บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

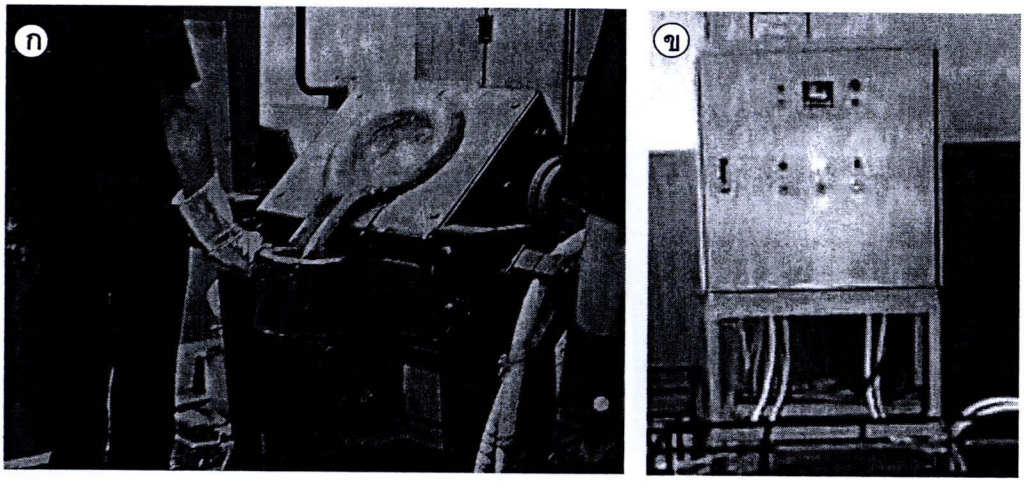
ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างการปรับสภาพด้วยความร้อนแบบ T6 โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของโลหะอะลูมิเนียมผสม เอ319 โดยการทดลองแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนหลัก ได้แก่ การหล่อขึ้นรูป การปรับสภาพด้วยความร้อน การศึกษาโครงสร้างจุลภาค และการทดสอบสมบัติเชิงกล โดยมีรายละเอียดดังนี้

การหล่อขึ้นรูป

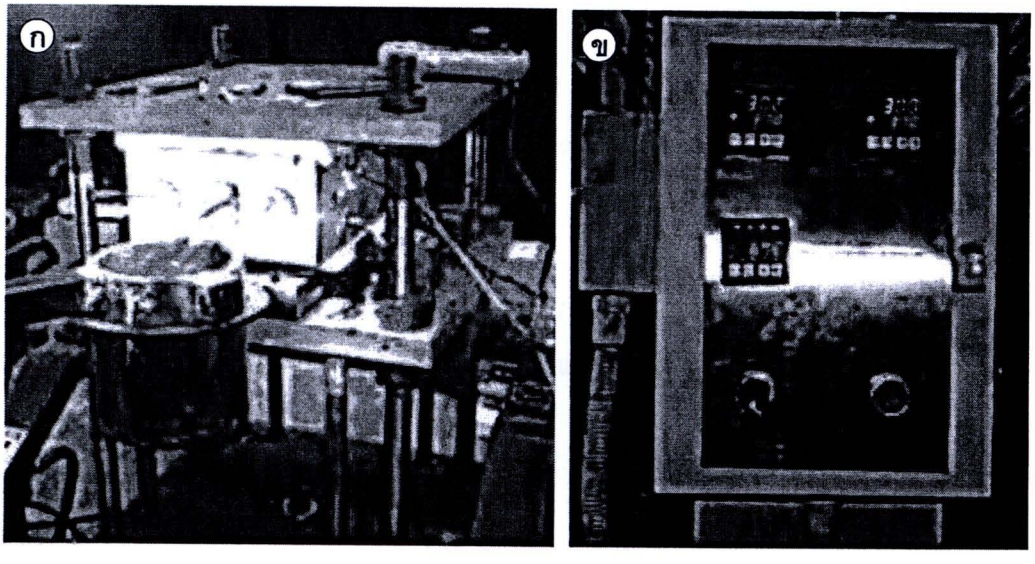
โดยนำอินก็อตของโลหะอะลูมิเนียมผสม เอ319 ที่มีองค์ประกอบทางเคมี ดังตาราง 8 จำนวน 50 กิโลกรัม ไปหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ด้วยเตาอินดักชั่นในเบ้าหลอมกราไฟท์ ดังภาพ 23 ในระหว่างการหลอมได้ทำการลดปริมาณแก๊ส (Degassing) โดยการพ่นก๊าซอาร์กอนบริสุทธิ์ในโลหะหลอมเหลว จากนั้นนำไปหล่อขึ้นรูปแบบเทลงแบบ (Gravity Casting) ด้วยเครื่องเทอะลูมิเนียมหล่อแบบอัตโนมัติควบคุมการทำงานด้วยคอมพิวเตอร์ แสดงดังภาพ 24 ที่อุณหภูมิเท 730 องศาเซลเซียส ในแม่พิมพ์โลหะที่เป็นรูปชิ้นงานทดสอบแรงดึงตามมาตรฐานของ JIS (Japanese Industrial Standards) สำหรับชิ้นงานที่ได้จากการหล่อและตำแหน่งชิ้นงานสำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาคและทดสอบสมบัติเชิงกล แสดงดังภาพ 25

ตาราง 8 องค์ประกอบเคมีของอินก็อตโลหะอะลูมิเนียมผสม เอ319

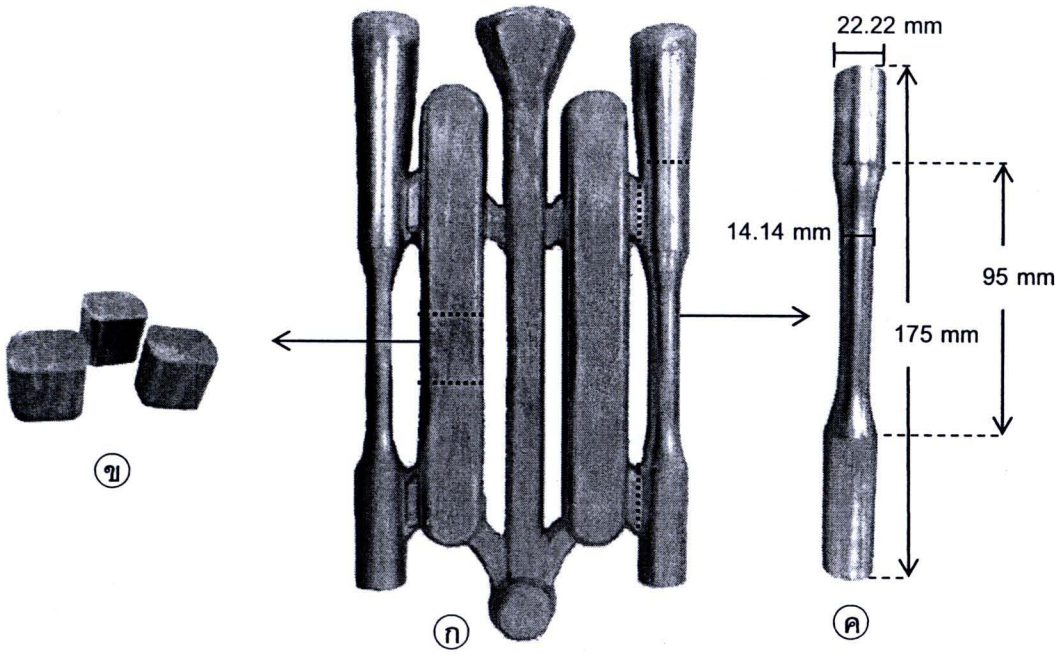
Elements	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Ti	Zn	Sn	Ni	Al
wt%	4.933	0.194	0.288	3.47	0.044	0.006	0.060	0.008	0.012	90.985



ภาพ 23 (ก) เตาอินดักชั่น (ข) แผงวงจรควบคุมการทำงานของเตา ของหน่วยวิศวกรรมหล่อโลหะ ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ



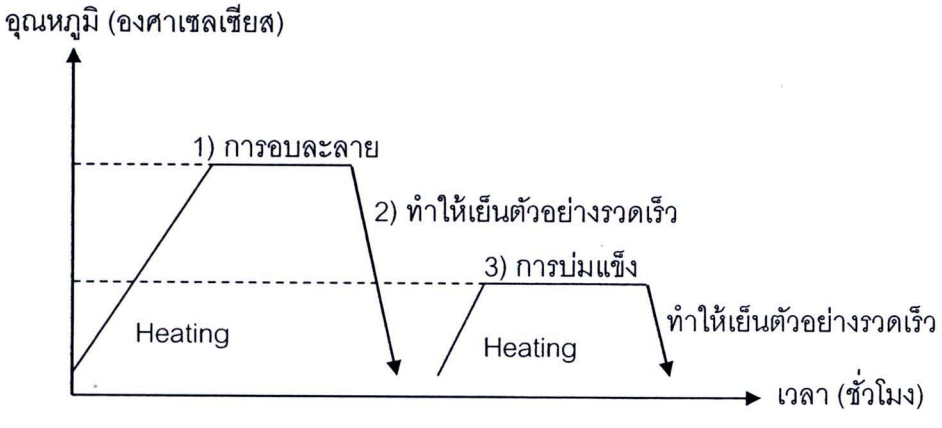
ภาพ 24 (ก) เครื่องเทแบบอัตโนมัติ (ข) แผงวงจรควบคุมการทำงานของเครื่องเท ของหน่วยวิศวกรรมหล่อโลหะศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ



ภาพ 25 ตัวอย่างชิ้นงาน (ก) หลังการหล่อ (ข) ตำแหน่งชิ้นงานสำหรับศึกษาโครงสร้าง และทดสอบความแข็ง และ (ค) ชิ้นงานสำหรับทดสอบแรงดึง

การปรับสภาพด้วยความร้อน

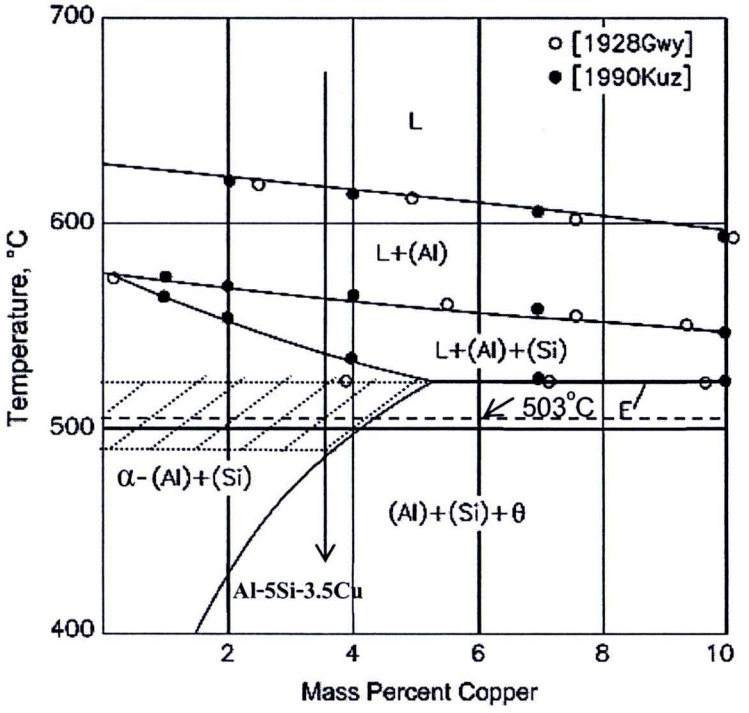
ขั้นตอนการปรับสภาพด้วยความร้อน แบบ T6 ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือ 1) การอบละลาย 2) การทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว 3) การบ่มแข็งและทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว ดังแสดงในภาพ 26



ภาพ 26 แผนภาพการปรับสภาพด้วยความร้อนแบบ T6

1. การอบละลาย

ภาพ 27 แสดงส่วนผสมและอุณหภูมิที่ใช้ในการอบละลาย ซึ่งอยู่ในบริเวณของเฟส α ขั้นตอนการอบละลายโดยการนำชิ้นงานในสภาพหล่อ ดังภาพ 22(ข) และ 22(ค) มาอบละลายที่อุณหภูมิ 503 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4, 8, 12 และ 24 ชั่วโมง ในเตาไฟฟ้า ดังภาพ 28 โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที



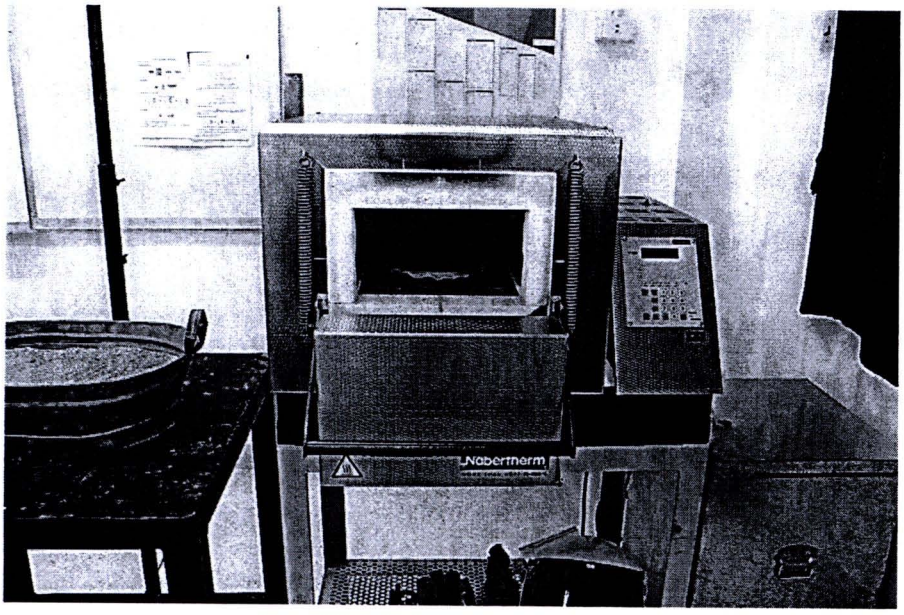
โดยที่ ⟶ แทนส่วนผสมทางเคมีที่ใช้ในการทดลอง

---- แทนอุณหภูมิในการอบละลายที่ใช้ในการทดลอง

แทนช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการอบละลาย

ภาพ 27 แผนภูมิสมดุลของโลหะผสม อะลูมิเนียม-5%ซิลิกอน-ทองแดง

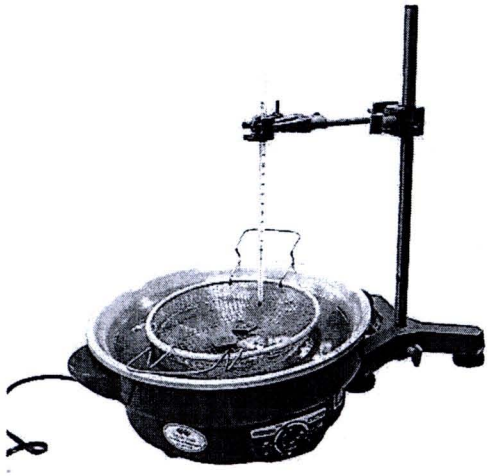
ที่มา: Raghavan, V. (2007, p. 181)



ภาพ 28 เตาไฟฟ้า ยี่ห้อ Nabertherm รุ่น P300

2. การทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว

โดยชิ้นงานที่ผ่านการอบละลาย นำมาแช่ในน้ำร้อนอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส แล้วแกว่งชิ้นงานในน้ำเป็นเวลา 10 นาที ดังภาพ 29 หลังจากนั้นนำออกมาทิ้งไว้ในอากาศจนถึงอุณหภูมิห้อง



ภาพ 29 ชุดอุปกรณ์การทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว

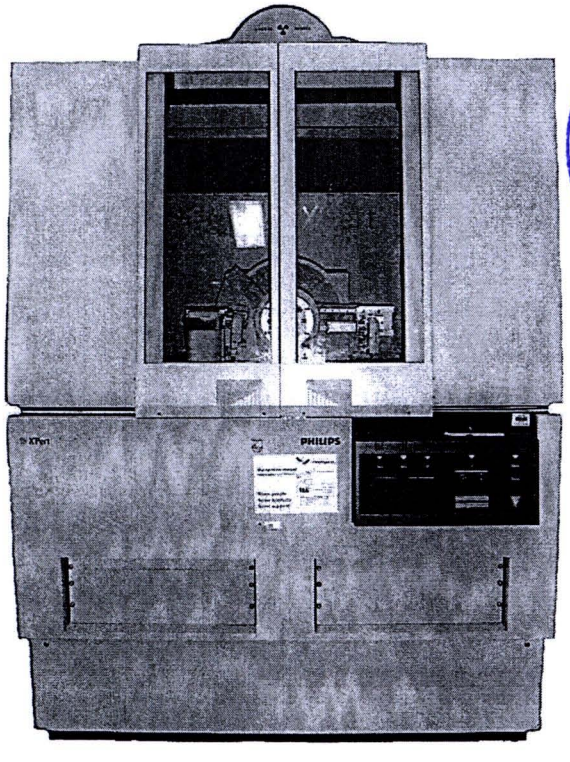
3. การบ่มแข็ง

ชิ้นงานที่ผ่านการอบละลายและทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว นำมาบ่มแข็งที่อุณหภูมิ 170, 210 และ 230 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1, 3, 6, 9, 12, 15, 24, 36 และ 48 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็วในน้ำร้อนอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

การศึกษาชนิดเฟสและโครงสร้างจุลภาค

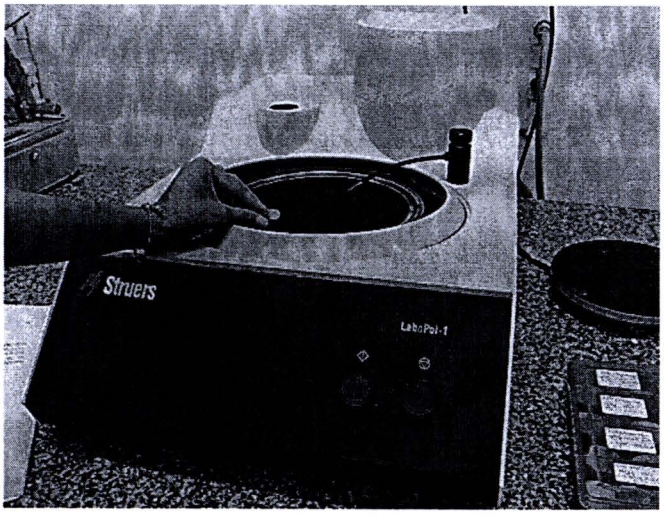
1. การศึกษาชนิดเฟส

ชนิดเฟส ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometry, XRD) ที่มีเป้าโลหะเป็นทองแดง ดังภาพ 30 โดยใช้มุมสแกนในช่วง 20-120 องศา และ Step Size 0.02 องศา โดยมี Counting Time 0.5 วินาที การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาชนิดเฟส โดยการนำชิ้นงานในสภาพหล่อและหลังการปรับสภาพด้วยความร้อนมาขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 240, 360, 600 และ 1000 ตามลำดับ จากนั้นขัดละเอียดด้วยผงอะลูมินาขนาด 1 และ 0.3 ไมครอน ตามลำดับ ด้วยเครื่องขัด ดังภาพ 31



สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

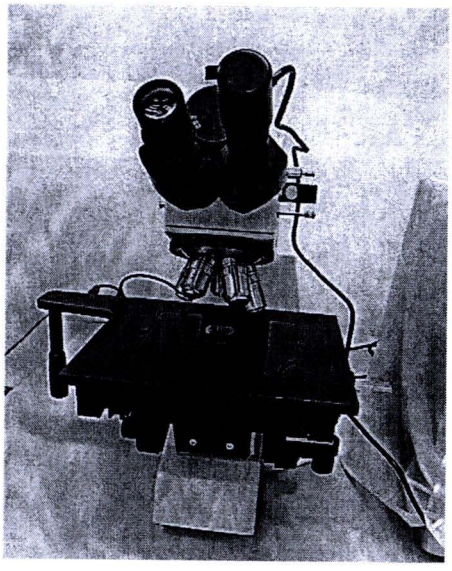
ภาพ 30 เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) รุ่น X′Pert ของบริษัท Philips



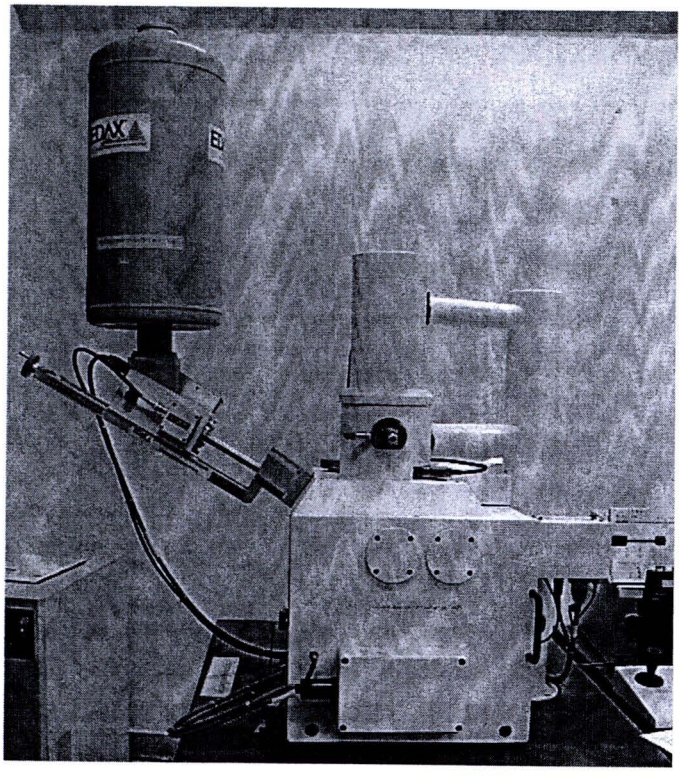
ภาพ 31 เครื่องขัดยี่ห้อ Struers **รุ่น** LaboPol-1

2. **การศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยรวม**

โดยการนำชิ้นงานที่เตรียมเพื่อศึกษาชนิดเฟส มากัดผิวด้วยสารละลายที่ประกอบด้วย 5%HF ในน้ำกลั่น เป็นเวลา 5 วินาที ศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยรวมด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (Optical Microscope: OM) ดังภาพ 32 และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) ดังภาพ 33 ศึกษาโครงสร้างที่กำลังขยายสูง รวมทั้งวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี เพื่อดูการกระจายตัวของธาตุในเฟสต่างๆ ด้วยการวัด การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy Dispersion X-ray Spectroscopy, EDXS) ที่ต่อกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาพ 32 กล้องจุลทรรศน์แสง บริษัท Wuzhou New Found Instrument รุ่น XJL-101 Reflected Light Metallurgical Microscope

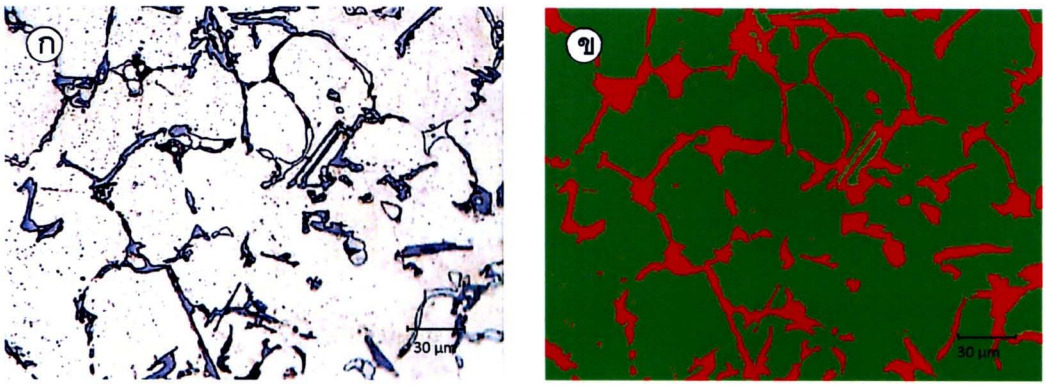


ภาพ 33 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ยี่ห้อ LEO รุ่น 1455VP ที่ต่อกับ EDS เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

3. การหาสัดส่วนโดยพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติก

การหาสัดส่วนโดยพื้นที่ (Area Fraction) ของโครงสร้างยูเทคติก โดยการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง ที่กำลังขยาย 200 เท่า แล้ววิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Scentis ของบริษัท Stuers โดยค่าสัดส่วนโดยพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติก คำนวณจากอัตราส่วนของพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติกกับพื้นที่ทั้งหมด ดังสมการ (1) โดยการถ่ายภาพ 10 บริเวณ แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย ภาพ 34 แสดงตัวอย่างการหาสัดส่วนโดยพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติก

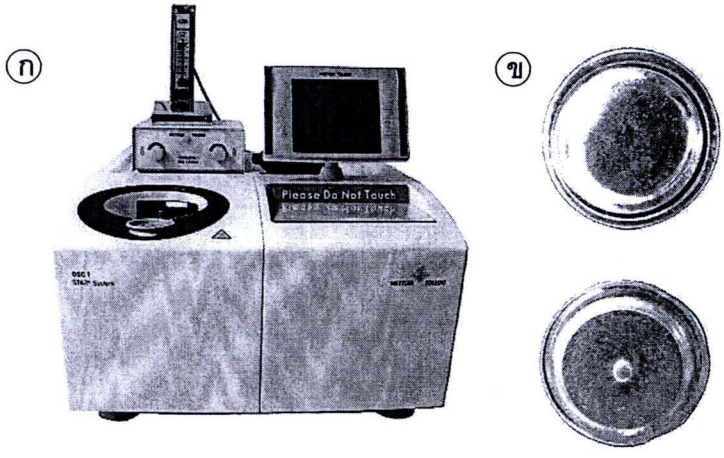
$$\text{สัดส่วนโดยพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติก} = \frac{\text{พื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติก}}{\text{พื้นที่ทั้งหมด}} \times 100\% \qquad (1)$$



ภาพ 34 ตัวอย่างการหาสัดส่วนโดยพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติกด้วยโปรแกรม Scentis ของบริษัท Stuers (ก) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสง (ข) การหาพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติก (สีแดง) และโครงสร้างพื้น (สีเขียว)

4. **การวิเคราะห์การเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิต่าง ๆ**

การเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิต่างๆ ของโลหะอะลูมิเนียมผสม เอ319 ศึกษาด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ดังภาพ 35(ก) ที่ต่อด้วยโปรแกรมวิเคราะห์ผล Star System ที่อุณหภูมิ 100-600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้อัตราการไหลของอาร์กอน 50 มิลลิลิตรต่อนาที การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาการเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิต่างๆ โดยการนำชิ้นงานในสภาพหล่อมาตัดชิ้นงานให้เป็นแผ่นให้มีความหนาประมาณ 150-200 ไมครอน แล้วขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1000 ให้มีความหนาประมาณ 100-150 ไมครอน จากนั้นนำไปเจาะด้วยเครื่องเจาะโลหะให้ได้ชิ้นงานที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร แล้วนำไปบรรจุลงในที่ใส่ตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วย DSC ดังแสดงในภาพ 35(ข)



ภาพ 35 (ก) เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) **ยี่ห้อ** Mettler Toledo **รุ่น** DSC1 **(ข) ชิ้นงานที่บรรจุลงในที่ใส่ตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเครื่อง** DSC

5. การศึกษาอนุภาคที่ตกตะกอนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

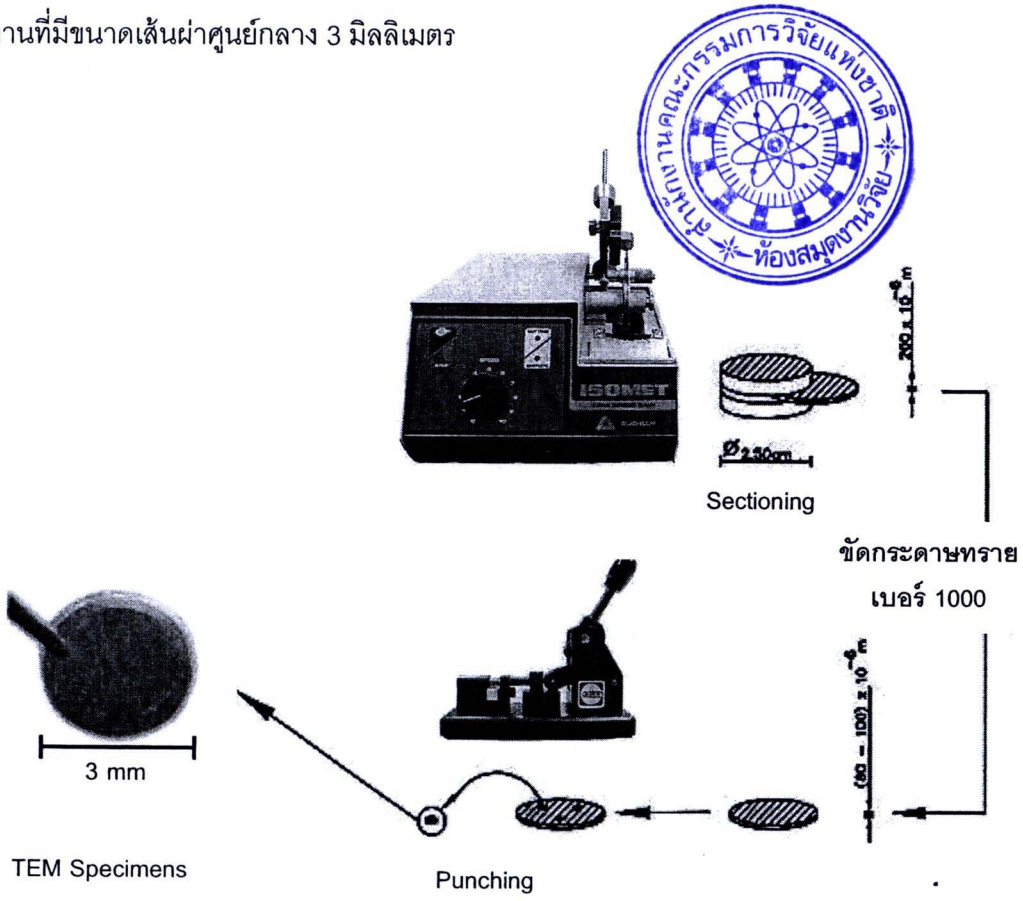
โครงสร้างจุลภาคของอนุภาคที่ตกตะกอนศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM) โดยการเตรียมชิ้นงานบางมีขั้นตอนหลักดังนี้

5.1 การเตรียมชิ้นงานบางขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร ดังภาพ 36 คือ

5.1.1 ตัดชิ้นงานให้เป็นแผ่นความหนาประมาณ 150-200 ไมครอน ด้วยเครื่องตัด ยี่ห้อ Buehler รุ่น Isomet

5.1.2 นำชิ้นงานมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1000 เพื่อลดความหนาชิ้นงานให้มีความหนาประมาณ 60-80 ไมครอน

5.1.3 นำไปเจาะ (Punch) ด้วยเครื่องเจาะโลหะ (Metal Puncher) เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร



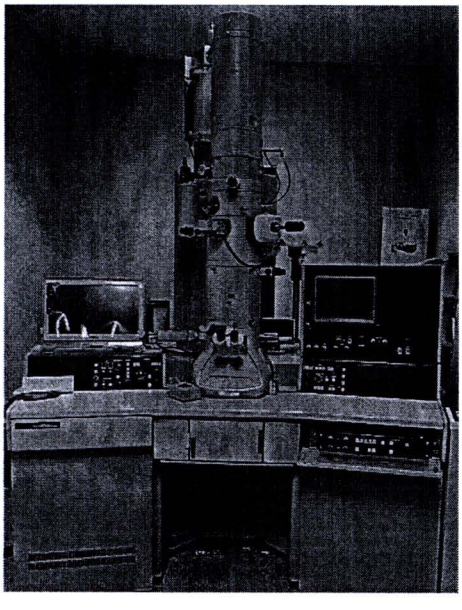
สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

ภาพ 36 การเตรียมชิ้นงานบางที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร

5.2 การขัดเงา โดยนำชิ้นงานมาขัดเงาด้วยปฏิกิริยาไฟฟ้า-เคมี ด้วยเครื่อง Twin-jet Electropolishing ดังภาพ 37(ก) ในสารละลายของกรดเปอร์คลอริก ในเอทานอล 5 vol% ที่อุณหภูมิ -30 ถึง –10 องศาเซลเซียส ความต่างศักย์ 20 โวลต์ กระแส 24 มิลลิแอมแปร์ จนกระทั่งชิ้นงานทะลุเป็นรู ซึ่งบริเวณรอบๆ รูจะมีพื้นที่บางซึ่งอิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านได้ ดังภาพ 37(ข)

ภาพ 37 (ก) เครื่อง Twin-jet Electropolishing (ข) ชิ้นงานหลังการขัดเงาด้วยปฏิกิริยาไฟฟ้า-เคมี

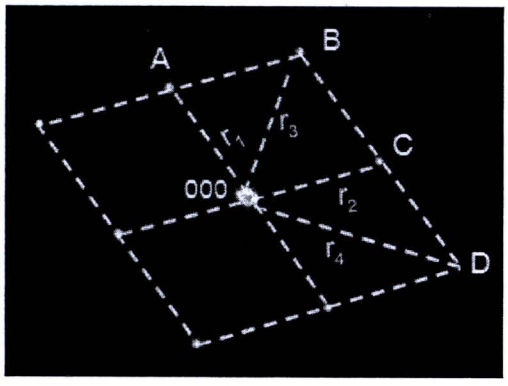
5.3 ศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ทำงานที่ 200 kV ดังภาพ 38



ภาพ 38 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ของยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-2010

ขั้นตอนการวิเคราะห์แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน มีดังนี้

1. วัดระยะห่าง r_1, r_2, r_3, r_4 บนฟิล์ม ดังภาพ 39



2. คำนวณหาค่า d_1, d_2, d_3, d_4 โดยใช้สมการที่ 2 และเปรียบเทียบความเป็นไปได้ของระนาบ *hkl* จากฐานข้อมูล

$$d = \frac{L\lambda_{average}}{r_i} = \frac{24.9630}{r_i} \text{ Å} \quad (2)$$

3. ตรวจสอบความเป็นไปได้ของค่าดรรชนี *hkl* ต่างๆ เพื่อหาระนาบเลี้ยวเบน *A*, *B*, *C*, *D* โดยการบวกเวกเตอร์ ดังสมการต่อไปนี้

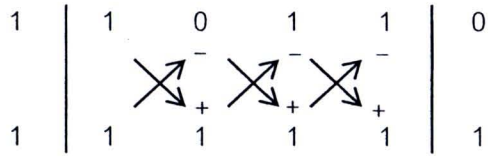
$$A + B = C \quad (3)$$

$$\bar{A} + B = D \quad (4)$$

4. ตรวจสอบความเป็นไปได้ของค่ามุมระหว่างระนาบอะตอมที่วัดได้โดยตรงจากฟิล์มกับค่าที่ได้จากการคำนวณตามสมการ (5) ซึ่งจะต้องแตกต่างกันไม่เกิน 2 องศา

$$\cos\phi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{[(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)]}} \quad (5)$$

5. หาทิศ uvw ที่ลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงานหรือแกนโซน (Zone Axis) โดยวิธี Cross Multiplying เช่น (110) กับ (111)



= (1-0), (0-1), (1-1) = $[1\bar{1}0]$

6. ตรวจสอบผลการวิเคราะห์ด้วย Weiss Zone Law;

$$h.u + k.v + l.w = 0 \qquad (6)$$

จึงสามารถสรุปได้ว่าแบบรูปการเลี้ยวเบนนี้สอดคล้องกับเฟสใด

การทดสอบสมบัติเชิงกล

1. **การทดสอบความแข็ง**

ความแข็งโดยรวม (Macrohardness) ของชิ้นงานในสภาพหล่อและหลังการปรับสภาพด้วยความร้อน ทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบร็อกเวล สเกล B ดังภาพ 39 โดยใช้หัวกดแบบลูกบอลเหล็กขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/16 นิ้ว ใช้น้ำหนักกด 100 กิโลกรัมแรง เป็นเวลา 15 วินาที โดยทำการวัด 10 จุดแบบสุ่ม แล้วหาค่าเฉลี่ย

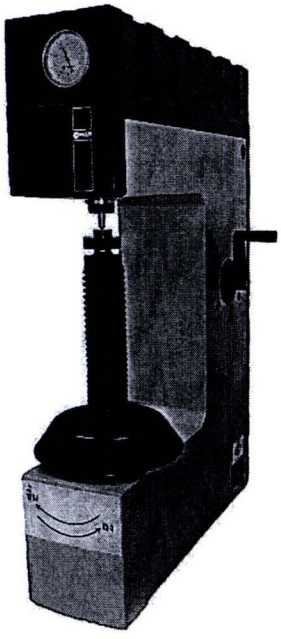
ความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vickers Microhardness) เพื่อวัดความแข็งภายในเดนไดร์ทของชิ้นงานในสภาพหล่อและหลังการปรับสภาพด้วยความร้อน โดยใช้หัวกดเป็นเพชรรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยม (Square-based Diamond Pyramid) ที่มีมุม 136 องศา โดยทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งจุลภาค ดังภาพ 40(ก) โดยใช้น้ำหนักกด 50 กรัมแรง เป็นเวลา 15 วินาที โดยทำการวัดชิ้นงานละ 10 จุดแบบสุ่ม แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย ค่าความแข็งคำนวณจากสมการที่ (7)

$$HV = \frac{1.854F}{d^2} \quad \text{นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร} \qquad (7)$$

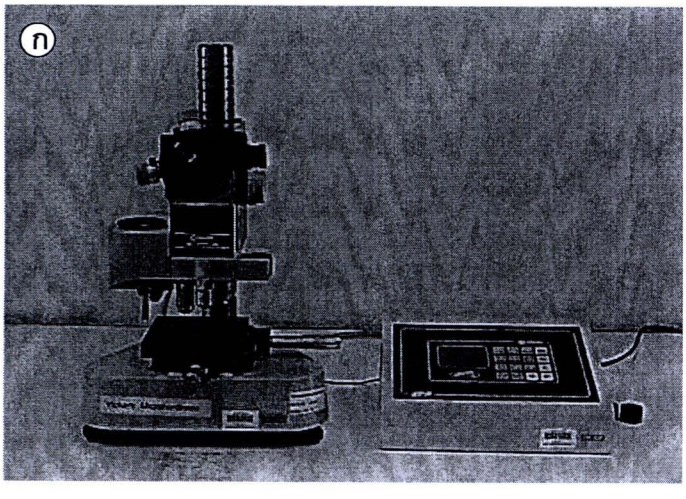
โดยที่ F = น้ำหนักกด (นิวตัน)

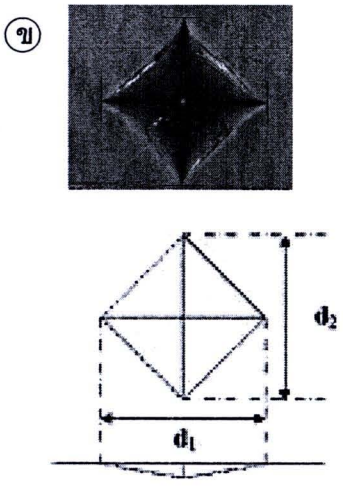
d = ค่าเฉลี่ยความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกด ดังภาพ 40(ข)

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



ภาพ 39 เครื่องวัดความแข็งโดยรวม (Macrohardness) ของบริษัท Galileo รุ่น Egotest Comp 25 RS

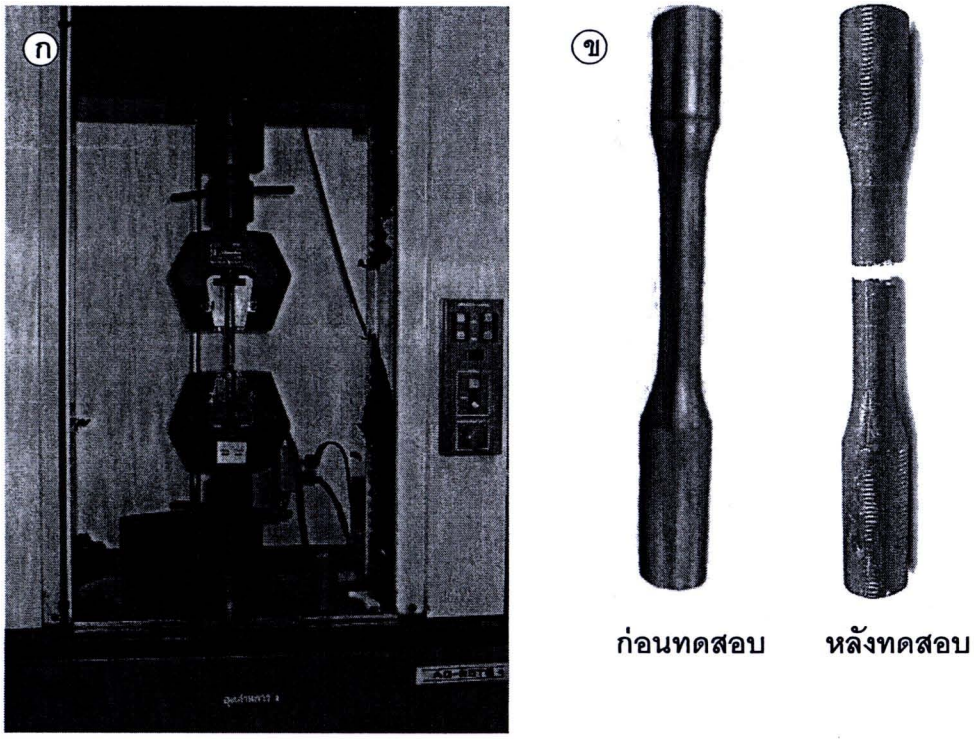




ภาพ 40 (ก) เครื่องวัดความแข็งจุลภาค (Microhardness) ของบริษัท Galileo รุ่น Microscan OD (ข) ตัวอย่างรอยกดและวัดค่า d

2. **การทดสอบแรงดึง**

ชิ้นงานทดสอบแรงดึงประกอบด้วย (1) ชิ้นงานในสภาพหล่อ (2) ชิ้นงานที่ผ่านการอบละลายที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (3) ชิ้นงานที่ผ่านการอบละลายที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง และตามด้วยการบ่มแข็งเป็นเวลา 6, 24 และ 48 ชั่วโมง โดยทดสอบสภาวะละ 3 ตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบประกอบด้วยค่า 0.2% ความเค้นพิสูจน์ (0.2% Proof Stress) ความแข็งแรงดึงสูงสุด (Ultimate Tensile Strength) และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (%Elongation) ด้วยเครื่องทดสอบแรงดึงตามมาตรฐานของ JIS ดังภาพ 41(ก) และชิ้นงานก่อนและหลังทดสอบแรงดึง ดังภาพ 41(ข)



ภาพ 41 (ก) เครื่องทดสอบแรงดึงตามมาตรฐานของ JIS ยี่ห้อ Shimadzu Autograph **รุ่น** AG_25TB^{R4} **(ข) ตัวอย่างชิ้นงานก่อนและหลังทดสอบแรงดึง**