doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11

การหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างในเหล็กกล้า AISI 52100 ด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน

เผ่าพันธุ์ เอื้ออารีย์กุลเลิศ* และ ประสงค์ ศรีเจริญชัย**
ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
กรุงเทพฯ ประเทศไทย
E-mail : *phaophan_121mt@yahoo.co.th, **fmtpsc@eng.chula.ac.th

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้หาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างในชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 52100 ที่ชุบแข็งและอบคืนตัวด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน โดยอบเหล็กให้เป็นออสเทนไนต์ในช่วงอุณหภูมิ 800-900°C แล้วชุบแข็งในน้ำมันและอบคืนตัว โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานประกอบด้วยมาร์เทนไซต์ ซีเมนไตต์กลมและออสเทนไนต์เหลือค้าง แต่โครงสร้างจุลภาคเกิดลักษณะ Ghost line เมื่อกัดผิวด้วยสารละลาย nital จึงต้องใช้สารละลายที่กัดผิวแล้วแสดงซีเมนไตต์ให้เด่นชัดสำหรับหาปริมาณสัดส่วนเชิงปริมาตรของซีเมนไตต์ การใช้เครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนที่มีโครเมียมเป็นเป้า ทำให้หาอัตราส่วนของสัดส่วนเชิงปริมาตรของมาร์เทนไซต์ และของออสเทนไนต์ได้ เมื่อรู้สัดส่วนเชิงปริมาตรของซีเมนไตต์จึงคำนวณหาปริมาณออสเทนไนต์ได้ โดยอุณหภูมิอบให้เป็นออสเทนไนต์ที่ 800, 815, 845, 860 และ 900°C ได้ปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างที่ 5.3, 6.3, 9.9, 13.3 และ 20.1% ตามลำดับ

คำสืบค้น

เครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน (XRD) , ออสเทนไนต์เหลือค้าง

doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11

DETERMINING THE AMOUNT OF RETAINED IN AISI 52100 STEEL USING X-RAY DIFFRACTION

Phaophan Eua-areekunlerd * and Prasonk Sricharoenchai**

Department of Metallurgical Engineering,
Faculty of Engineering, Chulalongkorn University
Bangkok, Thailand
E-mail : *phaophan_121mt@yahoo.co.th, **fmtpsc@eng.chula.ac.th

ABSTRACT

This research is to determine retained austenite content in AISI 52100 steel specimens which were hardened and tempered, by X-ray diffractometer. Steels were austenitized in temperature range of 800°C to 900°C, then quenched in oil and tempered. Microstructure of specimens comprises martensite, spheroidized cementite and retained austenite. However, microstructure showed Ghost line when etched with nital solution. The etchant which showed cementite clearly was used to determine volume fraction of cementite. X-ray diffractometer with chromium target provides the ratio of volume fraction martensite and austenite. When volume fraction of cementite is known, the amount of retained austenite can be calculated. Austenitizing temperatures of 800, 815, 845, 860 and 900°C result in the amounts of retained austenite of 5.3, 6.3, 9.9, 13.3 and 20.1% respectively.

KEYWORDS

XRD (X-ray diffractometer) , retained austenite

doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11

I . บทนำ

ในเหล็กกล้าคาร์บอนสูงหรือเหล็กกล้าผสมสูงมักจะมีปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างจำนวนหนึ่งหลังการชุบแข็งและอบคืนตัว เหล็กกล้าที่มีออสเทนไนต์เหลือค้างอยู่เมื่อได้รับแรงกระทำ ทำให้ออสเทนไนต์แปลงเฟสเป็นมาร์เทนไซต์ซึ่งมีสมบัติเปราะหากไม่ได้รับการอบคืนตัว และทำให้ปริมาตรเพิ่มขึ้นด้วย การมีปริมาณออส เทนไนต์เหลือค้างมากย่อมไม่เป็นผลดีต่อเหล็กกล้าชนิดนั้น การหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างจึงเป็นสิ่งสำคัญ การใช้เครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน (X-ray diffractometer, XRD) เป็นวิธีที่ใช้วัดปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างได้ดี จนกระทั่งมีการพัฒนาเครื่องประเภทนี้ให้วัดได้ง่ายและแม่นยำเช่น การใช้เครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนที่มีโมลิบดินัมเป็นเป้าและแท่นวางชิ้นงานเป็นแบบ rotation กับ tilting พร้อมกันสำหรับหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างในเหล็กหล่อผสมที่มีโครเมียมสูง [1]

อย่างไรก็ดี ในประเทศไทยแม้ว่ามีเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนใช้อยู่มาก แต่ใช้ทองแดงเป็นเป้าในการเกิดรังสี และไม่ใช้วัดปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างในเหล็กกล้ากันนัก เหตุผลส่วนหนึ่งอาจเกิดจากการใช้ทองแดงเป็นเป้าของเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนทำให้รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากเป้าทองแดงไปกระตุ้นอะตอมของเหล็ก ทำให้เกิดรังสีเอ็กซ์จากเหล็กรบกวนผลที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน งานวิจัยนี้จึงหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างของเหล็กกล้า AISI 52100 ที่มีโครงสร้างจุลภาคเป็นมาร์เทนไซต์ ออสเทนไนต์เหลือค้างและซีเมนไทต์ หลังการอบให้เป็นออสเทนไนต์ในช่วง 800-900°C แล้วให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วด้วยน้ำมันชุบแข็งและอบคืนตัวที่อุณหภูมิ 150°C ด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนที่ใช้โครเมียมเป็นเป้าตามมาตรฐาน ASTM E 975-03 [2]

II. วิธีการทดลอง

ชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 52100 ที่ในการทดลองมีส่วนประกอบทางเคมีแสดงในตารางที่ 1 ชิ้นงานมีโครงสร้างจุลภาคประกอบด้วยเนื้อพื้นเฟอร์ไรต์และมีซีเมนไทต์เม็ดกลมกระจายอยู่บนเนื้อพื้น ขนาดของชิ้นงานที่ใช้ในการทดลองคือ 25x25x25 มม. อุณหภูมิอบให้เป็นออสเทนไนต์ที่ 800, 815, 845, 860 และ 900°C ใช้เวลาแช่ 1 ชั่วโมง ใช้น้ำมันชุบแข็งอุณหภูมิ 55°C เป็นตัวกลางในการชุบแข็ง เวลาแช่ 20 นาทีและอบคืนตัวที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ตารางที่ 1 ส่วนประกอบทางเคมีของเหล็กกล้า AISI 52100 (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)

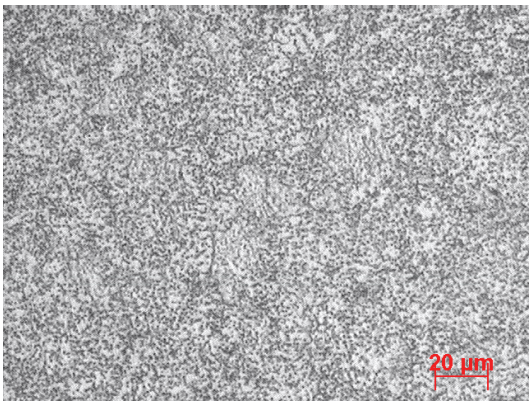
C	Mn	P	S	Si	Cr
1.03	0.25	0.012	0.003	0.23	1.3

เตรียมชิ้นงานด้วยวิธี metallography เพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและใช้สารละลาย nital 2% กัดผิวของชิ้นงาน ส่วนการหาปริมาณซีเมนไทต์กลมใช้สารละลาย Klemm กัดผิวของชิ้นงานซึ่งผสมจากสารละลาย $Na_2S_2O_3$ อิ่มตัวในน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตรและสาร $K_2S_2O_5$ 1 กรัม [3] ใช้เวลาในการกัดผิวชิ้นงาน 1.5 นาที และใช้โปรแกรม Image J หาสัดส่วนเชิงปริมาตรของซีเมนไทต์ใช้จำนวนรูป 50 รูป การหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างใช้วิธีคำนวณตามมาตรฐาน ASTM E 975-03 ด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน (RIGAKU DMAX2200) แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์โครเมียมและใช้วาเนเดียมเป็นตัวกรองรังสีเอ็กซ์ (สภาวะที่ 40 kV และ 30 mA) ค่าที่ใช้ในการคำนวณสำหรับมาร์เทนไซต์ใช้ระนาบ (200) ที่มุม 2θ เท่ากับ 107° สำหรับออสเทนไนต์ใช้ระนาบ (200) ที่มุม 2θ เท่ากับ 79° และ (220) ที่มุม 2θ เท่ากับ 128°

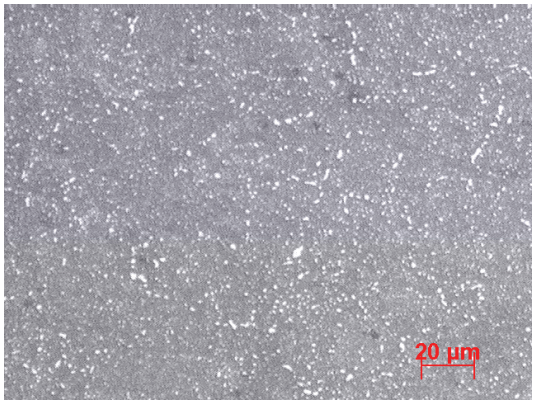
doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11

III. ผลการทดลองและการอภิปราย

โครงสร้างจุลภาคเริ่มต้นของชิ้นงานแสดงในรูปที่ 1 เป็นเนื้อพื้นของเฟอร์ไรต์และซีเมนไตต์กลมซึ่งแสดงว่าชิ้นงานถูกอบให้มีซีเมนไตต์กลมเพื่อให้กลึงไสกัดเจาะได้ง่าย การกัดผิวชิ้นงานด้วยสารละลาย nital 2% ไม่สามารถแสดงแยกแยะคาร์ไบด์ออกจากเนื้อพื้นได้ชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 1(ก) แต่เมื่อกัดผิวของชิ้นงานด้วยสารละลาย Klemm ทำให้เห็นซีเมนไตต์กลมได้ชัดเจนมากขึ้นโดยซีเมนไตต์กลมมีสีขาวขณะที่เนื้อพื้นอื่นๆ มีสีดำดังแสดงในรูปที่ 1(ข) การหาปริมาณซีเมนไตต์กลมด้วยโปรแกรม Image J ได้ปริมาณซีเมนไตต์กลมเท่ากับ 14 เปอร์เซ็นต์



(ก)

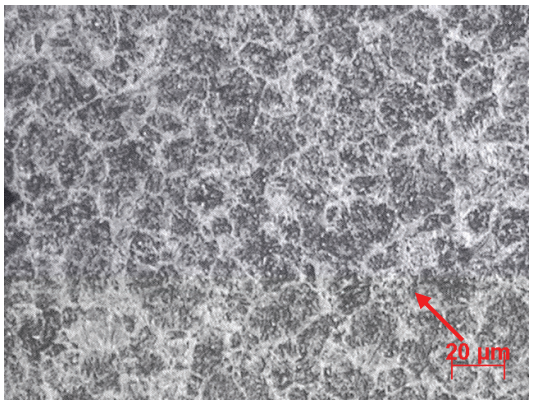


(ข)

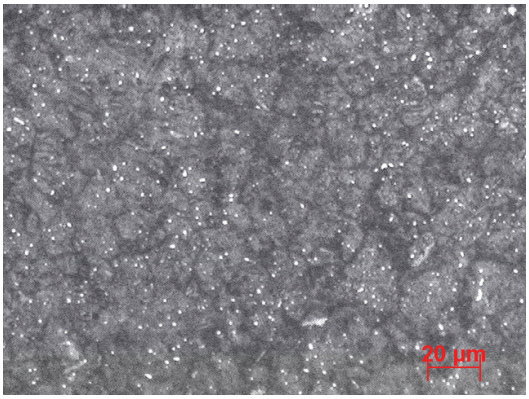
รูปที่ 1
โครงสร้างจุลภาคเริ่มต้นของชิ้นงานซีเมนไตต์กลมบนเนื้อพื้นเฟอร์ไรต์ (200x)
(ก) กัดผิวด้วยสารละลาย nital 2%
(ข) กัดผิวด้วยสารละลาย Klemm

สำหรับชิ้นงานที่อบให้เป็นออสเทนไนต์แล้วชุบแข็งและอบคืนตัว เมื่อชิ้นงานถูกกัดด้วยสารละลาย nital 2% มีลักษณะเป็น ghost line เกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 2(ก) และเมื่อใช้สารละลาย Klemm กัดผิวชิ้นงาน ก็แยกแยะซีเมนไตต์กลมได้ อย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 2(ข) การแสดงลักษณะเป็น ghost line ของชิ้นงานที่ถูกกัดด้วยสารละลาย nital 2% นั้น มีสาเหตุจากการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอของธาตุคาร์บอนและธาตุโครเมียม [4] ซึ่งเกิดขึ้นเมื่ออบให้เป็นออสเทนไนต์ที่อุณหภูมิ 845°C ซีเมนไตต์ที่อยู่บริเวณใกล้ขอบเกรนละลาย ทำให้ออส เทนไนต์บริเวณใกล้ขอบเกรนนี้มีคาร์บอนและโครเมียมละลายอยู่มากกว่าซึ่งทำให้มีค่าอุณหภูมิ Ms ต่ำกว่าบริเวณข้างๆ คาร์ไบด์ที่ไม่ละลายภายในเกรนออสเทนไนต์ เมื่อเย็นตัวเร็ว บริเวณใกล้ขอบเกรนออสเทนไนต์จึงเป็นสีขาวกว่าบริเวณอื่นๆ หรือเกิดลักษณะ ghost line ขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิอบให้เป็นออสเทนไนต์สูงขึ้นที่ 900°C (เข้าใกล้เส้น A_{cm}) ซีเมนไตต์ละลายได้มากขึ้นและคาร์บอนกับโครเมียมแพร่ได้เร็วขึ้น ทำให้ไม่มีความแตกต่างของความเข้มข้นของคาร์บอนและโครเมียมในละบริเวณ จึงไม่แสดงลักษณะ ghost line อีก

doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11



(ก)

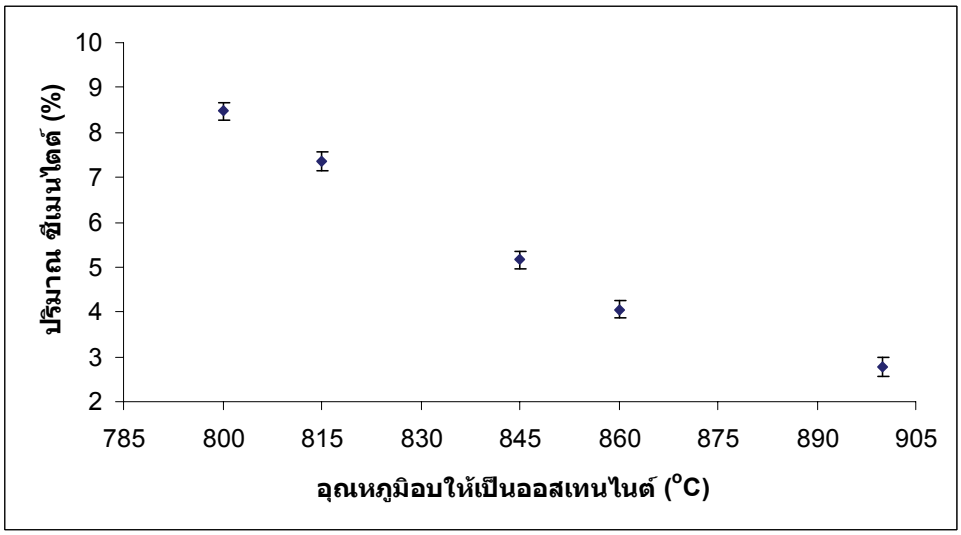


(ข)

รูปที่ 2
ชิ้นงานที่ถูกชุบแข็งและอบคืนตัว (200x)
(ก) กัดด้วยสารละลาย nital 2% ลูกศรแสดงถึง ghost line ที่เกิด
(ข) กัดด้วยสารละลาย Klemm

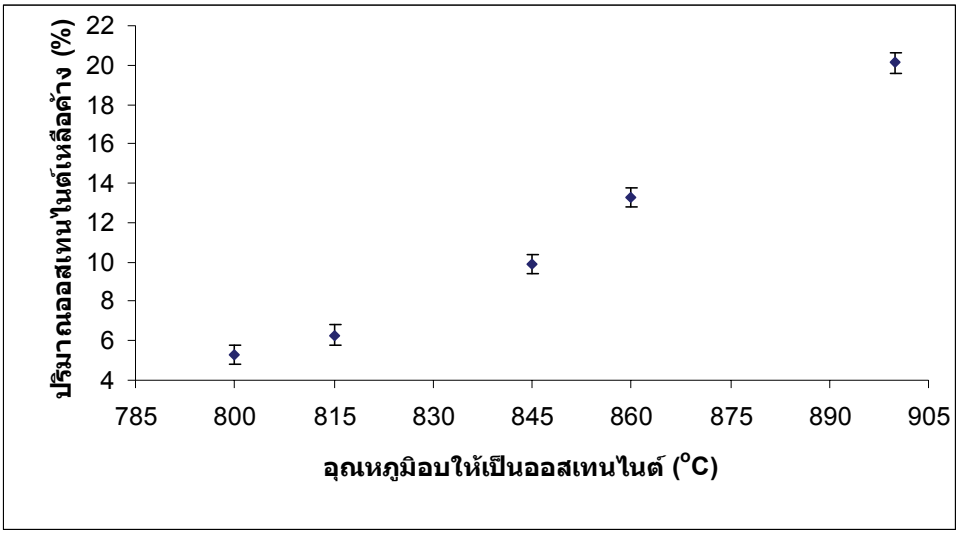
3.1 การหาปริมาณซีเมนไตต์กลมและปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้าง

ผลการหาปริมาณซีเมนไตต์กลมด้วย Image J แสดงในรูปที่ 3 เมื่ออบเหล็กกล้าให้เป็นออสเทนไนต์ที่อุณหภูมิสูง ซีเมนไตต์ส่วนหนึ่งละลายในออสเทนไนต์และมีซีเมนไตต์จำนวนหนึ่งไม่ละลาย ซีเมนไตต์ที่ไม่ละลายมีปริมาณลดลงจาก 8.5% เป็น 2.8% เมื่ออุณหภูมิอบให้เป็นออสเทนไนต์สูงขึ้นจาก 800°C เป็น 900°C ส่วนปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 5.3% เป็น 20.1% เมื่ออบเหล็กให้เป็นออสเทนไนต์จาก 800°C เป็น 900°C ดังแสดงในรูปที่ 4 การเพิ่มอุณหภูมิอบให้เป็นออสเทนไนต์ ซีเมนไตต์ละลายมากขึ้น จึงมีปริมาณธาตุคาร์บอนจากการละลายตัวของซีเมนไตต์ในออสเทนไนต์มากขึ้นทำให้ออสเทนไนต์มีเสถียรภาพมากขึ้น หลังการเย็นตัวอย่างรวดเร็วออสเทนไนต์เหลือค้างจึงมีปริมาณมากขึ้น



รูปที่ 3
ปริมาณซีเมนไตต์กลมที่ไม่ละลายเมื่ออบให้เป็นออสเทนไนต์ที่อุณหภูมิต่างๆ

doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11



รูปที่ 4 ผลการคำนวณหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้าง เมื่ออบให้เป็นออสเทนไนต์ที่อุณหภูมิต่างๆ

การหาสัดส่วนเชิงปริมาตรของซีเมนไตต์ใช้โปรแกรม Image J ในรูปของสัดส่วนเชิงพื้นที่ เมื่อการวัดสัดส่วนเชิงพื้นที่เป็นแบบไม่ลำเอียง (unbias) ค่าสัดส่วนเชิงพื้นที่มีค่าเท่ากับสัดส่วนเชิงปริมาตร [5] ส่วนการคำนวณหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างที่วัดด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนใช้สมการ [2]

$$V_{\alpha} + V_{\gamma} + V_{Fe3C} = 1 \qquad (1)$$

โดย V_{α}, V_{γ} และ V_{Fe3C} คือสัดส่วนเชิงปริมาตรของมาร์เทนไซต์ ออสเทนไนต์ และซีเมนไตต์ตามลำดับ ค่าอัตราส่วนของสัดส่วนเชิงปริมาตรของมาร์เทนไซต์และออสเทนไนต์ใช้สมการ

$$V_{\alpha} / V_{\gamma} = I_{\alpha} R_{\gamma} / I_{\gamma} R_{\alpha} \qquad (2)$$

โดย R คือค่า Theoretical integrated intensity ซึ่งระบุค่าไว้ในมาตรฐาน[2] ส่วน I_{α} และ I_{γ} คือค่า integrated intensity ที่ระนาบ (hkl) ของออสเทนไนต์และมาร์เทนไซต์ ในการคำนวณครั้งนี้สำหรับมาร์เทนไซต์ใช้ระนาบ (200) ที่มุม 2θ เท่ากับ 107° สำหรับออสเทนไนต์ใช้ระนาบ (200) ที่มุม 2θ เท่ากับ 79° และ (220) ที่มุม 2θ เท่ากับ 128° เนื่องจากมาร์เทนไซต์ที่ระนาบ (110) ถูกรบกวนจากผลของออสเทนไนต์ที่ระนาบ (111) จึงไม่สามารถคำนวณได้และมาร์เทนไซต์ที่ระนาบ (211) ที่มุม 2θ เท่ากับ 158° ไม่สามารถวัดได้เนื่องจากเป็นขีดจำกัดของเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบน (RIGAKU DMAX2200) การใช้ค่าของมาร์เทนไซต์และออสเทนไนต์หลายระนาบมาคำนวณเพื่อลดผลการรบกวนค่าของซีเมนไตต์และการเกิด preferred orientation ให้น้อยที่สุด [6] การใช้ค่าระนาบ (200) สำหรับมาร์เทนไซต์และใช้ระนาบ (200) และ (220) สำหรับออสเทนไนต์เพียงพอต่อการคำนวณหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้าง โดยปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างที่น้อยที่สุดของงานวิจัยนี้คำนวณได้ 5.3% ซึ่งเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM E975-03 ที่กำหนดค่าปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างที่น้อยที่สุดที่คำนวณได้คือ 1%

doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11

IV. บทสรุป

4.1 สามารถหาปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างภายในชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 52100 ที่ผ่านการชุบแข็งและอบคืนตัวได้สำเร็จโดยใช้เครื่องวัดรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนที่มีโครเมียมเป็นเป้าและตัวกรองรังสีเอ็กซ์เป็นวาเนเดียม

4.2 สามารถใช้โปรแกรม Image J หาปริมาณซีเมนไตต์ที่ไม่ละลายจากโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานประกอบการกัดผิวของชิ้นงานด้วยสารละลายที่แสดงซีเมนไตต์ได้เด่นชัด

4.3 อุณหภูมิอบให้เป็นออสเทนไนต์ที่เพิ่มขึ้นทำให้ปริมาณซีเมนไตต์ละลายมากขึ้น ทำให้มีปริมาณธาตุคาร์บอนจากการละลายตัวของซีเมนไตต์ในออสเทนไนต์มากขึ้น เป็นผลให้ออสเทนไนต์มีเสถียรภาพมากขึ้น จึงมีปริมาณออสเทนไนต์เหลือค้างมากขึ้นภายหลังการชุบแข็งและอบคืนตัว

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณบริษัทไทยปาร์คเกอร์ไรซิ่งจำกัดที่อนุเคราะห์การวิเคราะห์ด้วยเครื่องรังสีเอ็กซ์แบบเลี้ยวเบนที่มีโครเมียมเป็นเป้าและบริษัทโอเรียนทอลสเปเชียลสตีลจำกัดที่อนุเคราะห์เหล็กกล้า AISI 52100

doi:10.4186/ejth.2009.1.1.11

บรรณานุกรม

[1] S. Inthidech, P. Sricharoenchai and Y. Matsubara, “Effect of alloying elements on heat treatment behavior of hypoeutectic high chromium cast iron,” *Materials Transactions*, Vol. 47 No.1, pp. 72-81, 2006.

[2] ASTM, “Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation,” Standard E975-03 ASTM, pp.770-775, 2003

[3] Arlan O. Benscoter, *ASM Handbook Volume 9 Metallography and Microstructure*, 9th edition, USA, ASM International, pp. 170, 1995.

[4] C.A. Stickels, “Carbide refining heat treatments for 52100 bearing steel,” *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 5, pp. 865-874, 1974.

[5] Robert T. Dehoff, Frederick N. Rhines, *Quantitative Microscopy*, USA, Mcgraw-Hill, pp. 45-48, 1968.

[6] Lambda Technologies, “Determination of volume percent retained austenite by x-ray diffraction,” *Diffraction note*, No.33, USA, pp. 1-3, 2006.