บทที่ 3
ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

วัสดุที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือเหล็กกล้าความแข็งแรงสูงธาตุผสมต่ำที่ผสมธาตุวาเนเดียม ซึ่งมีส่วนผสมเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าความแข็งแรงสูงธาตุผสมต่ำที่ผสมธาตุปริมาณน้อยมากของธาตุวาเนเดียม (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)

C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	V	Ti	N
0.102	1.17	0.333	0.0161	0.0093	0.0016	0.002	0.131	0.001	0.0186

3.2 กระบวนการรีดร้อน

ทำการจัดเตรียมชิ้นงานด้วยสภาวะที่ใช้ตัวแปรในการผลิตต่าง ๆกัน โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.ทำการอบให้ร้อนขึ้นอีกจนมีอุณหภูมิ 1,150^{o}C เป็นเวลา 30 นาที

2.ทำการรีดหยาบประมาณ 42% ด้วยอัตราความเครียด 6 S^{-1} ความเร็วในการรีด 0.8 m/s ที่อุณหภูมิ 1,100^{o}C

3.ทำการรีดหยาบครั้งที่ 2 ประมาณ 53.3% ด้วยอัตราความเครียด 14 S^{-1} ความเร็วในการรีด 35 m/s อุณหภูมิ 1,000^{o}C

4.ให้ชิ้นงานเย็นตัวมาที่อุณหภูมิม้วนเก็บที่เลือกใช้ในการวิจัย คือ 400,500 และ 600^{o}C ด้วยอัตราการเย็นตัวต่าง ๆกัน คือ 1,3,5,9,20 ^{o}C/sec

5.นำชิ้นงานทั้งหมดออกจากเตาแบ่งเป็น 3 กลุ่มตามอุณหภูมิม้วนเก็บ(แต่ละกลุ่มจะมี 5 ชิ้นซึ่งมีอัตราการเย็นตัวต่าง ๆกัน) แล้วนำส่วนหนึ่งมาตัดให้เป็นชิ้นงานทดสอบแรงดึง (tensile test specimen)ตามมาตรฐาน จากนั้นจึงทำการทดสอบแรงดึง พร้อมทั้งตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

3.3 การเตรียมชิ้นงานเพื่อตรวจสอบขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์ในระหว่างกระบวนการรีดร้อน

1.ทำการอบให้ร้อนขึ้นอีกจนมีอุณหภูมิ 1,150^{o}C เป็นเวลา 30 นาที

2.เตรียมชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์ โดยชุบตัวอย่างชิ้นงานที่ต้องการศึกษาชุบลงในอ่างสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์กับน้ำแข็งทันทีหลังจากทำการอบให้ร้อนขึ้นอีกจนมีอุณหภูมิ 1,150^{o}C เป็นเวลา 30 นาที

3.ทำการเตรียมชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์ทันทีหลังจากทำการรีดหยาบประมาณ 42% ด้วยอัตราความเครียด 6 S^{-1} ความเร็วในการรีด 0.8 m/s ที่อุณหภูมิ 1,100^{o}C

4.ทำการเตรียมชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์ เหมือนในข้อ 2 หลังจากทำการรีดหยาบครั้งที่ 2 ประมาณ 53.3% ด้วยอัตราความเครียด 14 S^{-1} ความเร็วในการรีด 35 m/s ที่อุณหภูมิ 1,000^{o}C

3.4 การทดสอบสมบัติเชิงกล

ทำการทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบแรงดึง (universal tensile testing machine) เพื่อหาจุดคราก (yield point) ค่าแรงดึงสูงสุด (ultimate tensile strength) เปอร์เซ็นต์การยืดตัวทั้งหมด (%total elongation)

1. ทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานหลังการรีดร้อนด้วยเครื่องทดสอบแรงดึงทิศทางเดียว โดยเตรียมชิ้นงานที่นำมาทดสอบตามมาตรฐาน ASTM E 8M[19] โดยมีแนวยาวตามทิศทางของการรีด
2. นำชิ้นงานมาทำเครื่องหมายไว้ เพื่อแสดงขอบเขตความยาวเกจของชิ้นงานก่อนการทดสอบ ในการขีดทำเครื่องหมายจะต้องระวังไม่ให้ออกแรงกดมากเกินไปจนทำให้ชิ้นงานมีรอยบาก เพราะจะทำให้ค่าแรงดึงที่วัดได้มีค่าต่ำกว่าความเป็นจริง
3. วัดความยาวเกจ และรัศมีของชิ้นงานอย่างละเอียดเวอร์เนียร์คาลิปเปอร์ ที่มีค่าความผิดพลาด $\pm$0.001 มิลลิเมตร ก่อนนำไปทดสอบแรงดึง
4. นำชิ้นงานมายึดติดกับหัวจับของเครื่องทดสอบแรงดึงทั้งบนและล่าง
5. นำเครื่องวัดการยืดตัว (extensometer) ติดกับชิ้นงานทดสอบในช่วงความยาวเกจแล้วปรับตั้งค่าเริ่มต้นของระยะยืดตัวเป็นศูนย์ (calibration) เพื่อวัดปริมาณการยืดตัวของชิ้นงาน
6. เริ่มทำการทดสอบแรงดึงด้วยความเร็วหัวจับ 1 มิลลิเมตรต่อ 1 นาที จนชิ้นงานขาดออกจากกัน

7. นำชิ้นงานที่ขาดออกจากกันมาต่อเข้ากันใหม่เพื่อวัดความยาวเกจสุดท้ายและวัดรัศมีชิ้นงานตรงตำแหน่งที่ขาด ด้วยเวอร์เนียร์คาลิปเปอร์ เพื่อไว้ใช้คำนวณค่า %Reduction of Area
8. นำข้อมูลที่ได้จากกราฟระหว่างแรงดึง กับระยะที่ยืดตัวโดยเครื่องทดสอบแรงดึง และขนาดของเกจที่วัดไว้ในตอนต้นมาทำการคำนวณหา จุดคราก ค่าแรงดึงสูงสุด เปอร์เซ็นต์การยืดตัวทั้งหมด

3.5 วิธีการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

3.5.1 การตัด และเตรียมชิ้นงานเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

1. ตัดชิ้นงานที่จะนำมาตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยใบตัด DISCOTOM ที่มีน้ำหล่อเย็น โดยผิวระนาบที่ทำการตรวจสอบจะต้องขนานกับทิศทางการรีด และตั้งฉากกับระนาบการรีด ดังในรูปที่ 3.2
2. นำชิ้นงานใส่ใน castable epoxy พร้อมทั้งใส่ฉลากระบุตัวชิ้นงานให้ชัดเจน
3. ขัดชิ้นงานบนกระดาษทรายน้ำซิลิกอนคาร์ไบด์ ตั้งแต่เบอร์ 220 320 400 600 800 1000 จนถึง 1200 แล้วล้างน้ำให้สะอาด
4. ขัดชิ้นงานด้วยผ้ากำมะหยี่ โรยหน้าด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.5 ไมครอนแขวนลอยในน้ำ ขัดจนกระทั่งผิวระนาบของชิ้นงานเงาวาวคล้ายกระจก
5. ล้างด้วยน้ำให้สะอาด ล้างอีกครั้งด้วยแอลกอฮอล์ และเป่าให้แห้งสนิทด้วยเครื่องเป่าลมร้อน

3.5.2 การกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยสารละลายเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคที่ต้องการตรวจสอบในที่นี้คือ ขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์ และโครงสร้างเฟอร์ไรท์ ,เพิร์ลไลท์,มาร์เทนไซท์ โดยมีรายละเอียดดังนี้[20]

3.5.2.1 การตรวจสอบขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์ ในระหว่างกระบวนการรีดร้อน

1. ทำโดยการนำผงกรดพิคริก(picric acid) ละลายในน้ำกลั่นจนอิ่มตัว (ประมาณ 40 กรัมต่อน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นเติมสารเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส (sulfonate) 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ $FeCl_2$ 2-3 หยด ต่อสารละลาย 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมในบีกเกอร์ที่อุณหภูมิประมาณ 70°C เพื่อให้ผงกรดพิคริกละลายอิ่มตัวในน้ำได้ง่ายขึ้น คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน ในขั้น

ตอนนี้ควรระวังการระเบิดของกรดพิคริกเมื่อถูกให้ความร้อนจนแห้ง และการสูดดมไอระเหยจากการผสมสูตรข้างต้นนี้เป็นอันตรายต่อระบบทางเดินหายใจ

2. นำบีกเกอร์ใส่สารละลายพิคริกนี้ไปอุ่นบนแผ่นทำความร้อนจนมีอุณหภูมิ 60-70°C
3. นำชิ้นงานแช่ในสารละลายพิคริกโดยหงายหน้าชิ้นงานขึ้น
4. ใช้ไม้พันด้วยสำลีถูผิวหน้าชิ้นงานบ่อยๆ ในระหว่างการแช่ในสารละลายนี้จะช่วยทำให้สามารถมองเห็นโครงสร้างจุลภาคได้ชัดเจนยิ่งขึ้น ใช้เวลาในขั้นตอนนี้ประมาณ 5-10 นาที
5. ล้างกรดและเศษผงจากการทำปฏิกิริยาของผิวหน้าชิ้นงานกับกรดที่ติดอยู่ด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด จากนั้นล้างอีกครั้งด้วยแอลกอฮอล์ และเป่าให้แห้งสนิทด้วยเครื่องเป่าลมร้อน

3.5.2.2 การตรวจสอบโครงสร้างเฟอร์ไรท์หลังการม้วนเก็บ และหลังการอบอ่อน

1. นำชิ้นงานชุบลงในสารละลายไนทอล (nital) ที่มีความเข้มข้นของ HNO_3 ในเอทานอล 2% ใช้เวลาประมาณ 5-10 วินาที
2. ล้างกรดและเศษผงจากการทำปฏิกิริยาของผิวหน้าชิ้นงานกับกรดที่ติดอยู่ด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด จากนั้นล้างอีกครั้งด้วยแอลกอฮอล์ และเป่าให้แห้งสนิทด้วยเครื่องเป่าลมร้อน

<u>ตารางที่ 3.2</u> สารละลาย ส่วนผสม และการใช้งาน สำหรับตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

สารละลาย (etchant)	ส่วนผสม	การใช้งาน
สารละลายพิคริกอิ่มตัวกับสารเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส (saturated aqueous picric acid and sulfonate)	สารเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส(sulfonate) 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ $FeCl_2$ 2-3 หยด ต่อผงกรดพิคริก(picric acid) อิ่มตัวในน้ำ (ประมาณ 40 กรัมต่อน้ำ 100ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ตรวจสอบขอบเกรนเดิมของโครงสร้างออสเทนไนท์
สารละลายไนทอล (nital)	ใช้ส่วนผสม HNO_3 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในเอทานอล 98 ลูกบาศก์เซนติเมตร	ตรวจสอบโครงสร้างเฟอร์ไรท์ ,เพิร์ลไลท์

3.6 วิธีการวัดขนาดเกรน

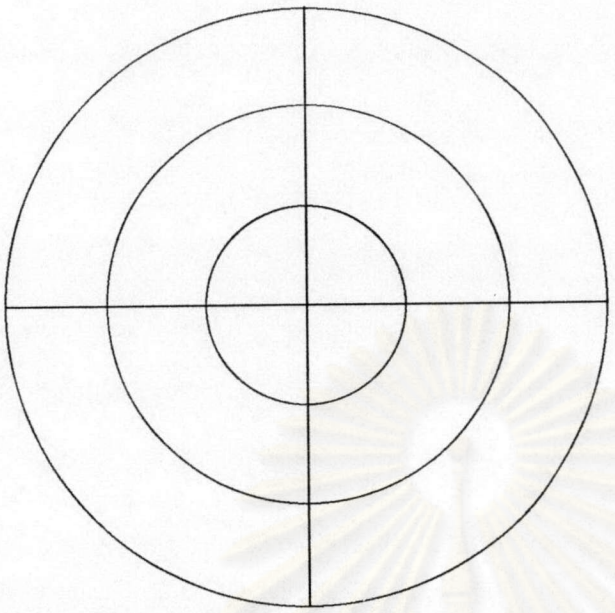
วิธีการวัดขนาดเกรนโดยการลากเส้นผ่านรูปถ่ายของโครงสร้างจุลภาค แล้วนับจุดตัดระหว่างเส้นทดสอบกับขอบเกรน แล้วนำค่าที่ได้ไปแทนในสูตรเพื่อคำนวณหาขนาดเกรน ซึ่งมีวิธีการวัดที่เป็นที่นิยมอยู่ 2 วิธี คือ แบบใช้เส้นตรง และแบบใช้เส้นวงกลม 3 วง[21]

3.6.1 การใช้เส้นตรง (Heyn lineal intercept procedure)

ลากเส้นตรงโดยให้มีความยาวอย่างน้อยต้องตัดผ่านขอบเกรนอย่างน้อย 50 เกรน โดยการปรับเลือกใช้กำลังขยายให้เหมาะสม การนับจุดตัดระหว่างเส้นทดสอบกับขอบเกรนจะนับจุดตัดระหว่างรอยต่อของ 3 เกรน เป็น 1.5 ในกรณีที่มีเกรนรูปทรงหลายเหลี่ยม (equiaxed grain) จะลากเส้นทดสอบแบบสุ่มอย่างไม่มีทิศทาง 3-5 เส้น แต่ในกรณีที่เกรนมีลักษณะรียาว การลากเส้นทดสอบสามารถแบ่งทำเป็น 2 ทิศทาง คือ ทิศทางขนานกับแนวเกรนรียาวได้ค่าความยาวเฉลี่ยของเกรน และทิศทางตั้งฉากกับแนวเกรนรียาวได้ค่าความกว้างเฉลี่ยของเกรน นอกจากนี้ยังสามารถนำค่าที่คำนวณได้มาหาสัดส่วนระหว่างค่าความยาวเฉลี่ยของเกรน ต่อค่าความกว้างเฉลี่ยของเกรน (aspect ratio) เพื่อใช้ในการบรรยายรูปร่างโดยเฉลี่ยของเกรน

3.6.2 การใช้วงกลม 3 วง (Abrams three-circle procedure)

ลากวงกลม 3 วง โดยมีจุดศูนย์กลางร่วมกัน มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 79.58, 53.05 และ 26.53 มิลลิเมตรซึ่งทำให้มีความยาวรวมของเส้นรอบวงจากวงกลม 3 วงรวมเป็น 500 มิลลิเมตร การนับจุดตัดระหว่างเส้นทดสอบกับขอบเกรนจะนับจุดตัดระหว่างรอยต่อของ 3 เกรนเป็น 2 วิธีนี้เหมาะสำหรับเกรนที่มีรูปทรงหลายเหลี่ยม และมีข้อดีคือสามารถช่วยลดการเบี่ยงเบนของข้อมูลจากทิศทางการลากเส้นตรงกรณีวัดขนาดเกรนโดยการใช้วิธีการลากเส้นตรงทดสอบ



รูปที่ 3.1 วงกลม 3 วงที่ใช้ในการหาขนาดเกรน

รูปที่ 3.2 แผ่นภาพที่ใช้ในการหาสัดส่วนเชิงปริมาตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย