

การพัฒนาแคปซูลสุญญากาศเพื่อใช้เผาผนึกที่อุณหภูมิสูง

Development of encapsulation for sintering at high temperature

นาย วิริยะ ชีรนเศรษฐ์

อ.ดร.อัมพิกา บันลิตธิ์

ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

โทร. 0-2942-8555 ต่อ 2102-4 โทรสาร 0-2955-1811 E-mail: fengakb@ku.ac.th

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้นำเสนอการผลิตแคปซูลสุญญากาศ หรือ แคปซูลบรรจุแก๊สเฉื่อยที่ทำจากแก้วโบโรซิลิเกต เพื่อใช้เป็นภาชนะในการเผาผนึกนิกเกิลไทเทเนียมหรือไทเทเนียมที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส โดยในงานวิจัยได้ตรวจสอบการอ่อนตัวของแก้วที่อุณหภูมิดังกล่าวในเตาเผาอุณหภูมิสูง ทดสอบวิธีการปิดแก้วแคปซูล และการบรรจุสถานะอากาศปกติ สภาวะก๊าซอาร์กอน และสถานะสุญญากาศระดับต่ำในแคปซูล จากนั้นทดสอบชิ้นงานนิกเกิลไทเทเนียมและไทเทเนียมที่เผาในแคปซูล ด้วยการชั่งน้ำหนัก ตรวจสอบพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องดีพีเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ และความแข็งแบบรอกเวลล์ตามลำดับ จากการทดลองพบว่าแก้วโบโรซิลิเกตที่อุณหภูมิดังกล่าวคงสภาพได้ดี และสามารถขึ้นรูปเป็นแคปซูลได้ด้วยหัวตัดแก๊สแบบออกซิเจน ด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบให้แก้วปิดตัวเอง ได้สำเร็จโดยไม่พบรอยร้าวซึมของแก๊ส อย่างไรก็ตามในการทดสอบชิ้นงานที่เผาในสภาวะต่างกัน ไม่พบความแตกต่างของน้ำหนัก พฤติกรรมทางความร้อน และความแข็งอย่างมีนัยสำคัญ จึงเสนอแนะให้พัฒนาระบบการเชื่อมต่อสุญญากาศมีประสิทธิภาพมากขึ้นและใช้โลหะทดสอบชนิดอื่นที่เห็นผลชัดเจนที่อุณหภูมิดังกล่าวต่อไปในอนาคต

คำสำคัญ: แคปซูลสุญญากาศ, เตาเผาสุญญากาศ

Abstract

This research presents an encapsulation method of a borosilicate glass capsule, filled with vacuum or inert gas, for the use as a sample container in a sintering process at 650 degree celcius. The investigation on softening behavior of borosilicate glass, glass encapsulation processes in air, vacuum and inert gas conditions was included. Then, titanium and nickel titanium samples were sintered in the capsules with various conditions and characterized weight change, phase transformation behavior by

using differential scanning calorimeter, and hardness by Rockwell hardness testing. The result showed that the capsules can be successfully formed by heating with a gas cutting torch and using self-closing technique, without a trace of gas leakage. However, the changes in titanium and nickel titanium properties before and after sintering were not significant. Development of a better vacuum connecting unit and a proper selection of efficiency indicator are recommended for a further study.

Keywords: Vacuum Capsule, Vacuum furnace

บทนำ

โลหะบางชนิดจะมีความไวต่อออกซิเจนมาก ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ง่าย ส่งผลให้เกิดโลหะออกไซด์ ซึ่งทำให้โลหะนั้นเกิดความเสียหาย สมบัติของโลหะเปลี่ยนไป จึงมีความจำเป็นที่จะได้รับการเผาภายใต้การควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศที่มีประสิทธิภาพ เช่น เตาเผาที่เป็นระบบสุญญากาศ หรือเตาเผาที่สามารถควบคุมแก๊สเฉื่อยได้ โดยภาควิชาวิศวกรรมวัสดุจะมีเตาเผาหลายอุณหภูมิ ที่เป็นระบบธรรมดา แต่ในงานวิจัยมีความจำเป็นที่จะต้องควบคุมบรรยากาศภายในเตา ซึ่งสามารถนำไปเข้าเตาเผาที่สถาบันเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) แต่ในเตาเผาแบบสุญญากาศนั้นจะทำได้ภายใต้บรรยากาศเดียวเท่านั้น ไม่ว่าจะเป็ นสุญญากาศ หรือแก๊สเฉื่อย ถ้าต้องการทำทั้ง 2 บรรยากาศก็มีความจำเป็นที่จะต้องเผา 2 รอบ ทำให้เป็นการสิ้นเปลืองพลังงาน ซึ่งข้อแตกต่างระหว่างการเผาโดยแคปซูล คือความสะดวก รวดเร็ว สามารถควบคุมบรรยากาศต่อการเผาหนึ่งครั้งได้มากกว่า ใช้พลังงานสำหรับการดูดสุญญากาศที่น้อยกว่า จึงทำให้การเผาโดยใช้แคปซูลมีการประหยัดพลังงาน

ในงานวิจัยนี้จะทำการผลิตและพัฒนาแคปซูลสุญญากาศ เพื่อบรรจุโลหะที่มีความไวต่อออกซิเจน ที่ทำให้เป็นสุญญากาศมากที่สุด หรือใส่แก๊สอาร์กอนก่อนนำไปเผาในเตาเผาแบบธรรมดา โดยไม่ต้องมีการเปลี่ยนแปลง หรือติดตั้งอุปกรณ์เพิ่มเติมบริเวณเตาเผา ซึ่งวัสดุที่นำมาทำแคปซูล จะใช้แก้วโบโรซิลิเกต เนื่องจาก

แก้วโบโรซิลิเกตมีอุณหภูมิหลอมเหลวและอุณหภูมิอ่อนตัวสูง โดยการปิดแก้วเป็นแคปซูลได้นั้นจะใช้ความร้อนจากแก๊สปิโตรเลียมเหลวเป็นแก๊สเชื้อเพลิง และออกซิเจนเป็นแก๊สที่ช่วยในการเผาไหม้ โดยใช้เครื่องบีบสุญญากาศในการดูดอากาศออกจากหลอดแก้ว ซึ่งงานวิจัยนี้จึงมุ่งพัฒนาในการผลิตแคปซูลที่สามารถใช้ในเตาเผาแบบธรรมดา เพื่อให้มีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับการใช้เตาเผาแบบสุญญากาศได้มากที่สุด

วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อเป็นต้นแบบในการผลิตแคปซูลที่ใช้สำหรับเตาเผาอุณหภูมิสูง
2. เพื่อใช้แคปซูลบรรจุชิ้นงานประเภทไทเทเนียมในการเผาด้วยเตาอุณหภูมิสูงแบบธรรมดาเทียบกับการเผาชิ้นงานในเตาเผาแบบสุญญากาศ

วิธีการดำเนินโครงการ

1. การออกแบบแคปซูล

- 1.1. ออกแบบการดูดสุญญากาศ โดยใช้ข้อต่อที่มีความมิดชิดต่อเข้ากับหลอดแก้วและเครื่องบีบสุญญากาศ
- 1.2. ออกแบบความยาวและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่สามารถใส่ชิ้นงานได้

2. การขึ้นรูปแคปซูล

- 2.1. ทดสอบแก้วโบโรซิลิเกตโดยใช้เตาเผาที่อุณหภูมิ 500°C 650°C และ 800°C โดยจะคงความร้อนไว้ที่อุณหภูมินั้นๆเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 2.2. ตัดแก้วโบโรซิลิเกตด้วยเครื่องตัดใบมีดใหญ่(High speed cutter)ให้เป็นชิ้นงานความยาว 50 เซนติเมตร
- 2.3. ปิดกันแก้วที่ได้ด้วยความร้อนจากเปลวไฟข้าง โดยใช้ไฟจากแก๊สLPG เป็นแก๊สเชื้อเพลิงให้ความร้อนและใช้ออกซิเจนช่วยในการเผาไหม้ ปรับขนาดเปลวไฟด้วยการใช้อัตราส่วนแก๊สLPG ต่อออกซิเจนเป็นหนึ่งต่อหนึ่ง ได้เปลวไฟขาวสีน้ำเงินอมส้ม หรือเรียกว่าเปลวไฟ Neutral Flame
- 2.4. ใส่ชิ้นงานโลหะไทเทเนียม หรือ นิเกิลไทเทเนียมลงในหลอดแก้วที่ปิดกันแก้ว
- 2.5. ทำบรรยากาศภายในแคปซูลเป็น 3 บรรยากาศ คือ อากาศ สุญญากาศ และอาร์กอน โดยบรรยากาศแบบอากาศสามารถปิดแก้วเป็นแคปซูลได้เลย
- 2.6. บรรยากาศแบบสุญญากาศทำได้โดยใช้เครื่องบีบสุญญากาศดูดอากาศออกด้วยแรงดัน 350 มิลลิเมตรปรอท เป็นเวลา 10 นาที

- 2.7. บรรยากาศแบบอาร์กอนทำได้โดยใช้เครื่องบีบสุญญากาศดูดอากาศออกด้วยแรงดันและเวลาเท่ากับบรรยากาศสุญญากาศ จากนั้นใส่แก๊สอาร์กอนด้วยแรงดัน 2 LPM เป็นเวลา 5 นาที
- 2.8. ปิดแก้วเป็นแคปซูลด้วยความร้อนเดียวกันกับการปิดกันแก้ว โดยให้ความยาวของแคปซูลไม่เกิน 15 เซนติเมตร โดยทดลองปิดด้วยกัน 3 วิธี
 - ปิดโดยการหมุนแก้วทั้งสองข้าง
 - ปิดโดยการหมุนแก้วเพียงด้านเดียว
 - ปิดด้วยการให้ความร้อนจนแก้วหลอมปิดกันเอง

3. การเผา

- 3.1. นำแคปซูลที่บรรจุชิ้นงานทดสอบทั้ง 3 บรรยากาศเข้าเตาเผาโดยให้ความร้อนสูงสุดที่ 650°C แล้วปล่อยให้คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 3.2. ให้แคปซูลเย็นตัวภายในเตา เพื่อป้องกันไม่ให้แคปซูลเกิดการแตกร้าว
- 3.3. นำโลหะประเภทไทเทเนียมทั้ง 2 เข้าเตาเผาสุญญากาศที่สถาบันเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ(MTEC) เพื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการเผาด้วยแคปซูล

4. การตรวจสอบประสิทธิภาพแคปซูล

- 4.1. นำโลหะนิเกิลไทเทเนียมที่ผ่านการเผาด้วยแคปซูลทั้ง 3 บรรยากาศมาเปรียบเทียบกับโลหะนิเกิลไทเทเนียมด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มิเตอร์ โดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นติดลบ 60°C และให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 150°C ปล่อยให้เย็นตัวลงถึง ติดลบ 60°C และให้ความร้อนจนถึง 150°C อีกครั้งหนึ่ง ทำภายใต้บรรยากาศในโตรเจน เพื่อตรวจสอบอุณหภูมิที่โลหะนิเกิลไทเทเนียมที่ผ่านการเผาทั้ง 4 มีผลต่อการเปลี่ยนเฟส เหมือนหรือต่างกันอย่างไร
- 4.2. เปรียบเทียบน้ำหนักของโลหะไทเทเนียมก่อนเผาและหลังเผาด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก
- 4.3. ทดสอบค่าความแข็ง (Hardness) ของโลหะไทเทเนียมด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบร็อกเวลล์ ใช้หัวกดเพชร ใช้แรง 150 kgf โดยทดสอบทั้งหมด 5 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย
- 4.4. วิเคราะห์และสรุปผล

วิจารณ์ผลการทดลอง

1. การผลิตแคปซูล

แก้วโบโรซิลิเกตมีอุณหภูมิการอ่อนตัวที่สูงจึงต้องใช้เปลวไฟที่มีความร้อนสูง โดยการวางหลอดแก้วโบโรซิลิเกตจะมีผลทำให้

ระยะเวลาในการปิดแก้วนั้นแตกต่างกัน ซึ่งการวางหลอดแก้วในแนวอนจะทำให้เวลาในการปิดแก้วสั้นกว่าการวางหลอดแก้วแนวตั้ง เพราะในการวางแนวตั้งนั้น เมื่อให้ความร้อนจนแก้วหลอมละลายหลอดแก้วจะหดตัวได้ช้า และแยกออกจากกันได้ช้า ดังนั้นการใช้วิธีการปิดแก้วที่ดีที่สุดในการทดลองนี้คือการปิดแก้วโดยให้ความร้อนจนแก้วหลอมแก้วปิดกันเอง ซึ่งวางหลอดแก้วในแนวอน

2. ผลการเผา

การเผาที่ภายในแคปซูลไม่ทำการดูดสุญญากาศจะพบว่าแก้วไม่เกิดการบวมพอง



รูปที่ 1 แคปซูลบรรยากาศปกติที่ผ่านการเผา

การเผาแคปซูลภายในเป็นสุญญากาศจะพบว่าการเกิดอาการบวมพอง



รูปที่ 2 แคปซูลสุญญากาศที่ผ่านการเผา

การเผาแคปซูลภายในเป็นอาร์กอน ในขั้นที่หนึ่งนั้นใช้การใส่อาร์กอนที่มากกว่าการดูดสุญญากาศพบว่าแคปซูลไม่เกิดการบวมพอง แต่เมื่อใช้การดูดสุญญากาศมากกว่าการใส่แก๊สอาร์กอน แคปซูลที่ได้จะมีลักษณะบวมพอง



รูปที่ 3 แคปซูลอาร์กอนขั้นที่หนึ่งที่ผ่านการเผา



รูปที่ 4 แคปซูลอาร์กอนขั้นที่สองที่ผ่านการเผา

3. ผลการตรวจสอบประสิทธิภาพ

3.1 การตรวจสอบโลหะนิเกิลไทเทเนียมด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลแคลอริมิเตอร์ทั้ง 3 ตัวอย่าง

บรรยากาศของชิ้นงานนิเกิลไทเทเนียม	การเปลี่ยนเฟสมาร์เทนไซต์เป็นเฟสออสเทนไนต์		การเปลี่ยนเฟสออสเทนไนต์เป็นเฟสมาร์เทนไซต์	
	อุณหภูมิเริ่มต้น(°C)	อุณหภูมิสิ้นสุด(°C)	อุณหภูมิเริ่มต้น(°C)	อุณหภูมิสิ้นสุด(°C)
บรรยากาศปกติ	43.58	54.75	25.93	18.98
สุญญากาศ	44.14	54.91	25.44	18.79
MTEC	43.41	53.91	24.59	18.11

ตาราง 1 ผลทดสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลแคลอริมิเตอร์

โลหะไทเทเนียมที่ผ่านการเผาภายในเตาเผาได้สภาวะอากาศปกติโดยไม่ใส่ก๊าซใดๆ พบว่าเมื่อน้ำหนักหลังการเผาที่เพิ่มขึ้นมากกว่าโลหะไทเทเนียมภายใต้สุญญากาศหรืออาร์กอน แต่ในทุกสภาวะหลังการเผาเมื่อน้ำหนักจะเพิ่มขึ้นแต่เป็นการเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

3.2 การตรวจสอบความแข็งของไทเทเนียมด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบร็อกเวลล์ หัวกดเพชร

บรรยากาศของไทเทเนียม	ความแข็ง (HRC)					เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	
สุญญากาศ	25.9	29.6	24.1	29.4	25.0	26.80
อาร์กอน	28.2	27.3	31.1	31.2	30.6	29.68
อากาศ	28.9	29.9	31.5	32.9	32.5	31.14
ปกติ	39.6	41.2	40.7	31.1	39.8	40.48

ตาราง 2 ความแข็งของไทเทเนียมบรรยากาศต่างๆ

บรรยากาศ ของ ไทเทเนียม	ความแข็ง (HRC)					
	ครั้งที่ ที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	เฉลี่ย
650°C ชั้นที่ 1	30.6	32.6	27.2	30.7	31.2	30.46
650°C ชั้นที่ 2	29.6	32.2	29.5	31.4	31.0	30.74
1190°C ชั้น ที่ 1	50.9	55.9	54.7	57.1	57.2	55.16
1190°C ชั้น ที่ 2	49.3	57.3	58.3	57.1	59.6	56.32

ตาราง 3 ความแข็งของไทเทเนียมที่ผ่านการเผาด้วยเตาเผาสุญญากาศ

เมื่อวัดความแข็งไทเทเนียมที่เย็นตัวภายในเตาทันทีนั้นพบว่าค่าความแข็งที่ได้จะลดต่ำลง สาเหตุเกิดจากการปล่อยชิ้นงานให้เย็นตัวภายในเตา เสมือนเป็นการอบอ่อน

ความแข็งของไทเทเนียมที่ผ่านการเผาด้วยเตาเผาสุญญากาศสถาบันเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ(MTEC) ที่อุณหภูมิ 650°C นั้นมีค่าความแข็งที่ใกล้เคียงกับการเผาโดยใช้แคลซูลที่อุณหภูมิเดียวกัน แต่เมื่อวัดความแข็งของไทเทเนียมที่เผาอุณหภูมิ 1190°C จะพบว่ามีความแข็งที่เพิ่มขึ้นจากไทเทเนียมปกติ

สรุปผลการทดลอง

ผลการทดสอบแก้วโบโรซิลิเกตมีความสามารถในการทนความร้อนด้วยการนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 500°C 650°C และ 800°C ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิ 800°C แก้วโบโรซิลิเกตจะอ่อนตัวจนหลอมติดกัน จึงทำให้ไม่สามารถใช้ได้ที่อุณหภูมิสูงเกิน 800°C

ในการทำสุญญากาศจะพบว่าที่แก๊วจัดสุญญากาศเข็มไม่ซีดเต็มสเกล ซึ่งไม่ถึงตามความต้องการที่จะทำให้เป็นสุญญากาศระดับสูงได้ มีสาเหตุได้จาก จุกยางมีรอยรั่ว และเครื่องปั๊มที่มีกำลังดูดสุญญากาศที่น้อย

เมื่อทำการเผาแคลซูลที่อุณหภูมิ 650°C แคลซูลจะเกิดการบวมพอง คาดว่าสาเหตุน่าจะมาจากภายในแคลซูลมีความดันที่ต่ำกว่าภายนอก ซึ่งเมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง แก้วจะเกิดการขยายตัว แต่ในขณะที่แคลซูลบรรจุแก๊สอาร์กอนและแคลซูลที่ไม่ผ่านกระบวนการสุญญากาศ เมื่อเผาที่อุณหภูมิเดียวกับข้างต้น จะพบว่าแคลซูลไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆ

เมื่อทำการเผาโลหะไทเทเนียมและปล่อยให้เย็นตัวภายในเตา ถ้านำชิ้นงานที่เย็นตัวแล้วมาทดสอบความแข็งจะพบว่าได้ค่าที่มากกว่า ชิ้นงานที่เย็นตัวแล้วเก็บไว้

ในการวางหลอดแก้วเพื่อปิดเป็นแคลซูลสามารถวางหลอดแก้วได้ทั้งแนวนอนและแนวตั้ง แต่ในการวางแนวตั้งจะใช้เวลาในการปิดที่นานกว่าแนวนอน

การทดสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ ทั้ง 3 บรรยากาศให้ค่าที่ใกล้เคียงกัน

กิตติกรรมประกาศ

โครงการปริญญาโทสำเร็จลงไปได้ด้วยดี จากการสนับสนุนการวิจัยโครงการปริญญาโทของ ดร.อัมพิกา บันสิทธิ์อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาโท ผู้ให้ความรู้ คำแนะนำ คำปรึกษาและกำลังใจที่เปี่ยมล้น จึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ ที่นี้

ขอขอบพระคุณ อ.ดร.อรทัย จงประทีป และอ.ชนวรพงศ์ มีศักดิ์ ที่กรุณาเป็นคณะกรรมการสอบปริญญาโทผู้ให้ความรู้ คำแนะนำ และคำปรึกษา

ขอขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ซึ่งเป็นสถานที่ในการปฏิบัติงานปริญญาโทนี้ตั้งแต่เริ่มทำงานจนกระทั่งทำรูปเล่มปริญญาโทนี้

เอกสารอ้างอิง

1. Tucker N., Sintering furnace atmosphere control. Metal Powder Report, 1993. 48(2): p.20-22.
2. Schnelle, W., J. Engelhardt, and E. Gmelin, Specific heat capacity of Apiezon N high vacuum grease and of Duran borosilicate glass. Cryogenics, 1999. 39(3): p. 271-275.
3. RL Mueller, Automation of a Vacuum Furnace, American Society for Engineering Education (2005)
4. Liu, N. and W.M. Huang, DSC study on temperature memory effect of NiTi shape memory alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2006. 16, Supplement 1(0): p. s37-s41
5. J. Mouzon et al., Fabrication of transparent yttria by HIP and the glass-encapsulation method. Journal of the European Ceramic Society 29 (2009): p.311-316.
6. Verdian, M.M., et al., Characterization and corrosion behavior of NiTi-Ti2Ni-Ni3Ti multiphase intermetallics produced by vacuum sintering. Vacuum, 2011. 86(1): p.91- 95.
7. ผศ.ดร.ประสิทธิ์ ปรุระชาติ.(2549).การเป่าแก้วเบื้องต้น(พิมพ์ครั้งที่1).ลพบุรี:สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี.