	15

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5	เทคนิคการวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีและการบ่งลักษณะของออกไซด์สเกล	17
2.6	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	18
2.6.1	ลักษณะออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อน	18
2.6.2	ลักษณะออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมหลังจากการอบอ่อนในบรรยากาศต่าง ๆ	22
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	26
3.1	วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี	26
3.1.1	วัสดุที่ใช้ในการวิจัย.....	26
3.1.2	อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย	27
3.1.3	สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย	29
3.2	ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย	29
3.2.1	การเตรียมชิ้นงานก่อนการทดสอบการอบอ่อน.....	30
3.2.2	การชั่งน้ำหนักและคำนวณพื้นที่ผิวก่อนการทดสอบการอบอ่อน	31
3.2.3	ขั้นตอนการติดตั้งชิ้นงานและการทดสอบการอบอ่อน	32
3.2.4	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานเพื่อการวิเคราะห์ห้ออกไซด์สเกล.....	36
3.2.5	การวิเคราะห์ห้ออกไซด์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ.....	39
4	ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	40
4.1	ความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ผ่านการรีดร้อนและผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศต่าง ๆ	40
4.2	การตรวจสอบลักษณะของออกไซด์ด้วยสายตา.....	42
4.2.1	ลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อน	42
4.2.2	ลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกหลังจากการอบอ่อน	42
4.3	ผลการวิเคราะห์ห้ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน	44

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.4	ผลการวิเคราะห์ห้อยกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ	48
4.5	ผลการวิเคราะห์ห้อยกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจน	53
4.6	ผลการวิเคราะห์ห้อยกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน	58
4.7	ผลการวิเคราะห์ห้อยกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน	63
4.8	การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อพื้นที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศแบบต่าง ๆ	72
4.9	แนวทางการเลือกใช้สภาวะการอบอ่อนในทางอุตสาหกรรม	73
5	สรุปการทดลอง	74
	รายการอ้างอิง	76
	ภาคผนวก	
	ภาคผนวก ก ผลการทดสอบออกซิเดชัน	79
	ภาคผนวก ข บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ระหว่างศึกษา	84
	ประวัติผู้เขียน	96

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกชนิดต่าง ๆ.....7
2.2	สมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรดต่าง ๆ.....8
2.3	ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมที่ใช้ในการทดลอง.....18
2.4	น้ำหนักเฉลี่ยของชิ้นงานหลังจากการทดสอบออกซิเดชัน 24 ชั่วโมง.....24
3.1	ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430.....26
3.2	อุณหภูมิและบรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อน.....35
4.1	ความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่อบอ่อนภายใต้บรรยากาศต่าง ๆ.....41
4.2	ส่วนผสมทางเคมีของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนซึ่งได้จากการวิเคราะห์ด้วยด้วยเทคนิค EDS แบบจุด ที่ตำแหน่งวัดในรูปที่ 4.4.....47

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 ตัวอย่างการใช้งานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกโดยการประกอบเป็นชิ้นส่วนยานยนต์.....	1
1.2 ขั้นตอนการผลิตเหล็กกล้าไร้สนิมรีดร้อนเฟอร์ริติก.....	2
1.3 การรีดลดขนาดแบบต่อเนื่องและรีดลดขนาดแบบซ้ำไปมา.....	3
1.4 การรีดเย็นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430.....	4
2.1 โครงสร้างจุลภาคโดยทั่วไปของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	6
2.2 ตัวอย่างการใช้งานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก ก) ท่อไอเสียรถยนต์ ข) งานตกแต่งทางด้านสถาปัตยกรรม ค) อุปกรณ์เครื่องครัว.....	9
2.3 กระบวนการผลิตเหล็กม้วนรีดร้อนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	11
2.4 กระบวนการผลิตเหล็กม้วนรีดเย็นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก.....	13
2.5 กลไกการเกิดออกซิเดชันที่ผิวของโลหะ.....	14
2.6 แผนภาพเอลลิงแฮมการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะ.....	16
2.7 ภาพตัดขวางแสดงลักษณะออกไซด์สเกลของเหล็กกล้าไร้สนิม เกรด AISI 430.....	19
2.8 ลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน.....	20
2.9 ภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน.....	21
2.10 การวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ด้วย Glow Discharge Spectrometer.....	21
2.11 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของออกไซด์บนเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติก เกรด AISI 410 ที่ผ่านการรีดร้อนและอบอ่อน.....	22
2.12 ภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดบนเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติก เกรด AISI 410 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศแบบต่าง ๆ ก) อากาศแห้ง ข) อากาศชื้น ค) แก๊สไนโตรเจน ง) แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน.....	23
2.13 น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด Fe-20Cr และ AISI 430 เมื่อทดสอบออกซิเดชันเป็นระยะเวลา 1000 ชั่วโมง.....	24

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.14 ภาพตัดขวางที่ถ่ายด้วย SEM ของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 800°C ก) อากาศแห้ง ข) อากาศชื้น.....	25
3.1 เตาเผาอุณหภูมิสูง.....	28
3.2 เร็กกูเรเตอร์และอุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊ส.....	28
3.3 ขั้นตอนการทดลองในงานวิจัย.....	29
3.4 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานที่จะนำไปอบอ่อน.....	30
3.5 ขนาดของชิ้นงานที่นำไปใช้ในการทดสอบ.....	31
3.6 การวัดขนาดชิ้นงานก่อนการทดสอบการเกิดออกซิเดชัน.....	31
3.7 ลักษณะการกระจายตัวของอุณหภูมิภายในเตาทรงท้อ.....	32
3.8 อุปกรณ์แขวนชิ้นงานสำหรับการทดสอบออกซิเดชัน.....	32
3.9 ลักษณะของการวางชิ้นงานภายในเตาทรงท้อ.....	33
3.10 ภาพจำลองการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการอบอ่อนภายในเตาทรงท้อ.....	34
3.11 สภาวะการทดสอบการอบอ่อนในเตาทรงท้อ.....	35
3.12 ขั้นตอนการวิเคราะห์ห่ออกไซด์ของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและ ที่ผ่านการอบอ่อนภายใต้บรรยากาศแบบต่าง ๆ.....	36
3.13 ลักษณะของชิ้นงานที่ถูกตัดแบ่งครึ่งเพื่อนำไปวิเคราะห์ภาคตัดขวาง.....	37
3.14 ลักษณะการวางชิ้นงานในเครื่องตัด ไร้คัทก่อนที่จะทำการตัดขวางชิ้นงาน.....	37
3.15 การทำตัวเรือนแบบหล่อเย็นภายใน โถดูดอากาศ ก) ลักษณะของการวางชิ้นงานในโถดูดอากาศ ข) ลักษณะของชิ้นงานที่วางในท่อ PVC.....	38
3.16 ลักษณะการวางชิ้นงานในการวิเคราะห์ห่ออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	39
4.1 การวัดความหนาของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน.....	41
4.2 ลักษณะพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและการอบอ่อนในเตาทรงท้อที่มีอุณหภูมิและบรรยากาศในการอบอ่อนแตกต่างกัน.....	43

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.3	ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนที่บริเวณผิวด้านบนและผิวด้านล่างชิ้นงาน.....44
4.4	ผลวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค EDS mapping.....46
4.5	แผนภาพจำลองการเกิดออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน.....47
4.6	ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....48
4.7	ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....50
4.8	ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....51
4.9	ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....52
4.10	ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....53
4.11	ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....55

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	56
4.13 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	57
4.14 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมในไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	58
4.15 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมในไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	60
4.16 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมในไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	61
4.17 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมในไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	62
4.18 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมในไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	63

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.19 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	65
4.20 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS line scan.....	66
4.21 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	67
4.22 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS line scan.....	68
4.23 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping.....	69

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.24 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS line scan.....	70
4.25 ภาพจำลองแสดงลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นก่อนและหลังการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสมของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน.....	71
4.26 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ ไนโตรเจน แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน และแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เวลา 24 ชั่วโมง.....	72

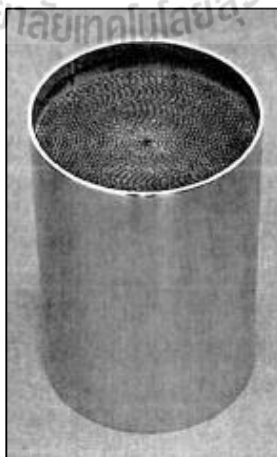
บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

เหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) เป็นวัสดุที่สามารถใช้งานได้หลากหลาย ในปัจจุบันพบว่า เหล็กกล้าไร้สนิมเป็นวัสดุที่ถูกเลือกใช้งานเป็นลำดับแรก ๆ ในอุตสาหกรรมเคมี เนื่องจากมีความต้านทานการกัดกร่อนและสมบัติเชิงกลที่ดี นอกจากนี้ยังพบว่าเหล็กกล้าไร้สนิมนั้นยังสามารถประยุกต์ใช้งานกับอุตสาหกรรมอื่น ๆ ได้อีกมากมาย ตัวอย่างเช่น อุตสาหกรรมเครื่องครัว อุตสาหกรรมอาหาร ด้านสถาปัตยกรรมและโครงสร้าง และการใช้งานที่อุณหภูมิสูง

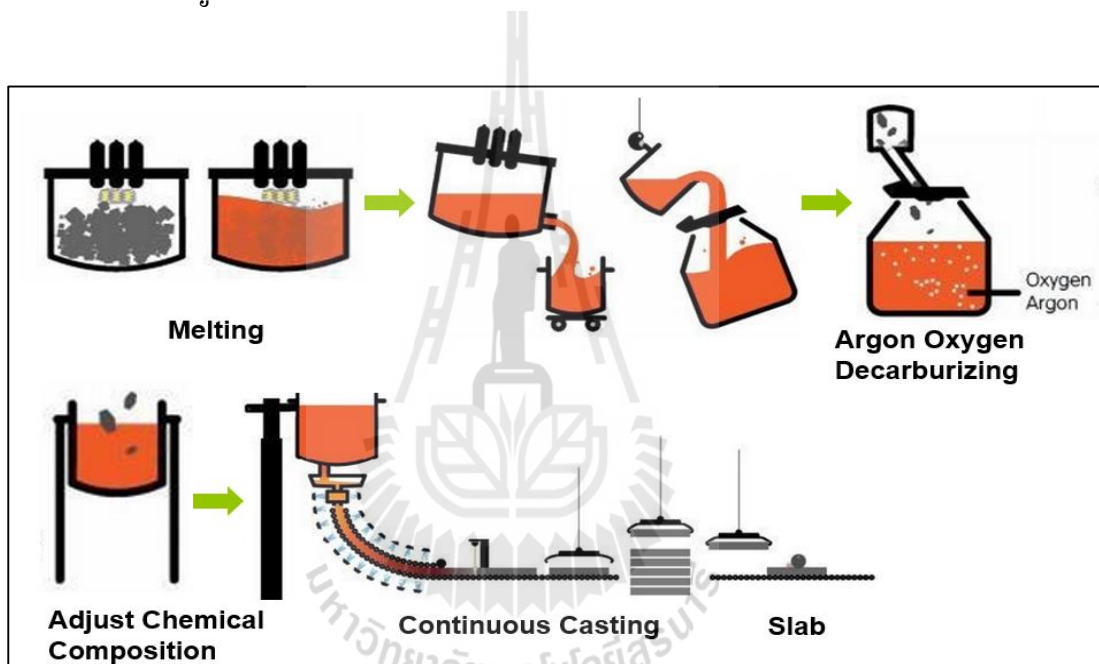
ในอดีตนั้นพบว่าเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกได้ถูกใช้งานในงานที่ต้องการต้านทานอุณหภูมิสูงเป็นอย่างมาก อย่างไรก็ตาม ได้มีการพยายามที่จะพัฒนาเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดเฟอร์ริติกเพื่อให้แทนที่เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกในการใช้งานบางประเภทได้ เช่น ชิ้นส่วนท่อไอเสียในรถยนต์ที่ต้องสามารถทนการใช้งานที่อุณหภูมิสูงถึง 1100°C ทั้งนี้ เนื่องจากเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกมีข้อดีคือ ราคาที่ถูกกว่าเพราะมีนิเกิลในปริมาณที่น้อยกว่า และมีสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่ต่ำซึ่งเป็นสิ่งสำคัญในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง (Carlos, E.R.C., et al., 2006)



รูปที่ 1.1 ตัวอย่างการใช้งานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกโดยการประกอบเป็นชิ้นส่วนยานยนต์

(Carlos, E.R.C., 2006)

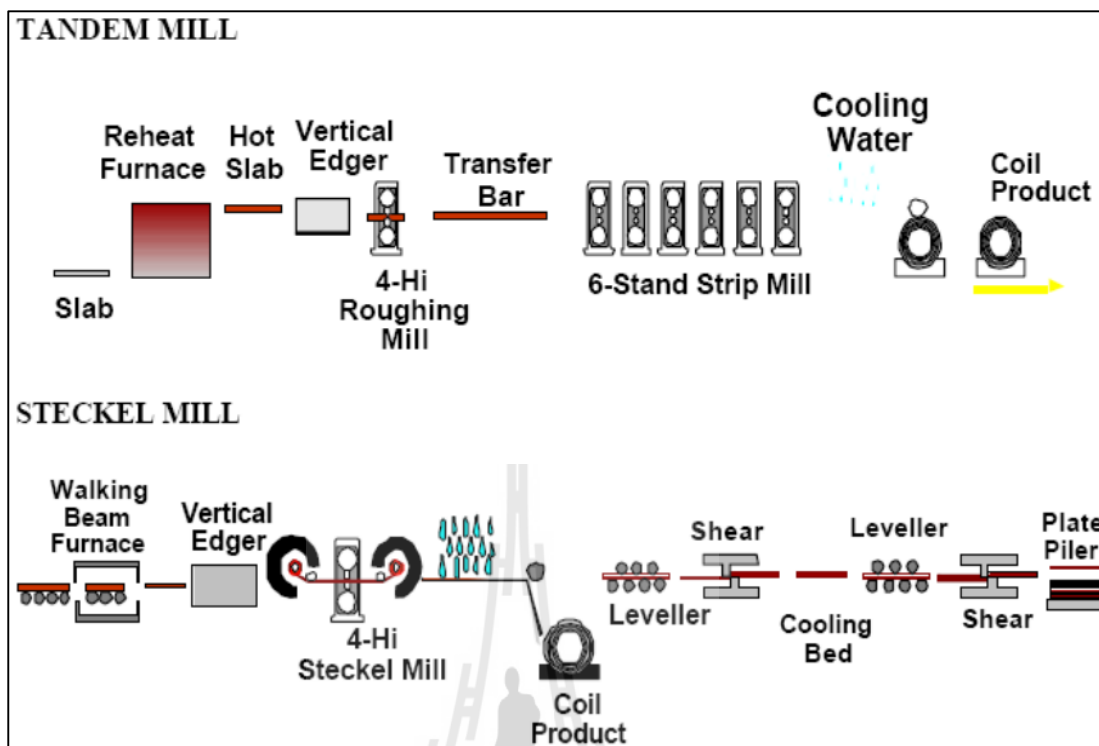
การผลิตเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกนั้นได้แสดงไว้ดังรูปที่ 1.2 เริ่มจากการนำวัตถุดิบซึ่งประกอบไปด้วย เศษเหล็กกล้าไร้สนิม เฟอร์โรอัลลอยด์และถ่านโค้ก นำไปหลอมในเตาอาร์กไฟฟ้า (electric arc furnace) โดยในขั้นตอนนี้ น้ำเหล็กที่ได้จะมีอุณหภูมิประมาณ 1700°C จากนั้น น้ำเหล็กที่ได้จะถูกนำไปลดคาร์บอนให้ได้ตามปริมาณที่ต้องการ โดยการพ่นแก๊สผสมระหว่างอาร์กอนและออกซิเจน กระบวนการนี้เรียกว่า argon oxygen decarburizing (AOD) หลังจากนั้น น้ำเหล็กจะถูกเทลงในถังปรุงน้ำเหล็ก (ladle) เพื่อทำการปรับปรุงส่วนผสมทางเคมีจนได้ส่วนผสมตามที่ต้องการ แล้วจึงนำไปหล่อแบบต่อเนื่อง (continuous casting) จนได้เป็นแท่งเหล็กกล้าไร้สนิมขนาดใหญ่



รูปที่ 1.2 ขั้นตอนการผลิตเหล็กกล้าไร้สนิมรีดร้อนเฟอร์ริติก

(Arcelor Mittal Stainless Steel Europe, www, 2016)

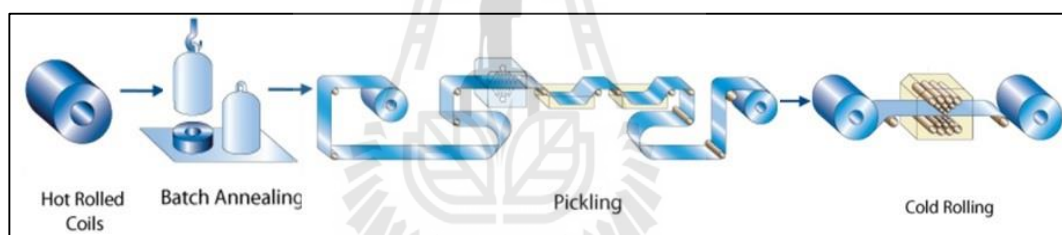
จากนั้นแท่งเหล็กกล้าไร้สนิมจะถูกนำไปรีดร้อนซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทคือการรีดลดขนาดแบบต่อเนื่อง (tandem mill) และการรีดลดขนาดแบบรีดซ้ำไปมา (steckel mill) จนได้ขนาดตามที่ต้องการ เมื่อทำการรีดร้อนแล้วเหล็กกล้าไร้สนิมจะถูกม้วนเพื่อนำไปรีดเย็นต่อไปดังแสดงในรูปที่ 1.3 โดยเรียกเหล็กกล้าไร้สนิมม้วนรีดร้อนนี้ว่า เหล็กม้วนดำหรือที่เรียกกันทั่วไปในโรงงานว่าเหล็กคอยล์ดำ (black coil) เพราะมีออกไซด์เคลือบดำ (primary oxide) ปรางูอยู่ผิว



รูปที่ 1.3 การรีดลดขนาดแบบต่อเนื่องและรีดลดขนาดแบบเข้าไปมา (Collins, L., 2002)

หลังจากทำการรีดร้อนแล้วเหล็กกล้าไร้สนิมจะถูกนำมารีดเย็นต่อไปเพื่อให้ได้ผิวที่สวยงาม ซึ่งขั้นตอนการรีดเย็นเหล็กกล้าไร้สนิมเพอร์ริติกได้แสดงไว้ดังรูปที่ 1.4 โดยเหล็กกล้าไร้สนิมเพอร์ริติกจะถูกอบอ่อนด้วยกระบวนการ BAF (batch annealing furnace) เพื่อลดความเค้นตกค้าง (residual stress) และปรับโครงสร้างจุลภาคให้เหมาะสมต่อการรีดเย็น แล้วจึงส่งไปทำความสะอาดผิวด้วยแรงทางกลและกระบวนการทางเคมีที่ขั้นตอน APR (annealing and pickling of raw material) ซึ่งจะได้แผ่นเหล็กที่มีพื้นผิวที่สะอาดและปราศจากออกไซด์เรียกว่า white coil ที่เหมาะสำหรับกระบวนการรีดเย็น หลังจากรีดเย็นแล้วจะต้องนำคอยล์ไปอบอ่อนเพื่อทำให้คอยล์เกิดการตกผลึกใหม่ได้ซึ่งจะได้เกรนที่กลมและมีขนาดพอเหมาะกับการใช้งาน โดยหากต้องการผิวด้านก็ต้องอบอ่อนที่กระบวนการ APF (annealing and pickling of final product) ส่วนผิวมันเงาต้องอบอ่อนที่กระบวนการ BAL (bright annealing line) หลังจากนั้นจึงเข้าสู่กระบวนการรีดเพื่อปรับความเรียบผิวที่ SPM (skin pass mill) ก่อนที่จะส่งไปตัดแบ่งคอยล์ขายต่อไป

ในกระบวนการอบอ่อนเหล็กม้วนรีดร้อน (hot rolled coil) เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 เพื่อปรับโครงสร้างจุลภาคให้เหมาะสมก่อนที่จะทำการรีดเย็นนั้น จะทำโดยนำม้วนเหล็กไปอบในเตาอบอ่อนทรงระฆัง (batch annealing furnace) ซึ่งในระหว่างการอบอ่อนนั้นจะเกิดสเกลซึ่งเป็นออกไซด์ของเหล็กบนพื้นผิวเหล็กที่เรียกว่า ออกไซด์ทุติยภูมิ (secondary oxide) ดังนั้นจึงจำเป็นที่จะต้องกำหนดลักษณะบรรยากาศภายในเตาอบอ่อนให้เหมาะสมจึงจะทำให้ได้เหล็กที่ได้จากการอบอ่อนมีโครงสร้างจุลภาคที่เหมาะสมและเกิดสเกลชนิดที่สามารถกำจัดออกได้ง่ายในขั้นตอนต่อไป อย่างไรก็ตามการเกิดสเกลบนผิวเหล็กนั้นจะขึ้นอยู่กับชนิดของบรรยากาศที่ใช้ทำการอบอ่อน ซึ่งในปัจจุบันมีการใช้บรรยากาศภายในเตา 3 แบบ คือ อากาศปกติ แก๊สไนโตรเจนและไฮโดรเจน ซึ่งบรรยากาศแต่ละแบบมีข้อดีข้อเสียแตกต่างกัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะศึกษาอิทธิพลของชนิดของบรรยากาศแบบต่าง ๆ ที่ใช้ในการอบอ่อนที่มีผลต่อการเกิดสเกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 เพื่อให้สามารถเปรียบเทียบกันได้และปรับปรุงให้เหมาะสมต่อการพัฒนากระบวนการผลิต



รูปที่ 1.4 การรีดเย็นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 (Posco-Thainox, www, 2014)

1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย

1.2.1 ศึกษาผลของบรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อนที่มีผลต่อลักษณะพื้นฐานและส่วนผสมทางเคมีของออกไซด์ที่เกิดบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430

1.2.2 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนต่อลักษณะพื้นฐานและส่วนผสมทางเคมีของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 ในงานวิจัยนี้เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ขนาด 15x20x3 mm³ ถูกใช้เพื่อศึกษาลักษณะสัณฐานและส่วนผสมทางเคมีของออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน และออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นหลังจากการจำลองการอบอ่อนภายในเตาทรงทอภายใต้บรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ แก๊สไนโตรเจน แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนกับไนโตรเจน และ แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนกับไนโตรเจน

1.3.2 อุณหภูมิที่ใช้ในการจำลองการอบอ่อน คือ 720°C, 750°C และ 780°C

1.3.3 ศึกษาลักษณะสัณฐานของออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นจากกระบวนการรีดร้อนและออกไซด์สเกลที่เกิดจากการจำลองการอบอ่อนโดยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (optical microscope) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของออกไซด์สเกลด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction) และ เทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive x-ray spectrometer)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบถึงลักษณะการเกิดออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นจากการรีดร้อนและออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นจากการอบอ่อนในบรรยากาศและอุณหภูมิที่แตกต่างกัน อันจะเป็นประโยชน์ในขั้นตอนถัดไปในการเลือกสภาวะการขจัดออกไซด์ให้เหมาะสมกับบรรยากาศอบอ่อนแบบนั้น ๆ

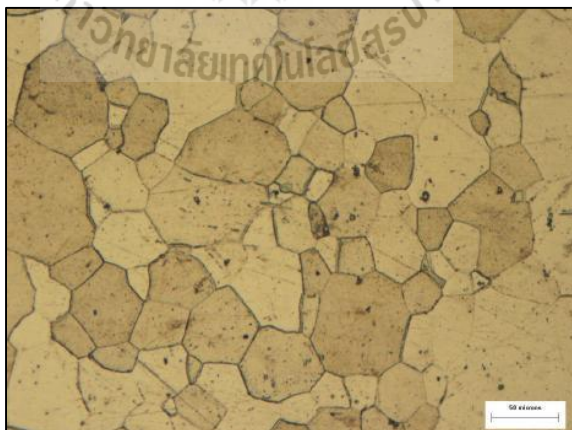
1.4.2 ใช้เป็นแนวทางในกระบวนการทางอุตสาหกรรมการผลิตเหล็กกล้าไร้สนิม

บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก (ferritic stainless steel)

เหล็กกล้าไร้สนิมเป็นโลหะผสมทางการค้าที่สำคัญ เนื่องจากคุณสมบัติที่ดีหลายประการ โดยในศตวรรษที่ผ่านมาพบว่า ความต้องการในการใช้งานของเหล็กกล้าไร้สนิมเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และได้มีการนำไปใช้งานหลากหลาย เหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มเฟอร์ริติกจัดเป็นเหล็กกล้าชนิดที่มีเหล็กเป็นธาตุผสมหลัก (iron-based alloys) และมีโครเมียมเป็นธาตุผสมอยู่ในช่วง 10.5-30% ซึ่งโครเมียมจัดเป็นธาตุที่เพิ่มความเสถียรให้กับเฟสเฟอร์ไรต์ (ferrite stabilizer) ดังนั้นเหล็กกล้าไร้สนิมประเภทนี้จึงมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ BCC (body centered cubic) และมีโครงสร้างพื้นเป็นเฟอร์ไรต์ พร้อมทั้งมีคาร์ไบด์ชนิดต่าง ๆ กระจายอยู่ทั่วไปดังที่แสดงในรูปที่ 2.1 ซึ่งคาร์ไบด์มักอยู่ในรูปของ เฟสซิกม่า (sigma phase) เฟสไฉ (chi phase) เฟสเลฟส์ (Laves-phase) และคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ นอกจากนี้ยังมีธาตุผสมอื่น ๆ ที่เติมลงไปเพื่อเพิ่มความเสถียรให้กับเฟสเฟอร์ไรต์ เช่น ซิลิกอน โมลิบดีนัม อะลูมิเนียม เป็นต้น



รูปที่ 2.1 โครงสร้างจุลภาคโดยทั่วไปของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก (สยาม แก้วคำไสย์, 2533)

2.1.1 ประเภทและส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก

เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภท (Jonathan, B., Gordon, P., 1999) คือ

2.1.1.1 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกโครเมียมต่ำ มีโครเมียมช่วง 10-14%

2.1.1.2 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกโครเมียมปานกลาง มีโครเมียมอยู่ในช่วง 14-19% เช่น เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด 430 ซึ่งมีคาร์บอนสูง

2.1.1.3 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกซูเปอร์เฟอร์ริติก มีโครเมียมสูงถึง 30% โดยเหล็กกล้าไร้สนิมในกลุ่มนี้จะมีคาร์บอนและไนโตรเจนต่ำ

ตารางที่ 2.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกชนิดต่าง ๆ

(Jonathan, B., Gordon, P., 1999)

Alloy	UNS No	C	Cr	Mo	Ni	Ti	Nb	Other
เหล็กกล้าไร้สนิมโครเมียมต่ำ								
405	S40500	0.08	11.5-14.5	-	-	-	-	0.10-0.30Al
YUS 405 Si	-	0.08	12.0	-	-	-	-	0.15Al, 2Si
409	S40900	0.08	10.50-11.75	-	0.5	6xC	-	-
409Ni	S40975	-	-	-	-	-	-	-
409Cb ^b	S41045	0.02	12.5	-	0.2	-	0.4	-
410	S41003	0.03	10.50-12.50	-	1.5	0.002	-	0.03N
410S	S41008	0.08	11.50-13.50	-	0.6	-	-	1Si
12Sr	-	0.2	12.0	-	-	0.3	-	1.2Al
เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกโครเมียมปานกลาง								
430	S43000	0.12	16.0-18.0	-	-	-	-	-
430F	S43020	0.12	16.0-18.0	-	-	-	-	0.06P, 0.1S
430F Se	S43023	0.12	16.0-18.0	-	-	-	-	0.15 Min Se
434	S43400	0.12	16.0-18.0	0.75	-	-	-	-
435Mod	-	0.013	19.0-20.0	-	0.29	-	0.6	0.44Si
436	S43600	0.12	16.0-18.0	0.75	-	-	0.5	-

2.1.2 สมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก

เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกมีสมบัติเชิงกลที่ดี อยู่ในระดับปานกลางของเหล็กกล้าไร้สนิมทั้งหมด โดยจัดเป็นเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีความแข็งแรงที่จุดคราก (yield strength) ปานกลางและมีค่ามากกว่าเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก มีการยืดตัว (elongation) และคุณสมบัติการขึ้นรูปที่ดี โดยตารางที่ 2.2 ได้แสดงสมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรดต่าง ๆ

ตารางที่ 2.2 สมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรดต่าง ๆ

(Jonathan, B., Gordon, P., 1999)

เกรด	ความแข็งแรงดึง (MPa)	ความเค้นที่จุดคราก 0.2%(MPa)	เปอร์เซ็นต์การยืดตัว	ความแข็ง (Rockwell B)
405	448	276	25	75
409	450	240	25	75
429	486	293	30	76
434	538	441	32	89
430	517	310	30	82
430Fe	551	379	25	86
439	482	280	30	83
444	483	276	30	83

2.1.3 สมบัติต้านทานการกัดกร่อนและการใช้งานของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก

เหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มเฟอร์ริติกมีข้อดีหลายประการ คือ มีความต้านทานการกัดกร่อนทั้งผิวหน้า ต้านทานการแตกร้าวเนื่องจากความเค้นร่วมกับการกัดกร่อนในสภาวะแวดล้อมที่มีคลอไรด์ (chloride stress corrosion cracking) ต้านทานการกัดกร่อนจากบรรยากาศ (atmospheric corrosion) ทนต่อการเกิดออกซิเดชัน ทนต่อการกัดกร่อนแบบรูเข็ม ทนต่อการกัดกร่อนภายใต้รอยเชื่อม นอกจากนี้ยังมีความต้านทานในสภาวะแวดล้อมที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบที่อุณหภูมิสูง ต้านทานต่อสารละลายกรดอินทรีย์ที่ดี ในปัจจุบัน พบว่าเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มเฟอร์ริติกถูกใช้แทนที่เหล็กกล้าไร้สนิมเกรดออสเทนนิติกเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากปัจจัยต่าง ๆ ดังนี้ 1) นิกเกิลซึ่งเป็นส่วนผสมหลักของเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติกมีราคาสูงขึ้น 2) สามารถกลึง ไส ตัด เจาะ ขึ้นรูปได้ง่ายกว่าและมีการหดตัวกลับน้อย 3) มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่ต่ำซึ่งเป็นข้อดีเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูง 4) เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกมีการต้านทานการเกิดออกซิเดชันและมีการนำความร้อนที่ดีกว่า โดยชิ้นส่วนที่นิยมผลิตจากเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกได้ถูกแสดงไว้ในรูปที่ 2.2 ตัวอย่างเช่น งานตกแต่งทางด้านสถาปัตยกรรม ชิ้นส่วนในระบบท่อไอเสีย อุปกรณ์เครื่องครัว เป็นต้น



รูปที่ 2.2 ตัวอย่างการใช้งานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก ก) ท่อไอเสียรถยนต์

ข) งานตกแต่งทางด้านสถาปัตยกรรม ค) อุปกรณ์เครื่องครัว

(Posco-Thainox, www, 2014)

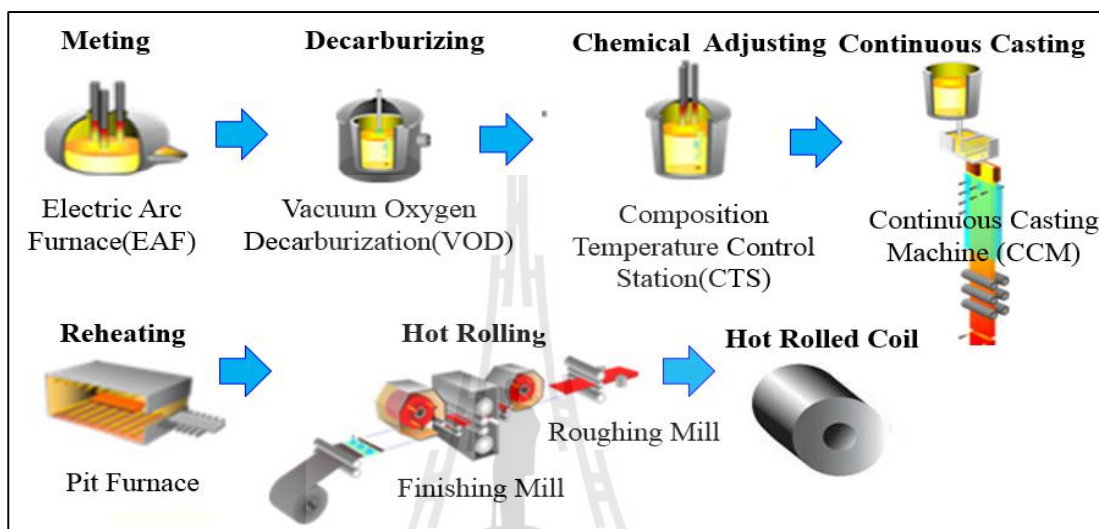
อย่างไรก็ตาม ข้อเสียของเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มเฟอร์ริติก คือ เนื่องจากมีปริมาณคาร์บอน และไนโตรเจนสูง ซึ่งเป็นธาตุที่มีความสามารถในการละลายใน โครงสร้างผลึกแบบ bcc ได้น้อย จึง มักเกิดการฟอร์มตัวของโครเมียมคาร์ไบด์หรือไนไตรต์ตามขอบเกรน ทำให้บริเวณข้างเคียงมี ปริมาณโครเมียมลดลง (chromium depletion) ส่งผลให้เกิดการกัดกร่อนตามขอบเกรนได้ง่าย และ ยังเกิดการแตกเปราะหลังกระบวนการทางความร้อน หรืออาจกล่าวในอีกนัยหนึ่งได้ว่าเกิดคาร์ไบด์ ในช่วงอุณหภูมิวิกฤติได้ง่ายหรือที่เรียกกันว่า “sensitization” อย่างมากเมื่อเทียบกับกลุ่มออสเทนิติก นอกจากนี้ สำหรับเกรดที่มีโครเมียมและ โมลิบดีนัมผสมในปริมาณต่ำ ถ้าใช้งานหรือมีการบ่มแข็ง (aging) ในช่วงอุณหภูมิ 500-950°C จะเกิดการตกตะกอนของเฟสซิกม่า สำหรับเกรดที่มีโครเมียม ผสมสูงมากกว่า 18% เช่น เกรด AISI 446 มักจะเกิดการแตกเปราะในช่วงอุณหภูมิ 450-550°C โดยเกิดการตกตะกอนของเฟสแอลฟาไพรม์ (alpha prime) ซึ่งเรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่า การแตกเปราะที่อุณหภูมิ 475°C (475°C embrittlement) ทำให้วัสดุมีความเหนียวและความแกร่ง ลดลง โดยเวลาที่ใช้ในการตกตะกอนของเฟสแอลฟาไพรม์นั้นจะนานกว่าเวลาที่ใช้ในการเกิด คาร์ไบด์/ไนไตรต์ตามขอบเกรน ดังนั้น การตกตะกอนของแอลฟาไพรม์จึงมักเกิดจากสภาวะการใช้ งาน (in-service exposure) ในขณะที่การเกิดคาร์ไบด์/ไนไตรต์ตามขอบเกรนจะเกิดในช่วงอุณหภูมิ ที่ส่งเสริมให้เกิดก่อนข้างขึ้น เช่น ระหว่างกระบวนการทางความร้อนหรือการเชื่อม กล่าวคือ การ ฟอร์มตัวของคาร์ไบด์ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิมากกว่าเวลา ซึ่งความแข็งที่เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญสามารถ ใช้เป็นดัชนีวัดความเปราะของวัสดุได้เมื่อเทียบกับชิ้นงานที่มีสภาพปกติ นอกจากนี้ เหล็กกล้า ไร้สนิมกลุ่มเฟอร์ริติกยังมีความสามารถในการเปลี่ยนแปลงรูปร่างและความแข็งแรงต่ำ มีช่วง อุณหภูมิเปลี่ยนพฤติกรรมเหนียวไปเป็นเปราะ (brittle-ductile transition temperature) ที่สูงกว่า อุณหภูมิห้อง และมีความไวต่อการแตกเปราะเมื่อสัมผัสกับสิ่งแวดล้อมที่มีไฮโดรเจน (hydrogen embrittlement) (สยาม แก้วคำไสย์, 2553)

2.2 การผลิตเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก

ในปัจจุบันพบว่าโรงงานที่ผลิตเหล็กกล้าไร้สนิมนั้นได้กระจายอยู่ในหลายประเทศ และสามารถแบ่งโดยคร่าว ๆ ได้เป็น 2 กลุ่ม คือ โรงงานระดับใหญ่ โดยจะเริ่มตั้งแต่กระบวนการ หลอมวัตถุดิบเริ่มต้นและการปรับปรุงส่วนผสมทางเคมี ส่วนโรงงานระดับกลาง จะรับเหล็กม้วน ริความร้อนจากผู้ผลิต เพื่อนำมาเป็นวัตถุดิบเริ่มต้น กระบวนการผลิตเพื่อให้ได้เหล็กม้วนรีดเย็น ของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกนั้นประกอบไปด้วยขั้นตอนต่อเนื่องหลัก ๆ 2 ขั้นตอน คือ การผลิต เหล็กม้วนรีดร้อนและการผลิตเหล็กม้วนรีดเย็น

2.2.1 การผลิตเหล็กม้วนรีดร้อน

การผลิตเหล็กม้วนรีดร้อนนั้นมีวัตถุประสงค์เพื่อนำเหล็กม้วนรีดร้อนที่ได้ไปเป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการผลิตเหล็กม้วนรีดเย็น ซึ่งกระบวนการผลิตเหล็กม้วนรีดร้อนได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.3 ประกอบไปด้วยขั้นตอนต่าง ๆ ดังนี้



รูปที่ 2.3 กระบวนการผลิตเหล็กม้วนรีดร้อนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก

(Nippon Yakin, www, 2003)

2.2.1.1 การหลอม (melting) วัตถุดิบเริ่มต้น เช่น เศษเหล็กกล้า เศษเหล็กกล้าไร้สนิม โครเมียม เฟอร์โรอัลลอยด์ จะถูกหลอมในเตาอาร์กไฟฟ้าเพื่อให้ได้น้ำเหล็กหลอมเหลว

2.2.1.2 การปรับปรุงส่วนผสมทางเคมี (refining and chemical adjusting) น้ำเหล็กที่ได้จากเตาอาร์กไฟฟ้าจะถูกนำไปผ่านกระบวนการ argon oxygen decarburizing (AOD) เพื่อลดปริมาณคาร์บอนในน้ำเหล็กหลอมเหลว โดยฟลักซ์อาร์กอนและแก๊สออกซิเจนเข้าไปในเตาแปลงสภาพ (converter) นอกจากนี้ในขั้นตอนนี้ยังมีการเติมธาตุผสมต่าง ๆ เพื่อให้ได้ส่วนผสมทางเคมีตามที่เราต้องการ หลังจากนั้นน้ำเหล็กที่ได้จะถูกเทลงไปยังเลดเดิล (ladle) เพื่อทำการปรับปรุงส่วนผสมทางเคมีอีกครั้งและทำการปรับอุณหภูมิก่อนที่จะนำไปหล่อแบบต่อเนื่อง

2.2.1.3 การหล่อแบบต่อเนื่อง (continuous casting) น้ำเหล็กที่ถูกปรับปรุงส่วนผสมทางเคมีและปรับอุณหภูมิให้ได้ตามที่ต้องการจะถูกเทลงไปยังบริเวณที่รองรับ (tundish) ของเครื่องหล่อแบบต่อเนื่องเพื่อทำการรีดให้มีขนาดหน้าประมาณ 200 มิลลิเมตร ซึ่งในระหว่าง

กระบวนการหล่อแบบต่อเนื่องนี้ น้ำเหล็กจะเกิดการเย็นตัวและการแข็งตัวของเหล็กกล้าไร้สนิม กลายเป็นแท่งเหล็กกิ่งสำเร็จ หลังจากนั้นแท่งเหล็กกล้าไร้สนิมที่แข็งตัวจะถูกตัดให้ได้ความยาว ตามที่ต้องการ โดยผลิตภัณฑ์กิ่งสำเร็จมีหลากหลายรูปร่าง เช่น slab, billet หรือ bloom และใน ขั้นตอนสุดท้าย ผลิตภัณฑ์กิ่งสำเร็จของเหล็กกล้าไร้สนิมที่ได้จากการหล่อต่อเนื่องจะถูกนำไป เตรียมผิวเพื่อป้อนเข้าสู่กระบวนการผลิตขั้นต่อไป

2.2.1.4 การรีดร้อน (hot rolling) ผลิตภัณฑ์กิ่งสำเร็จที่ได้จากการหล่อ แบบต่อเนื่องจะถูกนำไปเผาภายในเตา (reheating furnace) เพื่อให้แท่งเหล็กมีอุณหภูมิ 1250°C จากนั้นแท่งเหล็กกล้าไร้สนิมจะถูกนำไปรีดเพื่อลดความหนาให้เหลือประมาณ 30-35 มิลลิเมตร ด้วยแท่นรีดหยาบ (roughing mill) โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกเรียกว่า black plate จากนั้นแผ่น เหล็กกล้าไร้สนิมจะถูกนำไปเผาให้ความร้อนภายในอุโมงค์ความร้อน (thermal tunnel) เพื่อปรับ อุณหภูมิ ก่อนที่จะนำไปรีดด้วยลูกรีดชุดสุดท้าย (finishing mill) เพื่อลดความหนาให้เหลือประมาณ 3-6 มิลลิเมตร จากนั้นจึงทำการม้วนเก็บ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นตอนนี้ถูกเรียกว่า คอยล์ดำ (black coil) เนื่องจากในขั้นตอนนี้จะสังเกตเห็นว่ามีออกไซด์สเกลเกิดขึ้นที่ผิวหน้าของแผ่นเหล็กกล้าไร้ สนิมในระหว่างกระบวนการให้ความร้อนและในกระบวนการรีดเพื่อลดขนาด ซึ่งมีสาเหตุมาจาก กลไกการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง

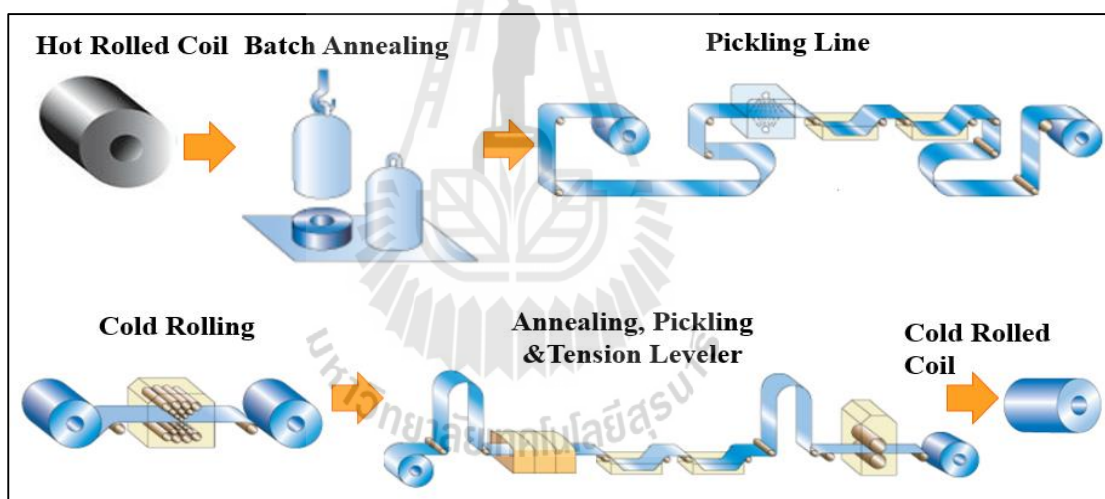
2.2.2 การผลิตเหล็กม้วนรีดเย็นเฟอร์ริติก

ขั้นตอนการผลิตเหล็กม้วนรีดเย็นเฟอร์ริติกนั้นได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.4 โดย ขั้นตอนการผลิตประกอบไปด้วย

2.2.2.1 การอบอ่อนในเตาทรงระฆังซึ่งต่อไปในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะเรียกว่า แบบทซ์แอนนิลลิง (batch annealing) มีจุดประสงค์เพื่อทำการสลายคาร์ไบด์ภายในโครงสร้างจุลภาค ของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เพื่อให้การรีดเย็นเป็นไปได้สะดวกและง่ายยิ่งขึ้น โดยในขั้นตอนนี้ เหล็กม้วนที่ผ่านการรีดร้อนจะถูกนำมาวางซ้อนกันในแนวตั้งและทำการอบอ่อนในเตาทรงระฆัง ก่อนที่จะทำการรีดเย็น ดังเช่นที่แสดงในรูปที่ 2.4 สำหรับอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนเหล็กกล้า ไร้ สนิมเกรดเฟอร์ริติกนั้นจะอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 700-800°C และใช้ระยะเวลาอบประมาณ 1-3 วัน ขึ้นอยู่กับขนาดและความหนาของเหล็กม้วน โดยสาเหตุที่ต้องใช้ระยะเวลาในการอบอ่อนที่นานนั้น เนื่องจาก อุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกค่อนข้างต่ำและปริมาณคาร์บอน ที่ละลายได้ในเฟสเฟอร์ไรต์นั้นน้อย จึงทำให้ต้องใช้เวลานานในการอบสลายคาร์ไบด์

2.2.2.2 กระบวนการกำจัดออกไซด์ด้วยการจุ่มล้างในกรด (acid pickling) ในระหว่างกระบวนการอบอ่อนในเตาทรงระฆังนั้น จะสังเกตเห็นว่ามีออกไซด์เกิดขึ้นบนพื้นผิวทั้งสองด้านของเหล็กม้วนรีดร้อนที่ถูกนำไปอบอ่อน ซึ่งต้องนำไปทำการกำจัดออกไซด์โดยการยิงทรายหรือการจุ่มในสารละลายกรด โดยสารละลายที่นิยมใช้ได้แก่ กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) และกรดผสมระหว่างไฮโดรฟลูออริก (HF) และกรดไนตริก (HNO_3)

2.2.2.3 กระบวนการรีดเย็นและการผลิตขั้นสุดท้าย (cold rolling and finishing processes) หลังจากเหล็กม้วนรีดร้อนเฟอริติกได้ผ่านกระบวนการอบอ่อนแล้ว ก็จะถูกนำไปรีดเย็นเพื่อลดความหนาให้เหลือประมาณ 0.3 มิลลิเมตร จากนั้นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอริติกที่ผ่านการรีดเย็นก็จะถูกนำไปอบอ่อนและกัดกรดซ้ำอีกครั้งก่อนที่จะทำตัดแบ่งหรือม้วนเก็บเพื่อให้ได้คุณสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมแก่การใช้งานและมีผิวที่สวยงาม โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนนี้จะถูกเรียกว่า เหล็กม้วนรีดเย็น (cold rolled coil)



รูปที่ 2.4 กระบวนการผลิตเหล็กม้วนรีดเย็นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอริติก

(Posco-Thainox, www, 2014)

2.3 การเกิดออกซิเดชันของโลหะที่อุณหภูมิสูง

โลหะที่มีอุณหภูมิสูงและอยู่ในบรรยากาศที่มีออกซิเจน และแก๊สอื่น ๆ จะมีปฏิกิริยาเกิดขึ้นที่ผิวโลหะ ชั้นแรกจะมีการดูดซับออกซิเจนไว้ที่ผิว แล้วเกิดปฏิกิริยาได้สารประกอบออกไซด์ของโลหะนั้น ๆ ที่ผิว หรือเรียกว่าเกิดออกไซด์สเกล จากนั้นปฏิกิริยาจะดำเนินต่อไป ออกไซด์สเกลจะเกิดเพิ่มมากขึ้นจนเป็นฟิล์มหุ้มทั่วผิวและป้องกันโลหะ ฟิล์มจะเกิดหนาขึ้นเรื่อย ๆ จนในที่สุดไม่มี

สมบัติปกป้องเพราะฟิล์มที่หนาจะมีรูพรุน แล้วมีโอกาสเกิดเป็นรอยแยกหรือเป็นช่องว่างเล็ก ๆ ทำให้ปฏิกิริยาคำเนินต่อไปได้ โดยทั่วไปเข้าใจว่าออกไซด์ที่หนาและมีรอยแตก คือ ออกไซด์สเกลรูปที่ 2.5 แสดงลำดับการเกิดสเกลออกไซด์ที่ผิวโลหะที่อุณหภูมิสูง

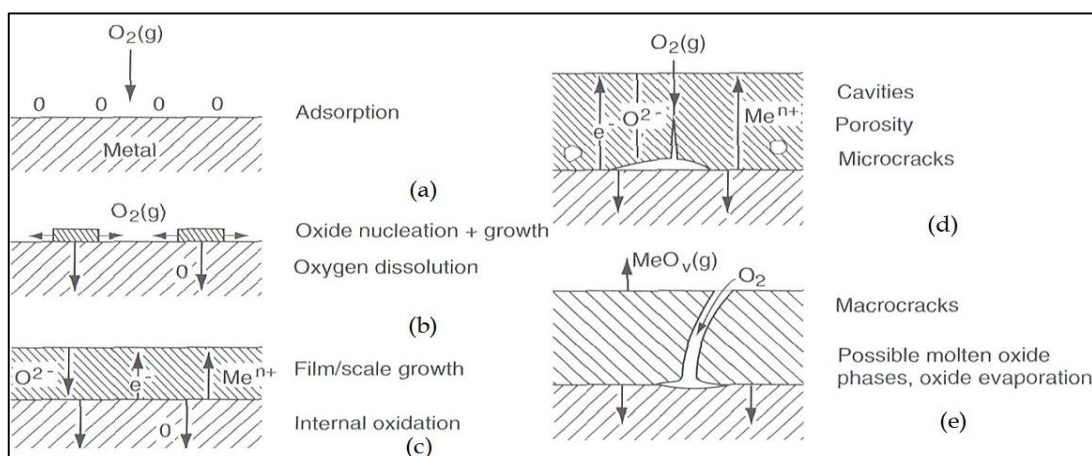
ปฏิกิริยาการเกิดออกซิเดชันของโลหะที่อุณหภูมิสูง มีดังนี้



ปฏิกิริยาของโลหะกับไอน้ำหรือคาร์บอนไดออกไซด์ มีดังนี้



สเกลออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวโลหะ คือ M_xO_y จะกั้นกลางระหว่างผิวโลหะไม่ให้สัมผัสกับบรรยากาศสิ่งแวดล้อม สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของชั้นสเกลออกไซด์เป็นปัจจัยสำคัญต่ออัตราการเกิดออกซิเดชันและอายุการใช้งานของโลหะในสิ่งแวดล้อมที่มีฤทธิ์กัดกร่อนหรือออกซิไดซ์ โดยเฉพาะที่อุณหภูมิสูง (Kofstad, P., 1988)



รูปที่ 2.5 กลไกการเกิดออกซิเดชันที่ผิวของโลหะ (Kofstad, P., 1988)

2.4 เเทอร์โมไดนามิกส์ของการเกิดออกซิเดชัน

โดยทั่วไปแล้วออกไซด์สามารถจะก่อตัวบนพื้นผิวโลหะก็ต่อเมื่อค่าความดันของออกซิเจนในสิ่งแวดล้อมมีค่ามากกว่าค่าความดันย่อยของออกซิเจนในสถานะสมดุลของออกไซด์ โดยค่าความดันของออกซิเจนที่สมดุลนั้นสามารถพิจารณาได้จากการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระ (standard gibbs free energy change, ΔG°) โดยพิจารณาจากสมการที่ 2.5

$$\Delta G^\circ = RT \ln(a_{MO} / a_M P_{O_2}^{1/2}) \quad (2.5)$$

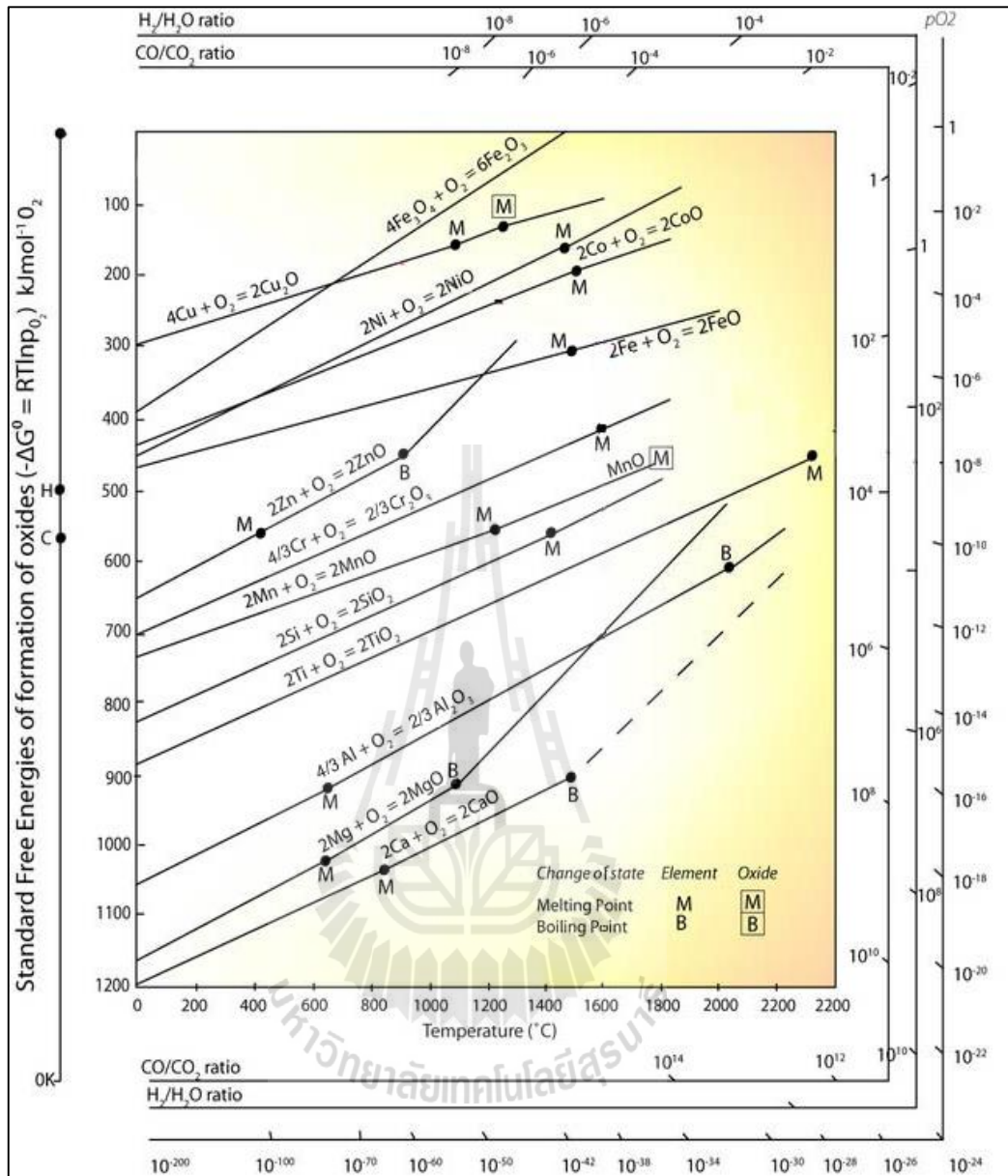
โดยที่	a_{MO} และ a_M	คือ แอกติวิตีของออกไซด์และโลหะ
	P_{O_2}	คือ ความดันย่อยของแก๊สออกซิเจน มีหน่วย ปาสคัล (Pascal, Pa)
	R	คือ ค่าคงที่ของแก๊ส มีค่าเท่ากับ 8.314 จูลต่อ โมล-เคลวิน (J/K-mol)
	T	คือ อุณหภูมิ มีหน่วย เคลวิน (K)

$$\Delta G^\circ = RT \ln P_{O_2}^{1/2} \quad (2.6)$$

เมื่อ	P_{O_2}	คือ ความดันย่อยของแก๊สออกซิเจน มีหน่วย ปาสคัล (Pascal, Pa)
	R	คือ ค่าคงที่ของแก๊ส มีค่าเท่ากับ 8.314 จูลต่อ โมล-เคลวิน (J/K-mol)
	T	คือ อุณหภูมิ มีหน่วย เคลวิน (K)

สมการที่ 2.6 ใช้เพื่อคำนวณความดันย่อยของแก๊สออกซิเจนในสถานะสมดุลของออกไซด์จากการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระ โดยรูปที่ 2.6 ได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับพลังงานอิสระมาตรฐานของกิบส์ในการเกิดออกไซด์ หรือที่เรียกว่า เอลลิงแฮมไดอะแกรม ซึ่งใช้เพื่อคำนวณหาความดันย่อยของออกซิเจนที่สถานะสมดุลสำหรับการเกิดในการเกิดออกไซด์ของโลหะที่อุณหภูมิใด ๆ (Khanna, A.S., 2002)

จากรูปที่ 2.6 พลังงานอิสระของโลหะทั้งหมดแสดงความสัมพันธ์เป็นเชิงเส้นกับอุณหภูมิ และมีค่าความชันที่เป็นบวก ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ว่าปฏิกิริยาออกซิเดชันส่วนมากเกิดขึ้นเมื่อเอนโทรปีลดลง โดยการเปลี่ยนแปลงของความชันในบริเวณที่เป็นจุดหมายถึงการเปลี่ยนเฟสของโลหะ และออกไซด์ที่มีความเสถียรที่สุดที่อุณหภูมิใด ๆ จะมีค่าพลังงานอิสระที่เป็นลบมากที่สุด



รูปที่ 2.6 แผนภาพเอลดิงแฮมการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะ
 (University of Cambridge, www, 2012)

2.5 เทคนิคการวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมีและการบ่งลักษณะของออกไซด์สเกล

โดยทั่วไปแล้วส่วนผสมทางเคมีและลักษณะโครงสร้างของออกไซด์สเกลมักจะถูกใช้เพื่อบ่งบอกถึงกลไกและพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของโลหะ ในปัจจุบัน มีหลายเทคนิคที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้เพื่อศึกษาออกไซด์สเกล โดยเทคนิคที่ง่ายที่สุดคือการศึกษาการแตก การหลุดร่วงของออกไซด์สเกลด้วยตาเปล่าและกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (optical microscope) นอกจากนี้ยังมีเทคนิคอื่น ๆ ที่นิยมนำมาประยุกต์เพื่อศึกษาออกไซด์สเกล เช่น เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction, XRD), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) และเทคนิคการวิเคราะห์การกระจายของพลังงานด้วยรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive x-ray spectrometer, EDS) โดยเทคนิค XRD นั้น ถูกใช้เพื่อวิเคราะห์สารประกอบของออกไซด์ที่เกิดขึ้นในระหว่างการเกิดออกซิเดชัน ในขณะที่ SEM และ EDS ถูกใช้เพื่อวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างและส่วนผสมของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้น (Jargelius-Pettersson, R.F.A., et al. (1996) และ Waanders, F.B., et al. (2000.)) รามานสเปกโตรสโกปี (raman spectroscopy) ถูกใช้เพื่อศึกษาชนิดของออกไซด์ที่เกิดขึ้น (Mougin, J., 2001. และ Petit, J.P., 2004.) นอกจากนี้ยังมีเทคนิคอื่น ๆ ที่ถูกใช้เพื่อศึกษาออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้น เช่น Auger Electron Spectroscopy (AES), Scanning Ion Mass Spectrometry (SIMS), X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ที่ถูกใช้เพื่อวิเคราะห์ออกไซด์ที่มีความบางมาก ๆ หรือไม่ว่าจะเป็น Acoustic Emission Technique (AET) ที่ถูกใช้เพื่อศึกษาแรงยึดเหนี่ยวของออกไซด์ต่อพื้นผิวโลหะ (Khanna, A.S., 2002.)

Saeki, I., et al. (1998) ได้ศึกษาฟิล์มออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 และ AISI 304 ที่อุณหภูมิ 1273K โดยใช้เทคนิค X-Ray Diffraction และ X-Ray Photoelectron Spectroscopy เพื่อศึกษาส่วนผสมทางเคมีและโครงสร้างจุลภาค จากการศึกษาพบว่าออกไซด์ประกอบด้วย 2 ชั้น คือ ชั้นในที่เป็นออกไซด์ชนิดคอร์ันดัม (corundum) ที่มีเหล็กเจือปนอยู่มาก ในขณะที่ออกไซด์ชั้นนอกประกอบไปด้วยออกไซด์ชนิดคอร์ันดัมและชนิดสปิเนล (spinel) ผสมกันอยู่

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.6.1 ลักษณะออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อน

ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกนั้นค่อนข้างซับซ้อน โดยทั่วไปออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมในระหว่างการผลิตทางอุตสาหกรรมนั้นจะถูกแบ่งออกเป็นสองชั้นหลัก ๆ คือ ออกไซด์ชั้นในที่จะยึดติดแน่นกับโลหะพื้น และออกไซด์ชั้นนอกที่มีหนึ่งชั้นหรือมากกว่านั้นที่มีลักษณะเป็นรูพรุน โดยทั่วไปแล้วออกไซด์ชั้นในนั้นจะเป็นชนิดคอร์รันดัม (M_2O_3) และ ออกไซด์ชั้นนอกจะเป็นชั้นที่ผสมระหว่างออกไซด์ชนิดคอร์รันดัมและสปีเนล (M_2O_3 และ M_3O_4) โดยจากผลการวิเคราะห์พบว่าชั้นออกไซด์ด้านในจะเป็นชั้นที่มีโครเมียมเจือปนอยู่มาก ในขณะที่ออกไซด์ชั้นนอกจะมีเหล็กเจือปนอยู่มาก นอกจากนี้ยังมีการพบซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ปริมาณเล็กน้อยที่บริเวณผิวของเหล็ก แต่จำเป็นต้องตรวจสอบด้วยเทคนิคที่ค่อนข้างละเอียด เช่น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope ; TEM) หรือ โกลว์ดีสชาร์จสเปกโตรเมตรีแบบปล่อยแสง (Glow-discharge optical emission spectroscopy ; GDOES)

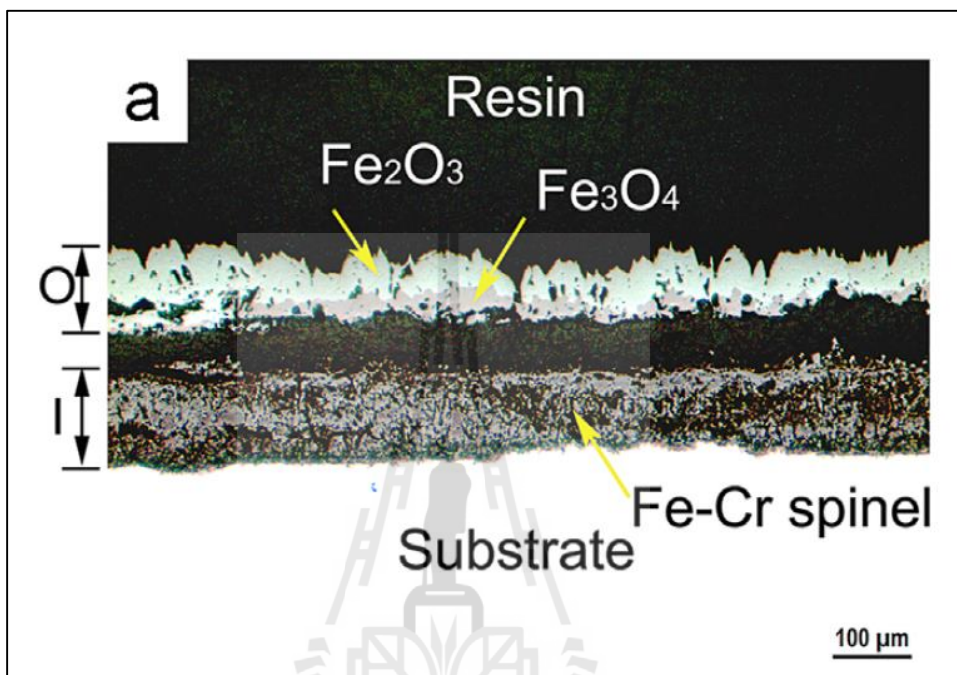
Cheng, X., et al. (2015) ได้ศึกษาลักษณะของออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน โดยใช้เหล็กที่มีส่วนผสมทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมที่ใช้ในการทดลอง (Cheng, X., et al., 2015)

ส่วนผสม	C	Cr	Ni	S	Si
ร้อยละโดยมวล	0.04	16.20	8.1	0.02	0.3

โดยภาพตัดขวางของออกไซด์สเกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2.7 พบว่าสเกลออกไซด์แบ่งออกเป็นสองชั้น คือ ชั้นที่มีลักษณะการอัดตัวแน่น(compact oxide) และชั้นที่มีลักษณะพรุน (porous oxide) โดยชั้นที่มีลักษณะการอัดแน่นอยู่ติดกับเนื้อเหล็กกล้าไร้สนิม มีสีเข้ม มีความหนาและอัดแน่นมากกว่าชั้นที่มีลักษณะพรุน โดยประกอบไปด้วยออกไซด์ชนิดสปีเนล (Fe,Cr) $_3O_4$ ส่วนชั้นที่มีลักษณะพรุนจะอยู่ด้านบน มีความหนาแน่นน้อย โดยออกซิเจนจะสามารถแพร่ผ่านชั้นนี้เข้ามาได้ง่าย องค์ประกอบโดยทั่วไปประกอบด้วย Fe_2O_3 และ Fe_3O_4

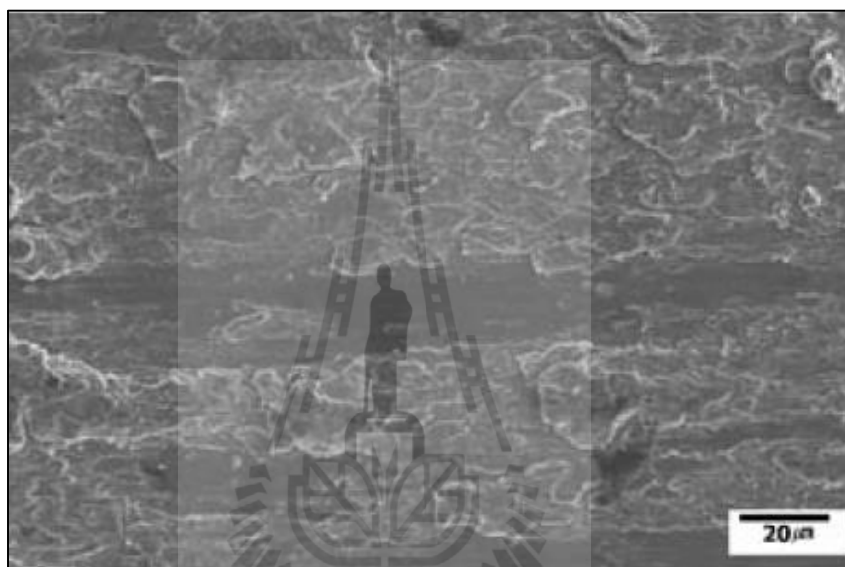
โดยการแยกตัวของชั้นออกไซด์ออกเป็นหลาย ๆ ชั้นนั้นเกิดจากการเย็นตัวอย่างรวดเร็ว หลังจากการรีดร้อน โลหะพื้นและออกไซด์มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่แตกต่างกัน ส่งผลให้เกิดความเค้นเกิดขึ้นภายในออกไซด์



รูปที่ 2.7 ภาพตัดขวางแสดงลักษณะออกไซด์สเกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 (Cheng, X., et al., 2015)

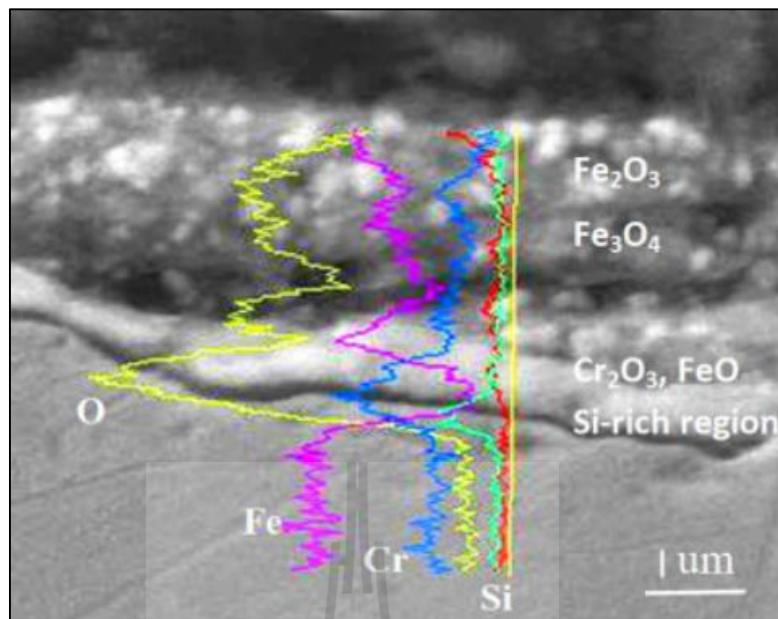
Lian, H.Y., et al. (2011) ได้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคและส่วนผสมทางเคมีของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ในระหว่างการรีดร้อน และได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นในระหว่างการรีดร้อนด้วยเทคนิค OM, SEM, TEM และ XRD ผลที่ได้พบว่า ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 ในทุก ๆ ครั้งของการรีดลดขนาด ความหนาของชั้นออกไซด์เริ่มต้นมีค่าประมาณ $12 \mu\text{m}$ และลดลงเหลือ $4\text{-}5 \mu\text{m}$ เมื่อทำการรีดร้อนลดขนาดเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430

Dae, J. H., et al. (2009) ได้ศึกษาออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 หลังจากการรีดร้อนที่ส่งผลกระทบต่อการศึกษาที่พื้นผิวในขณะรีดร้อน โดยจากผลการทดลองพบว่า พื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการรีดร้อนมีลักษณะที่ขรุขระซึ่งเกิดจากมีออกไซด์บางส่วนที่หลุดออกจากพื้นผิวในแนวตามทิศทางการรีดขณะที่ทำการรีดร้อน ดังรูปที่ 2.8 และออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4

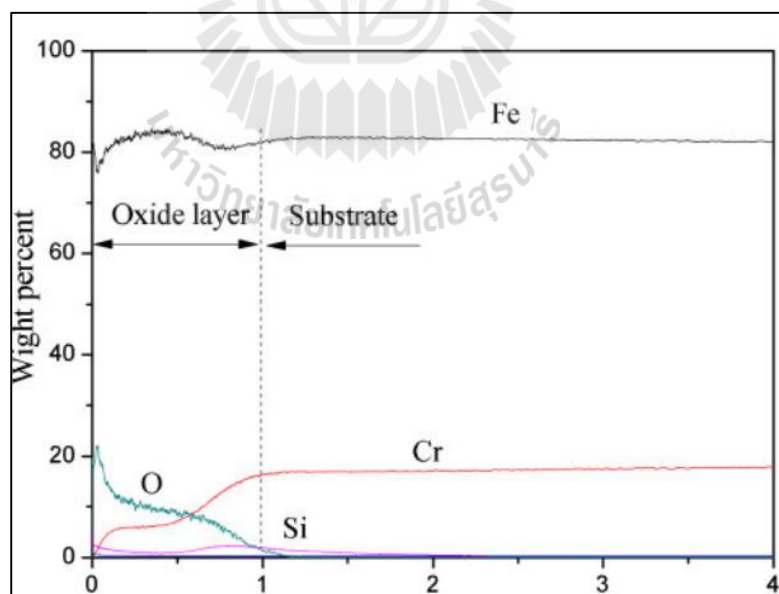


รูปที่ 2.8 ลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน (Dae, J. H., et al., 2009)

Han, P. D., et al. (2013) ได้ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นในระหว่างการรีดร้อนของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 นอกจากนี้ยังพบชั้นออกไซด์ที่มีซิลิกอนเจือปนอยู่มากอยู่ติดกับผิวของโลหะพื้น โดยภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นและกราฟการวิเคราะห์ด้วย Glow Discharge Spectrometer ; GDS ได้ถูกแสดงไว้ในรูปที่ 2.9 และ 2.10

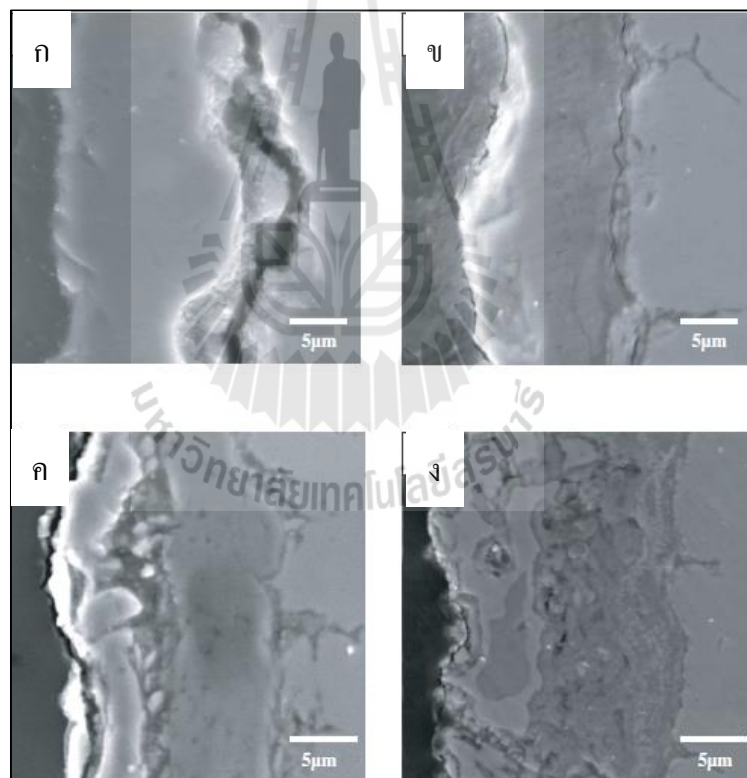


รูปที่ 2.9 ภาดตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน (Han, P. D., et al., 2013)



รูปที่ 2.10 การวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ด้วย Glow Discharge Spectrometer (Han, P. D., et al., 2013)

ภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติคเกรด AISI 410 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศแบบต่าง ๆ ได้แสดงในรูปที่ 2.12 โดยพบว่าเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติคที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติแห้ง และแบบมีความชื้นมีชั้นออกไซด์ที่อัดแน่นและมี Fe_2O_3 เป็นองค์ประกอบหลัก ส่วนเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติคที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศไนโตรเจนพบว่าชั้นออกไซด์มีลักษณะหลายชั้นและเกาะยึดกันหลวม โดยมีออกไซด์ชั้นนอกเป็น Fe_3O_4 และชั้นในเป็น $(Fe, Cr)_3O_4$ และสำหรับเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติคที่ถูกอบอ่อนในแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนนั้น พบว่าชั้นของออกไซด์มีลักษณะที่ซับซ้อนและมีลักษณะเป็นรูพรุน ซึ่งจะทำให้สามารถกัดกรดเพื่อล้างสเกลออกได้ดี เนื่องจากกรดสามารถแทรกซึมผ่านเข้าไปได้ง่าย นอกจากนี้ยังพบว่าภายในออกไซด์มีชั้นของเหล็กอัลฟาอยู่ด้วย ซึ่งสามารถละลายในกรดซัลฟิวริกได้ง่าย



รูปที่ 2.12 ภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติคเกรด AISI 410 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศแบบต่าง ๆ ก) อากาศแห้ง ข) อากาศชื้น ค) แก๊สไนโตรเจน ง) แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน (Cheng, S.Y., et al., 2003)

Ito, M., et al. (1998) ได้ทำการอบอ่อนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่อุณหภูมิ 850°C ในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 7% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน โดยจากผลการทดลองพบว่าเหล็กออกไซด์สามารถถูกรีดิวซ์เมื่อทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแบบรีดิวซิ่ง นอกจากนี้ยังพบว่าในระหว่างการให้ความร้อน ทำให้เกิดการแตกของโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ภายในชั้นของออกไซด์สเกล ซึ่งทำให้เกิดผลดีในขั้นตอนการกัดกรด เนื่องจากกรดที่ใช้ล้างออกไซด์สเกลสามารถซึมเข้าไปได้ง่าย

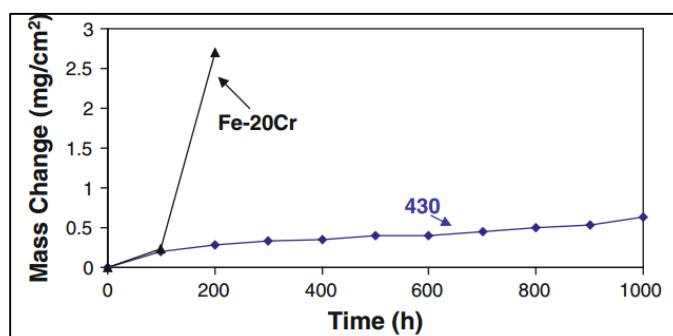
Brady, M.P., et al. (2012) ได้ศึกษาพฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ในอากาศแห้งและอากาศชื้น 10% ที่อุณหภูมิ 700°C และ 800°C จากนั้นจึงทำการวิเคราะห์ด้วย SEM, XRD, STEM, SIMS และ EPMA โดยจากผลการทดลองพบว่าชั้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 น้ำหนักเพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 น้ำหนักเฉลี่ยของชิ้นงานหลังจากการทดสอบออกซิเดชัน 24 ชั่วโมง

(Brady, M.P., et al., 2012)

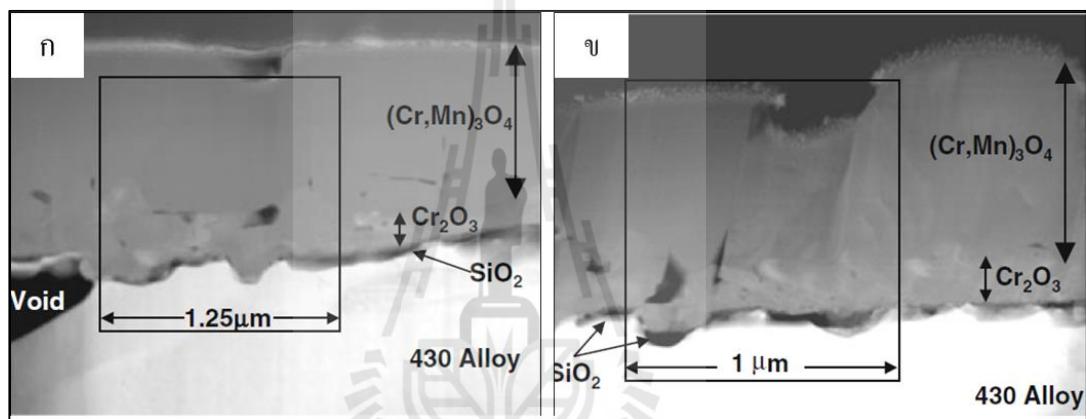
Alloy	700°C dry air	700°C wet air	800°C dry air	800°C wet air
430 SS	0.03±0.01	0.06±0.03	0.1±0.01	0.03±0.02

นอกจากนี้ น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 หลังจากทดสอบออกซิเดชันในอากาศที่ชื้น 10% ที่อุณหภูมิ 800°C ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.13 พบว่าเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 มีน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย และมีการเกิดสเกลที่ทำหน้าที่ป้องกันการเกิดออกซิเดชันเมื่อเวลาการอบอ่อนเพิ่มขึ้นมากกว่า 1000 ชั่วโมง



รูปที่ 2.13 น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด Fe-20Cr และ AISI 430 เมื่อทดสอบออกซิเดชันเป็นระยะเวลา 1000 ชั่วโมง (Brady, M.P., et al., 2012)

ภาพแสดงการตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 หลังจากการทดสอบออกซิเดชันในอากาศแห้งและอากาศชื้น ที่อุณหภูมิ 800°C ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.14 โดยพบว่าออกไซด์สเกลมีความหนาประมาณ 1 μm และมีความซับซ้อน โดยในการทดสอบในอากาศแห้งนั้นออกไซด์ชั้นนอกประกอบไปด้วย $(\text{Cr,Mn})_3\text{O}_4$ และชั้นในประกอบด้วย Cr_2O_3 และนอกจากนี้ยังพบชั้นฟิล์มของ SiO_2 อีกด้วยที่บริเวณผิวรอยต่อระหว่างชั้นของโลหะและชั้นของออกไซด์ ส่วนเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันในอากาศชื้นนั้น พบชั้นออกไซด์ชนิดเดียวกัน แต่ชั้นออกไซด์ชนิด SiO_2 นั้นบางกว่าและยังพบช่องว่างที่บริเวณผิวรอยต่อระหว่างชั้นของโลหะและชั้นของออกไซด์อีกด้วย



รูปที่ 2.14 ภาพตัดขวางที่ถ่ายด้วย SEM ของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการทดสอบออกซิเดชันที่ 800°C ก) อากาศแห้ง ข) อากาศชื้น (Brady, M.P., et al., 2012)

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้แบ่งขั้นตอนในศึกษาออกเป็น 3 ส่วนดังต่อไปนี้

- 1) ขั้นตอนของการเตรียมชิ้นงานก่อนอบอ่อนในเตาทรงท่อ
- 2) ขั้นตอนจำลองการอบอ่อนในบรรยากาศต่าง ๆ
- 3) ขั้นตอนการวิเคราะห์ห่ออกไซด์ที่เกิดขึ้นหลังการอบอ่อนในบรรยากาศต่าง ๆ

โดยขั้นตอนการวิเคราะห์ห่ออกไซด์จะกระทำที่บริเวณพื้นผิวโดยวิเคราะห์ภาคตัดขวางของชิ้นงานก่อนและหลังการอบอ่อน ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (optical microscope) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) วิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ด้วยเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray analysis; EDX) และวิเคราะห์สารประกอบของออกไซด์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)

3.1 วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการวิจัย

เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกแผ่นม้วนรีดร้อน เกรด AISI 430 ชนิดแผ่นหนา 3 มิลลิเมตร ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท โปส โค-ไทยนีโอคซ์ จำกัด (มหาชน) โดยส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดดังกล่าวแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430

วัสดุ	ส่วนผสมทางเคมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)						
	Cr	Si	C	Mn	P	S	Fe
AISI 430	17.00	0.75	0.08	1.00	0.04	0.04	Bal

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัยแบ่งออกเป็นกลุ่มย่อยได้ดังนี้

ก) อุปกรณ์สำหรับการเตรียมชิ้นงาน

- เครื่องตัดโลหะ WIRECUT รุ่น CHARMILLS TECHNOLOGIES ROBOFIL-190 พร้อมด้วยลวดตัดทำด้วยโลหะทองเหลืองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร
- เครื่องขัดชิ้นงาน (grinding machine) แบบจานหมุนยี่ห้อ BUEHLER รุ่น ECOMET6 เป็นอุปกรณ์ช่วยขัดหยาบชิ้นงาน
- สว่านเจาะรูชิ้นงานสำหรับแวนชิ้นงานเพื่อเข้าเตาเผาและดอกสว่านขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร
- กระดาษทรายและผ้าสักหลาด โดยกระดาษทรายที่ใช้ในการลบคมชิ้นงานประกอบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และ กิมมัดมัดลวดเพื่อทำการทำสัญลักษณ์ผิวด้านบนชิ้นงาน
- โถคูคความชื้น

ข) อุปกรณ์สำหรับการทดสอบออกซิเดชัน

- เตาเผาอุณหภูมิสูง (tube furnace) ยี่ห้อ CARBOLITE ดังแสดงในรูปที่ 3.1
- เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด เป็นเครื่องชั่งแบบดิจิตอล (digital) สามารถชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- อุปกรณ์แวนชิ้นงานภายในเตาเผาอุณหภูมิสูง
- เทอร์โมคัปเปิล ชนิด K ยาว 2 เมตรและมิเตอร์ที่ใช้อ่านค่าอุณหภูมิ สำหรับวัดอุณหภูมิ ณ แกนกลางของเตาเผาอุณหภูมิสูงระยะทุก ๆ 2 เซนติเมตร ตลอดความยาวของเตาเผา เพื่อหาระยะของช่วงอุณหภูมิภายในเตาเผา ที่มีช่วงอุณหภูมิตามอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบออกซิเดชัน



รูปที่ 3.1 เตาเผาอุณหภูมิสูง

- ค) อุปกรณ์บรรจุแก๊สและมาตรวัดความดันแก๊สและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับทางเดินแก๊ส
- ถังแก๊สไนโตรเจน ถังแก๊สอาร์กอน ถังแก๊สผสมระหว่างไฮโดรเจนกับไนโตรเจน ถังแก๊สคอมเพรสเซอร์ซึ่งเป็นถังแก๊สสำหรับอัดอากาศเข้าไป
 - หัวเรีกูเลเตอร์สำหรับแก๊สแต่ละชนิด ตัวเรือนและวาล์วส่วนมากทำจากทองเหลือง เป็นเครื่องมือวัดความดันภายใน และอุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊ส (flow meter) โดยมีลักษณะและส่วนประกอบ ดังแสดงในรูปที่ 3.2
 - ท่อเหล็กกล้าไร้สนิมและข้อต่อต่าง ๆ



รูปที่ 3.2 เรีกูเรเตอร์และอุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊ส

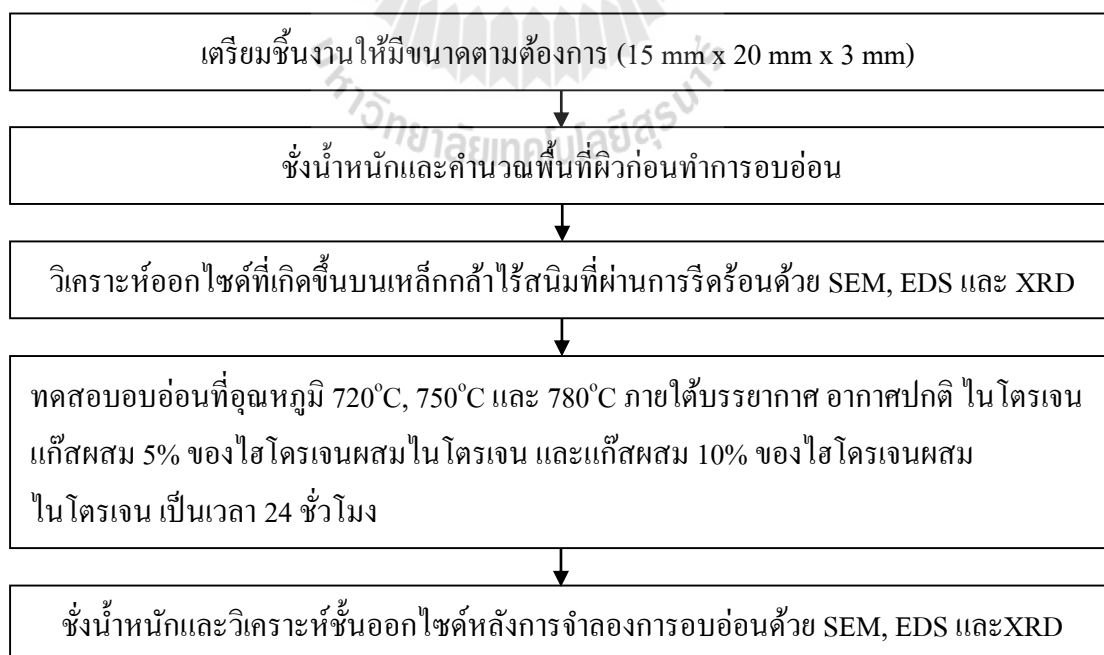
- ง) เครื่องมืออุปกรณ์สำหรับตรวจสอบออกไซด์สเกล
- กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (optical microscope)
 - กล้องทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และการวิเคราะห์ ธาตุด้วย ด้วยเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray analysis; EDS)
 - เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- ผงอะลูมินา
- อะซีโตน
- เรซินหล่อตัวเรซินยี่ห้อ Buehler

3.2 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

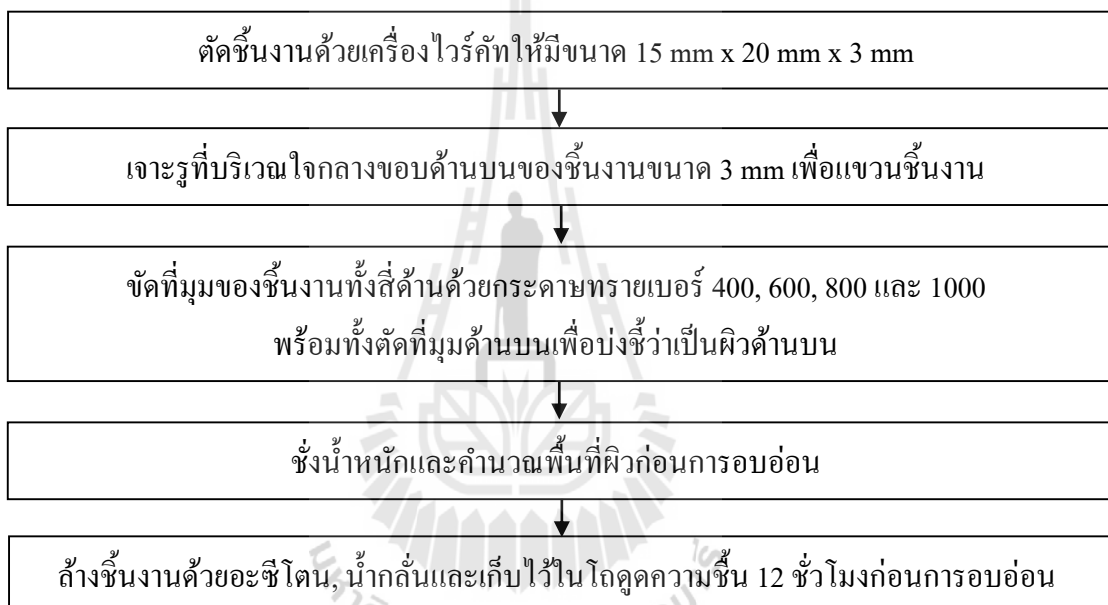
การวิจัยนี้เริ่มต้นตั้งแต่การเตรียมงานก่อนการทดสอบอบอ่อน การอบอ่อนในเตาทรงทอภายใต้บรรยากาศและอุณหภูมิที่ต่างกัน และขั้นตอนการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและส่วนผสมของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นก่อน และหลังการทดสอบการอบอ่อน โดยขั้นตอนการทดลองได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.3



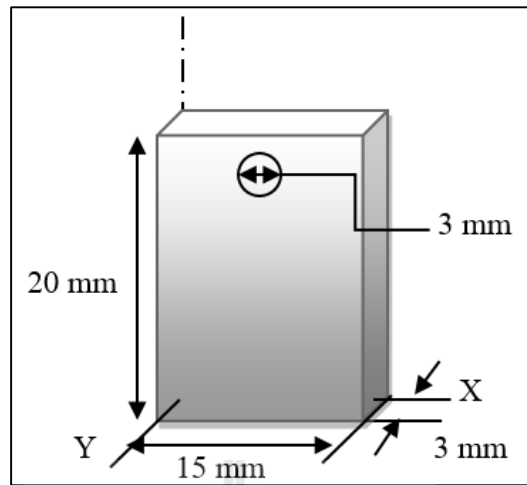
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการทดลองในงานวิจัย

3.2.1 การเตรียมชิ้นงานก่อนการทดสอบการอบอ่อน

การเตรียมชิ้นงานที่จะนำไปอบอ่อนนั้นได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.4 โดยนำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ไปตัดด้วยเครื่องตัดโลหะให้มีขนาดกว้าง 15 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร และหนา 3 มิลลิเมตร แล้วเจาะรูด้วยดอกสว่านที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.5 หลังจากนั้นขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายที่บริเวณมุมชิ้นงาน และใช้คีมตัดที่มุมเพื่อบ่งชี้ผิวด้านบนของชิ้นงาน และทำความสะอาดผิวชิ้นงานด้วยอะซิโตน และทำการเป่าให้แห้งแล้วเก็บไว้ในโถสุญญากาศ 12 ชั่วโมง ก่อนทำการทดสอบการอบอ่อน



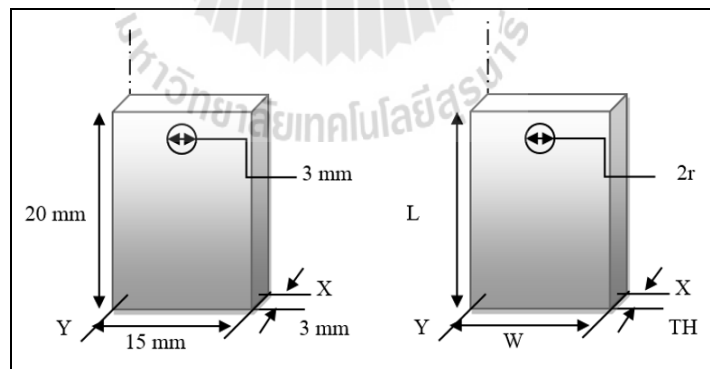
รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานที่จะนำไปอบอ่อน



รูปที่ 3.5 ขนาดของชิ้นงานที่นำไปใช้ในการทดสอบ

3.2.2 การชั่งน้ำหนักและการคำนวณพื้นที่ผิวก่อนการทดสอบการอบอ่อน

ก่อนที่จะทำการทดสอบการอบอ่อนภายในเตาตรงท่อนั้น ได้มีการชั่งน้ำหนักชิ้นงานที่นำไปใช้ในการทดสอบก่อนเข้าเตาเผาอุณหภูมิสูงด้วยเครื่องชั่งแบบดิจิตอล สามารถวัดได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม จากนั้นวัดขนาดพื้นที่ผิวชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 3.6 และคำนวณพื้นที่ผิวที่มีการสัมผัสกับบรรยากาศของชิ้นงาน (S) ตามสมการที่ 3.1

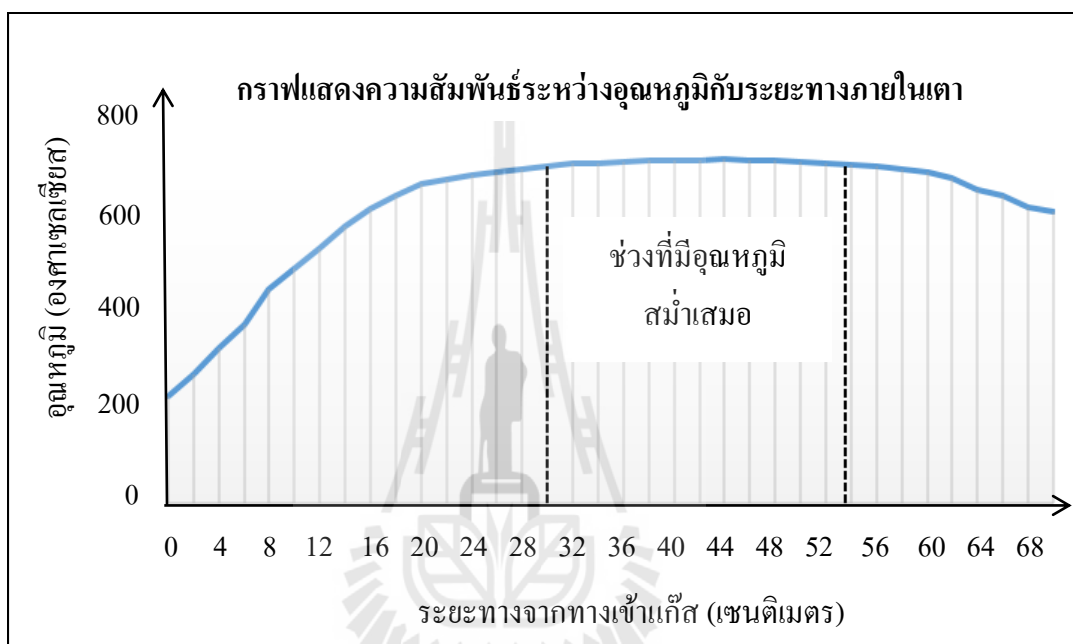


รูปที่ 3.6 การวัดขนาดชิ้นงานก่อนการทดสอบการเกิดออกซิเดชัน

$$S = \{2 (W \times L) + 2 (W \times TH) + 2 (L \times TH) + (\pi \times 2 \times r \times TH) - (2\pi r^2)\} \quad (3.1)$$

3.2.3 ขั้นตอนการติดตั้งชิ้นงานและการทดสอบการอบอ่อน

ก่อนการทดสอบการอบอ่อนได้ทำการวัดอุณหภูมิภายในเตาเผาอุณหภูมิสูงด้วยเทอร์โมคัปเปิล ชนิด K แบบแท่ง ทุก ๆ 2 เซนติเมตร เพื่อวัดระยะภายในเตาที่มีอุณหภูมิสม่ำเสมอ โดยลักษณะการกระจายตัวของอุณหภูมิภายในเตาได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.7 จากนั้นสร้างอุปกรณ์แขวนชิ้นงานในการทดสอบออกซิเดชัน ดังแสดงในรูปที่ 3.8

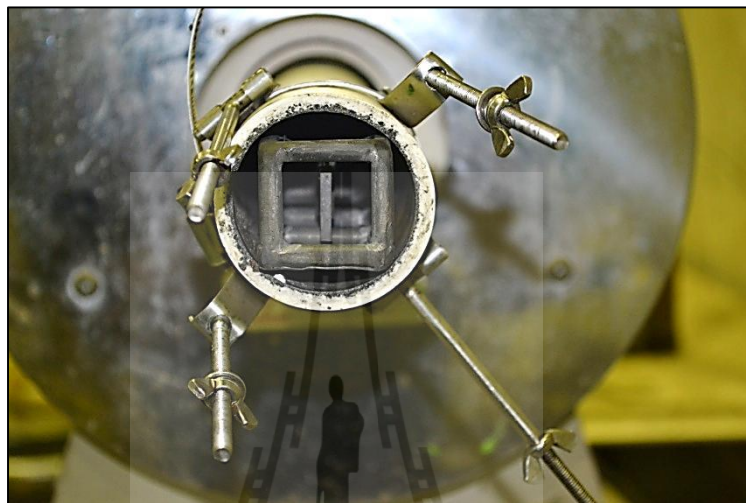


รูปที่ 3.7 ลักษณะการกระจายตัวของอุณหภูมิภายในเตาทรงท่อ



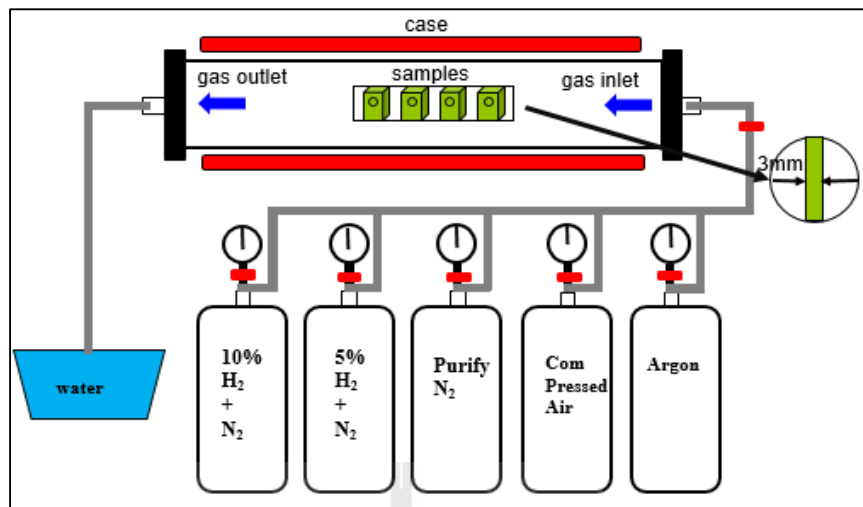
รูปที่ 3.8 อุปกรณ์แขวนชิ้นงานสำหรับการทดสอบออกซิเดชัน

เมื่อทำการติดตั้งชิ้นงานจำนวน 4 ชิ้นต่อสภาวะการทดลองเข้ากับที่แขวนชิ้นงาน ซึ่งทำมาจากเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 แล้ว จึงทำการใส่ชิ้นงานเข้าไปภายในเตาทรงทอไปยังบริเวณที่มีอุณหภูมิสม่ำเสมอ โดยลักษณะของการวางชิ้นงานภายในเตาทรงทอจะมีทิศทางที่ขนานกับทิศทางการไหลของแก๊สได้ถูกแสดงไว้ในรูปที่ 3.9



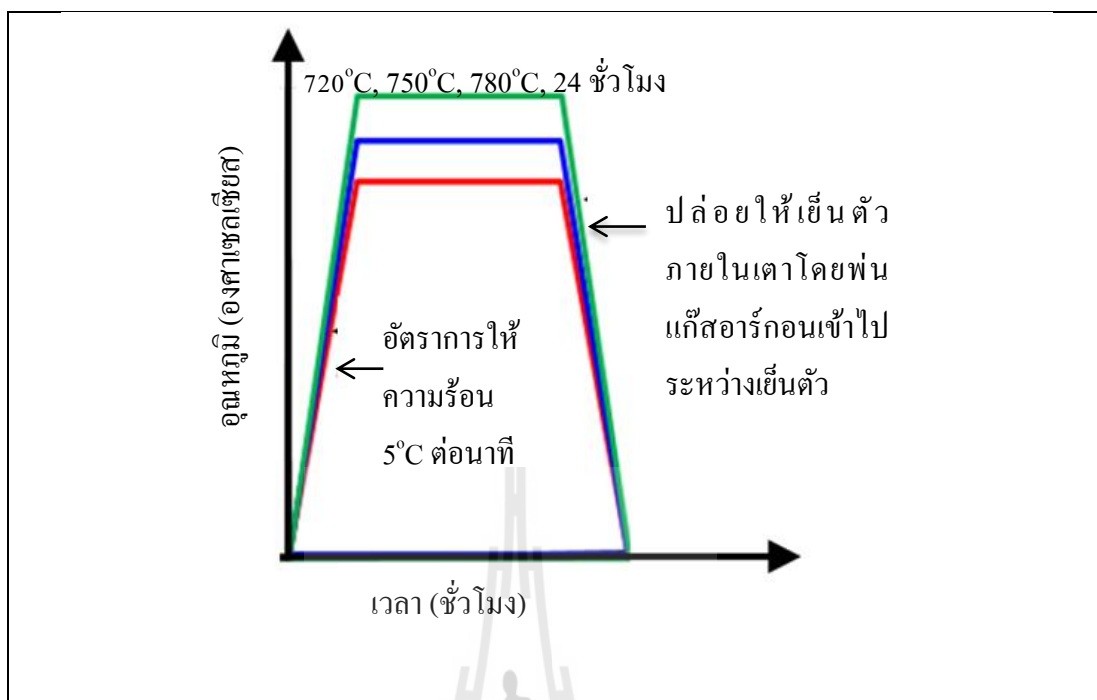
รูปที่ 3.9 ลักษณะของการวางชิ้นงานภายในเตาทรงทอ

เมื่อทำการติดตั้งชิ้นงานแล้ว จึงทำการใส่ชิ้นงานเข้าไปยังบริเวณที่มีอุณหภูมิที่สม่ำเสมอตามที่ได้วัดอุณหภูมิไว้ โดยลักษณะของการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการอบอ่อนแสดงไว้ในรูปที่ 3.10 โดยเทอร์โมคัปเปิลจะถูกติดตั้งไว้ทั้งสองด้านของที่แขวนชิ้นงานเพื่อวัดอุณหภูมิทั้งสองฝั่งชิ้นงาน



รูปที่ 3.10 ภาพจำลองการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการอบอ่อนภายในเตาทรงท่อ

หลังจากที่ได้ทำการติดตั้งชิ้นงานเสร็จเรียบร้อยแล้ว ชิ้นงานทั้งหมดก็จะถูกให้ความร้อนด้วยการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C ต่อนาที ไปจนถึงอุณหภูมิการทดสอบการอบอ่อน โดยในระหว่างที่ให้ความร้อนแก่ชิ้นงานนั้น ได้พ่นแก๊สอาร์กอนเข้าไปปกคลุมด้วยอัตรา 2.5 ลิตรต่อนาทีเพื่อไม่ให้ชิ้นงานเกิดการออกซิเดชันในระหว่างการให้ความร้อน โดยสภาวะการทดสอบการอบอ่อนได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.11 หลังจากนั้นจึงได้พ่นแก๊สที่เราต้องการศึกษาผลของบรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อนต่อลักษณะการเกิดสเกลออกไซด์เข้าไป ด้วยอัตรา 2.5 ลิตรต่อนาที และแช่ชิ้นงานไว้ที่อุณหภูมิทดสอบเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาที่กำหนดจึงทำการปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวภายในเตา ซึ่งในระหว่างการเย็นตัวภายในเตานี้ ชิ้นงานจะถูกปกคลุมไปด้วยแก๊สอาร์กอนอีกครั้ง โดยอุณหภูมิและบรรยากาศที่ใช้ในการทดสอบจำลองการอบอ่อนได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.2 หลังจากที่ทำกรอบอ่อนแล้ว ได้นำชิ้นไปชั่งน้ำหนักเพื่อบันทึกการเปลี่ยนแปลงต่อไป



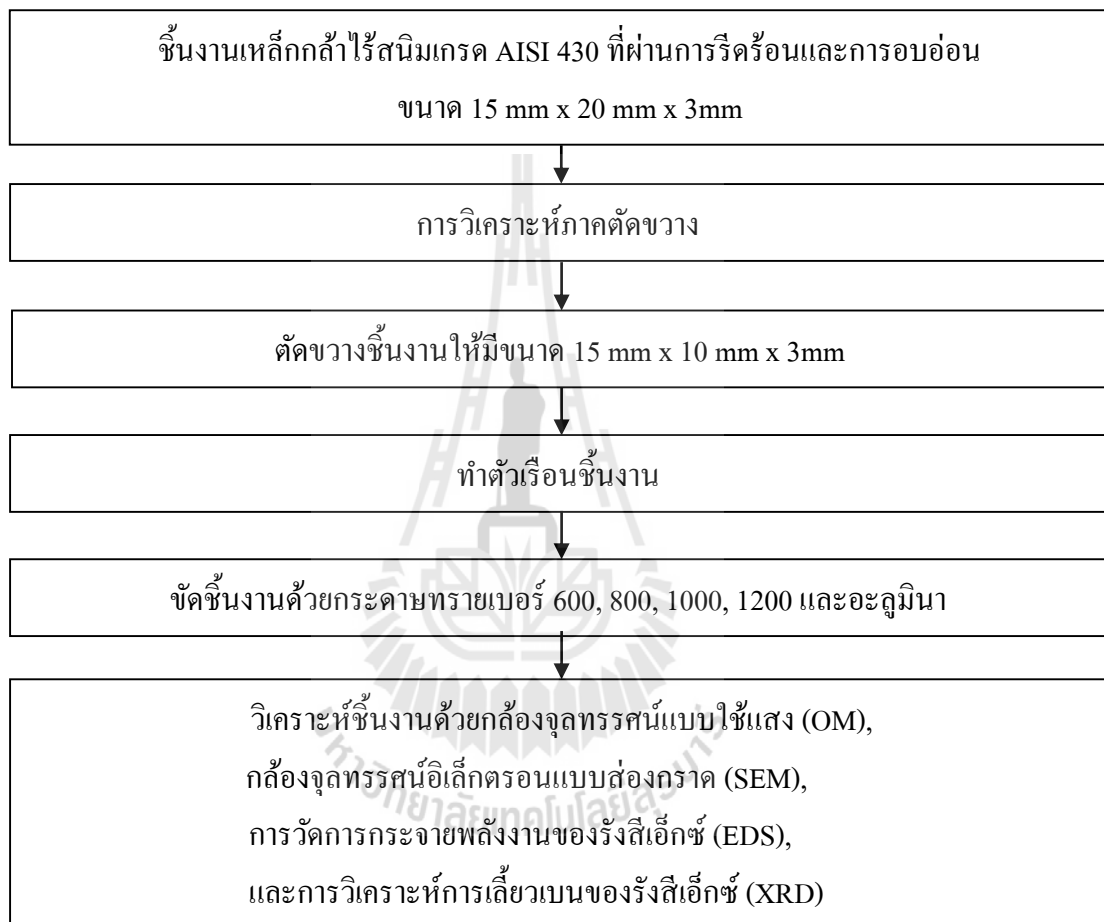
รูปที่ 3.11 สถานะการทดสอบการอบอ่อนในเตาทรงท่อ

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและบรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อน

อุณหภูมิ	720°C	750°C	780°C
บรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อน	อากาศปกติ	อากาศปกติ	อากาศปกติ
	ไนโตรเจน	ไนโตรเจน	ไนโตรเจน
	แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน	แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน	แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน
	แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน	แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน	แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน

3.2.4 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานเพื่อการวิเคราะห์ออกไซด์สเกล

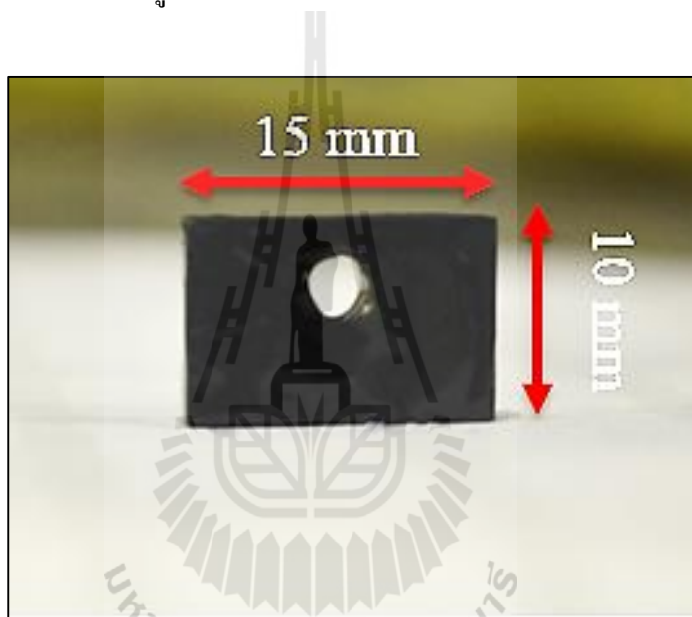
รูปที่ 3.12 นั้นแสดงขั้นตอนการวิเคราะห์ออกไซด์สเกลของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและที่ผ่านการอบอ่อนภายใต้บรรยากาศแบบต่าง ๆ ซึ่งประกอบไปด้วย 2 ขั้นตอนหลัก ๆ คือการวิเคราะห์ที่พื้นผิวและการวิเคราะห์ภาคตัดขวาง



รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการวิเคราะห์ออกไซด์ของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและที่ผ่านการอบอ่อนภายใต้บรรยากาศแบบต่าง ๆ

3.2.4.1 การเตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์ภาคตัดขวางของออกไซด์

การวิเคราะห์ภาคตัดขวางนั้นเริ่มจากการนำชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อนและชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนที่มีขนาด 15 mm x 20 mm x 3 mm มาทำการตัดแบ่งครึ่งตามแนวขวางชิ้นงานหรือตามแนวขวางทิศทางการรีดให้มีขนาด 15 mm x 10 mm x 3 mm ด้วยเครื่องไวร์คัท ดังแสดงในรูปที่ 3.13 โดยในขั้นตอนการตัดชิ้นงานนั้น ได้ทำการนำชิ้นงานใส่เข้าไปในอุปกรณ์ช่วยจับยึดชิ้นงาน แล้วนำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมรีดเย็นเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 มาวางประกบไว้ที่ผิวด้านบนของชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 3.14 เพื่อลดการหลุดร่อนของออกไซด์ที่เกิดจากน้ำหล่อเย็นของเครื่องตัดไวร์คัทที่มีแรงดันสูง

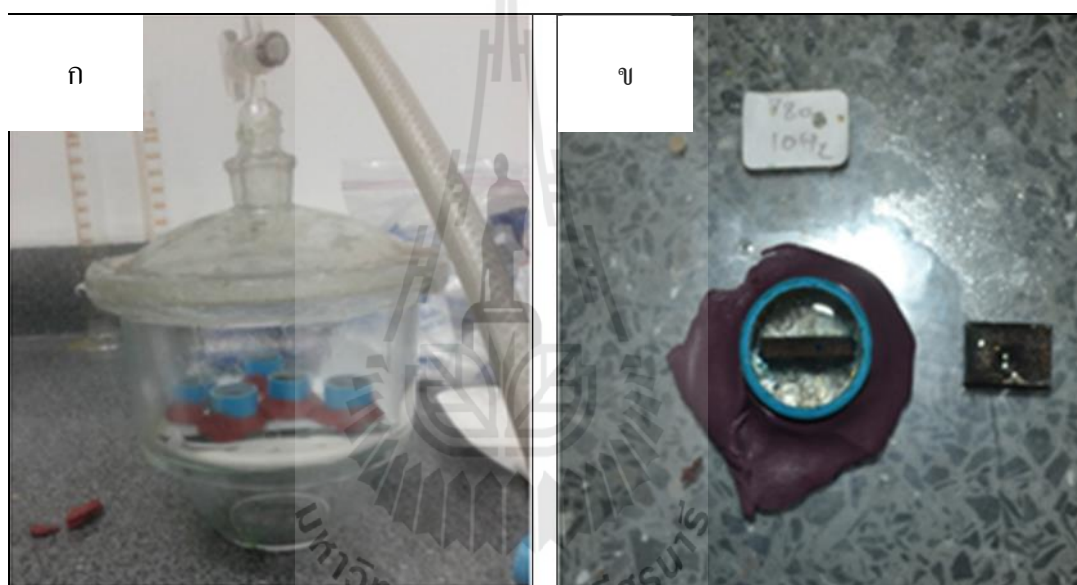


รูปที่ 3.13 ลักษณะของชิ้นงานที่ถูกตัดแบ่งครึ่งเพื่อนำไปวิเคราะห์ภาคตัดขวาง



รูปที่ 3.14 ลักษณะการวางชิ้นงานในเครื่องตัดไวร์คัทก่อนที่จะทำการตัดขวางชิ้นงาน

หลังจากที่ได้ตัดขวางชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยเครื่องไวร์คัทแล้ว ชิ้นงานจะถูกนำไปทำตัวเรือนแบบหล่อเย็นเพื่อให้สะดวกต่อการจับยึด โดยชิ้นงานจะถูกวางในแนวตั้งไว้ในใจกลางของท่อ PVC ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 นิ้ว หรือ 25.4 มิลลิเมตร จากนั้นจึงทำการผสมอีพอกซีเรซิน ยี่ห้อ epofix buehler ด้วยอัตราส่วนอีพอกซี 15 ส่วน โดยปริมาตรกับสารเร่งแข็ง 2 ส่วน โดยปริมาตร แล้วเทลงในท่อ PVC หลังจากนั้นจึงปล่อยให้อีพอกซีแข็งตัวเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยการทำให้ตัวเรือนหล่อเย็นนี้จะทำในสภาวะที่เป็นสุญญากาศเนื่องจากไม่ต้องการให้มีฟองอากาศเกิดขึ้นภายในตัวเรือน ซึ่งอาจจะเกิดผลเสียหากมีฟองอากาศเมื่อนำชิ้นงานไปขัด รูปที่ 3.15 แสดงภาพของการทำตัวเรือนภายในโถดูดความชื้นซึ่งถูกดูดอากาศออกโดยเครื่องทำสุญญากาศ



รูปที่ 3.15 การทำตัวเรือนแบบหล่อเย็นภายในโถดูดอากาศ

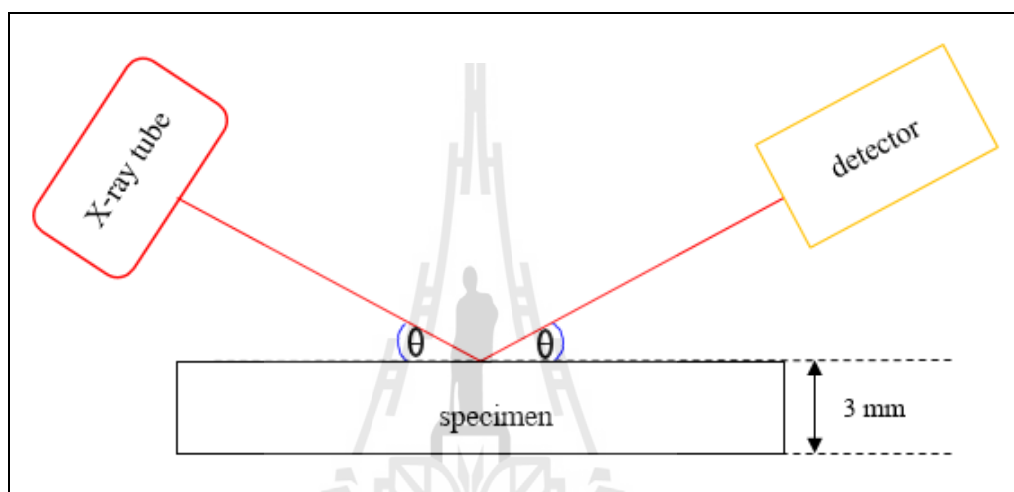
ก) ลักษณะของการวางชิ้นงานใน โถดูดอากาศ

ข) ลักษณะของชิ้นงานที่วางในท่อ PVC

หลังจากที่ได้ทำตัวเรือนให้แก่ชิ้นงานแล้ว ชิ้นงานก็จะถูกนำไปขัดด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600, 800, 1000, 1200 ด้วยความเร็วรอบต่ำ 50 รอบต่อนาที จากนั้นจึงนำชิ้นงานไปขัดด้วยผงอะลูมินา อนุภาคขนาด 0.3 และ 0.05 ไมครอน แล้วจึงนำชิ้นงาน ไปล้างด้วยน้ำเปล่า และแอลกอฮอล์ พร้อมทั้งเป่าให้แห้ง แล้วนำไปเก็บในโถดูดความชื้นเพื่อรอการตรวจสอบออกไซด์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ต่อไป

3.2.5 การวิเคราะห์ออกไซด์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ

3.2.5.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction) การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นั้นได้กระทำโดยใช้เครื่อง Bruker D8 advance เพื่อระบุสารประกอบที่เกิดขึ้นในชั้นออกไซด์ เช่น Fe_2O_3 หรือ Fe_3O_4 ในการวิเคราะห์ได้ใช้มุมในการสแกน (2 theta) ตั้งแต่ 20° ถึง 100° ความละเอียดของเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์แต่ละขั้นคือ 0.3 วินาที โดยลักษณะการวางชิ้นงานได้แสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.16 ลักษณะการวางชิ้นงานในการวิเคราะห์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

3.2.5.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และการวิเคราะห์ธาตุด้วยการวัดการกระจายของพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive spectroscopy; EDS) โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อถ่ายภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อนและผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศและอุณหภูมิต่าง ๆ โดย secondary electron image; SEI ที่กำลังขยาย 100x และ 200x ส่วนเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วยการวัดการกระจายของพลังงานของรังสีเอ็กซ์นั้นถูกใช้เพื่อระบุลำดับชั้นของออกไซด์และส่วนผสมที่เกิดขึ้น ซึ่งใช้การวิเคราะห์ด้วยวิธีการวิเคราะห์แบบเส้น (line scan) และแบบจุด (point analysis)

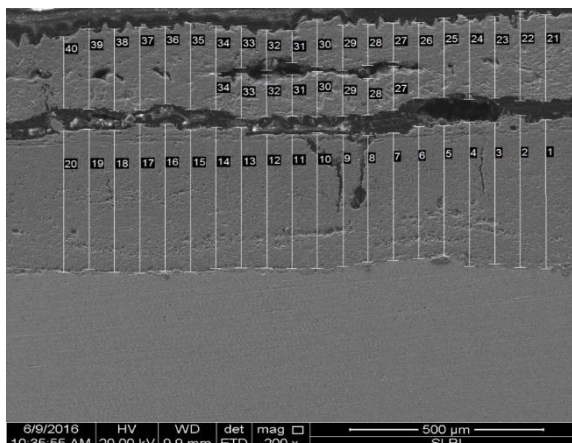
บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

จากการทดสอบผลกระทบของบรรยากาศและอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนต่อการเกิดออกไซด์สเกลบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ซึ่งชิ้นงานในการทดสอบประกอบด้วยออกไซด์ที่เกิดบนชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อนและที่ผ่านการอบอ่อน โดยตัวแปรที่ได้ทำการศึกษาได้แก่ บรรยากาศและอุณหภูมิในการอบอ่อน บรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อนประกอบไปด้วยอากาศปกติ บรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจน บรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน และ 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ส่วนอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนประกอบด้วย 720°C, 750°C และ 780°C ตามลำดับ ออกไซด์ได้ถูกวิเคราะห์ด้วย 3 เทคนิคคือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) และเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ได้ผลการทดลองดังนี้

4.1 ความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ผ่านการรีดร้อนและผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศต่าง ๆ

รูปที่ 4.1 แสดงวิธีการวัดความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนด้วยวิธีการวิเคราะห์จากภาพตัดขวาง โดยใช้วิธีหาค่าเฉลี่ยจากการลากเส้นผ่านจำนวนเส้นทั้งหมด 40 เส้น เนื่องจากออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีความเรียบไม่สม่ำเสมอ โดยจากผลการทดลองพบว่าความหนาออกไซด์ที่ผ่านการรีดร้อนมีขนาดประมาณ $682 \pm 18.97 \mu\text{m}$ นอกจากนี้ ความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศและอุณหภูมิที่แตกต่างกันได้ทำการวัดด้วยวิธีเดียวกัน และแสดงในตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.1 การวัดความหนาของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน

ตารางที่ 4.1 ความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่อบอ่อนภายใต้บรรยากาศต่าง ๆ

สภาวะการทดลอง		ความหนาของชั้นออกไซด์	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
บรรยากาศอบ อ่อน	อุณหภูมิ(°C)	(μm)	(μm)
อากาศปกติ	720°C	746.40	14.78
	750°C	774.04	15.73
	780°C	814.55	20.93
ไนโตรเจน	720°C	686.04	30.26
	750°C	692.13	30.42
	780°C	715.04	24.03
แก๊สผสม 5% ของ ไฮโดรเจนผสม ไนโตรเจน	720°C	655.95	26.49
	750°C	647.21	17.17
	780°C	622.59	25.05
แก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจน ผสมไนโตรเจน	720°C	616.25	26.12
	750°C	612.88	24.63
	780°C	611.65	23.93










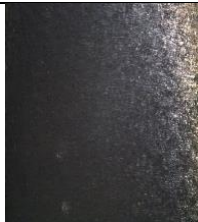

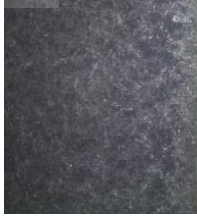

4.2 การตรวจสอบลักษณะของออกไซด์ด้วยสายนตา

4.2.1 ลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อน

รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและหลังจากการทดสอบการอบอ่อนในเตาทรงทอที่มีอุณหภูมิและบรรยากาศในการอบอ่อนแตกต่างกัน จากผลการทดลองพบว่า ลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อนประกอบไปด้วย 2 บริเวณ คือ บริเวณที่เป็นสีดำทั่วทั้งชิ้นงานและมีจุดสีแดงกระจายอยู่เล็กน้อย

4.2.2 ลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกหลังจากการอบอ่อน

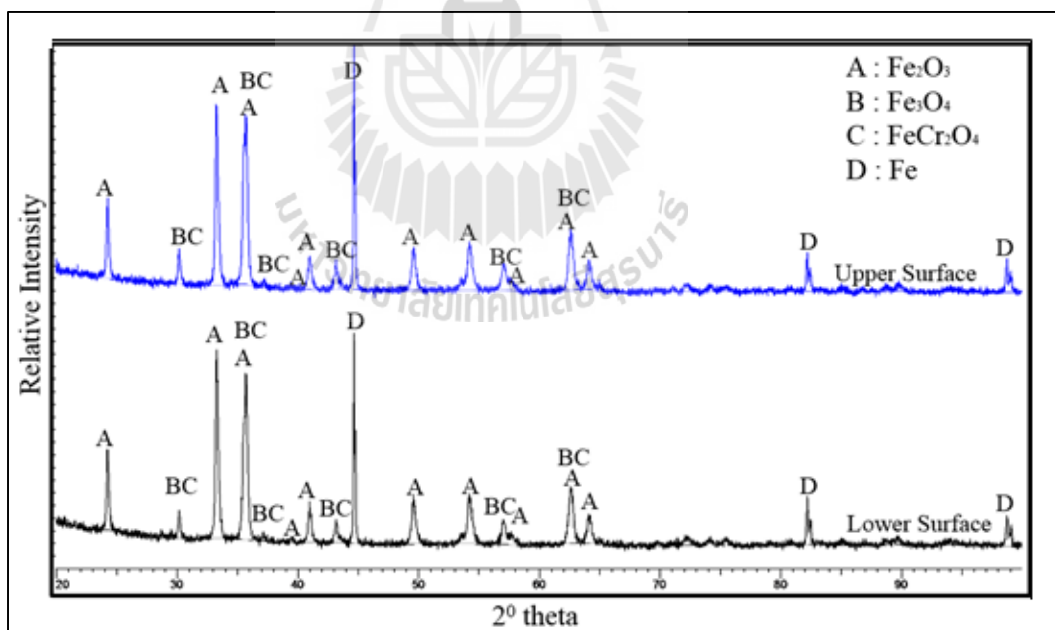
รูปที่ 4.2.1 ก ถึง 4.2.1 ค แสดงถึงลักษณะพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C ตามลำดับ โดยพบว่า ออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นสีดำทั้งชิ้นงาน ในทุก ๆ อุณหภูมิที่ทำการทดสอบการอบอ่อน และพบว่าออกไซด์มีลักษณะพองตัว รวมทั้งมีการหลุดร่อนออกในบางบริเวณซึ่งอาจจะเกิดจากการขยายตัวของออกไซด์และเนื้อพื้นโลหะมีค่าไม่เท่ากัน ทำให้เมื่อได้รับความร้อนและเย็นตัว จึงเกิดการหลุดร่อนของออกไซด์ที่ผิวด้านนอกออก รูปที่ 4.2.2 ก ถึง 4.2.2 ค แสดงถึงลักษณะของพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C ตามลำดับ โดยพบว่า ลักษณะของพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวมีลักษณะที่ค่อนข้างคล้ายกับลักษณะผิวของชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน รูปที่ 4.2.3 ก ถึง 4.2.3 ค ได้แสดงถึงลักษณะของพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็น 5% ของไฮโดรเจนผสมกับไนโตรเจน พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 720°C และ 750°C มีลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นคล้ายกันกับออกไซด์ที่ผ่านการรีดร้อน แต่ที่อุณหภูมิ 780°C พบว่าลักษณะของพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีสีดำ สีน้ำตาลและสีเทาเป็นบางส่วน รูปที่ 4.2.4 ก ถึง 4.2.4 ค ได้แสดงถึงลักษณะของพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสมระหว่าง 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C ตามลำดับ โดยพบว่า ออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นสีเทา และมีออกไซด์มีรอยแตกร้าวทั่วทั้งชิ้นงานอย่างเห็นได้ชัด

ชั้นงานรีดร้อน	บรรยากาศ ที่ใช้อบอ่อน	อุณหภูมิที่ใช้อบอ่อน (°C)			
		720	750	780	
(4.2)	(4.2.1) อากาศปกติ				
		(4.2.1 ก)	(4.2.1 ข)	(4.2.1 ค)	
		(4.2.2) ไนโตรเจน			
			(4.2.2 ก)	(4.2.2 ข)	(4.2.2 ค)
	(4.2.4) 5% ของ ไฮโดรเจน ผสม ไนโตรเจน				
		(4.2.3 ก)	(4.2.3 ข)	(4.2.3 ค)	
	(4.2.4) 10% ของ ไฮโดรเจน ผสม ไนโตรเจน				
		(4.2.4 ก)	(4.2.4 ข)	(4.2.4 ค)	

รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิวของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและการอบอ่อนในเตาทรงทอที่มีอุณหภูมิและบรรยากาศในการอบอ่อนแตกต่างกัน

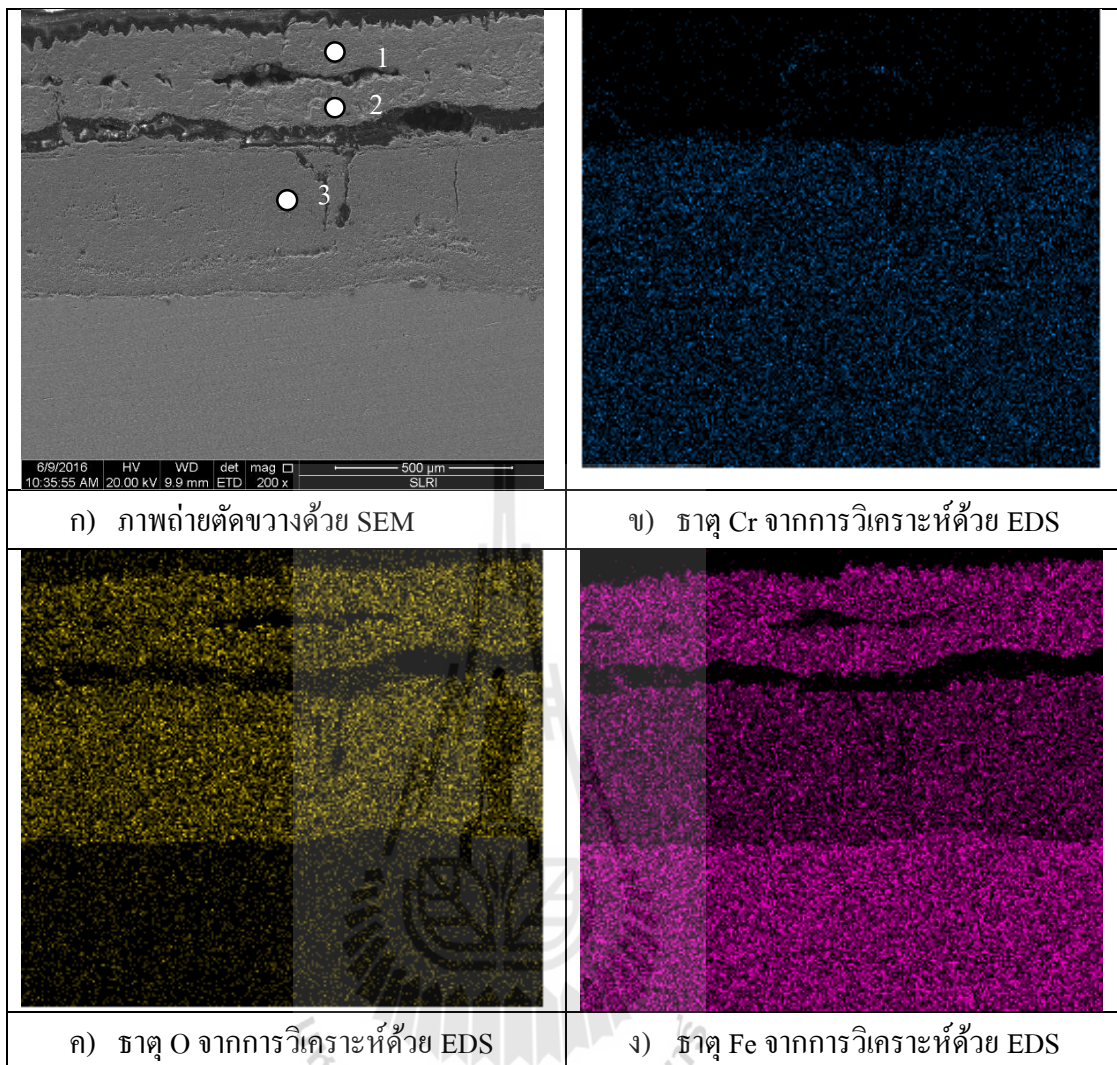
4.3 ผลการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน

รูปที่ 4.3 แสดงสเปกตรัมของการวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อนที่บริเวณผิวด้านบนและผิวด้านล่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) โดยจากผลของสเปกตรัมจะเห็นได้ว่า ผิวด้านบนและด้านล่างของเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 นั้นมีออกไซด์ที่มีส่วนผสมเหมือนกัน ดังนั้นในการวิเคราะห์ขั้นต่อไปด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และการวิเคราะห์การกระจายของพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) จะทำเฉพาะที่ผิวด้านบน โดยจากสเปกตรัมจะเห็นได้ว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานประกอบไปด้วยสามเฟส คือ Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 และเฟส α ซึ่งหมายถึงเนื้อพื้นโลหะที่เป็นเฟอร์ริติก ซึ่งมีลักษณะคล้ายกับผลการทดลองของ Dae, J. H., et al. (2009) และ Han, P. D., et al. (2013) ซึ่งได้รายงานผลการทดลองไว้ว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวของเหล็กกล้าเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อนประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 แต่จะแตกต่างกันเล็กน้อยที่ในการทดลองไม่พบชั้นของซิลิกอนเจือปนอยู่มากอยู่ติดกับผิวของโลหะพื้น



รูปที่ 4.3 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนที่บริเวณผิวด้านบนและด้านล่างชิ้นงาน

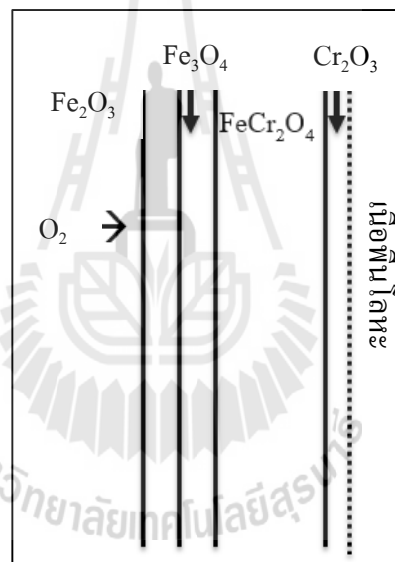
รูปที่ 4.4 แสดงผลวิเคราะห์ภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และการวิเคราะห์ธาตุในออกไซด์ด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS mapping) โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ดังรูปที่ 4.4 ก พบว่าลักษณะของออกไซด์ที่เกิดบนชิ้นงานแบ่งออกเป็น 3 ชั้น โดยออกไซด์ชั้นล่างสุดที่ติดกับเนื้อพื้นโลหะมีความหนามากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับออกไซด์ด้านบนทั้ง 2 ชั้น และมีลักษณะที่อัดแน่นและทึบ ส่วนออกไซด์ด้านบนทั้งสองชั้นจะมีลักษณะที่ทึบเช่นเดียวกัน แต่ชั้นของออกไซด์จะบางกว่าและมีผิวขรุขระ ซึ่งเกิดจากการได้รับแรงกดในขณะที่ทำการรีดร้อน ทำให้ออกไซด์มีลักษณะที่อัดติดกันแน่นดังรูป จากการวิเคราะห์ธาตุที่เกิดขึ้นในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping พบว่า ชั้นของออกไซด์ที่เกิดขึ้นในบริเวณชั้นล่างสุดที่อยู่ติดกับเนื้อ โลหะพื้นนั้นประกอบไปด้วยธาตุเหล็ก โครเมียมและออกซิเจน ส่วนชั้นของออกไซด์ที่อยู่บริเวณด้านบนทั้ง 2 ชั้นที่มีลักษณะเป็นรูพรุนประกอบไปด้วย ธาตุเหล็กและออกซิเจน นอกจากนี้ยังได้ทำการวิเคราะห์ชั้นของออกไซด์ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ EDS แบบจุด (point analysis) จำนวน 1 จุดในแต่ละชั้น ซึ่งปริมาณธาตุที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้งสามจุด ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.2 โดยผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบจุด EDS แบบ mapping รวมทั้งผลที่ได้จาก XRD พบว่า ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบริเวณที่ติดกับพื้นผิวของโลหะพื้นที่มีลักษณะอัดแน่น คือ FeCr_2O_4 ส่วนออกไซด์ชั้นที่มีลักษณะเป็นรูพรุนคือ Fe_3O_4 และ Fe_2O_3 ตามลำดับ โดยชั้นออกไซด์ของ Fe_3O_4 จะอยู่ตรงกลาง เนื่องจากการคำนวณมีอัตราส่วนน้ำหนักของ Fe/O อยู่ที่ 2.71 ซึ่งตามทฤษฎีแล้ว ออกไซด์ชนิด Fe_3O_4 จะมีอัตราส่วนของ Fe/O อยู่ที่ 2.61 และชั้นออกไซด์ที่อยู่ชั้นนอกสุดคือ Fe_2O_3 ซึ่งมีอัตราส่วนของ Fe/O อยู่ที่ 2.28 ซึ่งตามทฤษฎีแล้ว ออกไซด์ชนิด Fe_2O_3 จะมีอัตราส่วนของ Fe/O อยู่ที่ 2.32 โดยแผนภาพจำลองลักษณะของการเกิดออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน ได้ถูกแสดงไว้ในรูปที่ 4.5 ซึ่งเกิดขึ้นโดยโครเมียมจะเกิดออกไซด์ในรูปของ Cr_2O_3 ในบริเวณที่ติดกับเนื้อโลหะพื้น ในขณะที่เหล็กจะเกิดออกไซด์ในรูปของ Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 และเนื่องจากเหล็กและโครเมียม มีความสามารถแพร่รวมกันได้ สเกลออกไซด์ของเหล็กและโครเมียมจึงทำปฏิกิริยากันเกิดขึ้นเป็น FeCr_2O_4 โดยเหล็กโครเมียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นนี้จะขัดขวางออกซิเจนไม่ให้เข้าไปทำปฏิกิริยากับเนื้อพื้นโลหะเนื่องจากมีความแน่นและทึบ



รูปที่ 4.4 ผลวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping

ตารางที่ 4.2 ส่วนผสมทางเคมีของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนซึ่งได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS แบบจุดที่ตำแหน่งวัดในรูปที่ 4.4

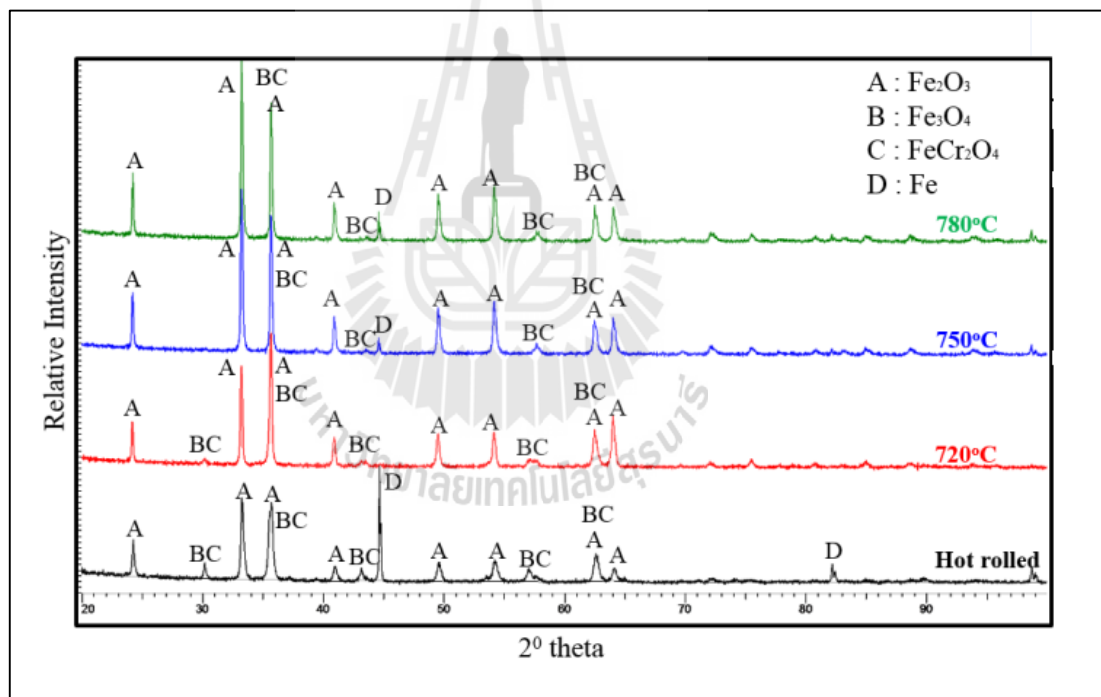
ธาตุ	ปริมาณ (%โดยน้ำหนัก)		
	จุดที่ 1	จุดที่ 2	จุดที่ 3
O	30.20	26.82	32.38
Cr	0.63	-	19.58
Fe	68.91	72.86	42.49
อัตราส่วน Fe/O	2.28	2.71	1.31



รูปที่ 4.5 แผนภาพจำลองการเกิดออกไซด์สเกลที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อน (Birks, N., Meier, G.H., Petit, F.S., 2006)

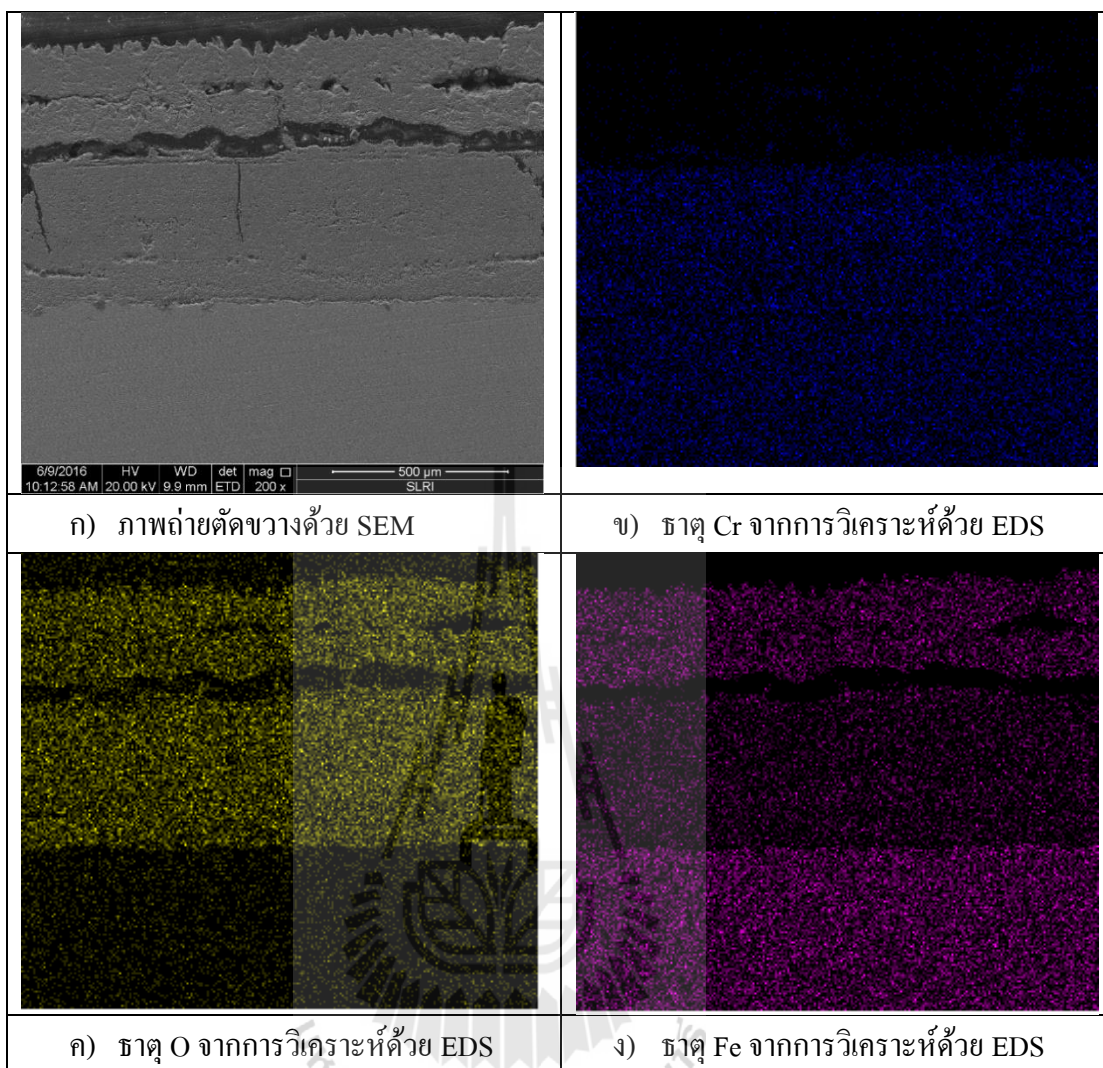
4.4 ผลการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ

รูปที่ 4.6 แสดงผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD โดยจากสเปกตรัมจะเห็นได้ว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่อบอ่อนในอากาศปกติ ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 ในทุก ๆ อุณหภูมิที่ทำการทดสอบการอบอ่อน โดยสเปกตรัมของ Fe_2O_3 นั้นสามารถสังเกตเห็นได้อย่างชัดเจนมากยิ่งขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนสูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความเข้มของสเปกตรัมของ Fe_2O_3 ที่พบในชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมที่ทำการอบอ่อนในอากาศปกตินี้มีค่ามากกว่าชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการรีดร้อน

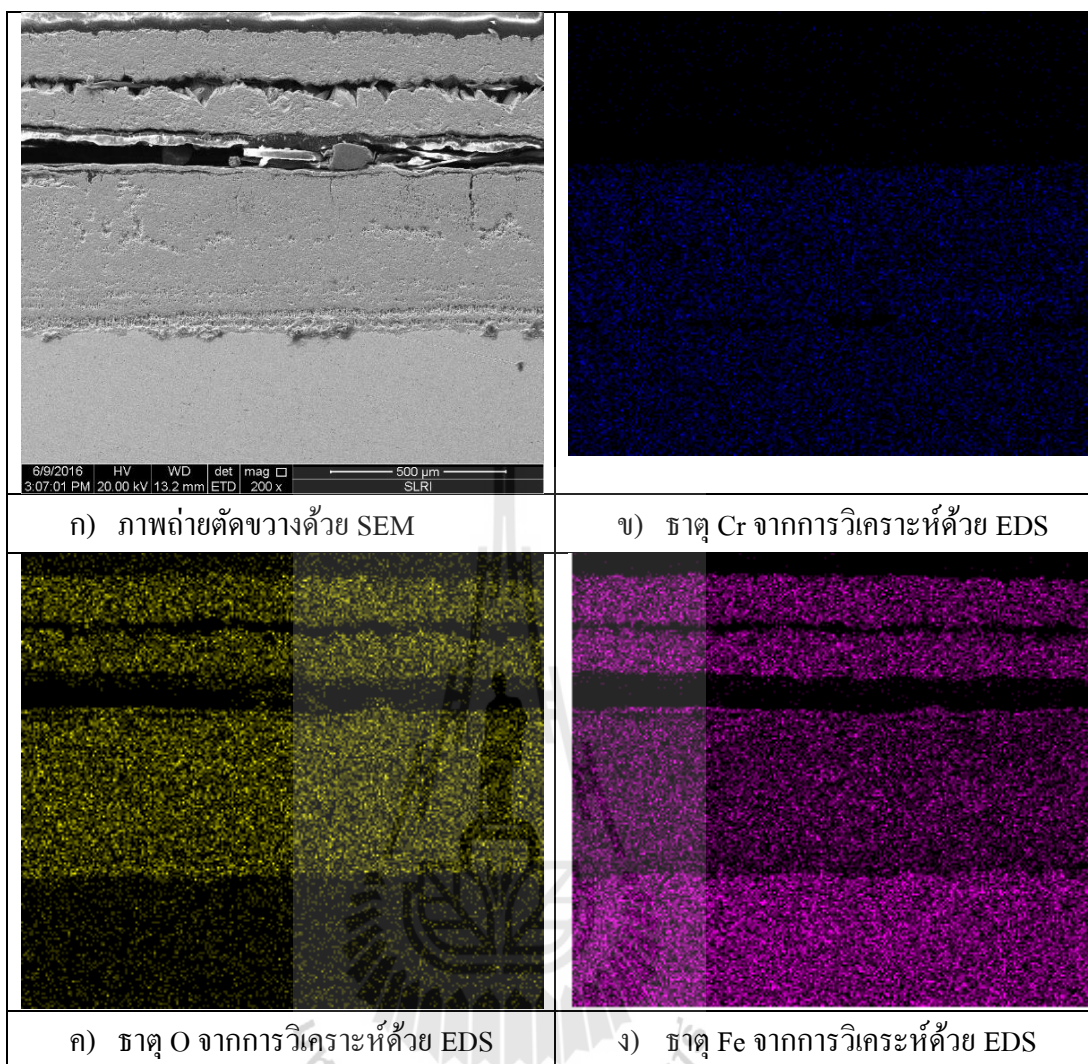


รูปที่ 4.6 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่อบอ่อนในอากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

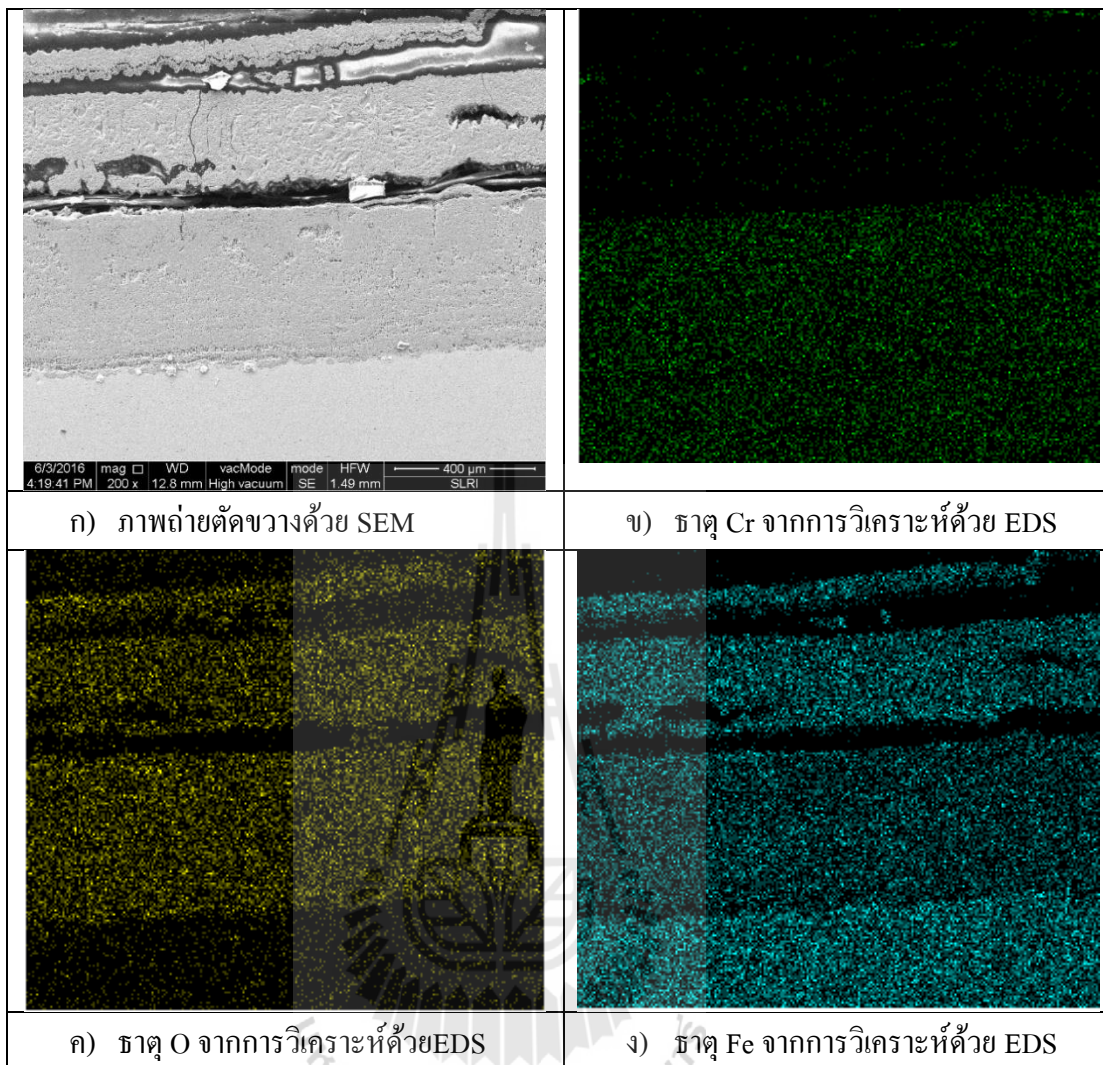
รูปที่ 4.7 ถึงรูปที่ 4.9 แสดงภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิม เฟอร์ริกติก เกรด AISI 430 ที่อบอ่อนในอากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมทั้งการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าลักษณะของออกไซด์ที่เกิดบนชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติมีลักษณะที่แตกต่างกัน โดยชิ้นงานที่ใช้ อุณหภูมิในการอบอ่อน 720°C นั้น ออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะที่คล้ายคลึงกันกับออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานรีดร้อน กล่าวคือ ออกไซด์ชั้นล่างสุดที่ติดกับเนื้อพื้น โลหะมีความหนามากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับออกไซด์ด้านบนทั้ง 2 ชั้น มีความแน่นทึบและแยกออกจากออกไซด์ด้านบนอย่างชัดเจน เช่นเดียวกันกับออกไซด์ด้านบนทั้ง 2 ชั้น จะมีลักษณะแน่นทึบและติดกันเนื่องจากได้รับแรงกดในขณะที่ทำการรีดร้อน ส่วนชิ้นงานที่ได้ทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 750°C และ 780°C พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็น 3 ชั้นและแน่นทึบเช่นเดียวกัน แต่จะพบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะที่แตกแยกออกจากกันในแต่ละชั้นอย่างชัดเจน โดยสาเหตุที่ออกไซด์แต่ละชั้นแยกออกจากกัน อาจเกิดเนื่องมาจากคุณสมบัติในการขยายตัวของโลหะและออกไซด์มีค่าไม่เท่ากัน ซึ่งเมื่อเหล็กกล้าไร้สนิมได้รับความร้อนและเกิดการเย็นตัว อาจจะทำให้เกิดออกไซด์เกิดการแตกแยกออกจากกัน โดยสาเหตุที่อุณหภูมิ 720°C ไม่เกิดการแยกตัวของชั้นออกไซด์นั้นเนื่องมาจาก อุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนต่ำ จึงทำให้เหล็กกล้าไร้สนิมและออกไซด์เกิดการขยายตัวและหดตัวน้อยที่สุด จึงทำให้ออกไซด์ไม่เปลี่ยนแปลงไปมากนัก โดยจากการวิเคราะห์ธาตุที่เกิดขึ้นในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping พบว่า ชั้นของออกไซด์ที่เกิดขึ้นในบริเวณชั้นล่างสุดที่อยู่ติดกับเนื้อโลหะพื้น นั้นประกอบไปด้วยธาตุ เหล็ก โครเมียมและออกซิเจน ส่วนชั้นของออกไซด์ที่อยู่ด้านบนทั้ง 2 ชั้น ประกอบไปด้วย ธาตุ เหล็ก และออกซิเจนเท่านั้น นอกจากนี้ยังได้ทำการวิเคราะห์ชั้นของออกไซด์ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ EDS แบบจุดจำนวน 1 จุดในแต่ละชั้น ซึ่งปริมาณธาตุที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้งสามจุด โดยจากการวิเคราะห์ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบจุด EDS แบบ mapping รวมทั้งผลที่ได้จาก XRD พบว่า ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบริเวณที่ติดกับพื้นผิวของโลหะพื้นที่มีลักษณะอัดแน่น คือ $FeCr_2O_4$ ส่วนออกไซด์ชั้นอยู่สองชั้นบนคือ Fe_3O_4 และ Fe_2O_3 ตามลำดับ โดยชั้นออกไซด์ของ Fe_3O_4 จะอยู่ตรงกลาง เนื่องจากการคำนวณมีอัตราส่วนน้ำหนักของ Fe/O อยู่ที่ 2.69 ซึ่งตามทฤษฎีแล้ว ออกไซด์ชนิด Fe_3O_4 จะมีอัตราส่วนของ Fe/O อยู่ที่ 2.61 และชั้นออกไซด์ที่อยู่ชั้นนอกสุดคือ Fe_2O_3 ซึ่งมีอัตราส่วนของ Fe/O อยู่ที่ 2.29 ซึ่งตามทฤษฎีแล้ว ออกไซด์ชนิด Fe_2O_3 จะมีอัตราส่วนของ Fe/O อยู่ที่ 2.32



รูปที่ 4.7 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping



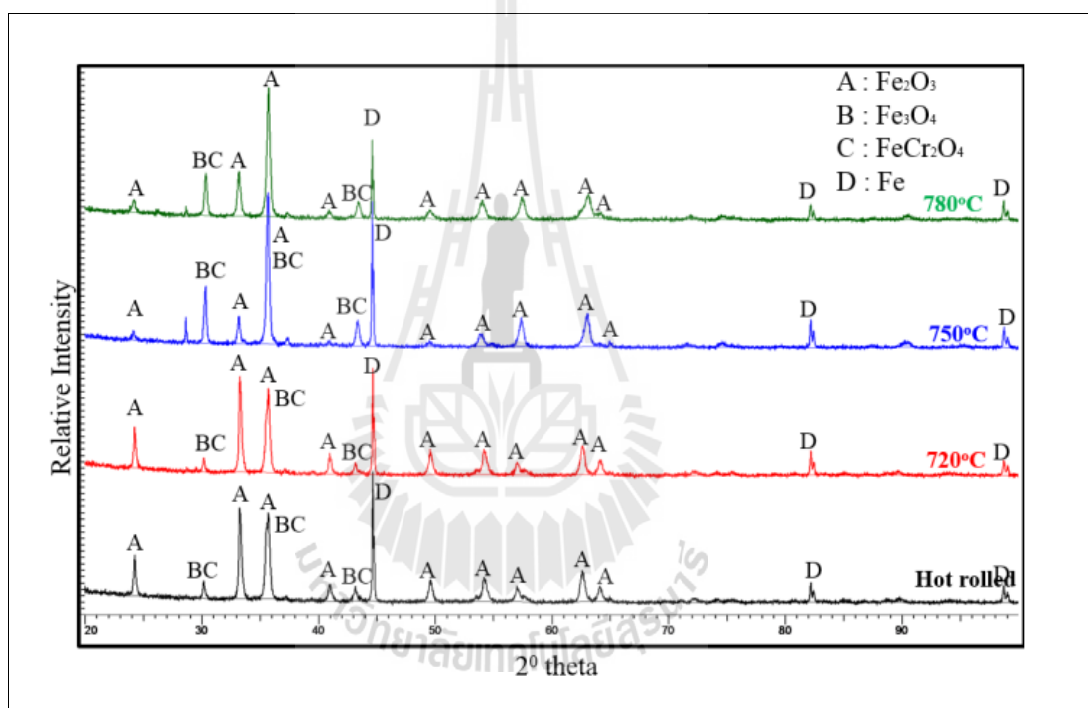
รูปที่ 4.8 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping



รูปที่ 4.9 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping

4.5 ผลการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจน

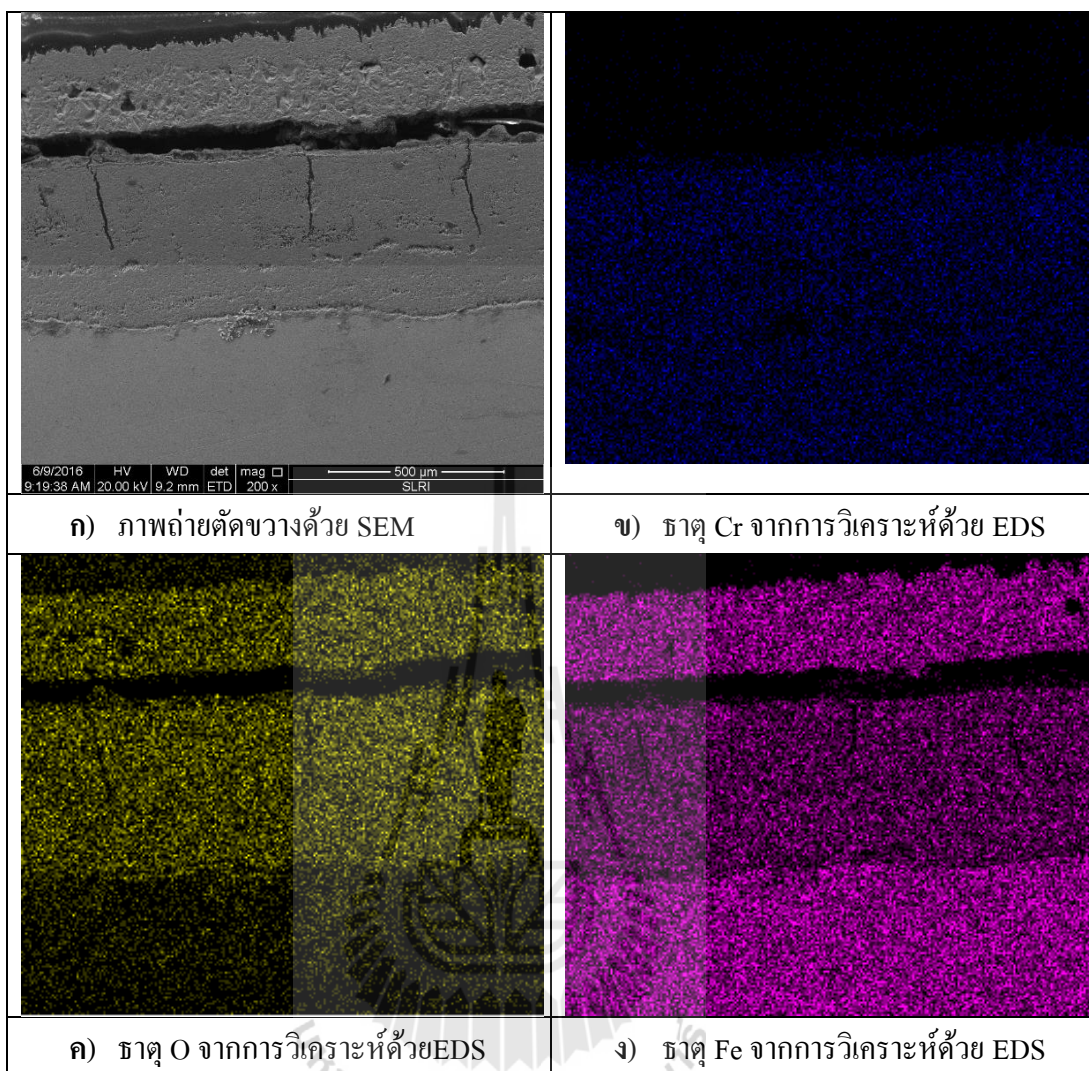
รูปที่ 4.10 แสดงผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD โดยจากสเปกตรัมจะเห็นได้ว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจน ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 ในทุก ๆ อุณหภูมิที่ทำการทดสอบการอบอ่อน



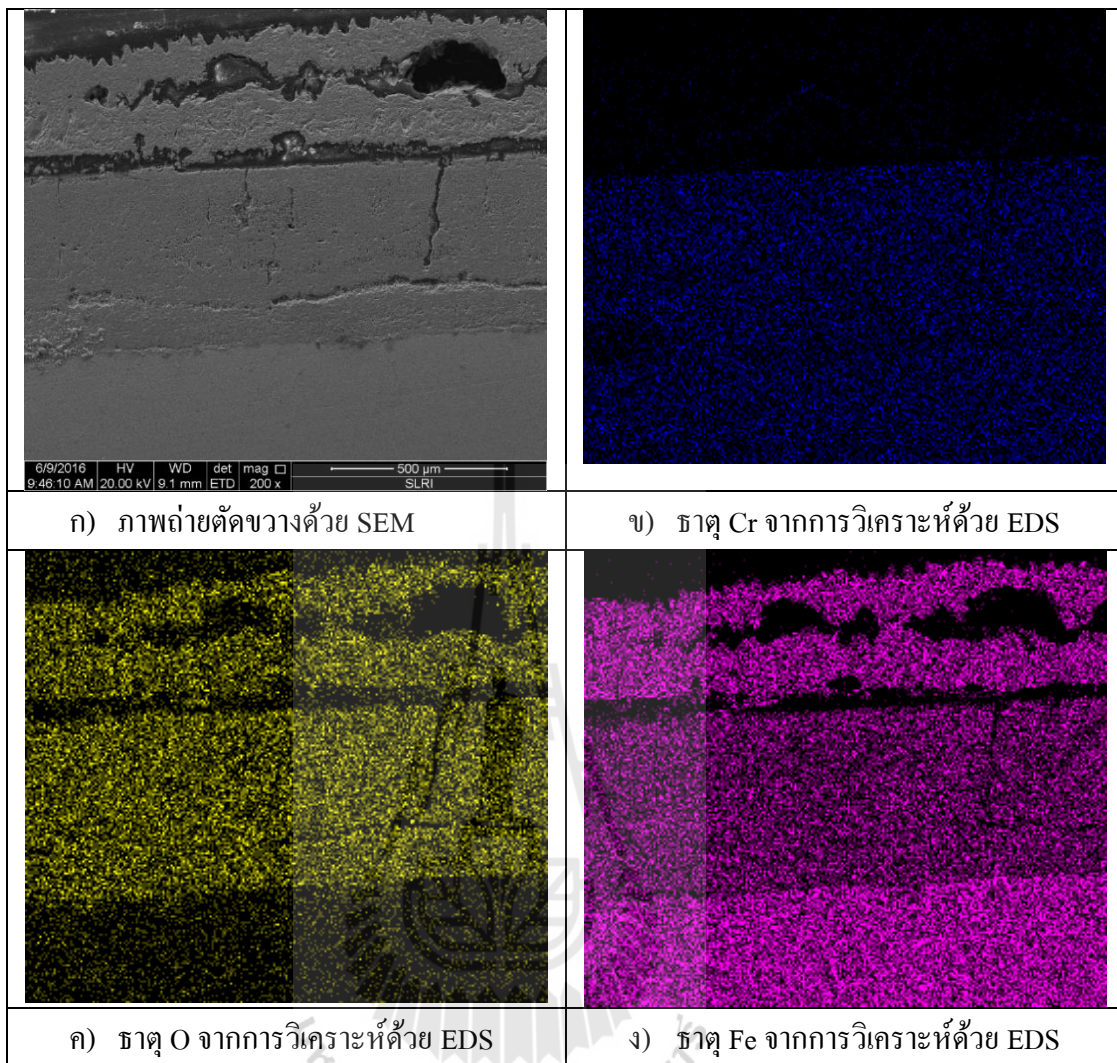
รูปที่ 4.10 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

รูปที่ 4.11 ถึงรูปที่ 4.13 แสดงภาพตัดขวางของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิม เฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมทั้งการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ลักษณะของออกไซด์ที่เกิดบนชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนนั้น แตกต่างกัน โดยเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ใช้อุณหภูมิในการอบอ่อน 720°C นั้น ลักษณะออกไซด์ที่เกิดขึ้นคล้ายคลึงกันกับออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานรีดร้อน กล่าวคือ ออกไซด์ชั้นล่างสุดที่ติดกับเนื้อพื้นโลหะมีความหนามากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับออกไซด์ด้านบนทั้ง 2 ชั้นซึ่งมีความแน่นทึบและแยกออกจากออกไซด์ด้านบนอย่างชัดเจน เช่นเดียวกับกับออกไซด์ด้านบนทั้ง 2 ชั้นซึ่งประกอบไปด้วย Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 จะมีลักษณะแน่นทึบและติดกันเนื่องจากได้รับแรงกดในขณะที่ทำการรีดร้อน ส่วนชิ้นงานที่ได้ทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 750°C ชั้นออกไซด์ชั้นบนที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นรูพรุนอยู่ด้านในระหว่างชั้นออกไซด์ของ Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 ซึ่งสามารถสังเกตได้จากการมีเรซินฝังอยู่ในชั้นของออกไซด์ ในขณะที่ชิ้นงานที่อบอ่อนที่อุณหภูมิ 780°C นั้น ชั้นออกไซด์ของ Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 นั้นแยกออกจากกันเป็น 2 ชั้นอย่างชัดเจน

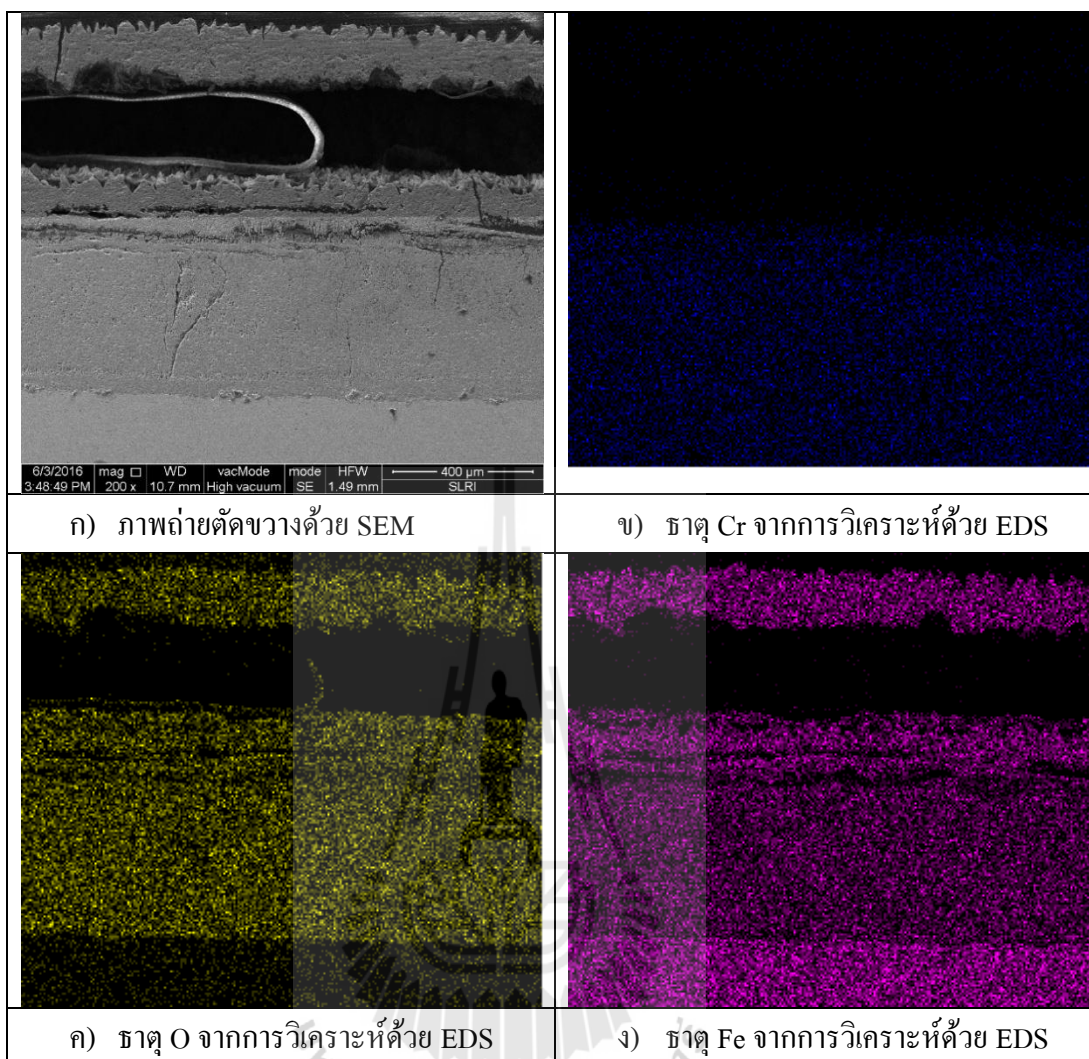




รูปที่ 4.11 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping



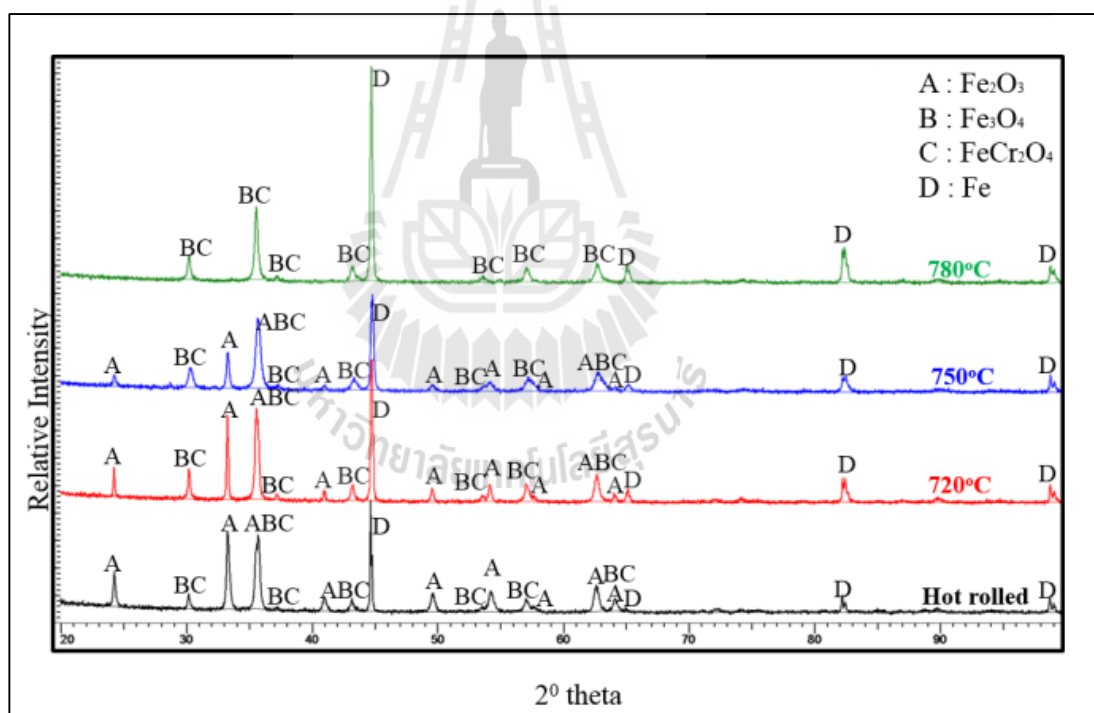
รูปที่ 4.12 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping



รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping

4.6 ผลการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน

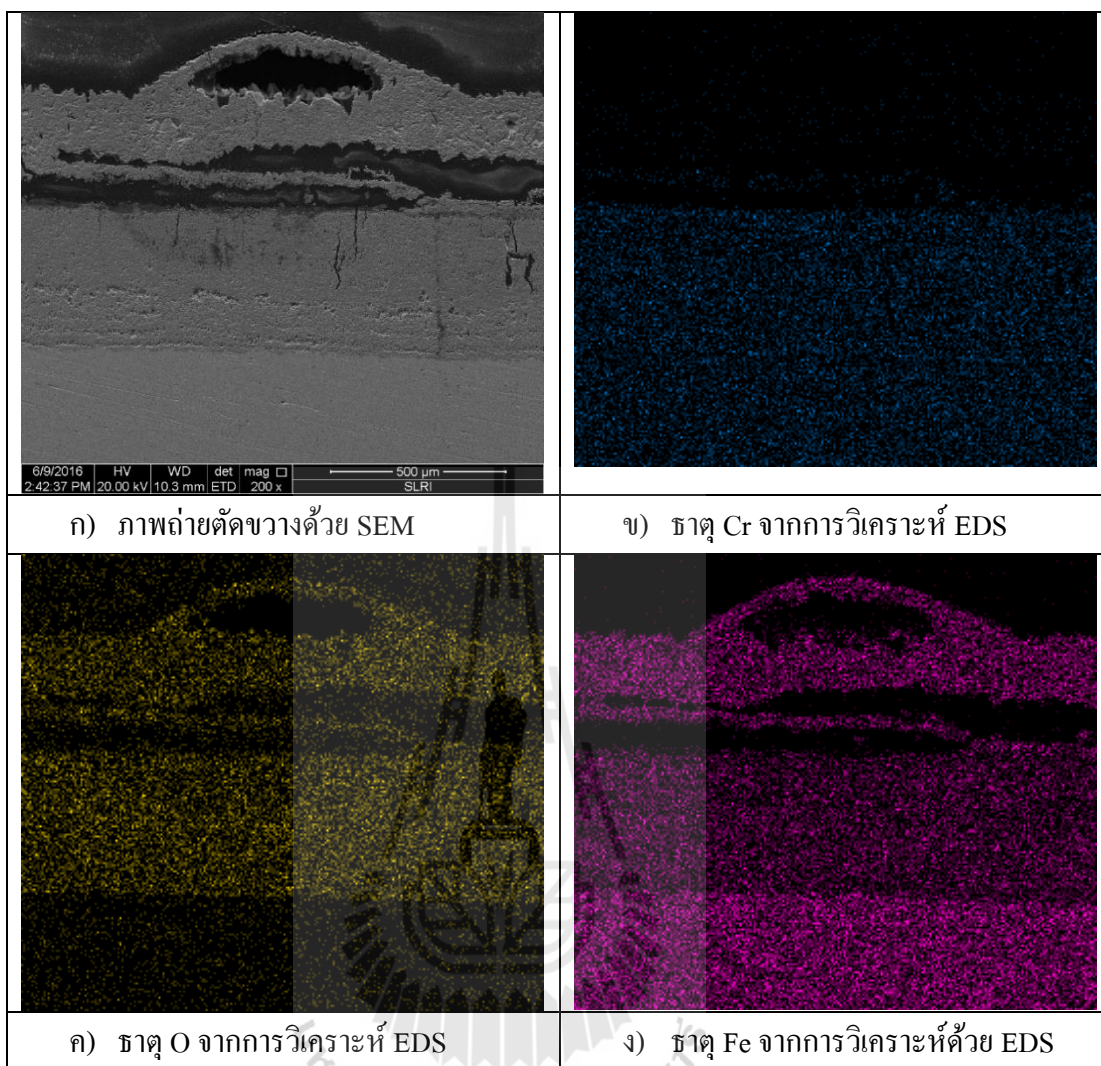
รูปที่ 4.14 แสดงผลของการวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ประกอบไปด้วย Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 และมีค่าความเข้มข้นที่ใกล้เคียงกับชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน แต่พบว่าชิ้นงานที่อบอ่อนที่อุณหภูมิ 780°C นั้น ความเข้มของสเปกตรัมของ Fe_2O_3 มีค่าลดลง ในขณะที่ค่าความเข้มของสเปกตรัมของ Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 ได้ถูกพบเป็นหลัก



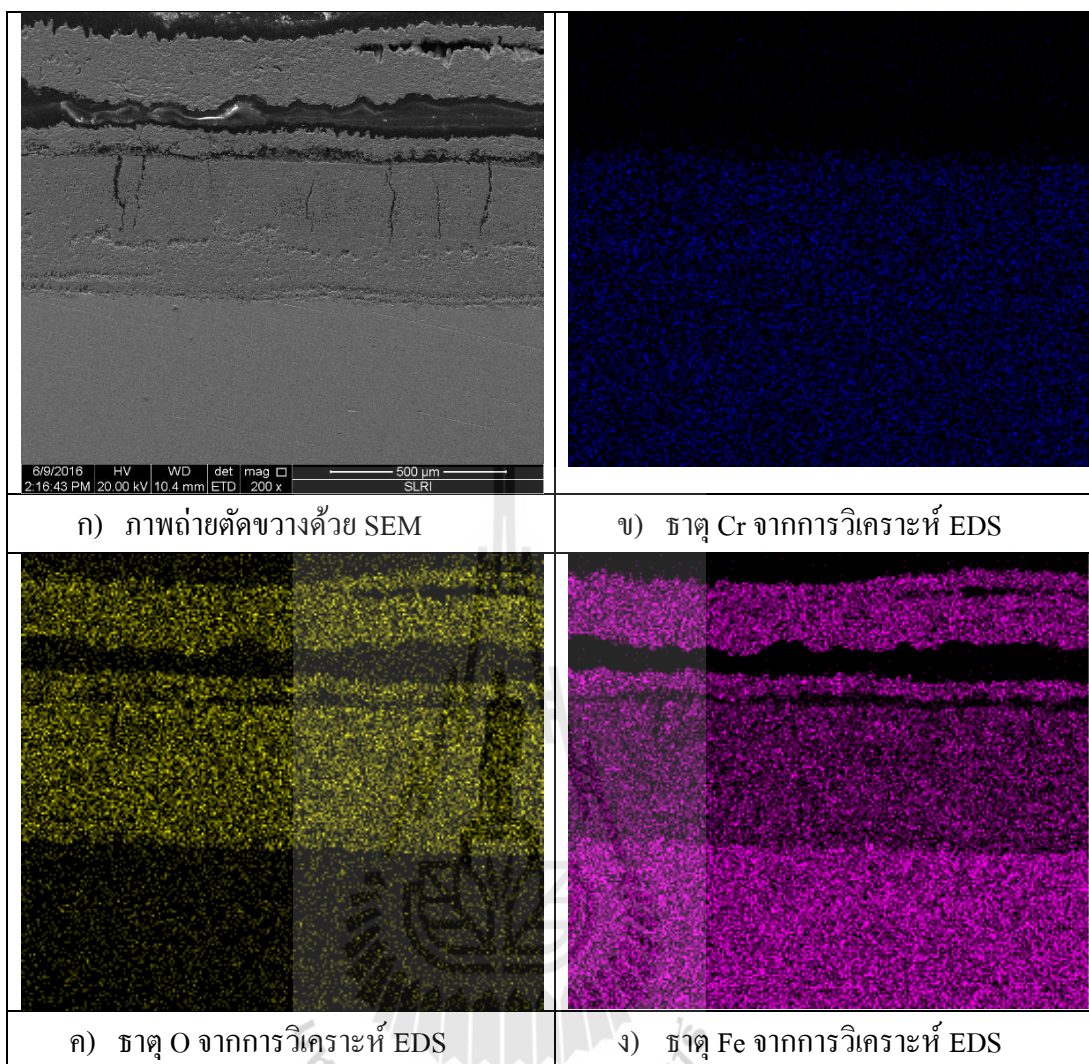
รูปที่ 4.14 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

รูปที่ 4.15 ถึงรูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์ห่ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมทั้งการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนนั้นแตกต่างกัน โดยเหล็กชิ้นงานที่ใช้อุณหภูมิในการอบอ่อน 720°C และ 750°C นั้น ออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะที่เกิดการแยกชั้นกันระหว่าง Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 และในชั้นของ Fe_2O_3 จะเกิดการพองตัวออกเกิดเป็นช่องว่างอยู่ภายในออกไซด์ชั้นนี้ ในขณะที่เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ใช้อุณหภูมิในการอบอ่อน 780°C มีลักษณะที่แตกต่างกันออกไป โดยพบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมี Fe_2O_3 อยู่ในชั้นบนสุดและ $FeCr_2O_4$ อยู่ในชั้นล่างสุด แต่พบว่าที่บริเวณกลางชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นมีชั้นบาง ๆ ของ $FeCr_2O_4$ ล้อมรอบกลุ่มก้อนของออกไซด์ที่มีเหล็กเจือปนอยู่เป็นจำนวนมาก โดยเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบจุดที่บริเวณนี้พบว่ามีส่วนผสมของเหล็ก 49% โครเมียม 0.66% และออกซิเจน 7.97 % คาร์บอนเป็นจำนวนมากถึง 42 % ซึ่งอาจจะมาจากส่วนผสมของเรซินซึ่งเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน นอกจากนี้ยังพบรอยแตกเป็นแนวยาวในชั้นของ $FeCr_2O_4$ อีกด้วย

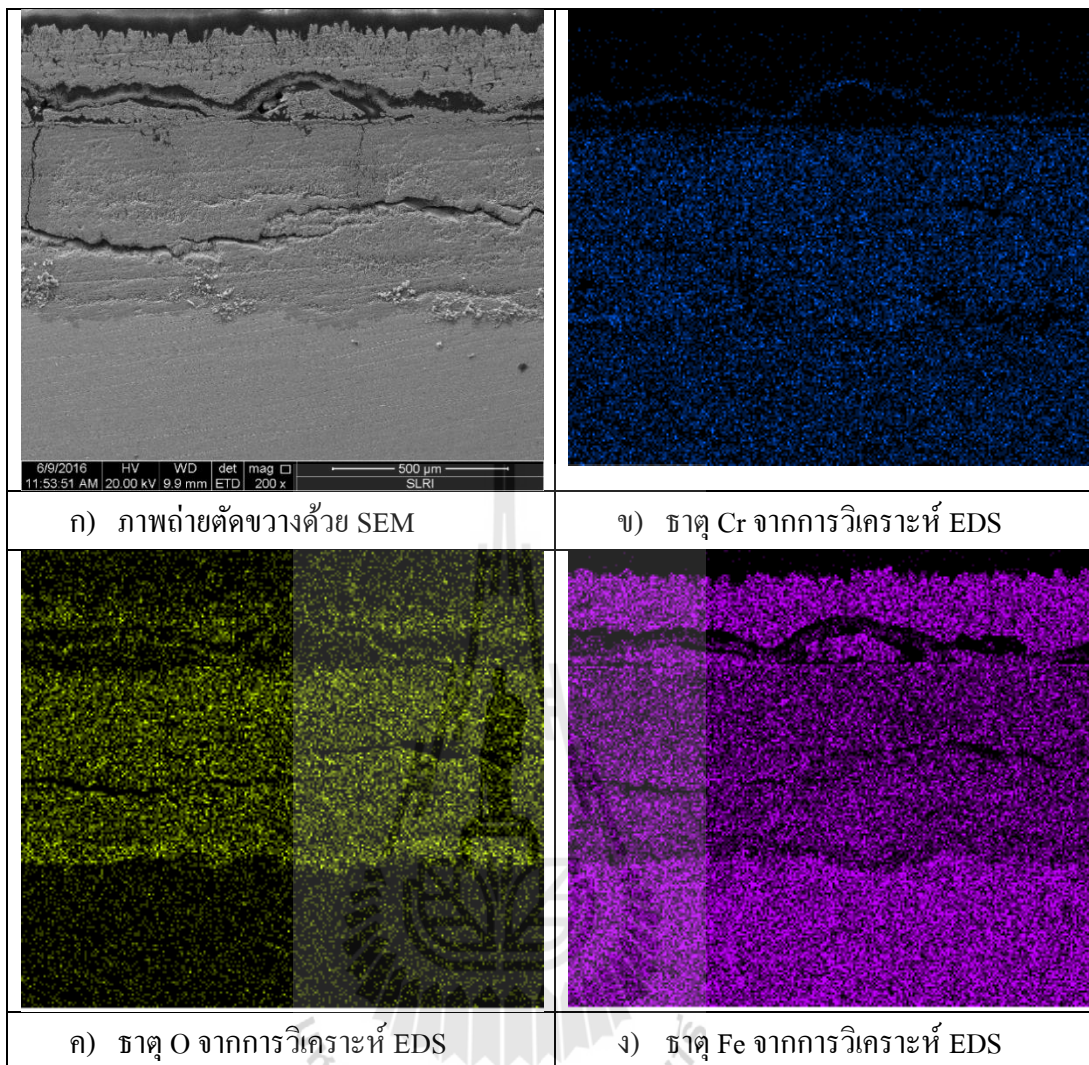




รูปที่ 4.15 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping



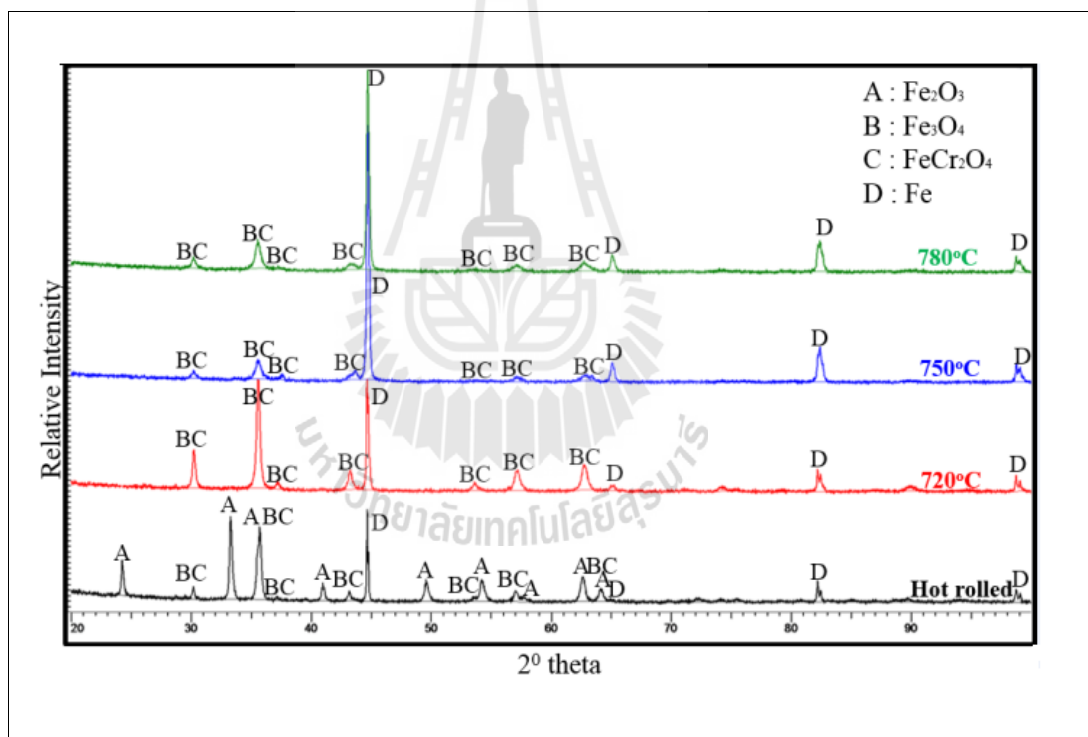
รูปที่ 4.16 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping



รูปที่ 4.17 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping

4.7 ผลการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน

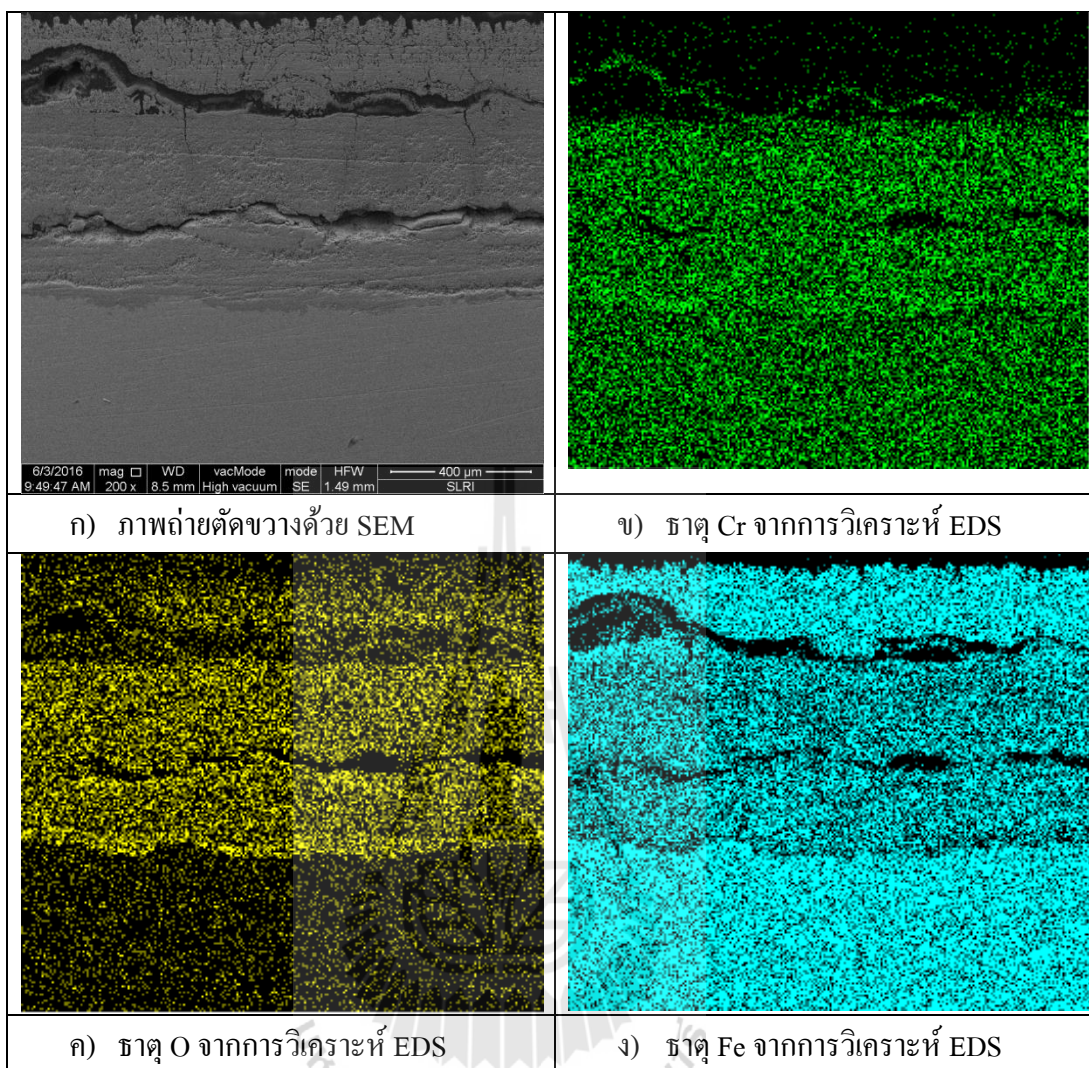
รูปที่ 4.18 แสดงผลการวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนพบสเปกตรัมของ Fe_3O_4 และ FeCr_2O_4 เป็นหลัก นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความเข้มของสเปกตรัมของ Fe มีค่าเพิ่มขึ้นมากเมื่อเทียบกับชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่ผ่านการรีดร้อน



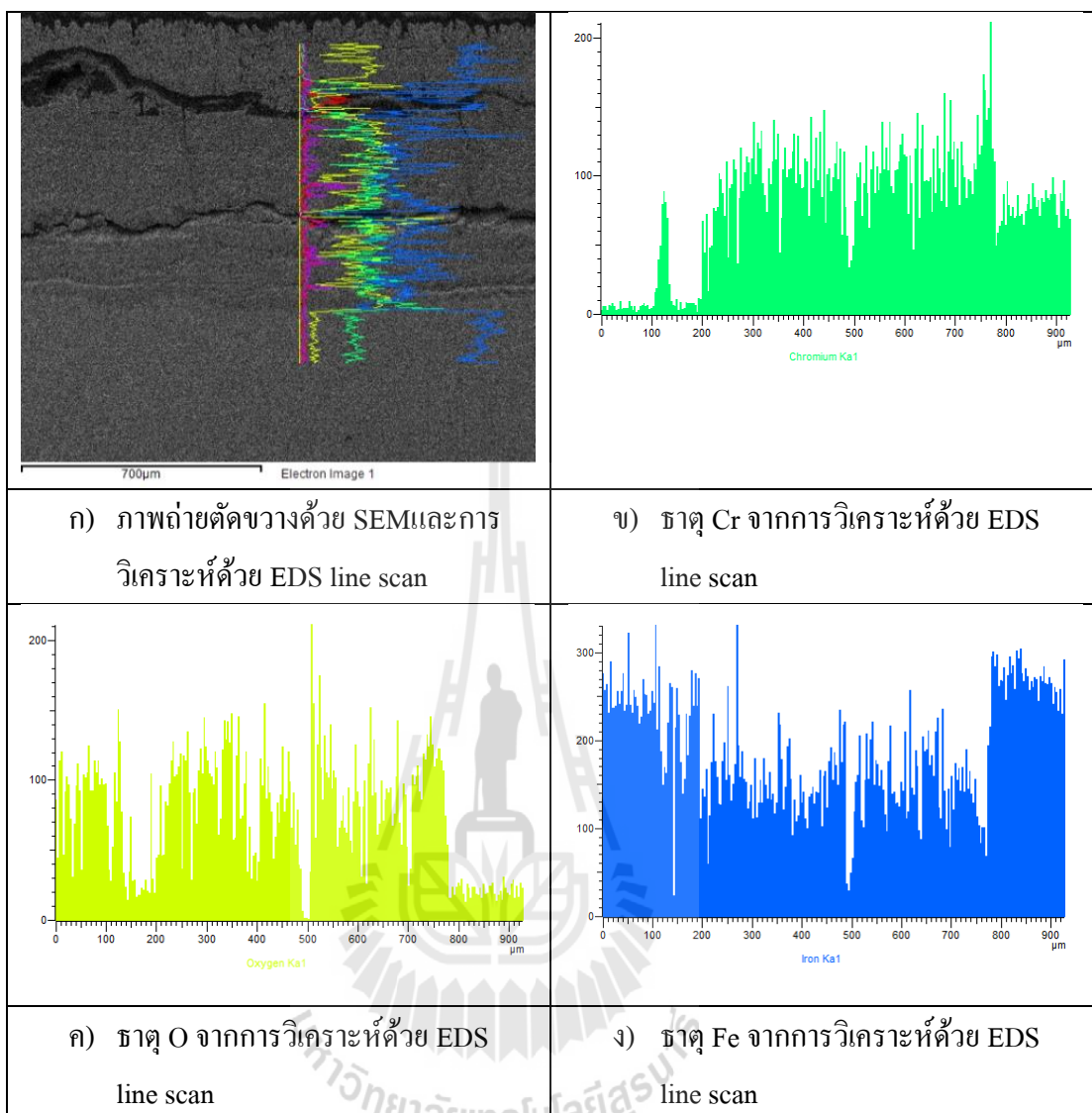
รูปที่ 4.18 ผลวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

รูปที่ 4.19 ถึงรูปที่ 4.24 แสดงผลการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิม เฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมทั้งการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping และ EDS line scan โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนนั้นคล้ายคลึงกันทุกอุณหภูมิที่ทำการทดสอบ โดยพบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมี Fe_2O_3 อยู่ในชั้นบนสุดและ $FeCr_2O_4$ อยู่ในชั้นล่างสุด แต่พบว่าที่บริเวณกลางชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นมีชั้นบาง ๆ ของ $FeCr_2O_4$ ล้อมรอบกลุ่มก้อนของออกไซด์ที่มีเหล็กเจือปนอยู่เป็นจำนวนมาก นอกจากนี้ยังพบรอยแตกในชั้นออกไซด์ของ $FeCr_2O_4$ อีกด้วย

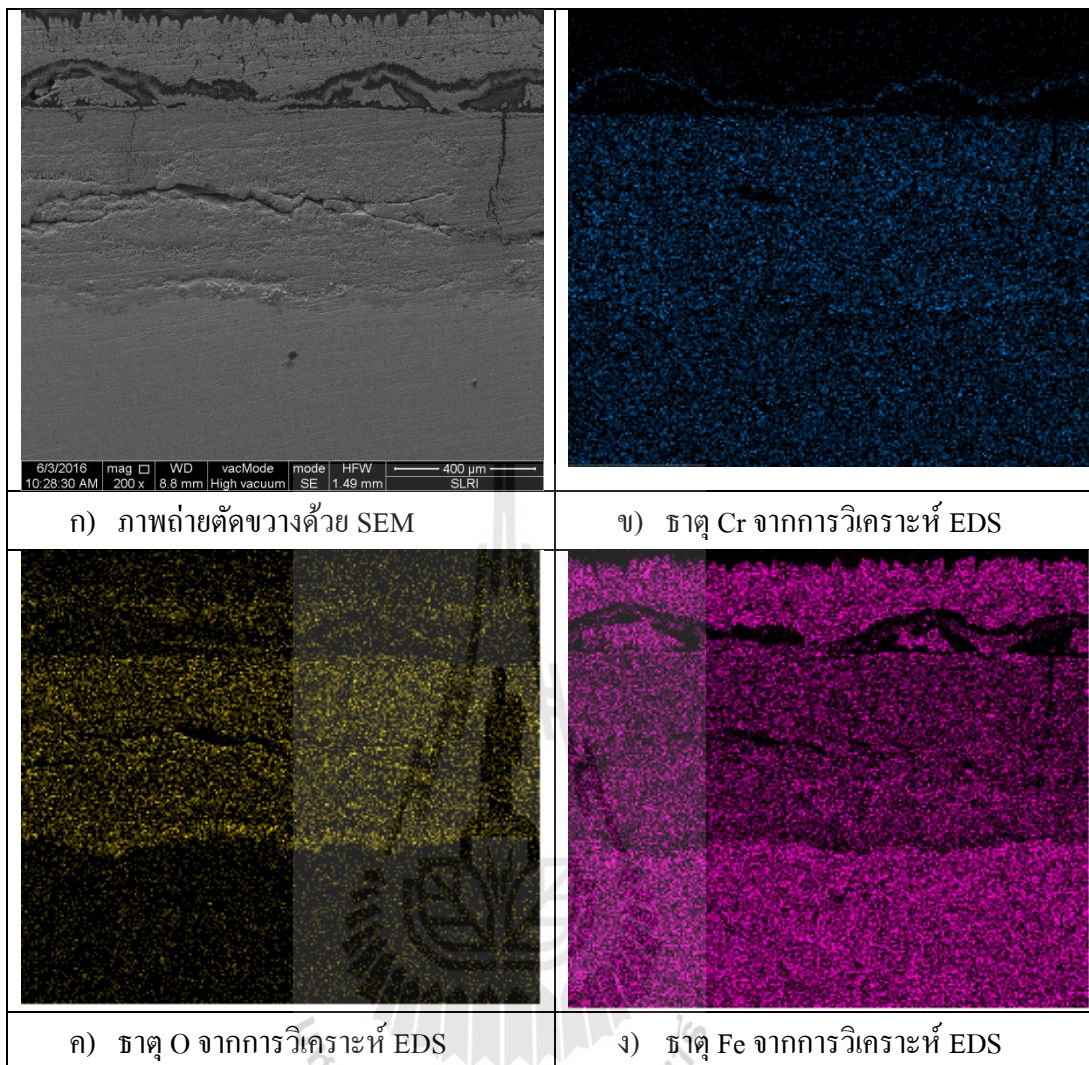




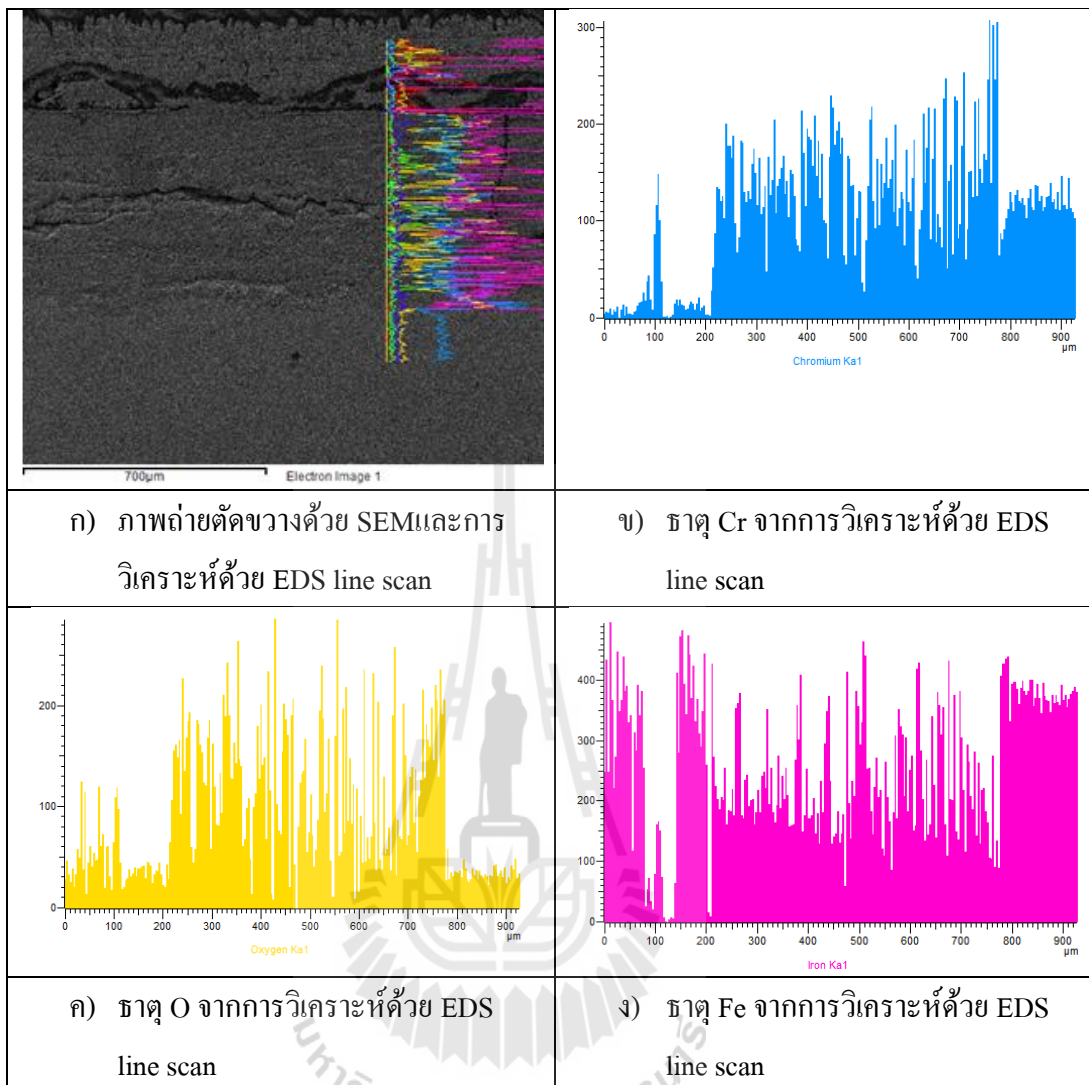
รูปที่ 4.19 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping



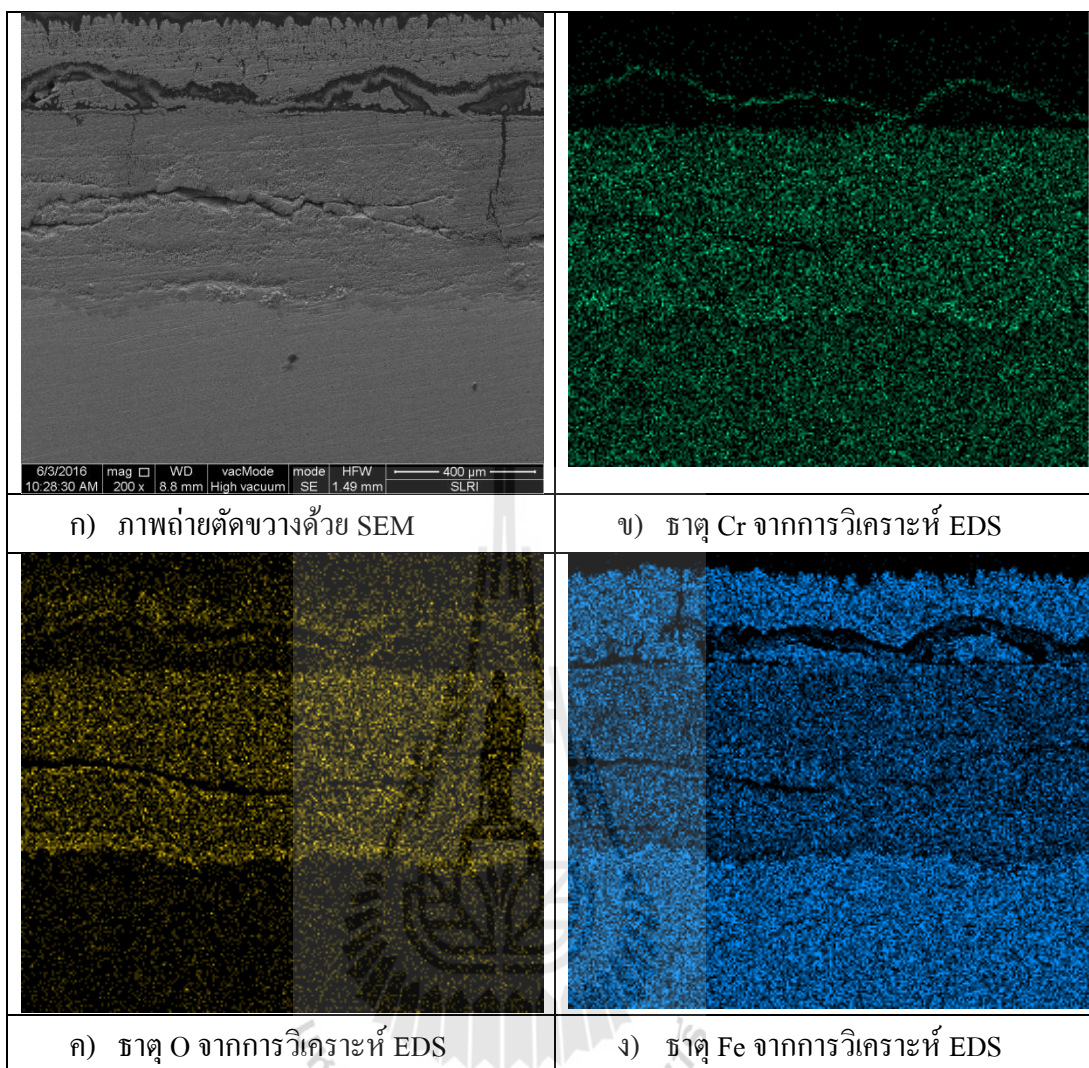
รูปที่ 4.20 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS line scan



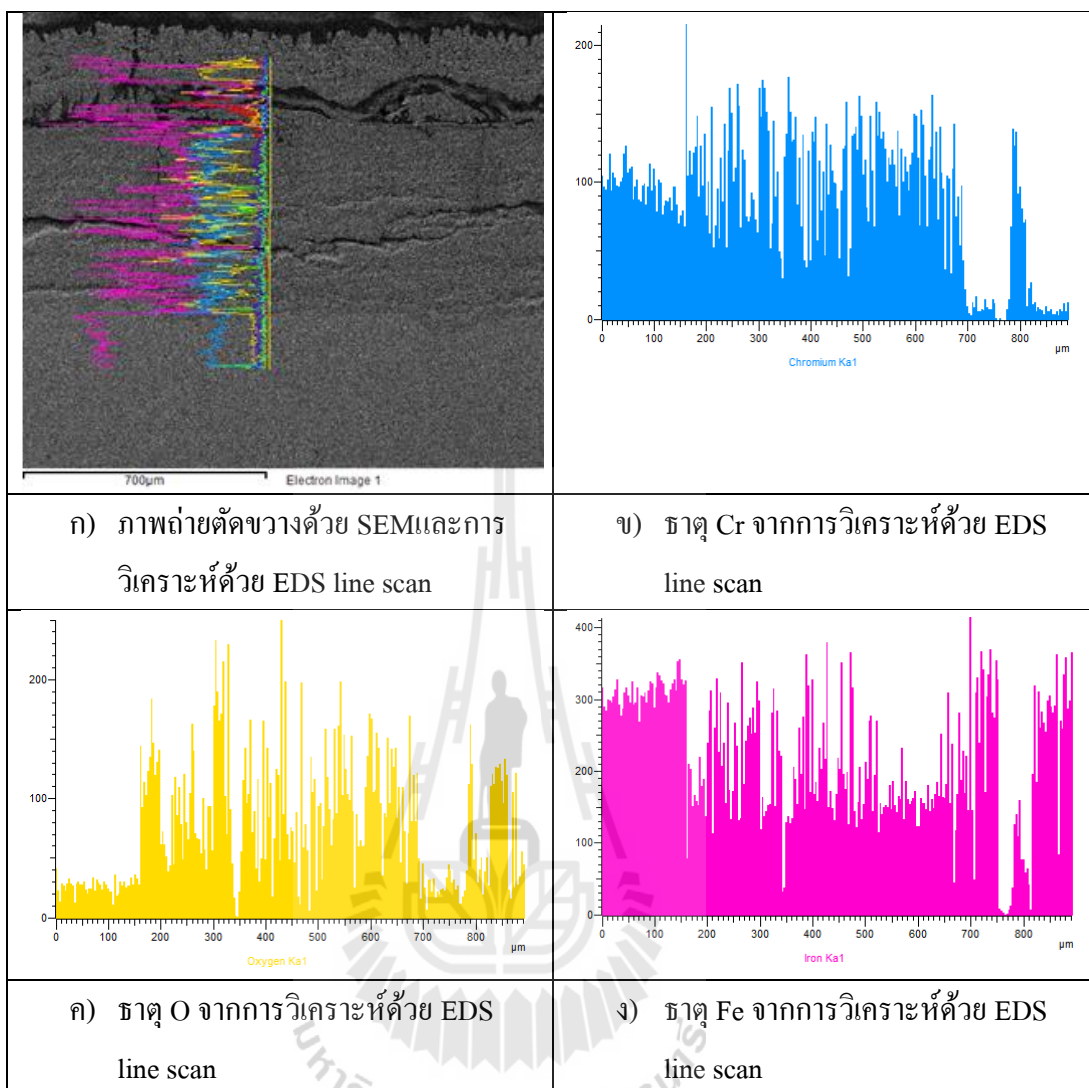
รูปที่ 4.21 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS mapping



รูปที่ 4.22 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผลในโตรเจนที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS line scan

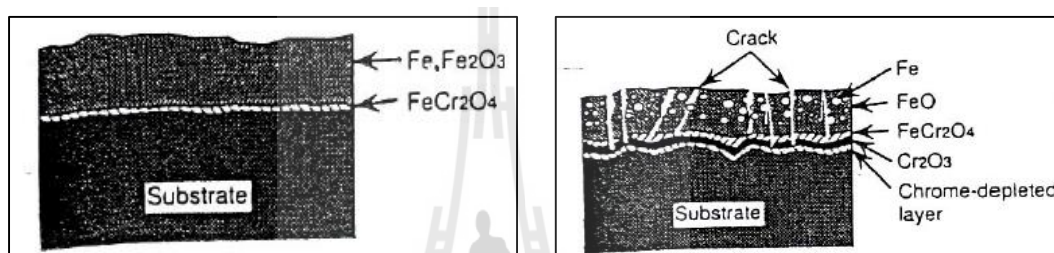


รูปที่ 4.23 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก เกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ ด้วยเทคนิค EDS mapping



รูปที่ 4.24 ผลวิเคราะห์ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในชั้นออกไซด์ด้วยเทคนิค EDS line scan

โดย Ito, M., et al. (1998) ได้ทำการอบอ่อนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกที่อุณหภูมิ 850 °C ในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 7% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน โดยจากผลการทดลองพบว่า เหล็กออกไซด์สามารถถูกรีดิวซ์เมื่อทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแบบริดิวซิง นอกจากนี้ ยังพบว่าในระหว่างการให้ความร้อน ทำให้เกิดการแตกของโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ภายในชั้นของออกไซด์สเกล ซึ่งอาจเป็นไปได้ที่จะทำให้เกิดรอยแตกแยกจำนวนมากภายในออกไซด์สเกล ดังแสดงในรูปที่ 4.25 ซึ่งทำให้เกิดผลดีตามมาในขั้นตอนการกัดกรด เนื่องจากครดที่ใช้ล้างออกไซด์สเกลสามารถซึมเข้าไปตามรอยแตกที่เกิดขึ้นและละลายออกไซด์สเกลออกมาได้ง่าย

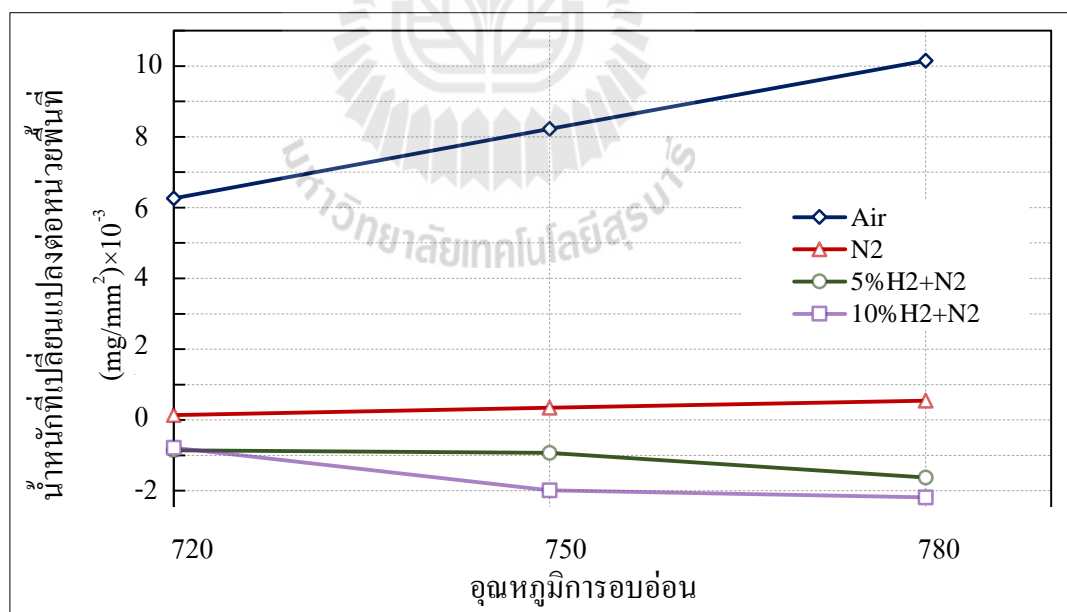


รูปที่ 4.25 ภาพจำลองแสดงลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นก่อนและหลังการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสมของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน (Ito, M., et al., 1998)

นอกจากนี้ Cheng, S.Y., et al. (2003) ยังพบว่าชั้นของออกไซด์ที่ประกอบไปด้วย Fe และมีลักษณะเป็นรูพรุนนั้น สามารถทำการชะล้างออกไซด์ออกได้ง่ายขึ้น เมื่อทำการกัดกรดในกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ที่มีความเข้มข้น 25% โดยน้ำหนัก

4.8 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อพื้นที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศ แบบต่าง ๆ

รูปที่ 4.26 ได้แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ ไนโตรเจน แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน และแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C โดยจากผลการทดลองพบว่า น้ำหนักของชิ้นงานที่อบอ่อนในอากาศปกติ มีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 6.26×10^{-3} , 8.22×10^{-3} และ $1.02 \times 10^{-2} \text{ mg/mm}^2$ ตามลำดับ ในขณะที่ชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจนมีน้ำหนักเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น คือ 1.39×10^{-4} , 3.43×10^{-4} และ $5.47 \times 10^{-4} \text{ mg/mm}^2$ นอกจากนี้ยังพบว่าชิ้นงานที่ทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นริควิซพบว่าน้ำหนักของชิ้นงานมีค่าลดลง โดยในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนพบว่าน้ำหนักของชิ้นงานลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น คือ -8.59×10^{-4} , -9.26×10^{-4} , $-1.63 \times 10^{-3} \text{ mg/mm}^2$ ตามลำดับ ส่วนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนพบว่าน้ำหนักของชิ้นงานลดลงมากกว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น กล่าวคือ -1.78×10^{-3} , -1.99×10^{-3} และ $-2.20 \times 10^{-3} \text{ mg/mm}^2$ ตามลำดับ



รูปที่ 4.26 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ ไนโตรเจน แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน และแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เวลา 24 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปกับความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.1 สามารถอธิบายได้ว่า ในกรณีที่ทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ นั้น จะมีออกซิเจนอยู่รอบ ๆ ชิ้นงาน ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ผิวชิ้นงาน ส่งผลให้ความหนาของออกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้น และทำให้น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานเพิ่มขึ้น ในกรณีที่บรรยากาศเป็นแก๊สไนโตรเจนนั้น พบว่าน้ำหนักของชิ้นงานและความหนาของออกไซด์มีค่าเปลี่ยนแปลงไปเพียงเล็กน้อย เนื่องจากว่าแก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สเฉื่อย ส่งผลให้ไม่ทำปฏิกิริยาใด ๆ กับผิวของชิ้นงาน ส่วนในกรณีที่บรรยากาศในการอบอ่อนเป็นแบบรีดิวซิง พบว่าความหนาของออกไซด์มีค่าน้อยและน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงต่อหน่วยพื้นที่มีค่าลดลงนั้น เนื่องมาจากออกไซด์ที่เกิดขึ้นในบรรยากาศการอบอ่อนดังกล่าว มีลักษณะที่เป็นรูพรุน ส่งผลให้ออกไซด์มีการหลุดร่วงออกในขณะที่ทำการอบอ่อน

4.9 แนวทางการเลือกใช้สภาวะการอบอ่อนในทางอุตสาหกรรม

บนพื้นฐานของผลการทดลองทั้งหมดที่ผ่านมาพบว่า บรรยากาศที่ใช้ในการอบอ่อนที่แตกต่างกัน จะส่งผลให้เกิดลักษณะของออกไซด์ที่เกิดขึ้นแตกต่างกัน โดยจากการทดลองพบว่าการอบอ่อนภายใต้บรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ นั้น จะเกิดออกไซด์ประเภท Fe_2O_3 , Fe_3O_4 และ $FeCr_2O_4$ และมีลักษณะที่แน่นทึบ ทำให้สามารถชะล้างออกไซด์ออกได้ยาก ดังนั้น จึงไม่เหมาะสมที่จะใช้บรรยากาศดังกล่าวในการอบอ่อนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก แต่ข้อดีของบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติ คือ มีราคาถูก ส่วนในกรณีที่ทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนพบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นไม่เปลี่ยนแปลงไปจากออกไซด์ที่เกิดจากการรีดรีนมากนัก อีกทั้งแก๊สไนโตรเจนมีคุณสมบัติการนำความร้อนที่ช้า แต่ข้อดีของแก๊สไนโตรเจน คือ มีราคาถูกเช่นกัน ส่วนในกรณีที่ทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสมระหว่าง 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน พบว่าที่อุณหภูมิในการอบอ่อน $780^{\circ}C$ เกิดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นรูพรุน ไม่ยึดติดกันแน่น ซึ่งจะเป็ข้อดีเมื่อทำการกัดกรดชะล้างออกไซด์ออกจากผิวชิ้นงาน อีกทั้งการเติมไฮโดรเจนเข้าไปผสมกับแก๊สไนโตรเจนนั้นเป็นการเพิ่มความสามารถในการพาความร้อนของบรรยากาศดังกล่าว ส่วนในกรณีที่ทำการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็น 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นรูพรุนและมี Fe อยู่ในชั้นออกไซด์เช่นกัน แต่การเพิ่มปริมาณไฮโดรเจนในแก๊สผสมนั้น เป็นการเพิ่มราคาของแก๊สที่ใช้ในการอบอ่อน

บทที่ 5

สรุปการทดลอง

จากการศึกษาผลของบรรยากาศและอุณหภูมิในการอบอ่อนต่อการเกิดออกไซด์สเกลบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ซึ่งทำการทดสอบอบอ่อนในเตาทรงท้อ ภายใต้บรรยากาศที่เป็น อากาศปกติ แก๊สไนโตรเจน แก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน และแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 720°C, 750°C และ 780°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สามารถสรุปได้ดังนี้

5.1 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการรีดร้อนมีความหนาออกไซด์ที่ผ่านการรีดร้อนประมาณ $682 \pm 18.97 \mu\text{m}$ โดยออกไซด์ที่เกิดขึ้นประกอบด้วย 3 ชั้นที่มีลักษณะค่อนข้างจะแน่นทึบ ติดกันทั้ง 3 ชั้น โดยเป็นชั้นของ FeCr_2O_4 ที่มีลักษณะแน่นทึบ ติดกับเนื้อพื้นโลหะ และมีความหนามากที่สุด และอีก 2 ชั้นด้านบนที่มีลักษณะแน่นทึบเช่นเดียวกัน ซึ่งประกอบไปด้วยชั้นของออกไซด์ Fe_3O_4 ที่อยู่ตรงกลางและชั้นออกไซด์ของ Fe_2O_3 ที่อยู่ด้านบนสุด

5.2 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติพบว่า ออกไซด์ที่เกิดขึ้นประกอบด้วย FeCr_2O_4 อยู่ติดกับเนื้อพื้นโลหะ Fe_3O_4 อยู่ตรงกลางและ Fe_2O_3 ที่อยู่ด้านบนสุด โดยรูปร่างของออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นมีลักษณะที่แตกต่างกัน ที่อุณหภูมิ 720°C นั้น ออกไซด์มีลักษณะที่แน่นทึบติดกันคล้ายกับชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน ในขณะที่ ที่อุณหภูมิ 750°C และ 780°C นั้น ออกไซด์มีลักษณะที่แยกออกเป็นชั้น ๆ อย่างชัดเจน

5.3 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สไนโตรเจนพบว่า ออกไซด์ที่เกิดขึ้นประกอบด้วย FeCr_2O_4 อยู่ติดกับเนื้อพื้นโลหะ Fe_3O_4 อยู่ตรงกลางและ Fe_2O_3 ที่อยู่ด้านบนสุด แต่ลักษณะรูปร่างของออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นมีลักษณะที่แตกต่างกัน โดยที่อุณหภูมิ 720°C นั้น ออกไซด์มีลักษณะที่แน่นทึบติดกันคล้ายชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน ในขณะที่ ที่อุณหภูมิ 750°C ชั้นออกไซด์ชั้นบนที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นรูพรุนอยู่ด้านในระหว่างชั้นออกไซด์ของ Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 ในขณะที่ชิ้นงานที่อบอ่อนที่อุณหภูมิ 780°C นั้น ชั้นออกไซด์ของ Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 นั้นแยกออกจากกันเป็น 2 ชั้นอย่างชัดเจน

5.4 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน พบว่า ที่อุณหภูมิ 720°C และ 750°C นั้น ออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะที่เกิดการแยกชั้นกันระหว่าง Fe_2O_3 และ Fe_3O_4 และในชั้นของ Fe_2O_3 จะเกิดการพองตัวออก ในขณะที่ ที่อุณหภูมิในการอบอ่อน 780°C จะมีลักษณะที่ต่างออกไป โดยพบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมี Fe_2O_3 อยู่ในชั้นบนสุดและ $FeCr_2O_4$ อยู่ในชั้นล่างสุด แต่พบว่าที่บริเวณกลางชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นมีชั้นบาง ๆ ของ $FeCr_2O_4$ ล้อมรอบกลุ่มก้อนของออกไซด์ที่มีเหล็กเจือปนอยู่เป็นจำนวนมาก

5.5 เหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน พบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะที่คล้ายกันในทุก ๆ อุณหภูมิที่ทำการทดลอง โดยพบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นมี Fe_2O_3 อยู่ในชั้นบนสุดและ $FeCr_2O_4$ อยู่ในชั้นล่างสุด แต่พบว่าที่บริเวณกลางชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นมีชั้นบาง ๆ ของ $FeCr_2O_4$ ล้อมรอบกลุ่มก้อนของออกไซด์ที่มีเหล็กเจือปนอยู่เป็นจำนวนมาก นอกจากนี้ยังพบรอยแตกในชั้นออกไซด์ของ $FeCr_2O_4$ อีกด้วย

5.6 การเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศแบบต่าง ๆ พบว่า น้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นอากาศปกติมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ส่วนชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นไนโตรเจน พบว่า น้ำหนักของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย ในขณะที่ชิ้นงานผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสมระหว่างไฮโดรเจนกับไนโตรเจน พบว่า น้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ของชิ้นงานมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศแก๊สผสม 10% ไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนจะมีน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่ลดลงมากกว่าชิ้นงานที่อบอ่อนในบรรยากาศแก๊สผสม 5% ไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนที่อุณหภูมิในการอบอ่อนเดียวกัน

5.7 ความหนาของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติกเกรด AISI 430 ที่ผ่านการอบอ่อนในอากาศปกติมีค่าเพิ่มมากขึ้นจากชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน ส่วนชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในแก๊สไนโตรเจนและแก๊สผสม 5% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจน พบว่าความหนาของออกไซด์มีค่าใกล้เคียงกับออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่ผ่านการรีดร้อน แต่ในกรณีของชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนในบรรยากาศที่เป็นแก๊สผสม 10% ของไฮโดรเจนผสมไนโตรเจนพบว่า ความหนาของออกไซด์มีค่าลดลงเล็กน้อย ซึ่งเกิดเนื่องมาจากออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นรูพรุนและไม่ยึดติดแน่น จึงทำให้เกิดการหลุดร่วงในระหว่างที่ทำการอบอ่อน

รายการอ้างอิง

- Arcelor Mittal Stainless Steel Europe. (2016). Manufacturing Process-The melt shop.
<http://www.aperam.com/europe/what-is-stainless-steel/manufacturing-process>
- Birks, N., Meier, G.H., Petit, F.S. (2006). Introduction of high temperature oxidation of metal. 2nd edition: 115.
- Braddy, M.P., Keiser, J.R., More, K.L., Fayek, M., Walker, L.R., Anovitz, L.M., Peascoe-Meisner, R.A., Wesolowski, D.J., Cole, D.R. (2012). Comparison of short-term oxidation behavior of model and commercial chromia-forming ferritic stainless steels in dry and wet air. **Oxidation of Metal**. 78: 1-16.
- Carlos, E.R.C., Geraldo, M.C., Andre, B.C., Edson, H.R. (2006). High Temperature Oxidation Behavior of AISI 304 and AISI 430 Stainless Steels. **Materials Research**. 9(4): 393-397.
- Cheng, S.Y., Juan, C.T., Kuan, S.L., Tsai, W.T. (2003). Effect of annealing atmosphere on scale formation and pickling performance of 410 SS. **Oxidation of Metal**. 60: 409-425.
- Cheng, X., Jiang, Z., Wei, D., Hao, L., Zhao, J., Jiang, L. (2015). Oxide scale characterization of ferritic stainless steel and its deformation and friction in hot rolling. **Tribology International**. 84: 61-70.
- Collins, L. (2002). Processing of Niobium-containing Steels by Steckel Mill Rolling. **IPSCO Internal Report: 2**.
- Dae, J.H., Yong, J.K., Jong, S.L., Yong, D.L., Sunghak, L. (2009). Effects of alloying elements on sticking behavior occurring during hot rolling of modified ferritic STS430J1L stainless Steels. **The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International**. 40: 1080-1089.

- Han, P.D., Li, H.F., Sun, X.L., Liang, W., Dong, H.B., Xu, B.S. (2011). Combined first principle and experimental study of oxide/alloy interface evolution during hot rolling 430 stainless steels. **Ironmaking & Steelmaking**. 38(7): 530-533.
- Ito, M., Tachibana, R., Seino, Y., Yamato, A., Kawabata, A. (1998). Characteristics and production mechanism of sulfuric acid and nitric hydrofluoric acid pickling sludge produced in manufacture of stainless steel. **Journal of Chemical Engineering of Japan**. 31(4): 589.
- Jargelius-Petterson, R. F. A. (1996). Characterisation of Oxides Formed on Stainless Steels at 800-1100°C. **Process Microscopy of Oxidation** 3. 5: 515-524.
- Jonathan, B., Gordon, P. (1999). Introduction to stainless steel. ASM International. 3 edition: 225-240.
- Khanna, A.S. (2002). Introduction to high temperature oxidation and corrosion. Publisher: ASM international: 325.
- Kofstad, P. (1988). High temperature corrosion. New York, NY : Elsevier Applied Science: 1-19.
- Lain-hong, Y., Ya-zheng, L., Long-jiao, L. (2011). Microstructure of oxidation layer of 430 stainless steel during hot rolling. **Advanced Materials Research**. 194-196: 316-320.
- Mougin, J., Le Bihan, T., and Lucazeau, G. (2001). High-pressure study of Cr₂O₃ by obtained by high-temperature oxidation by X-ray diffraction and raman spectroscopy. **Journal of physics and chemistry of solids**. 62: 553-563.
- Nippon Yakin Kogyo. (2003). Hot rolling.
<http://www.nyk.co.jp/en/technologies/hot.html>
- Petit, J.P., Mermoux, M., Wouters, Y., Galerie, A., Chemarin, C. (2004). Study of the thermal oxidation of Fe-15 Cr by combined raman and photoelectrochemical. **Materials Science Forum**. 461-464: 681-688.
- Posco-Thainox. (2014). แผนภาพของกระบวนการผลิตสแตนเลสรีดเย็น.
http://www.poscothainox.com/th/production_process.php
- Saeki, I., Saito, T., Furuichi, R., Konno, H., Nakamura, T., Mabuchi, K. (1998). Growth Process of Protective Oxides formed on Type 304 and 430 Stainless Steel at 1273 K. **Corrosion Science**. 40(8): 1295-1302.

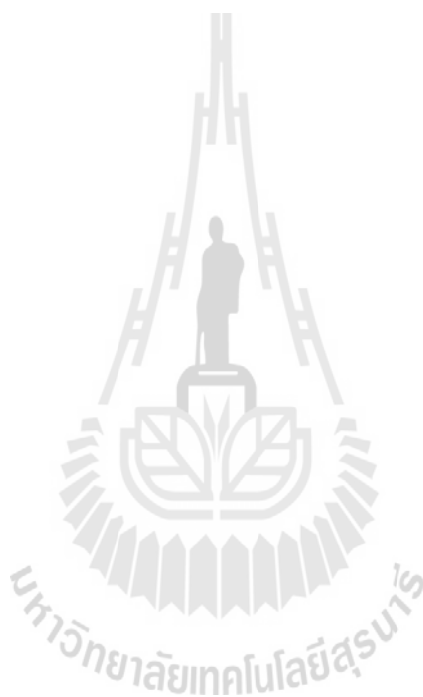
The Ellingham diagram. (2012) [On-line].

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

Waanders, F. B., Vorster, S.W., and Engelbrecht, A. (2000). Mössbauer and SEM characterization of the scale on type 304 stainless steel. **Scripta Materialia**. 442:997-1000.

สยาม แก้วคำไสย์. (2553). เหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มเฟอร์ริติก.

<http://siamkaewkumsai.blogspot.com/2010/11/8-ferritic-%E0%B9%84-steel.html>





ภาคผนวก ก

ผลการทดสอบออกซิเดชัน

ตารางที่ 1 น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งได้หลังจากการอบอ่อน

สภาวะ	ชั้น ที่	น้ำหนักก่อนอบ (กรัม)	น้ำหนักหลังอบ (กรัม)	น้ำหนักหลัง- น้ำหนักก่อน(M)	เฉลี่ย (กรัม)
Air-720	1	6.8968	6.9032	0.0064	0.009125
	2	6.9556	6.9652	0.0096	
	3	6.9486	6.9594	0.0108	
	4	6.9503	6.96	0.0097	
Air-750	1	6.9289	6.9415	0.0126	0.012
	2	6.9384	6.9496	0.0112	
	3	6.907	6.9192	0.0122	
Air 780	1	6.7913	6.806	0.0147	0.01476667
	2	6.9278	6.9433	0.0155	
	3	6.9329	6.947	0.0141	
N ₂ 720	1	6.8416	6.8418	0.0002	0.0002
	2	6.8413	6.8415	0.0002	
	3	6.841	6.8412	0.0002	
N ₂ 750	1	6.8111	6.8121	0.001	0.0005
	2	6.7978	6.7978	0	
	3	6.795	6.7955	0.0005	
N ₂ 780	1	6.8102	6.811	0.0008	0.0008
	2	6.8163	6.817	0.0007	
	3	6.8196	6.8205	0.0009	
5H ₂ 720	1	6.7607	6.7592	-0.0015	-0.00125
	2	6.8101	6.8086	-0.0015	
	3	6.8115	6.8109	-0.0006	
	4	6.8025	6.8011	-0.0014	
5H ₂ 750	1	6.8521	6.8503	-0.0018	-0.00135
	2	6.8372	6.8346	-0.0026	
	3	6.9322	6.9301	-0.0021	

ตารางที่ 1 น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งได้หลังจากการอบอ่อน (ต่อ)

สภาวะ	ชั้น ที่	น้ำหนักก่อนอบ (กรัม)	น้ำหนักหลังอบ (กรัม)	น้ำหนักหลัง- น้ำหนักก่อน(M)	เฉลี่ย(กรัม)
5H ₂ 780	1	6.7418	6.7394	-0.0024	-0.002375
	2	6.8422	6.8395	-0.0027	
	3	6.8027	6.8003	-0.0024	
	4	6.8295	6.8275	-0.002	
10H ₂ 720	1	6.8308	6.8275	-0.0033	-0.0026
	2	6.8725	6.8706	-0.0019	
	3	6.8363	6.8337	-0.0026	
	4	6.8365	6.8339	-0.0026	
10H ₂ 750	1	6.9	6.8968	-0.0032	-0.0029
	2	6.8707	6.8678	-0.0029	
	3	6.7918	6.7892	-0.0026	
	4	6.8536	6.85	-0.0036	
10H ₂ 780	1	6.8308	6.8274	-0.0034	-0.0032
	2	6.8437	6.8406	-0.0031	
	3	6.8552	6.8521	-0.0031	
	4	6.8184	6.8156	-0.0028	

ตารางที่ 2 ขนาดของชิ้นงานและพื้นที่ผิวของชิ้นงาน

สภาวะ	ความกว้าง มม	เฉลี่ย มม	ความสูง มม	เฉลี่ย มม	ความหนา มม	เฉลี่ย มม	พื้นที่ผิว ตร.มม
Air-720	14.95	15.0275	20.05	20.07	3	3	1456.5
	15.05		20.12		3		
	15.04		20.04		3		
	15.07		20.07		3		
Air 750	15.05	15.0533	20.12	20.0766667	3	3	1459.0 27
	15.04		20.04		3		
	15.07		20.07		3		
Air 780	15.03	15.0466	19.96	20.02	3	3	1454.2 01
	15.04		20.06		3		
	15.07		20.04		3		
N ₂ 720	15.11	15.09	20.09	20.07	3	3	1461.3 16
	15.13		20.03		3		
	15.03		20.09		3		
N ₂ 750	15.12	15.08666667	20.04	20.03	3	3	1458.0 1
	15.12		20.03		3		
	15.02		20.02		3		
N ₂ 780	15.11	15.12	20.04	20.04	3	3	1461.3 16
	15.15		20.05		3		
	15.1		20.03		3		
5H ₂ 720	15.01	15.0125	20.08	20.0775	3	3	1455.9 78
	15.04		20.08		3		
	15.02		20.08		3		
	14.98		20.07		3		

ตารางที่ 2 ขนาดของชิ้นงานและพื้นที่ผิวของชิ้นงาน (ต่อ)

สภาวะ	ความกว้าง มม	เฉลี่ย มม	ความสูง มม	เฉลี่ย มม	ความหนา มม	เฉลี่ย มม	พื้นที่ผิว ตร.มม
5H ₂ 750	15.07	15.06	20.07	20.065	3	3	1458.6 46
	15.04		20.03		3		
	15.1		20.08		3		
	15.03		20.08		3		
5H ₂ 780	14.98	15.025	20.08	20.08	3	3	1457.1 21
	15.1		20.1		3		
	14.99		20.08		3		
	15.03		20.06		3		
10H ₂ 720	15.03	15.0375	20.08	20.08	3	3	1458.0 74
	15.05		20.1		3		
	15.05		20.08		3		
	15.02		20.06		3		
10H ₂ 750	15.05	15.0725	20.1	20.075	3	3	1460.3 62
	15.03		20.09		3		
	15.06		20.04		3		
	15.15		20.07		3		
10H ₂ 780	15.05	15.055	20.03	20.0425	3	3	1456.5 5
	15.08		20.08		3		
	15.06		20.04		3		
	15.03		20.02		3		

ภาคผนวก ข

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา

Seekoh, T., Srikhang, L., Jindangam, T., Khumkoa, S. (2016). Study on Scale Formation of AISI 430 Stainless Steel in Annealing Atmospheres. **International Symposium on Fundamental and Applied Sciences**. ISFAS -1480 : 484-491.



Effect of Annealing Atmosphere on Scale Formation of AISI 430 Stainless Steel

Thanakit Seekoh^a, Sakhob Kumkoa^b

^a School of Metallurgical Engineering, Faculty of Engineer, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand
E-mail address: kokothana@hotmail.com

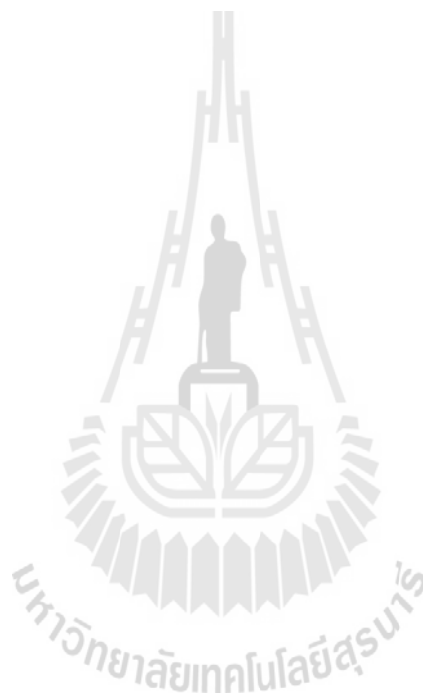
^b School of Metallurgical Engineering, Faculty of Engineer, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand
E-mail address: sakhob@sut.ac.th

Abstract

Stainless steel manufacturing often involves an annealing step, which is most performed in atmospheres formed by different gasses. During the annealing process, the surface of the steel reacts with oxidants in the furnace atmosphere to form a scale layer. The scale formation is undesirable due to its effect on yield and surface quality. In the present work, the effects of annealing atmospheres on the compositions and microstructures of the oxide scales formed on the AISI 430 stainless steel surface were investigated. The as-hot rolled sheets were cut into a dimension of 15 mm x 20 mm x 3 mm, were weight before and after annealing, and were annealed in a laboratory tube furnace. The annealing was performed at 720°C, 750°C and 780°C for 24 hours, and was followed by furnace cooling by argon purging to room temperature. The atmospheres to which the specimens exposed were air, N₂ (99.9% purity), 5%H₂+N₂ and 10%H₂+N₂. A cross-section micrograph of each annealed specimen was obtained using a scanning-electron microscope (SEM). Energy-dispersive spectroscopy (EDS) was employed to chemically analyze the oxide formed. X-ray diffraction (XRD) analyzes were conducted to identify the structures of the oxides formed on the annealed specimen. The primary experimental results indicated that the thickness of hot rolled oxide scales was about 5-6 μm. The oxide on as-hot rolled specimens composed of multilayer structures and compact. The oxide scale consisted of Fe₂O₃, Fe₃O₄ and Cr₂O₃. After annealing in the air atmosphere, the oxide scales of annealed specimens composed mainly of Fe₂O₃ and Cr₂O₃. In this atmosphere, Fe₃O₄ oxide cannot be observed when the temperature was 750°C and 780°C, respectively. The oxide scale of annealed specimens in N₂ atmosphere were not transformed into other form, it similar to the oxide originated on as-hot rolled specimens. When the annealing was conducted in 5%H₂ balanced with N₂, the oxide consisted of Fe₂O₃, Fe₃O₄ and Cr₂O₃ at 720°C and 750°C. However, at the temperature of 780°C, the oxide consisted mainly of Fe₃O₄. Most notably, the diffraction peak of Fe₃O₄ was only observed when the annealing

atmosphere was 10% H_2 balanced with N_2 . The weight change of annealed specimens were increase when the temperature was increase. The weight mass change of annealed specimens were increase when the temperature increase in the air atmosphere. In the N_2 atmosphere, the weight mass change of annealed specimens were slightly increase when the temperature increase. In the 5% H_2 and 10% H_2 balanced with N_2 atmosphere, the weight mass change of annealed specimens were slightly decrease when the temperature increase.

Keywords: annealing, scale formation, AISI 430 stainless steel



ISFAS-1480
Study on Scale Formation of AISI 430 Stainless Steel in Annealing Atmospheres

**Thanakit Seekoh, Loeslakkhana Srikhang, Thanawit Jindangam,
and Sakhob Khumkoa***

School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering,
Suranaree University of Technology, Thailand
E-mail address: sakhob@sut.ac.th

Abstract

The chemical compositions and microstructures of oxides formed during annealing process in different gas atmosphere impact on the descaling performance. Thus, the effects of annealing atmospheres on the composition and microstructures of the oxide scales formed on the AISI 430 stainless steel surface were investigated. The annealing was performed at 720°C, 750°C and 780°C for 24 hours, and was followed by furnace cooling to room temperature by argon purging. The atmospheres which the specimens exposed were air, N₂ (99.9% purity), 5%H₂ balance N₂ and 10%H₂ balance N₂. The primary oxide film of black coil or as-hot rolled sample, the so-called as-received sample, and secondary oxide films of annealed samples were investigated by optical microscope and X-ray diffraction. The oxide scale consisted of Fe₂O₃, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄. After annealing in the air, the diffraction spectrum of Fe₂O₃ was major peak and had intensity more than the as-received sample. The oxide scale of annealed sample in N₂ were similar to the oxide originated on as-received specimens. When the annealing was conducted in 5%H₂ balance N₂ at 780°C, the oxide consisted mainly of Fe₃O₄ and FeCr₂O₄. Most notably, the diffraction spectrum of Fe₃O₄ and FeCr₂O₄ were observed at all temperatures when the annealing atmosphere was 10%H₂ balance N₂, this is due to the oxide scale was reduced in reducing atmosphere. The weight change per surface area after annealing in the air increased with the temperature. For annealing in 10%H₂ balance N₂ the weight change per surface area decreased when the temperature increased.

Keywords: AISI 430 stainless steel, annealing atmosphere, oxidation, scale formation

1. Introduction

Ferritic stainless steel has been developed to substitute austenitic stainless steel in some applications such as automotive exhaust components, especially in the upstream parts of the exhaust line (manifold, down-pipe, converter shell), where temperature can reach 1100°C. They have the advantage of lower cost than austenitic grade due to the absence of nickel, and also present lower expansion coefficient than austenitic stainless steel, which is a great advantage when temperature cycling is needed [1].

In stainless steel manufacturing, the black coil is produced from the cast slab by hot rolling. During hot rolling, the primary oxide or scale is formed on the both sides of the stainless steel surface due to directly heating in a furnace by combustion of fuels such as natural gas, fuel oil, etc. The black coil is used as the raw material to produce the cold rolled stainless steel products [2]. Since ferritic 430 stainless steel has two phases ($\alpha+\gamma$) structures during hot rolling, some martensite forms during cooling of the black coil. Such coil are generally subjected to batch annealing to transform the martensite to ferrite to facilitate cold rolling [3]. Batch annealing step is mostly performed in atmospheres formed by different gasses. In such process, it is obvious that the oxide is continuously formed on the both surfaces of the stainless steel slab [4].

If the scale is not removed from the stainless steel it may be rolled into the product surface which would require additional processing before the sale of the product. Certainly, the different gas is probably the cause of the different structures and compositions of the oxide layer, which greatly influences the effectiveness of acid pickling, of the scale formed on the stainless steel surface. Therefore, the effects of annealing atmospheres on the compositions and microstructures of the oxide scales formed on the AISI 430 stainless steel surface were investigated.

2. Experiment

The hot rolled AISI 430 stainless steel was provided by POSCO-Thainox Steel Public Company Limited. The chemical compositions of this stainless steel is shown in Table 1. The samples were cut directly from the hot rolled sheet, this is the so-called as-received sample, into a dimension of 15 mm x 20 mm x 3 mm, and a tiny cut was made to indicate the upper surface. A hole 3mm in diameter was drilled near the edge at the center of the sample in order to hang the sample in the tube furnace. Subsequently, the samples were cleaned by acetone and further arranged in the experimental furnace. Each test condition consumed 4 test samples.

Table 1: Chemical composition of AISI 430 stainless steel.

Element	Fe	Cr	Mn	Si	C	P	S
Wt. %	Bal.	16.46	0.239	0.340	0.0581	0.034	0.0061

The as-received samples were annealed in a tube furnace to examine the effect of annealing atmosphere on the formation of oxides on the surface of 430 stainless steel. Fig. 1 represented a schematic diagram of the experimental apparatus. The annealing was performed at 720 °C, 750 °C and 780 °C for 24 hours and was followed by furnace cooling to the room temperature by argon purging into a tube furnace. The atmospheres which the samples exposed were air, N₂ (purify 99.9%), 5%H₂ balance N₂ and 10%H₂ balance N₂, respectively. The weight of samples were measured and documented before and after test in the tube furnace.

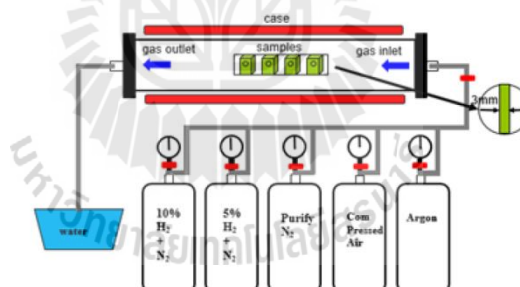


Fig. 1: Schematic diagram of the experimental apparatus

The surface appearance of test samples were obtained by optical microscope (OM). X-ray diffraction (XRD) was applied to identify the existence of a crystalline solid in the oxide film, the scans were carried out from 20° to 100° (2 theta).

3. Results and Discussion

The unpolished surface appearance of oxide scale of as-received sample shown in Fig. 2a. It can be found that the surface consisted of two distinct regions; brown regions, few red spots, as

well as rolling texture. After annealing in the air, the annealed surface was composed of a uniform black in all tested temperatures, Fig. 2.1b-2.1d. The annealed surface of the specimen tested in N_2 are shown in Fig. 2.2c-2.2d. It is found that the surface aspect of the annealed samples is still the same as the as-received sample. When the sample was annealed in 5% H_2 balance N_2 the annealed surfaces were similar to as-received samples, Fig. 2.3b-2.3c. When the test temperature was 780 °C, the annealed surface was composed of some gray and brown, Fig. 2.3d. While the steel was annealed in 10% H_2 balance N_2 , the annealed samples showed gray and a condensed surface is observed, Fig. 2.4b-2.4d. Fig. 3 displayed the XRD spectra of the upper and lower surface of 430 stainless steel. The diffraction spectrum shows that both surfaces of as-received sample were composed of oxide with the same chemical composition. Therefore, the analyses by using XRD was conducted with the upper surface only. The diffraction spectrum indicated that the oxide scale on the hot rolled samples consisted of three oxide phases: Fe_2O_3 , Fe_3O_4 and $FeCr_2O_4$. Han et al [5] were also reported the same results that the oxide of hot rolled 430 stainless steel was composed of the Fe_2O_3 on the top, Fe_3O_4 in the middle and $FeCr_2O_4$ on the bottom of the scale.

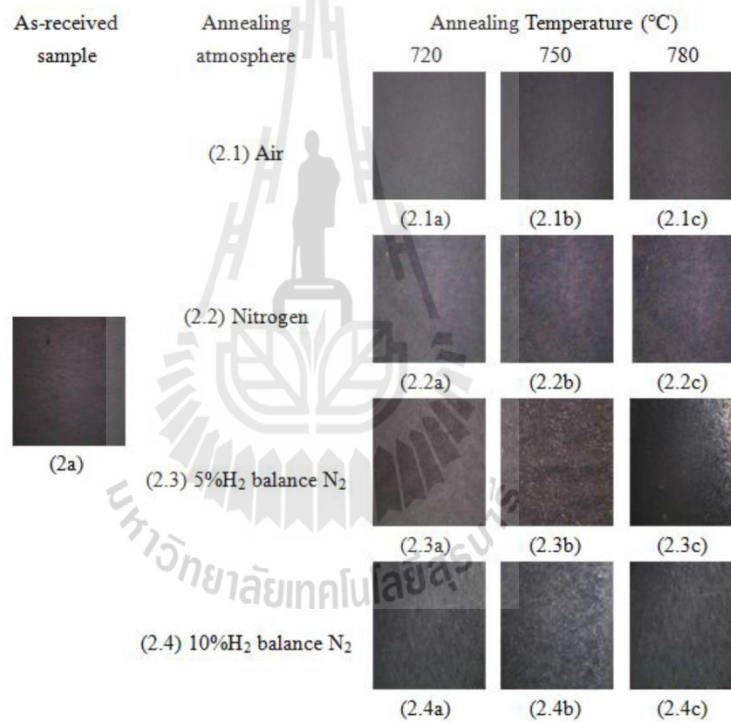


Fig. 2: Surface appearance of as-received and annealed samples

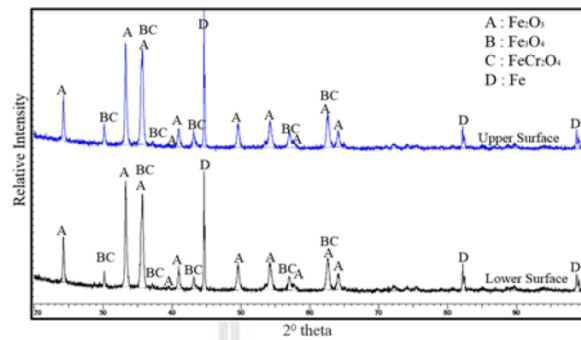


Fig. 3: Diffraction spectra of phases presented on both surfaces of as-received sample.

Fig. 4 presents the XRD spectra of as-received and the annealed samples in the air at 720°C , 750°C and 780°C , respectively. The oxides formed in this atmosphere were mainly Fe_2O_3 . In this annealing atmosphere, the diffraction spectrum of Fe_2O_3 was clearly observed when the temperature increased. As shown in Fig. 4(b)-(d). It is clearly found that the annealed samples had a higher intensity of Fe_2O_3 than as-received samples.

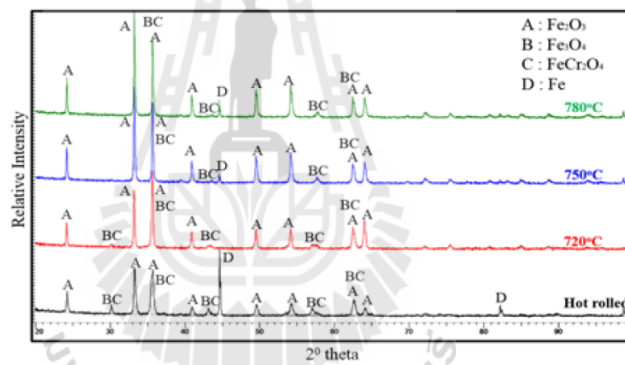


Fig. 4: Diffraction spectra of as-received and annealed sample in air
(a) as-received, (b) 720°C , (c) 750°C and (d) 780°C

Fig. 5 shows the XRD spectra of annealed sample in N_2 at different temperatures. The diffraction spectrum indicated that the oxide scale of the annealed samples were not transformed into the other form at any temperatures. It similar to the oxide originated on as-received samples. This is because N_2 is an inert gas and could not reacted with Fe or Cr to form the oxide scale [6].

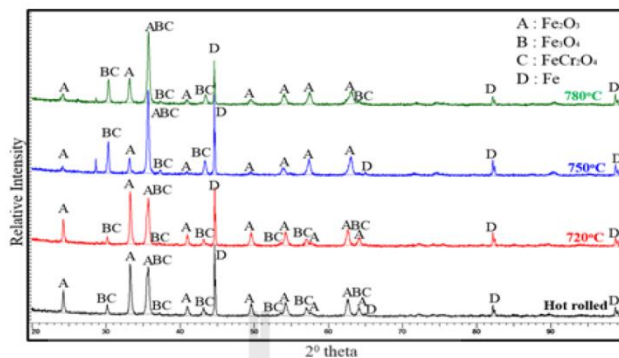


Fig. 5: Diffraction spectra of as-received and annealed sample in N₂
(a) as-received, (b) 720°C, (c) 750°C, (d) 780°C

The XRD spectra of annealing sample in 5%H₂ balance N₂ are shown in Fig. 6. The diffraction spectrum of Fe₂O₃, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄ were observed at the temperatures of 720°C and 750°C, similar to the oxide phases on as-received samples. But for the temperature of 780°C, the intensity of diffraction peak of Fe₂O₃ was greatly reduced while the diffraction peaks of Fe₃O₄ and FeCr₂O₄ became the major peaks. Most notably, the diffraction peaks of Fe₃O₄ and FeCr₂O₄ were the major peaks and the diffraction peak of Fe had more intensity than as-received samples in all test temperatures when the annealing was conducted in the 10%H₂ balance N₂, as presented in Fig. 7. This means that the iron oxide could be reduced when the annealing was performed in a reducing atmosphere of 10%H₂ balance N₂. The same results were reported by Masahiko et al [6] and Cheng et al [7].

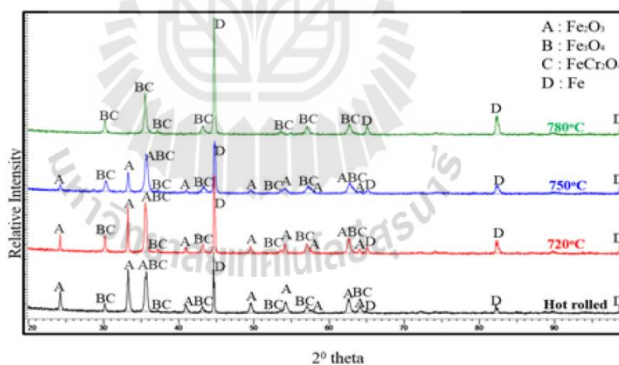


Fig. 6: Diffraction spectra of as-received and annealed sample in 5%H₂ balance N₂
(a) as-received, (b) 720°C, (c) 750°C, (d) 780°C

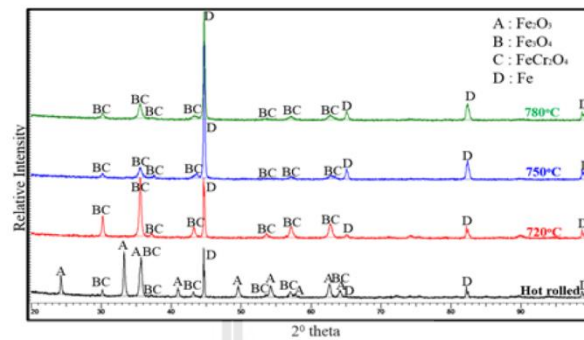


Fig. 7: Diffraction spectra of as-received and annealed sample in 10% H_2 balance N_2
(a) as-received, (b) 720°C, (c) 750°C, (d) 780°C

Fig. 8 presented the weight change per surface area after annealing in different atmospheres. The result was that the weight change per surface area of the sample annealed in the air increased when the temperature increased, 6.26×10^{-3} , 8.22×10^{-3} and 1.02×10^{-2} mg/mm^2 , respectively. In N_2 , the weight change per surface area of annealed specimens slightly increased when the temperature increased, 1.39×10^{-4} , 3.43×10^{-4} , 5.47×10^{-4} mg/mm^2 . In the 5% H_2 balance N_2 , the weight change per surface area of annealed specimens slightly decrease when the temperature increased, -8.59×10^{-4} , -9.26×10^{-4} , -1.63×10^{-4} mg/mm^2 . Similar to 10% H_2 balance N_2 , the weight change per surface area of annealed specimens decreased when the temperature increased, -1.78×10^{-3} , -1.99×10^{-3} and -2.20×10^{-3} mg/mm^2 . The weight change per surface area decreased in 5% and 10% H_2 balance N_2 due to the oxide being reduced by H_2 gas. For the annealing in N_2 , the weight change per surface area only slightly increased because N_2 is an inert gas, and it could not react with the oxide on the stainless steel surface. For the annealing in air atmosphere, the weight mass change per surface area increased due to increased oxygen in the annealing atmosphere, then the oxygen can react with Fe in the stainless steel to form the oxide on the surface and results in weight change per surface area increased.

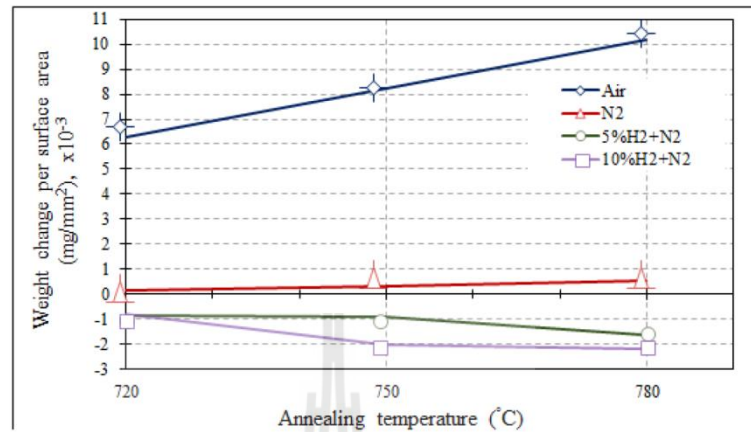


Fig. 8: Weight change per surface area of annealed samples

4. Conclusion

In this study, the scale formation of AISI 430 stainless steel in different annealing atmospheres: air, N₂, 5%H₂ balance N₂ and 10%H₂ balance N₂ at 720°C, 750°C, 780°C for 24 hours were investigated, and the conclusions are as follows.

1. The oxide scale on hot rolled sample, the so-called as-received samples, of AISI 430 stainless steel consisted of three phases: Fe₂O₃, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄.
2. When as-received samples were annealed in the air, Fe₂O₃ was the major phase and has more intensity appearance when compared with as-received sample. In this annealing atmosphere, the temperature did have an effect on oxide compositions.
3. The oxide compositions and appearance of the annealed sample in N₂ is similar to the oxide originated on as-received samples.
4. After annealing in 5%H₂ balance N₂ at 720°C and 750°C, the oxide consisted of Fe₂O₃, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄. Except for the temperature of 780°C, the oxide was composed of two phase, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄.
5. The oxide consisted of two phases, Fe₃O₄ and FeCr₂O₄ in all test temperature after annealing in 10%H₂ balance N₂, and this was due to the reducing of the oxide.
6. The weight change per surface area increased with the temperature after annealing in the air atmosphere, and slightly increased with the temperature when the samples were annealed in N₂. But, for the annealing in reducing atmosphere, the weight change per surface area of the samples decreased when the experimental temperature increased.

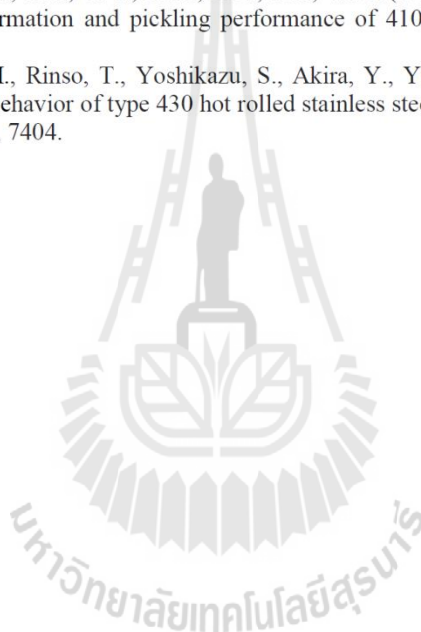
Acknowledgments

Authors would like to thank Suranaree University of Technology for providing the financial support for the research and thank also to POSCO-Thainox Public Company Limited for a great material supporting.

References

- [1]. Carvalho, C. E. R., Costa, G. M., Rossi, E. H. (2006). High temperature oxidation behavior of AISI 340 and AISI 430 stainless steels. *Material Research*, 9(4), 393-397.

- [2]. Naewkanya, P., Panchareon, U., Labchareonwongsa, P., Lothongkum, G. (2010). Effects of annealing temperature, time and oxygen content on secondary oxide formation of AISI 304 stainless steel. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 20(3), 19-23.
- [3]. Patra, S., Singhal, L. K. (2013). Influence of hot band annealing and cold rolling on texture and ridging of 430 stainless steel containing aluminum. *Materials Sciences and Applications*, 4, 70-76.
- [4]. Khunakronyothin, L. (2007). *A study of the secondary oxidation of black coil stainless steel AISI 304*. (Masters dissertation, King Mongkut's Institute of Technology North Bangkok). Retrieved from <http://www.gits.kmutnb.ac.th/ethesis/data/4510382023.pdf>
- [5]. Han, P. D., Li, H. F., Sun, X. L., Liang, W., Dong, H. B., Xu, B. S. (2011). Combined first principle and experimental study of oxide/alloy interface evolution during hot rolling 430 stainless steels. *Ironmaking and Steelmaking*, 38(7), 530-533.
- [6]. Cheng, S. Y., Juan, C. T., Kuan, S. L., Tsai, W. T. (2003). Effect of annealing atmosphere on scale formation and pickling performance of 410 SS. *Oxidation of Metals*, 60(5/6), 409-425.
- [7]. Masahiko, I., Rinso, T., Yoshikazu, S., Akira, Y., Yoshikazu, K., Kazuhiro, U. (1997). Descaling behavior of type 430 hot rolled stainless steel coil. *Japanese Journal of Applied Physics*, 36, 7404.



ประวัติผู้เขียน

นาย ธนกิต สีเกาะ เกิดเมื่อวันที่ 27 มีนาคม 2532 เริ่มศึกษาชั้นประถมศึกษาปีที่ 1-6 ที่โรงเรียนชุมชนบ้านด่านจาก ชั้นมัธยมศึกษาตอนต้นปีที่ 1-3 ที่โรงเรียนมัธยมบ้านด่านจาก สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายปีที่ 4-6 ที่โรงเรียนบุญเหลือวิทยานุสรณ์ จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2550 และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2554 หลังจากสำเร็จการศึกษาในระดับปริญญาตรี ได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา เมื่อปีพุทธศักราช 2554 โดยได้รับทุนการศึกษาแก่นักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาที่คณาจารย์ได้รับทุนวิจัยจากแหล่งทุนภายนอกจากกองทุนสนับสนุนการวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

โดยมีบทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ดังนี้

1. T. Seekoh, L. Srikhang and T. Jindangam and S. Khumkoa. Study on Scale Formation of AISI 430 Stainless Steel in Annealing Atmospheres. **The 4th International Symposium on Fundamental and Applied Sciences (ISFAS)** ; 29-31 March 2016; Kyoto Japan.
2. T. Seekoh, S. Khumkoa. Effects of Annealing Atmosphere on Scale Formation of Stainless Steel Grade AISI 430. **9th Thailand Metallurgy Conference (9th TMETC)** ; 25-27 November 2015; Nakhonratchasima Thailand.