

บทที่ 4

วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ชิ้นงานแต่ละชิ้นต้องผ่านขั้นตอนต่างๆ มากพอสมควรกว่าจะได้ชิ้นงานออกมาเพื่อถ่ายภาพและเก็บข้อมูลออกมาจากตัวชิ้นงาน จึงขออธิบายโดยคร่าวๆ เพื่อทำความเข้าใจโดยรวมก่อน จากนั้นจึงอธิบายในแต่ละขั้นตอนโดยละเอียดต่อไป และในการจับเวลาของงานวิจัยนี้จะต่างจากทั่วไป กล่าวคือ การจับเวลาของการอบ Isothermal Anneal และ Cyclic Anneal จะทำการจับเวลาที่เมื่อชิ้นงานเข้าสู่เตาอบ เนื่องจากจะต้องนำเวลาดังกล่าวไปเปรียบเทียบซึ่งกันและกัน และเวลาที่ค้างในแต่ละเตาเป็นเวลาที่สั้นกว่าเวลาที่ชิ้นงานเข้าสู่อุณหภูมิสมดุลด้วย

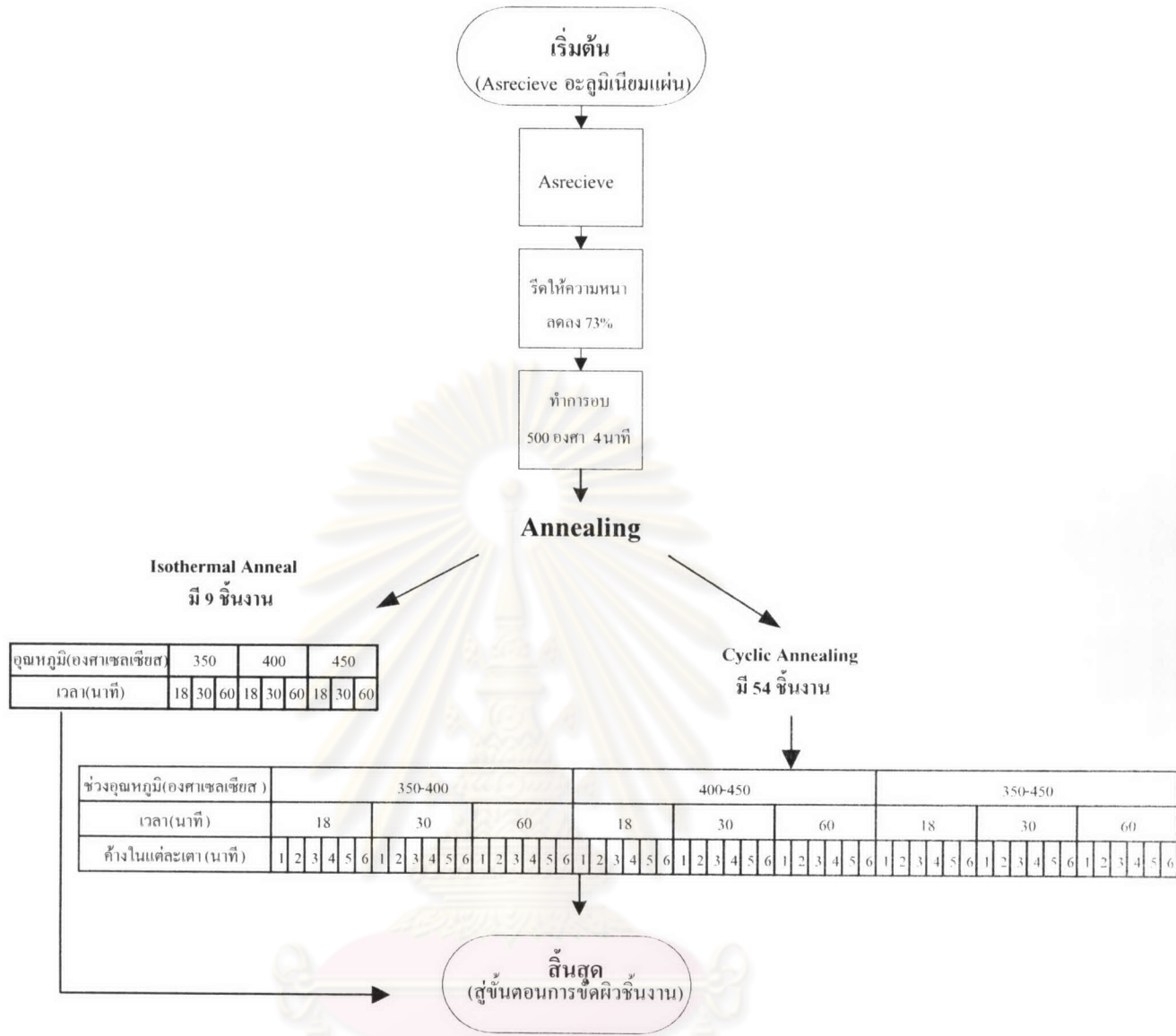
การหาเงื่อนไขการทดลอง

ในขั้นตอนการหาเงื่อนไขการทดลองนี้ ได้มีการประมาณการเปอร์เซ็นต์การแปรรูปเย็นและอุณหภูมิที่ใช้ในการตกผลึกใหม่จากเอกสารการวิจัยที่ผ่านมาและพฤติกรรมของโครงสร้างเพื่อหาแนวโน้ม โดยเบื้องต้นนี้ชิ้นงานจะถูกรีดให้มีความหนาลดลง 73% จากความหนาเดิมทั้งตามแนวยาวและแนวขวางกับแนวรีดเดิม(เพื่อไม่ให้เกิดการตกผลึกแบบเป็นแถบ) และทำการอบตกผลึกใหม่ในเตาที่มีอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 นาที(โดยจับเวลาตั้งแต่ชิ้นงานเริ่มเข้าเตา) นอกจากนี้ การอบยังมีข้อควรพิจารณา คือ ปริมาณชิ้นงานที่เข้าไปทำการอบ เนื่องจากปริมาณชิ้นงานที่มากความร้อนที่ให้ภายในเวลา 4 นาที จะไม่เพียงพอต่อการเกิดผลึกใหม่ให้ทั่วถึงได้ตลอดชิ้นงาน หลังจากชิ้นงานผ่านการอบตกผลึกใหม่โดยสมบูรณ์แล้ว จะทำการตรวจสอบดูโครงสร้างจุลภาคโดยการกัดกรดและสังเกตดูโครงสร้างคร่าวๆ ว่ามีลักษณะขนาดเกรนที่เล็กและกระจายอยู่สม่ำเสมอหรือไม่(ทำการทดสอบโดยสุมชิ้นงานมา 1 ชิ้น จากชุดที่ทำการอบ) ชิ้นงานที่ได้ในขั้นตอนนี้จะเป็นบรรทัดฐานในการทำการทดลองต่อไป

เมื่ออบตกผลึกใหม่โดยสมบูรณ์แล้วจะทำการแบ่งชิ้นงานเป็น 2 กลุ่มดังรูป 4.1 คือ Isothermal annealing และ Cyclic annealing เพื่อทำการทดลองในเงื่อนไขต่างๆ

ในกลุ่ม Isothermal annealing จะเป็นการอบที่อุณหภูมิเดียวค้างไว้ในเตาตามเงื่อนไขของเวลาและอุณหภูมินั้นๆ โดยกลุ่มนี้จัดทำขึ้นเพื่อจะนำไปเปรียบเทียบค่าต่างๆ กับกลุ่ม Cyclic annealing นั้นเอง

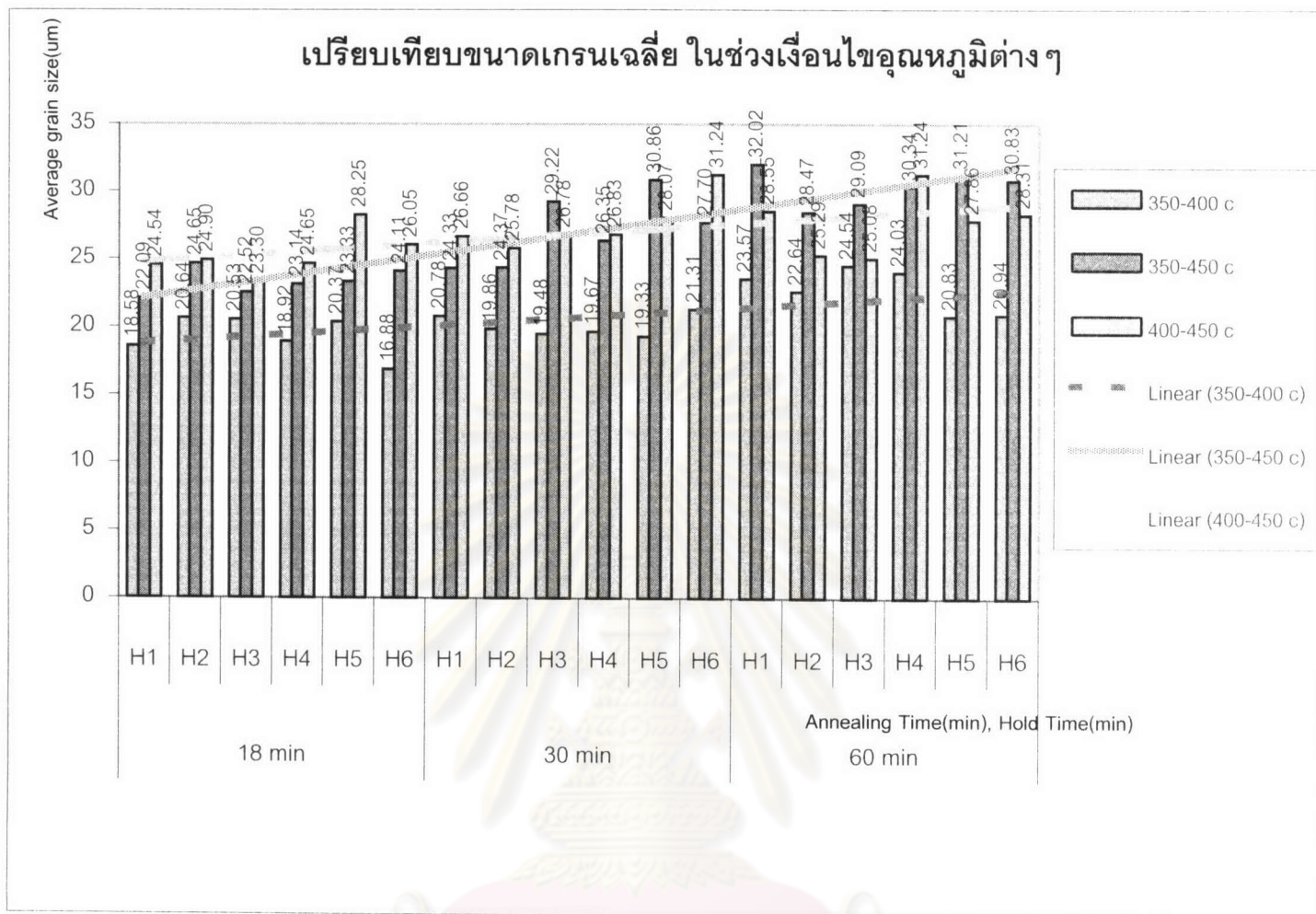
ในกลุ่ม Cyclic annealing ทำการเริ่มอบที่อุณหภูมิสูงก่อนแล้วตามด้วยอุณหภูมิต่ำกว่าแล้วกลับไปอุณหภูมิสูงต่อไปตามลำดับของวัฏจักร เมื่อสิ้นสุดวัฏจักรก็ตามด้วยการเย็นตัวฉับพลันในน้ำที่อุณหภูมิต่ำ



รูป 4.1 แสดงลำดับขั้นตอนการอบชิ้นงาน

การทดลองทั้ง 2 กลุ่มนี้เมื่ออบเสร็จแล้วจะตามด้วยขั้นตอนการกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยกรด
 ผิวหน้าดูโครงสร้างจุลภาค โดยขั้นตอนนี้จะกัดกรด ประมาณ 10 นาที จากนั้นก็ล้างน้ำและเป่าลม
 ให้แห้ง ป้องกันการเกิดคราบบนผิวหน้าชิ้นงานซึ่งมีผลต่อภาพที่จะถ่ายตามมา

ในขั้นตอนการถ่ายภาพจะใช้กำลังขยายประมาณ 200 เท่า ซึ่งเป็นกำลังขยายของภาพที่
 เหมาะสมในการนับจำนวนหาขนาดเกรนเฉลี่ย



รูปที่ 4.2 แสดงค่าขนาดเกรนเฉลี่ยจากขั้นตอนการหาเงื่อนไขการทดลอง โดยเปรียบเทียบกระบวนการ Isothermal annealing และ Cyclic annealing ที่ผ่าน Pre-anneal แบบแรก

จากรูปที่ 4.2 เป็นภาพผลการทดลองที่ผ่านมา โดยการ Cyclic Annealing จะสังเกตเห็นความชันของเส้น linear(350-450 °C) มากกว่าเส้นอื่นๆ ซึ่งความชันที่มากกว่านี้ เกิดเนื่องมาจากความต่างของอุณหภูมิที่ใช้ในการ cyclic annealing ที่มีมากกว่า และจุดสังเกตอีกจุดหนึ่ง คือ ปลายด้านขวาของเส้นดังกล่าวมีระดับขนาดเกรนเฉลี่ยที่สูงกว่าแม้จะใช้เวลาในการอบที่เท่ากันที่ 60 นาที

จากข้อมูลดังกล่าวจึงมีความเป็นไปได้ที่จะเพิ่มระยะห่างของขนาดเกรนเริ่มต้นและหลังการ cyclic annealing ให้มากขึ้น เพื่อเพิ่มความชัน ซึ่งน่าจะเป็นไปได้ว่าจะทำให้มีโอกาสที่ปลายด้านขวาของเส้นจะมีขนาดเกรนเฉลี่ยที่สูงกว่าในเวลาอบที่เท่ากัน โดยสรุปแล้วพารามิเตอร์ที่มีผลในการ cyclic annealing คือ ขนาดเกรนเริ่มต้นและหลังการอบ ช่วงของสองอุณหภูมิที่ใช้ในการอบ และเวลาที่ใช้ในการอบ

ขั้นตอนการทดลองตามเงื่อนไขในการทดลองใหม่

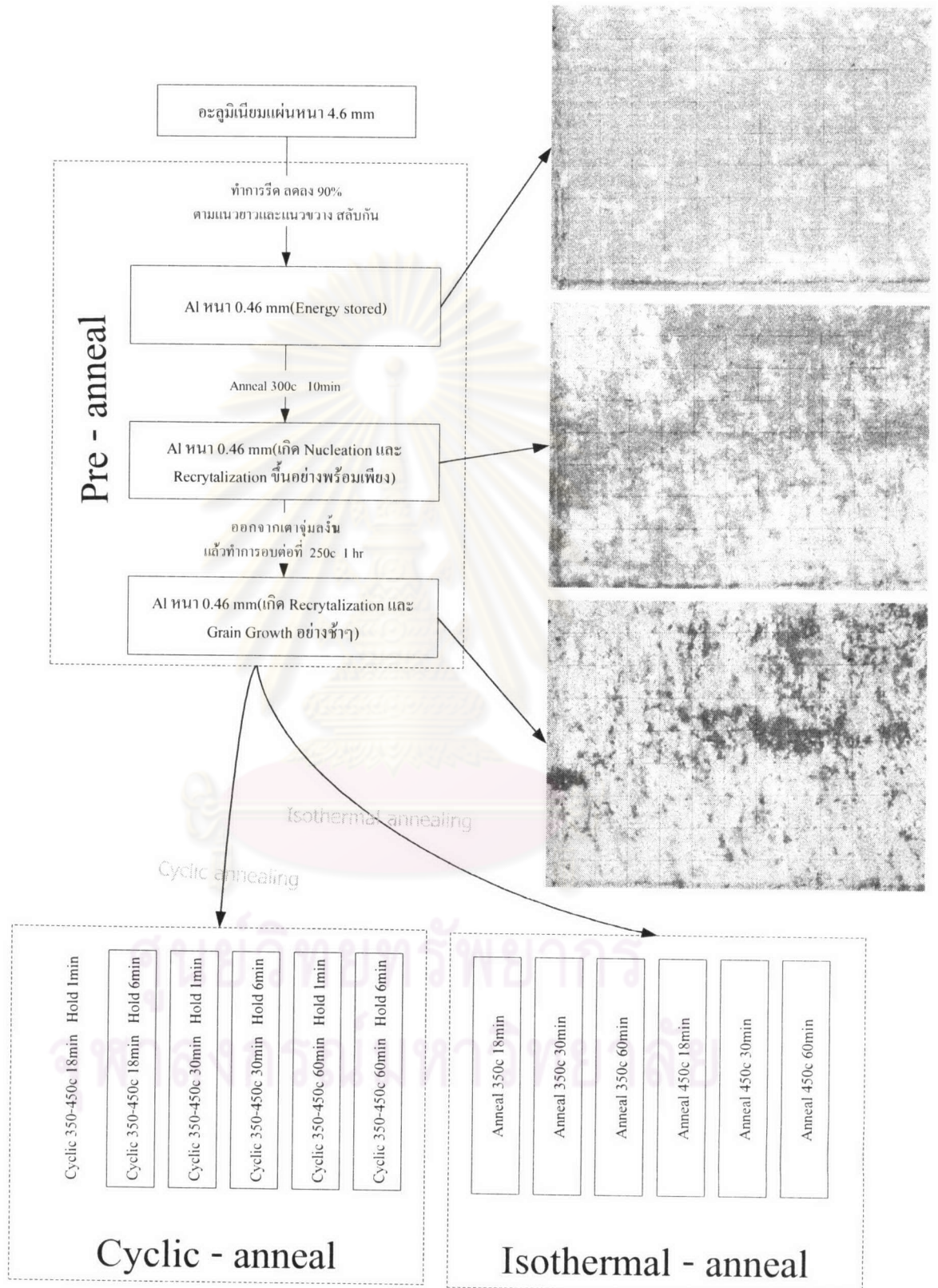
ก่อนที่จะทำการอบแบบ cyclic หรือ isothermal ได้มีการเตรียมชิ้นงานโดยการ pre-anneal ซึ่งการ pre-anneal แบบใหม่นี้จะให้คุณลักษณะที่ต่างจากที่เคยทำการทดลองผ่านมา กล่าวคือ ขนาดเกรนที่เตรียมได้จะมีขนาดประมาณ 5 ไมครอน ซึ่งจากเดิมที่เตรียมได้ประมาณ 20 ไมครอน เพื่อเข้าสู่ขบวนการต่อไปโดยการอบแบบ cyclic หรือ isothermal สุดท้ายขนาดเกรนจะไปหยุดอยู่ที่ประมาณ 20 - 30 ไมครอน ดังรูป 4.10-4.12

ผลที่ได้จากการ pre-anneal แบบใหม่ คือ การสร้างเกรนที่มีขนาดเล็กเป็นพิเศษ เพื่อเพิ่มความต่างของขนาดเกรนก่อนและหลังที่จะอบแบบ cyclic หรือ isothermal ต่อไป ซึ่งโอกาสที่ได้จากการเพิ่มความต่างนี้ จะเป็นการพิสูจน์ความแตกต่างของขบวนการ isothermal anneal และ cyclic anneal และในด้านการโตขึ้นของเกรน อีกเหตุผลหนึ่งของการทำ pre-anneal ก็เพื่อตัดผลกระทบจากการตกผลึกใหม่ของเกรนในชิ้นงานออกไป และเป็นผลที่เกิดขึ้นจากการรวมตัวกันของเกรนเล็กๆ ในขั้นตอน Isothermal Annealing และ Cyclic Annealing ซึ่งเป็นจุดมุ่งหมายในการศึกษาการโตขึ้นของเกรนจากขบวนการ cyclic นั้นเอง

จากการหาเงื่อนไขการทดลองครั้งแรก เมื่อมาหาจุดเหมาะสมที่สุดอีกครั้งจะได้ขั้นตอนดังรูปที่ 4.3 และในภาพตัวอย่างเล็กๆ 3 รูป เป็นการแสดงลำดับการเปลี่ยนไปจนเกิดเป็นรูปร่างเกรนที่มีขนาดเล็กประมาณ 5 ไมครอน(ตาราง grid มีขนาด 55 ไมครอน) โดยทั้งหมดเป็นตำแหน่งเดียวกันบนชิ้นงาน ที่เป็นไปในแต่ละขั้นตอนของการอบเตรียมชิ้นงาน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขั้นตอนการทดลองตามเงื่อนไขในการทดลองใหม่



รูปที่ 4.3 แสดงขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานแบบใหม่ (ตาราง grid มีขนาด 55 ไมครอน)

4.1 วัสดุที่นำมาทำการทดสอบ(As-received specimen)

วัสดุที่เลือกใช้จะเป็นอะลูมิเนียมเกรด 1100 ซึ่งเป็นเกรดที่มีความบริสุทธิ์ของอะลูมิเนียมมากที่สุดที่มีขายตามท้องตลาด โดยมีความบริสุทธิ์มากกว่า 99% ความหนาที่ใช้ประมาณ 6 มิลลิเมตร ซึ่งเป็นความหนาที่เหลือเพียงพอหลังจากเข้าขบวนการรีดเสร็จแล้ว โดยอะลูมิเนียมที่รับมานี้ได้ผ่านกระบวนการแปรรูปเย็นเป็นแผ่นมาจากทางโรงงานผู้ผลิตดังจากรูป 4.4 ซึ่งเราจะเห็นแนวการรีดที่ชัดเจน(ในแนวราบ)



รูป 4.4 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงานแผ่นแปรรูปเย็นมาจากโรงงาน 50X(As-received)
แต่ละด้านของ Grid ยาว 222 um

4.2 ขั้นตอนการแปรรูปเย็น(Cold rolling)

ในการแปรรูปเย็นนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อสร้างความเครียดให้กับชิ้นงานให้มาก โดยภายในชิ้นงานจะเกิดสิ่งบกพร่อง(Detect) ที่เรียกว่า(Dislocation) ในลักษณะที่พันกันยุ่งเหยิงมากยิ่งขึ้น และมากเพียงพอที่จะเกิด ดิสโลเคชัน การต่อผลึกใหม่ใหม่ได้โดยง่ายอย่างสม่ำเสมอและพร้อมเพรียง โดยตัว ดิสโลเคชัน เองจะเป็นชนวนก่อให้เกิด นิวเคลียส(Nucleation) หรือจะกล่าวว่าเป็นจุดที่จะเกิดเป็นเกรนใหม่ขึ้นมาก็ได้



รูป 4.5 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงาน โดยผ่าน as receive+Transverse rolled73% @ 50X

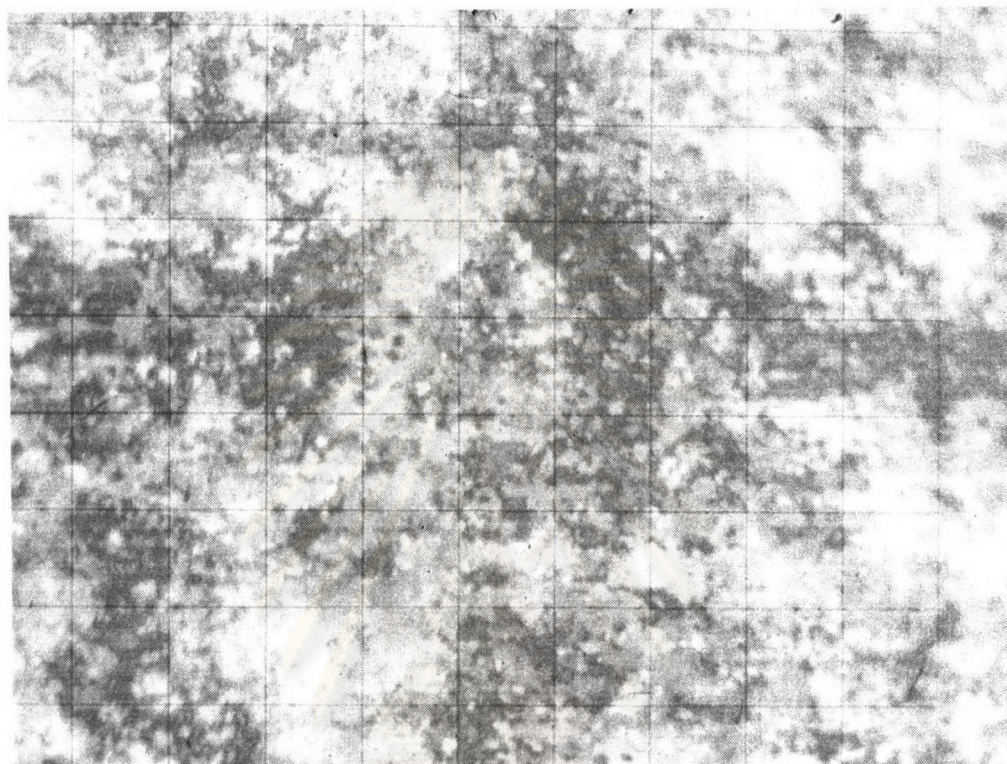
หลักการที่ทำให้เกิด Ultra fine grain

ในขั้นตอนนี้จัดทำขึ้นเพื่อเป็นการสร้างเกรนที่มีขนาดเล็กเป็นพิเศษที่กระจายสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงานสำหรับเงื่อนไขการทดลองแบบใหม่ โดยในหลักเกณฑ์การสร้างเกรนที่มีขนาดเล็กพิเศษนี้ คือ การใส่พลังงานเข้าไปยังชิ้นงานในรูปพลังงานสะสม (Stored Energy) และตามด้วยการปลดปล่อยพลังงานในชิ้นงานนั้นในระดับที่เหมาะสมโดยใช้การตกผลึกใหม่ทำให้เกิดเกรนเล็กละเอียดขึ้นมาอย่างรวดเร็วพร้อมเพียงกันและติดตามด้วยการโตอย่างช้าๆ

ทำการรีดลดลง 90% จากความหนาเดิม ซึ่งเป็นการแปรรูปที่หนักแล้วตามด้วยการอบ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที เย็นตัวในน้ำ เพื่อเป็นการกระตุ้นให้เกิด Nucleation ให้ทั่วถึงสม่ำเสมอตลอดทั้งชิ้นงาน ถ้าใช้อุณหภูมิมากกว่า 300 °c จะเกิดการ Nucleation และได้เกรนขนาดใหญ่ เนื่องจากผลการโตขึ้นตามมาทันทีหลัง Nucleation จากอุณหภูมิที่สูง ซึ่งเคยเกิดขึ้นมาแล้วในการทดลองที่ผ่านมา (ได้ทำการอบ 500 °c 4 นาที ได้เกรนประมาณ 20 ไมครอน)

แต่ในทางกลับกันถ้าใช้อุณหภูมิต่ำเกินไปจะเกิด Nucleation ที่ไม่สม่ำเสมอในชิ้นงาน เนื่องจากเกิด Nucleation ที่ไม่พร้อมเพียงกัน ซึ่งเกรนที่เกิดขึ้นมาก่อนก็โตก่อน เกรนที่เกิดขึ้นมาทีหลังจะมีจำนวนด้านน้อยกว่าเกรนที่เกิดขึ้นมาก่อน โดยเกรนที่เกิดขึ้นมาทีหลังจะรวมตัวเข้าเป็นเกรนที่เกิดขึ้นมาก่อนที่โตกว่า ตามกฎการรวมตัวกันของเกรน

หลังการอบ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที เย็นตัวในน้ำ จะตามด้วยการอบที่ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งจะได้เกรนดังที่เห็นในรูป 4.6 ในชิ้นงานจริงภาพรวมจะมีการตกผลึกใหม่เกือบ 100% คำตอบนี้ส่วนหนึ่งมาจากค่าความแข็งที่วัดได้



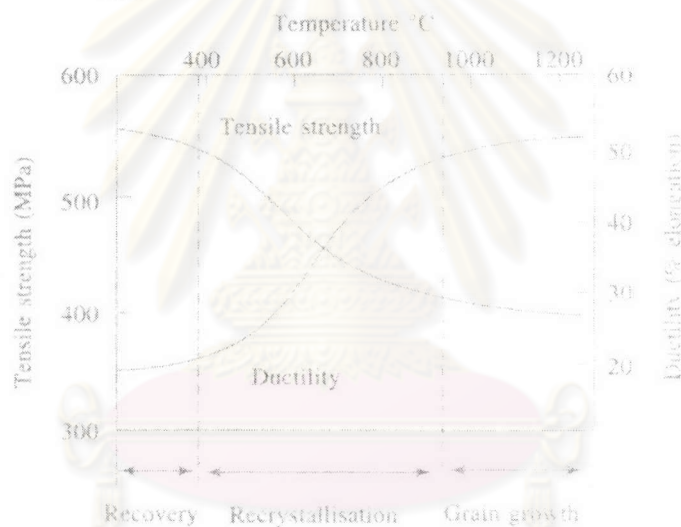
รูปที่ 4.6 แสดงภาพชิ้นงานที่ได้จากการ Pre-anneal แบบใหม่(ตาราง grid มีขนาด 55 ไมครอน)

ในการรีดนี้จะทำการรีดลดขนาดความหนาประมาณ 73% จากความหนาแรกเริ่ม ซึ่งในการรีดจะทำการรีดตามแนวขวางผสมกับการรีดตามแนวเดิม ดังรูปที่ 4.5 เพื่อประการแรกเป็นการป้องกันการเกิดเกรนในลักษณะเป็นแถบ(แถบเล็กสลับกับแถบใหญ่) ซึ่งเป็นลักษณะเกรนที่มีการกระจายไม่สม่ำเสมอ ประการที่สองเราต้องทำการปรับความเรียบของชิ้นงาน ซึ่งการที่ชิ้นงานโค้งงอจะมีผลต่อความคมชัดของภาพถ่าย เนื่องจากกล้องถ่ายภาพต้องการ จุดโฟกัสที่ได้จะไม่เป็นหนึ่งเดียวทั้งระนาบชิ้นงานที่ถ่ายภาพ ถ้าชิ้นงานโค้งงอภาพที่ออกมาก็จะเห็นขอบเกรนไม่ชัด

4.3 ขั้นตอนการอบเพื่อตกผลึกใหม่(Recrystallisation)

สิ่งที่ต้องการจากขั้นตอนนี้ คือ เกรนที่เล็กละเอียดกระจายตัวสม่ำเสมอตลอดทั่วทั้งชิ้นงาน เพื่อเป็นการเตรียมพร้อมเป็นบรรทัดฐานต่อไป ในขั้นตอน Grain Growth ทั้งของ Isothermal Annealing และ Cyclic Annealing

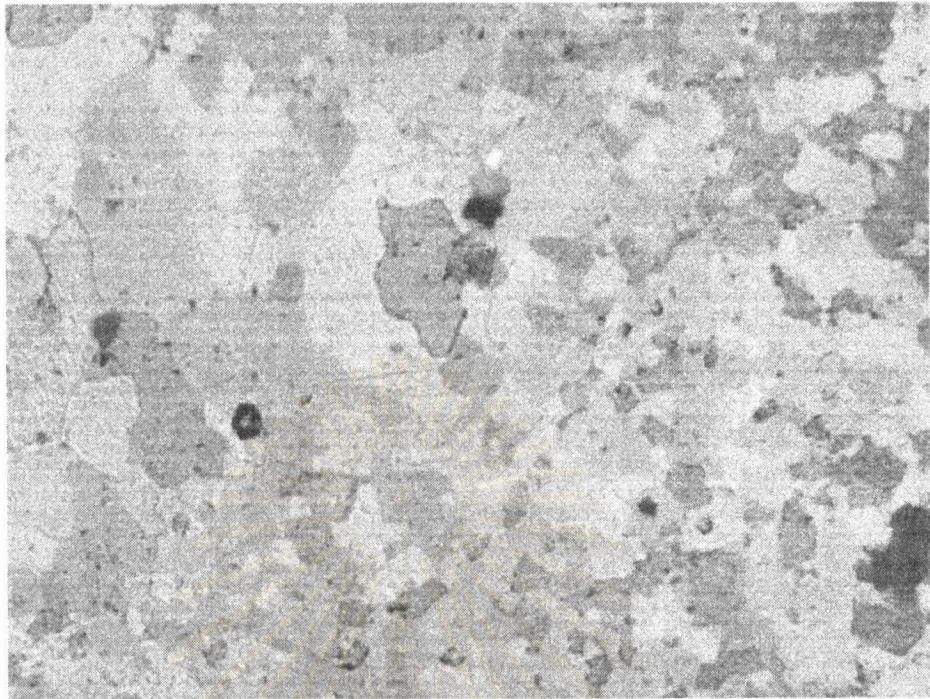
หลักการเบื้องต้นของการเกิดผลึกใหม่(Recrystallisation) คือ การสลาย Defect เพื่อให้ เกิดโครงสร้างผลึกใหม่แทนโครงสร้างผลึกเดิมที่มีอยู่โดยต้องอยู่ในเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ต้องสูง เพียงพอ ที่จะเกิดผลึกใหม่ ส่วนจะเกิดขึ้นได้โดยง่าย สม่าเสมอและพร้อมเพรียงหรือไม่นั้น ยังมีค มืองค์ประกอบหลายส่วน ในหลายๆประการเหล่านั้น คือ ต้องมีการแปรรูปเย็นที่มากและเพียงพอ โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการอบจะเป็นแรงผลักดันให้เกิดการสลายความไม่เป็นระเบียบที่มีอยู่ เพื่อให ้เกิดขบวนการ Nucleation ซึ่งในจุดนี้ยังต้องการอุณหภูมิความร้อนที่เหมาะสมด้วย ในการทดลอง นี้ได้พบจุดเหมาะสมในการ Recrystallisation ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 นาที ดังรูป ที่ 4.10 โดยก่อนหน้านี้ ได้ทำการทดลองที่อุณหภูมิเดียวกัน เป็นเวลา 3 นาที และ 3.5 นาที ดังรูป 4.9 การเกิดผลึกใหม่นี้ จะเป็นช่วงที่ทำให้ความแข็งของวัสดุ เปลี่ยนแปลงไปค่อนข้างมาก เนื่องจากสิ่งบกพร่องต่างๆอย่างดิสเคชั่น(Dislocation) ที่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของผลึกและตัว Dislocation ด้วยกันเอง ได้สูญสลายไปเกือบหมดสิ้น



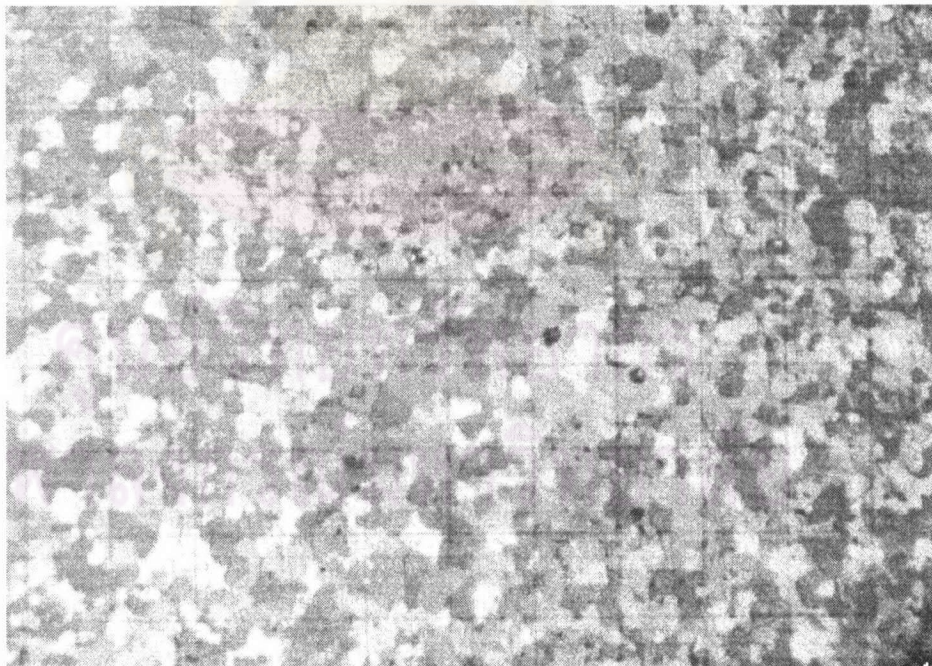
รูป 4.7 แสดงความสัมพันธ์ของอุณหภูมิในการทำการอบที่เกิดขึ้นในขบวนการต่างๆ ที่มีผลต่อความแข็งของตัววัสดุ



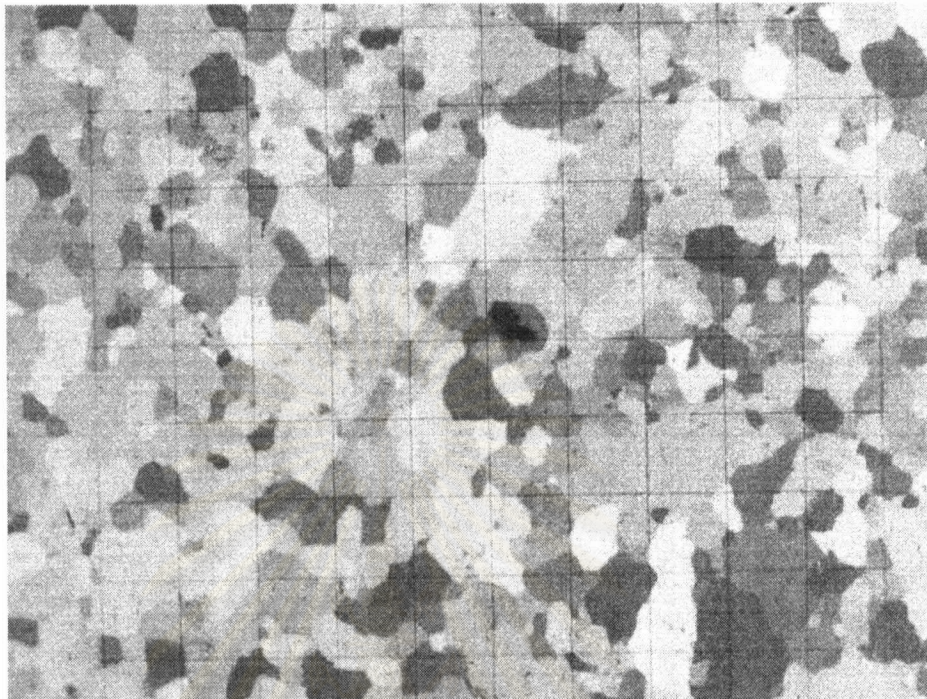
รูป 4.8 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงาน โดยผ่าน As receive+ Transverse rolled 73%+ Annealed 500C 3min (@ 50X (ภาพนี้ใช้เทคนิค Panorama ในการตัดต่อภาพ)



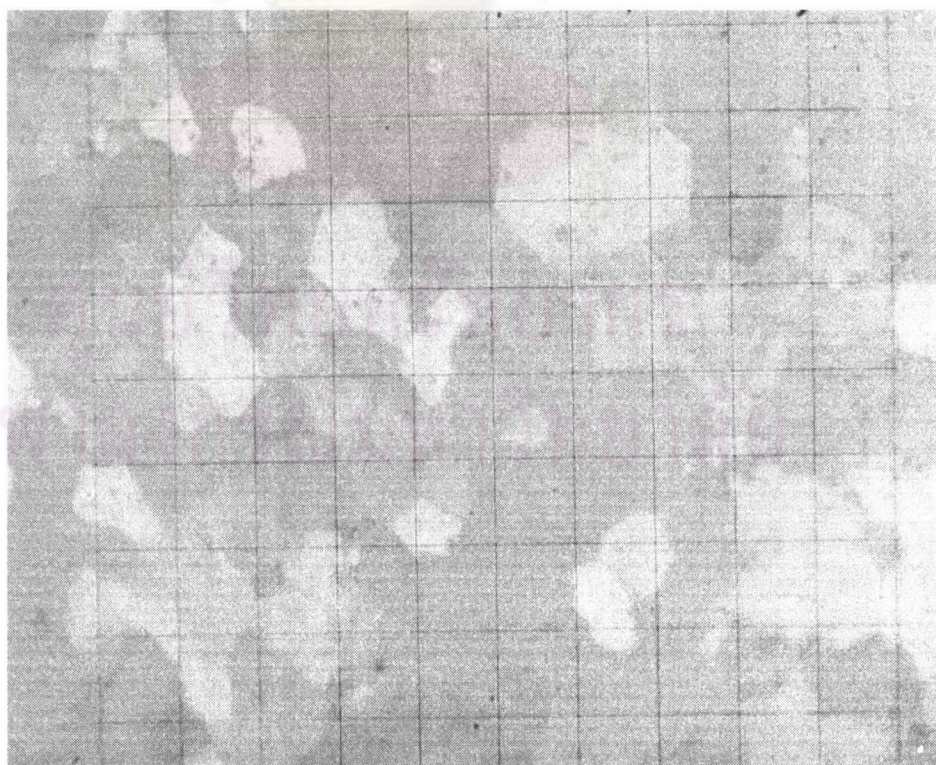
รูป 4.9 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงาน โดยผ่าน As receive+ Transverse rolled 73% + Annealed 500C 3.5min (@ 50X



รูป 4.10 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงาน โดยผ่าน As receive+ Transverse rolled 73% + Annealed 500C 4min (@ 50X (ภาพนี้ใช้เทคนิค Panorama ในการตัดต่อภาพ)



รูป 4.11 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงาน โดยผ่าน As receive+ Transverse rolled73% + Annealed 500C 4min @ 200X



รูป 4.12 แสดงลักษณะเนื้อชิ้นงาน โดยผ่าน As receive+ Transverse rolled73% + Annealed 500C 4min @ 400X

4.4 ขั้นตอนการอบอ่อนที่อุณหภูมิคงที่(Isothermal Annealing)

การอบในการวิจัยนี้นำมาใช้เพื่อก่อให้เกิดขบวนการ การโตขึ้นของเกรน(Grain Growth) โดยเป็นขั้นตอนที่ต่อเนื่องมาจากการRecrystallisation

การอบชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปเย็นมาและอบที่อุณหภูมิต่ำ จะยังผลให้เกิดการอบคืนสภาพ (Recovery) ซึ่งเป็นขบวนการที่ทำให้ช่องว่างระหว่างอะตอม(Vacancy) ต่างๆ และผลึกที่มีการแทรกแบบอินเตอร์สติเชียล(Interstitial) จะถูกเคลื่อนมาสู่ผิวหน้าชิ้นงานและถูกขจัดไป ในบางครั้งอาจจะเรียกว่า Stress Relief ซึ่งถ้ามองผ่านกล้องจุลทรรศน์แล้ว จะไม่เห็นการเปลี่ยนแปลงอันใด

แต่ในการอบที่ใช้ นี้ จะอบชิ้นงานที่มีโครงสร้างเป็นเกรนที่เล็กอยู่แล้ว ให้มีขนาดโตยิ่งขึ้น โดยอุณหภูมิที่ใช้ จะสูงกว่าอุณหภูมิที่ใช้ในขบวนการ Recovery

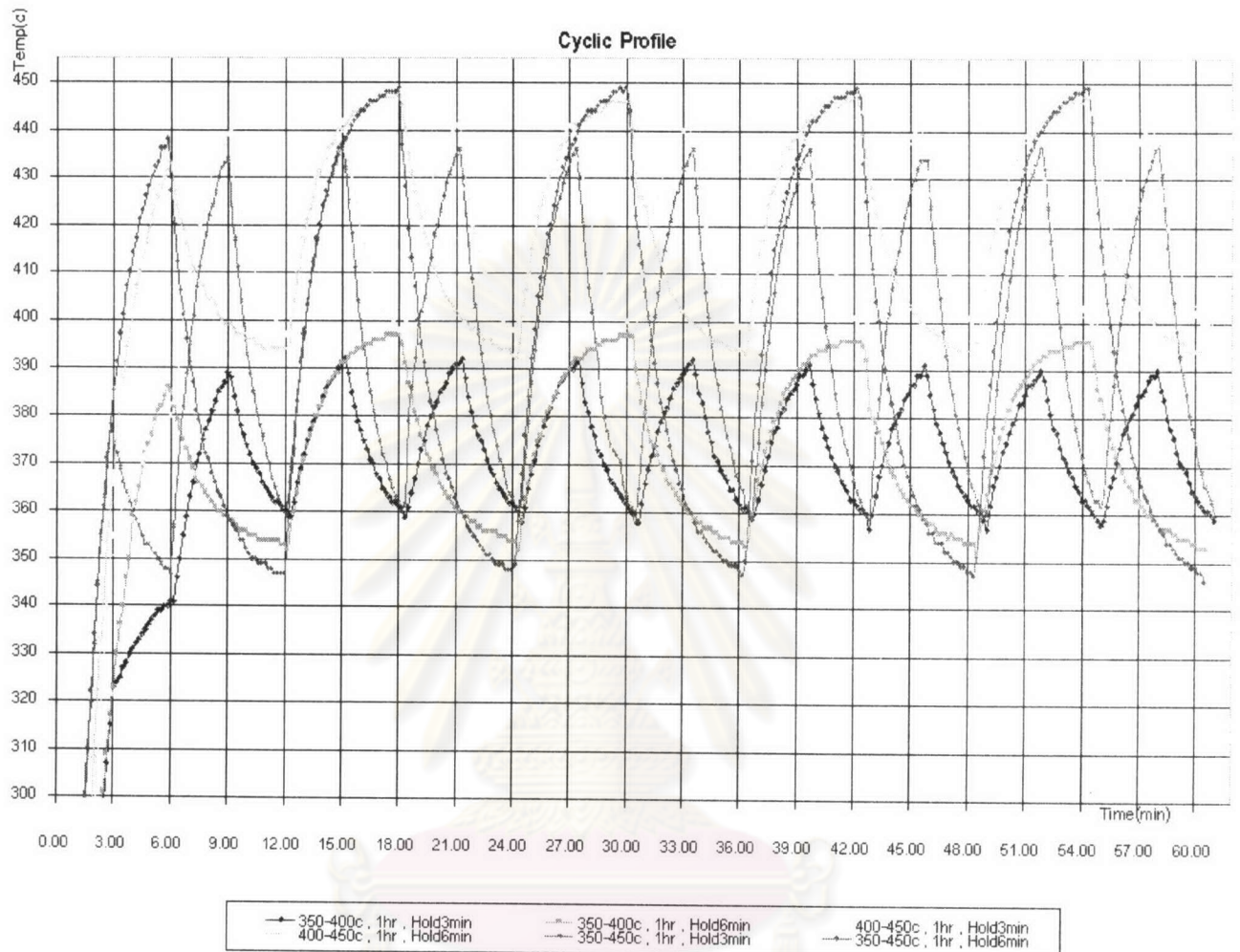
โดยในการวิเคราะห์จะนำชิ้นงานที่ผ่านการอบนี้ไปทำการเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านขบวนการ Cyclic annealing

4.5 ขั้นตอนการอบอ่อนแบบวัฏจักร(Cyclic Annealing)

การอบแบบวัฏจักร หรือ Cyclic annealing นี้เป็นขบวนการที่คิดค้นขึ้น โดยจุดมุ่งหวังว่าน่าจะมีปรากฏการณ์แปลกพิเศษเกิดขึ้นเมื่อเทียบกับการอบแบบ Isothermal Annealing โดยมีการปรับเปลี่ยนตัวแปรหลายตัวดังต่อไปนี้ Hold time , Temperature limit , Annealing total time เป็นต้น ดังรูปที่ 4.1 ส่วนทางด้าน Temperature Profile ที่ชิ้นงานได้รับ เมื่อทำการอบแบบวัฏจักรจะเป็นไปดังตัวอย่างเงื่อนไขในรูปที่ 4.1 โดยมีลักษณะพิเศษอย่างหนึ่ง คือ ในช่วงเริ่มวัฏจักรจะมีการชะลอของอุณหภูมิ เนื่องจากการเริ่มต้นที่อุณหภูมิห้องนั่นเอง

โดยในการวิเคราะห์จะนำชิ้นงานที่ผ่านการอบนี้ไปทำการเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านขบวนการอบอุณหภูมิคงที่ในเวลาการอบที่เท่ากัน

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูป 4.13 แสดงพฤติกรรมกราฟแกว่งตัวของอุณหภูมิ ขณะทำการอบแบบวัฏจักร

4.6 ขั้นตอนการเย็นตัวของชิ้นงาน

การเย็นตัวของชิ้นงานในงานวิจัยนี้ จะเป็นไปในลักษณะเย็นตัวแบบทันทีทันใดเมื่อออกจากเตา ซึ่งเป็นการเย็นตัวในน้ำที่อุณหภูมิห้อง ก็เพื่อเก็บลักษณะโครงสร้างของเกรนทันทีทันใดเมื่อสิ้นสุดกระบวนการอบนั้นๆ เพื่อไม่ให้มีผลของ Temperature Gradient ที่มาจากอัตราการเย็นตัวช้าที่อาจเกิดขึ้นไม่เท่ากัน โดยเฉพาะก่อนหน้านี้นี้ได้ทำการทดลองพบว่า การเย็นตัวที่ช้ากว่า จะมีผลทำให้ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยโตขึ้น ดังรูปที่ 4.14

Cyclic	Quench	
	Quench in Water(micron)	Quench in Air(micron)
Cyclic Annealing 30 min, Hold Time 3 min	19.48	19.82
Cyclic Annealing 30 min, Hold Time 4 min	19.67	23.20

รูป 4.14 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ยแตกต่างกันของชิ้นงาน ที่ผ่านการเย็นตัวในน้ำและอากาศ

4.7 ขั้นตอนการขัดดูโครงสร้าง

ขั้นตอนนี้ไม่ใช่การปรับความราบเรียบของผิวหน้าชิ้นงาน(ซึ่งต้องทำในขั้นตอนแปรรูปเย็น) แต่ขั้นตอนนี้ในการปรับผิวหน้าชิ้นงานให้เนียนเรียบ ลดการเป็นหลุมเป็นบ่อและรอยขีดข่วนทั้งหลายที่เกิดมาจากขั้นตอนต่างๆก่อนหน้า ซึ่งขั้นตอนนี้อาจจะไม่ต้องทำก็ได้ หากไม่มีความจำเป็นในการโชว์ผิวหน้าที่สวยงามเป็นพิเศษ โดยการข้ามขั้นตอนนี้ไปก็ยังสามารถเห็นขอบเกรนได้ชัดเจนเช่นเดิม แต่จะต่างกันตรงที่มีรอยขีดข่วนและหลุมบนผิวหน้าชิ้นงานบ้าง

การขัดดูโครงสร้างสำหรับอะลูมิเนียม โดยทั่วไปถ้าชิ้นงานไม่ได้มีผิวที่เรียบมันอยู่แล้ว (อย่างชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปเย็นมา) จะต้องเริ่มต้นด้วยกระดาษทรายประมาณเบอร์ 1500 (หรือเบอร์ที่ต่ำกว่านี้) แล้วตามด้วยขั้นตอนการขัดกำมะหยี่ ซึ่งมีสารขัดเป็นกากเพชรขนาด 1 ไมครอน ถ้าผิวชิ้นงานเรียบมันควรข้ามขั้นตอนกระดาษทรายไปได้เลย ดังโครงสร้างขั้นตอนในรูปที่ 4.15



รูป 4.15 แสดงลำดับขั้นตอนการขัดชิ้นงาน

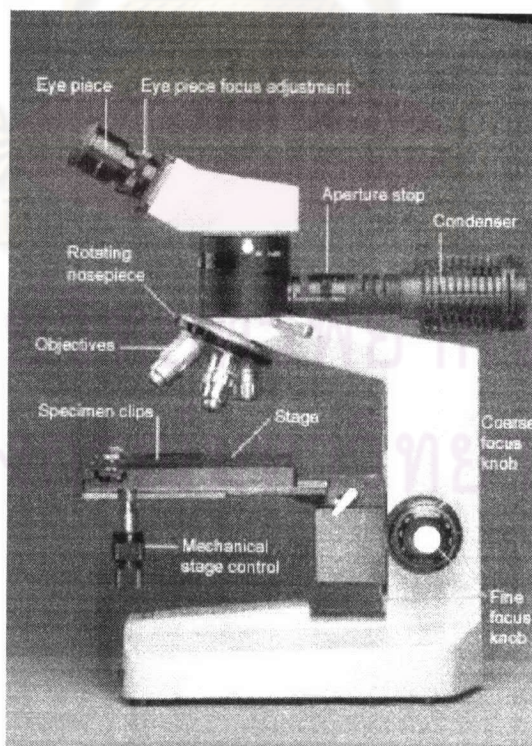
4.8 ขั้นตอนการกัดกรดดูโครงสร้าง(Etching)

การดูโครงสร้างจุลภาคมีสารเคมีและวิธีการให้เลือกหลายวิธี แต่ในหลายวิธีการเหล่านั้น ได้พบว่าวิธีการที่ดีมาก ๆ อันหนึ่งนั่นก็คือ Electro Polishing ซึ่งเป็นการใช้ในการดู Micro Structure โดยในครั้งแรกอาจจะดูเป็นวิธีการที่ยากกว่าวิธีการอื่นๆ แต่ถ้าเทียบคุณภาพที่ได้แล้วจะทราบว่า Electro Polishing ให้รายละเอียดของขอบเกรนได้ดีกว่า วิธีการจุ่มกัดกรดธรรมดาทั่วไป ความคมชัดของขอบเกรนมีสูง และยังช่วยสร้างเจดสีได้ดีด้วยเมื่อใช้ควบคู่กับกล้องที่ส่องแสง(Pola light) หรือมองดูในกำลังขยายสูงๆ(เช่น 400x)

สารเคมีที่ใช้ในการวิจัยนี้คือ HBF_4 ผสมน้ำบริสุทธิ์ ในอัตราส่วน 4-5 ml ต่อ 200 ml โดยจ่ายกระแสประมาณ $0.2 \text{ A} / \text{cm}^2$ โดยน้ำกรดผสมตัวนี้จะมีอายุการใช้งานได้นานพอสมควร ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับหลายๆปัจจัย เช่น ปริมาณชิ้นงาน ขนาดพื้นที่ผิว อัตราการถ่ายโอนประจุ เป็นต้น

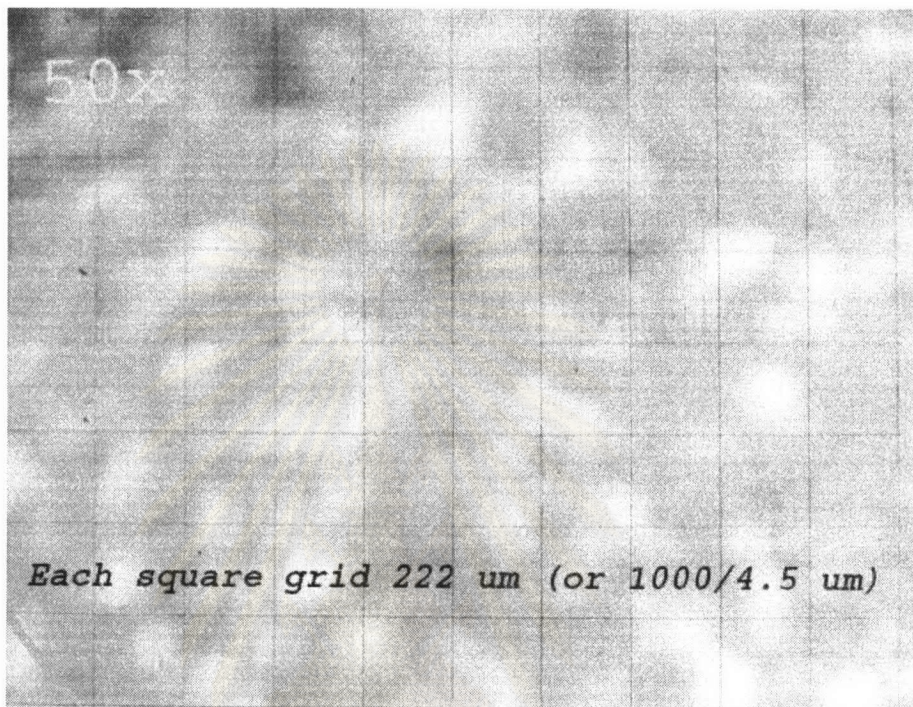
4.9 ขั้นตอนการดูภาพจากกล้องจุลทรรศน์

กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ในการถ่ายภาพนี้ จำเป็นต้องมีคุณลักษณะพิเศษคือต้องติดอุปกรณ์ที่เป็นชุดหักเหแสงที่เรียกว่า Polariser และ Analyzer เพื่อให้เห็นการจัดเรียงตัวของเกรน (Orientation) ในมุมต่างๆ ซึ่งจะเป็นผลดีทางด้านความคมชัด

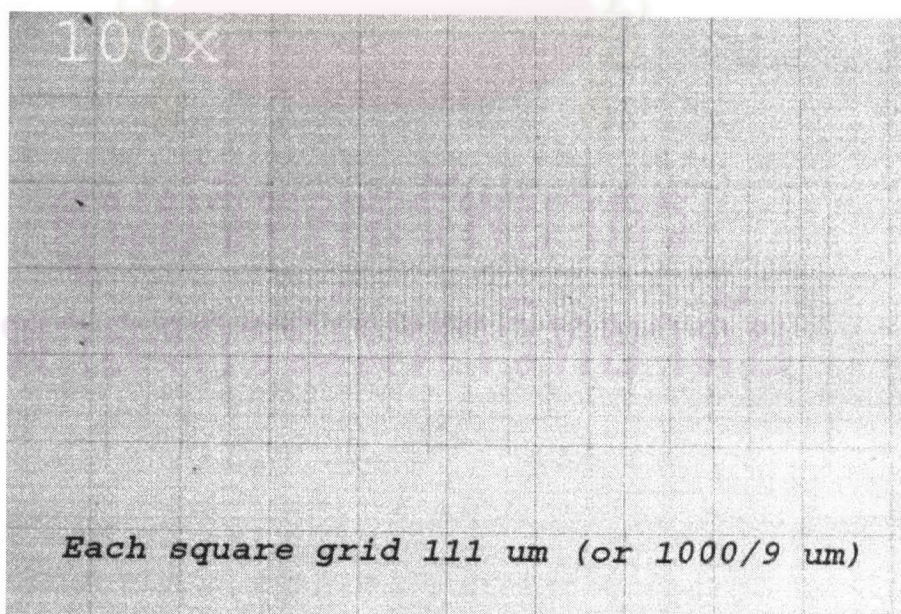


รูป 4.16 แสดงส่วนประกอบโดยรวมของกล้อง Optical Microscope

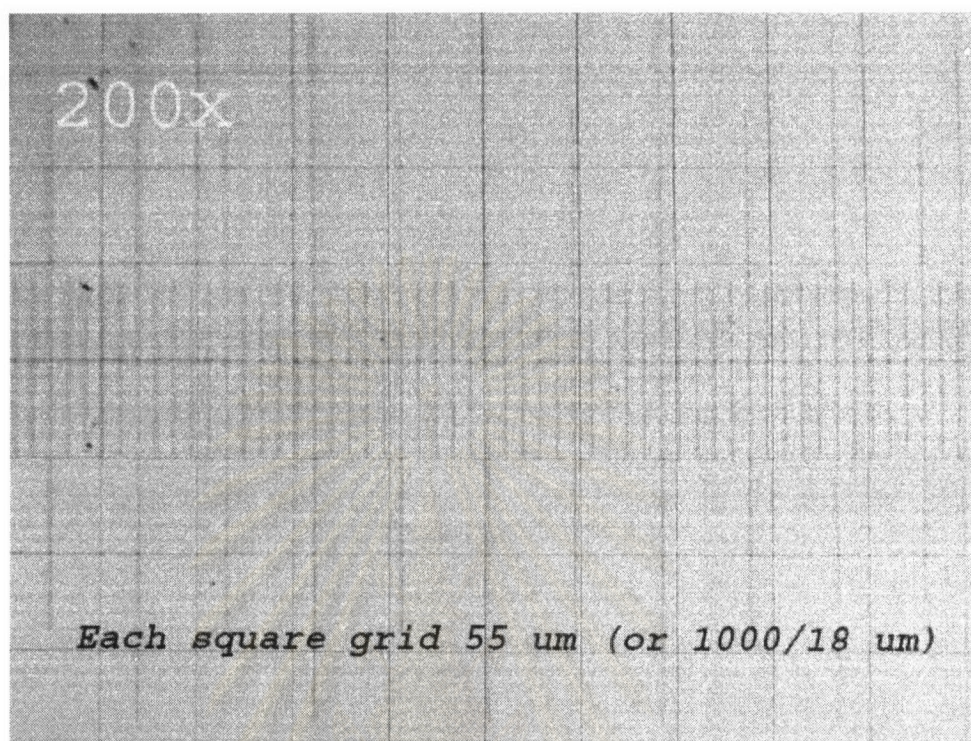
ในการบอกขนาด จะทำโดยการใช้เลนส์ที่มี Grid(ตารางสี่เหลี่ยมจัตุรัส) เป็นตัวบอกขนาด ควบคู่ไปกับกำลังขยาย ดังที่แสดงในรูปที่ 4.17 ถึง 4.20



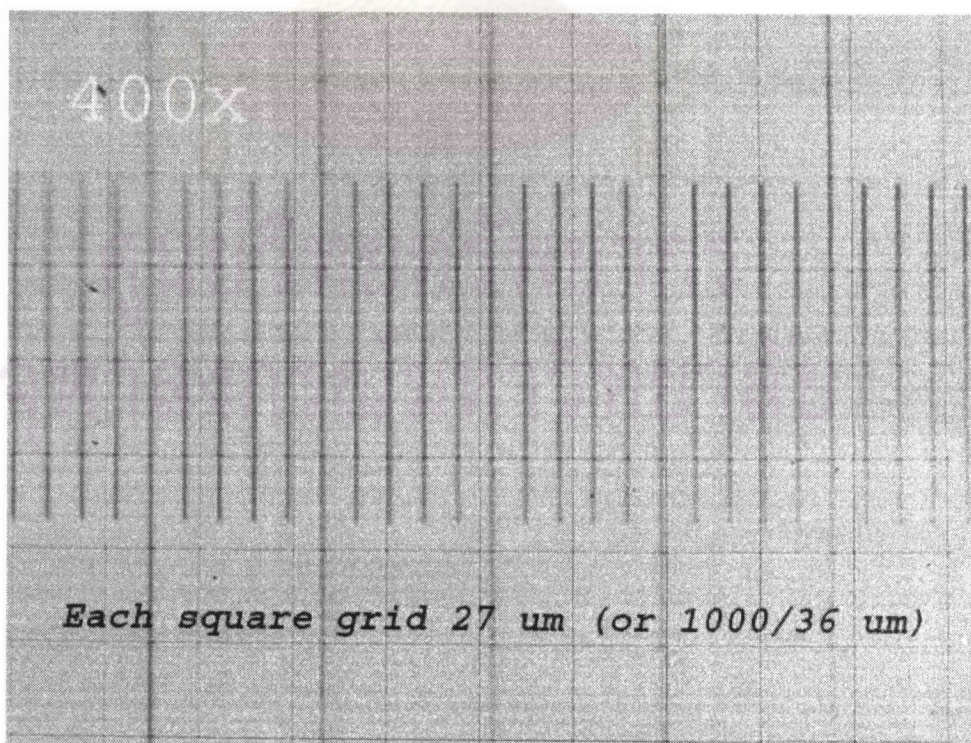
รูป 4.17 แสดงกำลังขยายของ Grid ต่อขนาด Scaleจริง @ 50X



รูป 4.18 แสดงกำลังขยายของ Grid ต่อขนาด Scaleจริง @ 100X



รูป 4.19 แสดงกำลังขยายของ Grid ต่อขนาด Scaleจริง @ 200X

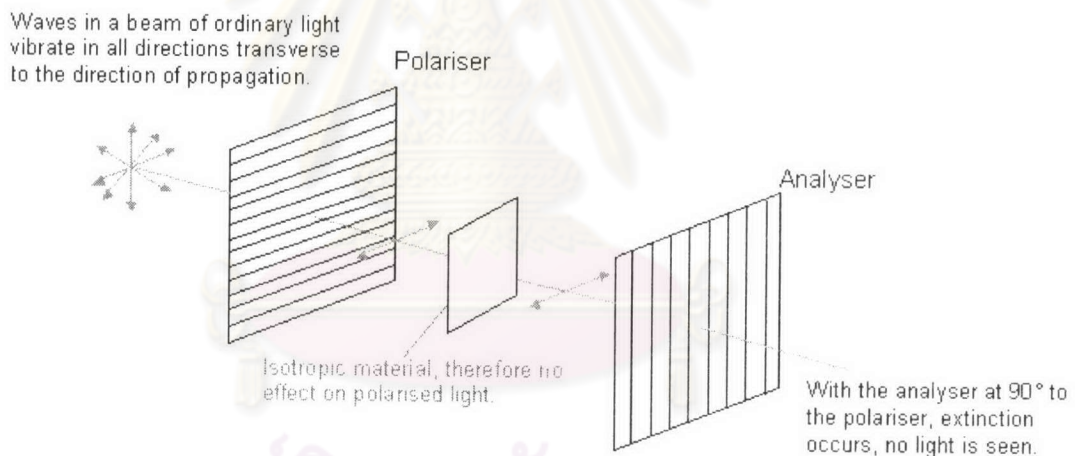


รูป 4.20 แสดงกำลังขยายของ Grid ต่อขนาด Scaleจริง @ 400X

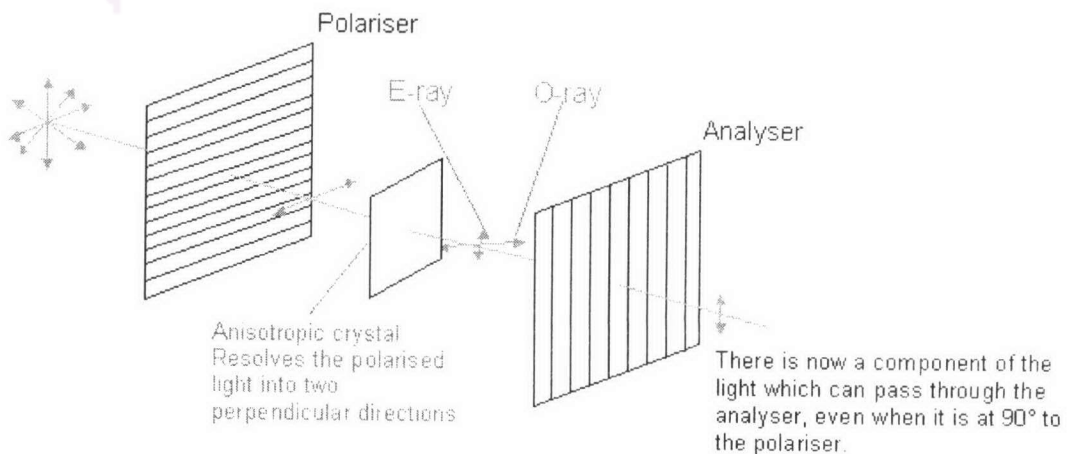
4.10 ขั้นตอนการถ่ายภาพจากกล้องจุลทรรศน์

ข้อแตกต่างระหว่างกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนพบว่า ถ้าไม่ต้องการกำลังขยายที่มากนัก ภาพที่ถ่ายออกมาจากกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาจะให้คุณภาพที่ดีกว่าจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนจะให้ภาพถ่ายชนิดขาว-ดำ แต่ภาพที่ถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาให้สีสันทันและเจดสีที่ดีกว่า และมีความสะดวกในการใช้งานมากกว่า ดังนั้นในวิทยานิพนธ์จึงใช้กล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาพร้อมติดตั้งกล้องดิจิทัลเพื่อการถ่ายภาพ

กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ต้องมีอุปกรณ์พิเศษ คือ ชุดกรองแสงที่เรียกว่า Polariser โดยมีหลักการจากคลื่นแสงที่แกว่งในทุกทิศทาง ซึ่งจะตั้งฉากกับทิศทางของการแพร่ของตัวมันเองด้วย เมื่อคลื่นแสงผ่าน Polariser จะก่อให้เกิดแสงที่มีการแกว่งเพียงทิศทางเดียว คือทิศทางที่ขนานกับระนาบของวัสดุที่ทำ Polariser เราเรียกแสงนี้ว่า "Polarised Light" ถ้าทำการ Polarisation อีกครั้งในทิศทาง 90 องศา กับทิศทางแรก เราเรียกว่า "Crossed Polars" โดยตัว Polariser อันที่ 2 นี้ เราจะเรียกว่า Analyser



รูป 4.22 แสดงการหักเหของแสงเมื่อผ่าน Polariser และ Analyser โดยชิ้นงานเป็น Isotropic Material ผลที่ได้คือ กรณีที่นำวัสดุ Isotropic หรือ Amorphous มากั้นกลางไว้ก่อนเข้า Analyser ผลที่ได้คือ ภาพที่ออกมาจะมี



รูป 4.21 แสดงการหักเหของแสงเมื่อผ่าน Polariser และ Analyser โดยชิ้นงานเป็น Anisotropic Material

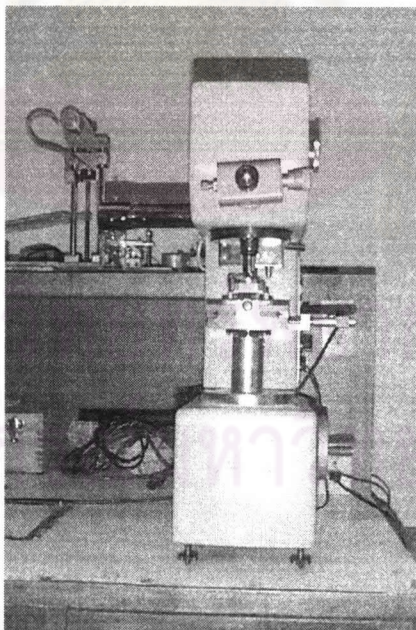
การกระเจิงแบ่งออกเป็น 2 ส่วนประกอบคือ Ordinary Ray(O-ray) และ Extraordinary Ray (E-ray) โดยคลื่นแสง 2 ตัวนี้ จะมีระนาบการแกว่งที่ตั้งฉากกัน เมื่อแสงเข้าไปใน Analyser จะเหลือแต่คลื่นแสงที่มีทิศทางขนานกับ Polarisation ของ Analyser เท่านั้น ส่วนอีกทิศทางหนึ่งจะถูกคัดออกไป โดยมีตัวอย่างของวัสดุ Anisotropic อย่าง Quartz มาก็นกลาง ผลคือการกระเจิงของคลื่นแสงดังรูป 4.22



รูป 4.22 แสดงการหักเหของแสงเมื่อผ่าน Polariser และ Analyser โดยชิ้นงานเป็นลิ้ม Quartz (Anisotropic)

4.11 ขั้นตอนการวัดความแข็ง

หลังจากนำชิ้นงานทำการเก็บข้อมูลออกจากชิ้นงานโดยภาพถ่ายแล้ว เราจะเก็บข้อมูลออกจากชิ้นงานโดยตรงด้วยวิธีการวัดความแข็ง เครื่องมือที่ใช้คือเครื่อง Hardness tester(ซึ่งได้ใช้เครื่อง HV – 5) น้ำหนักในการกดสูงสุดที่ 5 กิโลกรัม และใช้เวลากด 13 วินาที ทำการกดชิ้นงานละ 10 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ยและค่าการกระจายของข้อมูล

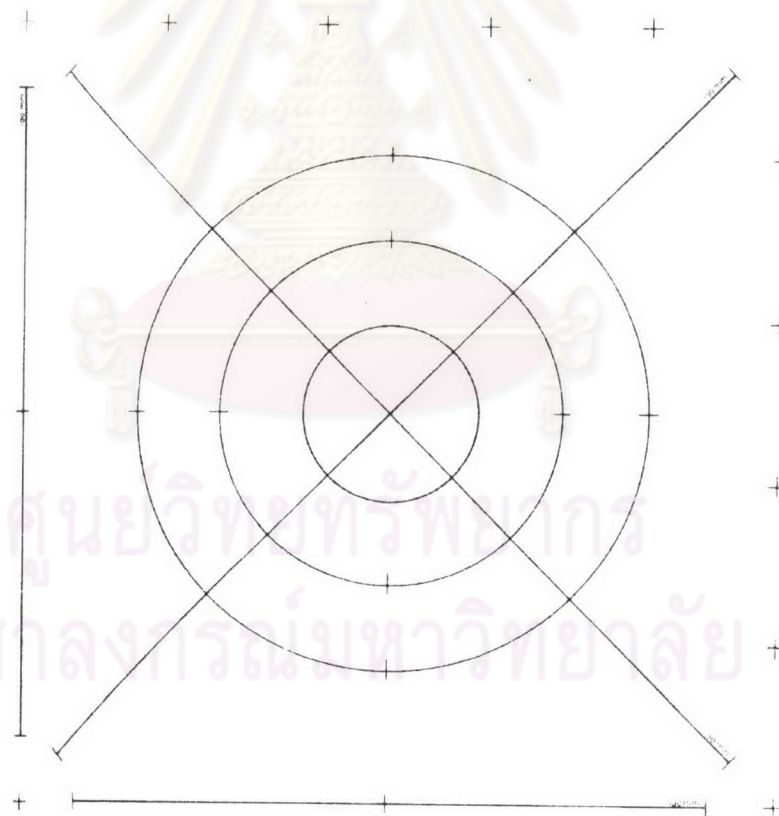


รูปที่ 4.23 เครื่อง HV – 5 สำหรับวัดความแข็งของชิ้นงาน

4.12 ขั้นตอนการนับขนาดเกรน

ไฟล์ภาพถ่ายที่ได้มานี้เราสามารถให้ข้อมูลออกมาได้หลายด้าน หนึ่งในนั้นคือการหาขนาดเกรนเฉลี่ย ซึ่งได้ใช้ตามมาตรฐาน ASTM STANDARD หมวด E112 ค.ศ.1995 โดยในมาตรฐานนี้ได้แบ่งกระบวนการนับออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ คือ Planimetric และ General Intercept โดยพบว่าแบบ General Intercept มีข้อดีกว่า คือ ป้องกันการเกิดข้อผิดพลาดจากการนับ และการมีอคติต่อแนวโน้มที่คาดหวังที่จะเกิดขึ้น

ใน General Intercept มีหลายกระบวนการด้วยกันให้เลือกใช้ ดังเช่นของ Heyn Lineal Intercept และ Circular Intercept และก็ได้พบอีกว่าแบบวงกลมดีกว่าแบบเส้นตรง คือ มีการชดเชยทางด้านรูปร่างเกรน และไม่มีการเสียคู่ไปกับส่วนหนึ่งส่วนใดของภาพที่นับ เป็นแบบที่ตัดการทำงานประจำวัน และไม่มีปัญหาเรื่องจุดจบของเส้นตรง ท้ายที่สุดจึงใช้วิธี Abrams Three-Circle



NOTE—If reproduced to make straight lines marked length:
Straight lines total: 500 mm

Circles are:	Circumference, mm,	Diameter, mm
	250.0	79.58
	166.7	53.05
	83.3	26.53
Total	500.0	

รูปที่ 4.24 Test Pattern for Intercept Counting

วิธีการของ Abrams Three-Circle จะใช้แพทเทิร์นดังรูปที่ 4.24 และใช้สมการการคำนวณ ดังข้างล่างต่อไปนี้

ส่วนการคำนวณหาขนาดเกรน:

$$\bar{N}_L = \frac{N_i}{L/M}$$

ASTM Grain Size Number $G = (6.643856 \log_{10} \bar{N}_L) - 3.288$

- ค่า N_i ได้แนะนำให้มีจุดตัดอยู่ในช่วง 40 ถึง 100 จุด ดังรูป 4.24

- ค่า Grain Size Number ,G สามารถแปลงเป็นค่าอื่นได้ดังในตาราง 4.2

ส่วนการคำนวณทางด้านสถิติ : เพื่อดูความเป็นไปได้ด้านความแม่นยำ

Average value of n determination $\bar{\ell} = \frac{1}{\bar{N}_L}$

Mean of X_i $\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n}$

Standard deviation $s = \left[\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1} \right]^{1/2}$

95% Confidence Interval $95\%CI = \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$

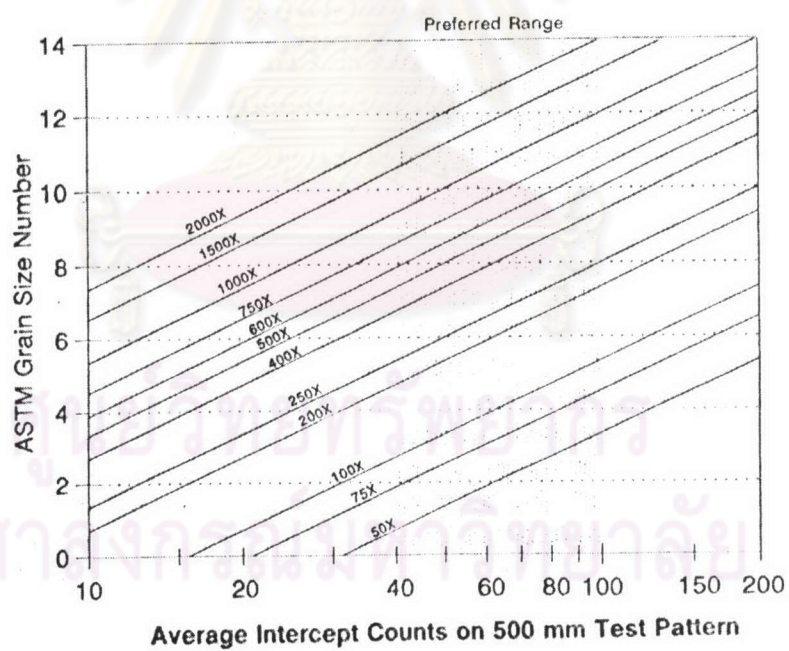
Relative accuracy $\%RA = \frac{95\%CI}{\bar{X}} \cdot 100$

ค่า 95% Confidence Internal Multipliers, t ต้องไปนำมาจากตาราง 4.1

ตัวแปรต่างๆ	N_i	= the number of intercepts
	M	= the magnification
	L	= the total test line length (500 mm)
	$\bar{\ell}$	= the average value of n determination
	X_i	= an individual value
	\bar{X}	= the mean of X_i
	n	= the number of measurements
	s	= standard deviation
	t	= 95% Confidence Internal Multipliers

No. of Fields, n	t	No. of Fields, n	t
5	2.776	13	2.179
6	2.571	14	2.160
7	2.447	15	2.145
8	2.365	16	2.131
9	2.306	17	2.120
10	2.262	18	2.110
11	2.228	19	2.101
12	2.201	20	2.093

ตารางที่ 4.1 95% Confidence Internal Multipliers, t



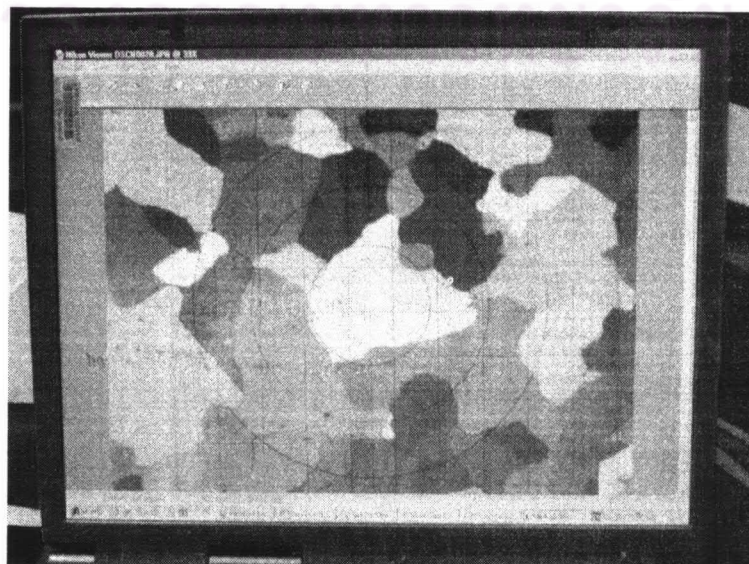
รูปที่ 4.25 95% Confidence Internal Multipliers, t

TABLE 4 Grain Size Relationships Computed for Uniform, Randomly Oriented, Equiaxed Grains

Grain Size No. G	N_A Grains/Unit Area		\bar{A} Average Grain Area		\bar{d} Average Diameter		\bar{z} Mean Intercept		N_V No./mm
	No./in. ² at 100X	No./mm ² at 1X	mm ²	μm ²	mm	μm	mm	μm	
00	0.25	3.88	0.2581	258064	0.5080	508.0	0.4525	452.5	2.21
0	0.50	7.75	0.1290	129032	0.3592	359.2	0.3200	320.0	3.12
0.5	0.71	10.96	0.0912	91239	0.3021	302.1	0.2691	269.1	3.72
1.0	1.00	15.50	0.0645	64516	0.2540	254.0	0.2263	226.3	4.42
1.5	1.41	21.92	0.0456	45620	0.2136	213.6	0.1903	190.3	5.26
2.0	2.00	31.00	0.0323	32258	0.1796	179.6	0.1600	160.0	6.25
2.5	2.83	43.84	0.0228	22810	0.1510	151.0	0.1345	134.5	7.43
3.0	4.00	62.00	0.0161	16129	0.1270	127.0	0.1131	113.1	8.84
3.5	5.66	87.68	0.0114	11405	0.1068	106.8	0.0951	95.1	10.51
4.0	8.00	124.00	0.00806	8065	0.0898	89.8	0.0800	80.0	12.50
4.5	11.31	175.36	0.00570	5703	0.0755	75.5	0.0673	67.3	14.87
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032	0.0635	63.5	0.0566	56.6	17.68
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851	0.0534	53.4	0.0476	47.6	21.02
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016	0.0449	44.9	0.0400	40.0	25.00
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426	0.0378	37.8	0.0336	33.6	29.73
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008	0.0318	31.8	0.0283	28.3	35.36
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713	0.0267	26.7	0.0238	23.8	42.04
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504	0.0225	22.5	0.0200	20.0	50.00
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356	0.0189	18.9	0.0168	16.8	59.46
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252	0.0159	15.9	0.0141	14.1	70.71
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178	0.0133	13.3	0.0119	11.9	84.09
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126	0.0112	11.2	0.0100	10.0	100.0
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1	0.0094	9.4	0.0084	8.4	118.9
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0	0.0079	7.9	0.0071	7.1	141.4
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6	0.0067	6.7	0.0060	5.9	168.2
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5	0.0056	5.6	0.0050	5.0	200.0
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3	0.0047	4.7	0.0042	4.2	237.8
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8	0.0040	4.0	0.0035	3.5	282.8
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1	0.0033	3.3	0.0030	3.0	336.4
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9	0.0028	2.8	0.0025	2.5	400.0

ตาราง 4.2 แสดงความสัมพันธ์ของ Grain Size Number กับค่าอื่นๆ

การนับขนาดเกรนจะทำการนับบนหน้าจอกอมพิวเตอร์โดยตรงโดยไม่ได้อัดมาเป็นภาพ ซึ่งมีข้อดีคือ ลดค่าใช้จ่ายในการทดลอง สามารถปรับขนาดให้มีขนาดใหญ่ตามสะดวกในการนับ สามารถตกแต่งรูปได้ให้ความคมชัดมากขึ้นได้ถ้าจำเป็น เป็นต้น แต่ทั้งนี้ต้องทำการขยายสเกลวงกลมของมาตรฐาน ASTM ให้เป็นไปตามอัตราขยายของภาพบนจอจริงๆด้วย สุดท้ายได้คำนวณตัวอย่างจากการทดลองจริงของชิ้นงานที่ทำการอบ Recrystallisation ที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 นาที ดังรูป 4.27



รูปที่ 4.26 แสดงการประยุกต์ใช้ แผ่นฟิล์มนับจุดตัดของของเกรนกับเส้นรอบวง บนหน้าจอกอมพิวเตอร์

Teacher

Anneal = 500 c

Time = 4 min

TranRoll73%reduce, 500c 04min @ 400x

No.	จำนวนจุดตัดที่นับได้ น	NL	X bar	(Xi-Xbar)^2
1	58	42.22	63.7	461.22
2	64	46.59	63.7	292.68
3	54	39.31	63.7	594.77
4	57	41.50	63.7	493.02
5	56	40.77	63.7	525.88
6	56	40.77	63.7	525.88
7	48	34.94	63.7	826.91
8	60	43.68	63.7	400.80
9	58	42.22	63.7	461.22
10	58	42.22	63.7	461.22
11	75	54.60	63.7	82.81
12	61	44.41	63.7	372.18
13	56	40.77	63.7	525.88
14	53	38.58	63.7	630.81
15	61	44.41	63.7	372.18
		637	63.7	5043.59

circumference	L = 500 mm
Nominal magnification	M = 400 x
Real magnification for calculation	M = 364 x
Standard Diviation	SD = 18.98 -
95% confidence interval	95% CI = 10.51 -
Percent relative accuracy	% RA = 16.50 -
Grain size number	G = 8.70 -
Average grain size diameter	\bar{D} bar = 30.09 um

รูปที่ 4.27 แสดงตัวอย่างการคำนวณ ของชิ้นงานที่ผ่านการอบ Recrystallisation ที่ 500C 4min @ 400X

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย