

การศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานโลหะผสมดีบุกที่ได้จากการหล่อแม่พิมพ์ถาวร  
ด้วยวิธีแรงโน้มถ่วงและผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูป



นายชนกันต์ ธงไชย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)  
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)  
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการและวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2559

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Study of microstructure and mechanical properties of Sn-Bi alloy fabricated by  
permanent mold gravity casting and press forging process

Mr. Chonnakan Thongchai



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Engineering Program in Metallurgical and Materials

Engineering

Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2016

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน  
โลหะผสมดีบุกที่ได้จากการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรง  
โน้มถ่วงและผ่านกระบวนการชุบขึ้นรูป

โดย

นายชนกันต์ ธงไชย

สาขาวิชา

วิศวกรรมโลหการและวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัย  
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์

(รองศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร)

.....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ดร.สุรศักดิ์ กุยมาลี)

ชนกันต์ ชงไชย : การศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานโลหะผสมดีบุกที่ได้จากการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วงและผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูป (Study of microstructure and mechanical properties of Sn-Bi alloy fabricated by permanent mold gravity casting and press forging process) อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์, อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร, 107 หน้า.

ผลของธาตุผสมบิสมัทและความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ถูกศึกษาในงานวิจัยนี้ โดยที่ชิ้นงานถูกผลิตโดยการหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วงและทุบขึ้นรูป เมื่อเติมธาตุผสมบิสมัททำให้โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานมีความละเอียดขึ้น เนื่องจาก undercooling เพิ่มขึ้น จากผลวิเคราะห์เชิงพลังงานของเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) ที่ความเครียด 0.25 ขนาดเกรนลดลงเนื่องจากเกิดการตกผลึกใหม่ แต่เมื่อชิ้นงานได้รับความเครียดถึง 0.5 ขนาดเกรนเพิ่มขึ้น เนื่องจากเกิดการเติบโตของเกรน ซึ่งอธิบายในผลวิเคราะห์ Electron Backscatter Diffraction (EBSD) นอกจากนี้ การศึกษาตำแหน่งและลักษณะของผลึกบิสมัทในโครงสร้างจุลภาคถูกศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope, FESEM) ดีบุกออกไซด์และตะกั่วออกไซด์พบบนผิวชิ้นงานหล่อ แต่ไม่พบบิสมัทออกไซด์จากผลวิเคราะห์ X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ค่าความแข็งของชิ้นงานถูกวัดด้วยเครื่อง micro Vickers hardness testing พบว่าชิ้นงานที่มีขนาดเกรนเล็กมีความแข็งมากกว่าชิ้นงานที่มีขนาดเกรนใหญ่ ซึ่งเป็นไปตามความสัมพันธ์ Hall-Petch

ภาควิชา วิศวกรรมโลหการ  
สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการและวัสดุ  
ปีการศึกษา 2559

ลายมือชื่อนิสิต .....

ลายมือชื่อ อ.ที่ปริกษาหลัก .....

ลายมือชื่อ อ.ที่ปริกษาร่วม .....

# # 5770144221 : MAJOR METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

KEYWORDS: TIN / BISMUTH / FORGING / RECRYSTALLIZATION / PERMANENT MOLD  
CASTING / LAPPING PLATE

CHONNAKAN THONGCHAI: Study of microstructure and mechanical properties of Sn-Bi alloy fabricated by permanent mold gravity casting and press forging process. ADVISOR: ASST. PROF. BOONRAT LOHWONGWATANA, Ph.D., CO-ADVISOR: CHEDTHA PUNCREOBUTR, Ph.D., 107 pp.

The influences of Bismuth content and strain on microstructure and mechanical properties of Tin-Bismuth (Sn-Bi) alloys were investigated in this study. These alloys were fabricated by permanent mold gravity casting and forging process. The microstructure was refined because undercooling was increased when adding Bismuth element. Differential Scanning Calorimetry (DSC) was used to investigate the effect of adding bismuth on undercooling. At 0.25 strain, grain size was decreased because of recrystallization but when alloys were forged up to 0.5 strain, grain size was increased because of grain growth. The recrystallization and grain growth were investigated by using Electron Backscatter Diffraction (EBSD). Furthermore, position and morphology of the bismuth precipitates were investigated by using Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM). Tin oxide and lead oxide were founded on the surface of these alloys by using X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS). Whereas, bismuth of these alloys did not form Bismuth oxide on the surface. According to Hall-Petch relation, Hardness of alloys were increased by refinement of the microstructure as a result of recrystallization. However, the influences of grain refinement is not the only factor that effect on hardness.

Department: Metallurgical Engineering Student's Signature .....

Field of Study: Metallurgical and Advisor's Signature .....

Materials Engineering Co-Advisor's Signature .....

Academic Year: 2016

## กิตติกรรมประกาศ

ความสำเร็จของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ไม่สามารถเกิดขึ้นได้ หากขาดซึ่งความช่วยเหลือและความอนุเคราะห์จากหลากหลายฝ่าย ทั้งตัวบุคคลและองค์กรต่างๆ ที่ให้ความสนับสนุนงานวิจัยนี้จนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งกรุณาสละเวลาให้ความรู้ คำแนะนำ ความช่วยเหลือ การแก้ปัญหา ตลอดจนเอื้อเฟื้อเครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆ ตลอดการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ นางศิริรัตน์ นิสารัตนพร และ นายเสนีย์ มณีเพชร คุณครูปฏิบัติการ และ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่สำนักงาน (ธุรการ) ที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการใช้งานสถานที่และอุปกรณ์ต่างๆ ของภาควิชาฯ และช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน และคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่เอื้อเฟื้อเครื่องมือและอุปกรณ์ในการทดสอบ

ขอขอบพระคุณ นายธนวัฒน์ เพชรรัตนรังสี นางสาวกมลพัชร ศรีทอง นายสืบสกุล ยศพิทักษ์ และ นิสิตปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งกรุณาสละเวลา ให้ความรู้ คำแนะนำ และความช่วยเหลือตลอดการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร และผู้ช่วยศาสตราจารย์อาจารย์ ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์ ผู้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ผู้ที่คอยช่วยเหลือให้คำปรึกษา งานวิจัยสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี ท้ายที่สุด ขอขอบคุณครอบครัวผู้เป็นที่รักและผู้ให้กำลังใจตลอดการทำงานวิจัยด้วยดีมาตลอด

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญภาพ.....	ญ
สารบัญตาราง.....	ฏ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 วรรณกรรมปริทรรศน์.....	3
2.1 โครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท.....	3
2.1.1 โลหะดีบุกบริสุทธิ์.....	3
2.1.2 โลหะดีบุกผสมบิสมัท.....	4
2.2 หลักการของการหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง (permanent mold gravity casting).....	7
2.3 ปัจจัยต่างๆของกระบวนการหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของชิ้นงาน.....	7
2.3.1 อุณหภูมิเทน้ำโลหะ (Pouring temperature).....	7
2.3.2 อุณหภูมิแม่พิมพ์ก่อนการหล่อ (Pre – heat temperature of the mould).....	8
2.3.3 อัตราการเย็นตัว (Cooling rate).....	8
2.3 หลักการของกระบวนการทุบขึ้นรูป (Forging process).....	10





3.3.2 การศึกษาสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน .....	40
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปราย .....	41
4.1 ผลวิเคราะห์ขนาดเกรนของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย มวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ.....	41
4.2 ผลวิเคราะห์ XRD ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ .....	43
4.3 ผลวิเคราะห์ EBSD ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ .....	44
4.4 ผลวิเคราะห์ FESEM ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย มวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ.....	46
4.5 ผลวิเคราะห์ DSC ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล.....	47
4.6 ผลวิเคราะห์ค่าความแข็งของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย มวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ .....	50
4.5 ผลวิเคราะห์ XPS ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล.....	52
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	54
รายการอ้างอิง.....	55
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....	107

## สารบัญภาพ

ภาพที่ 2.1	ภาพแสดงหน่วยเซลล์แบบเตตราโกนัล	3
ภาพที่ 2.2	ภาพแสดงหน่วยเซลล์แบบลูกบาศก์เพชร	4
ภาพที่ 2.3	แผนภูมิของเฟส ระหว่างดีบุกและบิสมีท์	5
ภาพที่ 2.4	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-52wt%Bi ตามแนวการเย็นตัว (ภาพซ้าย) และตามขวางแนวการเย็นตัว (ภาพขวา) ที่อัตราการเย็นตัวเร็ว	5
ภาพที่ 2.5	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-52wt%Bi ตามแนวการเย็นตัว (ภาพซ้าย) และตามขวางแนวการเย็นตัว (ภาพขวา) ที่อัตราการเย็นตัวปานกลาง	6
ภาพที่ 2.6	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-52wt%Bi ตามแนวการเย็นตัว (ภาพซ้าย) และตามขวางแนวการเย็นตัว (ภาพขวา) ที่อัตราการเย็นตัวช้า	6
ภาพที่ 2.7	ภาพโครงสร้างจุลภาคของเฟสยูเทคติกที่อัตราการเย็นตัวสูง (ภาพซ้าย) และอัตราการเย็นตัวช้า (ภาพขวา)	6
ภาพที่ 2.8	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-47wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยังยวดต่ำ	9
ภาพที่ 2.9	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-47wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยังยวดสูง	9
ภาพที่ 2.10	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-65wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยังยวดต่ำ	9
ภาพที่ 2.11	ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-65wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยังยวดสูง	10
ภาพที่ 2.12	ภาพแสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด Ni18 C300 ที่เปอร์เซ็นต์การเสียรูปพลาสติกต่างๆ และที่อุณหภูมิการชุบขึ้นรูป 950°C (ภาพแถวซ้าย) และ 1050°C (ภาพแถวขวา) (a,b-WD), (c,d-LD), (e,f-HD)	12
ภาพที่ 2.13	แสดงกราฟ XRD patterns ของชิ้นงานที่ผ่าน MDF (a) as receive, (b) strain 0.25, (c) strain 0.5, (d) strain 0.75	13
ภาพที่ 2.14	ภาพถ่าย TEM ของชิ้นงาน (a) As received–bright field (BF), (b) strain 0.25–BF, ชิ้นงานโลหะทองแดงผสมดีบุก	14
ภาพที่ 2.15	ภาพถ่าย optical microscope ของชิ้นงานโลหะทองแดงผสมดีบุก (a) as receive, (b) strain 0.25, (c) strain 0.5 และ (d) strain 0.75	15

ภาพที่ 2.16 กราฟแสดงความแข็งของชิ้นงาน as receive (AR), strain 0.25 (3 pass), strain 0.5 (6 pass) และ strain 0.75 (9 pass) .....	16
ภาพที่ 2.17 กราฟแสดงสมบัติเชิงกลต่างๆ ของชิ้นงาน .....	17
ภาพที่ 2.18 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียม .....	18
ภาพที่ 2.19 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมเซอร์โคเนียม ที่ได้จากกระบวนการหล่อ .....	19
ภาพที่ 2.20 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมเซอร์โคเนียม .....	19
ภาพที่ 2.21 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค ผ่านการอบที่ 520°C เป็นเวลา (a) 10, (b) 20 และ (c) 40 ชั่วโมง.....	20
ภาพที่ 2.22 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีส .....	21
ภาพที่ 2.23 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีส หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง .....	21
ภาพที่ 2.24 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีส หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา 40 ชั่วโมง .....	22
ภาพที่ 2.25 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีสและสแกนเดียม .....	22
ภาพที่ 2.26 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีสและสแกนเดียม หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา (a) 10 , (b) 20 และ (c) 40 ชั่วโมง .....	23
ภาพที่ 2.27 กราฟแสดงอุณหภูมินำโลหะขณะเย็นตัว ที่เปอร์เซ็นต์โดยมวลของแมงกานีส 0, 0.4 และ 0.8 .....	24
ภาพที่ 2.28 กราฟแสดงผลวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานด้วยเทคนิค DSC .....	24

**ภาพที่ 2.29** ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะ (a) Mg-4Zn-0.5Ca alloy, (b) Mg-4Zn-0.5Ca-0.4Mn alloy และ (c) Mg-4Zn-0.5Ca-0.8Mn alloy .....25

**ภาพที่ 2.30** ภาพจำลองการเกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมที่มีมุมสูง .....28

**ภาพที่ 2.31** ภาพจำลองการเกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมที่มีมุมสูง.....28

**ภาพที่ 2.32** ภาพแสดงการเกิดนิวเคลียสขึ้นของการตกผลึกใหม่ด้วยการเริ่มต้นจากซับเกรน (a) คือซับโครงสร้างเริ่มต้น (b) ซับเกรนอันใหญ่ตรงกลางกำลังเติบโตกลืนซับเกรนเล็กที่อยู่รอบๆ (c) บริเวณไรต์ด้านที่ที่เกิดจากการฟอร์มตัวของขอบเกรนที่มีมุมสูง .....29

**ภาพที่ 2.33** ภาพจำลองแสดงการเกิดกระบวนการรวมตัวของซับเกรน .....30

**ภาพที่ 2.34** ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานแทนทาลัมที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติก 72% และอบที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 30 นาที แสดงให้เห็นว่าบริเวณ shear band เกิดการตกผลึกใหม่ .....32

**ภาพที่ 2.35** แสดง (a) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติกที่ 50% และอบที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (b) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานแทนทาลัมที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติกที่ 72% และอบที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 30 นาที .....33

**ภาพที่ 2.36** ภาพจำลองการเกิดนิวเคลียสของการตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติกแบบไม่ต่อเนื่อง.....34

**ภาพที่ 2.37** ภาพ orientation imaging microscopy และ misorientation angle distribution ของชิ้นงาน nickel super alloy ที่ความเครียดแท้จริง (a, b) 0.36, (c, d) 0.8 และ (e, f) 1.2 ที่อุณหภูมิ 950°C .....35

**ภาพที่ 2.38** ภาพ orientation imaging microscopy ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมที่ได้รับ stress และ thermal cycles (a) 500 cycles (b) 1000 cycles .....36

**ภาพที่ 3.1** ภาพแม่พิมพ์ถาวรแก้วทนความร้อนบอโรซิลิเกต.....37

**ภาพที่ 3.2** ภาพแสดงขนาดชิ้นงานทั้ง 3 ชิ้น ที่ได้จากการหล่อ.....38

**ภาพที่ 3.3** ภาพถ่ายส่วนประกอบของแม่พิมพ์ที่ใช้ในการกด (ภาพทางด้านซ้ายมือ) และภาพจำลอง cross section แม่พิมพ์ที่ใช้ในการกดขณะใช้งาน .....39

ภาพที่ 3.4	ภาพถ่ายชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูป.....	39
ภาพที่ 4.1	ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง โลหะดีบุกบริสุทธิ์ (a, b, c), โลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล (d, e, f), as cast (a, d), 0.25 strain (b, e) และ 0.5 strain (c, f).....	41
ภาพที่ 4.2	กราฟ XRD pattern ของชิ้นงาน .....	43
ภาพที่ 4.3	แสดง orientation imaging microscopy (OIM) maps และ misorientation angle distribution ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ทั้งชิ้นงาน as cast (a), 0.25 strain (b) และ 0.5 strain (c).....	45
ภาพที่ 4.4	ภาพถ่าย Backscattering mode และ EDS point scan กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชิ้นงาน as cast (a), 0.25 strain (b) และ 0.5 strain (c).....	46
ภาพที่ 4.5	กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ DSC ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวลทั้งช่วง heating และ cooling.....	47
ภาพที่ 4.6	แผนภูมิแสดงค่าความแข็งของชิ้นงานทั้งสองส่วนผสมที่ทุกความเครียดในการทุบขึ้นรูป.....	50
ภาพที่ 4.7	ค่าความแข็งที่วัดได้เปรียบเทียบกับค่าความแข็งที่ได้จากการคำนวณจากขนาดเกรนตามความสัมพันธ์ Hall-Petch.....	50
ภาพที่ 4.8	กราฟจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS โลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวลของชิ้นงาน as cast (a, c) และผ่านการขัดผิว (b, d) โดยที่ธาตุบิสมัท (a, b) และธาตุดีบุก (c, d).....	52

## สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 แสดงค่าสภาพการเย็นตัวที่ยืดหยุ่นต่างๆ และโครงสร้างจุลภาค .....	8
ตารางที่ 2.2 ตารางแสดงค่าความแข็งของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 18Ni C300 ที่ผ่านกระบวนการชุบขึ้นรูปร้อนที่การเสียรูปพลาสติกต่างๆ .....	11
ตารางที่ 2.3 ตารางแสดงค่าขนาดเกรนและ lattice strain ของชิ้นงาน .....	13
ตารางที่ 2.4 แสดงสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน .....	15
ตารางที่ 2.5 ค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ DSC .....	24
ตารางที่ 3.1 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์โดยมวลของธาตุผสมในโลหะดีบุกที่ใช้ในงานวิจัย .....	37
ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงค่า grain size numbers และค่าขนาดเกรนเฉลี่ย.....	42
ตารางที่ 4.2 ค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC.....	49

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

กระบวนการผลิตหัวอ่านและเขียนในอุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์ (hard disk drive) ต้องอาศัยความละเอียดในการตัดแต่งรูปทรงที่มีความแม่นยำเป็นอย่างมาก โดยปกติความเรียบที่ทางอุตสาหกรรมต้องการจะอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยปกติแล้วคุณภาพของหัวอ่านและเขียนจะขึ้นอยู่กับความสามารถในการบินของผิวหัวอ่าน (air bearing surface) และระยะความสูงจากแผ่นเก็บข้อมูล ซึ่งคุณภาพนี้จะแปรผันตามประสิทธิภาพในการสร้างผิวชิ้นงานที่เรียบ

วัสดุที่ใช้กันมากในอุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์ คือ เซรามิกส์ โดยส่วนใหญ่แล้วนิยมใช้ Aluminium-Titanium Carbide (AlTiC –Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC) Calcium-titanate (CaTiO<sub>3</sub>) และ Silicon Carbide (SiC) หัวอ่านและเขียนจะถูกสร้างขึ้นมาจากการนำเวเฟอร์ (wafer) ที่ประกอบไปด้วยชั้นของฟิล์มที่เป็นวงจรรอิเล็กทรอนิกส์ไปตัดและขัด เพื่อให้ได้ ความหนา ความเรียบ และ รูปทรงตามที่ต้องการ โดยขั้นตอนแรก คือ การใช้การตัดแบบหยาบ (grinding) เพื่อตัดเวเฟอร์ ให้ได้ขนาดและความหนาตามที่ต้องการ และในขั้นตอนต่อมาใช้การขัดแบบละเอียด (lapping) เพื่อตกแต่งผิวหน้าของชิ้นงานให้เรียบ โดยที่ในแต่ละขั้นตอนนี้จะมีการใช้ขนาดเพชรและวัสดุของผิวขัดที่แตกต่างกันไป โดยทั่วไปกระบวนการขัดนั้นจะประกอบไปด้วยชิ้นส่วนประกอบจำนวน 3 ส่วน คือ แผ่นขัด (lapping plate) ซึ่งเป็นโลหะผสมดีบุก (Sn-Alloy) ผงขัด (abrasive particle) และชิ้นงานที่ต้องการขัด (sample) แผ่นขัดนี้นิยมใช้วัสดุจำพวกโลหะเนื้ออ่อนเพื่อเอื้ออำนวยต่อการฝังผงขัดหรือเพชรขัดลงบนผิวหน้าของแผ่นขัด กระบวนการเตรียมแผ่นขัดจึงเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อคุณภาพของชิ้นงาน

เนื่องด้วยแผ่นขัดจึงเป็นปัจจัยหลักที่สำคัญต่อคุณภาพของชิ้นงาน การศึกษาและพัฒนาแผ่นขัด จึงเป็นสิ่งจำเป็นในการพัฒนาคุณภาพของชิ้นงาน ด้วยเหตุนี้งานวิจัยนี้จะศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการผลิตแผ่นขัดที่มีคุณภาพด้วยกระบวนการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง (permanent mold gravity casting) และการทุบขึ้นรูป (forging) โดยจะศึกษาถึงความเครียด (strain) ของชิ้นงานหลังผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูป ที่ส่งผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานโลหะผสมดีบุก

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาถึงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานโลหะผสมดีบุกที่มีส่วนผสมโลหะบิสมีทที่แตกต่างกันที่ได้จากการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของความเครียดของชิ้นงานที่ส่งผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานโลหะผสมดีบุก

## 1.3 ขอบเขตการศึกษา

1.3.1 ชิ้นงานที่ใช้ศึกษาเป็นชิ้นงานที่เตรียมจากโลหะบริสุทธิ์ดีบุกและโลหะดีบุกผสมบิสมีท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ด้วยกระบวนการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง

1.3.2 ชิ้นงานที่ใช้ในศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลตัดมาจากชิ้นงานหล่อ ในส่วนกึ่งกลางของรัศมีชิ้นงานหล่อ

1.3.4 เตรียมชิ้นงานที่ใช้ศึกษาโดยผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปด้วยความดัน 50 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เกิดการเสียรูปพลาสติกที่ความเครียด (strain) เท่ากับ 0.25 และ 0.5

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบถึงผลของธาตุผสมบิสมีทและความเครียดหลังผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานโลหะผสมดีบุกที่ได้จากการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วงและผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูป

1.4.2 ทราบถึงรายละเอียดในขั้นตอนการเตรียมการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง และกระบวนการทุบขึ้นรูป เพื่อให้ได้แผ่นขัดที่มีประสิทธิภาพสูงและใช้ต้นทุนต่ำ ซึ่งส่งผลให้อุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์มีประสิทธิภาพในการทำงานดีขึ้น



## บทที่ 2

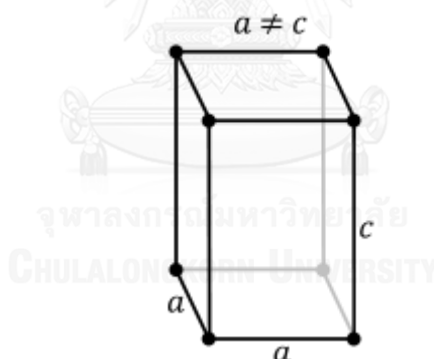
### วรรณกรรมปริทรรศน์

#### 2.1 โครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท

##### 2.1.1 โลหะดีบุกบริสุทธิ์

โลหะดีบุกเป็นโลหะที่มีความอ่อน (Malleability) ความเหนียว (ductility) และความเป็นโครงสร้างผลึกสูง (highly crystalline) ด้วยคุณสมบัติเหล่านี้ เราจึงสามารถขึ้นรูปแผ่นโลหะดีบุกได้ด้วยการทุบ (hammering) หรือการรีด (rolling) นอกจากนั้นยังสามารถทำการดึงขึ้นรูปเพื่อทำลวดได้อีกด้วย [1]

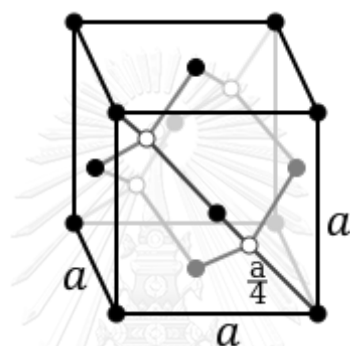
ดีบุกเฟสบีตา ( $\beta$ -tin) เป็นเฟสที่มีลักษณะเป็นโลหะสีขาวเงิน มีความเสถียรที่อุณหภูมิห้อง มีโครงสร้างผลึกเป็นเตตราโกนัล (tetragonal) ซึ่งมีการจัดเรียงของอะตอมตามหน่วยเซลล์ (unit cell) ตามภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 ภาพแสดงหน่วยเซลล์แบบเตตราโกนัล [1]

ที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $13.2^{\circ}\text{C}$  โลหะดีบุกเฟสบีตาไม่มีความเสถียร จะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์เพชร (face-centered diamond-cubic) เหมือนโครงสร้างผลึกของซิลิกอน (silicon), เพชร (diamond) และเจอร์เมเนียม (germanium) มีลักษณะเป็นสี่เทาเรียกว่าดีบุกเฟสแอลฟา ( $\alpha$ -tin) ทำให้โลหะดีบุกสูญเสียคุณสมบัติความเป็นโลหะไป เนื่องจากอะตอมสร้างพันธะโคเวเลนต์ จึงเปราะแตกง่าย ซึ่งมีการจัดเรียงของอะตอมตามหน่วยเซลล์ ตามภาพที่ 2.2

ดีบุกเฟสแอลฟาไม่เป็นที่นิยมนำมาใช้ประโยชน์ เนื่องจากไม่สามารถขึ้นรูปได้ ไม่มีความเหนียว และเปราะแตกกลายเป็นผงง่าย มีการนำไปใช้เป็นสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) ในงานเฉพาะด้านเท่านั้น ดีบุกเฟสบีตาและดีบุกเฟสแอลฟา เรียกทั่วไปว่า ดีบุกขาวและดีบุกเทา ตามลำดับ หากอุณหภูมิต่ำลง ดีบุกเฟสบีตามีแนวโน้มที่จะสามารถเปลี่ยนเป็นดีบุกเฟสแอลฟาได้เอง ปรากฏการณ์นี้ เรียกว่า “tin pest” ซึ่งอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงเฟสอยู่ที่  $13.2^{\circ}\text{C}$  การเติมธาตุผสมอาจทำให้อุณหภูมิกการเปลี่ยนแปลงเฟสนี้ต่ำลงอีก การเติมธาตุพลวงหรือบิสมัทจะทำให้ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจากดีบุกบีตาเป็นดีบุกเฟสแอลฟาเลย



ภาพที่ 2.2 ภาพแสดงหน่วยเซลล์แบบลูกบาศก์เพชร [2]

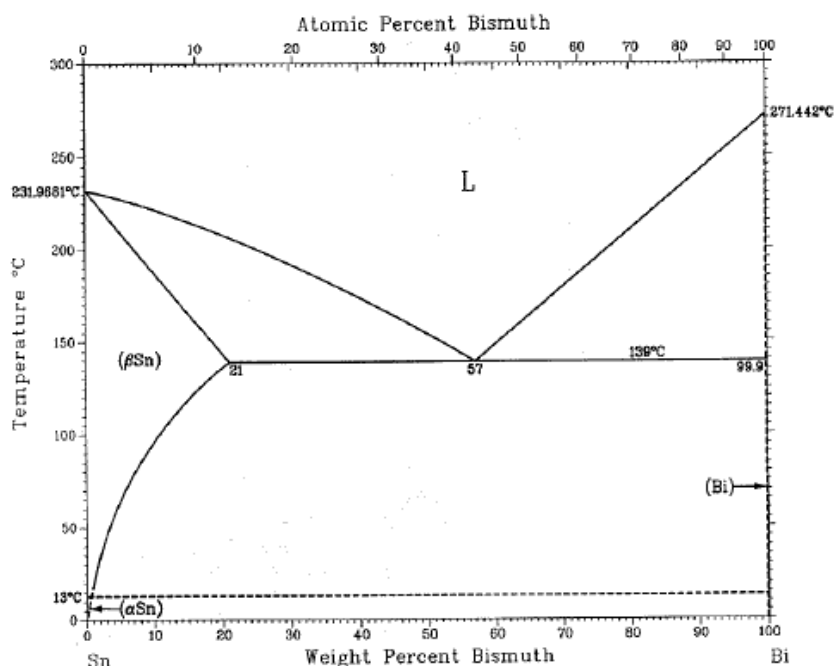
นอกจากนี้ดีบุกยังมีอีกสองอัญรูป คือ ดีบุกเฟสแกมมา ( $\gamma$ -tin) และดีบุกเฟสซิกมา ( $\sigma$ -tin) สามารถพบได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า  $161^{\circ}\text{C}$  และที่ความดันสูง (GPa)

### 2.1.2 โลหะดีบุกผสมบิสมัท

บิสมัทเป็นธาตุที่นิยมผสมในดีบุกเป็นอย่างมาก เนื่องจากการผสมบิสมัทเพียงเล็กน้อยมีผลทำให้ดีบุกมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น ป้องกันการเปลี่ยนแปลงเฟสของดีบุกเฟสบีตาเป็นดีบุกเฟสแอลฟา นอกจากนี้การผสมบิสมัทในส่วนผสมที่มากจะทำให้จุดหลอมเหลวของโลหะดีบุกผสมนั้นต่ำลง จุดหลอมเหลวที่ต่ำที่สุดของโลหะดีบุกผสมบิสมัทอยู่ที่ส่วนผสมบิสมัท 52 เปอร์เซ็นต์โดยมวล เรียกว่า อุณหภูมิยูเทคติก (eutectic temperature) ตามแผนภูมิของเฟส (phase diagram) ในภาพที่ 2.3 จากคุณสมบัติตรงนี้ โลหะดีบุกผสมบิสมัทจึงถูกนำมาใช้เป็นกาว (solder) ในงานอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ [3]

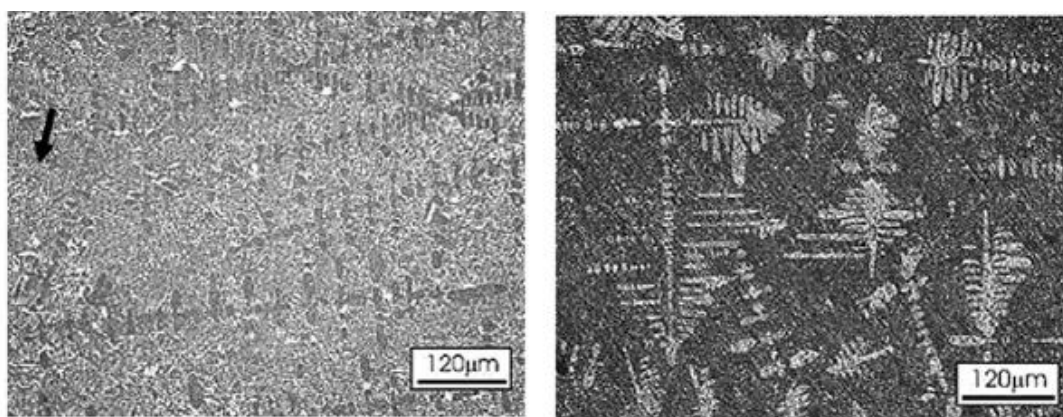
นอกจากนี้โลหะดีบุกผสมบิสมัทยังใช้เป็นแผ่นบัดในงานอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์อีกด้วย เนื่องจากโลหะผสมชนิดนี้เมื่อนำไปบัดหัวอ่านฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์ ซึ่งมีสมบัติแม่เหล็กในตัว จะมีผลต่อการเสื่อมสภาพของสมบัติแม่เหล็กของหัวอ่านฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์น้อยที่สุด

โดยทั่วไปโลหะดีบุกและโลหะดีบุกผสม ถูกจัดอยู่ในวัสดุโลหะที่มีอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ที่ต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง นั้นหมายความว่าโลหะดีบุกผสมนี้จะไม่เกิดสภาพแข็งโดยการทำงาน (work hardening) ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่สำคัญอย่างยิ่งในการฝังตัวของเพชรที่ใช้เป็นผงขัด เนื่องจากโลหะดีบุกผสมนี้จะไม่เกิดสภาพแข็งโดยการทำงานระหว่างกระบวนการฝังเพชร (charging process) ซึ่งเป็นอุปสรรคต่อการฝังตัวของเพชร

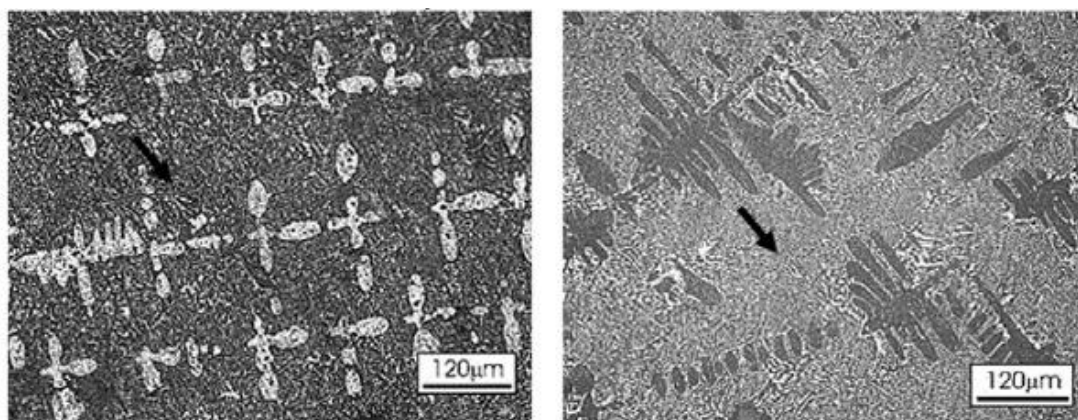


ภาพที่ 2.3 แผนภูมิของเฟส ระหว่างดีบุกและบิสมัท [2]

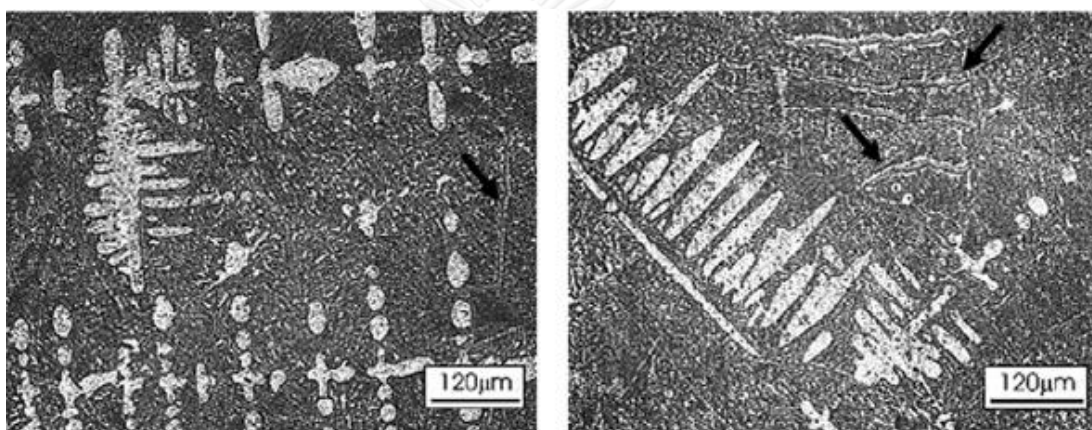
CHULALONGKORN UNIVERSITY



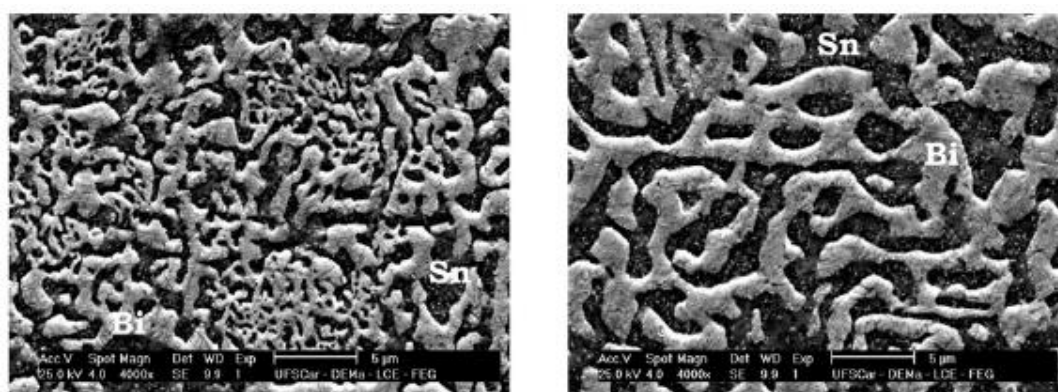
ภาพที่ 2.4 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-52wtBi ตามแนวการเย็นตัว (ภาพซ้าย) และตามขวางแนวการเย็นตัว (ภาพขวา) ที่อัตราการเย็นตัวเร็ว [3]



ภาพที่ 2.5 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-52wtBi ตามแนวการเย็นตัว (ภาพซ้าย)  
และตามขวางแนวการเย็นตัว (ภาพขวา) ที่อัตราการเย็นตัวปานกลาง [3]



ภาพที่ 2.6 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-52wtBi ตามแนวการเย็นตัว (ภาพซ้าย)  
และตามขวางแนวการเย็นตัว (ภาพขวา) ที่อัตราการเย็นตัวช้า [3]



ภาพที่ 2.7 ภาพโครงสร้างจุลภาคของเฟสยูเทคติกที่อัตราการเย็นตัวสูง (ภาพซ้าย)  
และอัตราการเย็นตัวช้า (ภาพขวา) [3]

จากภาพที่ 2.4-2.7 โครงสร้างจุลภาคโลหะดีบุกผสมบิสมัท 52 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ประกอบด้วย 2 เฟส ในช่วงแรกของการเกิดการแข็งตัว เฟสบิสมัทจะเกิดการแข็งตัวและผลึกอะตอมธาตุดีบุกออก เกิดการแข็งตัวของเฟสบิสมัทในลักษณะเดนไดรต์ (dendrite) จากนั้นเมื่ออุณหภูมิลดต่ำลงจนถึงอุณหภูมิยูเทคติกโลหะหลอมเหลวเกิดการเปลี่ยนเป็นของเหลวสองเฟส คือ ดีบุกเฟสปีตา และเฟสบิสมัท เกิดโครงสร้างยูเทคติกที่สองเฟสอยู่สลับกัน ดังแสดงในภาพที่ 2.7

## 2.2 หลักการของการหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง (permanent mold gravity casting)

การหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวร (permanent mold casting) คือ กระบวนการหล่อโลหะโดยใช้แม่พิมพ์ที่สามารถนำมาใช้ใหม่ได้โดยทั่วไปทำมาจากโลหะ ซึ่งกระบวนการหล่อพื้นฐานที่ใช้กันทั่วไป คือ การหล่อโดยอาศัยแรงโน้มถ่วงในการเติมเต็มแม่พิมพ์ อย่างไรก็ตามมีการใช้ความดันจากก๊าซช่วยในการดันน้ำโลหะให้เต็มแม่พิมพ์และยังมีการใช้ระบบสุญญากาศช่วยอีกด้วย

การหล่อด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง เริ่มต้นจากการให้ความร้อนแก่แม่พิมพ์โลหะก่อนการหล่อ (preheating) ประมาณ 150–200 °C (300–400 °F) เพื่อเพิ่มความสามารถในการไหลของน้ำโลหะในแม่พิมพ์ และลดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิของน้ำโลหะและแม่พิมพ์ ที่จะก่อให้เกิดความเสียหายต่อชิ้นงานหล่อ จากนั้นเคลือบผิวช่องว่างภายในแม่พิมพ์บริเวณที่สัมผัสกับน้ำโลหะด้วยวัสดุทนไฟ (refractory material) หรือสารล้างแม่พิมพ์ (mold wash) เพื่อป้องกันการชิ้นงานหล่อติดกับแม่พิมพ์โลหะและยังช่วยยืดอายุการใช้งานของแม่พิมพ์ จากนั้นเทน้ำโลหะลงในแม่พิมพ์โลหะ หลังจากปล่อยให้ น้ำโลหะแข็งตัวไม่นานนัก เปิดแบบแม่พิมพ์โลหะเพื่อนำชิ้นงานหล่อออกจากแบบแม่พิมพ์เพื่อลดโอกาสการเกิดการแตกร้าวขณะร้อน (hot tearing or hot cracking) จากนั้นทำกระบวนการเช่นนี้ใหม่อีกครั้งแต่ไม่จำเป็นต้องให้ความร้อนแก่แม่พิมพ์โลหะอีกเนื่องจากมีความร้อนเหลืออยู่จากการหล่อ แต่ควรที่จะเคลือบผิวช่องว่างภายในแม่พิมพ์บริเวณที่สัมผัสกับน้ำโลหะด้วยวัสดุทนไฟ หรือสารล้างแม่พิมพ์อีกครั้ง [4]

## 2.3 ปัจจัยต่างๆของกระบวนการหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของชิ้นงาน

### 2.3.1 อุณหภูมิเทน้ำโลหะ (Pouring temperature)

จากการศึกษางานวิจัยพบว่าอุณหภูมิเทน้ำโลหะ มีผลต่อสมบัติเชิงกล โดยที่อุณหภูมิเทน้ำโลหะต่ำกว่า จะให้สมบัติเชิงกลที่ต่ำกว่า เนื่องจากอุณหภูมิเทน้ำโลหะที่สูงนั้น แม้ว่าจะทำให้การไหลของน้ำโลหะเข้าแบบได้ดีขึ้น แต่จะทำให้ชิ้นงานต้องใช้เวลาในการแข็งตัว (Solidification) มากขึ้น ทำให้เกิดปรากฏการณ์เกรนหยาบ (grain - coarsening effect)

และชิ้นงานอาจมีรูพรุนเนื่องมาจากผลจากการเย็นตัวถ้ามีการออกแบบแม่พิมพ์ที่ไม่เหมาะสม

### 2.3.2 อุณหภูมิแม่พิมพ์ก่อนการหล่อ (Pre – heat temperature of the mould)

การให้ความร้อนแก่แม่พิมพ์โลหะก่อนการหล่อ (Preheating) เพื่อเพิ่มความสามารถในการไหลของน้ำโลหะในแม่พิมพ์ และลดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิของน้ำโลหะและแม่พิมพ์ ยิ่งอุณหภูมิแม่พิมพ์ก่อนการหล่อสูงจะทำให้น้ำโลหะไหลเข้าแบบได้ดีเกิดช่องว่างจากการหดตัวน้อย แต่จะทำให้เกิดปรากฏการณ์เกรนหยาบ [5]

### 2.3.3 อัตราการเย็นตัว (Cooling rate)

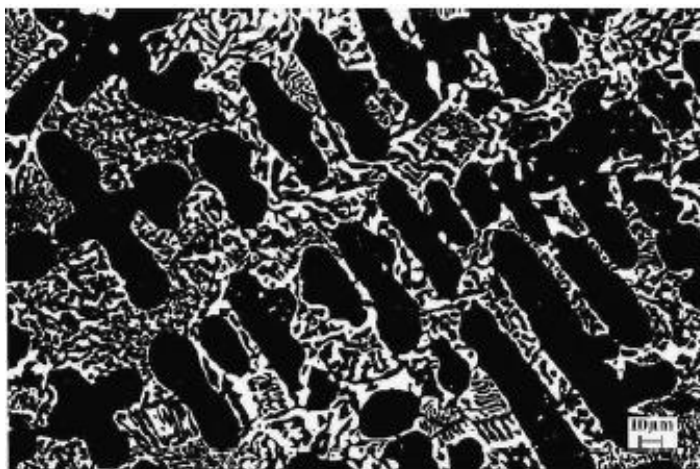
จากการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับผลของอัตราการเย็นตัวต่อโครงสร้างจุลภาค (microstructure) ของ Sn-47wt%Bi Alloy และ Sn-65wt%Bi Alloy เนื่องจากแผ่นชุดเป็น Sn-Bi Alloy พบว่า หากเราเพิ่มอัตราการเย็นตัวจะส่งผลให้เกิดสภาพการเย็นตัวยิ่งยวด (undercooling) ของการเกิดนิวเคลียสผลึก (nucleation) มากขึ้น หรือ อุณหภูมิที่เริ่มเกิดนิวเคลียสต่ำลง ทำให้โครงสร้างจุลภาคที่ได้มีความละเอียดมากขึ้นในทั้งสองส่วนผสม (composition) ดังแสดงในภาพที่ 2.8-2.11 ในงานวิจัยนี้ไม่ได้ใช้วิธีชุบแข็ง (rapid quenching) หรืออัตราการเย็นตัวสูง ในการเพิ่มสภาพการเย็นตัวยิ่งยวด แต่ใช้เทคนิคฟลักซ์ (fluxing technique) คือการใช้ฟลักซ์ (flux) ในการคุ่มผิวน้ำโลหะ เพื่อไม่ให้เกิดยิ่งยวดได้เช่นเดียวกับวิธีชุบแข็ง หรืออัตราการเย็นตัวสูง โดยที่ใช้อัตราการเย็นตัวต่ำ (low cooling rate) ได้ โดยฟลักซ์ที่ใช้กับ Sn-Bi Alloy คือ  $P_2O_5-SnO-SnF_2$  [6]

ตารางที่ 2.1 แสดงค่าสภาพการเย็นตัวยิ่งยวดต่างๆ และโครงสร้างจุลภาค [6]

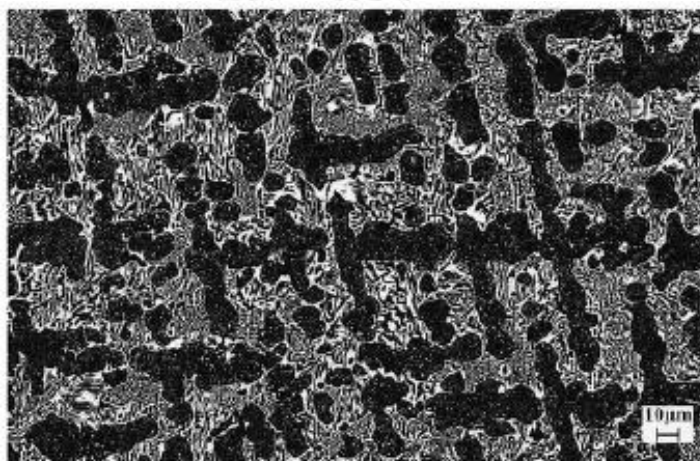
Sn-Bi alloys (%wt)	$T_l(K)$	$T_e(K)$	samples	$T_{nl}(K)$	$T_{ne}(K)$	$\Delta T_l(K)$	$\Delta T_e(K)$	Morphology
47	433	412	A	420	402	13	10	Sn dendrites + eutectic
			B	409	390	24	22	Sn dendrites + eutectic
65	439	412	A	416	407	23	5	Bi crystals + eutectic
			B	388	388	51	24	Eutectic

$\Delta T_l$  : under-cooling degree of the primary phase

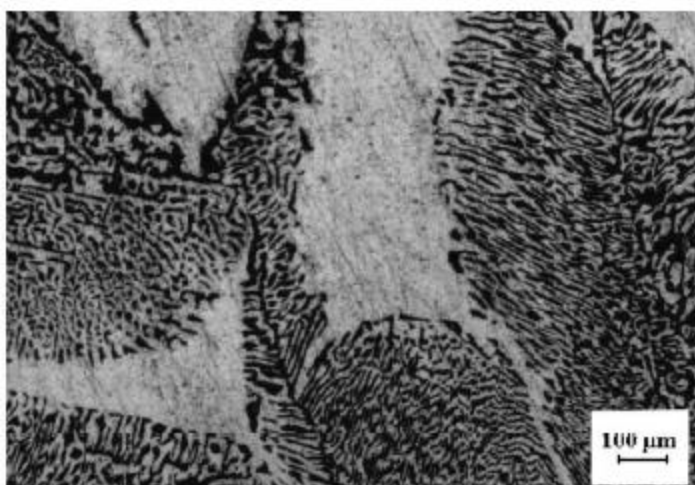
$\Delta T_e$ : under-cooling of the eutectic



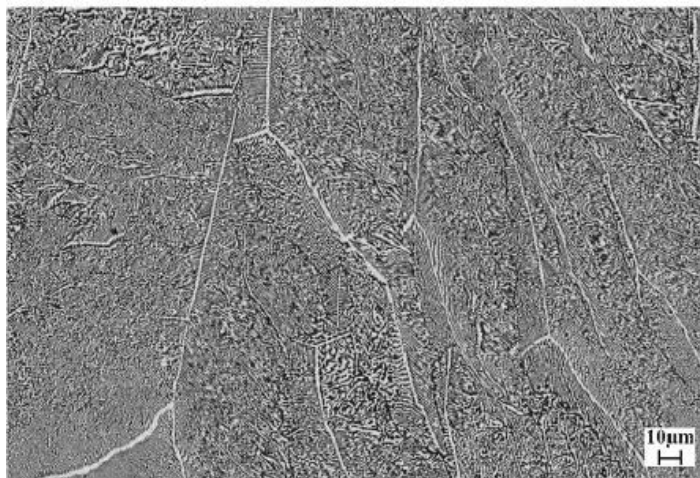
ภาพที่ 2.8 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-47wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยิ่งยวดต่ำ [6]



ภาพที่ 2.9 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-47wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยิ่งยวดสูง [6]



ภาพที่ 2.10 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-65wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยิ่งยวดต่ำ [6]



ภาพที่ 2.11 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Sn-65wt%Bi ที่ค่าสภาพการเย็นตัวยิ่งยวดสูง [6]

### 2.3 หลักการของกระบวนการทุบขึ้นรูป (Forging process)

การทุบขึ้นรูป คือ กระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรมในการขึ้นรูปโลหะด้วยความดันเฉพาะที่ โดยใช้ค้อนที่มีความดันสูง หรือหัวกด กระบวนการทุบขึ้นรูปสามารถจำแนกตามอุณหภูมิขณะทุบขึ้นรูปได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ การทุบขึ้นรูปเย็น (cold forging) การทุบขึ้นรูปร้อน (hot forging or warm forging) ซึ่งแบ่งตามอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ หากกระบวนการทุบขึ้นรูปทำที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ จัดว่าเป็นการทุบขึ้นรูปร้อน หากต่ำกว่าจะจัดว่าเป็นการทุบขึ้นรูปเย็น กระบวนการทุบขึ้นรูปถูกนำไปใช้ในหลายอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมเครื่องจักร อุตสาหกรรมเครื่องเรือน อุปกรณ์การช่าง อาวุธ และเครื่องประดับ ฯลฯ

นอกจากนี้ในช่วงยุคปฏิวัติอุตสาหกรรม ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปถูกนำมาใช้เป็นชิ้นส่วนเครื่องจักรอย่างกว้างขวาง ในส่วนที่ต้องการความแข็งแรงสูง แต่ชิ้นงานทุบขึ้นรูปยังจำเป็นต้องผ่านกระบวนการอื่น ๆ เพื่อให้ได้รูปร่างตามชิ้นส่วนที่ต้องการ ปัจจุบันกระบวนการทุบขึ้นรูปถูกใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่างๆ [7, 8]



## 2.4 ผลของการเสียรูปแบบพลาสติกต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน

### 2.4.1 ผลของการทุบขึ้นรูปร้อน (hot forging)

การกดขึ้นรูปร้อน คือ การขึ้นรูปโลหะด้วยความดันเฉพาะที่ โดยใช้ก้อนที่มีความดันสูง หรือหัวกด โดยกระบวนการทุบขึ้นรูปทำที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิการตกผลึกใหม่

ตารางที่ 2.2 ตารางแสดงค่าความแข็งของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 18Ni C300 ที่ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปร้อนที่การเสียรูปแบบพลาสติกต่างๆ [9]

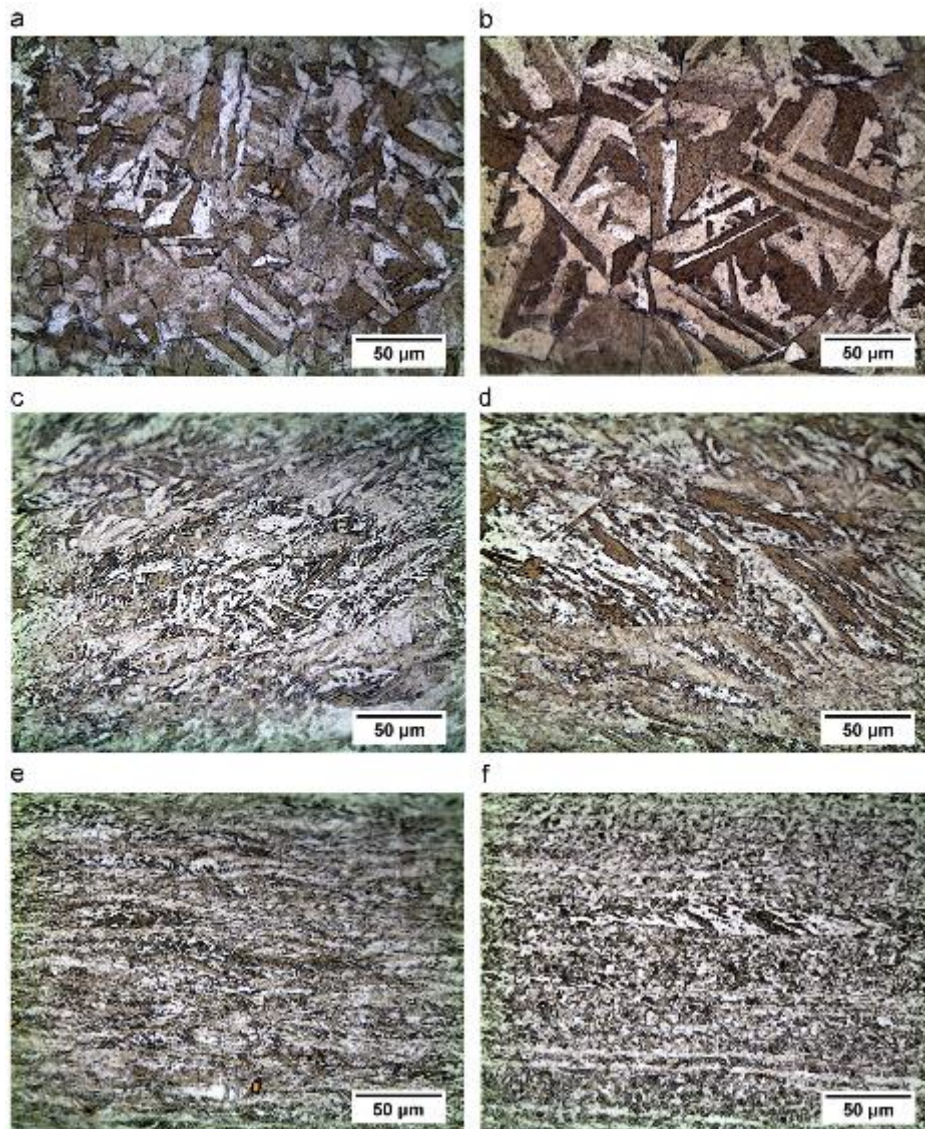
Temperature Forging	Deformation		
	WD	LD	HD
	hardness (Hv)	hardness (Hv)	hardness (Hv)
950 °C	325±6	342±3	352±3
1050 °C	328±5	335±4	356±3

โดยที่ WD คือ ไม่ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปร้อน (without deformation)

LD คือ ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปร้อน โดยเกิดการเสียรูปแบบพลาสติก 30 เปอร์เซ็นต์ (low deformation)

HD คือ ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปร้อน โดยเกิดการเสียรูปแบบพลาสติก 60 เปอร์เซ็นต์ (high deformation)

จากตารางที่ 2.2 ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูปที่เกิดการเสียรูปแบบพลาสติกมากกว่า จะมีความแข็งมากกว่า ในขณะที่อุณหภูมิตั้งแต่ระหว่างกระบวนการการทุบขึ้นรูปไม่มีนัยสำคัญต่อความแข็งของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 18Ni C300 ที่เป็นเช่นนี้ เนื่องจากระหว่างกระบวนการทุบขึ้นรูปร้อน เกรนของออสเทนไนต์ (austenite) เกิดการตกผลึกใหม่ทำให้เกรนมีขนาดเล็กลง เมื่อทำการชุบแข็งจึงเกิดมาเทนไซต์ (martensite) ที่มีขนาดเล็กลงเช่นกัน นอกจากนี้การเกิดดิสโลเคชันภายในเกรนของออสเทนไนต์ เนื่องจากการเสียรูปแบบพลาสติกระหว่างการทุบขึ้นรูปร้อน เป็นตัวขัดขวางไม่ให้เกรนมาเทนไซต์เกิดได้เต็มเกรนออสเทนไนต์ จึงทำให้ขนาดของเกรนมาเทนไซต์มีขนาดเล็กลง ส่งผลให้ความแข็งเพิ่มขึ้น ตามภาพที่ 2.12 [9]

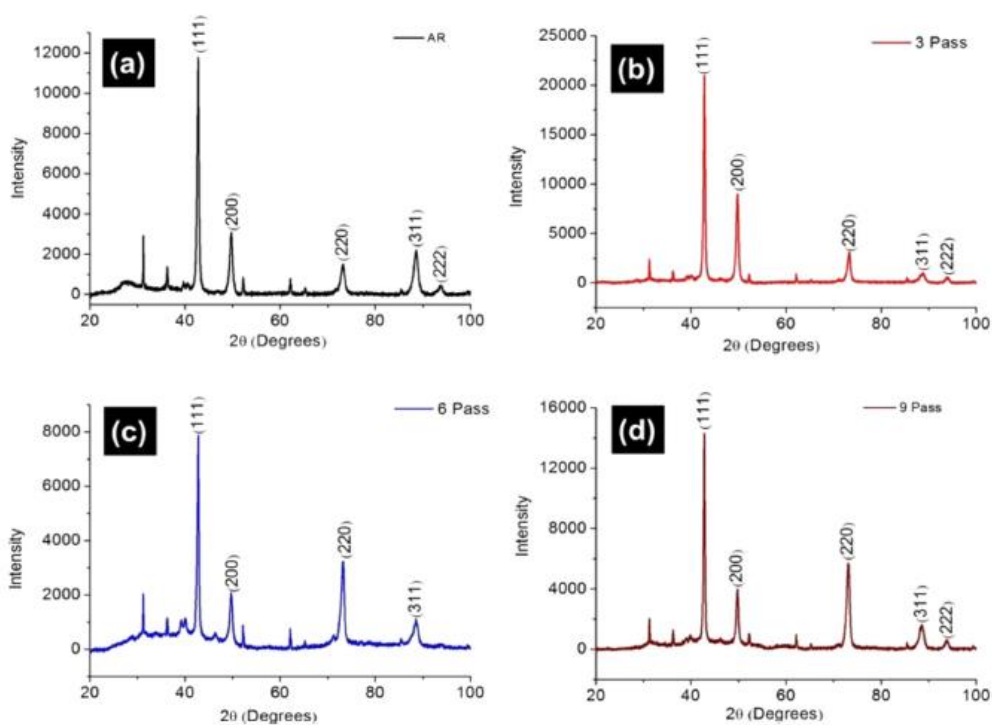


ภาพที่ 2.12 ภาพแสดงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด Ni18 C300 ที่เปอร์เซ็นต์การเสียรูปพลาสติกต่างๆ และที่อุณหภูมิการชุบขึ้นรูป 950°C (ภาพแถวซ้าย) และ 1050°C (ภาพแถวขวา) (a,b-WD), (c,d-LD), (e,f-HD) [9]

#### 2.4.2 ผลของการเสียรูปแบบพลาสติกอย่างรุนแรง (Severe Plastic Deformation)

เทคนิคการขึ้นรูปโลหะด้วยการเสียรูปแบบพลาสติกอย่างรุนแรง คือ การขึ้นรูปชิ้นงานโลหะด้วยการให้ความเครียดปริมาณมากต่อชิ้นงาน (Very large strains) เพื่อให้ชิ้นงานโลหะมีความหนาแน่นของดิสโลเคชันสูง (High dislocation density) และมีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียด (Ultrafine grain material, UFG) ขนาดเกรนเล็กกว่า 500 นาโนเมตร หรือเกิดเป็นผลึกระดับนาโนเมตร (Nanocrystalline) ขนาดเกรนเล็กกว่า 100 นาโนเมตร

ซึ่งเทคนิคการขึ้นรูปด้วยการเสียรูปแบบพลาสติกอย่างรุนแรงนี้ปัจจุบันมีด้วยกันหลายเทคนิค ได้แก่ Multidirectional forging (MDF), Equal channel angular pressing (ECAP), High pressure torsion (HPT), Accumulative roll bonding (ARB) ฯลฯ [10]



ภาพที่ 2.13 แสดงกราฟ XRD patterns ของชิ้นงานที่ผ่าน MDF (a) as receive, (b) strain 0.25, (c) strain 0.5, (d) strain 0.75 [10]

ตารางที่ 2.3 ตารางแสดงค่าขนาดเกรนและ lattice strain ของชิ้นงาน [10]

Samples	Classical Williamson-Hall		Modified Williamson-Hall	
	D (nm)	$(\epsilon^2)^{\frac{1}{2}}$	D (nm)	$(\epsilon^2)^{\frac{1}{2}}$
AR	240	0.00001	225	0.000015
0.25 strain	175	0.01200	165	0.013000
0.50 strain	150	0.01220	110	0.013300
0.75 strain	90	0.01030	81	0.010500

ค่าในตารางที่ 2.2 ได้มาจากการคำนวณ XRD patterns โดยคำนวณจากความกว้างของพีค (Peak broadening,  $\beta$ ) โดยใช้สมการ

$$\beta = \sqrt{\beta_{obs}^2 - \beta_{Si}^2} \quad (2.1)$$

โดยที่  $\beta$  คือ ความกว้างพีคของชิ้นงาน (The specimen's peak broadening)

$\beta_{obs}$  คือ อัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับความสูงพีคสูงสุดของชิ้นงานทดสอบที่ระนาบที่สนใจ (The integral breadth of the equivalent (h k l) reflection by the specimen)

$\beta_{Si}$  คือ อัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับความสูงพีคสูงสุดของชิ้นงานซิลิกอนมาตรฐานที่ระนาบที่สนใจ (The integral breadth of the equivalent (h k l) reflection by standard silicon disc)

จากนั้นเราจะสามารถประมาณค่าขนาดของเกรนได้จากความกว้างพีคของชิ้นงานด้วยสมการของ Debye-Sherrer

$$D = \frac{K\lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta} \quad (2.2)$$

โดยที่  $D$  คือ ขนาดเกรน (Crystalline size)

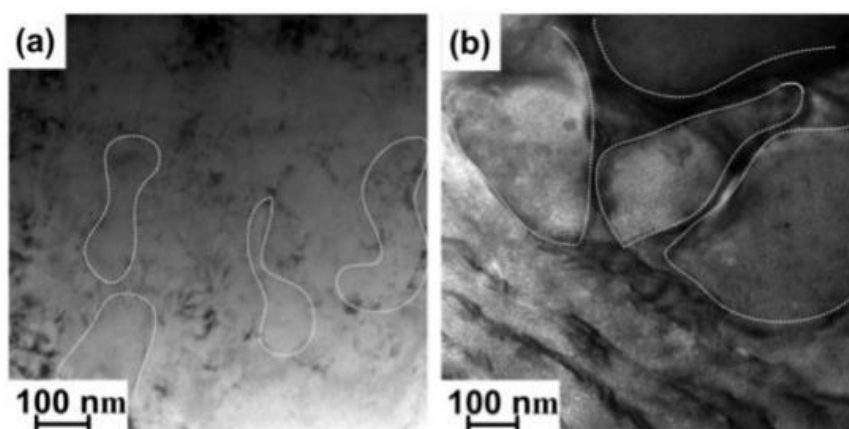
$K$  คือ shape factor (0.9)

$\lambda$  คือ wavelength of Cu  $K\alpha$

เนื่องจากชิ้นงานได้รับความเครียดจึงทำให้เกิดความไม่สมบูรณ์ในผลึกและเกิดการบิดเบี้ยวของผลึก ซึ่งส่งผลต่อความกว้างพีคของชิ้นงานเช่นกัน ตามสมการ

$$\varepsilon = \frac{\beta_{hkl}}{4 \tan \theta} \quad (2.3)$$

$\varepsilon$  : ความเครียดเหลือค้างภายในผลึก (Lattice strain)

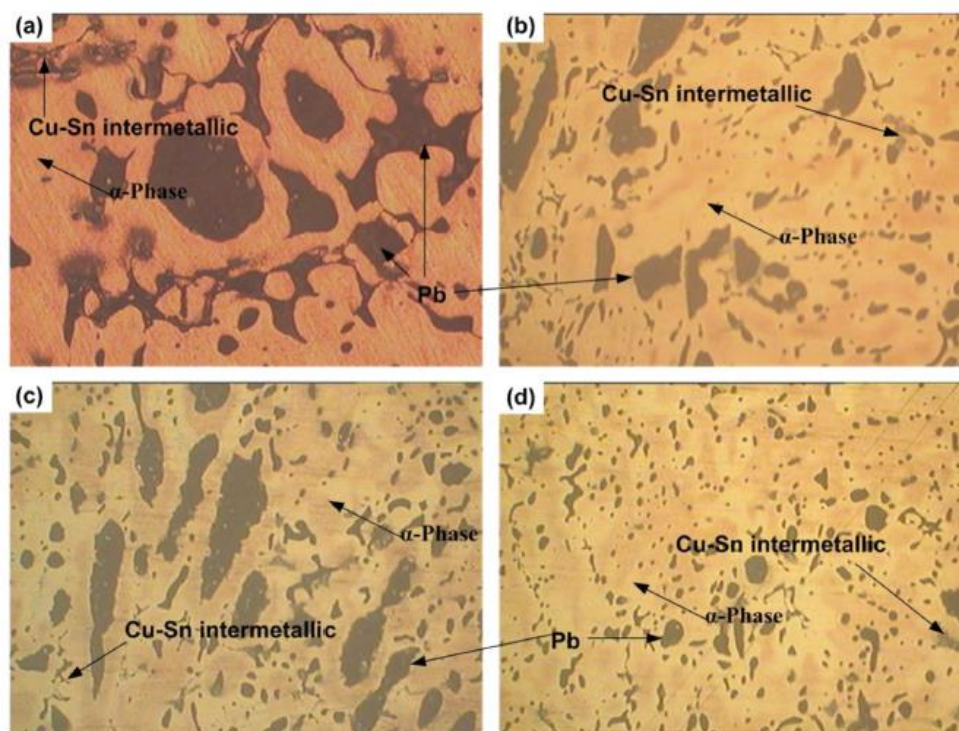


ภาพที่ 2.14 ภาพถ่าย TEM ของชิ้นงาน (a) As received–bright field (BF), (b) strain 0.25–BF, ชิ้นงานโลหะทองแดงผสมดีบุก [10]

จากภาพที่ 2.14 (a) และ (b) ในส่วนภายในเส้นปะเป็นเนื้อพื้นทองแดงซึ่งมีธาตุผสมน้อยมาก และมีดีบุกกระจายอยู่ทั่วไปแบบไม่ต่อเนื่องในเนื้อพื้น นอกจากนี้เฟสทองแดงแอลฟาปฐมภูมิซึ่งเป็นเฟสที่ทองแดงมีความบริสุทธิ์มากเนื่องจากในช่วงแรกของการแข็งตัวจะเกิดการผลึกอะตอมของธาตุผสมอย่างดีบุกออกเกิดการสะสมของอะตอมดีบุกรอบๆ เฟสทองแดงแอลฟา จึงส่งเสริมให้เกิดสารประกอบเชิงโลหะ (intermetallic compound) ระหว่างทองแดงและดีบุก ซึ่งมีความแข็งและความแข็งแรงสูง และเมื่อการเสียรูปพลาสติกเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้เกิดดิสโลเคชันมากขึ้น ดิสโลเคชันรวมตัวกับเกิดขอบเกรนย่อย (sub grain boundary) ซึ่งเป็นตัวแยกเฟสทองแดงแอลฟาที่มีธาตุผสมต่ำออกเป็นหลายเกรน

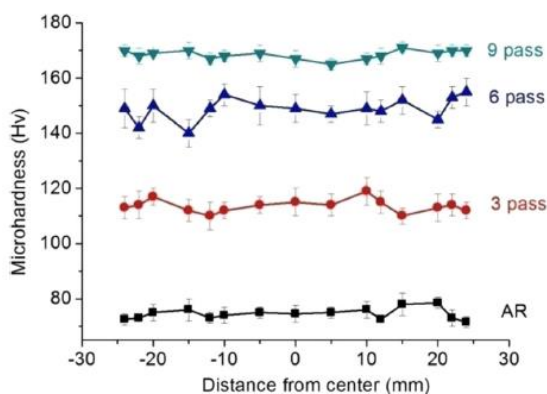
ตารางที่ 2.4 แสดงสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน [10]

Sample	Hardness (Hv)	Yield strength (MPa)	Ultimate strength (MPa)	Strain (%)
AR	75±3	80	199	24.20
0.25 strain	115±5	125	201	4.59
0.50 strain	150±8	140	261	3.80
0.75 strain	175±2	185	346	6.39



ภาพที่ 2.15 ภาพถ่าย optical microscope ของชิ้นงานโลหะทองแดงผสมดีบุก (a) as receive, (b) strain 0.25, (c) strain 0.5 และ (d) strain 0.75 [10]

จากภาพที่ 2.14 ภาพโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านการเสีรูปต่างๆ ประกอบไปด้วยสามส่วนคือ แอลฟาเฟสซึ่งเป็นสารละลายของแข็งของทองแดงและดีบุก, สารประกอบเชิงโลหะระหว่างทองแดงและดีบุก และตะกั่วที่ตกตะกอนออกมา ซึ่งเมื่อชิ้นงานได้รับการเสีรูปมากขึ้น ส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคที่ได้ละเอียดและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) มากขึ้น



ภาพที่ 2.16 กราฟแสดงความแข็งของชิ้นงาน as receive (AR), strain 0.25 (3 pass), strain 0.5 (6 pass) และ strain 0.75 (9 pass) [10]

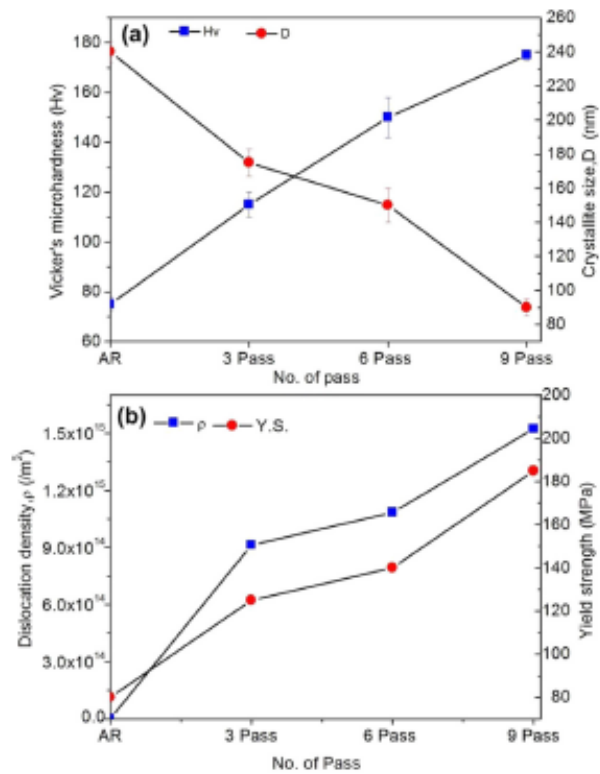
AR : ชิ้นงานที่ได้รับจากกระบวนการหล่อ

3 pass : ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูป 3 ครั้ง มีความเครียด 0.25

6 pass : ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูป 6 ครั้ง มีความเครียด 0.50

9 pass : ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการอัดขึ้นรูป 9 ครั้ง มีความเครียด 0.75

ชิ้นงานที่ได้รับการเสีรูปพลาสติกส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคละเอียดขึ้นทำให้ความแข็งของชิ้นงานสูงขึ้น เนื่องจากขอบเกรนที่มากขึ้นและสารประกอบเชิงโลหะที่กระจายตัวในเนื้อพื้นมากขึ้น ซึ่งทำให้การเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันยากขึ้น นอกจากนี้หากสังเกตจากค่าความคลาดเคลื่อนของค่าความแข็งที่ต่ำลงในชิ้นงานที่ได้รับการเสีรูปพลาสติกสูง สามารถสรุปได้ว่าโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น



ภาพที่ 2.17 กราฟแสดงสมบัติเชิงกลต่างๆ ของชิ้นงาน [10]

การเพิ่มขึ้นของความแข็งแรงของชิ้นงานโลหะผสม ในขณะที่ขนาดของเกรนเล็กลง สามารถอธิบายด้วยความสัมพันธ์ของ Hall-Petch

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_H D^{-\frac{1}{2}} \quad (2.4)$$

$$H_v = H_0 + k_H D^{-\frac{1}{2}} \quad (2.5)$$

จากสมการความสัมพันธ์ของความเค้นวิกฤติที่ทำให้เกิดการคราก (yield strength,  $\sigma_y$ ) และความแข็งแรงที่อุณหภูมิห้อง (room temperature hardness,  $H_v$ ) มีความสัมพันธ์แบบส่วนกลับกับขนาดเกรนเฉลี่ย (average grain size,  $D$ ) ของวัสดุ

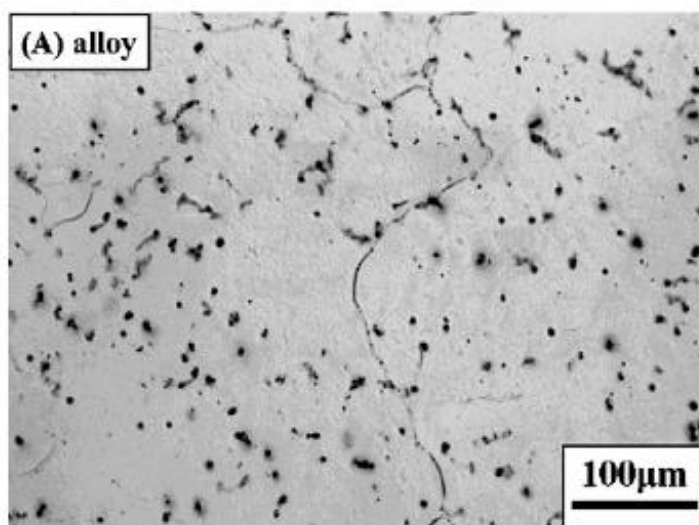
## 2.5 กระบวนการ grain refinement

กระบวนการ grain refinement คือ กระบวนการในการทำให้โครงสร้างจุลภาคมีความละเอียดหรือขนาดเกรนเล็กลง เพื่อที่จะทำให้โลหะมีคุณสมบัติทางกลที่ดีขึ้น ทั้งในด้านความแข็ง (hardness) และความแข็งแรง (strength) ซึ่งล้วนแล้วแต่อาศัยกลไก grain boundary strengthening มีกรรมวิธีในการทำ ตัวอย่างเช่น การเติมธาตุผสม การเพิ่มอัตราการเย็นตัวด้วยการชุบแข็ง การขึ้นรูปร้อน การเปลี่ยนรูปพลาสติกอย่างรุนแรง ฯลฯ

### 2.5.1 การเติมธาตุผสม

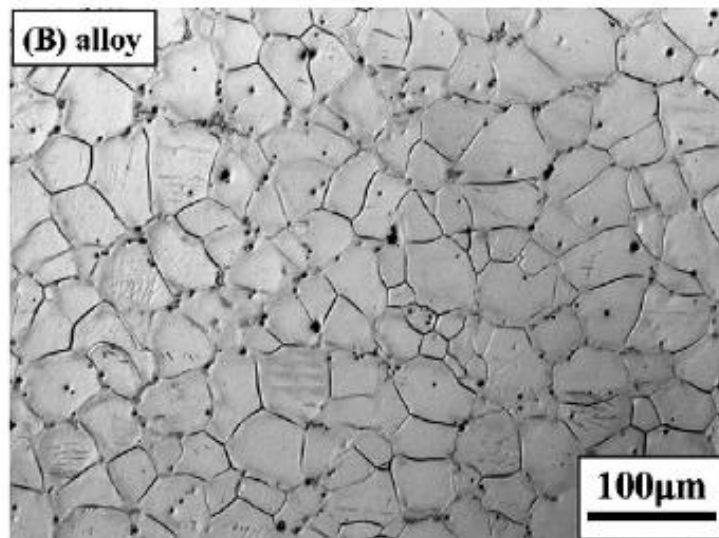
การเติมธาตุผสมเพื่อให้เกิดโครงสร้างจุลภาคที่มีความละเอียดในโลหะนั้น มีหลายกลไกการเกิดเช่นกัน ตัวอย่างเช่น การเติมธาตุผสมเพื่อเพิ่ม undercooling ขณะโลหะแข็งตัว การเติมธาตุผสมเพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงโลหะซึ่งประพฤติเป็น nucleation site หรือการเติมสารประกอบเชิงโลหะลงไปเพื่อให้เป็น nucleation site

การเติมเซอร์โคเนียม (zirconium, Zr) ลงในโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียม 10 เปอร์เซ็นต์โดยมวล (magnesium-gadolinium alloy, Mg-Gd alloy) ซึ่งระหว่างการแข็งตัว เซอร์โคเนียมเกิดการแข็งตัวก่อนเป็นอนุภาคของเซอร์โคเนียมประพฤติตัวเป็น nucleation site ซึ่งจะเห็นได้จากภาพที่ 2.20 ว่าพบเซอร์โคเนียมเป็นแกนกลางของเกรนแมกนีเซียม (Zr-rich core) [11]

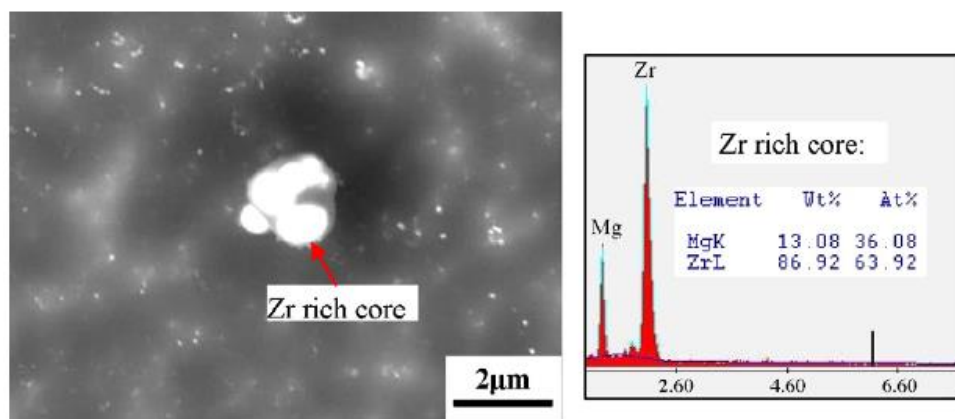


ภาพที่ 2.18 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียม [11]



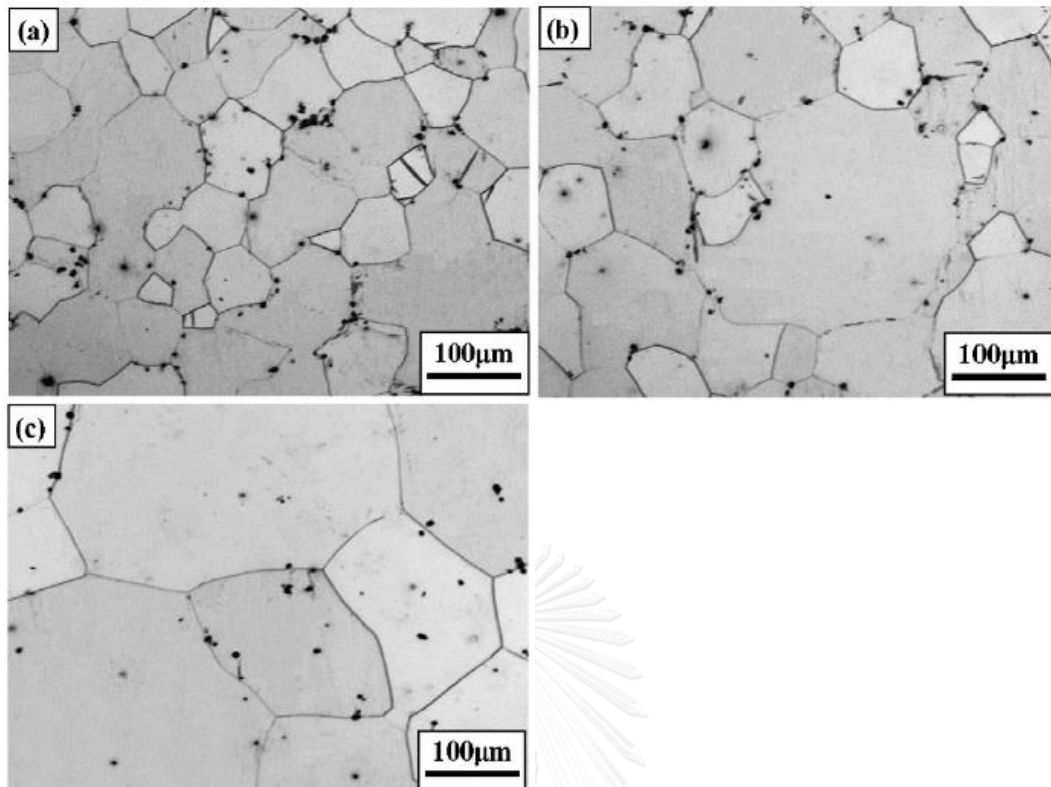


ภาพที่ 2.19 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมเซอร์โคเนียมที่ได้จากกระบวนการหล่อ [11]



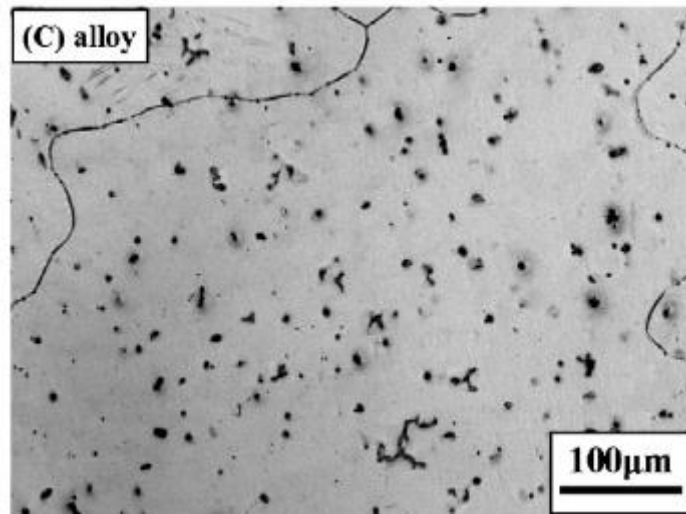
ภาพที่ 2.20 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมเซอร์โคเนียม [11]

เมื่อนำชิ้นงานโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมและเซอร์โคเนียม ไปทำการอบ เพื่อให้โครงสร้างจุลภาคมีความสม่ำเสมอ (homogenization treatment) ที่อุณหภูมิ  $520^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 10, 20 และ 40 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างจุลภาคมีความหยาบขึ้น ขนาดเกรนมากขึ้น เนื่องจากเกิดการเติบโตของเกรน ดังแสดงในภาพที่ 2.21

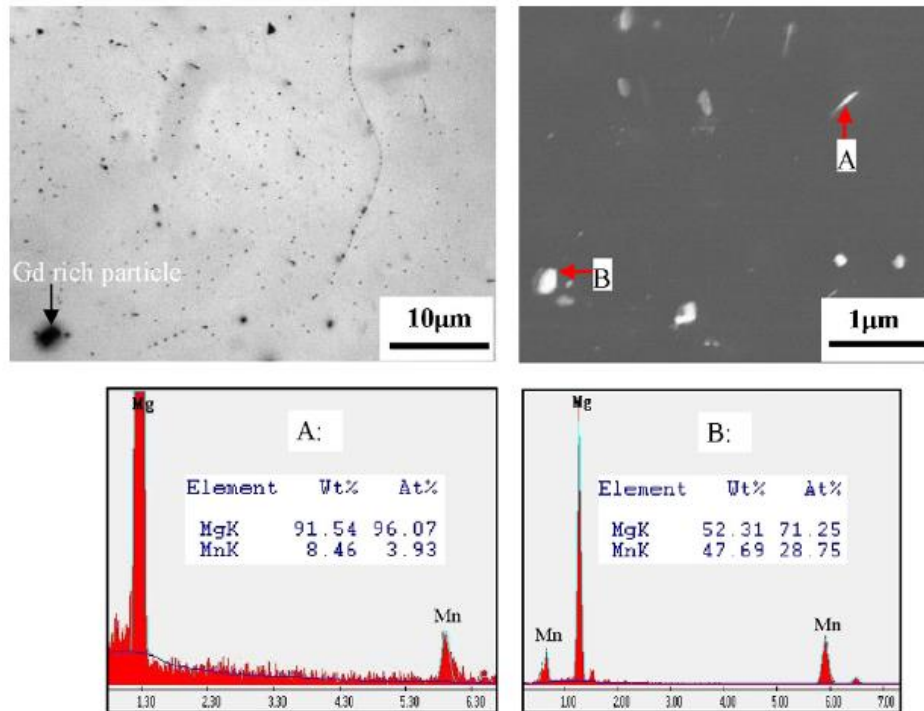


ภาพที่ 2.21 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค ผ่านการอบที่ 520°C เป็นเวลา (a) 10, (b) 20 และ (c) 40 ชั่วโมง [11]

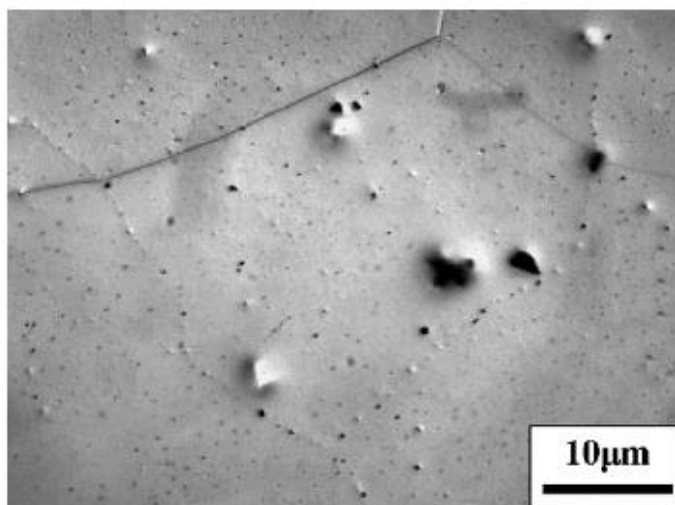
อย่างไรก็ตามชนิดของธาตุผสมและธาตุหลักก็เป็นตัวแปรสำคัญที่กำหนดกลไกการเกิดกระบวนการ grain refinement ตัวอย่างเช่น การเติมแมงกานีส (Manganese, Mn) ลงในโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียม 10 เปอร์เซ็นต์โดยมวล [11] ไม่ได้ช่วยให้โครงสร้างจุลภาคมีความละเอียดมากขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 2.22 จากนั้นนำชิ้นงานไปอบเพื่อให้โครงสร้างจุลภาคมีความสม่ำเสมอที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงพบว่า Mg-Gd eutectic phase หายไป แต่ยังคงพบ Gd-rich particle หลงเหลืออยู่ในโครงสร้างจุลภาคเล็กน้อย พบ  $\alpha$ -Mn particles กระจายอยู่ตามขอบเกรน ดังแสดงในภาพที่ 2.23 เมื่ออบเป็นเวลา 40 ชั่วโมง พบว่าเกิดการเติบโตของเกรน ในขณะที่  $\alpha$ -Mn particles ยังคงอยู่ในตำแหน่งเดิม ดังแสดงในภาพที่ 2.24



ภาพที่ 2.22 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีส [11]

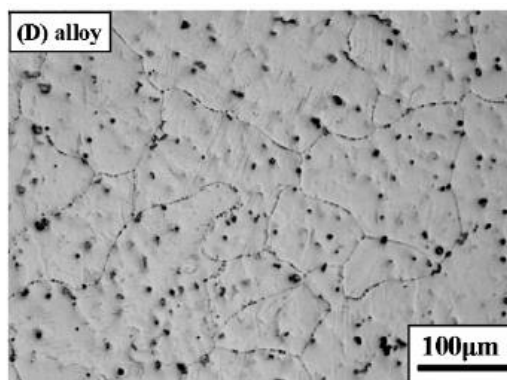


ภาพที่ 2.23 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีส หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง [11]

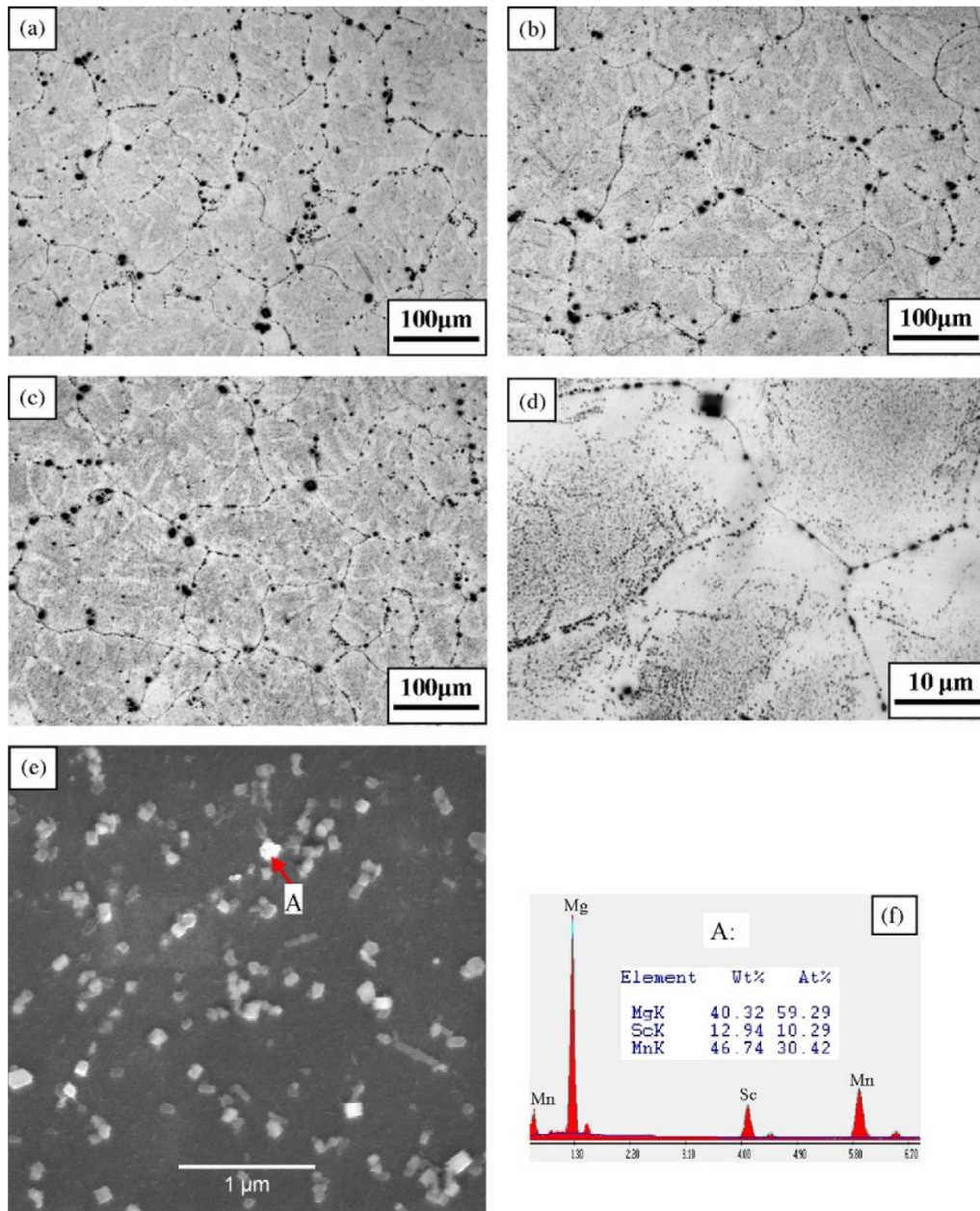


ภาพที่ 2.24 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของโลหะแมงกานีสผสม แกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีส หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา 40 ชั่วโมง [11]

ตัวอย่างเช่น การเติมแมงกานีส (Manganese, Mn) และสแกนเดียม (Scandium, Sc) ลงในโลหะแมงกานีสผสมแกโดลิเนียม 10 เปอร์เซ็นต์โดยมวล [11] เกิดการฟอร์มตัวของสารประกอบเชิงโลหะ  $Mn_2Sc$  ซึ่งเกิดขึ้นขณะแข็งตัวที่อุณหภูมิสูง ประพฤติตัวเป็น nucleation site และเมื่อเกิดการฟอร์มตัวยังอาจทำให้ constitutional undercooling ที่ผิวหน้าระหว่างของเหลวและของแข็งเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังยับยั้งการเติบโตของเกรนขณะเย็นตัวด้วย จึงส่งผลต่อการทำให้โครงสร้างจุลภาคมีความละเอียด ดังแสดงในภาพที่ 2.25 เมื่อนำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา 10, 20 และ 40 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างจุลภาคยังคงมีขนาดเกรนที่ไม่เปลี่ยนแปลง เนื่องจากสารประกอบเชิงโลหะ  $Mn_2Sc$  ที่กระจายตัวมากอยู่ตามขอบเกรนสามารถยับยั้งการเกิดการเติบโตของเกรนได้ ดังแสดงในภาพที่ 2.26



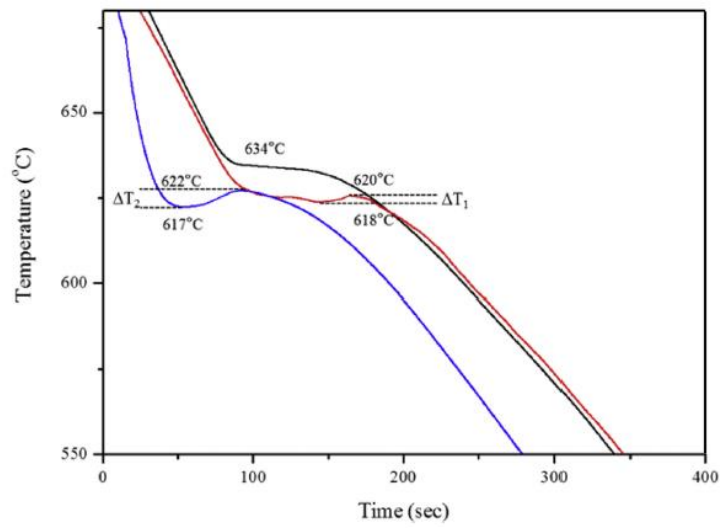
ภาพที่ 2.25 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะแมงกานีสผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีสและ สแกนเดียม [11]



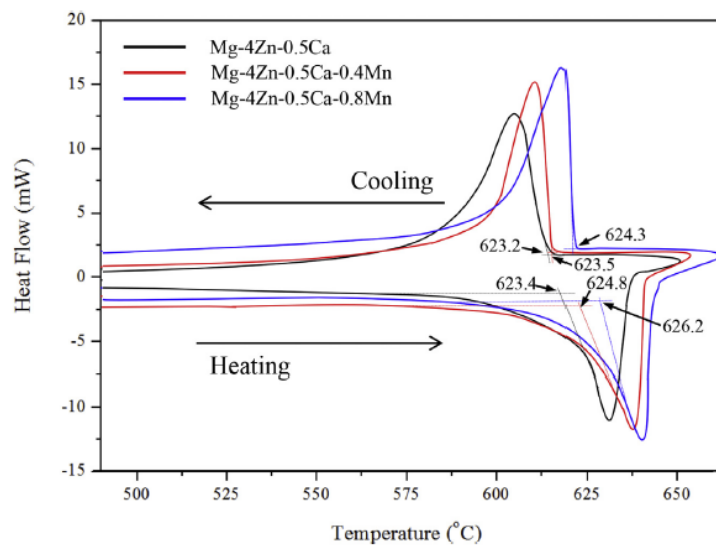
ภาพที่ 2.26 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS ของโลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมที่เติมธาตุผสมแมงกานีสและสแกนเดียม หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 520°C เป็นเวลา

(a) 10 , (b) 20 และ (c) 40 ชั่วโมง [11]

การเติมธาตุผสมแมงกานีสในโลหะแมกนีเซียมผสมสังกะสี 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล และแคลเซียม 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยมวล (Mg-4Zn-0.5Ca alloy) [12] ส่งผลทำให้ undercooling ( $\Delta T$ ) ในระหว่างการแข็งตัวเพิ่มขึ้น ทำให้โครงสร้างจุลภาคมีความละเอียดแสดงในภาพที่ 2.27 ผลวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานด้วยเทคนิค DSC แสดงในภาพที่ 2.28 สรุปค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ DSC แสดงไว้ในตารางที่ 2.5 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงแสดงในภาพที่ 2.29



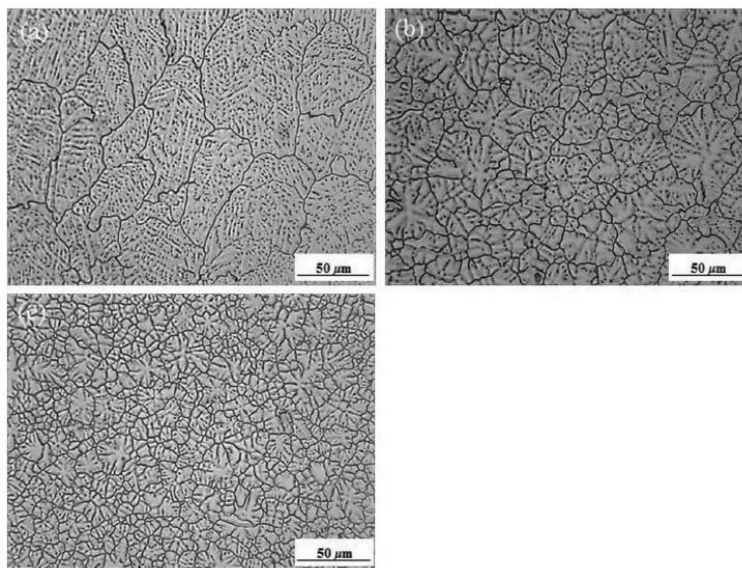
ภาพที่ 2.27 กราฟแสดงอุณหภูมิหน้าโลหะขณะเย็นตัว ที่เปอร์เซ็นต์โดยมวลของแมงกานีส 0, 0.4 และ 0.8 [12]



ภาพที่ 2.28 กราฟแสดงผลวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานด้วยเทคนิค DSC [12]

ตารางที่ 2.5 ค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ DSC [12]

	$T_{onset}(^{\circ}\text{C})_{heating}$	$T_{end}(^{\circ}\text{C})_{heating}$	$T_{onset}(^{\circ}\text{C})_{cooling}$	Undercooling ( $^{\circ}\text{C}$ )	$\Delta H_s(jg^{-1})$
Mg-4Zn-0.5Ca	623.4	636.7	623.2	0.2	183
Mg-4Zn-0.5Ca-0.4Mn	624.8	641.1	623.5	1.3	212
Mg-4Zn-0.5Ca-0.8Mn	626.2	643.3	624.5	1.7	376



ภาพที่ 2.29 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของโลหะ (a) Mg-4Zn-0.5Ca alloy, (b) Mg-4Zn-0.5Ca-0.4Mn alloy และ (c) Mg-4Zn-0.5Ca-0.8Mn alloy [12]

### 2.5.2 การเปลี่ยนรูปพลาสติกเพื่อให้เกิดการตกผลึกใหม่

การเปลี่ยนรูปพลาสติกในโลหะทำให้เกิดการสะสมพลังงานภายใน ในรูปของดิสโลเคชัน นอกจากนี้ยังเกิดความร้อนขึ้นด้วย ซึ่งหากความร้อนและพลังงานภายในเพียงพอทำให้เกิดการตกผลึกใหม่เพื่อลดพลังงานภายในระบบ หรือในหลายๆ กรณี อาจใช้กรรมวิธีทางความร้อน (heat treatment) กับชิ้นงานที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติกเพื่อให้เกิดการตกผลึกใหม่

ตัวอย่างเช่น การอัดขึ้นรูป (extrusion) โลหะแมกนีเซียมผสมแกโดลิเนียมทั้ง 4 ส่วนผสมที่ได้กล่าวไปข้างต้น ส่งผลให้เกิดการตกผลึกใหม่ ทำให้โครงสร้างจุลภาคละเอียด และมีขนาดเกรนที่เล็กลง ดังแสดงในภาพที่ 2.28 [11] นอกจากนี้ยังมีการเปลี่ยนรูปพลาสติกอีกหลายกระบวนการ เช่น การรีดขึ้นรูป การทุบขึ้นรูป ฯลฯ

## 2.6 การตกผลึกใหม่ (recrystallization)

การตกผลึกใหม่ คือ การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคซึ่งเกิดขึ้นขณะอบคืนตัวหลังจากกระบวนการขึ้นรูปเย็น (cold-worked) ในวัสดุโลหะ เพื่อที่จะลดพลังงานที่สะสมภายในระบบซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนรูปพลาสติก การลดลงของพลังงานภายในระบบนี้เกิดจากการเรียงตัวใหญ่และขจัดตำหนิภายในโครงสร้างผลึก อ้างอิงจาก Haebner การเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้างผลึกหลักๆ มีด้วยกัน 5 ประเภท [13] ได้แก่

1. ปฏิกริยาระหว่างตำหนิแบบจุด (reaction of point defects)
2. การหักล้างกันของดิสโลเคชันที่มีทิศทางตรงกันข้ามและการหดตัวของดิสโลเคชันลูป (dislocation annihilation of opposite signs and shrinking of dislocation loops)
3. การจัดเรียงตัวใหม่ของดิสโลเคชันเพื่อสร้างขอบเกรนที่มีมุมต่ำ (dislocation rearrangement in order to form low angle grain boundaries)
4. การเกิดขอบเกรนที่มีมุมสูง (formation of high angle grain boundaries)
5. การดูดซับตำหนิแบบจุดและดิสโลเคชันด้วยการเคลื่อนที่ของขอบเกรนที่มีมุมสูง (absorption of point defects and dislocation by migrating high angle grain boundaries)
6. การลดพื้นที่ของขอบเกรนทั้งหมด (reduction in total grain boundary area)

การเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้างผลึกในข้อที่ 1, 2, 3 และ 4 นี้จัดเป็นการอบคืนตัว (recovery) ในขณะที่ข้อ 5 และ 6 จัดเป็นการตกผลึกใหม่และการเติบโตของเกรน (recrystallization and grain growth)

ในปี ค.ศ.1960 Hornbogen ได้ศึกษาโลหะอะลูมิเนียมผสมซึ่งมีตะกอนละเอียด (fine precipitate) กระจายตัวอยู่ทั่วไปภายในโครงสร้างจุลภาค ซึ่งส่งผลยับยั้งการตกผลึกใหม่ของชิ้นงานดังกล่าวหลังผ่านกระบวนการเปลี่ยนรูปพลาสติก แต่ยังคงพบว่าชิ้นงานเกิดการอ่อนตัวเนื่องมาจากการเกิดการอบคืนตัวแบบขยาย (extended recovery) ซึ่งขณะนั้นมีความเข้าใจกันว่าเป็นอย่างเดียวกันกับการตกผลึกใหม่แบบต่อเนื่อง (continuous recrystallization) ต่อมาได้มีการเสนอข้อแตกต่างระหว่างการเกิดการอบคืนตัวแบบขยายและการตกผลึกใหม่แบบต่อเนื่องโดย Humphreys และ Chan ซึ่งสามารถแยกความแตกต่างนี้ได้ด้วยฟังก์ชันความสัมพันธ์เชิงปริมาณระหว่างขอบเกรนที่มีมุมสูงและขอบเกรนที่มีมุมต่ำที่พบภายในโครงสร้างจุลภาค



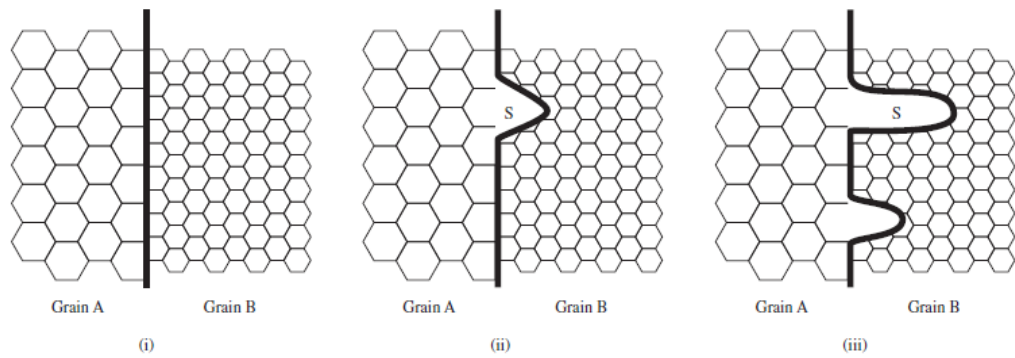
ในปี ค.ศ. 1980 ได้มีการพัฒนาและปรับปรุงเครื่องมือทดสอบทางเทคนิคที่มีความสำคัญอย่างมากต่อการศึกษาการตกผลึกใหม่และปรากฏการณ์ที่เกี่ยวข้อง ซึ่งเทคนิคนี้สามารถที่จะหาการเรียงตัวของโครงสร้างผลึกในวัสดุได้ เรียกว่า Electron Backscattered Diffraction (EBSD) ซึ่งสามารถสร้าง Kikuchi line ซึ่งบอกการเรียงตัวของโครงสร้างผลึกในแต่ละเกรนได้ ผลทดสอบที่ได้แสดงในรูปแบบของ the orientation distribution และ the boundary character distribution

### 2.6.1 การเกิดนิวคลีโอซันหรือการเริ่มต้นเกิดการตกผลึกใหม่ (nucleation or start of recrystallization)

การเกิดนิวคลีโอซันในการตกผลึกใหม่ (recrystallization nucleation) คือ การจัดเรียงตัวใหม่ของดิสโลเคชันเพื่อที่จะสร้างบริเวณที่มีความหนาแน่นของดิสโลเคชันต่ำ ซึ่งเกี่ยวข้องกับการเกิดขอบเกรนที่มีมุมสูงและมีความสามารถในการเคลื่อนที่ผ่านบริเวณเนื้อพื้นเดิมที่มีความเครียดตกค้าง ซึ่งมีความแตกต่างจากทฤษฎีการเกิดนิวคลีโอซัน (homogeneous nucleation) ในกระบวนการแข็งตัวหรือการตกตะกอนในของแข็ง (solidification or solid-state precipitation) เนื่องจากแรงขับเคลื่อนที่ต่ำ นอกจากนี้พลังงานขอบเกรนยังมีค่ามากกว่าพลังงานที่พบในการเกิดการแข็งตัวหรือการตกตะกอนในของแข็ง ในกรณีนี้การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนไม่สามารถใช้อธิบายการเกิดบริเวณไร้ตำหนิในโครงสร้างจุลภาคโดยการเกิดขอบเกรนมุมสูงได้ นิวคลีโอ (nuclei) ซึ่งเป็นจุดเริ่มต้นในการเกิดเกรนตกผลึกใหม่ (recrystallized grains) เกิดขึ้นตั้งแต่ในช่วงการเปลี่ยนรูปพลาสติก ซึ่งจะเป็นจุดเริ่มการเกิดการตกผลึกใหม่ รูปแบบการเกิดนิวคลีโอซันในการตกผลึกใหม่สามารถอธิบายได้ 3 รูปแบบ ได้แก่

1. การเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมที่มีมุมสูง (migration of pre-existing high angle boundaries)

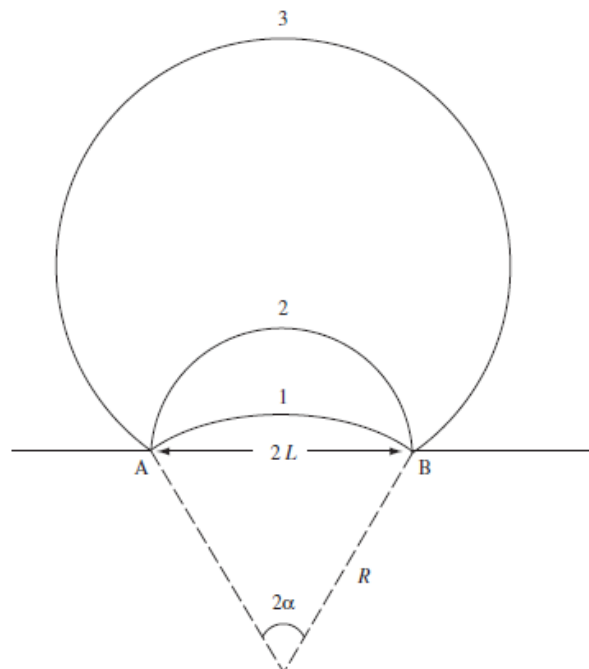
โมเดลนี้ถูกเสนอโดย Beck e Sperry ได้มาจากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง ต่อมาได้มีการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านในโลหะทองแดง, นิกเกิล, ทองคำ, เงิน และอะลูมิเนียม โดย Bailey ซึ่งในการศึกษานี้โลหะมีเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนรูปพลาสติกต่ำกว่า 40 เปอร์เซ็นต์ โดยกลไกคือขอบเกรนที่มีมุมสูงเคลื่อนไปในบริเวณที่มีเกรนความเครียดสูงอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.30



ภาพที่ 2.30 ภาพจำลองการเกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมที่มีมุมสูง [13]

โดยมีเงื่อนไขของกระบวนการเกิด คือ สมดุลของพลังงานระหว่างการลดลงของพลังงานอันเนื่องมาจากการกำจัดตำหนิในโครงสร้างกับการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวขอบเกรน โดยแสดงในสมการที่ 2.6 ภาพที่ 2.31 แสดงภาพจำลองการเกิดโมเดลนี้

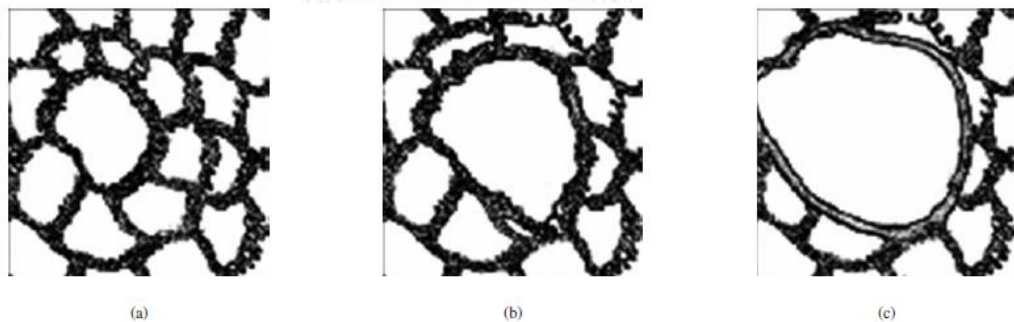
$$L = \frac{2\gamma}{\Delta E} \quad (2.6)$$



ภาพที่ 2.31 ภาพจำลองการเกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมที่มีมุมสูง [13]

2. การเกิดนิวคลีเอชันด้วยการเคลื่อนที่ของขอบเกรนมุมต่ำหรือขอบซับเกรน (nucleation by low angle boundary migration or sub-boundaries)

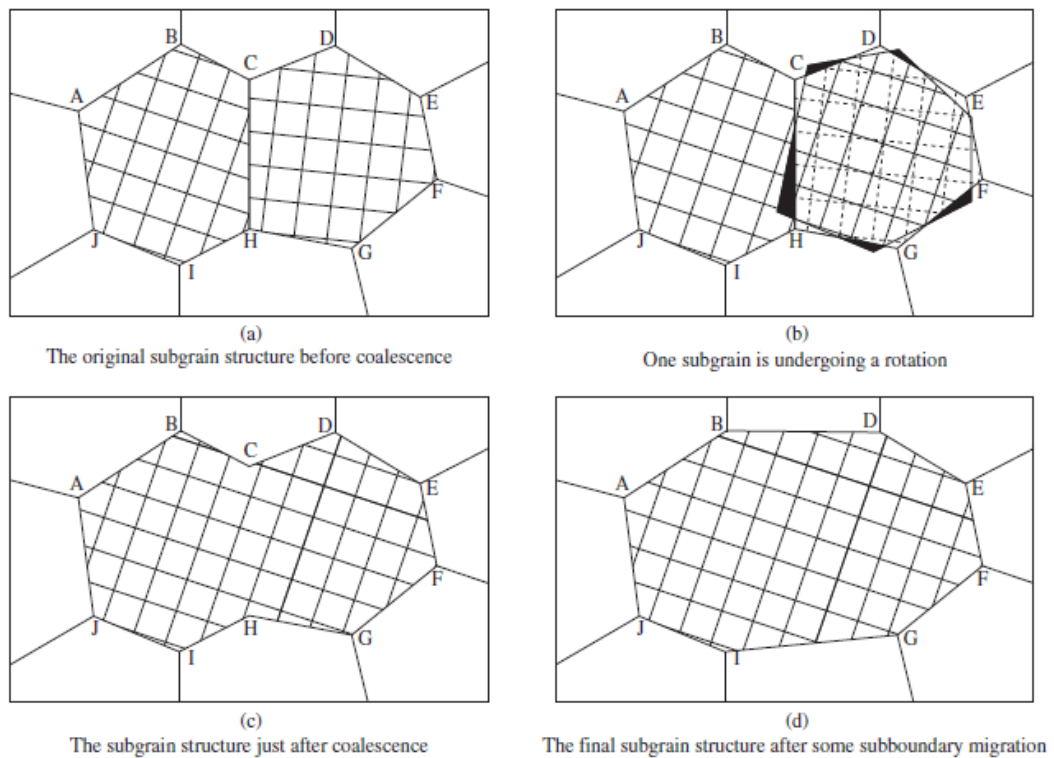
โมเดลนี้ถูกเสนอโดย Beck และ Cahn ถูกปรับปรุงเล็กน้อยโดย Cottrell จึงถูกเรียกว่า Cahn-Cottrell model โมเดลนี้มีพื้นฐานเกี่ยวกับการเกิดปรากฏการณ์ polygonization ที่บริเวณที่มีความหนาแน่นของดิสโลเคชันต่ำซึ่งถูกล้อมรอบด้วยขอบซับเกรน เมื่อซับเกรนเกิดการฟอร์มตัว มันสามารถที่จะขยายไปรอบข้างด้วยการเคลื่อนที่ของขอบซับเกรน ซึ่งจะเกิดขึ้นขณะการอบหลังผ่านกระบวนการเปลี่ยนรูปพลาสติก เพื่อลดพลังงานภายในด้วยการกำจัดตำหนิ และจัดเรียงตัวใหม่ของโครงสร้างจุลภาค ซึ่งการเคลื่อนที่ของขอบซับเกรนจะดูดซับดิสโลเคชันและทำให้ตัวมันมีความแตกต่างของการเรียงตัวในโครงสร้างผลึกมากขึ้น จนกระทั่งมันกลายเป็นขอบเกรนที่มีมุมสูง Sandstrom and collaborator ได้มีการศึกษาการเติบโตของซับเกรน (subgrain growth) ในโลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 300°C - 400°C (0.6 และ 0.7  $T_m$  ตามลำดับ) แสดงให้เห็นว่ากระบวนการนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง และมีอีกหลายงานวิจัยที่ศึกษาปรากฏการณ์นี้ ภาพจำลองการเกิดแสดงในภาพที่ 2.32



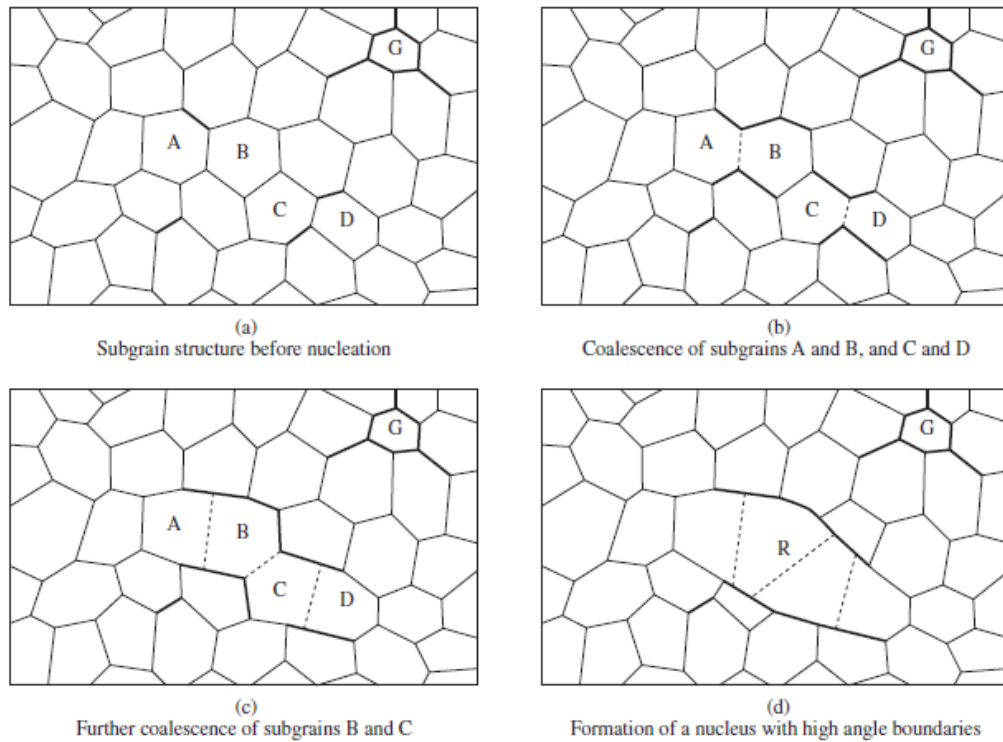
ภาพที่ 2.32 ภาพแสดงการเกิดนิวคลีเอชันของการตกผลึกใหม่ด้วยการเริ่มต้นจากซับเกรน (a) คือซับโครงสร้างเริ่มต้น (b) ซับเกรนอันใหญ่ตรงกลางกำลังเติบโตกลืนซับเกรนเล็กที่อยู่รอบๆ (c) บริเวณไร้ตำหนิที่เกิดจากการฟอร์มตัวของขอบเกรนที่มีมุมสูง [13]

3. การเกิดนิวคลีเอชันด้วยการรวมตัวของซับเกรน (nucleation by subgrains coalescence)

โมเดลนี้ถูกเสนอโดย C.S. Smith ในปี ค.ศ. 1948 และมีการศึกษา Fe-3%Si single crystals โดย Hu นอกจากนี้ Li ได้อธิบายกระบวนการนี้ด้วย จลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิก ได้สรุปไว้ว่ากระบวนการนี้เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นอย่างช้าๆ Doherty และ Szpunar แสดงให้เห็นว่าการรวมตัวของซับเกรนเกิดได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $0.65T_m$  มีการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านในโลหะอะลูมิเนียมโดย Jones ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเกิดการรวมตัวของซับเกรนที่ติดกัน ซึ่งกลไกเกิดจากการหมุนของซับเกรนเพื่อให้การจัดเรียงของโครงสร้างผลึกเหมือนกับซับเกรนข้างเคียงและเกิดการเชื่อมต่อกัน ซึ่งการหมุนของซับเกรนนี้ทำให้การเรียงตัวโครงสร้างผลึกมีความแตกต่างจากเนื้อพื้นมากขึ้น จนเกิดขอบเกรนที่มีมุมสูง ดังแสดงในภาพที่ 2.33



ภาพที่ 2.33 ภาพจำลองแสดงการเกิดกระบวนการรวมตัวของซับเกรน [13]

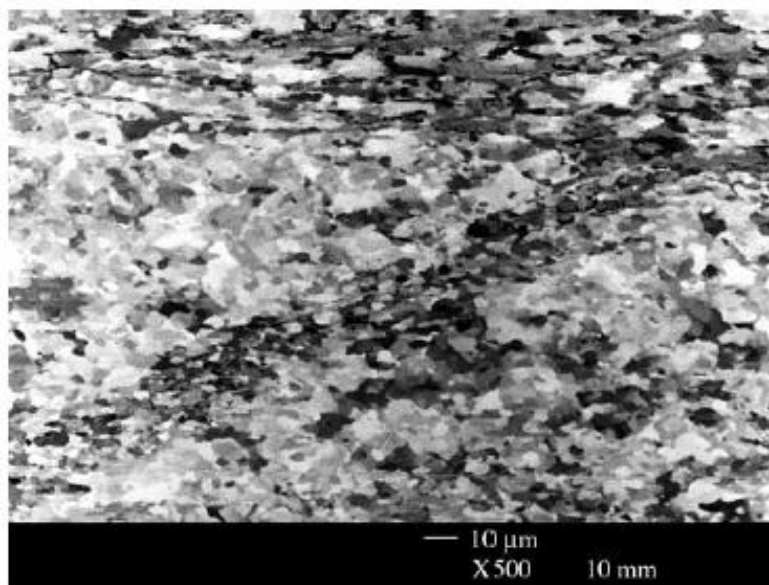


ภาพที่ 2.33 ภาพจำลองแสดงการเกิดกระบวนการรวมตัวของซับเกรน (ต่อ) [13]

การเกิดนิวคลีเอชันของการตกผลึกใหม่ทั้งสามกลไก สามารถสรุปได้ว่าหากพิจารณาการเกิดนิวคลีเอชันของการตกผลึกใหม่ด้วยการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมจำเป็นต้องมีความแตกต่างของความเครียดระหว่างเกรนที่ติดกัน และที่สำคัญคือเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนรูปพลาสติกต้องไม่เกิน 40 เปอร์เซ็นต์

งานวิจัยส่วนใหญ่มีความเกี่ยวข้องกับการเกิดการรวมตัวของซับเกรนและการเคลื่อนที่ของขอบซับเกรน โดยที่กลไกการเคลื่อนที่ของซับเกรนมีความเกี่ยวข้องกับความเครียดสูง ต้องมีการกระจายตัวของขนาดซับเกรนมาก เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงและมักจะเกิดในโลหะที่มี stacking fault energy (SFE) ต่ำ ส่วนกลไกการรวมตัวของซับเกรนมีความสัมพันธ์กับการกระจายตัวของมุมของซับเกรนที่มาก อุณหภูมิการอบต่ำ ความเครียดปานกลางและมักจะเกิดในโลหะที่มี stacking fault energy สูง

นอกจากนี้การเกิดนิวคลีเอชันของการตกผลึกใหม่นั้นมักจะเกิดขึ้นในบริเวณที่ได้รับ ความเครียดจากการเปลี่ยนรูปพลาสติกสูง ตัวอย่างเช่น twin boundaries, shear band, pre-existing high angle boundaries ฯลฯ ดังแสดงในภาพที่ 2.34



ภาพที่ 2.34 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานแทนทาลัมที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติก 72% และอบที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 30 นาที แสดงให้เห็นว่าบริเวณ shear band เกิดการตกผลึกใหม่ [13]

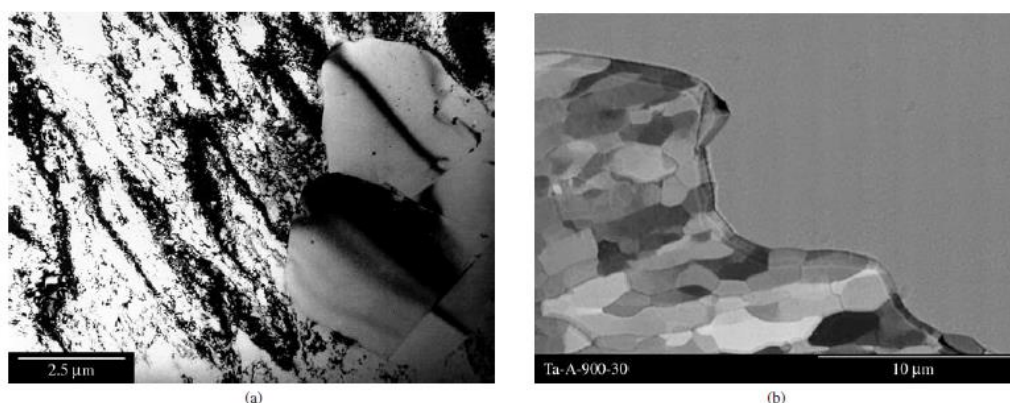
การเปลี่ยนรูปพลาสติกที่อุณหภูมิสูง (hot deformation) การเพิ่มความแข็ง (work hardening) และการกลับสู่สภาพปกติ (restoration) เกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอัตราการอบคืนตัวที่สูง ซึ่งลดแรงขับเคลื่อนในการเกิดการตกผลึกใหม่ การตกผลึกใหม่ระหว่างการเปลี่ยนรูปพลาสติกที่อุณหภูมิสูงสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ลักษณะ คือ static recrystallization คือ การตกผลึกใหม่ที่เกิดขึ้นหลังการเปลี่ยนรูปพลาสติก และ dynamic recrystallization คือ การตกผลึกใหม่ที่เกิดขึ้นระหว่างการเปลี่ยนรูปพลาสติก ปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดการตกผลึกใหม่ทั้ง 2 ประเภทนี้ ได้แก่

1. ความเครียด (strain) หากชิ้นงานได้รับความเครียดสูงจะทำให้มีโอกาสที่จะเกิด dynamic recrystallization มากกว่า static recrystallization
2. อัตราเร็วการให้ความเครียด (strain rate) ที่อัตราเร็วต่ำจะทำให้มีโอกาสที่จะเกิด dynamic recrystallization มากกว่า static recrystallization
3. stacking fault energy สูงมีโอกาสเกิด static recrystallization มากกว่า dynamic recrystallization
4. อุณหภูมิขณะการเปลี่ยนรูปพลาสติก (temperature during deformation)

## 2.6.2 การเติบโตของบริเวณที่เกิดการตกผลึกใหม่ (growth of the recrystallized regions)

การเคลื่อนที่ของขอบเกรนที่มีมุมสูงเป็นกลไกพื้นฐานที่เกิดขึ้นทั้งในการเกิดการตกผลึกใหม่และการเติบโตของเกรน (grain growth) ความแตกต่างของ 2 กระบวนการนี้คือ แรงขับเคลื่อนที่ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรนที่มีมุมสูง ซึ่งแรงขับเคลื่อนที่ทำให้เกิดการเติบโตของเกรนคือ พลังงานที่สะสมที่ขอบเกรนที่มีมุมสูง แต่แรงขับเคลื่อนที่ทำให้เกิดการตกผลึกใหม่คือ พลังงานที่สะสมจากการได้รับความเครียดซึ่งอยู่ในรูปของตำหนิภายในโครงสร้างผลึก บริเวณที่ไร้ตำหนิซึ่งล้อมรอบด้วยขอบเกรนที่มีมุมสูงนี้เป็นเสมือนนิวเคลียสของการตกผลึกใหม่ซึ่งจะขยายตัวไปบนบริเวณที่ยังไม่เกิดการตกผลึกใหม่ ภาพที่ 2.35 แสดงให้เห็นขอบหน้าที่เกิดปฏิกิริยา (reaction front or high angle boundaries) ซึ่งกำลังขยายตัวไปในบริเวณที่มีความเครียดมากกว่าหรือบริเวณที่ยังไม่เกิดการตกผลึกใหม่

ภายใต้สภาวะอุณหภูมิคงที่ โดยทั่วไปการตกผลึกใหม่แบบปฐมภูมิ (primary recrystallization) มักจะพบช่วงเวลาในการเตรียมพร้อมเพื่อสร้างนิวเคลียส (incubation time) ซึ่งมีความสามารถในการเคลื่อนที่ของขอบเกรนสูง แต่จะไม่พบช่วงเวลาฟอร์มนิวเคลียสนี้ในการเกิดการตกผลึกแบบการเคลื่อนที่ของขอบเกรนเดิมที่มีมุมสูง การเติบโตของบริเวณที่เกิดการตกผลึกใหม่เกิดจากการที่นิวเคลียสแต่ละนิวเคลียสเกิดการเติบโตมาชนซึ่งกันและกัน ถือว่าเป็นการสิ้นสุดการตกผลึกใหม่แบบปฐมภูมิ



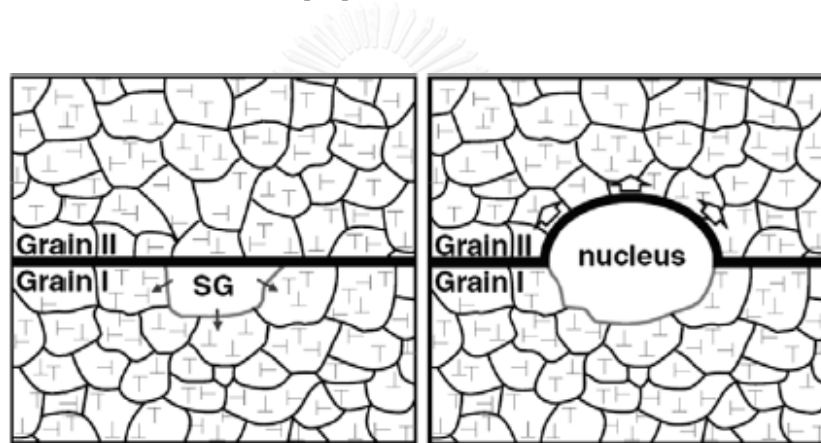
ภาพที่ 2.35 แสดง (a) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิมอสเทนนิติกที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติกที่ 50% และอบที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (b) ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานแทนทาลัมที่ผ่านการเปลี่ยนรูปพลาสติกที่ 72% และอบที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 30 นาที [13]

## 2.7 การตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติก (dynamic recrystallization, DRX)

การตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติก คือ การตกผลึกใหม่ในขณะกระบวนการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก โดยไม่ต้องผ่านการอบที่อุณหภูมิสูง แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทหลักๆ ได้แก่

### 2.7.1 การตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติกแบบไม่ต่อเนื่อง (discontinuous dynamic recrystallization, DDRX)

การตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติกแบบไม่ต่อเนื่อง คือ การเกิดการตกผลึกใหม่โดยการเกิดนิวเคลียสของเกรนใหม่ซึ่งปราศจากดิสโลเคชันจากนั้นจึงขยายตัวไปในบริเวณที่มีความหนาแน่นดิสโลเคชันสูง ซึ่งเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วและไม่ต่อเนื่อง ภาพจำลองการเกิดนิวเคลียสแสดงในภาพที่ 2.36 [14]



ภาพที่ 2.36 ภาพจำลองการเกิดนิวเคลียสของการตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติกแบบไม่ต่อเนื่อง [14]

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

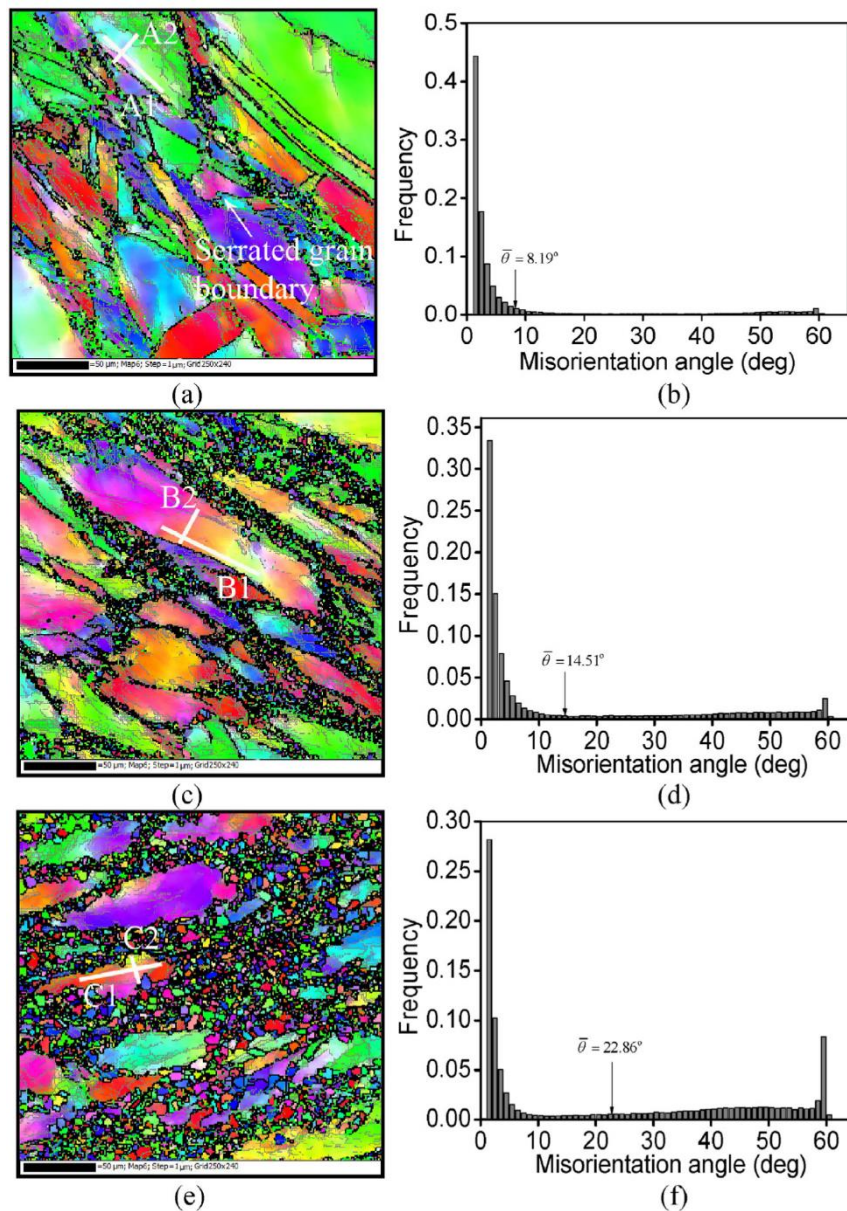
### 2.7.2 การตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติกแบบต่อเนื่อง (continuous dynamic recrystallization, CDRX)

การตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติกแบบต่อเนื่อง คือ การเกิดการตกผลึกใหม่จากการที่ดิสโลเคชันลดลงอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากการฟอร์มตัวของขอบซับเกรน และขอบซับเกรนพัฒนาต่อทำให้เพิ่มทั้งขนาดและความแตกต่างในการจัดเรียงโครงสร้างผลึกเกิดเป็นเกรนใหม่ที่ไร้ตำหนิขึ้น [14, 15] ซึ่งสามารถแบ่งออกได้อีก 2 รูปแบบด้วยกัน ได้แก่

1. Geometric dynamic recrystallization คือ การเกิดการตกผลึกใหม่เนื่องจากการเสี้ยวรูปของเกรนทำให้เกรนมีลักษณะแบนลงจนเกิดการขาดออกจากกันเกิดเป็นเกรนใหม่ โดยขอบเกรนที่แบนลงจะมีลักษณะเฉพาะที่สามารถสังเกตได้คือ มีรูปลักษณะเป็นใบเลื่อย (serrated grain boundaries) อันเนื่องมาจากผลของแรงตึงผิว ภาพ orientation imaging microscopy ของชิ้นงาน nickel

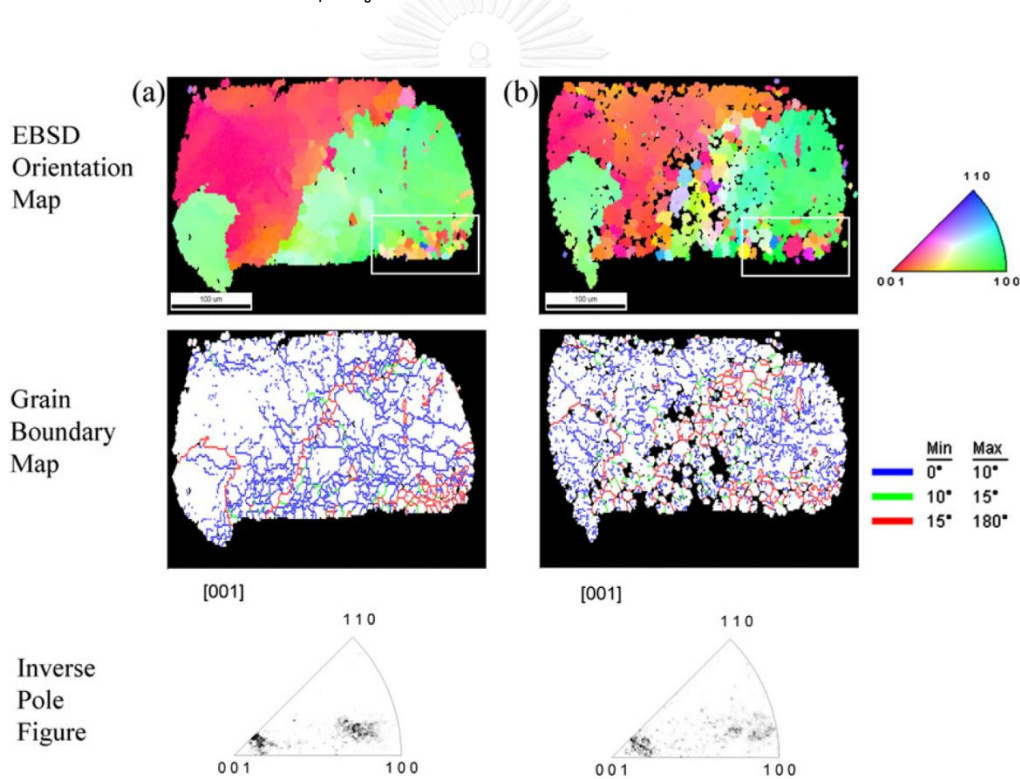


super alloy ที่ความเครียดแท้จริงต่างกัน ที่อุณหภูมิ 950°C ดังแสดงในภาพที่ 2.37 โดยเส้นสีเทาในภาพแสดงขอบเกรนที่มีมุมต่ำ และเส้นสีดำในภาพแสดงขอบเกรนที่มีมุมสูง [16]



ภาพที่ 2.37 ภาพ orientation imaging microscopy และ misorientation angle distribution ของชิ้นงาน nickel super alloy ที่ความเครียดแท้จริง (a, b) 0.36, (c, d) 0.8 และ (e, f) 1.2 ที่อุณหภูมิ 950°C [16]

2. Subgrain rotation recrystallization คือ การตกผลึกใหม่ที่เกิดจากการหมุนและการรวมตัวของซับเกรนที่มีขอบเกรนมุมต่ำ จนกระทั่งเกิดการจัดเรียงที่เหมือนกับซับเกรนข้างเคียงทำให้รวมตัวกันเกิดเกรนใหม่ ซึ่งการหมุนและการรวมตัวนี้ทำให้เกิดความแตกต่างในการจัดเรียงโครงสร้างผลึกกับเนื้อพื้นโดยรอบมากขึ้น เกิดขอบเกรนที่มีมุมสูง ภาพ orientation imaging microscopy ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมที่ได้รับ stress และ thermal cycle ดังแสดงในภาพที่ 2.38 โดยที่เส้นสีน้ำเงิน คือ ขอบเกรนที่มีมุมอยู่ในช่วง  $0^{\circ}$ - $10^{\circ}$  เส้นสีเขียว คือ ขอบเกรนที่มีมุมอยู่ในช่วง  $10^{\circ}$ - $15^{\circ}$  เส้นสีแดง คือ ขอบเกรนที่มีมุมอยู่ในช่วง  $15^{\circ}$ - $180^{\circ}$  [17]



ภาพที่ 2.38 ภาพ orientation imaging microscopy ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมที่ได้รับ stress และ thermal cycles (a) 500 cycles (b) 1000 cycles [17]

## บทที่ 3

### ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

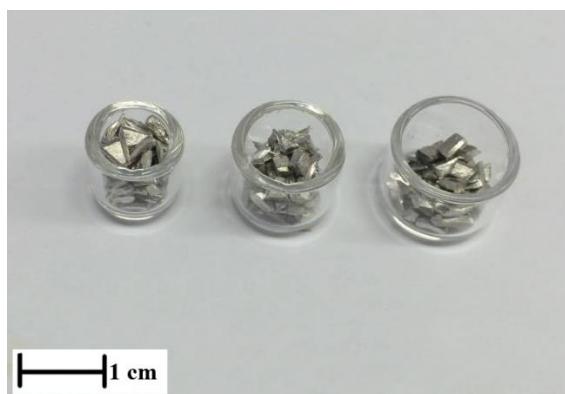
#### 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะใช้แท่งโลหะดีบุกบริสุทธิ์ และแท่งโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ใช้เป็นวัสดุโลหะตั้งต้นที่ใช้ในการหล่อแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วง ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์โดยมวลของธาตุผสมตาม ตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์โดยมวลของธาตุผสมในโลหะดีบุกที่ใช้ในงานวิจัย

ชนิดของวัสดุโลหะที่ใช้	เปอร์เซ็นต์โดยมวลของธาตุผสม										
	Sn	Pb	As	Bi	Cu	Fe	Ag	Sb	Zn	Cd	Al
โลหะดีบุกบริสุทธิ์	99.918	0.032	0.006	0.018	0.006	0.005	<0.001	0.008	<0.001	<0.001	<0.001
โลหะดีบุกผสมบิสมัท 4%wtBi	95.83	0.021	<0.010	4.12	0.006	0.003	<0.001	0.005	<0.001	<0.001	<0.001

แม่พิมพ์ถาวรที่ใช้ในการหล่อชิ้นงานทดสอบ ทำมาจากแก้วทนความร้อนบอโรซิลิเกต (borosilicate glass) ประกอบไปด้วย ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ , Silica) โบรอนไตรออกไซด์ ( $\text{B}_2\text{O}_3$ , Boron trioxide) โซเดียมออกไซด์ ( $\text{Na}_2\text{O}$ , Sodium oxide) โพแทสเซียมออกไซด์ ( $\text{K}_2\text{O}$ , Potassium oxide) และอะลูมิเนียมออกไซด์ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Aluminium oxide) ซึ่งมีคุณสมบัติทนความร้อนได้สูงสุด  $500\text{ }^\circ\text{C}$  มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ  $32.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$  มีทั้งหมด 3 ขนาด เพื่อใช้สำหรับหล่อชิ้นงานที่มี 3 ขนาดแตกต่างกัน เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 10 , 8.7 และ 7 มิลลิเมตร ดังในภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 ภาพแม่พิมพ์ถาวรแก้วทนความร้อนบอโรซิลิเกต

### 3.2 วิธีการทดลอง

#### 3.2.1 การหล่อชิ้นงานโลหะด้วยแม่พิมพ์ถาวรวิธีแรงโน้มถ่วง

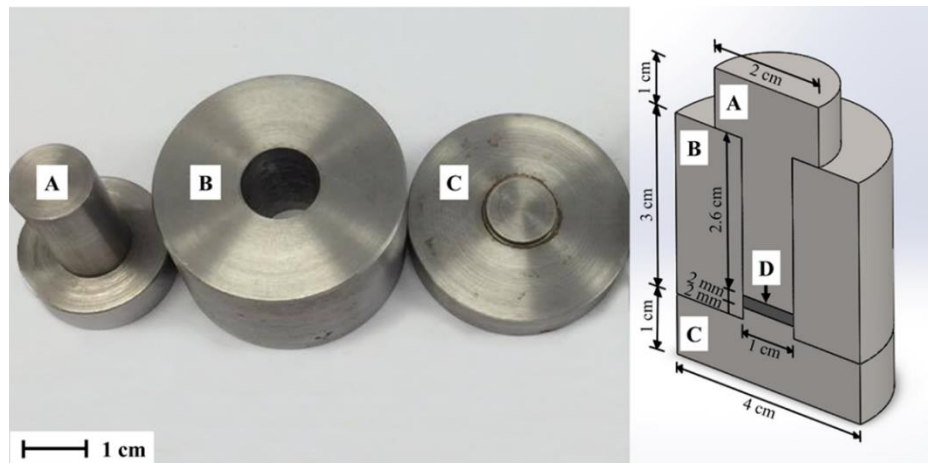
ตัดแท่งโลหะดีบุกบริสุทธิ์ให้มีลักษณะชิ้นเล็กๆ เพื่อที่จะใส่ลงในแม่พิมพ์แก้วทนความร้อน และแท่งโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ซึ่งผงโลหะที่ได้จากการตัดให้ได้น้ำหนัก 1.8 กรัม เท่าๆกัน ทั้ง 3 ขนาด ใส่ลงในแม่พิมพ์ถาวร จากนั้นนำไปเข้าเตาไฟฟ้า (furnace) ที่อุณหภูมิ 300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จนเป็นน้ำโลหะหลอมเหลวทั้งหมด แล้วปล่อยให้เย็นตัวในเตา จากนั้นถอดชิ้นงานหล่อออกจากแม่พิมพ์ถาวร โดยชิ้นงานหล่อที่ได้จะมีขนาดประมาณเส้นผ่านศูนย์กลาง เส้นผ่านศูนย์กลาง 10, 8.7 และ 7 มิลลิเมตร และมีความหนา 2, 2.67 และ 4 มิลลิเมตร ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 3.2



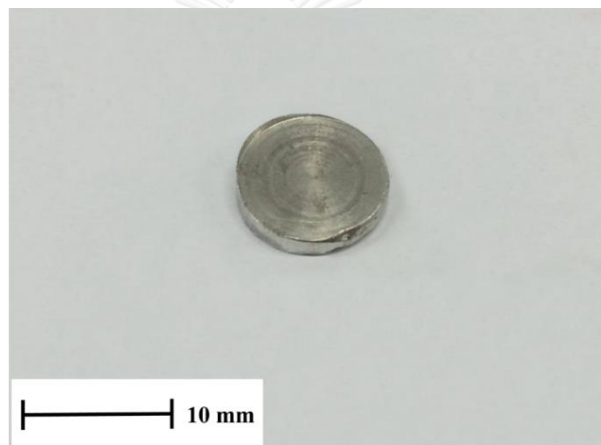
ภาพที่ 3.2 ภาพแสดงขนาดชิ้นงานทั้ง 3 ชิ้น ที่ได้จากการหล่อ

#### 3.2.2 การใช้ความดันกดชิ้นงานเพื่อให้เกิดการเสียรูปพลาสติกที่ความเครียดต่างๆ

นำชิ้นงานที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 8.7 และ 7 มิลลิเมตร มีความหนา 2.67 และ 4 มิลลิเมตร ตามลำดับ มากดด้วยเครื่องกดไฮดรอลิค ที่น้ำหนักกด 20 ตัน ภายในแม่พิมพ์เหล็กหล่อที่ใช้ในการกด ดังแสดงในภาพที่ 3.3 เพื่อควบคุมให้ได้ขนาดสุดท้ายมีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 10 มิลลิเมตร และมีความหนา 2 มิลลิเมตร โดยกดทั้งหมด 4 ครั้ง ชิ้นงานที่ผ่านการทุบขึ้นรูปแสดงในภาพที่ 3.4 เรียกชิ้นงานที่ผ่านการทุบขึ้นรูปว่า 0.25 strain และ 0.5 strain ตามลำดับ และชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านการทุบขึ้นรูปเรียกว่า as cast



ภาพที่ 3.3 ภาพถ่ายส่วนประกอบของแม่พิมพ์ที่ใช้ในการกด (ภาพทางด้านซ้ายมือ) และภาพจำลอง cross section แม่พิมพ์ที่ใช้ในการกดขณะใช้งาน



ภาพที่ 3.4 ภาพถ่ายชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทุบขึ้นรูป

### 3.2.3 การเตรียมชิ้นงานเพื่อการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกล

ชิ้นงานที่ได้จากการเตรียมทั้ง 3 ชุด ของทั้งชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ และชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล จะถูกนำมาขัดผิวหยาบ (grinding) ด้วยกระดาษทราย จากนั้นนำไปขัดผิวละเอียด (polishing) ด้วยผ้าสักหลาดและผงอะลูมินา สำหรับชิ้นงานที่เป็นโลหะดีบุกนำไปกัดด้วยกรดไนตริก (Nitric acid) เป็นสารละลายระหว่างเมทานอล (Methanol) 92 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และกรดไนตริก (Nitric acid) 5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เป็นเวลา 10 วินาที สำหรับชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล หลังจากกัดด้วยกรดไนตริก เป็นเวลา 10 วินาที จากนั้นกัดด้วยสารละลายระหว่างกรดไฮโดร

คลอริก 3 เเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรและเมทานอล 92 เเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เป็นเวลา 20 วินาที ก่อนการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลต่อไป

### 3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน

#### 3.3.1 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน

ชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์และชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เเปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ผ่านการหล่อด้วยแม่พิมพ์ถาวรวิธีแรงโน้มถ่วงและผ่านกระบวนการชุบขึ้นรูปที่ความเครียดค่าต่างๆ จะถูกนำมาศึกษาโครงสร้างจุลภาคและขนาดเกรนของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope, OM) ศึกษาผลของธาตุผสมบิสมัทที่ส่งผลต่อโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimetry (DSC) (Netzsch STA449 F3 Jupiter thermal analyzer, Germany) สำหรับชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เเปอร์เซ็นต์โดยมวล นำมาศึกษาตำแหน่งแหล่งรูปร่างของผลึกบิสมัท (bismuth precipitates) ในเนื้อพื้นของโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope, FESEM) (JSM-7001F, JEOL) และ (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer, EDS) (INCA PentaFETx3, Oxford) นอกจากนั้นยังศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) โดยกำหนดมุม ( $2\theta$ - $\theta$ ) ที่ทำการทดสอบอยู่ในช่วง  $20$ - $80^\circ$  โดยใช้  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการทำ Orientation Imaging Microscopy (OIM) maps และ misorientation angle distribution ด้วยเทคนิค Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

#### 3.3.2 การศึกษาสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน

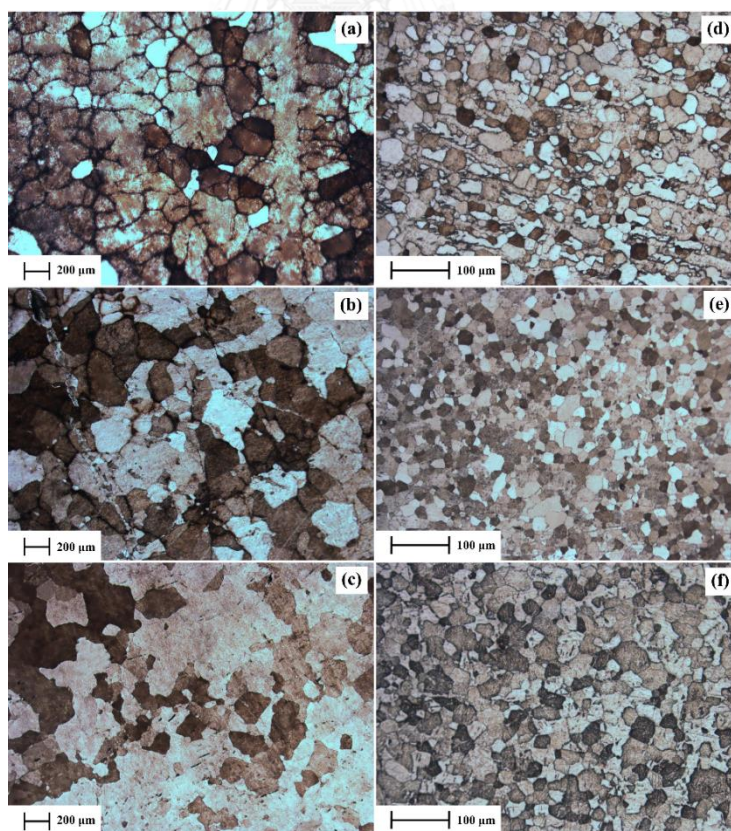
ศึกษาความเกี่ยวข้องระหว่างโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัทที่ผ่านกระบวนการชุบขึ้นรูปที่ความเครียดค่าต่างๆ ด้วยเครื่องวัดความแข็ง micro-Vicker's hardness tester

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการอภิปราย

#### 4.1 ผลวิเคราะห์ขนาดเกรนของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมีท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ

โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ และชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมีท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดต่างๆ หลังจากเตรียมผิวชิ้นงาน จากนั้นศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง ภาพโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (optical microscope images) แสดงในภาพที่ 4.1 ขนาดเกรน (grain size) ถูกวิเคราะห์ด้วยมาตรฐาน American Society for Testing and Materials (ASTM) ด้วยวิธี Planimetric method [18] จำนวนเกรนในพื้นที่ 1 ตารางมิลลิเมตร และ grain size numbers ถูกประมาณค่าด้วยสมการที่ 4.1 และสมการที่ 4.2 ตามลำดับ จากนั้นนำค่า grain size numbers ไปเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน เพื่อที่จะประมาณค่าขนาดเกรนเฉลี่ย ค่า grain size numbers และค่าขนาดเกรนเฉลี่ยแสดงในตารางที่ 4.1



ภาพที่ 4.1 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง โลหะดีบุกบริสุทธิ์ (a, b, c), โลหะดีบุกผสมบิสมีท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล (d, e, f), as cast (a, d), 0.25 strain (b, e) และ 0.5 strain (c, f)

$$N_A = f(N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2}) \quad (4.1)$$

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A) \quad (4.2)$$

$N_A$ : จำนวนเกรนในพื้นที่ 1 ตารางมิลลิเมตร

$f$ : Jeffries's Multiplier

$N_{inside}$ : จำนวนเกรนที่อยู่ภายในวงกลมทดสอบโดยสมบูรณ์

$N_{intercept}$ : จำนวนเกรนที่ติดกับเส้นรอบวงกลมทดสอบ

$G$ : grain size numbers

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงค่า grain size numbers และค่าขนาดเกรนเฉลี่ย

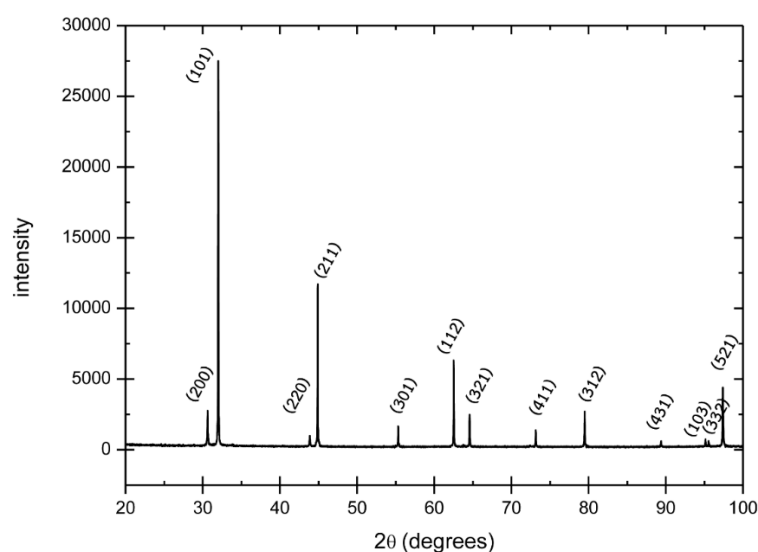
samples		grain size No.	average diameter ( $\mu\text{m}$ )
pure Sn	as cast	1.827	191.364
	0.25 strain	2.999	127.048
	0.5 strain	1.904	186.128
Sn-4%wtBi	as cast	8.012	22.4136
	0.25 strain	8.838	16.872
	0.5 strain	7.133	30.4434

โครงสร้างจุลภาคของทั้งชิ้นงาน as cast โลหะดีบุกบริสุทธิ์และชิ้นงาน as cast โลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล มีลักษณะเป็น dendritic structure ซึ่งโครงสร้างจุลภาคของโลหะดีบุกบริสุทธิ์มีขนาดเกรนที่ใหญ่กว่าโครงสร้างจุลภาคของโลหะดีบุกผสมบิสมัท มีค่าขนาดเกรนเฉลี่ยของชิ้นงาน as cast มีค่าเท่ากับ 191.364 และ 22.4136 ไมโครเมตร ตามลำดับ โลหะดีบุกผสมบิสมัท ในขณะที่เย็นตัวลง ธาตุผสมบิสมัทเกิดการแยกตัวออกจากเฟสที่แข็งตัว แพร่สู่น้ำโลหะหลอมเหลวระหว่างเกิดการกลายเป็นของแข็ง เนื่องจากอุณหภูมิที่ลดลงทำให้ความสามารถในการละลายของธาตุผสมบิสมัทในดีบุกต่ำลง การแยกตัวของธาตุผสมบิสมัทที่บริเวณผิวระหว่างโลหะที่เป็นของแข็งและน้ำโลหะนี้ ส่งผลยับยั้งการเติบโตของเกรน (grain growth) นอกจากนี้การสะสมของธาตุผสมบิสมัทที่ผิวระหว่างของแข็งและของเหลวนี้ยังส่งผลให้เกิด constitutional undercooling ส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคของโลหะดีบุกผสมบิสมัทมีความละเอียดกว่าโลหะดีบุกบริสุทธิ์ [11, 19] ซึ่งอธิบายเพิ่มเติมในส่วนต่อไปด้วยผลจากกราฟ DSC



จากภาพที่ 4.1 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน 0.25 strain ของทั้งโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล มีเกรนที่เล็กละเอียดกว่าชิ้นงาน as cast เนื่องจากขณะที่ชิ้นงานผ่านกระบวนการชุบขึ้นรูปที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลให้เกิดการเพิ่มของพลังงานภายในโครงสร้างผลึกในรูปของดิสโลเคชันและความร้อนจากการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก [20] เนื่องจากดีบุกและโลหะดีบุกผสมจัดเป็นโลหะที่มีอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ที่ต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง เมื่อได้รับแรงจากการชุบขึ้นรูปและความร้อนจึงส่งเสริมให้เกิดการอบคืนตัว (recovery) และการตกผลึกใหม่ (recrystallization) ซึ่งทำให้เกิดโครงสร้างจุลภาคที่มีความสม่ำเสมอ (homogeneity) อย่างไรก็ตามชิ้นงาน 0.25 strain มีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียดกว่าชิ้นงาน 0.5 strain ซึ่งตามทฤษฎีแล้วชิ้นงาน 0.5 strain ผ่านการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกมากกว่าชิ้นงาน 0.25 strain หมายความว่ามีความพลังงานภายในโครงสร้างผลึกที่มากกว่า เมื่อเกิดการอบคืนตัวและการตกผลึกใหม่แล้ว ควรจะมีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียดกว่าชิ้นงาน 0.25 strain ในช่วงแรกหลังจากเกิดการตกผลึกใหม่ชิ้นงาน 0.5 strain อาจมีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียดกว่าชิ้นงาน 0.25 strain หมายความว่าชิ้นงาน 0.5 strain มีขอบเกรน (grain boundaries, GBs) มากกว่าชิ้นงาน 0.25 strain เนื่องจากขอบเกรนเป็นตำหนิอย่างหนึ่งในโครงสร้างผลึก ซึ่งมีพลังงานภายในสะสมอยู่ เพื่อลดพลังงานภายในระบบจึงจำเป็นต้องลดจำนวนของขอบเกรน ด้วยการเกิดการเติบโตของเกรน (grain growth) ส่งผลให้ภาพโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน 0.5 strain ขณะที่เรากำลังสังเกตการณ์ พบว่ามีโครงสร้างจุลภาคที่หยาบกว่าชิ้นงาน 0.25 strain ซึ่งค่า grain size numbers และค่าขนาดเกรนเฉลี่ยแสดงในตารางที่ 4.1

#### 4.2 ผลวิเคราะห์ XRD ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการชุบขึ้นรูปต่างๆ



ภาพที่ 4.2 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงาน

กราฟ XRD pattern ของชิ้นงาน แสดงในภาพที่ 4.2 จากการวิเคราะห์กราฟ XRD pattern พบว่าชิ้นงานทุกชิ้นมีโครงสร้างผลึกของเฟสพื้นฐาน (matrix phase) หรือ  $\beta$ Sn มีโครงสร้างผลึกเป็น tetragonal มี group number และ space group คือ 141 และ I41/amd ตามลำดับ มี Lattice parameter (a, b, c) เท่ากับ 0.58332 nm, 0.58332 nm และ 0.31820 nm ตามลำดับ [21] (ICDD No.03-065-0296) ข้อมูลทั้งหมดนี้ใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ชิ้นงานด้วยเทคนิค EBSD

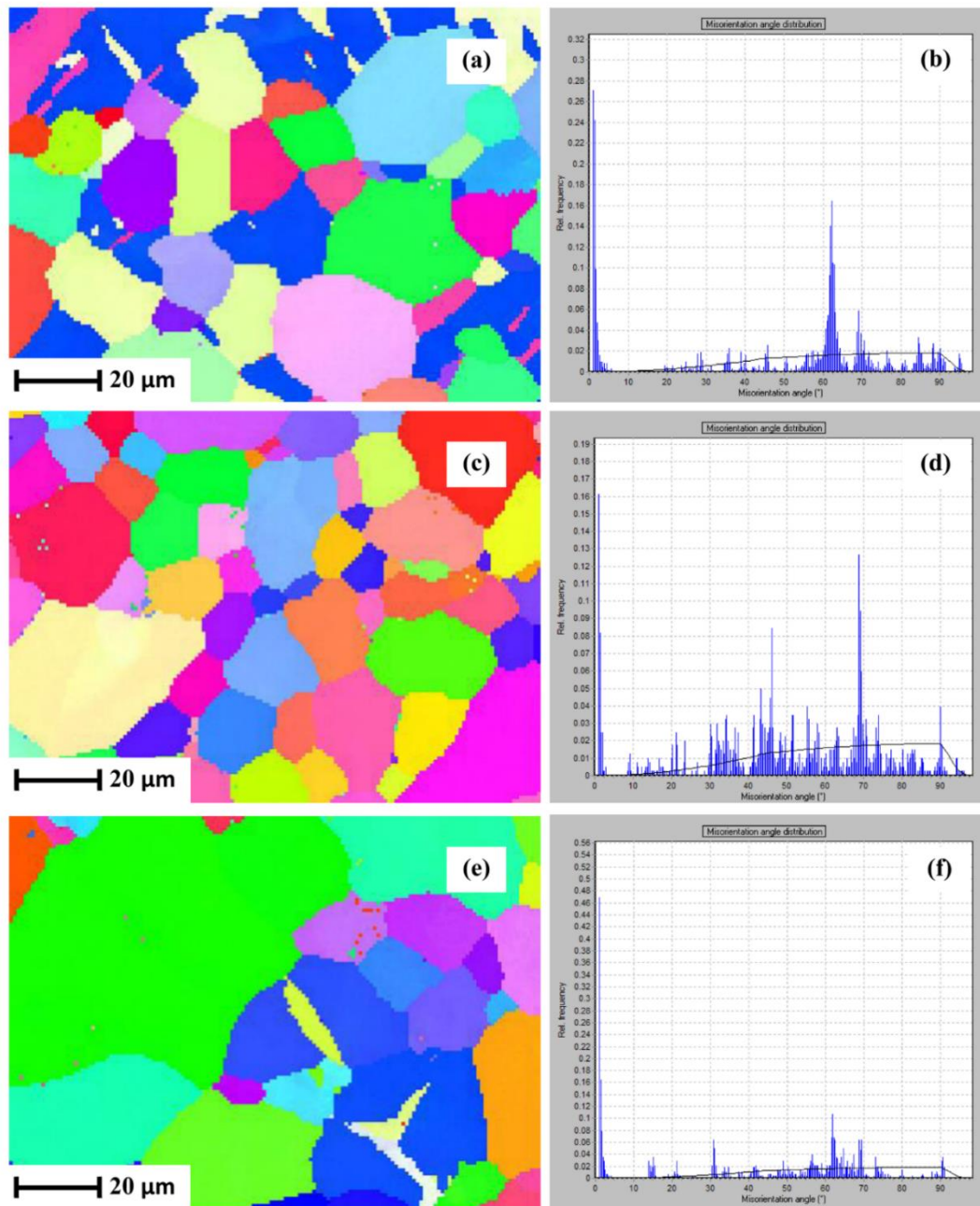
#### 4.3 ผลวิเคราะห์ EBSD ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ

การเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกในทางโลหะวิทยานั้นส่งผลให้เกิดดิสโลเคชัน ซึ่งมีพลังงานภายในสะสมอยู่ โดยพลังงานที่สะสมในรูปของดิสโลเคชันมีค่าเพียง 10 เปอร์เซ็นต์ ของพลังงานที่ใช้ในการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกเท่านั้น พลังงานส่วนที่เหลือถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน ดังนั้นการขึ้นรูปโลหะจึงส่งผลให้เกิดความร้อนขึ้นในกระบวนการขึ้นรูป โดยทั่วไปในกระบวนการผลิตหลังจากขึ้นงานผ่านการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก ชิ้นงานจะถูกนำไปอบที่อุณหภูมิสูง (annealing) เพื่อให้เกิดการอบคืนตัวและการตกผลึกใหม่เพื่อให้โครงสร้างจุลภาคที่ได้มีความสม่ำเสมอ อย่างไรก็ตามหากความร้อนที่เกิดจากการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกทำให้อุณหภูมิชิ้นงานสูงกว่าอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ ส่งผลให้เกิดการอบคืนตัวและการตกผลึกใหม่ในขณะกระบวนการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก โดยไม่ต้องผ่านการอบที่อุณหภูมิสูง ปรากฏการณ์นี้ เรียกว่า dynamic recrystallization (DRX) [14, 15]

จากภาพที่ 4.1 ชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ 0.25 strain พบว่ามีเกรนที่เกิดจาก DRX เรียงกันในแนวเส้นตรง ซึ่งอาจเกิดจากการสะสมของดิสโลเคชันที่ขอบเกรนเดิม (pre-existing grain boundaries) หรืออาจเป็นแนวการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก (deformation line) หรืออาจจะเป็น twin boundaries ซึ่งเป็นบริเวณที่เป็น nucleation site ส่งผลให้เกิดการตกผลึกใหม่ นี่อาจเป็นหลักฐานยืนยันหนึ่งว่าชิ้นงานเกิด DRX

ในขณะเดียวกัน ดิสโลเคชันที่เกิดจากการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกสามารถเกิดการรวมตัวกันเป็นซับเกรน(subgrains) ซึ่งมีการเรียงตัวของโครงสร้างผลึกที่แตกต่างจากเนื้อพื้นเล็กน้อย เรียกว่ามี low-angle boundaries จากนั้นซับเกรนเกิดการจัดเรียงโครงสร้างผลึกเข้าด้วยกันเกิดการตกผลึกใหม่ ซึ่ง DRX grains ที่เกิดขึ้นใหม่นี้จะมีการเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแตกต่างจากเกรนข้างเคียงมาก เรียกว่ามี high-angle boundaries นอกจากนี้การหมุนของเกรนและซับเกรนยังเกี่ยวข้องกับการเกิดการตกผลึกใหม่อีกในรูปแบบ continuous DRX เป็นที่น่าสนใจว่า high-angle boundaries สามารถเปลี่ยนเป็น low-angle boundaries เนื่องจากการหมุนของเกรนและซับเกรนนี้ ในขณะเดียวกัน

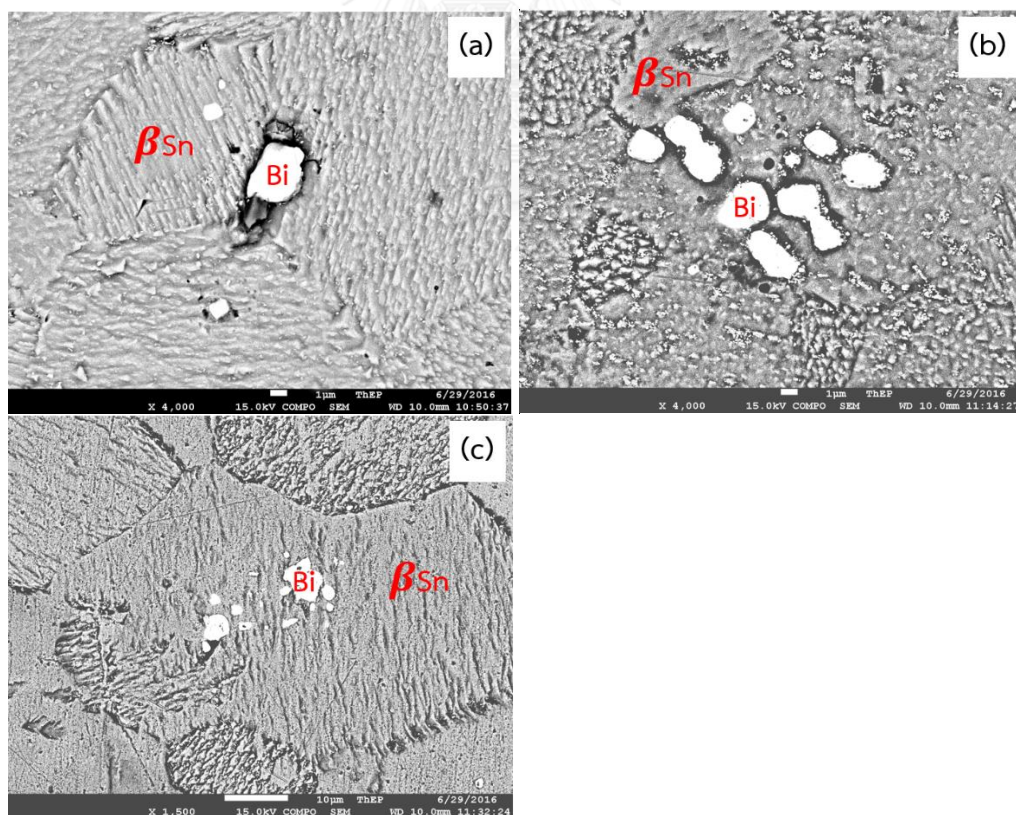
low-angle boundaries ก็สามารถเปลี่ยนเป็น high-angle boundaries ได้ภายใต้ความเค้นและอุณหภูมิที่สูงเพียงพอ มีรายงานว่าพบการหมุนของเกรนในโลหะดีบุก ซึ่งการหมุนของเกรนนี้ส่งผลให้เกิด continuous DRX และเพิ่มขนาดของเกรน [17]



ภาพที่ 4.3 แสดง orientation imaging microscopy (OIM) maps และ misorientation angle distribution ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ทั้งชิ้นงาน as cast (a), 0.25 strain (b) และ 0.5 strain (c)

ภาพที่ 4.3 แสดง The orientation imaging microscopy (OIM) maps และ misorientation angle distribution ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ทั้งชิ้นงาน as cast, 0.25 strain และ 0.5 strain ซึ่งได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EBSD แสดงให้เห็นว่า ความเครียดในการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกส่งผลต่อโครงสร้างจุลภาคอย่างชัดเจน misorientation angle distribution ของชิ้นงาน 0.25 strain มีสัดส่วนของ high-angle boundaries มากกว่า ชิ้นงาน as cast หมายความว่าชิ้นงาน 0.25 strain เกิดการตกผลึกใหม่ เมื่อความเครียดในการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกสูงถึง 0.5 ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้น ในขณะที่สัดส่วน high-angles boundaries ลดลง แต่สัดส่วนของ low-angle boundaries เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่า ชิ้นงาน 0.5 strain เกิดการหมุนของเกรนและซับเกรนซึ่งได้อธิบายไปแล้วในข้างต้น นอกจากนี้ในช่วงแรกหลังการตกผลึกใหม่ชิ้นงาน 0.5 strain อาจมีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียดกว่า 0.25 strain หรืออีกในหนึ่งคือ มีขนาดเกรนที่เล็กกว่า หมายความว่ามีความหนาแน่นของขอบเกรนมาก เพื่อที่จะลดพลังงานภายในระบบจึงจำเป็นที่จะต้องลดจำนวนของขอบเกรนด้วยการเกิดการเติบโตของเกรน [16]

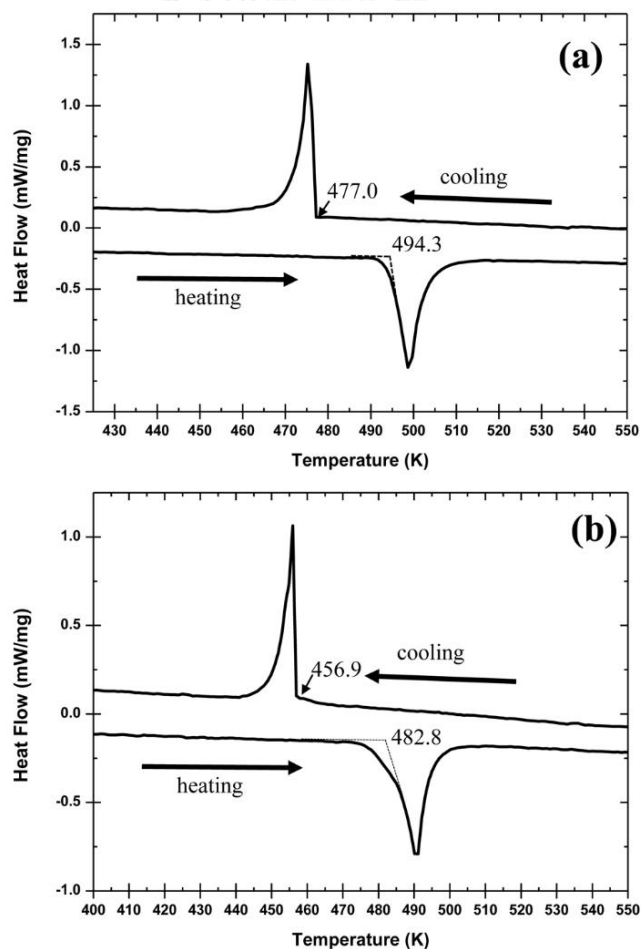
#### 4.4 ผลวิเคราะห์ FESEM ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ



ภาพที่ 4.4 ภาพถ่าย Backscattering mode และ EDS point scan กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชิ้นงาน as cast (a), 0.25 strain (b) และ 0.5 strain (c)

ภาพถ่าย Backscattering mode และ EDS point scan กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ถูกใช้เพื่อศึกษาถึงลักษณะรูปร่างและตำแหน่งของผลึกบิสมัท (bismuth precipitates) ในโครงสร้างจุลภาคของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ทั้งชิ้นงาน as cast, 0.25 strain และ 0.5 strain ดังแสดงในภาพที่ 4.4 บริเวณที่เป็นสีขาวในภาพถ่ายคือผลึกบิสมัท ซึ่ง ส่วนบริเวณที่เป็นสีเทาเป็นเนื้อพื้นดีบุกบิตาเฟส ( $\beta$ Sn matrix) ตรวจสอบด้วยเทคนิค EDS point scan แสดงใน spectrum 1 และ spectrum 3 ผลึกบิสมัทในชิ้นงาน as cast และ 0.25 strain พบว่ามีตำแหน่งอยู่ที่บริเวณขอบเกรน ซึ่งเป็นไปตามแผนภูมิเฟส (phase diagram) ผลึกบิสมัทจะเกิดการตกผลึกที่ขอบเกรนหลังจากการแข็งตัวของเนื้อพื้นดีบุกเฟสบิตา แต่ในชิ้นงาน 0.5 strain กลับพบผลึกบิสมัทอยู่ภายในเกรนซึ่งอาจเป็นอีกหนึ่งหลักฐานว่าชิ้นงาน 0.5 strain เกิดการเติบโตของเกรนขึ้น

#### 4.5 ผลวิเคราะห์ DSC ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล



ภาพที่ 4.5 กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ DSC ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ทั้งช่วง heating และ cooling

จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ดังแสดงในภาพที่ 4.1 พบว่าโครงสร้างจุลภาคของโลหะดีบุกผสมบิสมัทมีโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียดกว่าโลหะดีบุกบริสุทธิ์ เพื่อที่จะศึกษาถึงการใส่ธาตุผสมบิสมัทส่งผลทำให้ undercooling เพิ่มขึ้น จึงจำเป็นที่จะต้องวิเคราะห์โลหะดีบุกทั้งสองส่วนผสมด้วยเครื่อง DSC กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้งช่วง heating และ cooling แสดงในภาพที่ 4.5 undercooling ( $\Delta T$ ) สามารถบอกได้จากผลต่างระหว่างอุณหภูมิเริ่มเกิดการหลอมเหลวของโลหะ ( $T_{onset}(heating)$ ) และอุณหภูมิเริ่มเกิดการแข็งตัวของโลหะ ( $T_{onset}(cooling)$ ) ดังแสดงในสมการที่ 4.3 ที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดแข็งตัว จะเกิดนิวเคลียสซึ่งเกิดจากแรงขับเคลื่อนของ Gibbs free energy of solidification ( $\Delta G_V$ ) ตามสมการที่ 4.4 อย่างไรก็ตามยังคงมี interfacial energy ( $\gamma^{SL}$ ) ซึ่งขัดขวางการเกิดนิวเคลียส (nucleation) ดังนั้น Gibbs free energy of homogeneous nucleation ( $\Delta G_{hom}$ ) สามารถเขียนได้ตามสมการที่ 4.5 จากการพิจารณาว่านิวเคลียสมีลักษณะเป็นทรงกลม ดังนั้น Gibbs free energy of homogenous nucleation สามารถเขียนในเทอมรัศมี ( $\Delta G_r$ ) ดังแสดงในสมการที่ 4.6 หากรัศมีของนิวเคลียสมีค่าน้อยจะส่งผลให้ค่า Gibbs free energy of nucleation มีค่าเป็นบวกทำให้ไม่สามารถเกิดนิวเคลียสได้ ในทางกลับกันหากนิวเคลียสมีขนาดรัศมีที่มากเพียงพอ ส่งผลให้ค่า Gibbs free energy of nucleation มีค่าเป็นลบ นิวเคลียสจึงจะสามารถเกิดได้ ดังนั้นรัศมีที่มีขนาดเพียงพอสามารถประมาณค่าได้จากการ differential สมการที่ 4.6 จะได้ critical nucleus size ( $r^*$ ) ซึ่งมีความสัมพันธ์กับความร้อนแฝงในการแข็งตัว (latent heat of fusion,  $\Delta H_S$ ), undercooling ( $\Delta T$ ) และอุณหภูมิจุดหลอมเหลว (melting point temperature,  $T_m$ ) แสดงในสมการที่ 4.7 จากนั้นนำค่า critical nucleus size แทนค่าลงในสมการที่ 4.6 จะได้ homogeneous nucleation barrier energy ( $\Delta G_{hom}^*$ ) แสดงในสมการที่ 4.8 โดยทั่วไปการเกิดนิวเคลียสไม่ได้เป็นแบบ homogeneous เนื่องจากมีพื้นผิวอื่นในระบบที่ประพฤติเป็น nucleation site ตัวอย่างเช่น แม่พิมพ์ อนุภาคสิ่งเจือปน ขอบเกรน ฯลฯ ในธรรมชาติการเกิดนิวเคลียสโดยส่วนใหญ่จึงเป็นแบบ heterogeneous ซึ่งค่าของ nucleation barrier energy ( $\Delta G_{het}^*$ ) ซึ่งมีความสัมพันธ์กับ homogeneous nucleation barrier energy ตามสมการที่ 4.9 เมื่อพิจารณาจากสมการที่ 4.7 และสมการที่ 4.8 พบว่า critical nucleus size และ nucleation barrier energy ลดลง เมื่อ undercooling เพิ่มขึ้น

$$\Delta T = T_{onset}(heating) - T_{onset}(cooling) \quad (4.3)$$

$$\Delta G_v = \frac{\Delta H_s \Delta T}{T_m} \quad (4.4)$$

$$\Delta G_{hom} = -V_s \Delta G_v + A^{SL} \gamma^{SL} \quad (4.5)$$

$$\Delta G_r = -\frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \gamma^{SL} \quad (4.6)$$

$$r^* = \left( \frac{2 \gamma^{SL} T_m}{\Delta H_s} \right) \frac{1}{\Delta T} \quad (4.7)$$

$$\Delta G_{hom}^* = \left( \frac{16 \pi (\gamma^{SL})^2 T_m^2}{3 (\Delta H_s)^2} \right) \frac{1}{(\Delta T)^2} \quad (4.8)$$

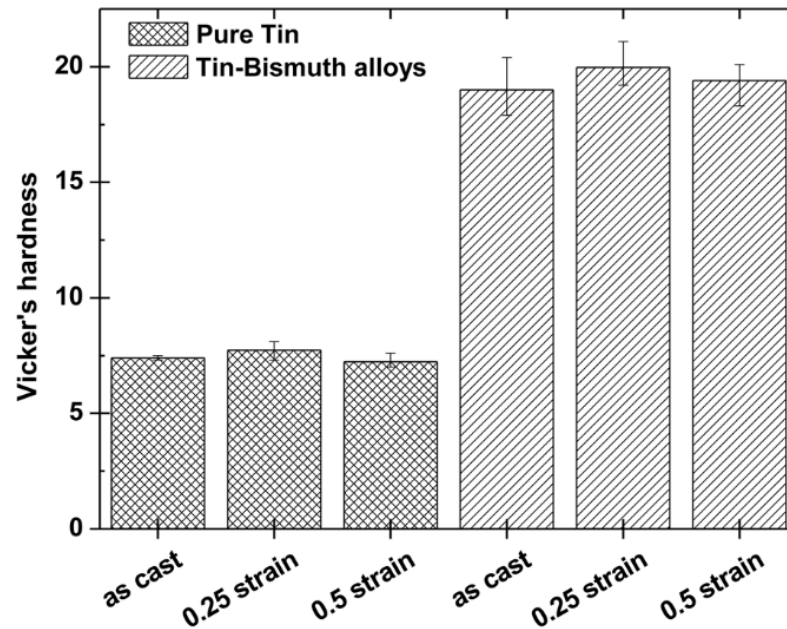
$$\Delta G_{het}^* = s(\theta) \Delta G_{hom}^* \quad (4.9)$$

ตารางที่ 4.2 ค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC

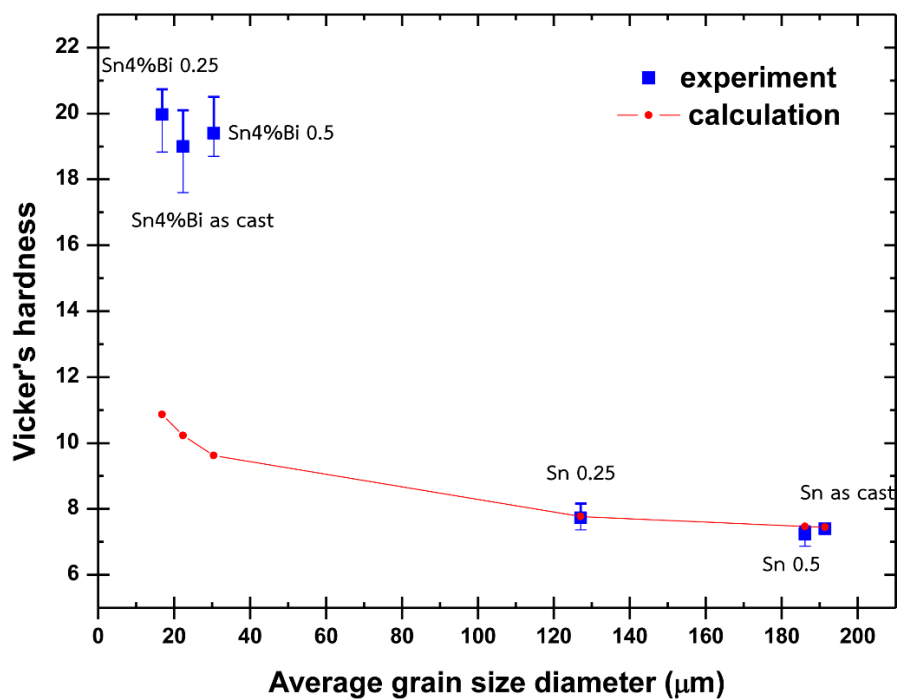
Alloys	$T_{onset}(heating)$ (K)	$T_{onset}(cooling)$ (K)	undercooling (K)	$\Delta H_s$ (J/g)
pure Sn	494.3	477.0	17.3	65.23
Sn-4%wtBi	482.8	456.9	25.9	64.77

ค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC แสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งความร้อนแฝงในการแข็งตัวที่ได้จากพื้นที่ใต้กราฟในช่วง cooling ถูกแสดงไว้ในตาราง จากผลการวิเคราะห์พบว่า undercooling ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์มีค่าเท่ากับ 17.3 K ซึ่งน้อยกว่า undercooling ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ซึ่งมีค่าเท่ากับ 25.9 K ดังนั้นการเติมธาตุผสมบิสมัทลงในโลหะดีบุก จึงเป็นการเพิ่มแรงขับเคลื่อนในการเกิดนิวเคลียส และส่งเสริมการเกิดโครงสร้างจุลภาคที่ละเอียด

4.6 ผลวิเคราะห์ค่าความแข็งของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ความเครียดในการทุบขึ้นรูปต่างๆ



ภาพที่ 4.6 แผนภูมิแสดงค่าความแข็งของชิ้นงานทั้งสองส่วนผสมที่ทุกความเครียดในการทุบขึ้นรูป



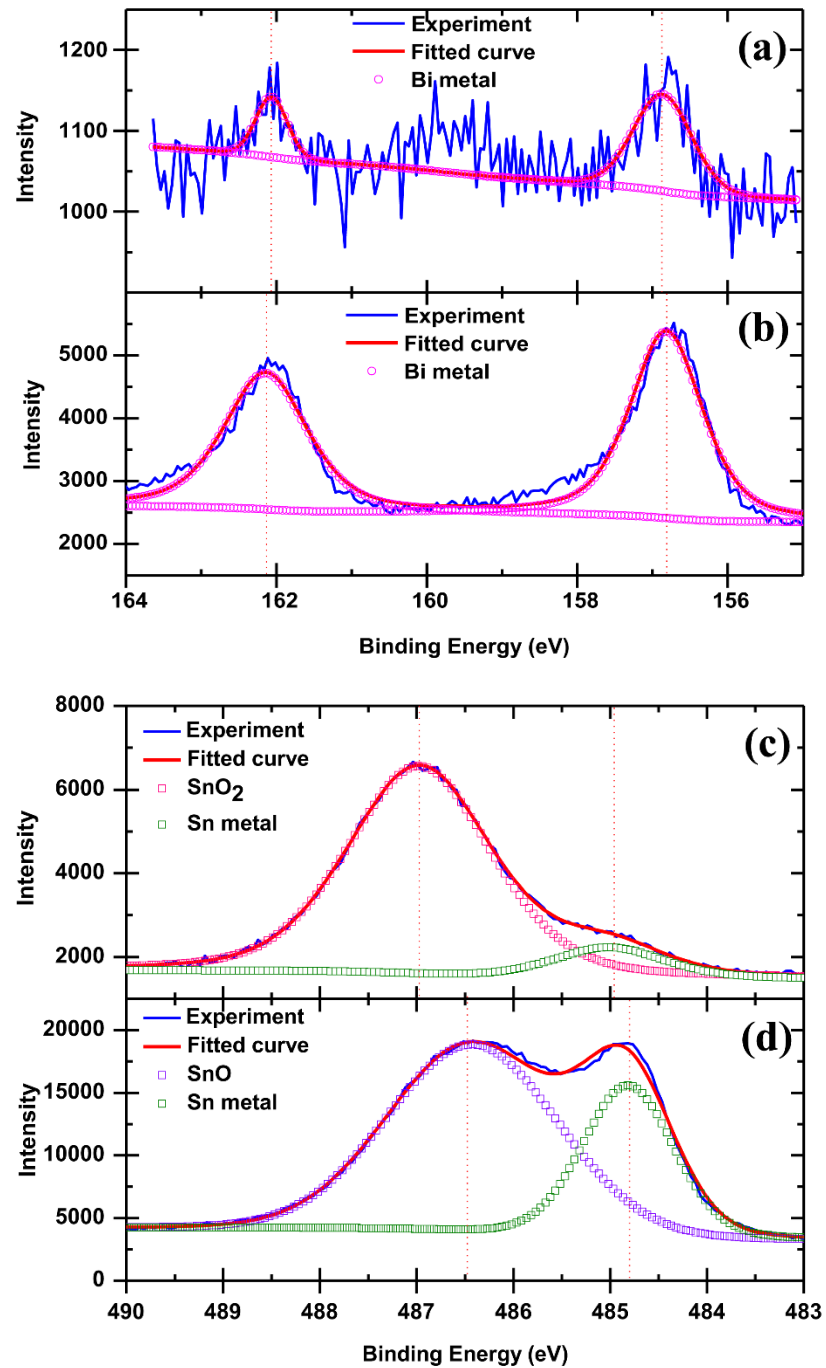
ภาพที่ 4.7 ค่าความแข็งที่วัดได้เปรียบเทียบกับค่าความแข็งที่ได้จากการคำนวณจากขนาดเกรนตามความสัมพันธ์

Hall-Petch



นอกจากนี้ค่าความแข็งของชิ้นงานถูกวัดด้วยเครื่อง micro Vickers hardness testing เพื่อเปรียบเทียบผลของโครงสร้างจุลภาคต่อสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน แผนภูมิแสดงค่าความแข็งของชิ้นงานทั้งสองส่วนผสมที่ทุกความเครียดในการทุบขึ้นรูปถูกแสดงในภาพที่ 4.6 จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าค่าความแข็งชิ้นงาน 0.25 strain ของทั้งสองส่วนผสม มีค่ามากที่สุดเนื่องจากมีขนาดเกรนเล็กกว่าทั้งชิ้นงาน as cast และชิ้นงาน 0.5 strain ซึ่งเป็นไปตามความสัมพันธ์ Hall-Petch [22, 23] ดังแสดงในสมการที่ 4.10 กราฟในภาพที่ 4.7 แสดงค่าความแข็งที่วัดได้เปรียบเทียบกับค่าความแข็งที่ได้จากการคำนวณจากขนาดเกรนตามความสัมพันธ์ Hall-Petch แต่เนื่องจากไม่สามารถหาค่าคงที่ในสมการความสัมพันธ์ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวลได้ ค่าความแข็งที่คำนวณได้จึงบอกได้เพียงแนวโน้มค่าความแข็งของโลหะดีบุกบริสุทธิ์เท่านั้น อย่างไรก็ตามแสดงให้เห็นว่าโลหะดีบุกบริสุทธิ์มีแนวโน้มระหว่างค่าความแข็งที่วัดได้และค่าที่ได้จากการคำนวณมีความใกล้เคียงกัน แต่ในโลหะดีบุกผสมบิสมัท มีค่าที่แตกต่างกันโดยค่าความแข็งที่วัดได้มีค่ามากกว่าค่าความแข็งจากการคำนวณประมาณ 45%-50% ซึ่งเป็นค่าความแข็งที่คำนวณของโลหะดีบุกบริสุทธิ์ที่มีขนาดเกรนเท่ากับชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท เนื่องจากในโลหะดีบุกผสมบิสมัทนอกจาก grain boundaries strengthening แล้วยังคงมี precipitation strengthening และ solid solution strengthening อีกด้วย

#### 4.5 ผลวิเคราะห์ XPS ของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล



ภาพที่ 4.8 กราฟจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS โลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ของชิ้นงาน as cast (a, c) และผ่านการขัดผิว (b, d) โดยที่ธาตุบิสมัท (a, b) และธาตุดีบุก (c, d)

ในอุตสาหกรรมการผลิตหัวอ่านฮาร์ดดิสก์ไดร์ฟก่อนกระบวนการฝังเพชรลงบนแผ่นซีดีดีบุก หรือที่เรียกว่า charging process จะมีการปาดผิวหน้าแผ่นซีดีเพื่อกำจัดออกไซด์และปรับผิวให้เรียบ ทุกครั้ง เนื่องจากออกไซด์ที่ผิวมีผลต่อการฝังอนุภาคเพชรลงบนแผ่นซีดี ดังนั้นจึงมีการศึกษาออกไซด์ที่ผิวชิ้นงานจึงมีความสำคัญอย่างยิ่ง ในงานวิจัยนี้ได้มีการศึกษาวิเคราะห์ชนิดของออกไซด์ของชิ้นงาน ทั้งสองส่วนผสมที่ทุกความเครียดในการทุบขึ้นรูปด้วยเทคนิค XPS ผลการวิเคราะห์แสดงในภาพที่ 4.6 พบดีบุกออกไซด์ชนิด  $\text{SnO}_2$  และตะกั่วออกไซด์บนชิ้นงาน as cast ของทั้งสองส่วนผสม เมื่อนำชิ้นงานไปขัดผิวหน้าออกพบว่าตะกั่วออกไซด์พบผิวชิ้นงานหายไปและพบดีบุกออกไซด์ชนิด  $\text{SnO}$  เกิดขึ้นทั้งสองส่วนผสมเช่นกัน ไม่พบบิสมาทออกไซด์ในโลหะดีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล โดยที่ binding energy  $\text{Sn } 3d_{5/2}$  ของ  $\text{SnO}$  และ  $\text{SnO}_2$  มีค่าประมาณ 486.5 eV และ 487.2 eV ตามลำดับ [24, 25] binding energy  $\text{Bi } 4f_{7/2}$  ของ Bi metal มีค่าประมาณ 157.0 eV [26] Gibbs free energy of oxide formation ของ  $\text{SnO}_2$  มีค่าต่ำกว่าบิสมาททำให้ดีบุกมีความสามารถในการเกิดออกไซด์ได้มากกว่าบิสมาทและเนื่องจากเปอร์เซ็นต์โดยมวลของดีบุกมากกว่าบิสมาทค่อนข้างมาก ทำให้  $\text{SnO}_2$  ที่เกิดที่ผิวชิ้นงานยับยั้งการเกิดบิสมาทออกไซด์ หลังจากการขัดผิวชิ้นงานพบดีบุกออกไซด์ชนิด  $\text{SnO}$  ที่ผิวชิ้นงาน แสดงว่า  $\text{SnO}$  สามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิห้อง ในขณะที่  $\text{SnO}_2$  เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงประมาณ  $300^\circ\text{C}$  ขึ้นไป [27]

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

โครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ที่ได้จากการหล่อในแม่พิมพ์ถาวรด้วยวิธีแรงโน้มถ่วงและผ่านกระบวนการชุบขึ้นรูป ได้ถูกศึกษาและวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

การเติมธาตุผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ลงในโลหะดีบุกส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคมีความละเอียดขึ้น ขนาดของเกรนมีค่าน้อยลง เนื่องจากการเติมธาตุผสมบิสมัทนั้นส่งผลให้ undercooling ขณะการแข็งตัวของโลหะดีบุกมีค่าเพิ่มขึ้น จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ข้างต้น นอกจากนี้ยังพบ bismuth precipitate ตามขอบเกรนดีบุกเฟสปีตา จากผลภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในโหมด backscattering และเทคนิค EDS ซึ่งเป็นไปตามแผนภูมิเฟสระหว่างดีบุกและบิสมัท

ชิ้นงานทั้งโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล เมื่อผ่านการชุบขึ้นรูปด้วยความเครียด 0.25 ส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานมีความละเอียดและสม่ำเสมอขึ้น จากที่ได้แสดงไว้ในภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงและการประมาณค่าขนาดเกรนด้วยวิธี planimetric ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากชิ้นงานเกิดการตกผลึกใหม่ขณะเปลี่ยนรูปพลาสติก เมื่อชิ้นงานผ่านการชุบขึ้นรูปที่ความเครียด 0.5 ส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานมีขนาดเกรนใหญ่ขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากการเติบโตของเกรน นอกจากนี้อาจเกิดจากการตกผลึกใหม่ด้วยการหมุนของเกรนหรือซับเกรน ซึ่งได้อธิบายไปแล้วข้างต้นด้วยการใช้เทคนิค EBSD

ค่าความแข็งของชิ้นงานทั้งโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ถูกวัดด้วยเครื่อง micro Vickers hardness testing มีแนวโน้มเป็นไปตามความสัมพันธ์ Hall-Petch แต่ในโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล มีค่าความแข็งที่ได้จากการวัดมากกว่าค่าที่คำนวณจากความสัมพันธ์ Hall-Petch เนื่องจากโลหะดีบุกผสมบิสมัทนอกจากกลไก grain boundaries strengthening แล้วยังคงมีกลไกเพิ่มความแข็งอื่น solid solution strengthening และ precipitation strengthening

จากการวิเคราะห์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวชิ้นงานหลังกระบวนการหล่อด้วยเทคนิค XPS พบ  $\text{SnO}_2$  และตะกั่วออกไซด์ เกิดขึ้น หลังจากผ่านการขัดผิวหน้า ไม่พบตะกั่วออกไซด์แต่พบ  $\text{SnO}$  พบผิวชิ้นงานเนื่องจาก  $\text{SnO}$  สามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิห้อง ผลการวิเคราะห์ทั้งดีบุกออกไซด์และตะกั่วออกไซด์ เป็นเช่นเดียวกันในทั้งโลหะดีบุกบริสุทธิ์และโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ในโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ไม่พบบิสมัทออกไซด์

## รายการอ้างอิง

1. Tin. 2-25-2016]; Available from: <https://en.wikipedia.org/wiki/Tin>.
2. Torres, A., L. Hernández, and O. Domínguez, *Effect of Antimony Additions on Corrosion and Mechanical Properties of Sn-Bi Eutectic Lead-Free Solder Alloy*. Materials Sciences and Applications, 2012. 03(06): p. 355-362.
3. Silva, B.L., et al., *Microstructural development and mechanical properties of a near-eutectic directionally solidified Sn-Bi solder alloy*. Materials Characterization, 2015. 107: p. 43-53.
4. Shailesh, P., S. Sundarajan, and M. Komaraiah, *Optimization of Process Parameters of Al-Si Alloy by Centrifugal Casting Technique Using Taguchi Design of Experiments*. Procedia Materials Science, 2014. 6: p. 812-820.
5. Jafar, K.-A. and A.-A. Behnam, *Influence of Mold Preheating and Silicon Content on Microstructure and Casting Properties of Ductile Iron in Permanent Mold*. Journal of Iron and Steel Research, International, 2011. 18(3): p. 34-39.
6. da Silveira, A.F., et al., *Microstructure of under-cooled Sn-Bi and Al-Si alloys*. Materials Science and Engineering: A, 2004. 375-377: p. 473-478.
7. Forging. 2-25-2016; Available from: <https://en.wikipedia.org/wiki/Forging>.
8. working, H. 2-25-2016]; Available from: [https://en.wikipedia.org/wiki/Hot\\_working](https://en.wikipedia.org/wiki/Hot_working).
9. Castro Güiza, G.M. and C.A.S. Oliveira, *Microstructural changes produced by hot forging in a C300 Maraging Steel*. Materials Science and Engineering: A, 2016. 655: p. 142-151.
10. Gupta, R., et al., *High leaded tin bronze processing during multi-directional forging: Effect on microstructure and mechanical properties*. Materials Science and Engineering: A, 2016. 654: p. 282-291.
11. Fang, X.Y., et al., *Effect of Zr, Mn and Sc additions on the grain size of Mg-Gd alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2009. 470(1-2): p. 311-316.

12. Cho, D.H., et al., *Effect of Mn addition on grain refinement of biodegradable Mg<sub>4</sub>Zn<sub>0.5</sub>Ca alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2016. 676: p. 461-468.
13. Paulo Rangel Rios, F.S.J., Hugo Ricardo Zschommler Sandim, Ronald Lesley Plaut, Angelo Fernando Padilha, *Nucleation and Growth During Recrystallization*. Materials Research, 2005. 8: p. 225-238.
14. Cram, D.G., et al., *Modelling discontinuous dynamic recrystallization using a physically based model for nucleation*. Acta Materialia, 2009. 57(17): p. 5218-5228.
15. Gourdet, S. and F. Montheillet, *A model of continuous dynamic recrystallization*. Acta Materialia, 2003. 51(9): p. 2685-2699.
16. Lin, Y.C., et al., *EBSD analysis of evolution of dynamic recrystallization grains and  $\delta$  phase in a nickel-based superalloy during hot compressive deformation*. Materials & Design, 2016. 97: p. 13-24.
17. Chen, H., J. Li, and M. Li, *Dependence of recrystallization on grain morphology of Sn-based solder interconnects under thermomechanical stress*. Journal of Alloys and Compounds, 2012. 540: p. 32-35.
18. INTERNATIONAL, A., *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. 1996.
19. Qian, M., et al., *An analytical model for constitutional supercooling-driven grain formation and grain size prediction*. Acta Materialia, 2010. 58(9): p. 3262-3270.
20. Xuewen Li, H.S., Peng Zhang, Wenbin Fang, *The effect of strain on dynamic recrystallization of PM Ti-45Al-10Nb intermetallics during isothermal forging*. Intermetallics, 2014. 55: p. 90-94.
21. Arora, N. and B.R. Jagirdar, *From (Au<sub>5</sub>Sn + AuSn) physical mixture to phase pure AuSn and Au<sub>5</sub>Sn intermetallic nanocrystals with tailored morphology: digestive ripening assisted approach*. Phys Chem Chem Phys, 2014. 16(23): p. 11381-9.
22. Hansen, N., *Hall–Petch relation and boundary strengthening*. Scripta Materialia, 2004. 51(8): p. 801-806.
23. Serope Kalpakjian, S.R.S., *Manufacturing, Engineering & Technology*. 2006.

24. Fondell, M., et al., *An HAXPES study of Sn, SnS, SnO and SnO<sub>2</sub>*. Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 2014. 195: p. 195-199.
25. Zatsopin, D.A., et al., *Sn-loss effect in a Sn-implanted  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> host-matrix after thermal annealing: A combined XPS, PL, and DFT study*. Applied Surface Science, 2016. 367: p. 320-326.
26. Oprea, B., T. Radu, and S. Simon, *XPS investigation of atomic environment changes on surface of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> glasses*. Journal of Non-Crystalline Solids, 2013. 379: p. 35-39.
27. Wang, Z., et al., *Low temperature processed complementary metal oxide semiconductor (CMOS) device by oxidation effect from capping layer*. Sci Rep, 2015. 5: p. 9617.

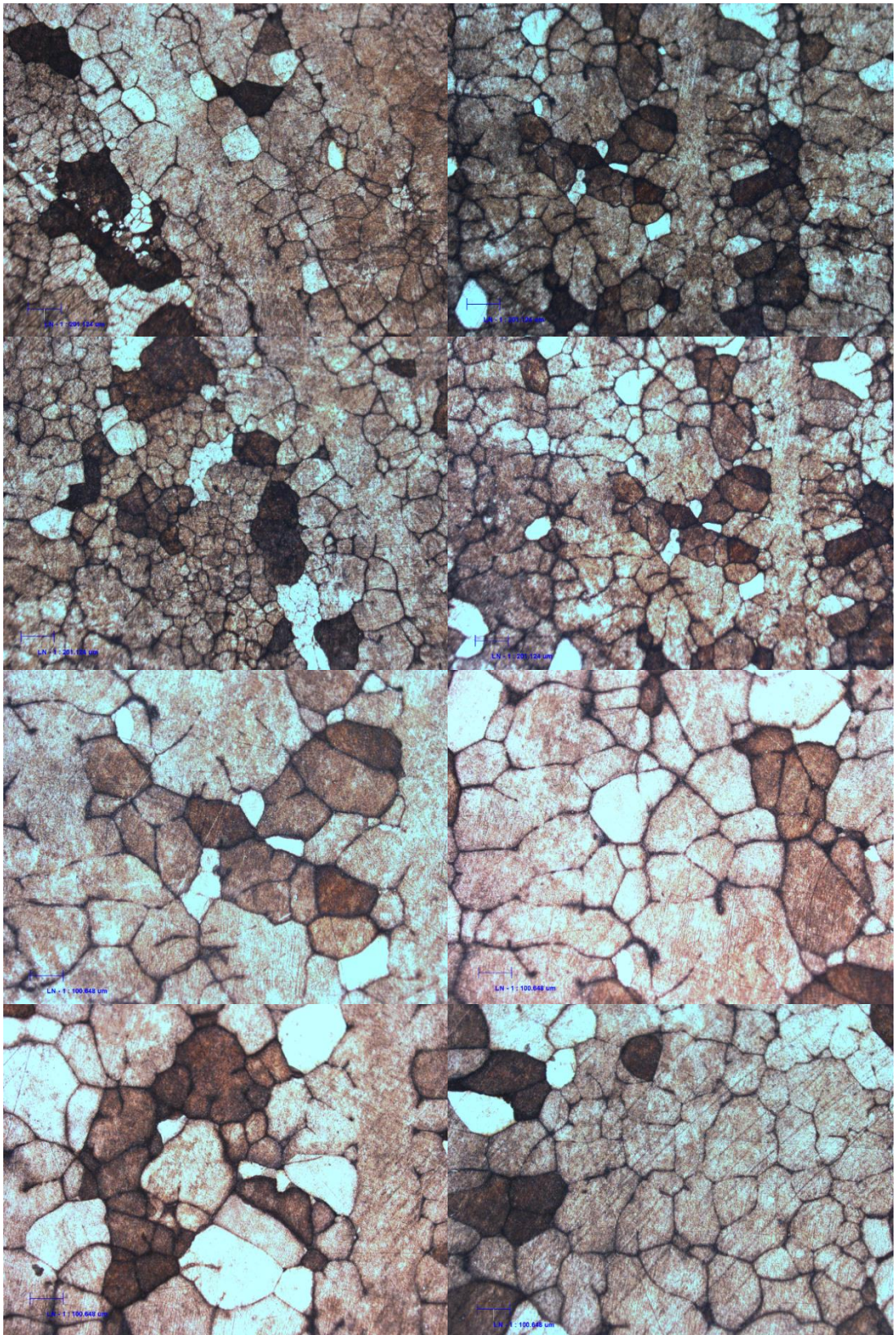




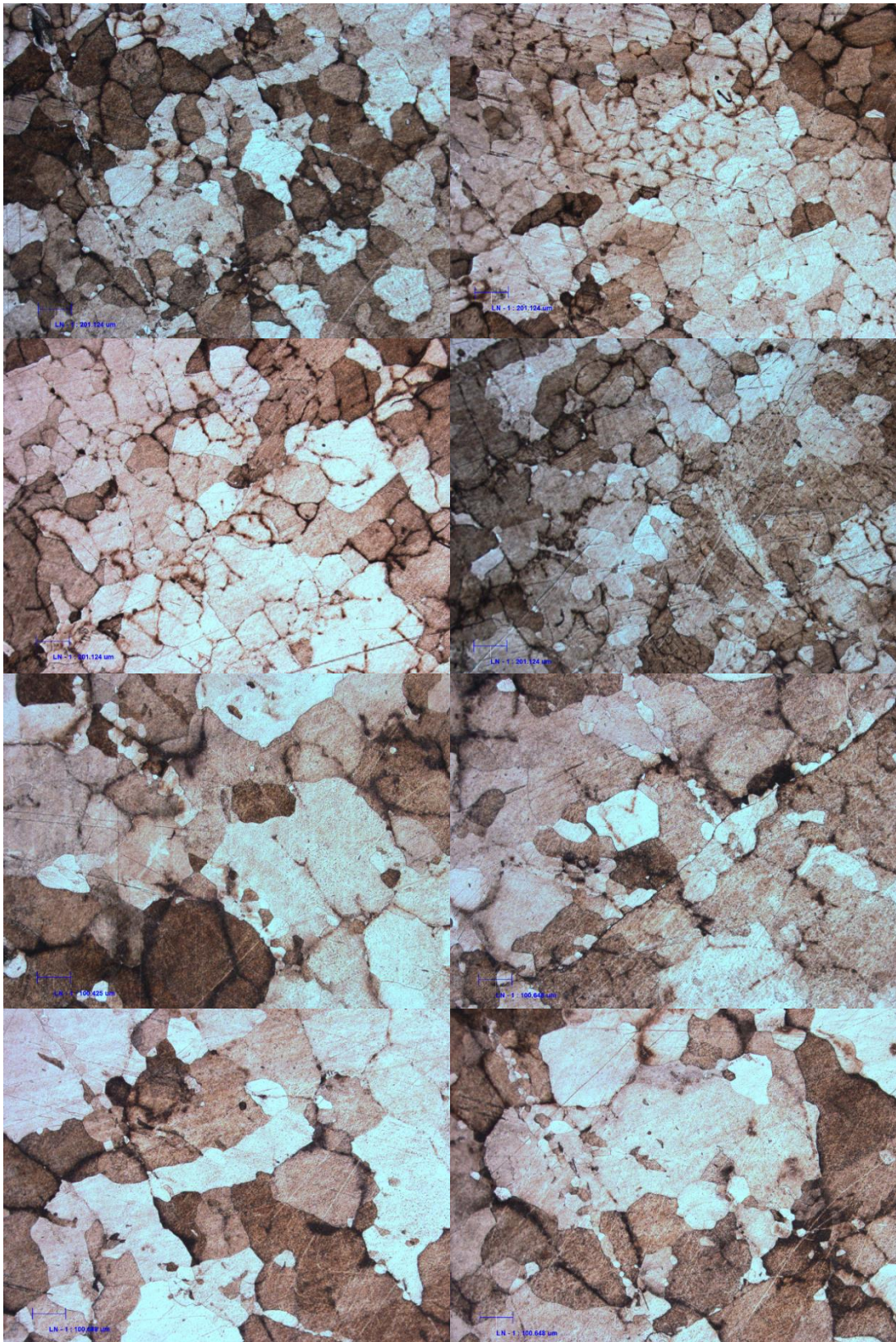
ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

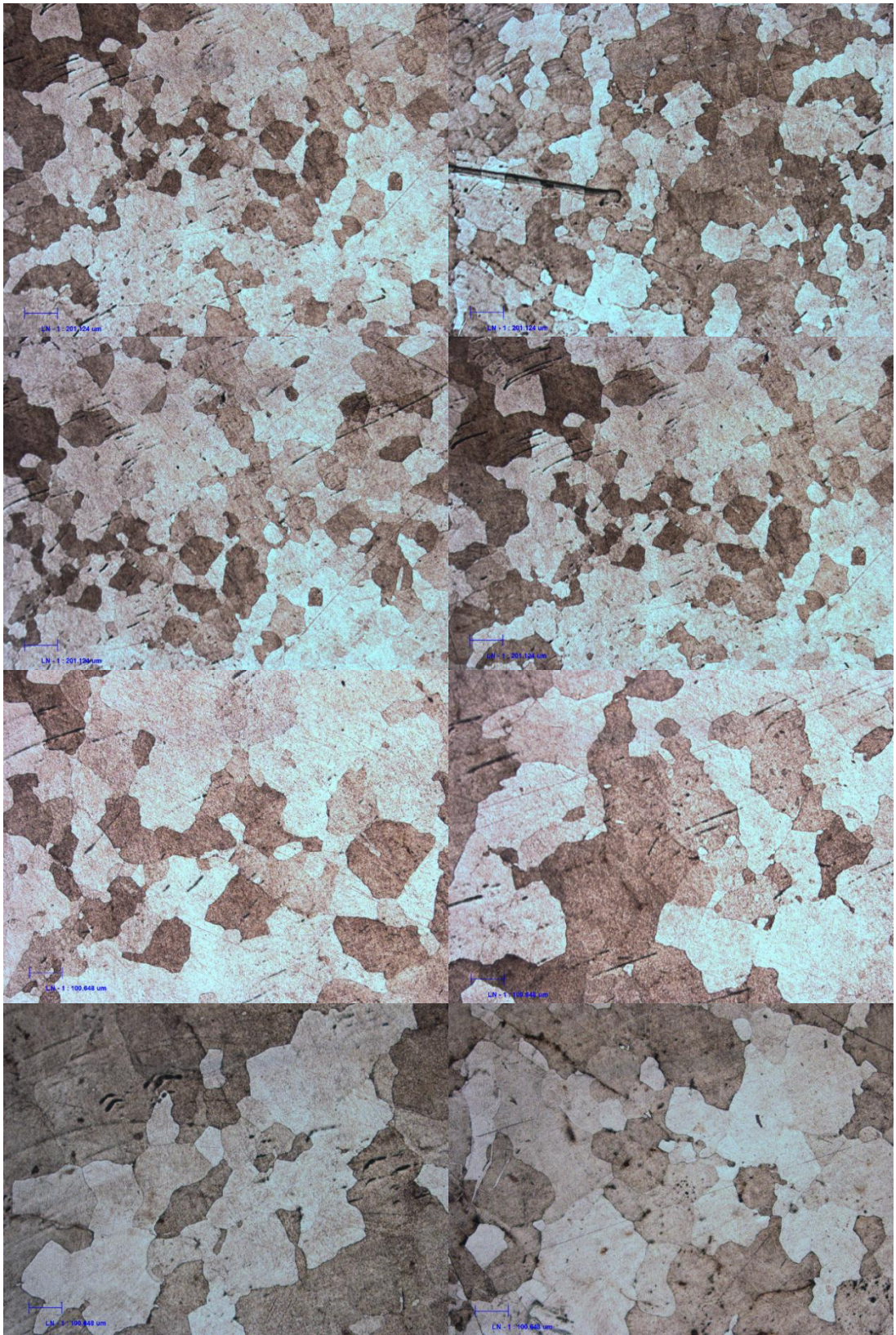




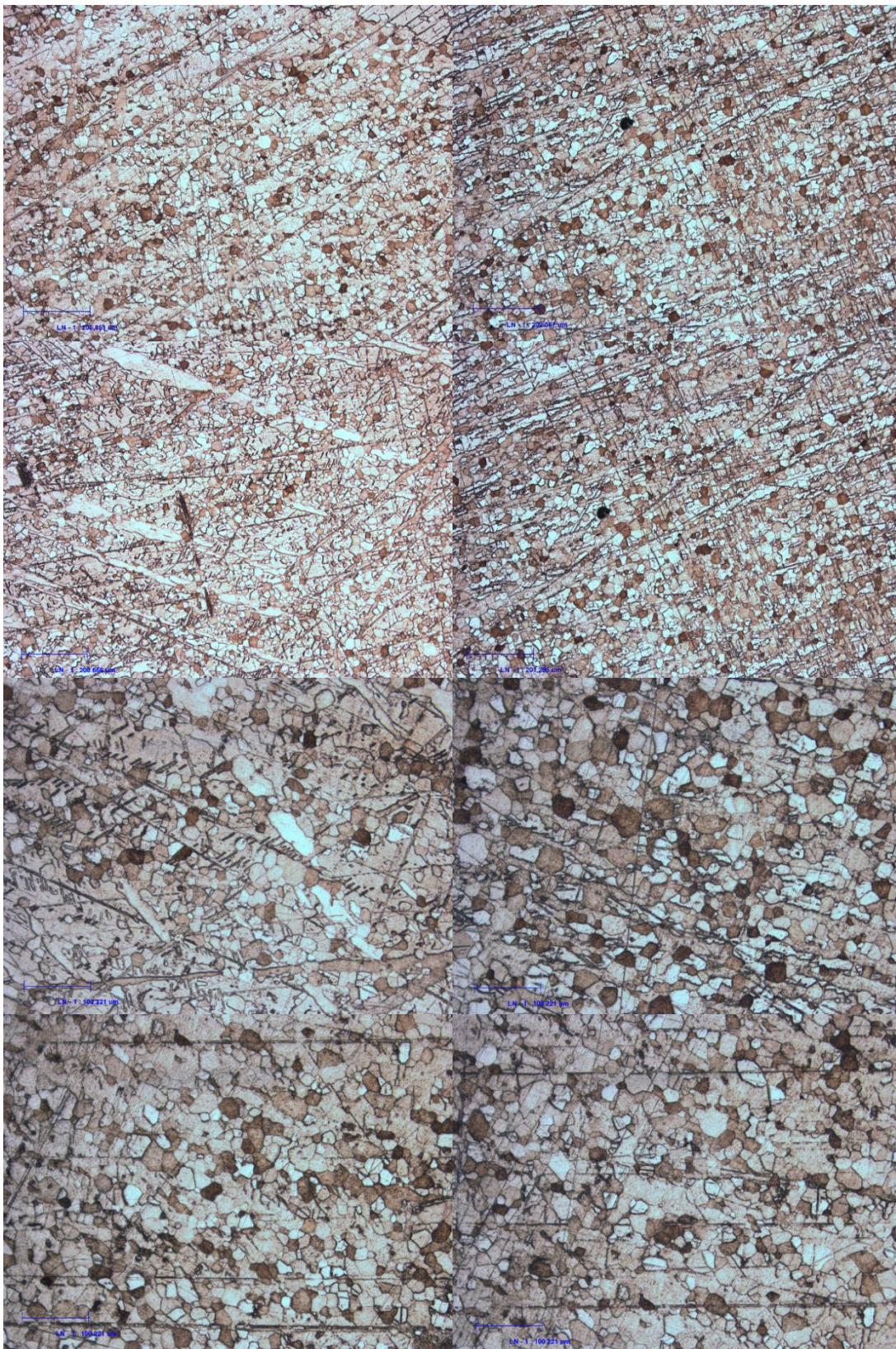
ภาพที่ ก-1 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะตีบุกบริสุทธิ์ขึ้นงาน as cast



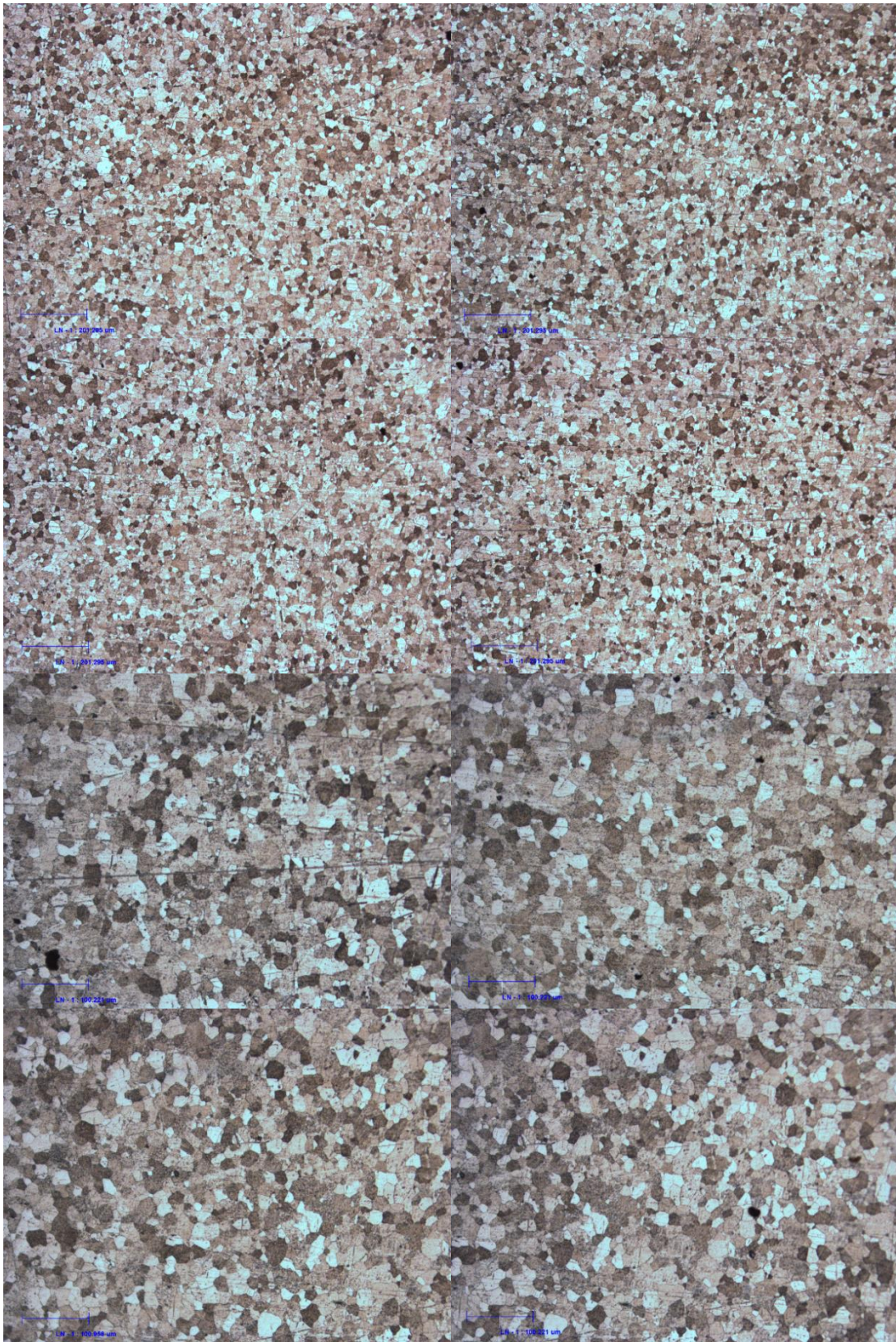
ภาพที่ ก-2 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกบริสุทธิ์ขึ้นงาน 0.25 strain



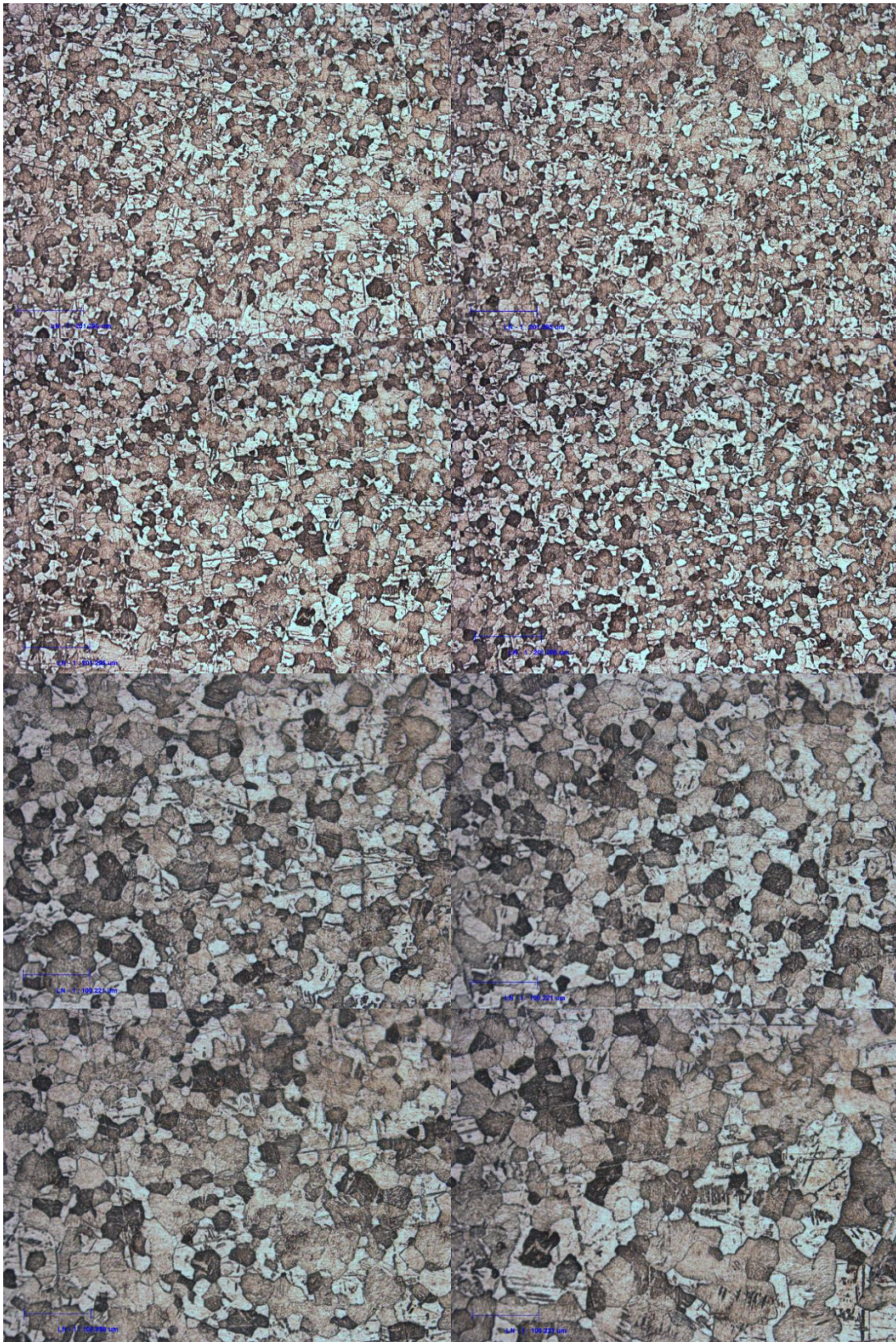
ภาพที่ ก-3 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกบริสุทธิ์ขึ้นงาน 0.5 strain



ภาพที่ ก-4 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะตีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย  
มวล ขึ้นงาน as cast

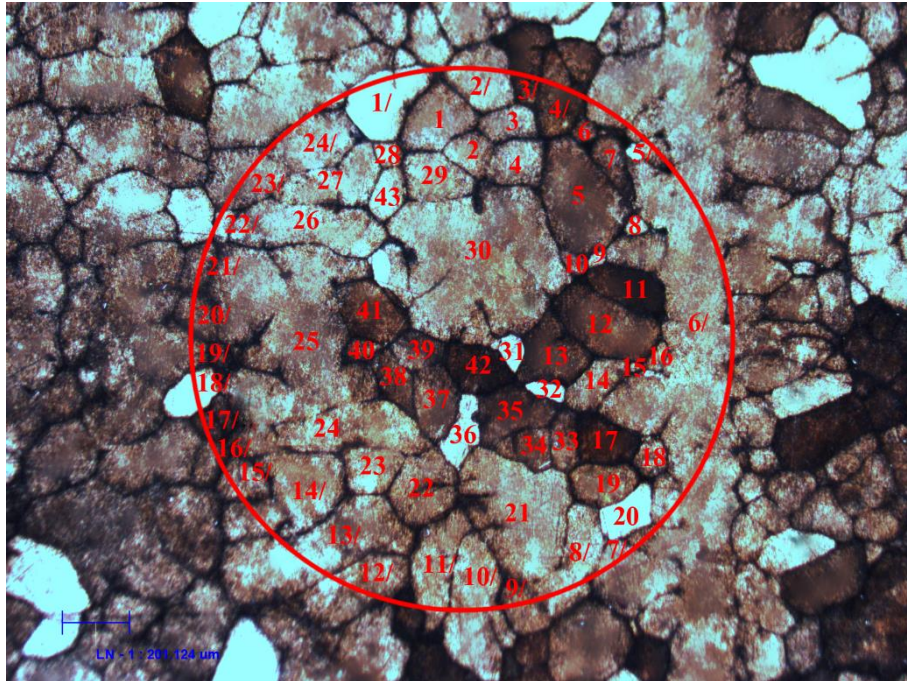


ภาพที่ ก-5 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะตีบุกผสมบิสมีท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ขึ้นงาน 0.25 strain



ภาพที่ ก-6 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะตีบุกผสมทิตเนียม 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชี้นงาน 0.5 strain

การคำนวณหาขนาดเกรนด้วยวิธี Planimetic method



ภาพที่ ก-7 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกบริสุทธิ์ชิ้นงาน as cast

$$N_{inside} = 43$$

$$N_{intercept} = 24$$

$$N_A = f \left( N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2} \right)$$

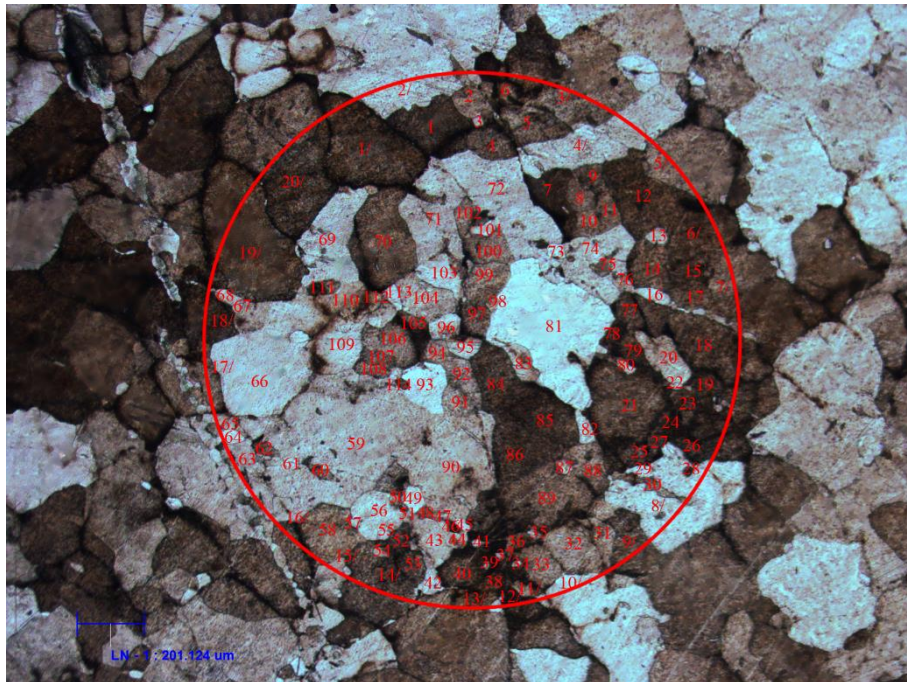
$$f \text{ at } 50x = 0.5$$

$$N_A = 27.5 \text{ grain/mm}^2$$

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A)$$

$$G = 1.827$$

$$\text{Average diameter} = 191.364 \mu\text{m}$$



ภาพที่ ก-8 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกบริสุทธิ์ซึ่งงาน 0.25 strain

$$N_{inside} = 114$$

$$N_{intercept} = 20$$

$$N_A = f \left( N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2} \right)$$

$$f \text{ at } 50x = 0.5$$

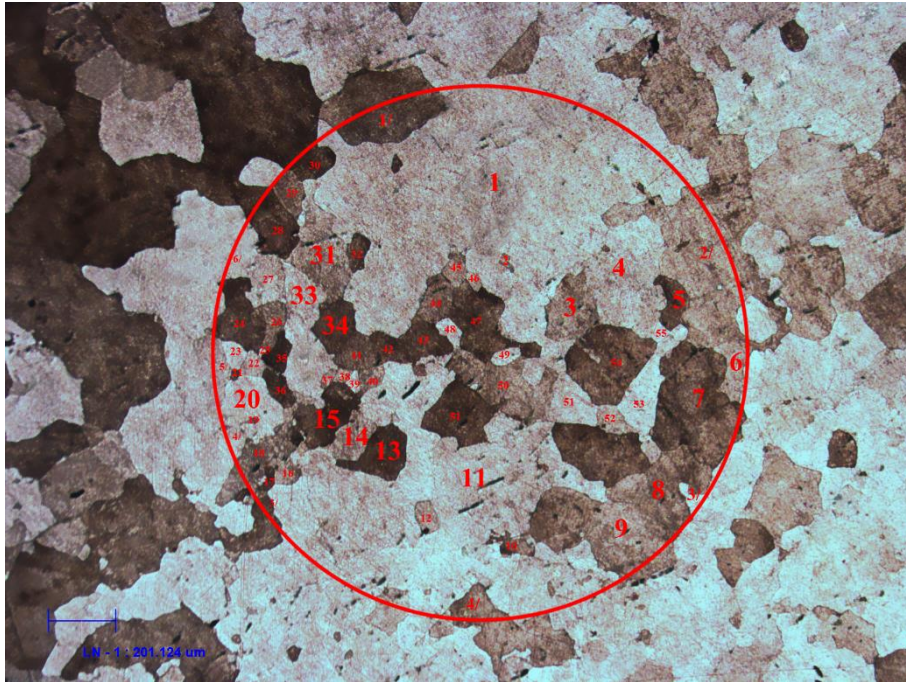
$$N_A = 62 \text{ grain/mm}^2$$

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A)$$

$$G = 2.999$$

$$\text{Average diameter} = 127.048 \mu\text{m}$$





ภาพที่ ก-9 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะตีบุกบริสุทธิ์ขึ้นงาน 0.5 strain

$$N_{inside} = 55$$

$$N_{intercept} = 6$$

$$N_A = f \left( N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2} \right)$$

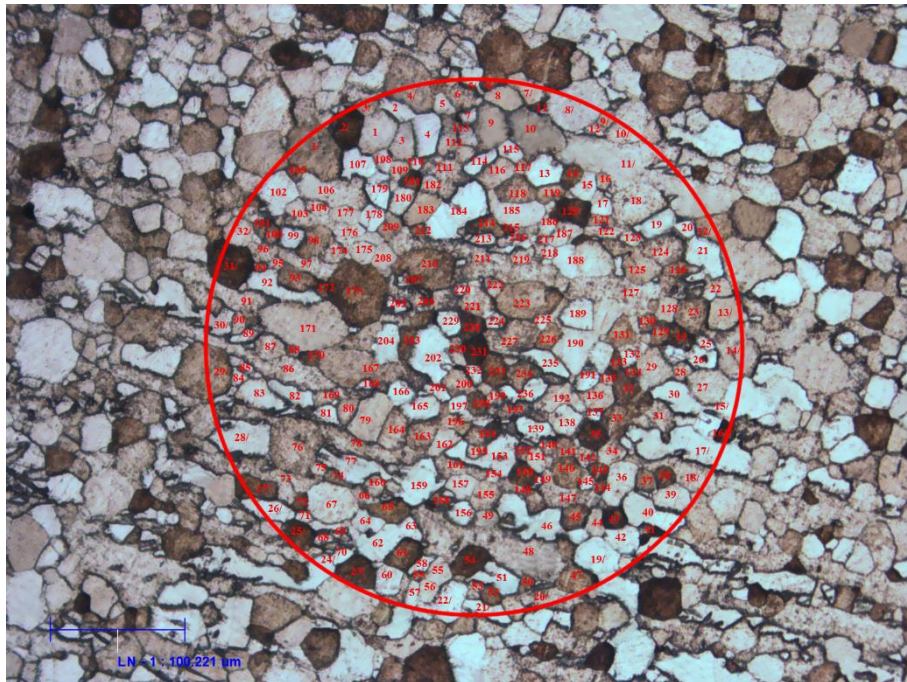
$$f \text{ at } 50x = 0.5$$

$$N_A = 29 \text{ grain/mm}^2$$

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A)$$

$$G = 1.904$$

$$\text{Average diameter} = 186.128 \mu\text{m}$$



ภาพที่ ก-10 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย

มวล

ชิ้นงาน as cast

$$N_{inside} = 234$$

$$N_{intercept} = 32$$

$$N_A = f \left( N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2} \right)$$

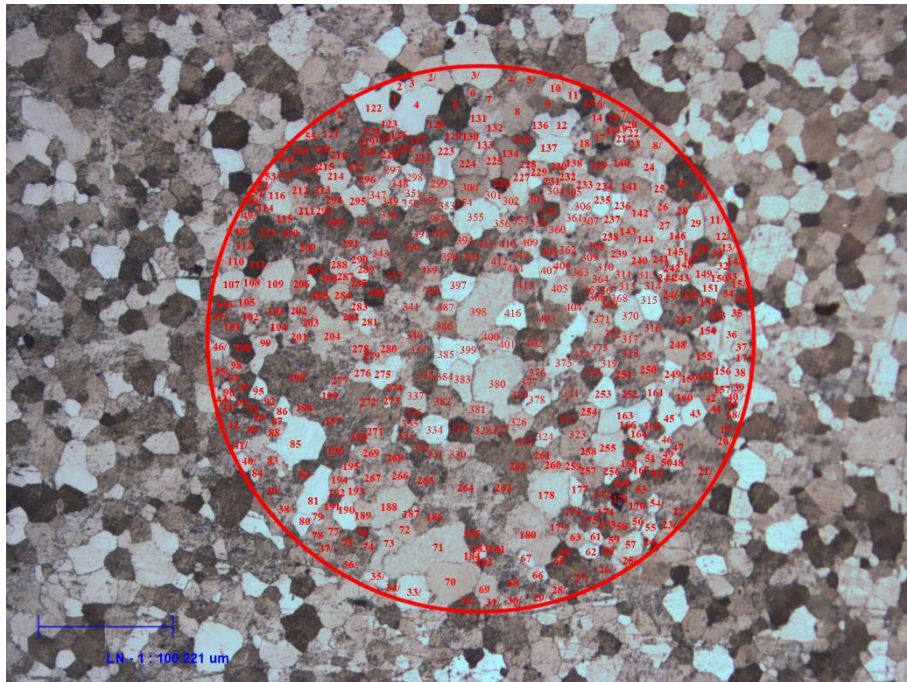
$$f \text{ at } 200x = 8$$

$$N_A = 2,000 \text{ grain/mm}^2$$

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A)$$

$$G = 8.0115$$

$$\text{Average diameter} = 22.4136 \mu\text{m}$$



ภาพที่ ก-11 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย

มวล

ขึ้นงาน 0.25 strain

$$N_{inside} = 416$$

$$N_{intercept} = 55$$

$$N_A = f \left( N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2} \right)$$

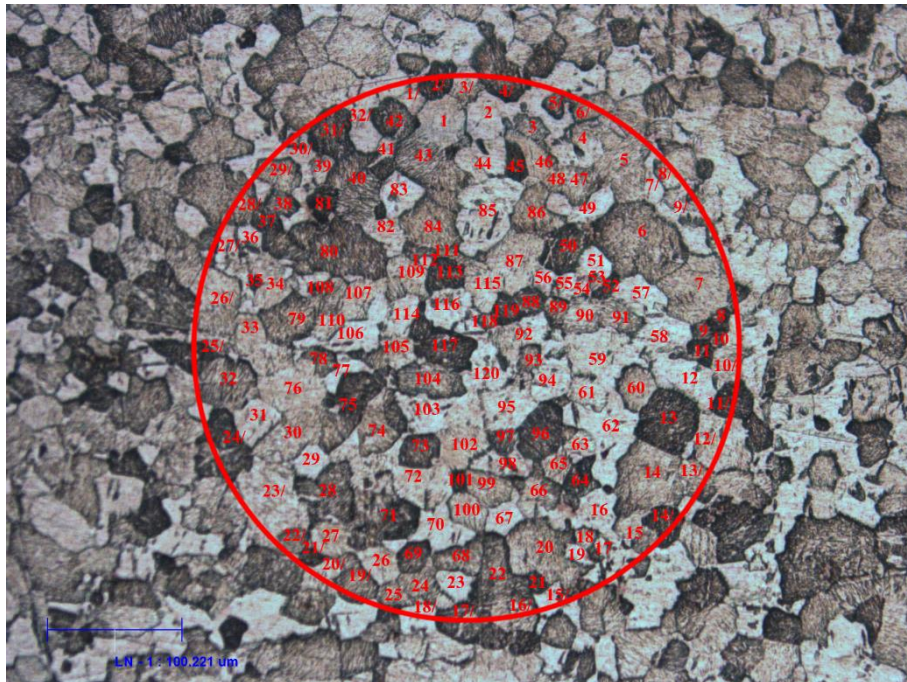
$$f \text{ at } 200x = 8$$

$$N_A = 3,548 \text{ grain/mm}^2$$

$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A)$$

$$G = 8.838$$

$$\text{Average diameter} = 16.872 \mu\text{m}$$



ภาพที่ ก-12 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดย

มวล

ขึ้นงาน 0.5 strain

$$N_{inside} = 120$$

$$N_{intercept} = 32$$

$$N_A = f \left( N_{inside} + \frac{N_{intercept}}{2} \right)$$

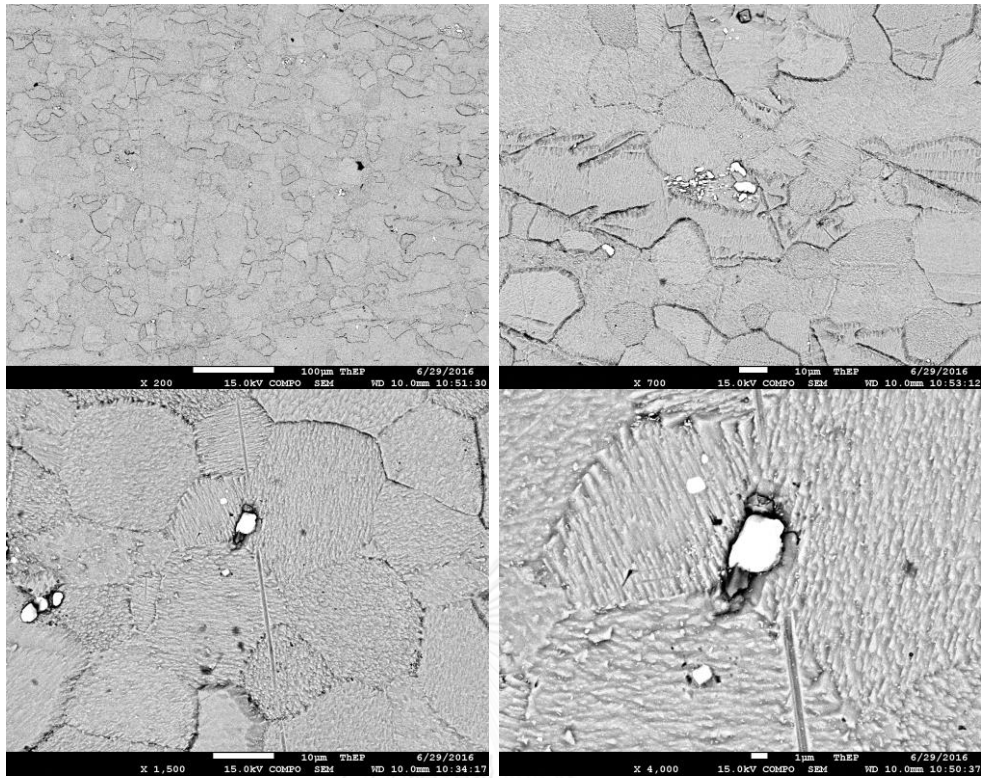
$$f \text{ at } 200x = 8$$

$$N_A = 1,088 \text{ grain/mm}^2$$

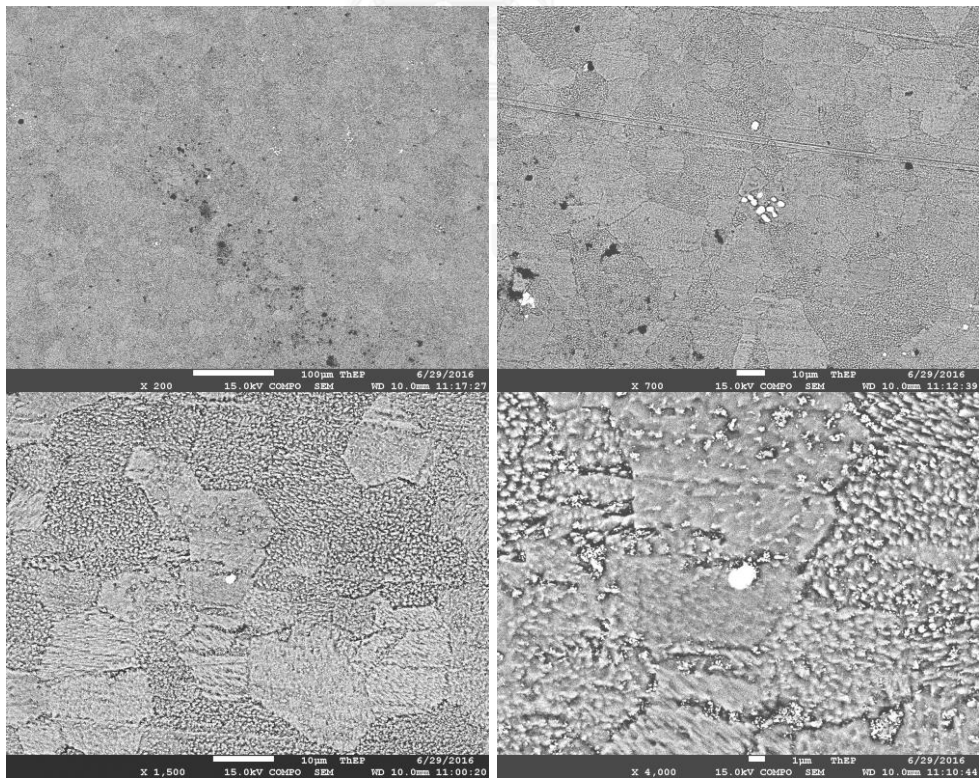
$$G = -2.9542 + 3.3219 \log_{10}(N_A)$$

$$G = 7.133$$

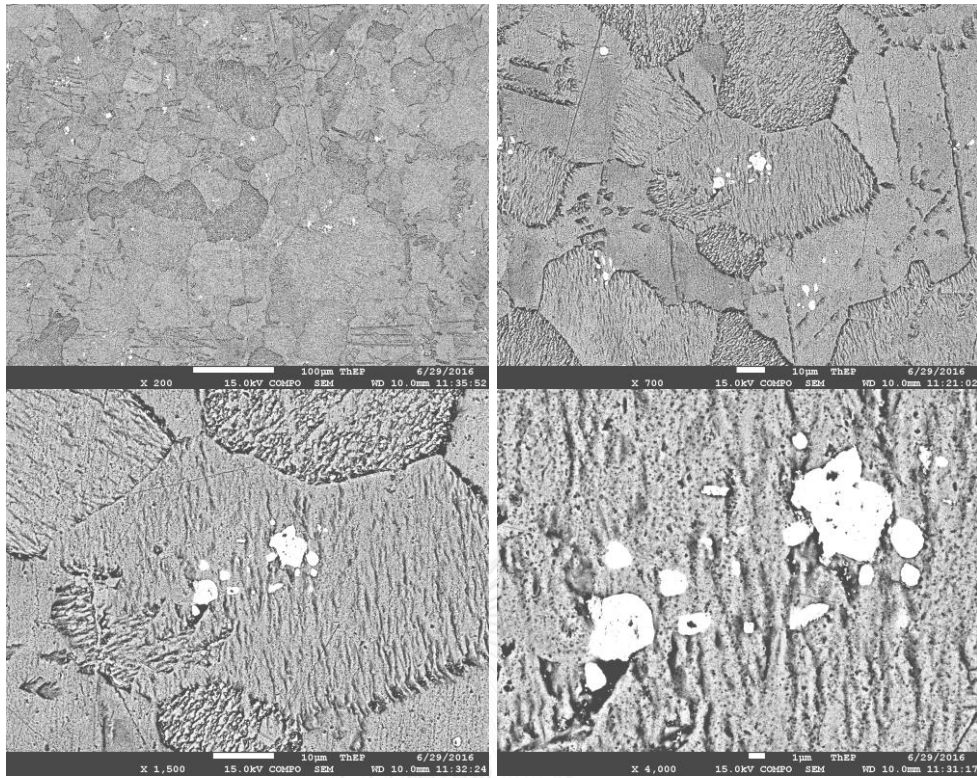
$$\text{Average diameter} = 30.4434 \mu\text{m}$$



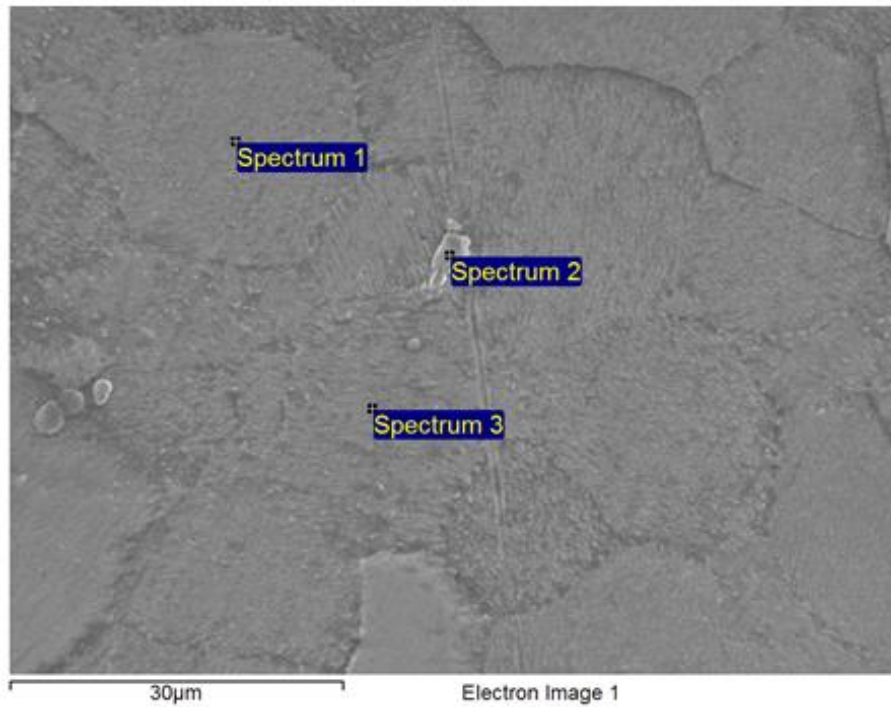
ภาพที่ ก-13 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในโหมด backscattering ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชีงงาน as cast



ภาพที่ ก-14 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในโหมด backscattering ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชีงงาน 0.25 strain



ภาพที่ ก-15 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในโหมด backscattering ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชี้นงาน 0.5 strain

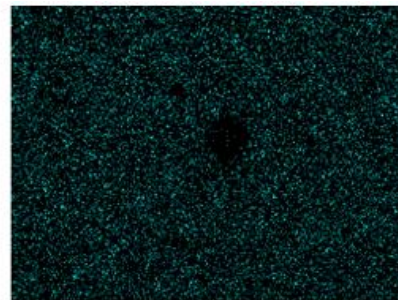


Processing option : All elements analysed (Normalised)

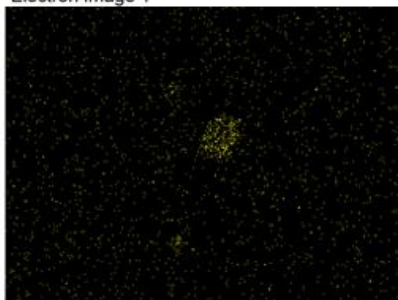
Spectrum	In stats.	X (nm)	Y (nm)	Sn	Bi
Spectrum 1	Yes	-19759	17885	98.02	1.98
Spectrum 2	Yes	-547	7654	3.72	96.28
Spectrum 3	Yes	-7498	-6092	98.14	1.86
Mean				66.62	33.38
Std. deviation				54.48	54.48
Max.				98.14	96.28
Min.				3.72	1.86



Electron Image 1

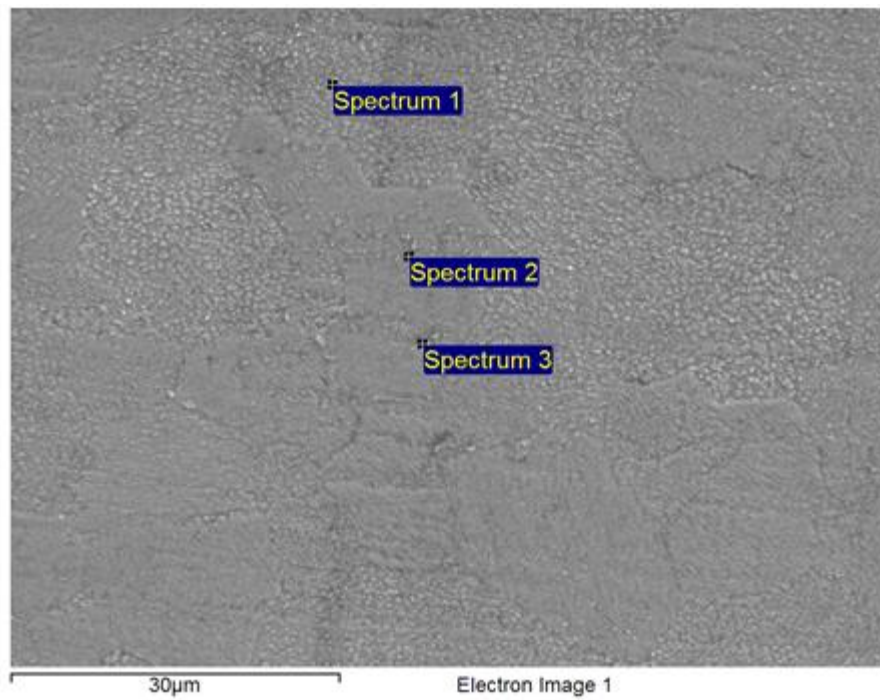


Sn La1



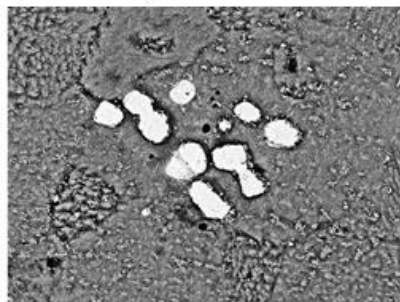
Bi Ma1

ภาพที่ ก-16 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS แบบ point scan และ mapping ของโลหะดิวทิลผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ขึ้นงาน as cast

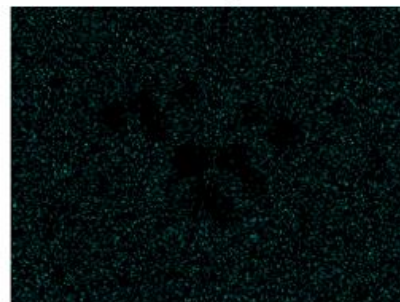


Processing option : All elements analysed (Normalised)

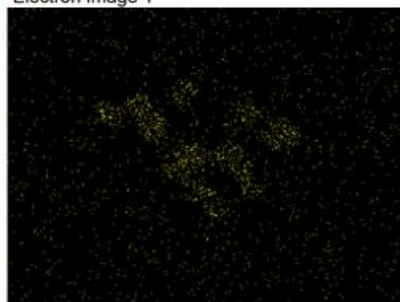
Spectrum	In stats.	X (nm)	Y (nm)	Sn	Bi
Spectrum 1	Yes	-10778	23040	97.68	2.32
Spectrum 2	Yes	-3827	7420	93.82	6.18
Spectrum 3	Yes	-2577	-547	6.58	93.42
Mean				66.03	33.97
Std. deviation				51.52	51.52
Max.				97.68	93.42
Min.				6.58	2.32



Electron Image 1



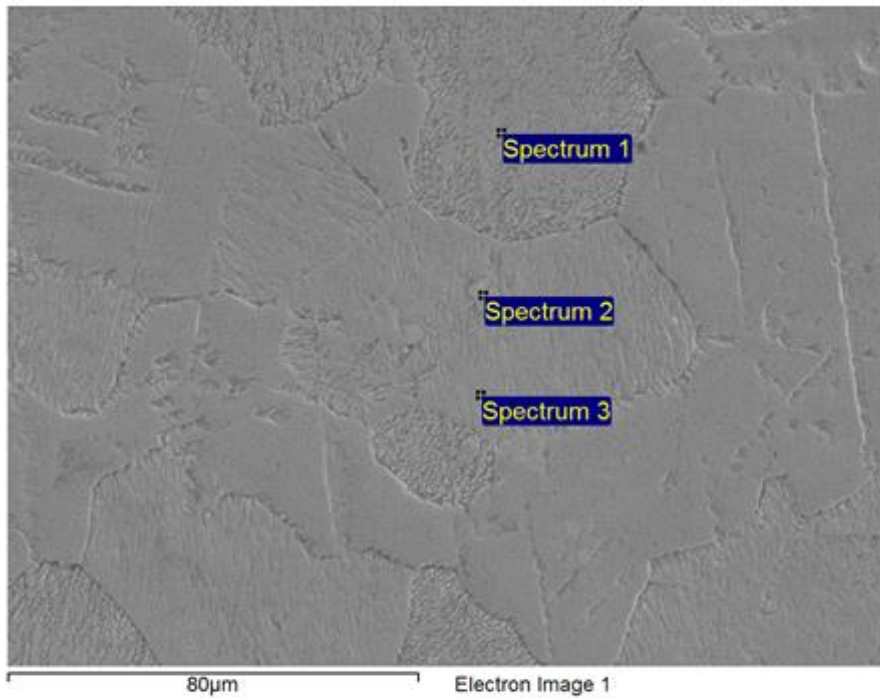
Sn La1



Bi Ma1

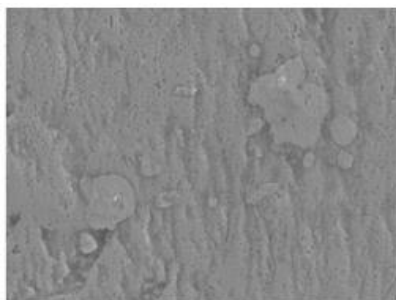
ภาพที่ ก-17 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS แบบ point scan และ mapping ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชี้นงาน 0.25 strain



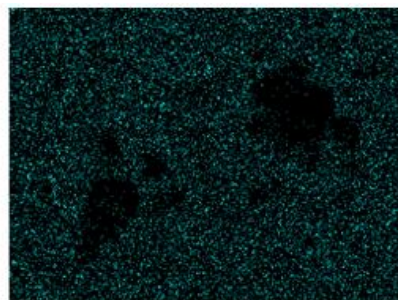


Processing option : All elements analysed (Normalised)

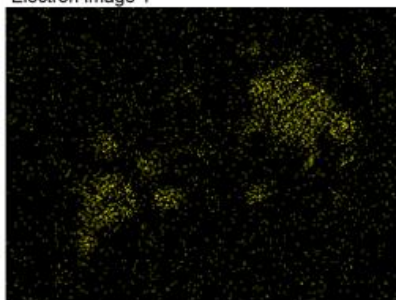
Spectrum	In stats	X (nm)	Y (nm)	Sn	Bi
Spectrum 1	Yes	10209	39664	97.84	2.16
Spectrum 2	Yes	6694	8033	2.96	97.04
Spectrum 3	Yes	6192	-11380	98.15	1.85
Mean				66.32	33.68
Std. deviation				54.87	54.87
Max.				98.15	97.04
Min.				2.96	1.85



Electron Image 1

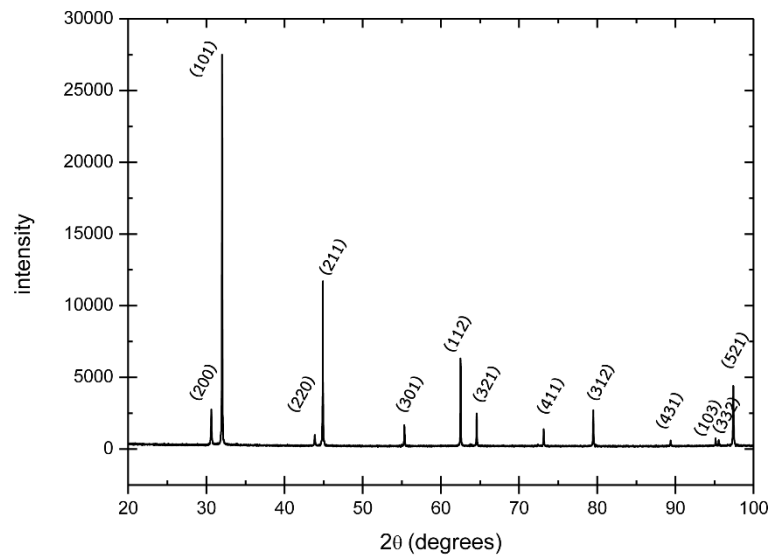


Sn La1

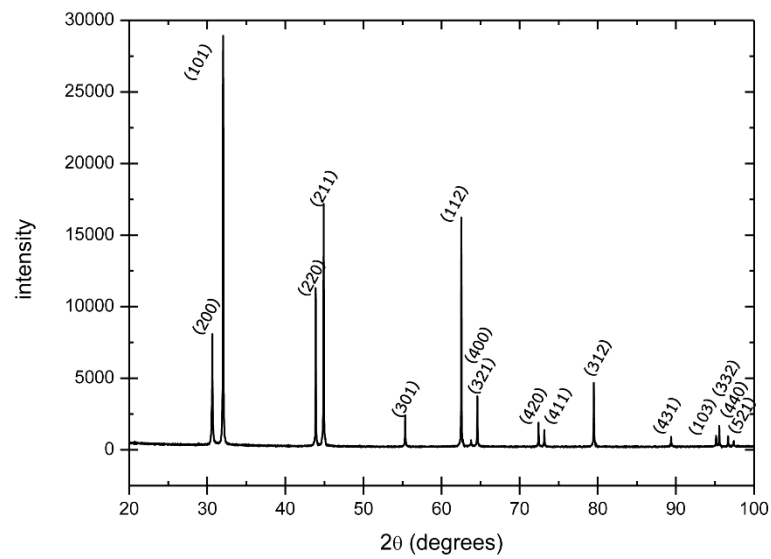


Bi Ma1

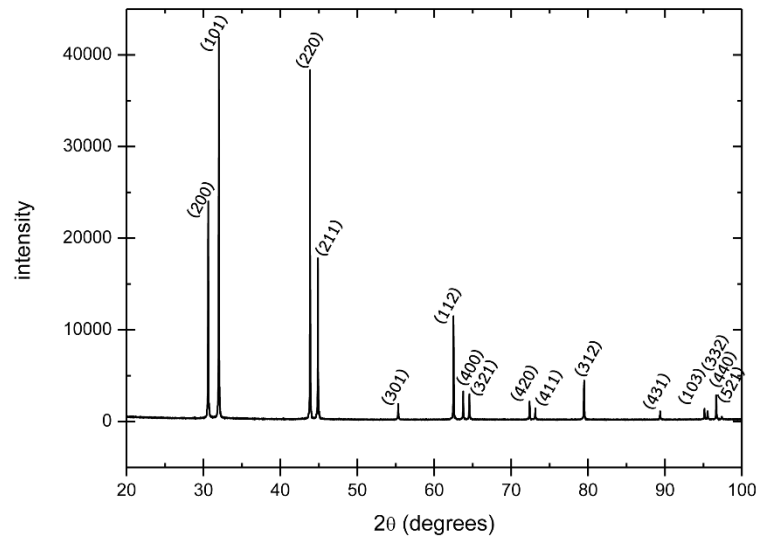
ภาพที่ ก-18 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและผลวิเคราะห์ EDS แบบ point scan และ mapping ของโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ชี้นงาน 0.5 strain



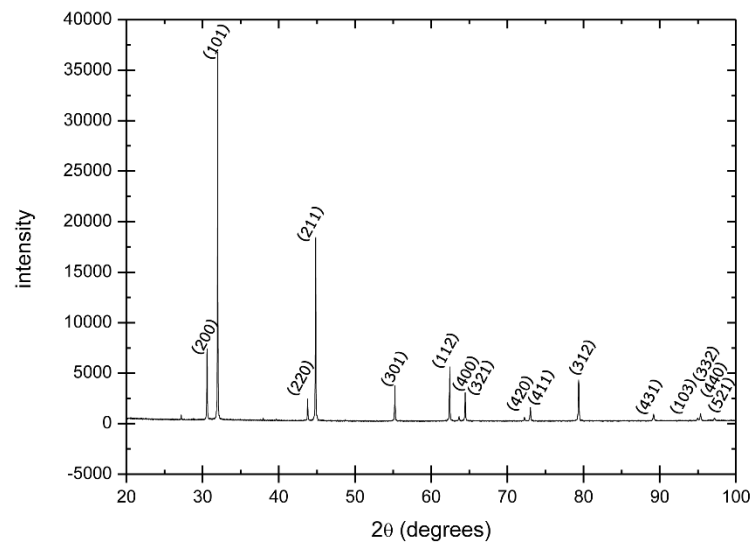
ภาพที่ ก-19 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ที่ as cast



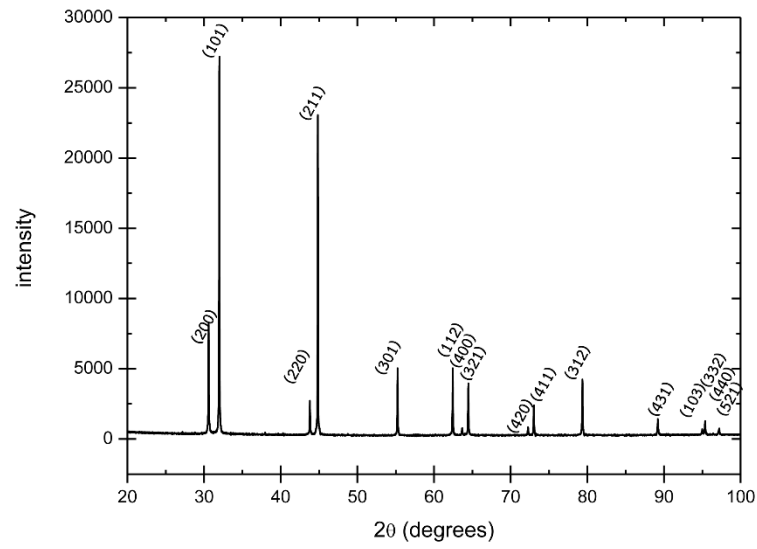
ภาพที่ ก-20 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ที่ 0.25 strain



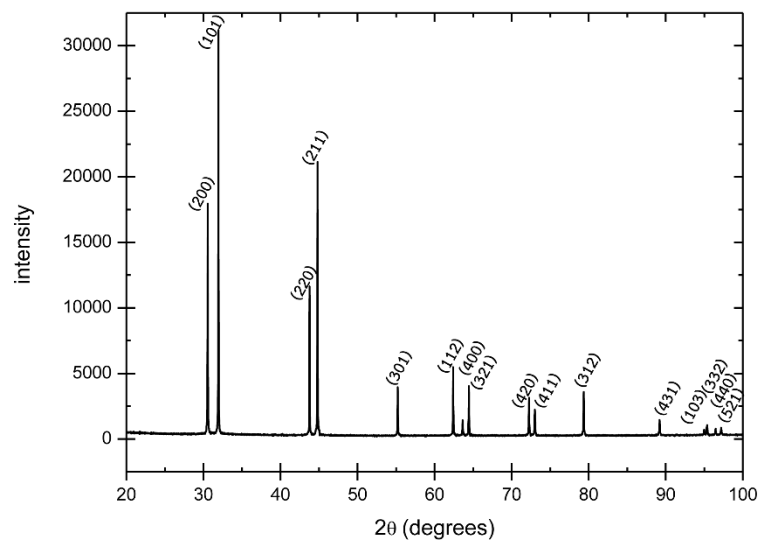
ภาพที่ ก-21 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ที่ 0.5 strain



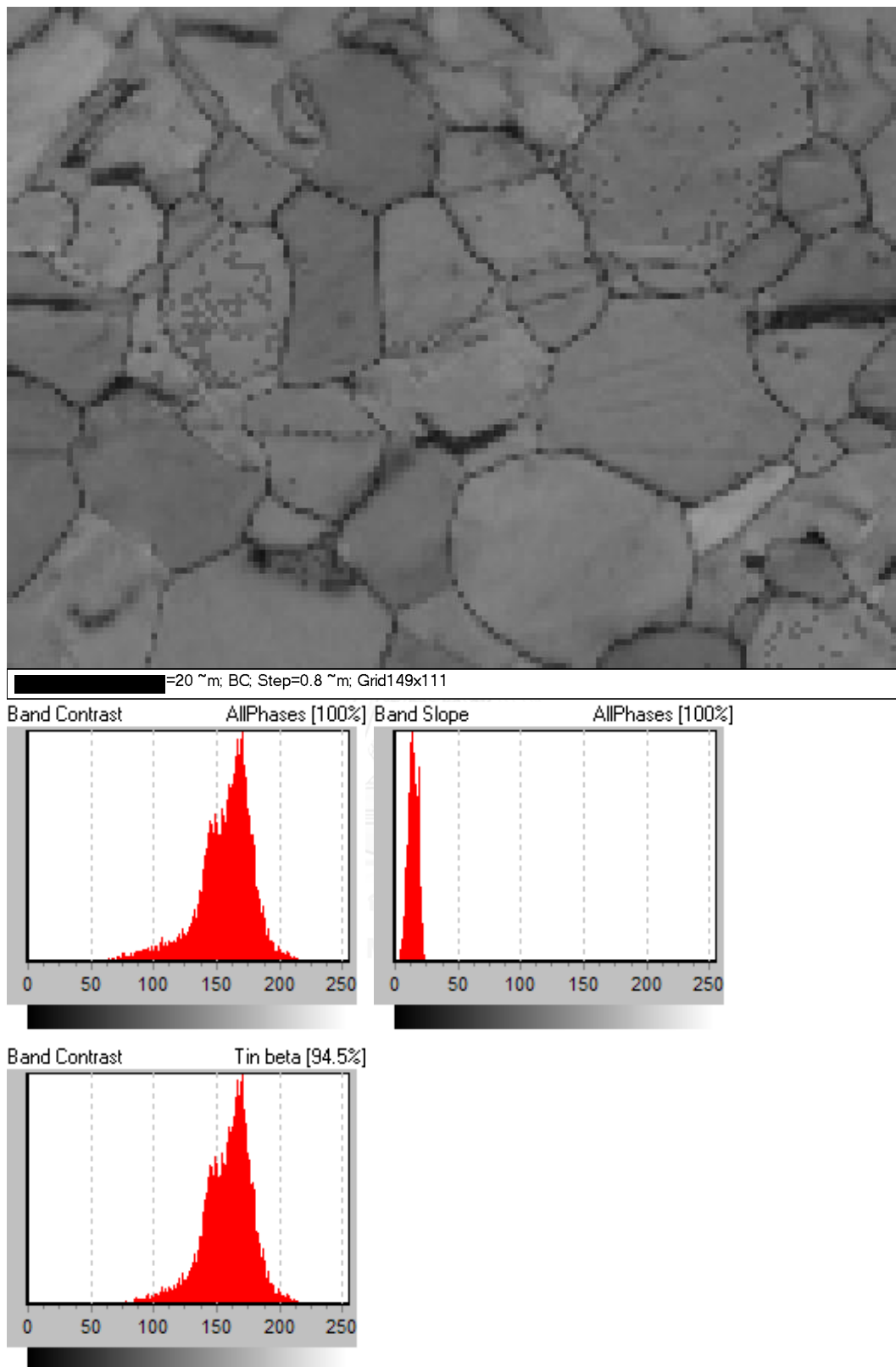
ภาพที่ ก-22 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast



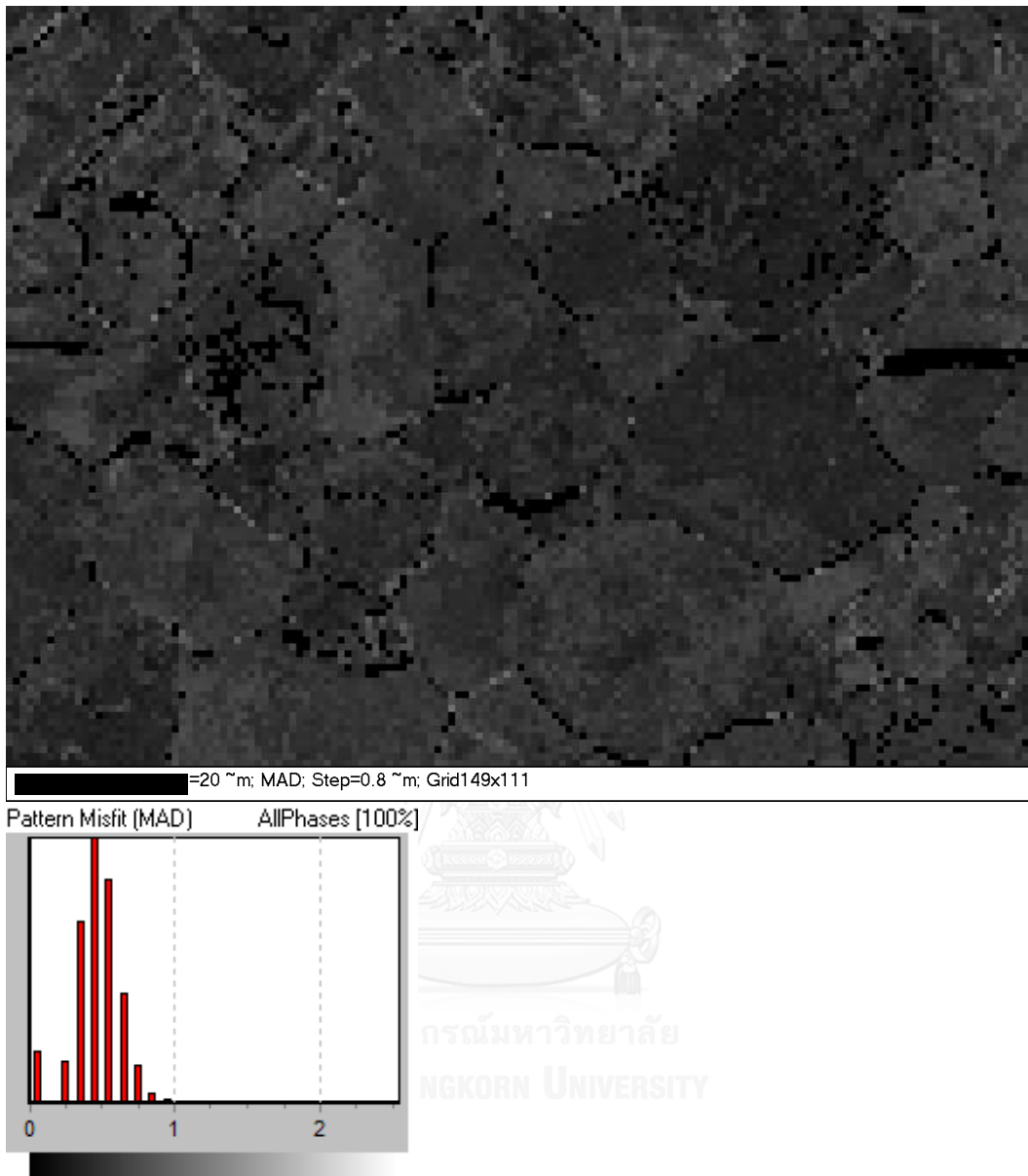
ภาพที่ ก-23 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain



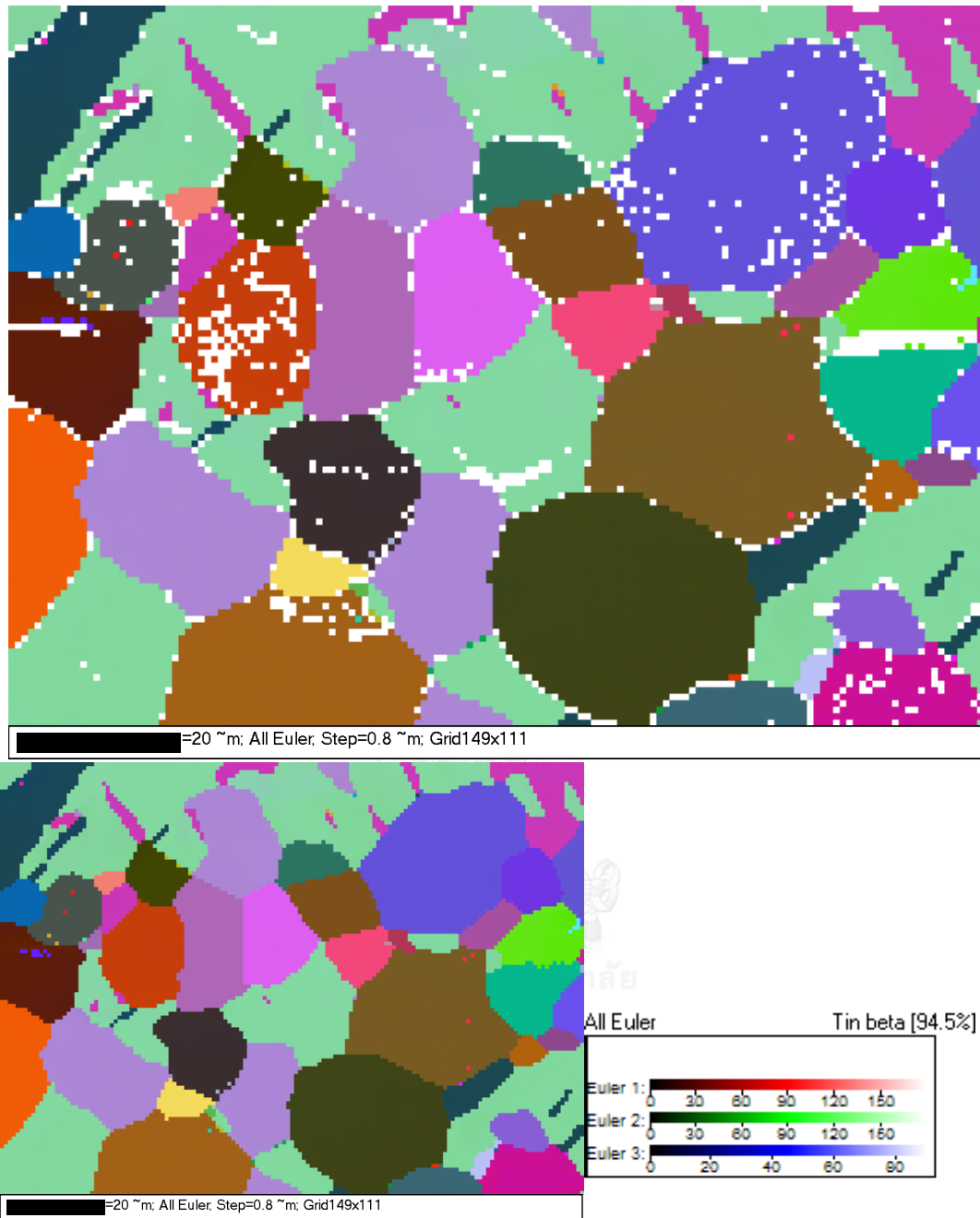
ภาพที่ ก-24 กราฟ XRD pattern ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain



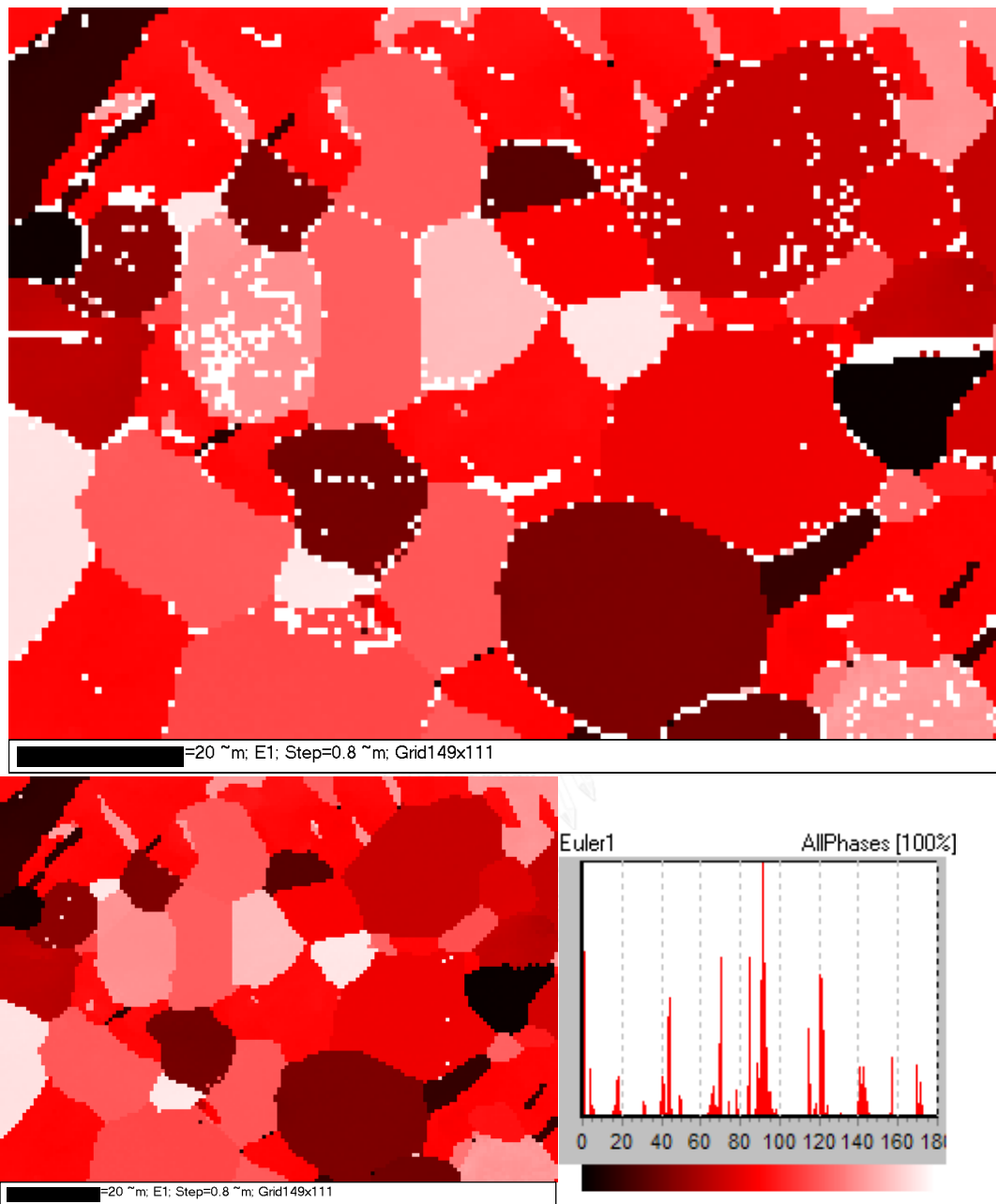
ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast



ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)

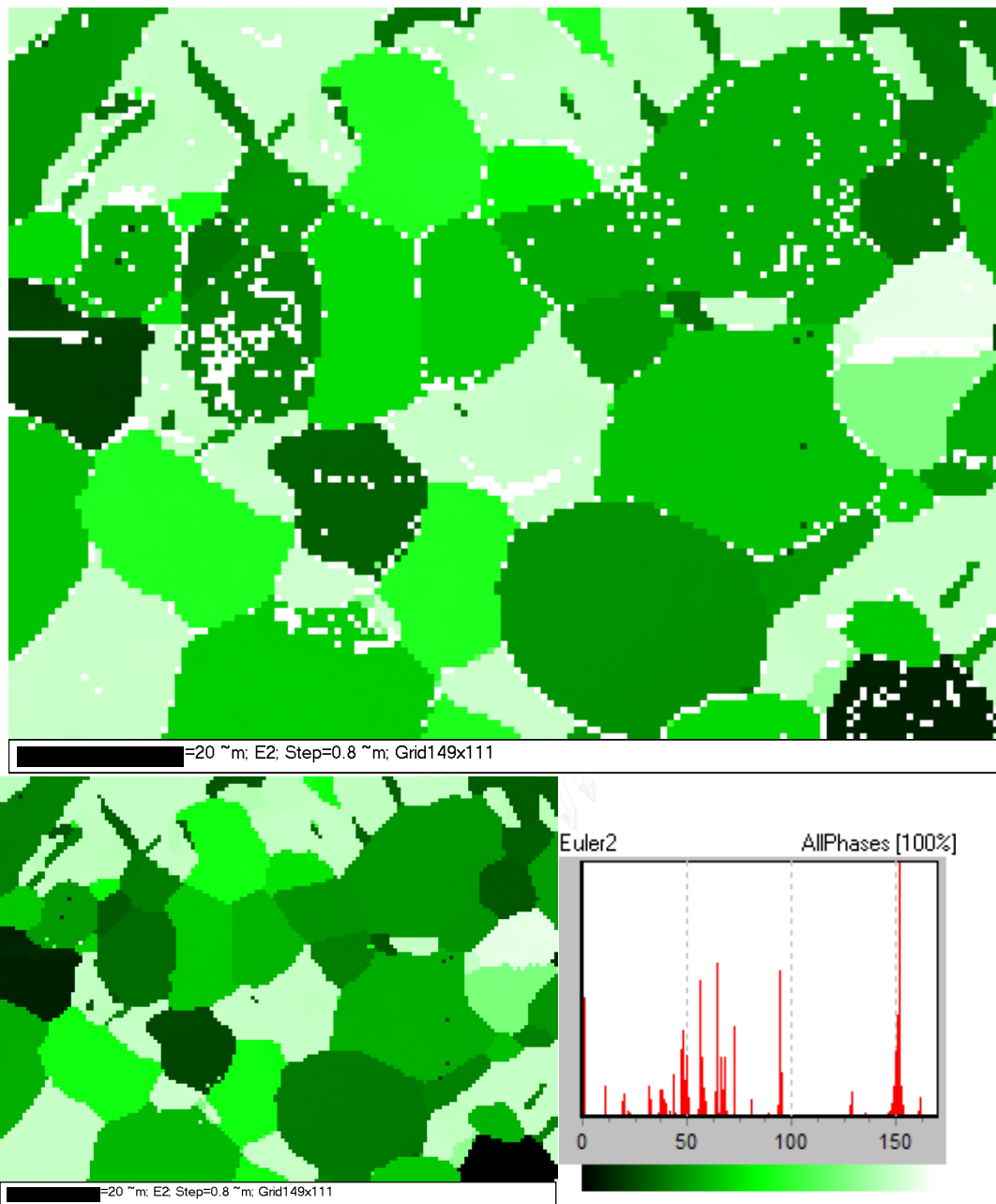


ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมีท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)

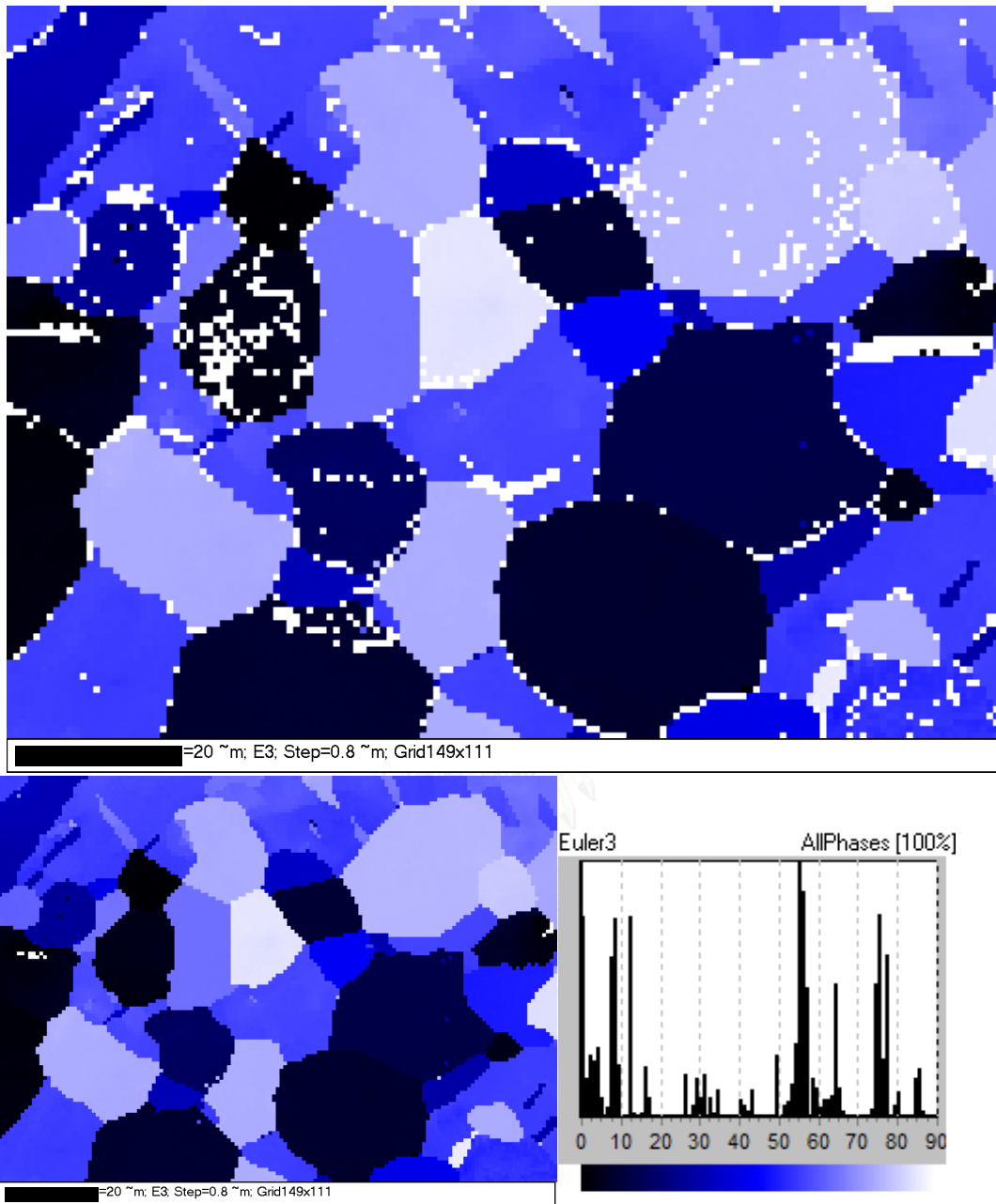


ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)

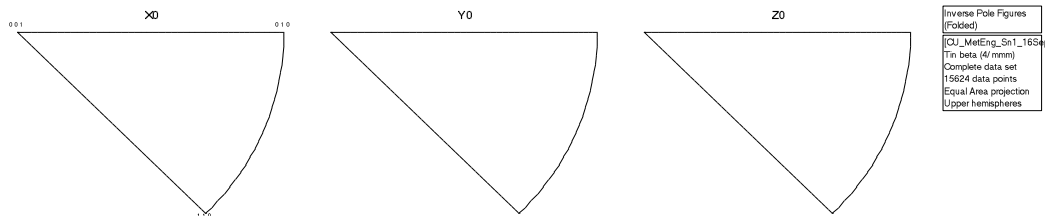
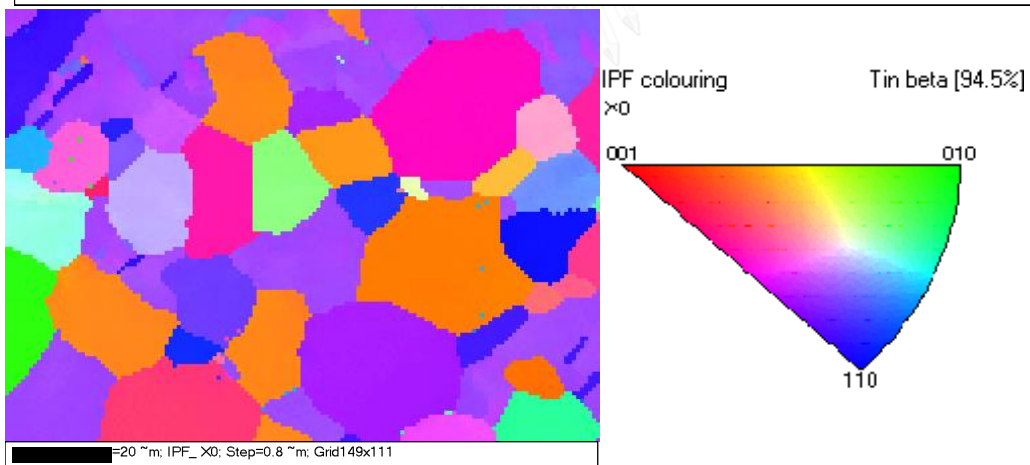
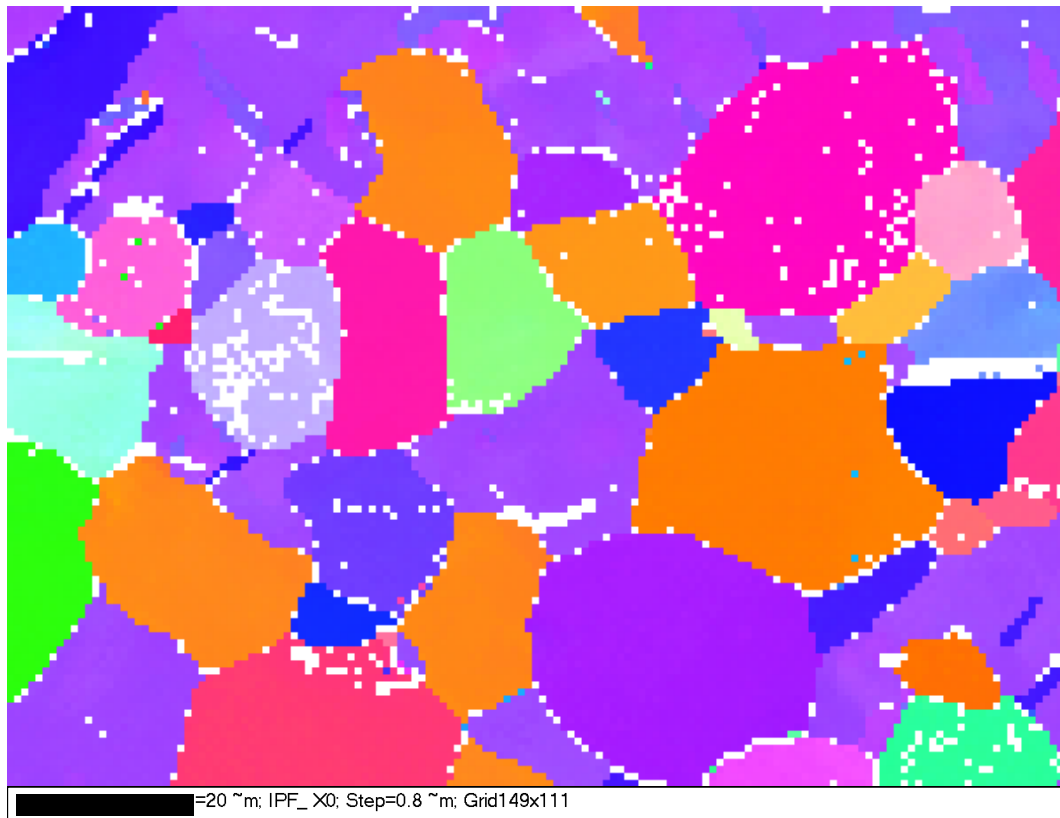




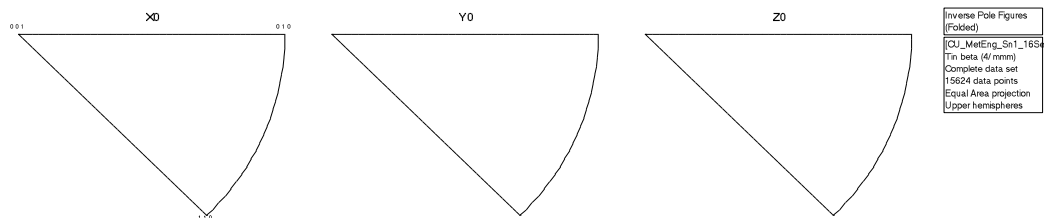
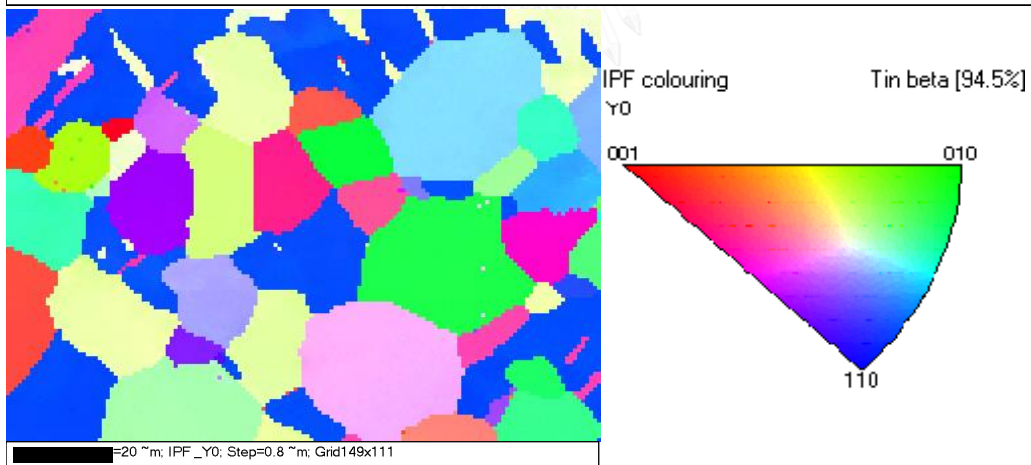
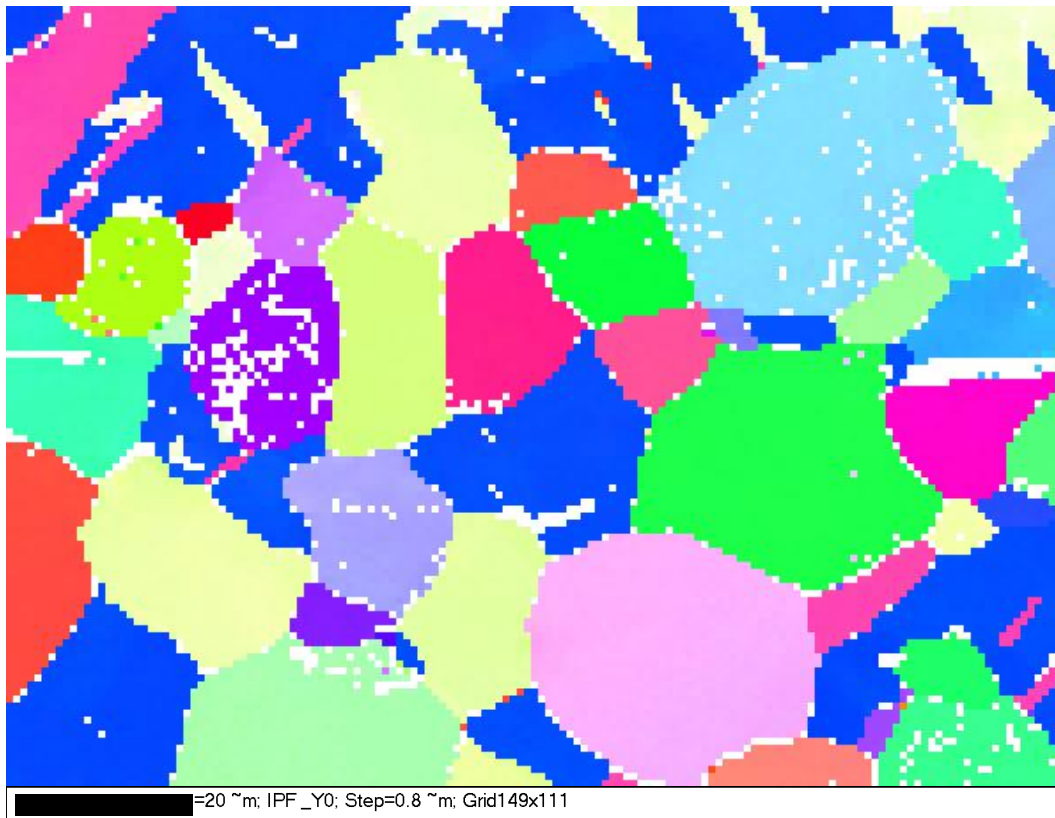
ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)



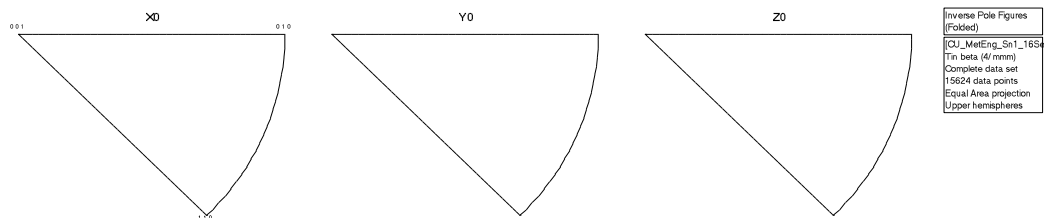
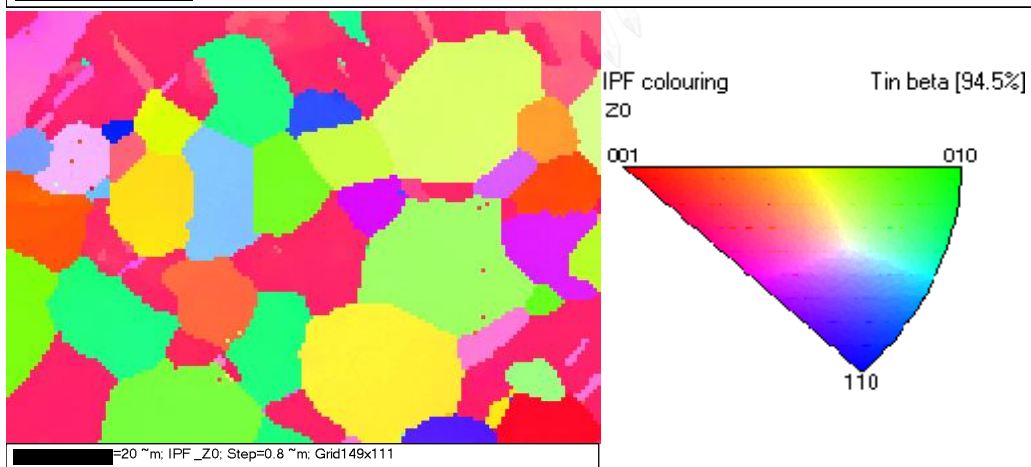
ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมาท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)



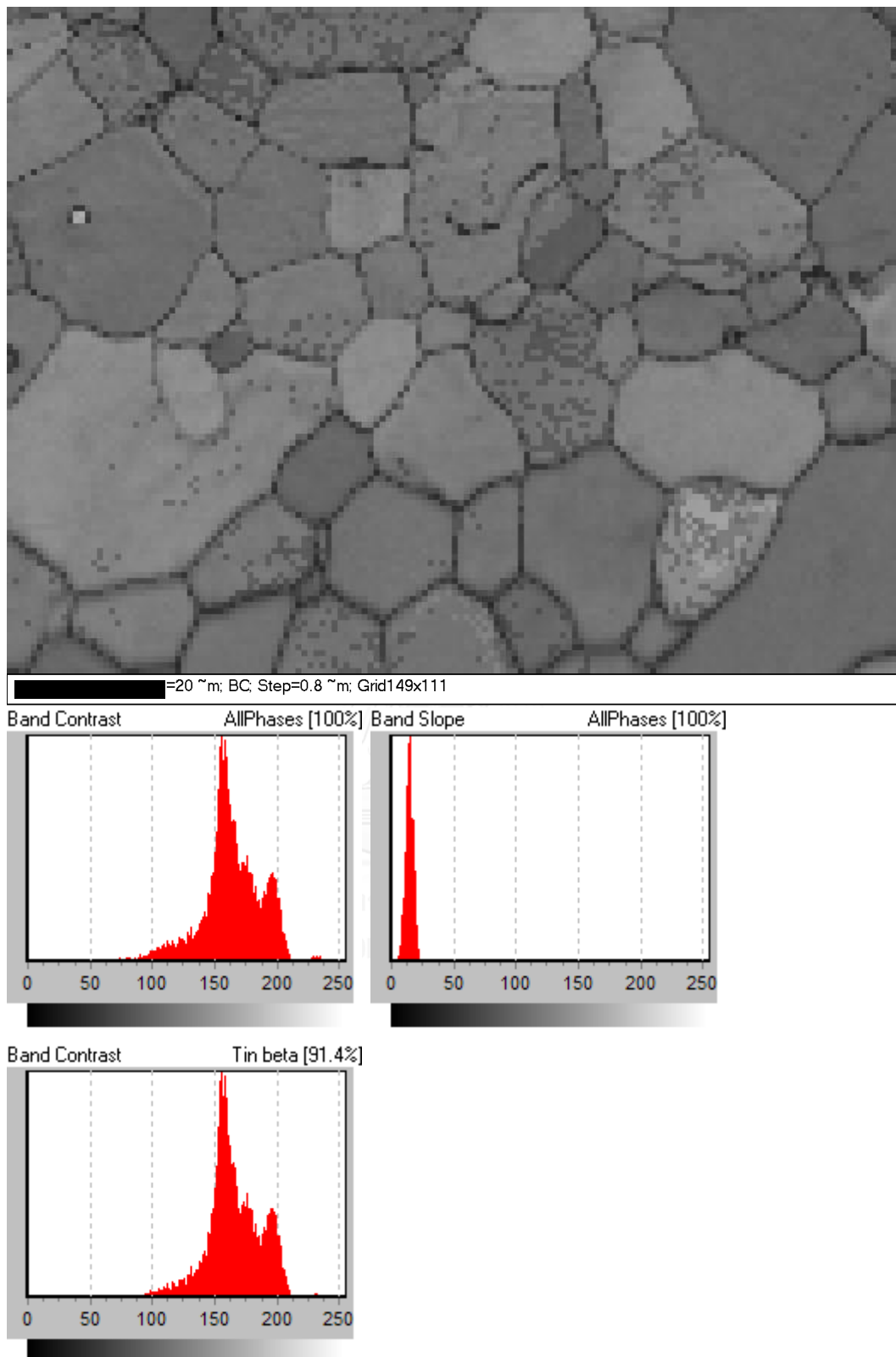
ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)



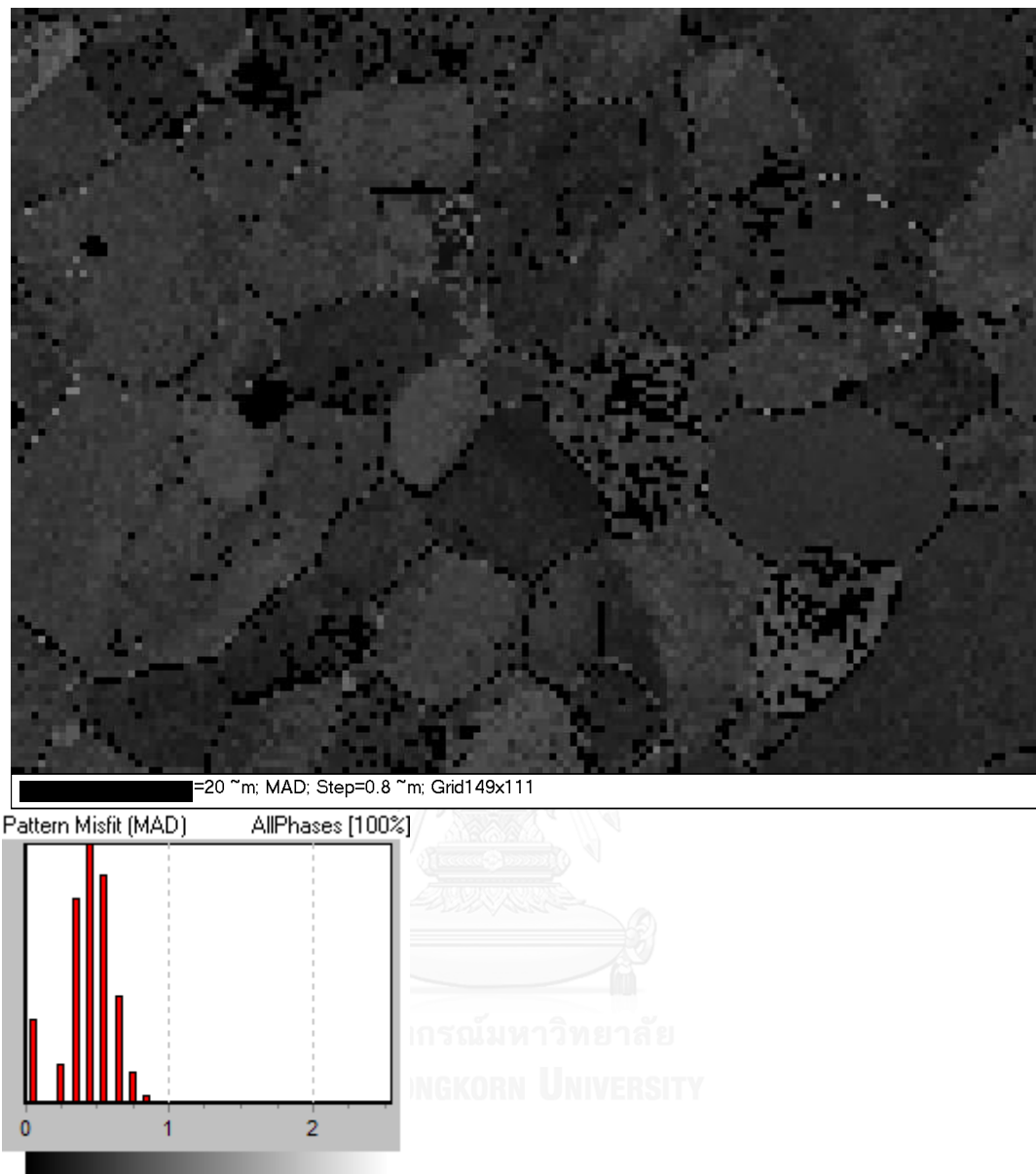
ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)



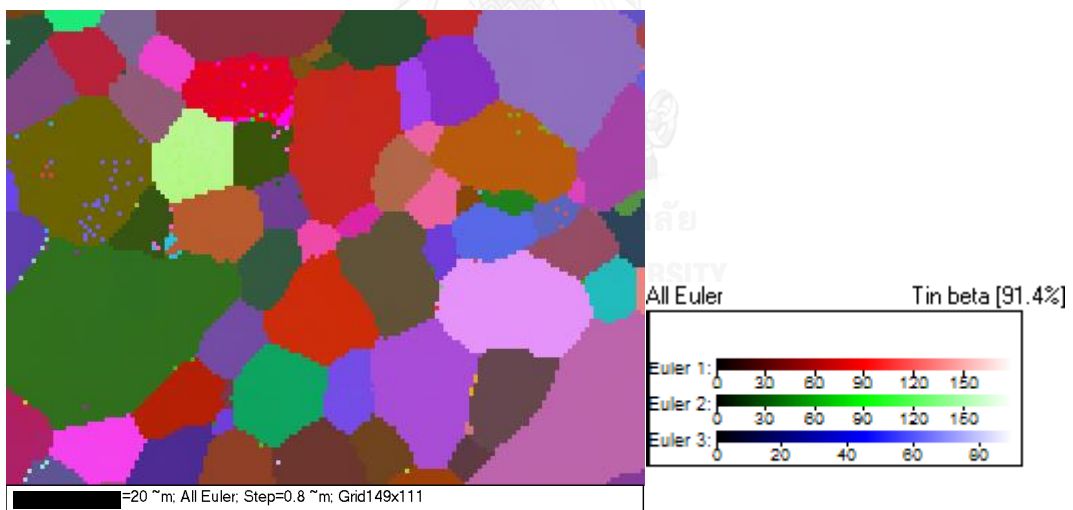
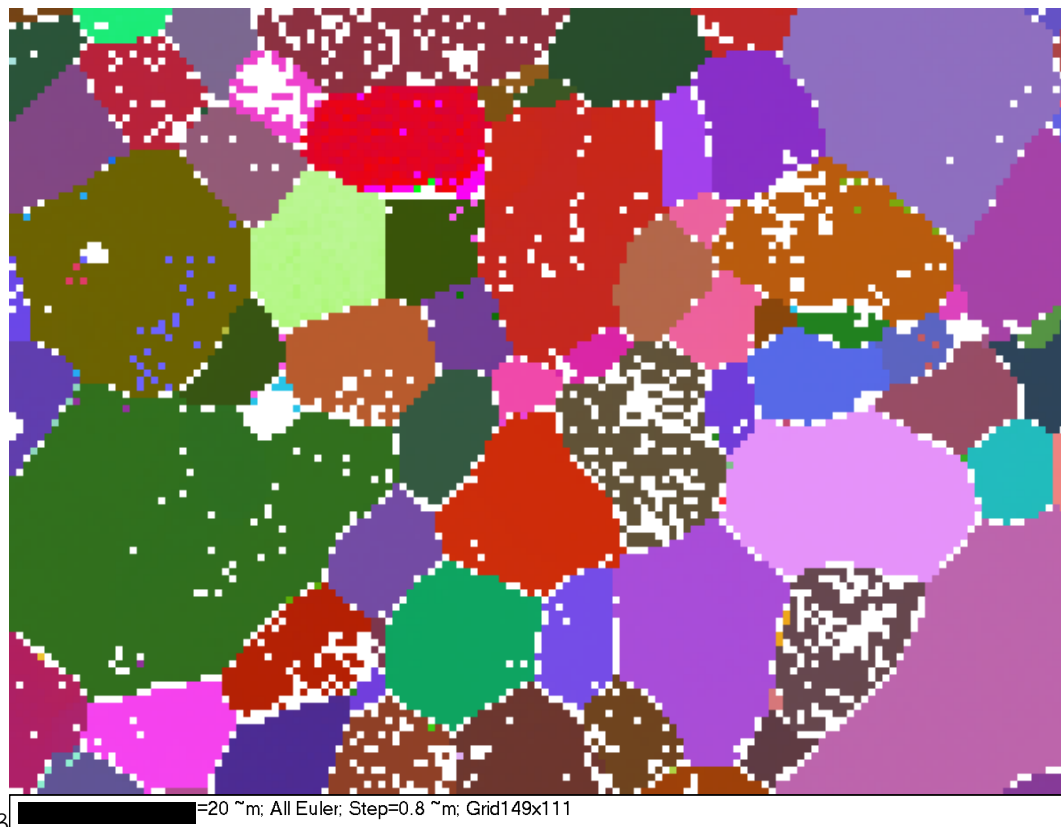
ภาพที่ ก-25 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล as cast (ต่อ)



ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain

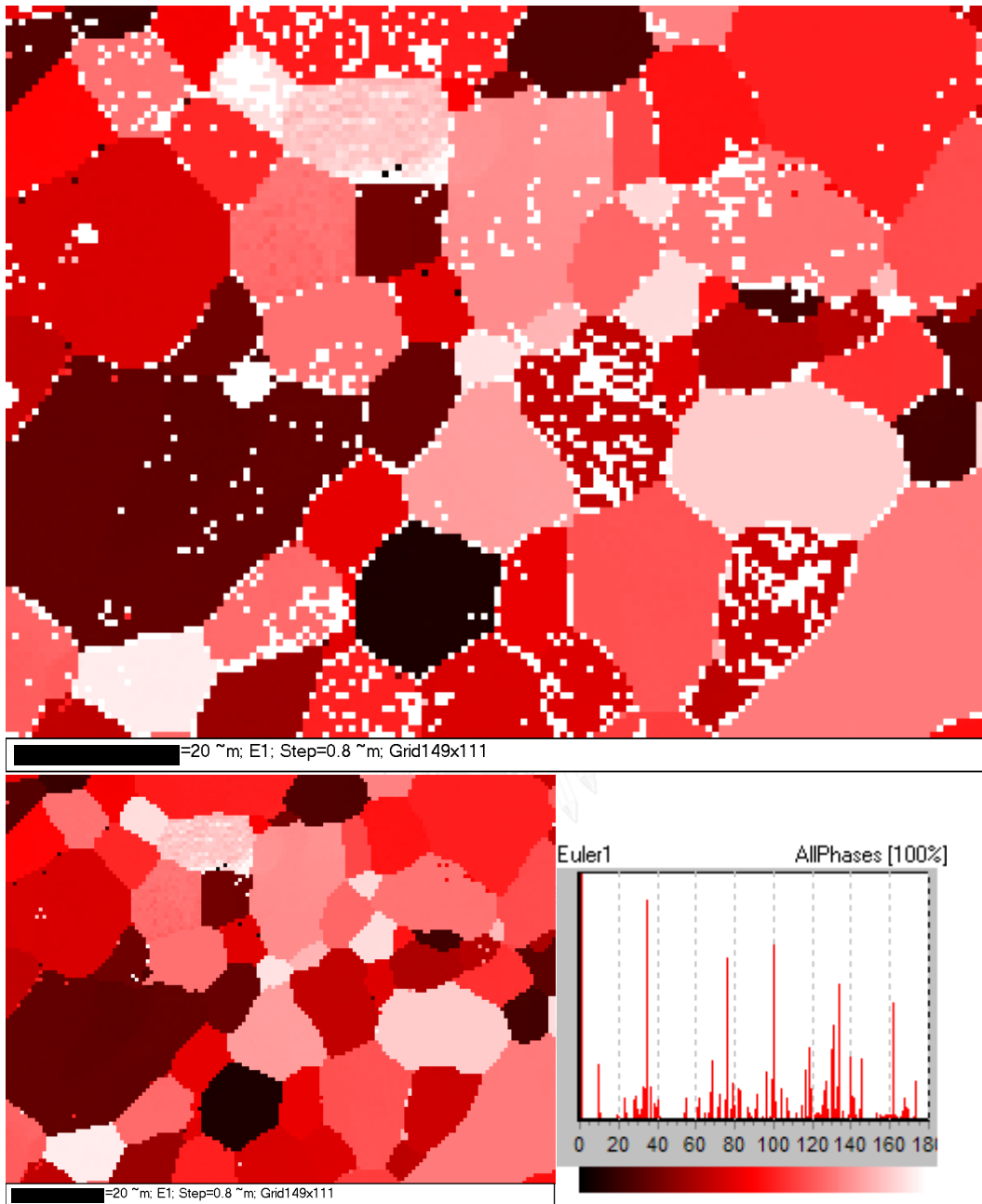


ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)

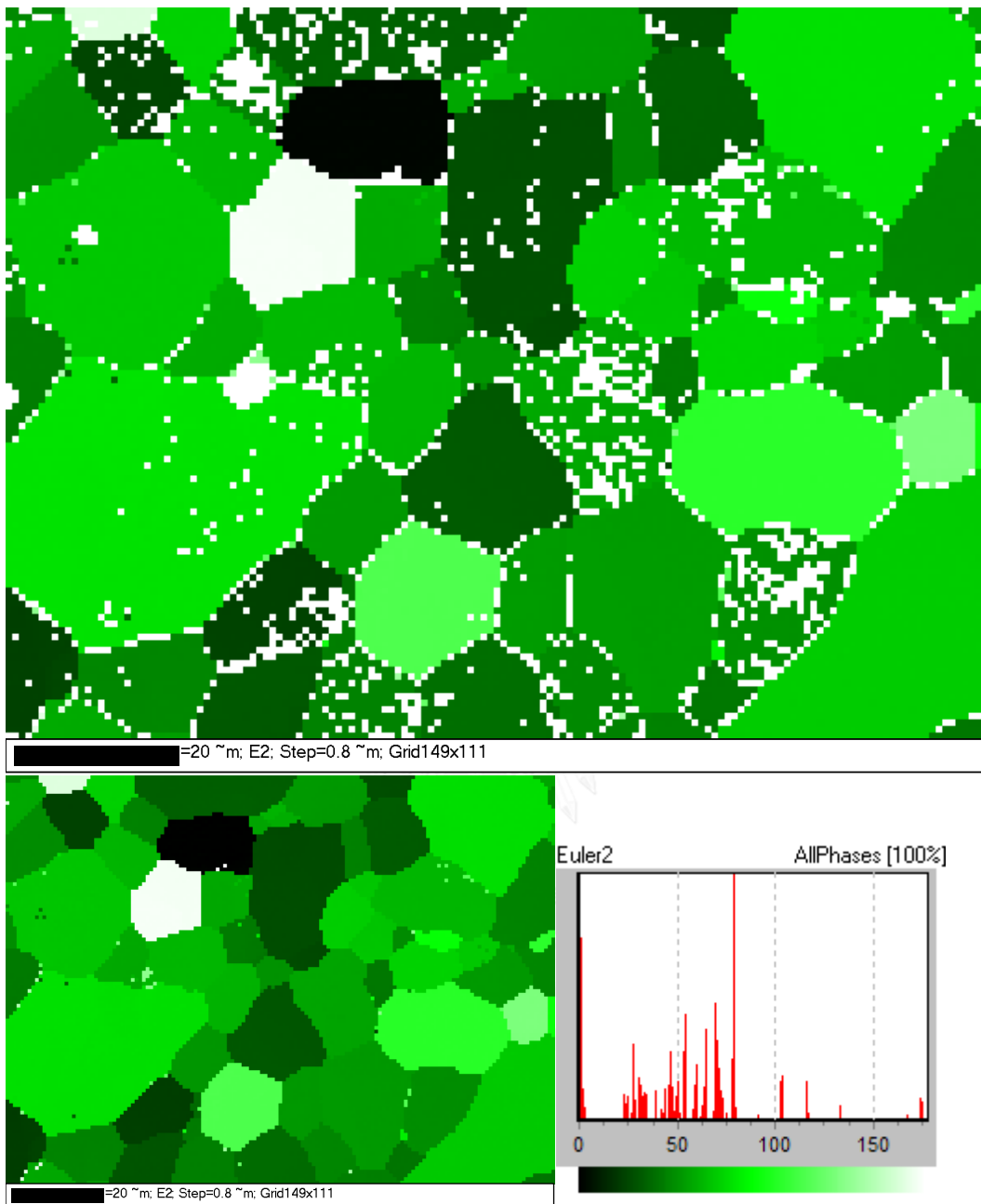


ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)

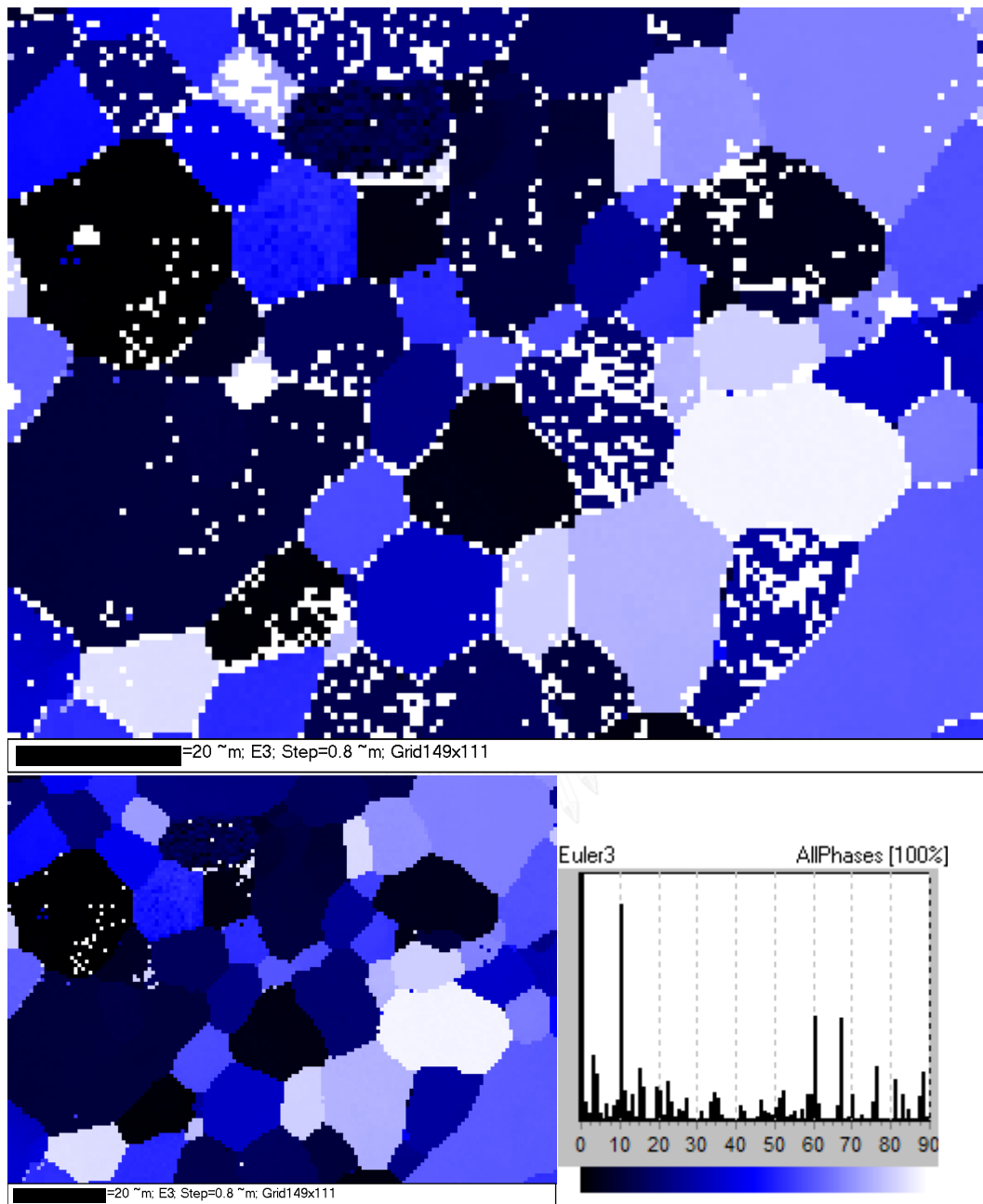




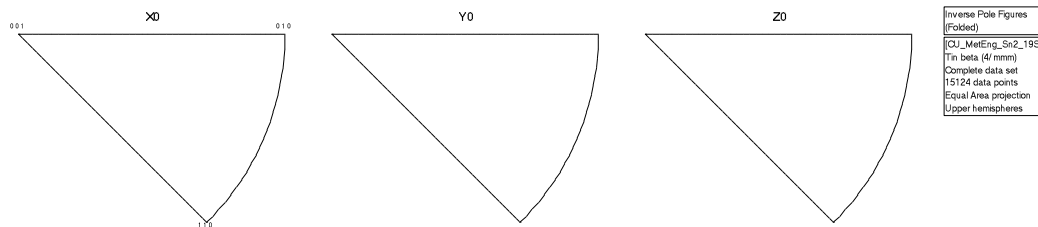
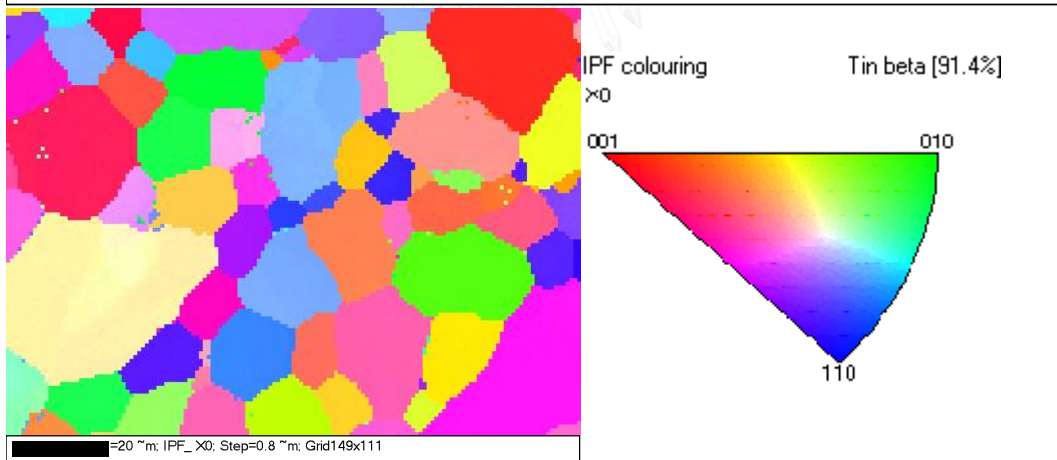
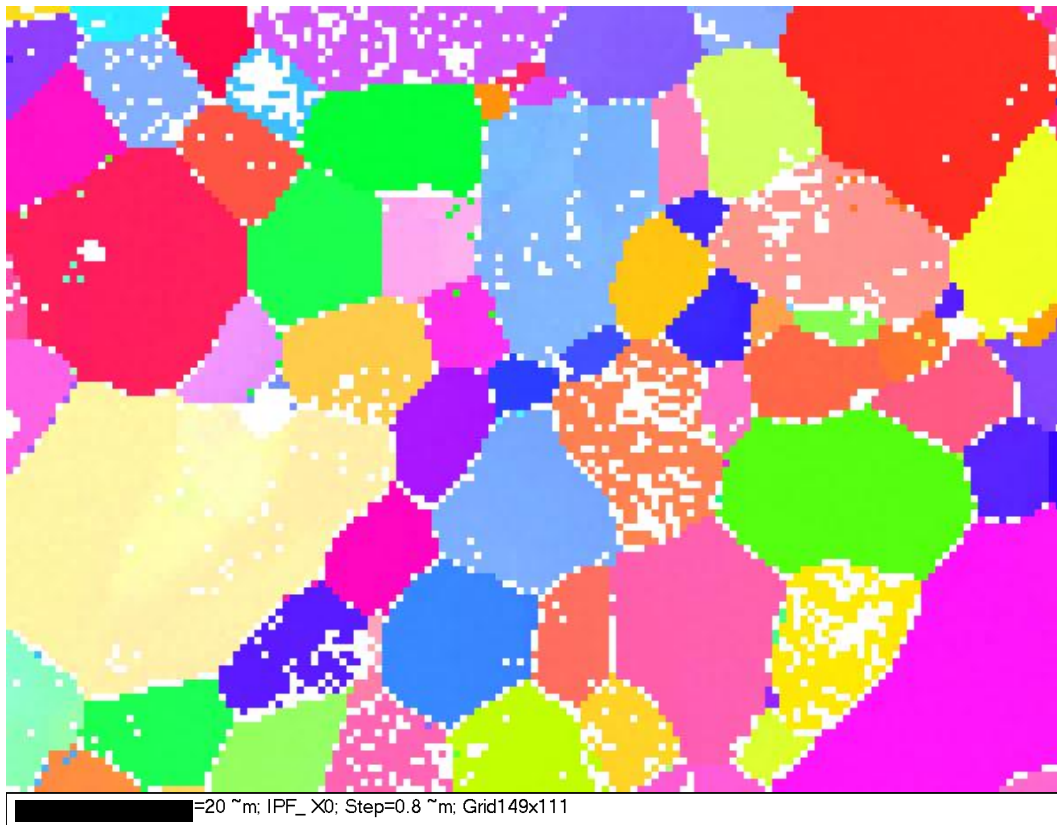
ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)



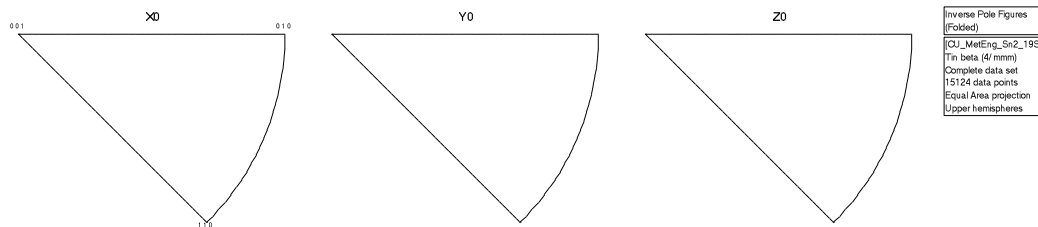
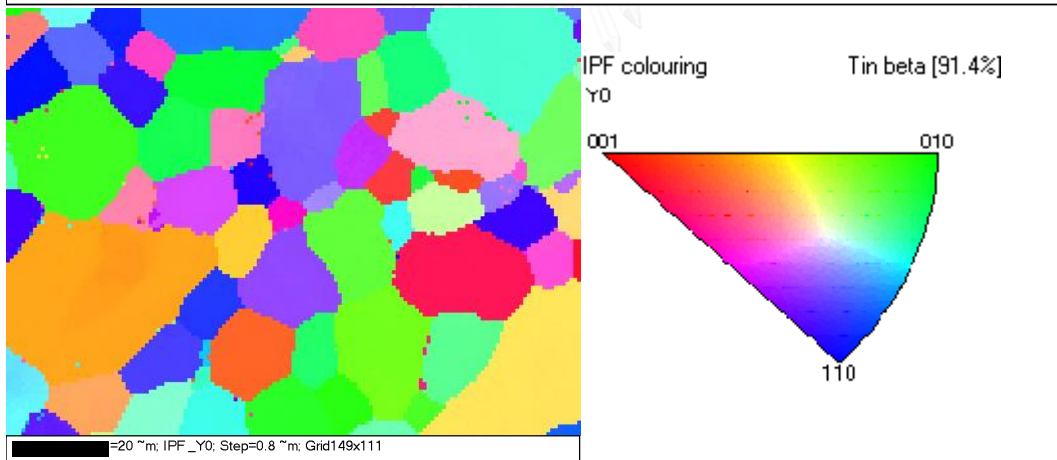
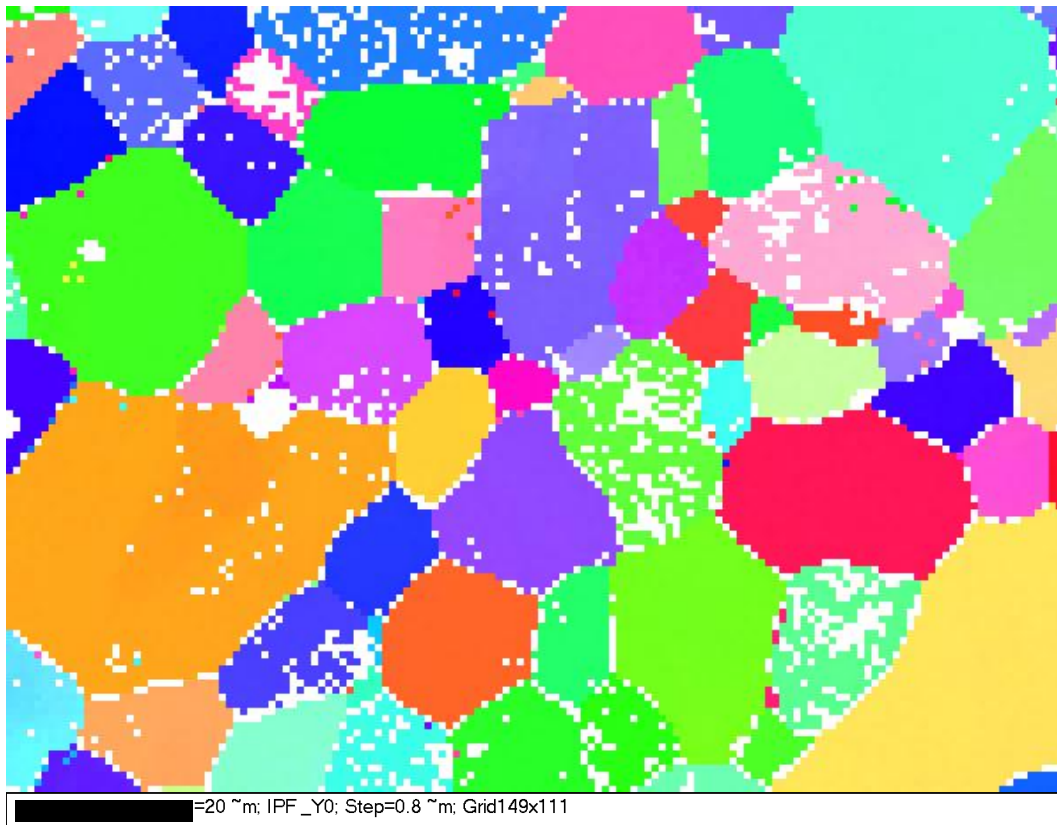
ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)



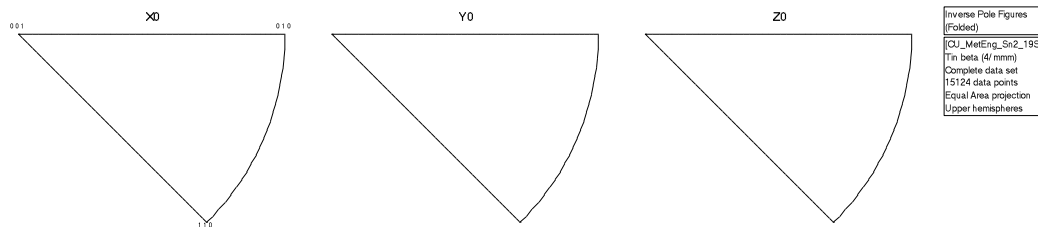
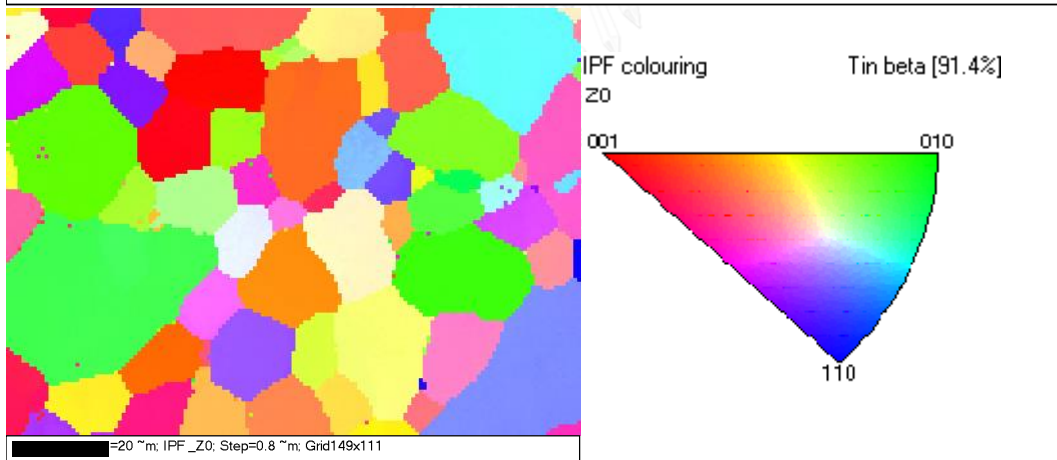
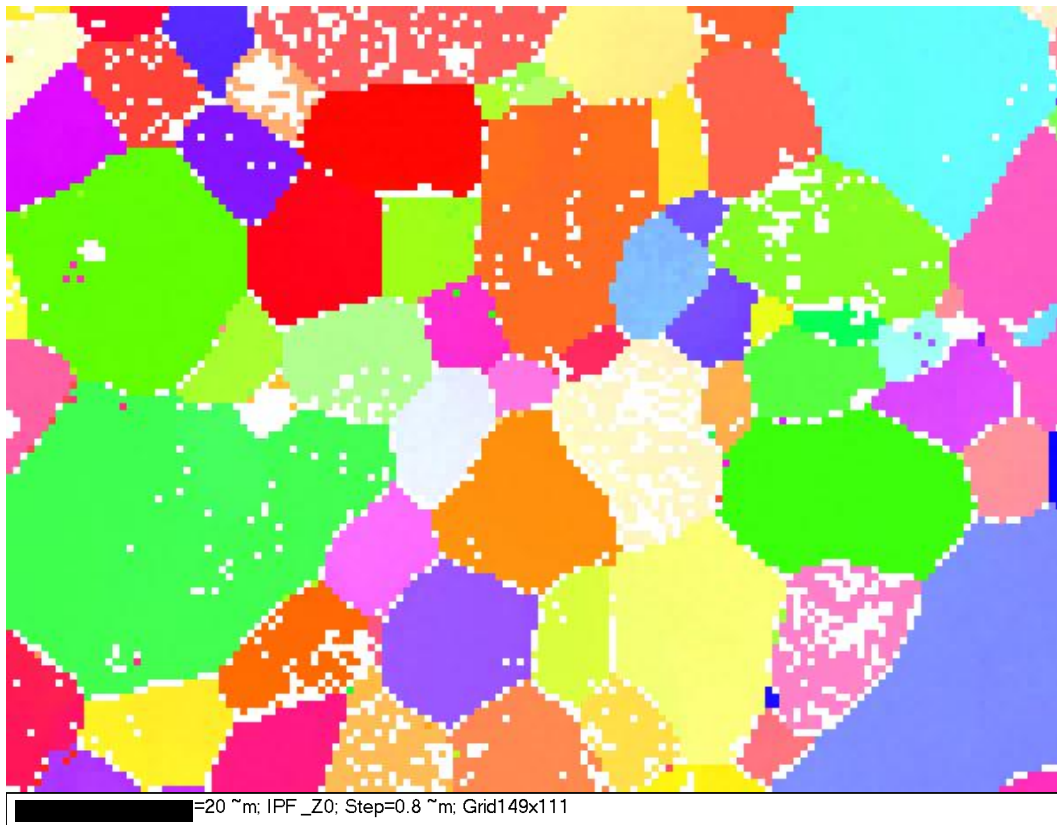
ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)



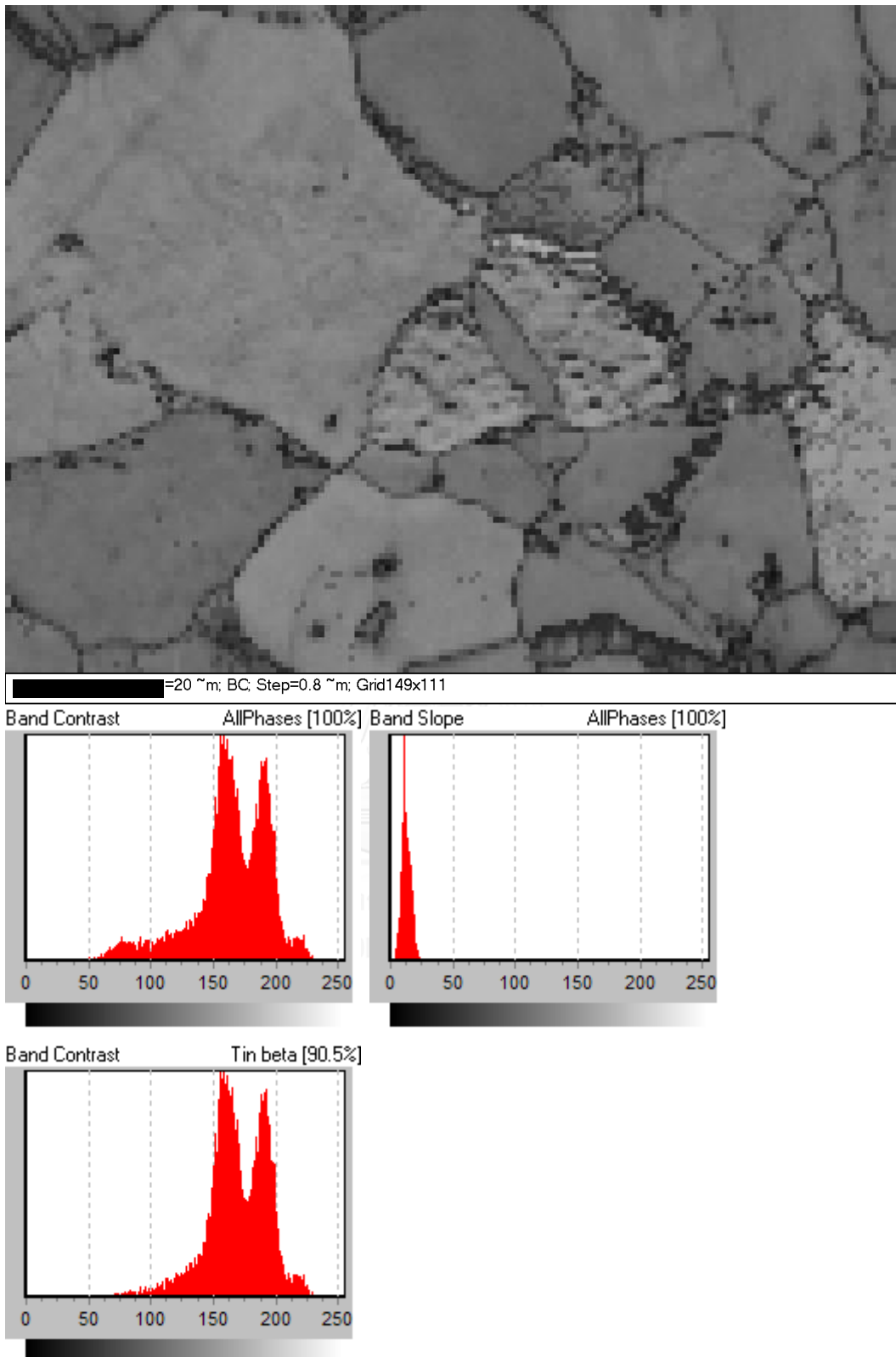
ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)



ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)



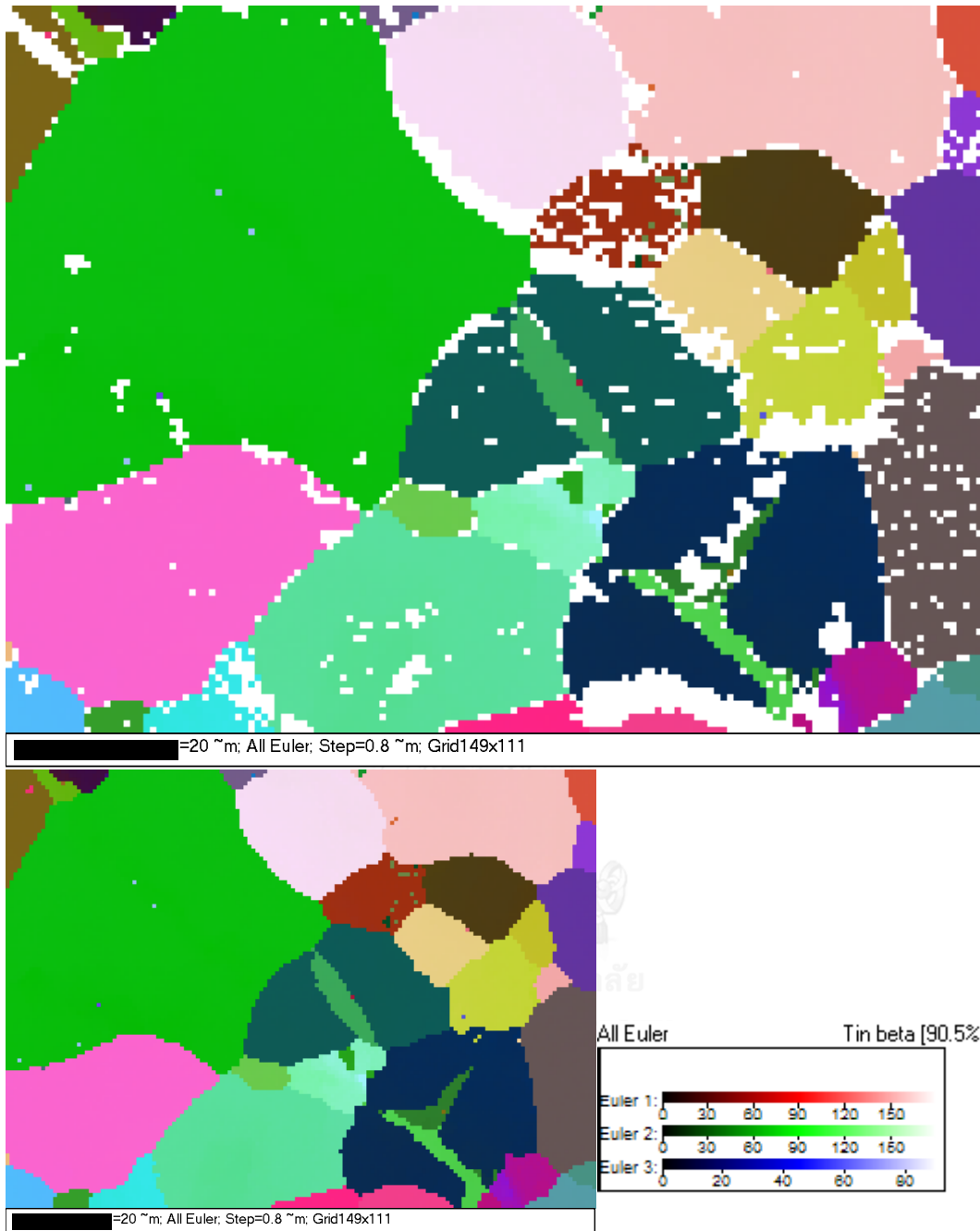
ภาพที่ ก-26 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.25 strain (ต่อ)



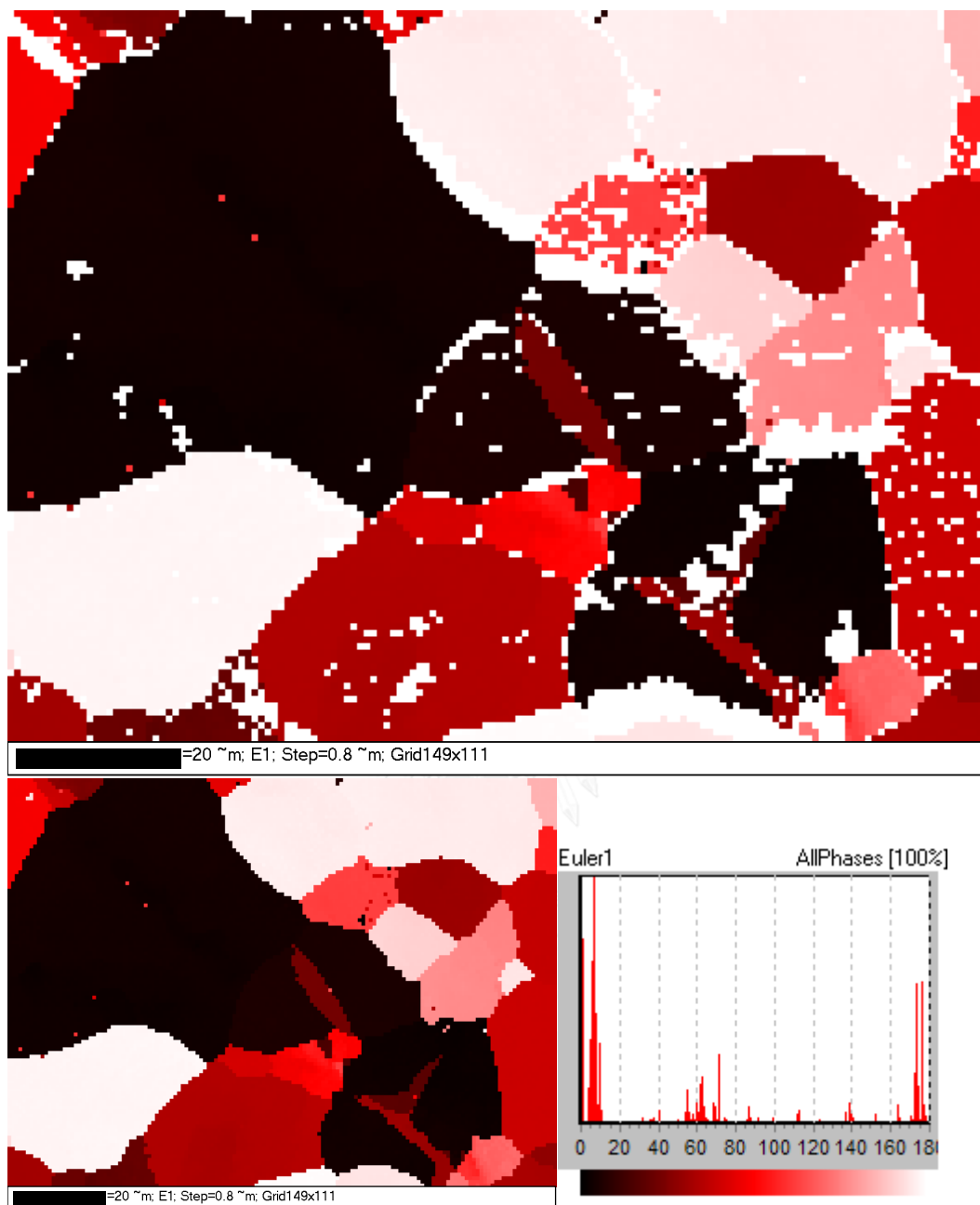
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain



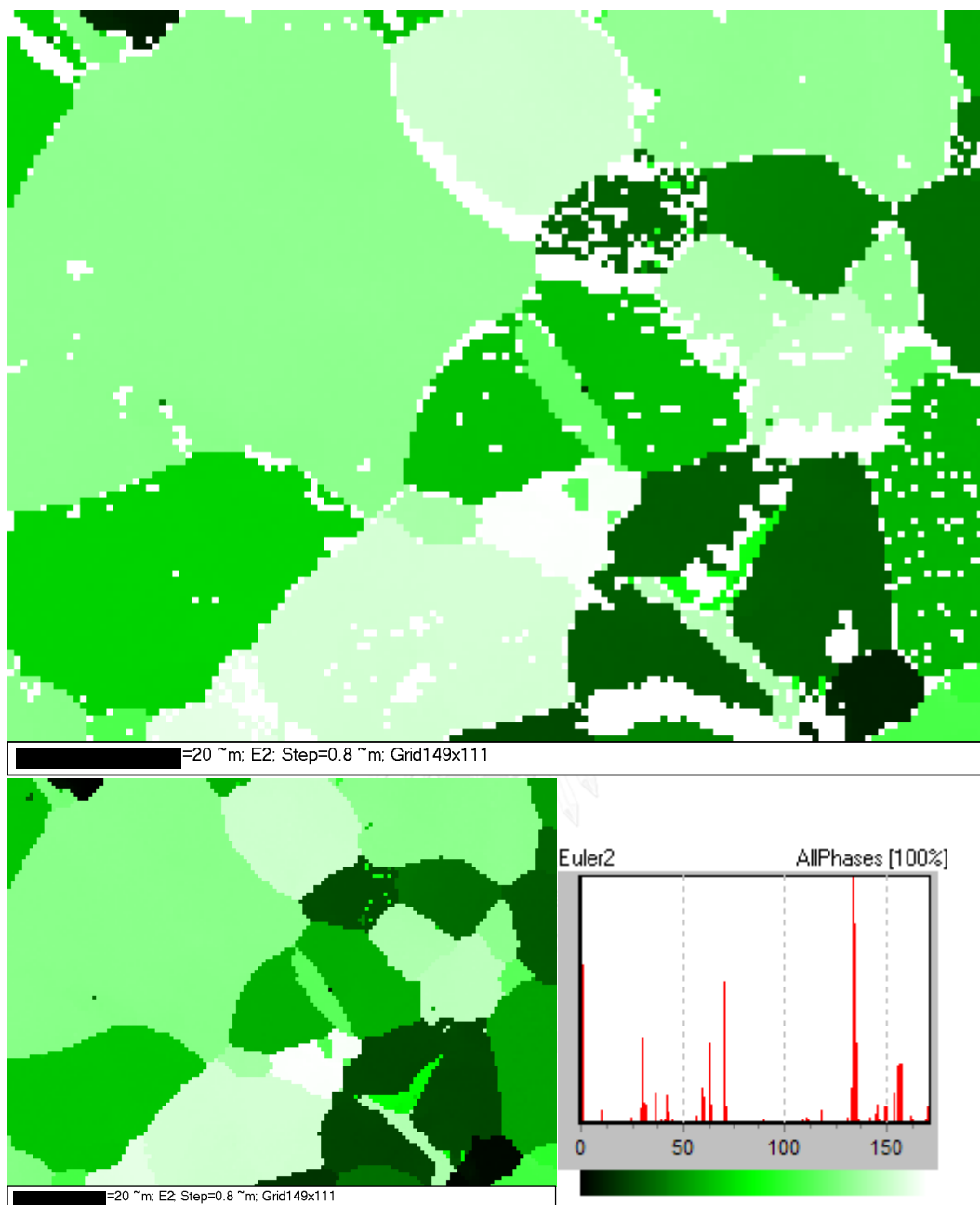




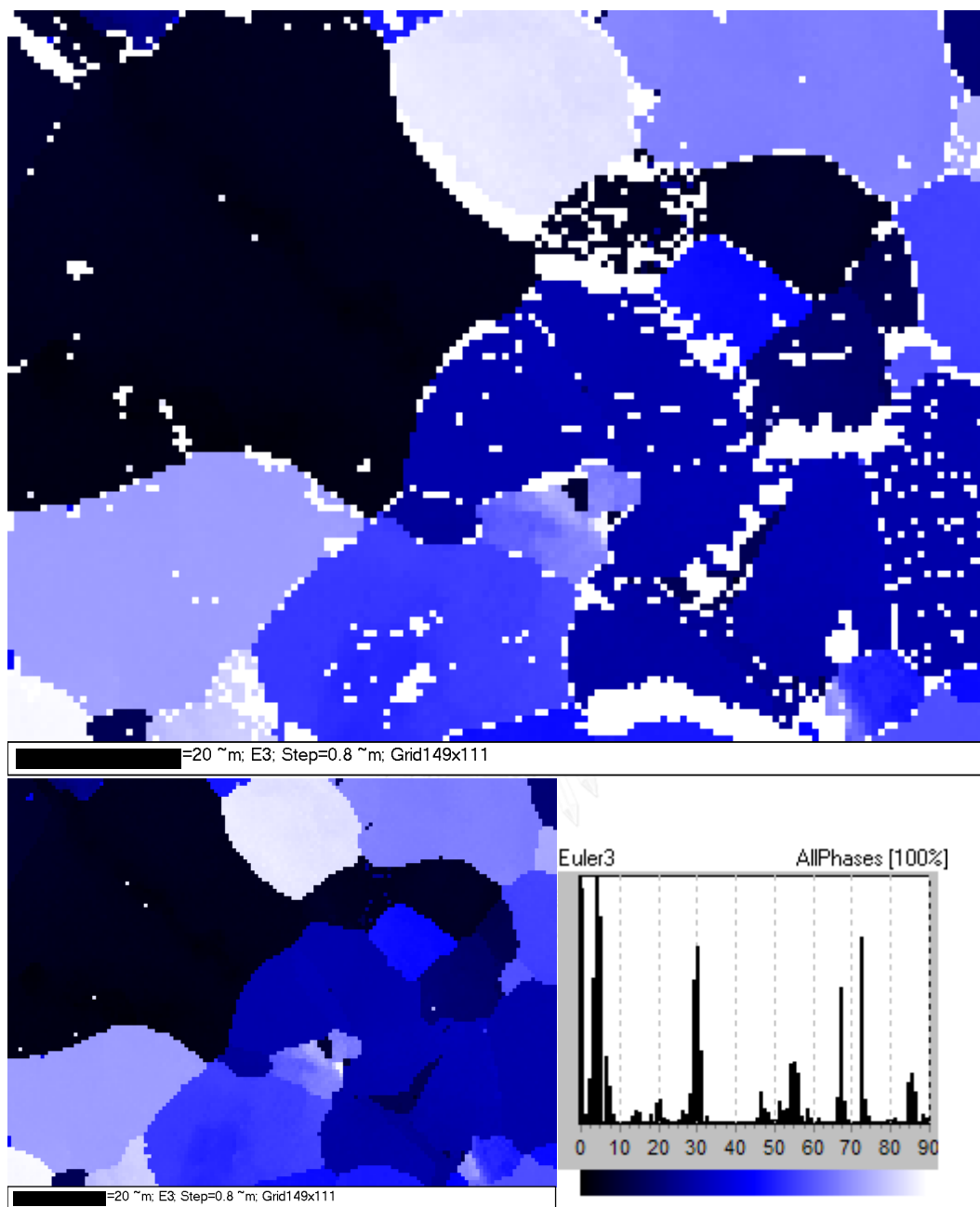
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



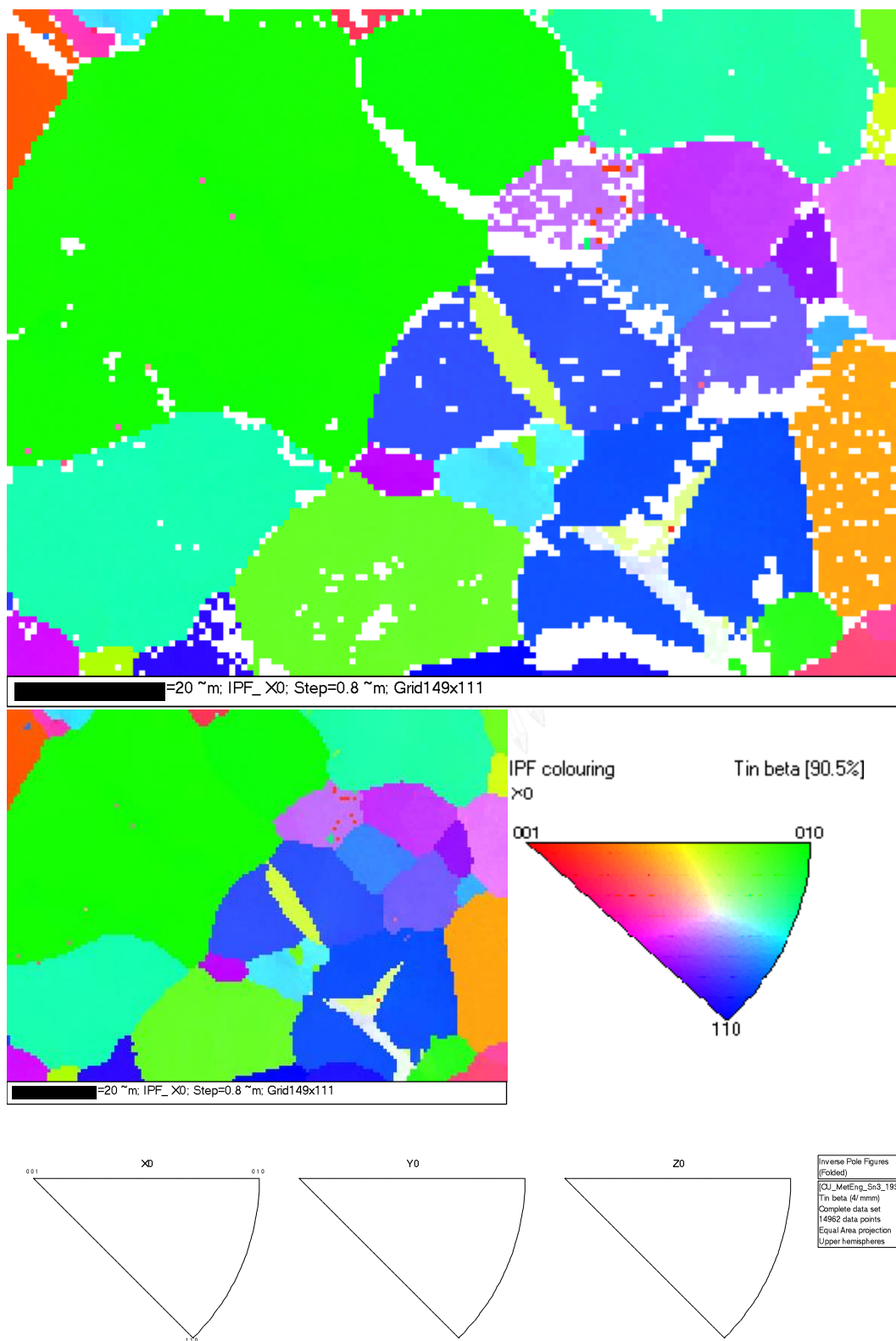
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมาท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



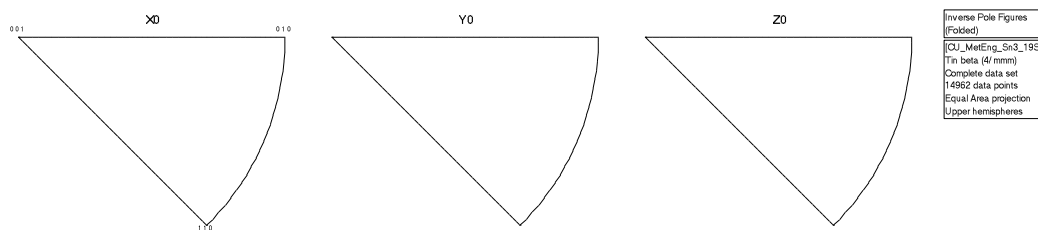
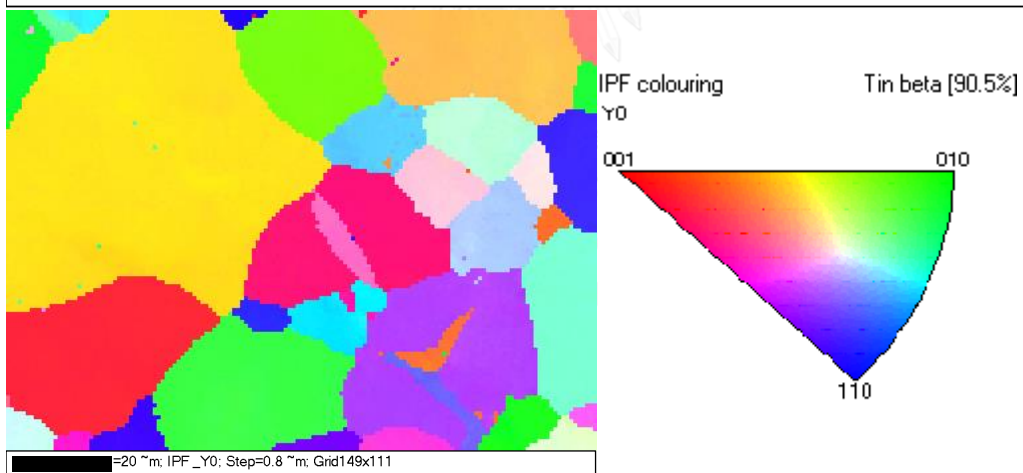
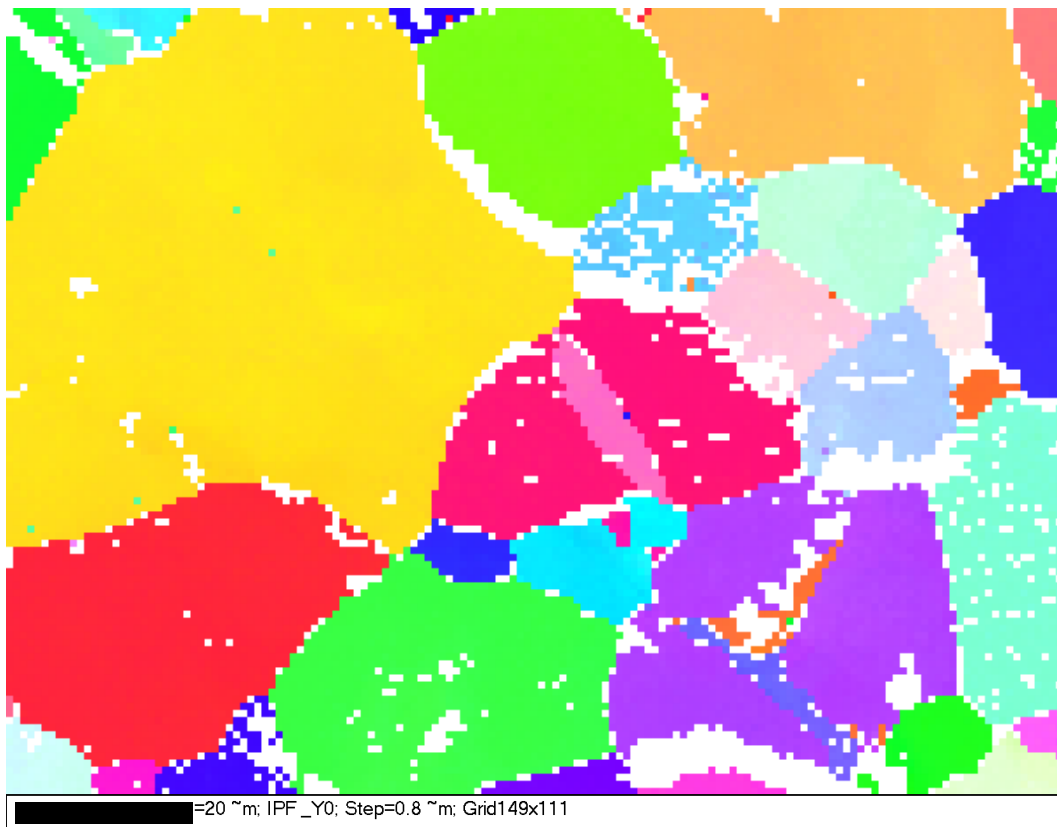
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมทิตานียม 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



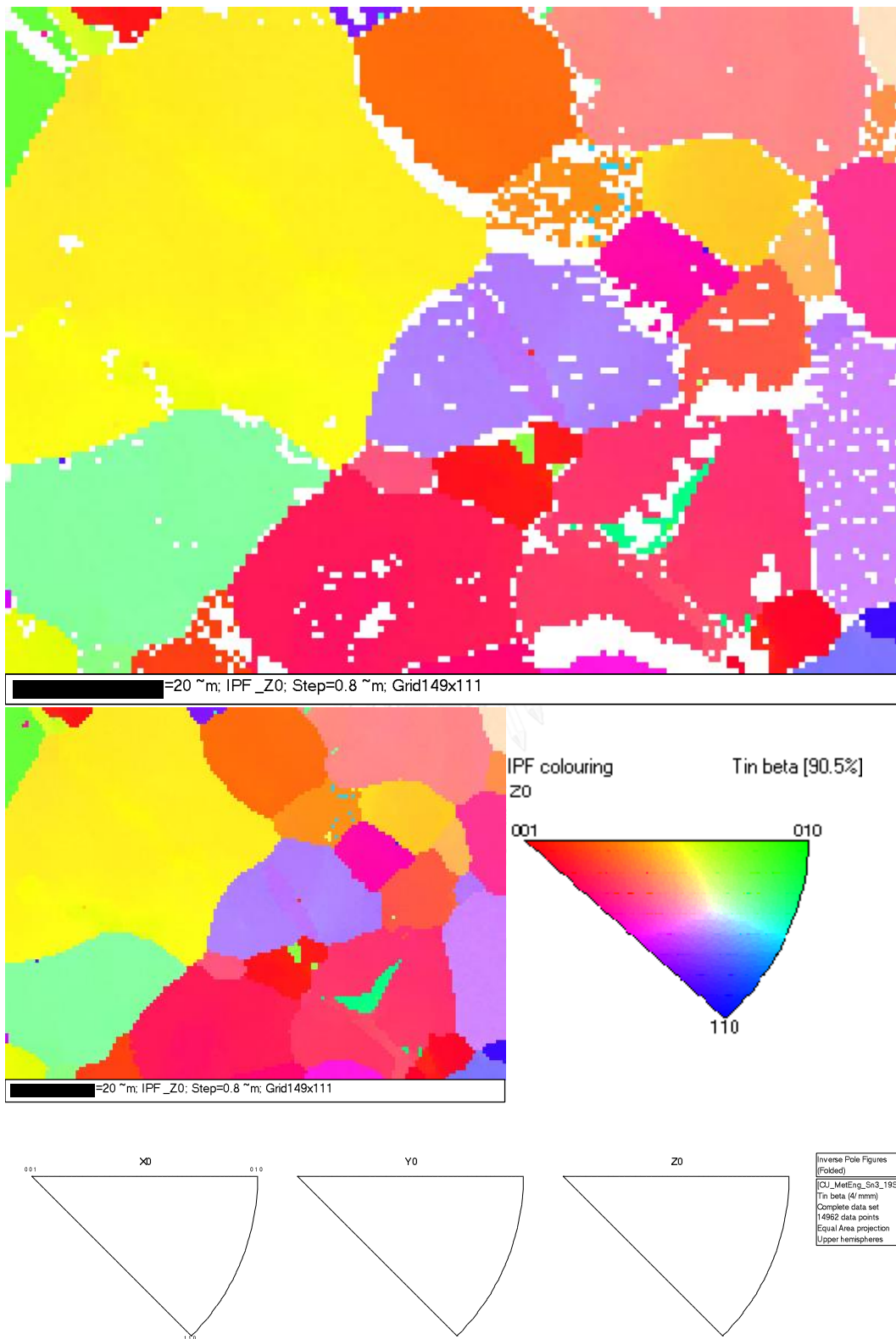
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมีท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



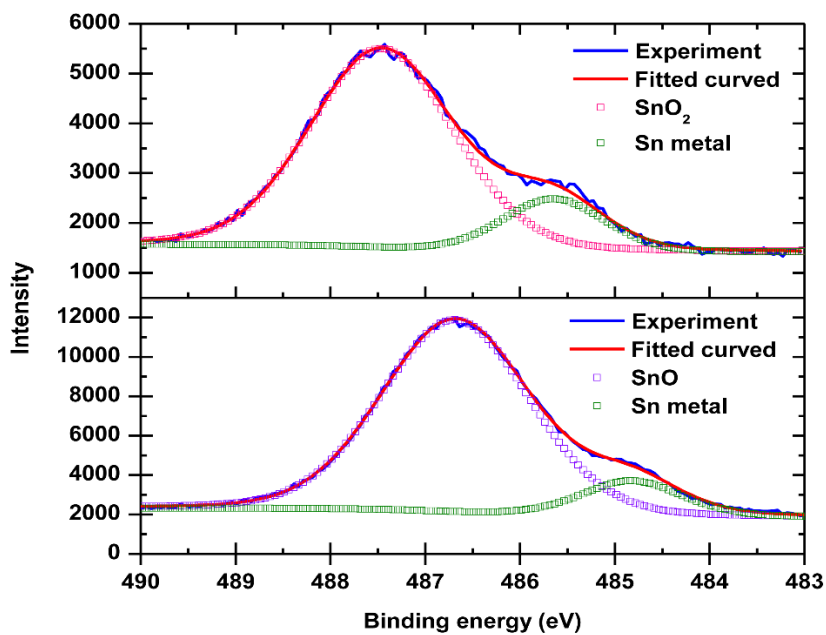
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



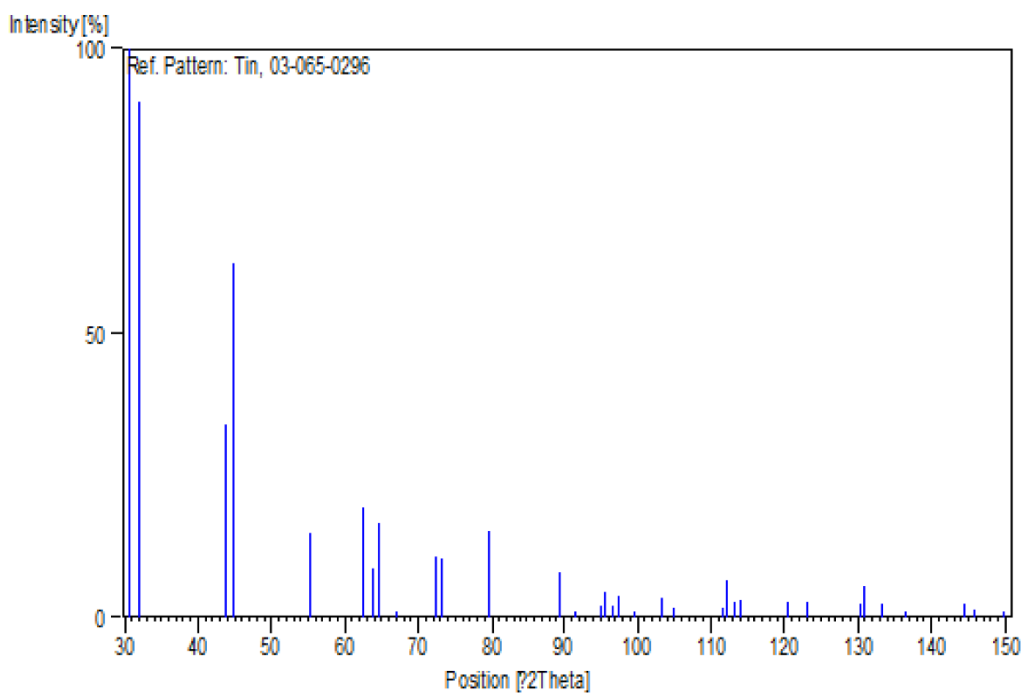
ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะตีบุกผสมบิสมาท์ 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



ภาพที่ ก-27 ผลวิเคราะห์ EBSD ของชิ้นงานโลหะดีบุกผสมบิสมัท 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวล 0.5 strain (ต่อ)



ภาพที่ ก-28 กราฟจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ของชิ้นงานโลหะดีบุกบริสุทธิ์ as cast



ภาพที่ ก-29 กราฟ XRD pattern ของ data base จากโปรแกรม X'pert HighScorePlus



### ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายชนกันต์ ธงไชย เกิดเมื่อวันที่ 17 กรกฎาคม 2535 ได้รับการศึกษาระดับปริญญาตรี จากภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และได้เข้ารับการ ศึกษาต่อในหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิตที่ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะ วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปี 2557

