บทที่ 3

ระเบียบวิธีวิจัย

3.1 เครื่องมือที่ใช้สำหรับทำงานวิจัย

ในการศึกษางานวิจัยนี้จำเป็นต้องใช้เครื่องมือต่างๆ ช่วยในการวิเคราะห์ตรวจดูโครงสร้างและสารประกอบต่างๆ ที่เกิดขึ้นภายในชิ้นงานทดสอบ ซึ่งเครื่องมือที่มีความจำเป็นได้แก่

- **อุปกรณ์** และสารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมผิวชิ้นงานเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค ได้แก่

1. กระดาษทรายเบอร์ 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2500 และ 4000
2. ผงขัดเพชรขนาด 3 และ 1 ไมโครเมตร, ผ้าขัดสักหลาด
3. สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาดูสารประกอบ คือ Keller's reagent
4. สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาขนาดของเกรน คือ Barker's reagent

- **กล้องจุลทรรศน์แสง** (OM) ใช้ศึกษาโครงสร้างและการกระจายตัวของสารประกอบโดยรวมของชิ้นงาน

- **กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด** (SEM) ใช้ศึกษาลักษณะของสารประกอบต่างๆ รวมทั้งโครงสร้างขนาดเล็ก และยูเทคติคเฟส

- EDX (Energy dispersive X-Ray) ใช้ตรวจชนิดของธาตุจากสารประกอบที่เราศึกษา

- XRD (X-Ray Diffraction) ใช้ตรวจว่าเกิดสารประกอบใดบ้างในชิ้นงาน หรือมีสารประกอบใดหายไป

3.2 ระเบียบวิธีการวิจัย

3.2.1 ศึกษาหาข้อมูลเกี่ยวกับผลกระทบจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณแมกนีเซียมและทองแดงในโลหะอะลูมิเนียมผสม และศึกษาความเป็นมาของการหล่อโดยประยุกต์ใช้การกวนของสนามแม่เหล็กไฟฟ้า

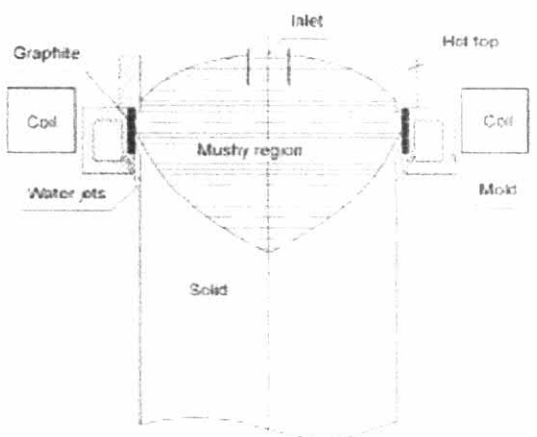
3.2.2 นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการหล่อแบบ LFEC มาทำการเตรียมเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค ซึ่งชิ้นงานที่ได้รับมีส่วนผสมดังแสดงในตารางที่ 3.1 และสภาวะการหล่อแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมของชิ้นงาน As cast ที่ผ่านกระบวนการหล่อแบบ LFEC (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก).

Sample	Lot No.	%Zn	%Mg	%Cu	%Zr	%Fe	%Si
1	88	10	2.5	2.3	0.14	0.05	0.05
2	95	10	2.5	1.5	0.14	0.05	0.05
3	151	10	2.5	1.0	0.14	0.05	0.05
4	107	10	1.5	2.3	0.14	0.05	0.05
5	114	10	1.0	2.3	0.14	0.05	0.05

ตารางที่ 3.2 แสดงสภาวะที่ใช้ในการหล่อโดยประยุกต์ใช้การกวนของสนามแม่เหล็กไฟฟ้า

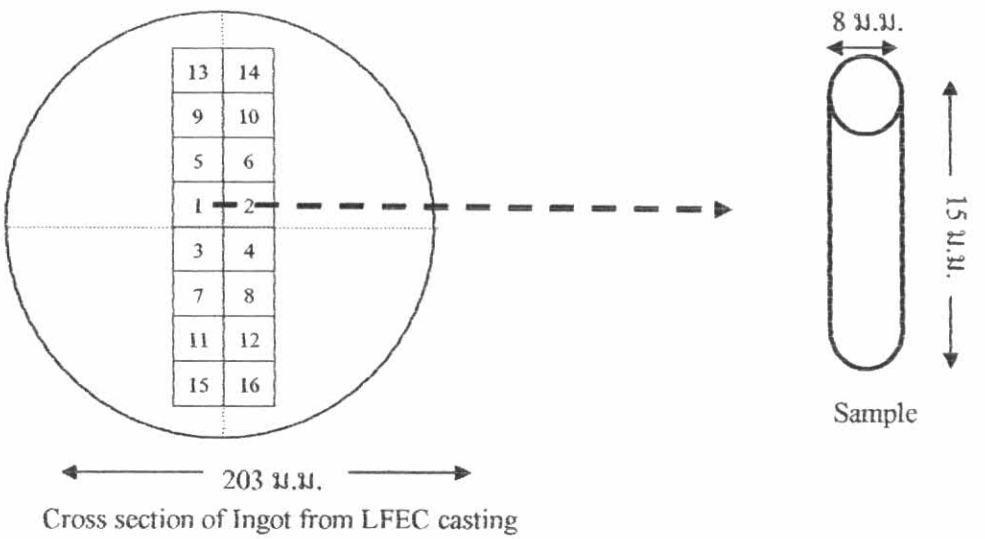
Casting Temp. (°C)	Casting speed (mm/min)	Magnetic field (turns)	Frequency (Hz)	Current intensity (A)
730	80	80	25	150



ภาพที่ 3.1 แผนภาพแสดงกระบวนการหล่อแบบ Direct Chill โดยประยุกต์ใช้การกวนของสนามแม่เหล็กไฟฟ้า

จากภาพที่ 3.1 แสดงกระบวนการหล่อแบบ Direct Chill โดยประยุกต์ใช้การกวนของสนามแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอุณหภูมิในการหลอม 730°C, ความเร็วในการหล่อ 80 ม.ม./นาที จากนั้นปล่อยกระแสไฟฟ้า 150 แอมแปร์วิ่งรอบแบบหล่อ ทำให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้น และเกิดแรงแม่เหล็ก ทำให้เกิดการสั่นของน้ำโลหะ และระหว่างการหล่อจะควบคุมความถี่ที่ 25 Hz ตำแหน่งการหล่อแสดงดังภาพที่ 3.2 ซึ่งแท่งโลหะนี้มีเส้นผ่านศูนย์ 203 ม.ม. และชิ้นงานที่นำมาใช้ในการ

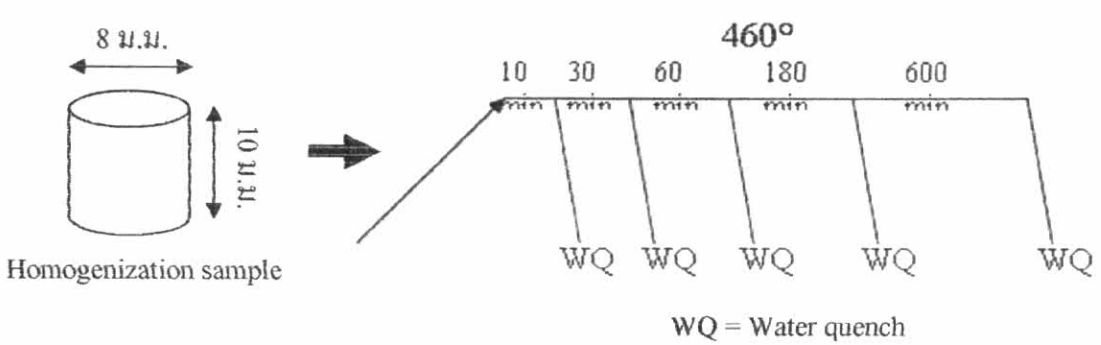
ทดลองจะใช้ตรงตำแหน่งที่ 1 และ 3 ซึ่งเป็นตำแหน่งที่มีความสม่ำเสมอของส่วนผสมมากที่สุด จากนั้นนำชิ้นงานไปทำการเตรียมศึกษาโครงสร้างจุลภาคในสภาพหล่อต่อไป



ภาพที่ 3.2 แสดงตำแหน่งของชิ้นงานในสภาพหล่อ

3.2.3 การอบให้เป็นเนื้อเดียว (Homogenization)

นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการหล่อมาทำการอบให้เป็นเนื้อเดียวทั้ง 5 ส่วนผสม โดยทำการตัดให้เป็นทรงกระบอกสูง 1 ซ.ม. และเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 ม.ม. จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการอบโดยทำการอบที่อุณหภูมิ 460°C เป็นเวลา 10, 30, 60, 180 และ 600 นาที ตามภาพที่ 3.3 จากนั้นนำไปทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคต่อไป



ภาพที่ 3.3 แสดงรูปชิ้นงานที่นำไปทำการอบให้เป็นเนื้อเดียวและแผนผังกระบวนการอบให้เป็นเนื้อเดียวที่เวลาต่างๆ กัน

3.2.4 การศึกษาโครงสร้างจุลภาค

3.2.4.1 การเตรียมชิ้นงานเพื่อตรวจดูโครงสร้างจุลภาคประกอบด้วยขั้นตอน ดังนี้

1. นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการหล่อแบบ LFEC และชิ้นงานที่ผ่านการอบให้เป็นเนื้อเดียว ไปทำการตัดเพื่อเตรียมศึกษาโครงสร้างจุลภาค

2. ทำการหล่อแบบยึดชิ้นงาน (Mounting) ด้วยวิธีการแบบร้อน (Hot mounting) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นาน 20 นาที ภายใต้ความดันสุญญากาศ 21 MPa และขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางแบบยึดชิ้นงาน 20 มิลลิเมตร

3. ปรับระนาบด้วยกระดาษทราย เบอร์ 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2500, 4000 ตามลำดับ

4. จากนั้นนำไปขัดผิวด้วยผงเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ

5. จากนั้นนำไปกัดผิวด้วย Keller's reagent [16] (water: 95 ml + HCl: 1.5 ml + HNO_3: 2.5 ml + HF: 1 ml) ซึ่งเจือจางความเข้มข้นลง 3 เท่าด้วยน้ำกลั่น (เวลาในการกัดผิว 3 วินาที) หลังจากนั้นนำไปส่องดูโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง

3.2.4.2 การเตรียมชิ้นงานเพื่อตรวจสอบขนาดของเกรนในโครงสร้างจุลภาค

ทำการเตรียมชิ้นงานเช่นเดียวกันกับหัวข้อ 3.2.4.1 แต่เนื่องจากการใช้สารเคมีในข้อ 5 สำหรับกัดผิวหน้าเพื่อดูโครงสร้างจุลภาคนั้นสามารถทำให้เห็นโครงสร้างยูเทคติคได้ แต่ในบางบริเวณไม่สามารถทำให้ขอบเกรนปรากฏได้ชัดเจน ทำให้ยากต่อการคำนวณขนาดเกรนจึงจำเป็นต้องเปลี่ยนมาใช้สารเคมีชนิดใหม่นั่นก็คือ กรดฟลูออบอริก (HBF_4) [16] ซึ่งได้จากการผสมสารเคมีดังนี้คือ กรดบอริก (H_3BO_3) กับกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ในอัตราส่วน 1 ต่อ 4 โมล ตามลำดับ ซึ่งจะได้ผลลัพธ์เป็นกรดฟลูออบอริก ซึ่งปฏิกิริยาเป็นดังนี้

$$H_3BO_3 + 4HF \longrightarrow HBF_4 + 3H_2O \qquad (3.1)$$

จากนั้น นำกรดฟลูออบอริก (HBF_4) ที่ได้ไปเจือจางด้วยน้ำกลั่น ในอัตราส่วน 17 : 1,000 มิลลิลิตรตามลำดับ (HBF_4 17 มิลลิลิตร ต่อ น้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร) แล้วจึงนำมากัดผิวหน้าชิ้นงานเป็นเวลา 3 นาที ล้างด้วยน้ำและเป่าให้แห้ง จากนั้นนำไปศึกษาหาขนาดเกรนต่อไป

3.2.4.3 การศึกษาและวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

3.2.4.3.1 กล้องจุลทรรศน์แสง (Optical Microscope)

ตรวจดูโครงสร้างโดยรวมที่กำลังขยาย 50, 100, 200, 500, 1,000 เท่า

3.2.4.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope, SEM)

ใช้ศึกษาโครงสร้างยูเทคติคที่กำลังขยายสูงกว่า 1,000 เท่า

3.2.4.3.3 การวิเคราะห์หาขนาดสัดส่วนความหนาแน่นของพื้นที่โครงสร้างที่เป็นยูเทคติคต่อพื้นที่โครงสร้างพื้นฐาน จากผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

1) นำภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดกำลังขยาย 1000 เท่า ที่ใช้ตรวจสอบชิ้นงานที่ผ่านการกัดด้วย Keller's reagent มาตรวจสอบหาสัดส่วนพื้นที่โครงสร้างยูเทคติคต่อโครงสร้างพื้นฐานด้วยวิธี Quantitative Analysis แบบ Point Counting ในบริเวณต่างๆ กันประมาณ 120 ภาพ

2) กำหนดจุดตรวจสอบบนภาพ แล้วสร้างจุดสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 4 × 4 ตารางเซนติเมตร จำนวน 9 รูปต่อเนื่องและระบุจุดย่อยลงบนภาพภายในพื้นที่สี่เหลี่ยม

3) คำนวณสัดส่วนความหนาแน่นของพื้นที่โครงสร้างยูเทคติคกับพื้นที่โครงสร้างพื้นฐานโดยนับจำนวนจุดที่ปรากฏในแต่ละพื้นที่ของโครงสร้างยูเทคติคเปรียบเทียบสัดส่วนกับจุดที่ปรากฏในแต่ละพื้นที่ของโครงสร้างพื้นฐาน

3.2.4.3.4 การตรวจวัดขนาดของเกรน ซึ่งในปัจจุบันแบ่งเป็น 2 วิธีหลักๆ [17] คือ การวัดจำนวนเกรนบนเส้นตรง และการวัดจำนวนเกรนต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ แต่อย่างไรก็ตามการวัดขนาดเกรนของทั้ง 2 วิธีก็ยังต้องอาศัยสมมุติฐานที่ว่า รูปร่างของเกรนมีลักษณะกลม หรือเรียกว่า เกรนด้านเท่า (Equiaxed Grain) ซึ่งอธิบายได้ดังนี้

1) การวัดจำนวนเกรนบนเส้นตรง เริ่มโดยการถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคที่ทราบกำลังขยายจริง จากนั้น ลากเส้นตรงอย่างสุ่ม 1 เส้นลงบนภาพ และนับจำนวนเกรนที่เส้นตรงนั้นตัดผ่าน เราสามารถคำนวณหาค่าจำนวนเกรนต่อหนึ่งหน่วยความยาวของเส้นทดสอบ (N_L) จาก

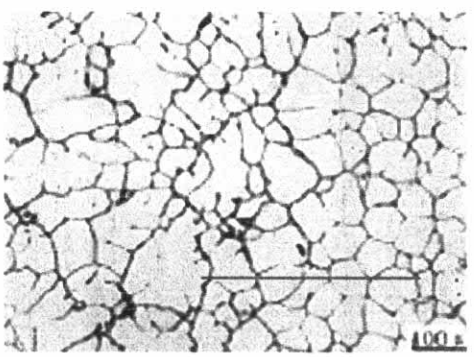
$$N_L = \frac{\text{จำนวนเกรนบนเส้นทดสอบ}}{\text{ความยาวจริงของเส้น}} \qquad (3.2)$$

โดยที่ความยาวจริงของเส้นทดสอบจะคำนวณได้จากความยาวของเส้นทดสอบที่ลากบนภาพถ่ายโครงสร้างนั้น หารด้วยกำลังขยายจริงของภาพนั้น

ด้วยสมมุติฐานทางเรขาคณิตที่ว่าเกรนทุกเกรนมีขนาดเท่ากันและใกล้เคียง ทรงกลมมากที่สุด เราสามารถคำนวณหาขนาดเฉลี่ยของเกรน (เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหรือ D) ได้จาก

$$D = \frac{3}{2N_L} \qquad (3.3)$$

<u>ตัวอย่าง</u> เช่น ลากเส้นผ่านโครงสร้างจุลภาคที่ถ่ายด้วยกำลังขยาย 100 เท่า ซึ่งนับเกรนที่เส้นตรงลากผ่านได้ 6 เกรน โดยที่ความยาวเส้นตรงนี้วัดได้ 2.9 ม.ม.



ภาพที่ 3.4 แสดงภาพที่ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ขนาดเกรน

ดังนั้น จะได้ จำนวนเกรนต่อหนึ่งหน่วยความยาวของเส้นทดสอบ (N_L)

$$N_L = \frac{6}{(2.9 / 100)}$$

$$= 206$$

ดังนั้น ขนาดเฉลี่ยของเกรน (เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหรือ D) จะได้

$$D = \frac{3}{2(206)}$$

$$= 0.007 \quad \text{มม.} \quad \text{.....ตอบ}$$

2) การนับจำนวนเกรนต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ ทำโดยการกำหนดพื้นที่ที่จะใช้ทดสอบบนภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค จากนั้นนับเกรนทั้งหมดที่อยู่ภายในพื้นที่ทดสอบ และคำนวณหาเกรนต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ (N_A) จากสูตร

$$N_A = \frac{\text{จำนวนเกรนทั้งหมดภายในพื้นที่ทดสอบ}}{\text{ขนาดจริงของพื้นที่ทดสอบ}} \quad (3.4)$$

โดยที่ขนาดจริงของพื้นที่ทดสอบเท่ากับผลคูณของความกว้างจริงกับความยาวจริง ซึ่งระยะทั้งสองจะคำนวณจากระยะบนภาพถ่ายหารด้วยกำลังขยายจริงของภาพนั้น

ด้วยสมมุติฐานทางเรขาคณิตที่ว่าเกรนทุกเกรนมีขนาดเท่ากันและใกล้เคียง ทรงกลมมากที่สุด เราสามารถคำนวณหาขนาดเฉลี่ยของเกรน (เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหรือ D) ได้จาก

$$D = \left(\frac{6}{\pi N_A}\right)^{1/2} \quad (3.5)$$

นอกจากนี้ยังมีการวัดขนาดเกรนอีกวิธีที่นิยม คือ การวัดตามมาตรฐานของ ASTM [18] โดยกำหนดให้ n เป็นตัวเลขแทนขนาดของเกรนตามมาตรฐาน ASTM ซึ่งสามารถหาได้จาก

$$N = 2^{n-1} \quad (3.6)$$

เมื่อ N คือจำนวนเกรนต่อตารางนิ้วของชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการขัดและกัดด้วยสารเคมีแล้วที่กำลังขยาย 100x และ n เป็นจำนวนเต็ม คือขนาดเกรนนัมเบอร์ตามมาตรฐาน ASTM

<u>ตัวอย่าง</u> เช่น ถ้าภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะที่กำลังขยาย 100x นับได้ 64 เกรนต่อตารางนิ้ว จงหาขนาดเกรนตามมาตรฐาน ASTM [18]

จาก $N = 2^{n-1}$

ได้ $64 \text{ เกรน/นิ้ว}^2 = 2^{n-1}$

$\log 64 = (n-1)(\log 2)$

$1.806 = (n-1)(0.301)$

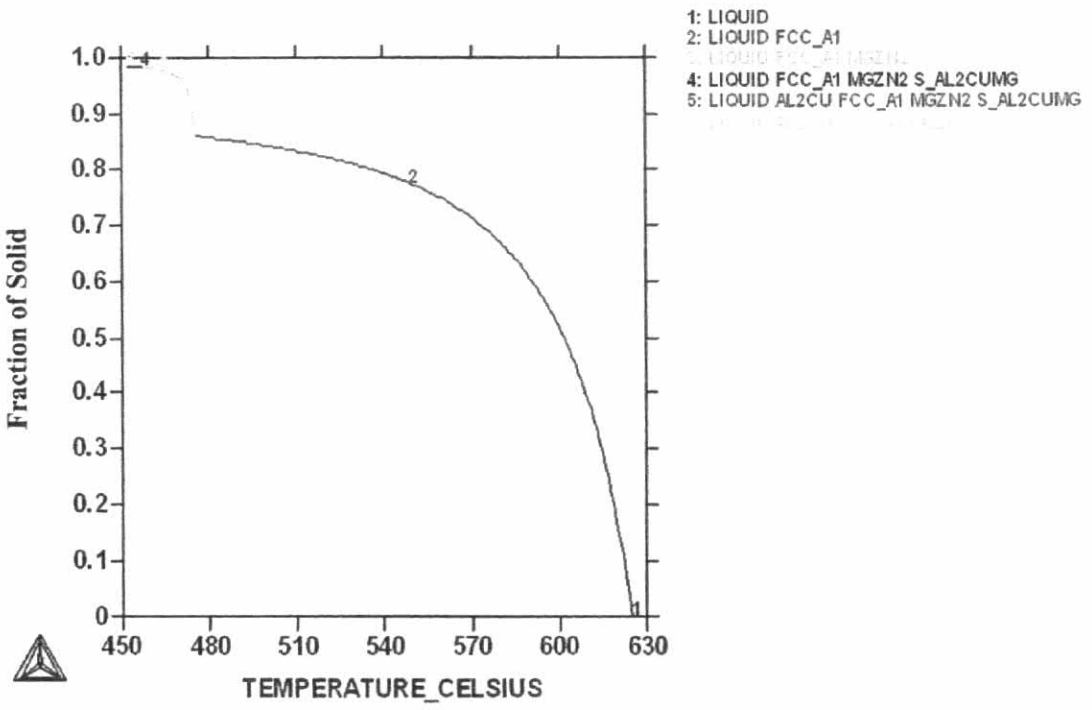
$n = 7$ .....ตอบ

3.2.5 นำชิ้นงานไปทำการทดสอบ XRD (X-Ray Diffraction) เพื่อศึกษาสารประกอบที่เกิดขึ้นในแต่ละส่วนผสม

3.2.6 นำชิ้นงานไปทำการทดสอบ EDX (Energy dispersive X-Ray) เพื่อศึกษาดูธาตุที่เกิดขึ้นในสารประกอบต่างๆ

3.2.7 การศึกษาลำดับการเกิดสารประกอบต่างๆ จะเลือกใช้โปรแกรม Thermo-Calc. ซึ่งเป็นโปรแกรมที่ใช้คำนวณสมบัติทางเทอร์โมไดนามิกของโลหะที่มีสารประกอบหลายธาตุ และสามารถคำนวณหาแนวโน้มลำดับการเกิดสารประกอบต่างๆ ในชิ้นงานได้ โดยมีขั้นตอนการทำงานดังนี้

1) โปรแกรมที่ใช้คือ Thermo-Calc for Window (TCW 2) โดยมีลำดับในการคำนวณ ดังนี้
2) เลือกระบบที่จะคำนวณโดยเลือกที่จะคำนวณตามสมการการแข็งตัวแบบ Scheil Simulation (เนื่องจากกำหนดให้เป็นการเย็นตัวแบบไม่สมดุล)
3) เลือกข้อมูลพื้นฐานที่จะใช้อ้างอิง หรือ Data Base จากกลุ่มข้อมูล A1-v3
4) เลือกธาตุผสมหลัก คือ อะลูมิเนียม (Al), สังกะสี (Zn), แมกนีเซียม (Mg), และทองแดง (Cu) (อาจเลือกธาตุผสมอื่นด้วย เช่น เหล็ก, ซิลิคอน และเซอร์โคเนียม)
5) เลือกชนิดของเฟสที่คาดว่าจะพบในโครงสร้างจุลภาค ดังนี้ Liquid, Al_2Cu, FCC-Al, $MgZn_2$, $S(Al_2CuMg)$ และ $T(Al\text{-}Cu\text{-}Mg\text{-}Zn)$ ในกรณีเลือกธาตุผสมหลัก 4 ธาตุ (อะลูมิเนียม-สังกะสี-แมกนีเซียม-ทองแดง)
6) กำหนดค่าส่วนผสมของธาตุผสมเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เช่น สังกะสี (Zn) เป็น 10, แมกนีเซียม (Mg) เป็น 2.5 และ ทองแดง (Cu) เป็น 2.3
7) กำหนดค่าประจำแกน X เป็นค่าอุณหภูมิในหน่วยองศาเซลเซียส และประจำแกน Y เป็นสัดส่วนมวลที่แข็งตัวแล้ว (BS, Mass Fraction of Solid Phase)
8) ทำเช่นเดียวกันทั้ง 5 ส่วนผสมที่กล่าวมาแล้วข้างต้น



ภาพที่ 3.5 แสดงตัวอย่างการคำนวณด้วยโปรแกรม Thermal-Calc. (Al-10Zn-2.5Mg-2.3Cu เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)