

การหาคุณลักษณะของโลหะผสมอะลูมิเนียม — เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม



นาย ทศพล ตีร์รุจิราภาพงศ์

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

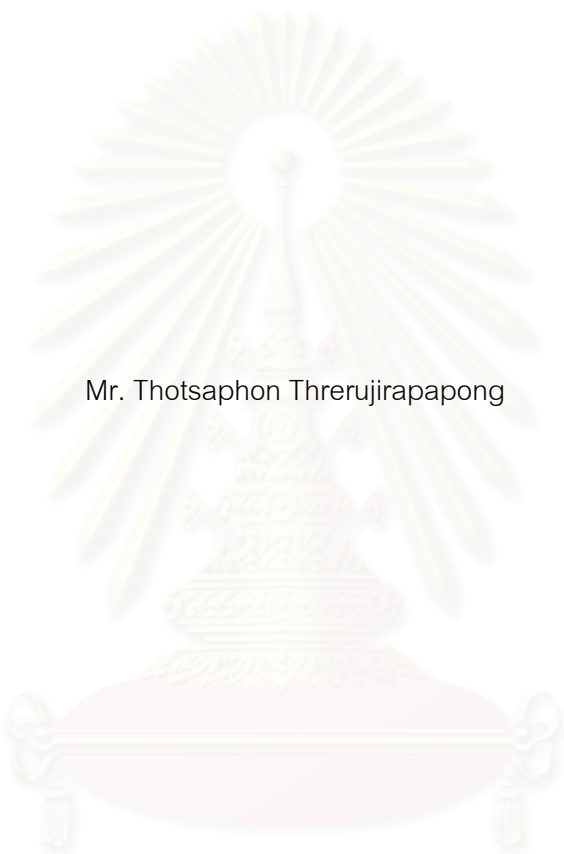
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2548

ISBN 974-53-2807-3

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHARACTERIZATION OF Al - Fe ALLOY PRODUCED VIA BULK MECHANICAL ALLOYING PROCESS



Mr. Thotsaphon Threrujirapapong

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

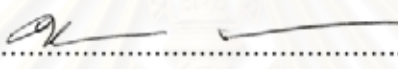
Chulalongkorn University

Academic Year 2005

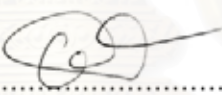
ISBN 974-53-2807-3

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การหาคุณลักษณะของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วย
กระบวนการผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม
โดย นายทศพล ศรีรัฐจิราภาพงศ์
สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไสว คำนชัยวิจิตร
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม อาจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต

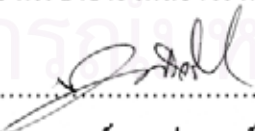

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. ดิเรก ลาวัณย์ศิริ)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิฐธร)


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไสว คำนชัยวิจิตร)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(อาจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. ประสงค์ ศรีเจริญชัย)

ทศพล ศรีรัฐจิราภาพงศ์ : การหาคุณลักษณะของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการผลิต โลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม. (CHARACTERIZATION OF Al – Fe ALLOY PRODUCED VIA BULK MECHANICAL ALLOYING PROCESS) อ. ที่ปรึกษา ผศ. ดร. ไสว คำนชัยจิตร, อ.ที่ปรึกษาร่วม: อ. ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์ 93 หน้า. ISBN 974-53-2807-3.

โลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก สัดส่วนผสม 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก ถูกผลิตด้วยการอัดและอัดขึ้นรูป ซ้ำ ๆ ภายในแม่พิมพ์ปิด โดยใช้วัตุดิบที่เป็นผงเริ่มต้นผสมกัน กระบวนการใหม่นี้ทำสำเร็จในสถานะของแข็ง และเรียกว่ากระบวนการผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม เนื่องจากกระบวนการนี้ประยุกต์มาจากเทคโนโลยีโลหะผสมเชิงกล ภายหลังจากกระบวนการผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม ที่ 800 รอบ ขนาดโครงผลึกของชิ้นงานโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม ลดลงจาก 4.0509 อังสตรอม สำหรับโลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ เป็น 4.0480 4.0490 และ 4.0497 อังสตรอม สำหรับชิ้นงานที่ผสมเหล็ก 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ตามลำดับ ผลที่ได้แสดงว่าอะตอมเหล็กละลายเข้าไปในโครงผลึกอะลูมิเนียม ปริมาณของเหล็กที่ละลายในอะลูมิเนียม สามารถประมาณได้โดยเปรียบเทียบผลที่ได้กับกราฟดัชนีแบบของขนาดโครงผลึกสารละลายของแข็งอะลูมิเนียมและปริมาณเหล็ก การเปรียบเทียบชี้ให้เห็นว่าอะตอมเหล็กสามารถละลายเข้าไปในโครงผลึกอะลูมิเนียม เป็นปริมาณ 0.86 0.60 และ 0.27 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม สำหรับชิ้นงานโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวมที่ผสมเหล็ก 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนชี้ให้เห็นว่าช่วงอุณหภูมิเริ่มเกิดสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ คือ 383 - 413 องศาเซลเซียส

ชิ้นงานโลหะผสมที่ผลิตขึ้นมาถูกนำไปอัดให้แน่นอีกครั้งหนึ่ง โดยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง และการตีขึ้นรูปร้อน เพื่อเปรียบเทียบสมบัติของชิ้นงานที่ได้ ผลการทดสอบความต้านแรงดึงของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริงและชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน แสดงให้เห็นว่าความต้านทานแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน สูงกว่าชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ความแข็งจุลภาคของทั้งสองชิ้นงานพบว่าค่อนข้างต่ำ

ภาควิชา..... วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อนิสิต..... ทศพล ศรีรัฐจิราภาพงศ์.....
 สาขาวิชา..... วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... ไสว ค.....
 ปีการศึกษา..... 2548..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... ธนพ เนลั่วงาม.....

4570718021 : MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORD: BULK MECHANICAL ALLOYING / SOLID SOLUTION / $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ / SPARK PLASMA SINTERING / HOT FORGING

THOTSAPHON THRERUJIRAPAPONG : CHARACTERIZATION OF Al – Fe ALLOY PRODUCED VIA BULK MECHANICAL ALLOYING PROCESS. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. SAWAI DANCHAIVIJIT, Ph.D. THESIS COADVISOR : TACHAI LUANGVARANUNT, Ph.D. 93 pp. ISBN 974-53-2807-3.

Al-Fe alloys with composition 1.0, 2.5 and 5.0 at.%Fe were fabricated by repeated compaction and extrusion in a closed die set using raw materials as elemental powder mixture. This new process was done in solid state, and called Bulk Mechanical Alloying (BMA) due to its adaptation from the mechanical alloying technology. After 800 cycles of BMA process, the lattice parameter of BMA preforms decreased from 4.0509 Å for the pure aluminium to 4.0480, 4.0490 and 4.0497 Å for 1.0, 2.5 and 5.0 at.%Fe respectively. The results showed that the Fe atoms dissolved into Al lattice. The amount of Fe dissolution in Al could be estimated by comparing these results with master plot of Al-solid solution lattice parameter versus Fe content. The comparison indicated that Fe atoms could dissolve into Al lattice in amount of 0.86, 0.60 and 0.27 at.% for BMA – 1.0, 2.5 and 5.0 at.%Fe preforms respectively. The differential thermal analysis results indicated that the onset temperature range of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ intermetallic compound was 383 – 413 °C

The produced alloy preforms were further consolidated by Spark Plasma Sintering (SPS) and Hot Forging (HF) to compare the properties of the obtained billet. The tensile testing results of SPS and HF specimens indicated that the ultimate tensile strength and percent elongation of HF specimens were higher than the SPS specimens. Vicker microhardness of both specimens were quite low.

Department... Metallurgical Engineering... Student's signature... *ทศพร ตรีวิจิตรภักดิ์*
 Field of study... Metallurgical Engineering... Advisor's signature... *สว. ช.*
 Academic year 2005 Co-advisor's signature... *ทช. อ. สุวิมล*

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ใสว ดำนชัยวิจิตร และ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม อาจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์ ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือและแนะนำแนวทางที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัย ด้วยดีตลอดมา ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชากร จารุพิสิฐธร รองศาสตราจารย์ ดร. ประสงค์ ศรีเจริญชัย คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์ ขอขอบพระคุณ Assoc. Prof. Dr. Katsuyoshi Kondoh และ Mr. Hideki Oginuma จาก Functional Materials Laboratory, RCAST, University of Tokyo, Japan. ที่ให้ความช่วยเหลือวัสดุและชิ้นรูปชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร. ปฐมา วิสุททธิพิทักษ์กุล ที่ได้ให้คำปรึกษา แนะนำ ในการวิเคราะห์ผล XRD

ขอขอบคุณ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องมือวิเคราะห์ และคุณศรีไฉล ขุนทด ที่ให้คำแนะนำในขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วย XRD ขอขอบคุณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องมือทดสอบในงานวิจัย และขอขอบคุณ ศูนย์วิจัยโลหะและวัสดุ สถาบันวิจัยและพัฒนาแห่งมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องทดสอบแรงดึง รวมถึง คุณรุ่งนภา รัตนพาหิระ ที่ช่วยเหลือในการทดสอบ

สุดท้ายนี้ ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณ บิดา – มารดา และครอบครัว ที่สนับสนุนในด้านต่าง ๆ ด้วยดีเสมอมา และให้กำลังใจแก่ผู้เขียนจนสำเร็จการศึกษา ผู้เขียนขอขอบพระคุณ คุณครู อาจารย์ทุกท่านที่อบรมสั่งสอนผู้เขียนมาตลอดตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบัน และผู้เขียนขอขอบคุณ บุคลากรในภาควิชาทุกท่าน เพื่อน ๆ ทุกคน โดยเฉพาะกลุ่มวิจัยโลหะผง ที่ให้คำแนะนำและกำลังใจแก่ผู้เขียนจนสำเร็จการศึกษา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ฉ
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์	2
1.3 ขอบเขตของการศึกษา	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
2 ปรีทรรสนั้วรรณกรรม	4
2.1 วัสดุที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร (Nanostructure Materials)	4
2.1.1 โครงสร้างนาโน (Nanostructure)	4
2.1.2 สมบัติเชิงกลของวัสดุที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร	6
2.2 Bulk Mechanical Alloying	9
2.3 เหล็กที่เป็นสารละลายของแข็งในอะลูมิเนียม	13
2.3.1 การขยายความสามารถการละลายของเหล็กในอะลูมิเนียมด้วยวิธี MA	15
2.3.2 สารละลายของแข็งและเฟส amorphous	18
3 ระเบียบวิธีการวิจัย	21
3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง	21
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง	21
3.3 ขั้นตอนการทดลอง	22
3.3.1 การผลิตและตรวจวัดคุณลักษณะชิ้นงาน BMA	22

3.3.1.1 การผลิตชิ้นงานด้วยเครื่อง BMA	22
3.3.1.2 การวัดความหนาแน่นของชิ้นงาน BMA	23
3.3.1.3 การตรวจวัดคุณสมบัติทางความร้อนชิ้นงาน BMA	24
3.3.1.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA	24
3.3.1.5 การตรวจสอบโครงสร้างชิ้นงาน BMA ด้วย X-ray diffractometer (XRD)	25
3.3.2 การขึ้นรูปและตรวจสอบสมบัติชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง (SPS)	26
3.3.2.1 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง (SPS)	26
3.3.2.2 การวัดความหนาแน่นชิ้นงาน SPS	27
3.3.2.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน SPS	27
3.3.2.4 การตรวจสอบชิ้นงาน SPS ด้วย X-ray diffractometer (XRD)	27
3.3.2.5 การตรวจสอบสมบัติเชิงกลชิ้นงาน SPS	28
3.3.3 การขึ้นรูปและตรวจสอบสมบัติชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน (hot forging)	28
3.3.3.1 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีตีขึ้นรูปร้อน	28
3.3.3.2 การวัดความหนาแน่นชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	29
3.3.3.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	29
3.3.3.4 การตรวจสอบชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนด้วย X-ray diffractometer (XRD)	29
3.3.3.5 การตรวจสอบสมบัติเชิงกลชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	29
4 ผลการทดลอง.....	31
4.1 ชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA	31
4.1.1 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA	31
4.1.2 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน BMA	36
4.1.3 การตรวจสอบโครงสร้างชิ้นงาน BMA ด้วย XRD	38
4.1.3.1 การตรวจสอบผงโลหะอะลูมิเนียมเริ่มต้น	38
4.1.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างชิ้นงาน BMA	40
4.1.3.3 การวิเคราะห์หาค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA	43
4.1.3.4 การวิเคราะห์หาความเครียดจุลภาค (Microstrain) และ ขนาดผลึก (Crystal size)	45

4.2 คุณสมบัติทางความร้อนของโลหะผสมอะลูมิเนียม - เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA	48
4.2.1 ผลการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนขึ้นงาน BMA ด้วย DTA	48
4.2.2 โครงสร้างจุลภาคขึ้นงาน BMA เมื่ออบที่อุณหภูมิ 300 °C	50
4.2.3 โครงสร้างจุลภาคขึ้นงาน BMA เมื่ออบที่อุณหภูมิ 520 °C	51
4.2.4 การตรวจสอบสารประกอบในขึ้นงาน BMA อบที่อุณหภูมิ 300 ° และ 520 °C ด้วย XRD	54
4.3 การอัดให้แน่น (Consolidation)	56
4.3.1 การอัดให้แน่นด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง (SPS)	56
4.3.1.1 โครงสร้างจุลภาคขึ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง	56
4.3.1.2 การตรวจสอบสารประกอบในขึ้นงาน สปาร์กพลาสมาซินเทอริง ด้วย XRD	58
4.3.1.3 ความแข็งแรง ความแข็ง และความหนาแน่นสัมพัทธ์ ขึ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง	59
4.3.1.4 การแตกหักของขึ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง	60
4.3.2 การอัดให้แน่นด้วยวิธีตีขึ้นรูปร้อน	62
4.3.2.1 โครงสร้างจุลภาคขึ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	62
4.3.2.2 การตรวจสอบสารประกอบในขึ้นงานตีขึ้นรูปร้อน ด้วย XRD	65
4.3.2.3 ความแข็งแรง ความแข็ง และความหนาแน่นสัมพัทธ์ ของขึ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	66
4.3.2.4 การแตกหักของขึ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	71
5 อภิปรายผลการทดลอง	72
6 สรุปผลการทดลอง	78
รายการอ้างอิง	80

ภาคผนวก	85
ภาคผนวก ก	86
ภาคผนวก ข	90
ภาคผนวก ค	92
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	93



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่	หน้า
3.1	น้ำหนักของส่วนผสมที่ใช้ในการผลิตโลหะผสมอะลูมิเนียมเหล็ก ด้วยเครื่อง BMA 22
3.2	บันทึกแรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA ทุกส่วนผสม 22
4.1	ความหนาแน่นและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA 36
4.2	ข้อมูลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น 39
4.3	ข้อมูลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA 42
4.4	ค่าที่ใช้ในการหาขนาดผลึกตามสมการ Scherrer และผลคำนวณของชิ้นงาน BMA 47
4.5	สมบัติเชิงกลและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง 59
4.6	สมบัติเชิงกลและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน 66
ค.1	สภาวะแรงที่เหมาะสมสำหรับการตีขึ้นรูปร้อน..... 92

รูปที่	หน้า
2.1 แบบจำลองของโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงจากคิสโลเคชัน ในระยต่าง ๆ ของกระบวนการ SPD	5
2.2 กราฟ Hall – Petch ของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ ที่มีขนาดเกรน 20 – 40 นาโนเมตร	7
2.3 ความแข็งบริเวณผิวของอนุภาคโลหะผสมอะลูมิเนียมที่เป็นฟังก์ชัน ของเวลาการบดเปรียบเทียบกับความแข็งของอะลูมิเนียม 6061T6 และเหล็กกล้า 1045 ที่ผ่านการดึงขึ้นรูปเย็น	8
2.4 ลำดับขั้นตอนการทำงานกระบวนการ Bulk Mechanical Alloying	9
2.5 รูปแบบ XRD เมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นใน 3Ni-1Al	10
2.6 ขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงเมื่อจำนวนรอบมากขึ้นของ Ni และ Mg	11
2.7 การเปลี่ยนแปลงของขนาดผลึกกับเวลาการบดในผง Al – 4, 10.7 และ 25 at.% Fe	12
2.8 แผนภูมิสมมูลอะลูมิเนียม – เหล็ก	13
2.9 ส่วนขยายแผนภูมิสมมูลอะลูมิเนียม – เหล็ก ช่วง 99.94 – 100 at.%	14
2.10 กราฟต้นแบบการเปลี่ยนแปลง lattice parameter ของ Al-solid solution กับปริมาณเหล็กที่ได้จากวิธีการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว และ MA	16
2.11 แผนผังเอลทาลปี กับส่วนผสมที่ได้จากการคำนวณด้วยแบบจำลอง Miedema สำหรับระบบโลหะอะลูมิเนียม – เหล็ก	17
2.12 lattice parameter ของตัวอย่าง Al – 4 และ 10 at.%Fe ที่เป็นฟังก์ชันของ เวลาการบด (คำนวณจากระนาบ (311) ของผล XRD)	18
2.13 ขอบเขตของเฟสที่เกิดขึ้นในระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ด้วยกระบวนการ MA	20
3.1 ทิศทางการตัดชิ้นงาน BMA	25
3.2 ขนาดสำหรับกลึงชิ้นงาน SPS เป็นชิ้นทดสอบแรงดึง	28
3.3 ขนาดชิ้นงานทดสอบแรงดึงสำหรับชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	30
4.1 แบบจำลองชิ้นงาน BMA และโครงสร้างจุลภาคโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ก) บริเวณศูนย์กลางชิ้นงาน ข) บริเวณขอบติดกับแม่พิมพ์	31
4.2 โครงสร้างจุลภาคโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ก) บริเวณศูนย์กลางชิ้นงาน ข) บริเวณขอบติดกับแม่พิมพ์	32
4.3 โครงสร้างจุลภาคโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ก) บริเวณศูนย์กลางชิ้นงาน ข) บริเวณขอบติดกับแม่พิมพ์	33

4.4 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ก) ภาพ SEI (secondary electron image) แสดงอนุภาคเหล็ก (สีขาว) และรูพรุน (จุดสีดำ) ข) ตำแหน่งเหล็กในรูป ก	34
4.5 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0at.%Fe และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็ก	35
4.6 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA	37
4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น	38
4.8 ค่า lattice parameter ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น (4.0509 Å)	39
4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe	40
4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe	41
4.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe	41
4.12 ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe (4.0484 Å)	43
4.13 ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe (4.0490 Å)	44
4.14 ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe (4.0497 Å)	44
4.15 Williamson – Hall plot ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้นและชิ้นงาน BMA ทุกส่วนผสม	46
4.16 การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe	48
4.17 การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe	49
4.18 การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe	49
4.19 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อบที่ 300 °C	50
4.20 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อบที่ 520 °C	51
4.21 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe อบที่ 520 °C	51
4.22 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe อบที่ 520 °C	52
4.23 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0at.%Fe อบที่อุณหภูมิ 520 °C 1 ชั่วโมง และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณ ความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็ก	53

รูปที่	หน้า
4.24 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อบที่ ก) 300 °C ข) 520 °C	54
4.25 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe อบที่ ก) 300 °C ข) 520 °C	55
4.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe อบที่ ก) 300 °C ข) 520 °C	55
4.27 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe (ซ้าย) และ SPS – 2.5 at.%Fe (ขวา)	56
4.28 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มขึ้นของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มขึ้นของธาตุเหล็ก	57
4.29 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ผสมเหล็ก ก) 1.0 ข) 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม	58
4.30 ความแข็งในแต่ละจุดตามระยะทางจากขอบถึงศูนย์กลาง ชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง	60
4.31 การแตกหักของชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe ก) รอยแตกระดับมหภาค ข) และ ค) รอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ง) รอยแตกที่กำลังขยาย 1,500 เท่า	61
4.32 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม	62
4.33 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม	63
4.34 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม	63
4.35 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มขึ้น ของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มขึ้นของธาตุเหล็ก	64
4.36 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน ผสมเหล็ก ก) 1.0 ข) 2.5 และ ค) 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม	65
4.37 ความสัมพันธ์ของความแข็งแรง เปอร์เซ็นต์การยึดตัว และปริมาณเหล็ก ในชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	67

รูปที่	หน้า
4.38 ความสัมพันธ์ของความแข็งแรง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ และปริมาณเหล็ก ในชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน.....	67
4.39 แนวโน้มของความต้านแรงดึงสูงสุด ปริมาณความเข้มข้นสัมพัทธ์ของ ยอดสารประกอบ Al_3Fe_4 กับปริมาณเหล็กในชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	68
4.40 ความแข็งในแต่ละจุดตามระยะทางจาก ก) บนลงล่าง (ขนานกับแนวแรงอัด) ข) ขอบเข้าสู่ศูนย์กลาง (ตั้งฉากกับแรงอัด) ของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน	69
4.41 การแตกหักของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน - 1.0 at.%Fe ก) รอยแตกระดับมหภาค ข) และ ค) รอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ง) รอยแตกที่กำลังขยาย 1,500 เท่า	71
5.1 ผลการเปรียบเทียบค่า lattice parameter ที่ได้จากชิ้นงาน BMA กับกราฟต้นแบบ	72
ก.1 เครื่อง BMA และขั้นตอนการทำงาน ก) เครื่อง BMA ข) ชุดฟันซ์และแม่พิมพ์ ค) ขั้นตอนการทำงาน (ขั้นที่ (1) – (4) เท่ากับ 1 รอบ)	86
ก.2 แรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ตลอดกระบวนการ เส้นบนแรงกระทำจากฟันซ์ compaction เส้นล่างแรงกระทำจากฟันซ์ extrusion	87
ก.3 แรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe ตลอดกระบวนการ เส้นบนแรงกระทำจากฟันซ์ compaction เส้นล่างแรงกระทำจากฟันซ์ extrusion	88
ก.4 แรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 5.0at.%Fe ตลอดกระบวนการ เส้นบนแรงกระทำจากฟันซ์ compaction เส้นล่างแรงกระทำจากฟันซ์ extrusion	89
ข.1 ชุดแม่พิมพ์สำหรับกระบวนการสปาร์กพลาสมาซินเทอริง หน่วย: มิลลิเมตร.....	90
ข.2 Die cylinder หน่วย: มิลลิเมตร	90
ข.3. Upper punch หน่วย: มิลลิเมตร	90
ข.4 ตัวแทนแสดงการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ แรง และระยะหดตัว ระหว่างกระบวนการซินเทอริงของชิ้นงาน BMA Al – 1.0 at.%Fe	91

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญของงานวิจัย

การผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม หรือ Bulk Mechanical Alloying (BMA) เป็นกระบวนการผลิตในสถานะของแข็ง (solid – state processing) ของเทคโนโลยีวัสดุผงอีกรูปแบบหนึ่ง ได้รับการพัฒนาให้มีประสิทธิภาพมากขึ้นจากกระบวนการ มิลลิ่ง (milling) แอททริชัน (attrition) และ กรายดิ่ง (grinding) แบบเดิม เพื่อเป็นทางเลือกในการผลิตวัสดุผสมแนวใหม่ สามารถให้ผลผลิตได้เพียงพอ มากกว่าในระดับห้องปฏิบัติการทั่วไป [1] พลังงานที่ใช้ก็น้อยและรวดเร็ว [1-3]

กระบวนการ BMA เป็นการทำให้เกิดการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในลักษณะที่ต่อเนื่อง ด้วยการอัด (compaction) และดันขึ้นรูป (extrusion) สลับไปมาภายในแม่พิมพ์ [2] ด้วยกรรมวิธีทางกลนี้ทำให้สามารถผลิตโลหะผสมรูปแบบใหม่ ได้ในทุกสัดส่วนผสมทางเคมีของโลหะผสมตามที่ต้องการ โดยไม่มีข้อจำกัด [4] โครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการ BMA ประกอบไปด้วย โครงสร้างที่หลากหลายทั้งเฟสที่สมดุล และกึ่งสมดุล เช่น โครงสร้างระดับนาโน (nanocrystalline) โครงสร้าง amorphous โครงสร้าง quasicrystalline และสารละลายของแข็งอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturate solid solution) เป็นต้น [1-3] โครงสร้างเหล่านี้ทำให้สมบัติของวัสดุเปลี่ยนไปจากเดิมอย่างมาก โดยเฉพาะสมบัติเชิงกล [5-7]

หลายปีที่ผ่านมา นักวิจัยต่างให้ความสนใจในการสังเคราะห์โลหะผสมแนวใหม่ในระบบโลหะผสมหลาย ๆ ระบบ เช่น ระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – ไทเทเนียม อะลูมิเนียม – นิกเกิล อะลูมิเนียม – เหล็ก – วานาเดียม อะลูมิเนียม – นิกเกิล – เหล็ก รวมไปถึงโลหะผสมร่วมกับสารประกอบเชิงโลหะ (intermetallic compound) ระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก เป็นระบบโลหะผสมหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจมาก เนื่องจากเหล็กเป็นธาตุที่มีขนาดอะตอมเล็กกว่าอะลูมิเนียม สามารถทำให้เกิดสารละลายของแข็งอิ่มตัวยิ่งยวดได้ด้วยกระบวนการผลิตในสถานะของแข็ง [8] และความสามารถการละลายกับความสามารถแพร่ของเหล็กมีค่าต่ำมากในเนื้ออะลูมิเนียม จึงทำให้โลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก มีโครงสร้างที่เสถียรที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้ โลหะผสมนี้ยังมีสารประกอบเชิงโลหะที่เสถียรหลายตัวซึ่งมีอุณหภูมิหลอมเหลวสูง เช่น $FeAl_3$, Fe_2Al_5 และ $FeAl_2$ และสารประกอบเชิงโลหะกึ่งเสถียร (metastable) เช่น $FeAl_6$ และ Fe_2Al_9 ซึ่งเมื่อ

ทำให้เกิดการตกตะกอน (precipitation) ออกมาในเนื้อพื้นอะลูมิเนียม จะช่วยเพิ่มความแข็งแรงและทำให้โครงสร้างมีเสถียรภาพเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นด้วย

การผลิตโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก สามารถทำได้ด้วยวิธีการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว (rapid solidification) [9] วิธีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation) [10-11] วิธีการตกตะกอน (deposition) เช่น การตกตะกอนด้วยลำอิเล็กตรอน (electron – beam deposition) [12] และวิธีการผสมเชิงกล (mechanical alloying) [8,13] รวมถึงวิธี BMA ด้วย ซึ่งวิธีนี้สามารถให้ผลผลิตปริมาณมากด้วยเวลาน้อยกว่า จึงคาดว่าวิธีนี้จะเป็วิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพในการผลิตโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก นอกจากนี้วิธี BMA ยังมีศักยภาพในการขยายระดับการผลิตให้สูงขึ้นได้ [14] ในอนาคตวิธีการนี้อาจก้าวเข้าสู่ภาคอุตสาหกรรมการผลิต โดยเฉพาะการผลิตชิ้นส่วน อุปกรณ์ ที่ใช้ในการขนส่ง การบิน หรืองานโครงสร้างที่ต้องการความแข็งแรงจำเพาะสูง

จากความหลากหลายของ โครงสร้างที่จะได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ BMA และสมบัติเชิงกลที่คาดว่าดีขึ้นของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ทำให้มีความสนใจที่จะศึกษาและวิจัย เพื่อให้ทราบถึงคุณลักษณะที่จะเปลี่ยนไปของโลหะผสมชนิดนี้เมื่อผลิตด้วยกระบวนการ BMA และเป็นข้อมูลพื้นฐานในการประยุกต์ใช้และวิจัยขั้นต่อไปในอนาคตได้

1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์

- 1.2.1 ศึกษากระบวนการผลิตโลหะผสมที่เหล็กเป็นสารละลายของแข็งในอะลูมิเนียมด้วยกระบวนการ BMA
- 1.2.2 ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA
- 1.2.3 ศึกษาถึงสมบัติเชิงกลของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ภายหลังจากอัดให้แน่นด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง (spark plasma sintering) และตีขึ้นรูปร้อน (hot forging)

1.3 ขอบเขตของการศึกษา

- 1.3.1 ทำการผลิตชิ้นงานโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ปริมาณเหล็ก 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์ โดยอะตอม ด้วยกระบวนการ BMA
- 1.3.2 ตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตขึ้นมาด้วยกระบวนการ BMA จากอุณหภูมิห้อง ถึง 550 °C ด้วย Differential Thermal Analysis
- 1.3.3 วิเคราะห์โครงสร้างของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก หลังจากผ่านกระบวนการ BMA และวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง รวมถึงวิธีขึ้นรูปร้อน ด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด และ X – ray diffractometer
- 1.3.4 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล ด้วยการทดสอบแรงดึง และวัดความแข็งของชิ้นงานหลังจากอัดให้แน่น ด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง และวิธีขึ้นรูปร้อน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 ทราบถึงกระบวนการผลิตโลหะผสมที่เหล็กเป็นสารละลายของแข็งในอะลูมิเนียมด้วย กระบวนการ BMA
- 1.4.2 ทราบถึงเสถียรภาพทางความร้อนของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA
- 1.4.3 ทราบถึงสมบัติเชิงกลของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็กภายหลังการอัดให้แน่น
- 1.4.4 ได้ข้อมูลพื้นฐานสำหรับการประยุกต์ใช้และวิจัยขั้นต่อไปในอนาคต

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

ปรีทรรศน์วรรณกรรม

2.1 วัสดุที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร (Nanostructure Materials)

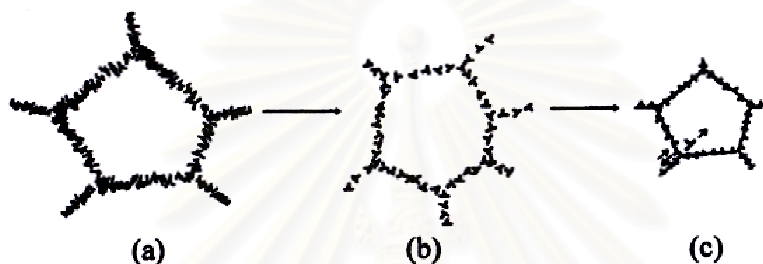
2.1.1 โครงสร้างนาโน (Nanostructure)

โครงสร้างระดับนาโนเมตรในโลหะและโลหะผสม โดยทั่วไปเป็นโครงสร้างที่มีขนาดเกรนเฉลี่ยต่ำกว่า 100 นาโนเมตร การทำให้โครงสร้างผลึกมีความหนาแน่นของความบกพร่องสูงขึ้นอย่างต่อเนื่องด้วยแรงกระทำจากภายนอก เป็นวิธีการหนึ่งที่ทำให้เกิดการลดขนาดเกรนลงได้ จนถึงระดับนาโนเมตร การเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เกิดขึ้นนี้ในกระบวนการผสมเชิงกล หรือ Mechanical Alloying (MA) สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ระยะ ตามที่ Fecht [5] กล่าวไว้คือ

- | | |
|--------|--|
| ระยะ 1 | การแปรรูปถูกจำกัดอยู่เฉพาะในแถบเฉือน (shear band) ภายในประกอบไปด้วยแถวของดิสโลเคชัน (dislocation) ที่มีความหนาแน่นสูง |
| ระยะ 2 | ที่ระดับความเครียด ณ จุดหนึ่ง ดิสโลเคชันเหล่านี้เกิดหักล้างและรวมกันเป็น small angle grain boundary พร้อมกับแยกออกไปเป็นเกรนด้วยขนาดนาโนเมตร |
| ระยะ 3 | ทิศทางการวางตัวของเกรนใหม่เกิดขึ้นมาแบบไร้ทิศทางที่แน่นอน และเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ โดยเริ่มพัฒนาจาก low angle grain boundary เป็น high angle grain boundary สุดท้ายเกิดการเลื่อนของขอบเกรน และหมุนตัวของเกรน ตามลำดับ |

การข้ามจากระยะ 1 ไปสู่ระยะ 2 และ 3 เกิดขึ้นเมื่ออัตราการเพิ่มขึ้นของดิสโลเคชันสมดุลกับอัตราการหักล้าง ทั้งสามระยะนี้มีกลไกการแปรรูปแตกต่างกัน 2 กลไก คอยควบคุมอยู่ กลไกแรกเป็นการควบคุมโดยดิสโลเคชัน (dislocation deformation mechanism) ซึ่งควบคุมอยู่ในระยะ 1 ส่วนกลไกที่สองเป็นการควบคุมโดยขอบเกรน (grain boundary deformation mechanism) ครอบคลุมอยู่ในระยะ 2 และระยะ 3

ถึงแม้ว่าในขณะที่กลไกที่แน่นอนจะยังไม่ชัดเจน แต่เชื่อกันว่ากลไกการเกิด โครงสร้างผลึกระดับนาโนเมตร เป็น สองกลไกนี้ [15] เช่นเดียวกัน การค้นหากลไกของการเกิด โครงสร้างระดับนาโนเมตรด้วยกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (SPD) ก็ยังคงไม่ชัดเจน ทราบเพียงการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างที่เกิดมาจากการเปลี่ยนแปลงของดิสโลเคชันในระหว่างกระบวนการ [6] ดังแสดงในรูปที่ 2.1 โดยการเปลี่ยนแปลงเริ่มต้นขึ้นเมื่อความหนาแน่นของดิสโลเคชันในผนังเซลล์เพิ่มขึ้นถึงค่าวิกฤต (รูปที่ 2.1a)



รูปที่ 2.1 แบบจำลองของโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงจากดิสโลเคชัน
ในระยะต่าง ๆ ของกระบวนการ SPD [6]

จากนั้นดิสโลเคชันบางส่วนที่มีสัญลักษณ์ต่างกันเกิดการหักล้าง (รูปที่ 2.1b) ดิสโลเคชันส่วนที่ไม่เกิดการหักล้างซึ่งมี Burgers vector ตั้งฉากกับขอบเซลล์ทำให้เกิด misorientation เพิ่มขึ้น และเมื่อมีความหนาแน่นมากขึ้นก็จะเป็นสาเหตุของการเปลี่ยนแปลงไปสู่โครงสร้าง granular (รูปที่ 2.1c) ขณะเดียวกันภายใน granular จะเกิด long rang stress field ขึ้นมาจากการเหนี่ยวนำด้วยการ gliding ของดิสโลเคชัน ในที่สุดนำไปสู่การเลื่อนของเกรน จะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เกิดขึ้นในกระบวนการผสมเชิงกล (MA) และ กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (SPD) มีความสอดคล้องกัน

โครงสร้างระดับนาโนที่พัฒนาขึ้นมาทั้งในกระบวนการผสมเชิงกล (MA) และ กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (SPD) พบว่าเมื่อขนาดเกรนลดลงมาถึงค่าหนึ่ง (ขนาดเกรนวิกฤต d^*) แล้วจะไม่พบดิสโลเคชันภายในเกรน [5,15] จากการศึกษาของ Mahmoud Zawrah และ Leon Shaw [7] ในโลหะผสมอะลูมิเนียม $Al_3Fe_3Ti_2Cr_2$ พบว่าความหนาแน่นของดิสโลเคชันสัมพันธ์อยู่กับตำแหน่งในอนุภาคที่ได้จากกระบวนการผสมเชิงกล (MA) บริเวณใจกลางของอนุภาคจำนวนดิสโลเคชันมีน้อยเนื่องจากเกิดการแปรรูป

ถาวรน้อย และความหนาแน่นของดิสโลเคชันเพิ่มขึ้นตามลำดับจากใจกลางอนุภาคจนถึงผิว แต่บริเวณใต้ผิวอนุภาคไม่พบร่องรอยของดิสโลเคชัน ซึ่งขนาดเกรนตรงจุดนี้มีขนาดต่ำกว่า 100 นาโนเมตร เช่นเดียวกับการศึกษาของ L. Shaw และคณะ [16] พบว่าดิสโลเคชันหายไปเมื่อขนาดเกรนน้อยกว่า 100 นาโนเมตร

O.N. Senkov และคณะ [10] พบว่าโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 7.5 11 และ 16 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่หล่อขึ้นมาและผ่านกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (SPD) โครงสร้างประกอบไปด้วยสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 และเนื้อพื้นอะลูมิเนียมที่มีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 100 นาโนเมตร ภายในเกรนมีทั้งบริเวณที่ปรากฏและไม่ปรากฏดิสโลเคชัน

2.1.2 สมบัติเชิงกลของวัสดุที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร

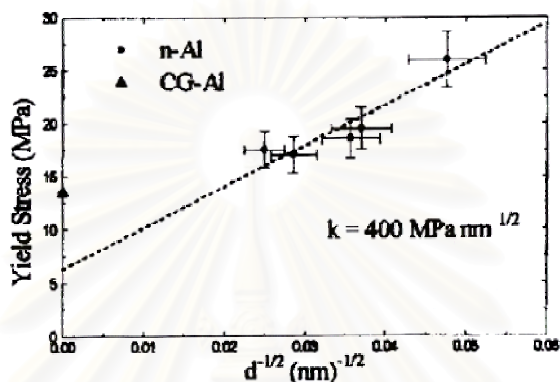
E. Bonetti และคณะ [17] ศึกษาถึงอิทธิพลของขนาดเกรนต่อคุณสมบัติเชิงกลด้วยการทดสอบแรงดึงของผงโลหะอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ (99.9%) ที่ผ่านการบดตามเวลาที่กำหนดพร้อมกับอัดให้แน่น ซึ่งได้ขนาดเกรนเฉลี่ยในช่วง 40 – 20 นาโนเมตร พบว่าความเค้นครากเพิ่มขึ้นจาก 13.5 MPa ที่ขนาดเกรน 100 ไมโครเมตร เป็น 26.0 MPa ที่ขนาดเกรน 21 นาโนเมตร แต่ความเค้นครากที่ได้จากการคำนวณตามสมการ Hall – Petch ดังสมการ 2.1 ด้วยตัวแปร ของอะลูมิเนียมที่ขนาดเกรน 20 นาโนเมตร ได้ค่าประมาณ 500 MPa ซึ่งไม่สอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้

$$\sigma_Y = \sigma_0 + kD^{-1/2} \quad 2.1$$

เมื่อ

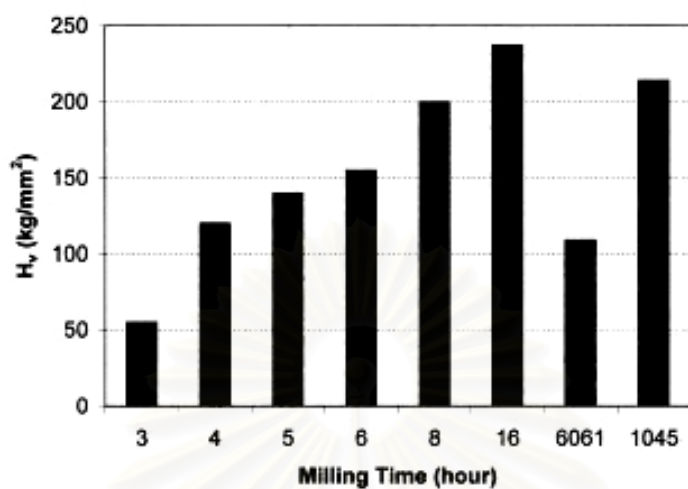
σ_Y	=	ความเค้นคราก
σ_0	=	friction stress
k	=	H – P coefficient
D	=	ขนาดเกรนเฉลี่ย

โดยค่า k ที่ได้มีค่าต่ำกว่าประมาณ 5 เท่า เมื่อเทียบกับอะลูมิเนียมทั่วไปที่มีขนาดเกรนใหญ่กว่า แต่ก็ยังคงมีแนวโน้มความสัมพันธ์เป็นไปตามสมการ Hall – Petch ดังรูปที่ 2.2 และการเบี่ยงเบนไปจากผลการคำนวณเป็นผลมาจากลักษณะภายนอก เช่น รูพรุน รอยตำหนิ และการเปลี่ยนแปลงการแปรรูป



รูปที่ 2.2 กราฟ Hall – Petch ของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์
ที่มีขนาดเกรน 20 – 40 นาโนเมตร (n – Al) [17]

เช่นเดียวกัน ความแข็งของโลหะและโลหะผสมเพิ่มสูงขึ้นจากการความละเอียดของเกรนที่เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นของความบกพร่องสูงขึ้น และความเค้นภายในเกรน จากการเปรียบเทียบความแข็งของโลหะผสมอะลูมิเนียมบริเวณผิวอนุภาคหลังบด (as-milled) ซึ่งเป็นบริเวณที่มีการแปรรูปรุนแรง กับความแข็งของอะลูมิเนียมเกรด 6061 ที่ผ่านกรรมวิธีทางความร้อนตามสภาวะ T6 และความแข็งของเหล็กกล้าเกรด 1045 ที่ศึกษาโดย Mahmoud Zawrah และ Leon Shaw [7] พบว่า ความแข็งเพิ่มขึ้นตามเวลาการบด ในช่วงเริ่มต้นจนถึง 5 ชั่วโมง ความแข็งเพิ่มขึ้นจากความละเอียดของเกรนที่สูงขึ้นและเกิด strain hardening เท่านั้น ดังรูปที่ 2.3 โดยยังไม่มีผลจากสารละลายของแข็ง

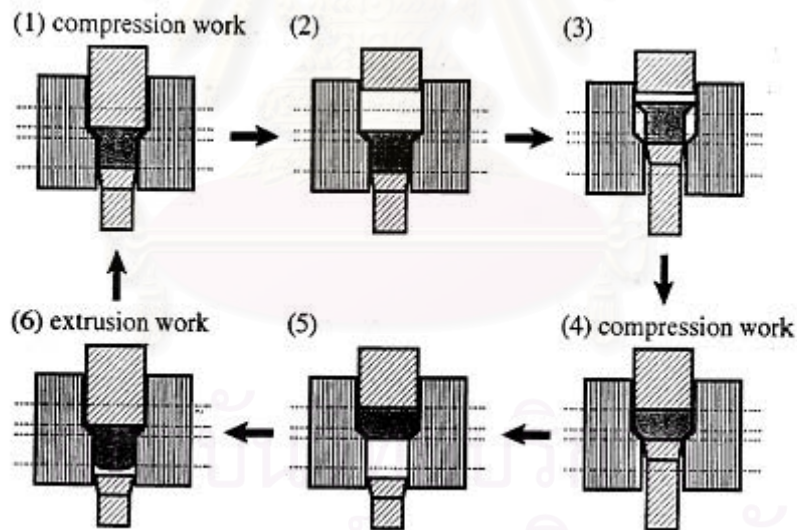


รูปที่ 2.3 ความแข็งบริเวณผิวของอนุภาคโลหะผสมอะลูมิเนียมที่เป็นฟังก์ชันของเวลาการบด เปรียบเทียบกับความแข็งของอะลูมิเนียม 6061T6 และเหล็กกล้า 1045 ที่ผ่านการดัดขึ้นรูปเย็น [7]

วัสดุที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร สามารถผลิตได้หลายวิธี วิธีการเชิงกลเป็นวิธีหนึ่งที่นิยมใช้กันมาก เช่น กระบวนการผสมเชิงกล (MA) และกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (SPD) กระบวนการผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม หรือ Bulk Mechanical Alloying (BMA) ก็เป็นอีกกระบวนการหนึ่งที่สามารถผลิตวัสดุให้มีโครงสร้างในระดับนาโนเมตรได้

2.2 Bulk Mechanical Alloying

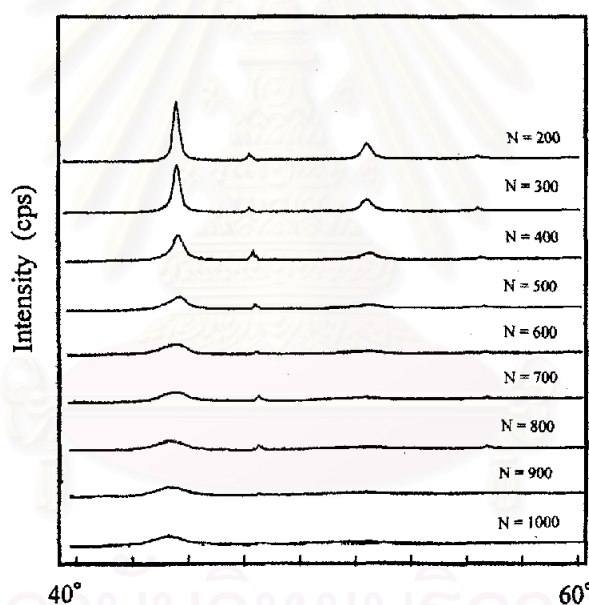
กระบวนการผลิตโลหะผสมเชิงกลแบบมวลรวม หรือ Bulk Mechanical Alloying (BMA) เป็นกระบวนการผลิตในสถานะของแข็ง (solid – state processing) ริเริ่มขึ้นโดย Professor T. Aizawa, Dr. K. Tatsuzawa และ Professor J. Kihara ที่ Mechano – Processing Lab. ในภาควิชาโลหวิทยา มหาวิทยาลัยโตเกียว โดยมีจุดประสงค์เริ่มแรก คือ ผลิตโลหะผสมแนวใหม่ ซึ่งไม่สามารถผลิตได้โดยการหล่อแบบเดิม [2] กระบวนการ BMA มีความแตกต่างจากกระบวนการผสมเชิงกล (MA) [18] ตรงที่ไม่มีการใช้ถังและลูกบิด ในกระบวนการ BMA ใช้ชุดพUNCH และแม่พิมพ์ (die) แทน ผงวัสดุเริ่มต้นถูกเทลงไปในช่องว่างของแม่พิมพ์ โดยมีพUNCHตัวล่างรองรับ การทำงานของกระบวนการ BMA ประกอบไปด้วยสองขั้นตอน คือ ขั้นตอนการอัด (compaction) สองครั้ง และขั้นตอนการอัดขึ้นรูป (forward extrusion) หนึ่งครั้ง ทั้งสองขั้นตอนนี้รวมกันเป็นหนึ่งรอบ ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ตามปกติระยะเวลาที่ใช้ในหนึ่งรอบการทำงานประมาณ 8 – 9 วินาที ขึ้นอยู่กับการกำหนดอัตราเร็วของพUNCH



รูปที่ 2.4 ลำดับขั้นตอนการทำงานกระบวนการ Bulk Mechanical Alloying [14]

ในหนึ่งรอบของกระบวนการ BMA ขั้นตอนการอัดโดยพันธตัวบน อนุภาคที่อยู่ภายในแม่พิมพ์ เกิดการแปรรูปพร้อมกับรวมตัวกันเป็นก้อน และขั้นตอนการอัดขึ้นรูป (extrusion) อนุภาคที่รวมเป็นก้อน เกิดการแปรรูปอย่างรุนแรง และแตกออกเป็นชิ้นเล็ก จากนั้นจะเกิดการรวมตัวกันอีกครั้งด้วยขั้นตอนการอัด โดยพันธตัวล่าง เมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้น อนุภาคหรือผงวัสดุที่ต่างชนิดกันภายในแม่พิมพ์จะเกิดการผสมผสานกันเบื้องต้น ขนาดอนุภาคลดลง โครงสร้างมีความละเอียดเพิ่มมากขึ้น และเกิดการละลายของธาตุผสม (alloying)

จากผลการทดลองของ T. Aizawa และ J. Kihara [19] ในระบบโลหะผสมนิกเกิล – อะลูมิเนียม ที่ สัดส่วนผสม Ni75 : Al25 แสดงให้เห็นถึงลำดับของกระบวนการที่เกิดขึ้น ในการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคกับจำนวนรอบ ด้วยผลวิเคราะห์ X-ray diffraction (XRD) ในรูปที่ 2.5



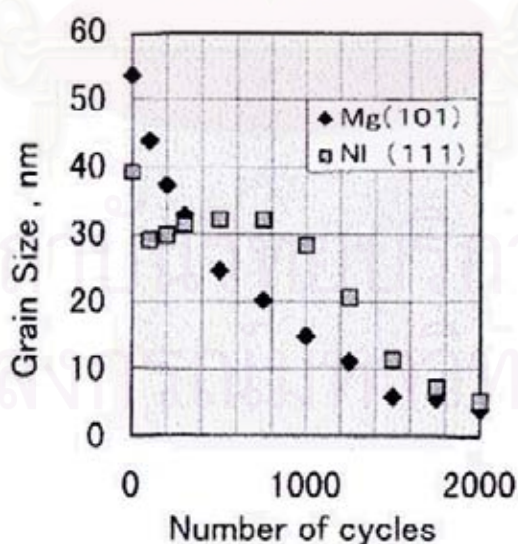
รูปที่ 2.5 รูปแบบ XRD เมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นใน 3Ni-1Al [19]

พบว่าในช่วงเริ่มต้นจนถึง 100 รอบ อนุภาคของนิกเกิล และอะลูมิเนียม เกิดการแปรรูปถาวร และเกาะรวมกันเป็นก้อน จากนั้น เมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นมากกว่า 100 รอบ ความเข้มของยอดลดลง และความกว้างของยอดเพิ่มขึ้น แสดงถึงความละเอียดของโครงสร้างที่มากขึ้น ในช่วง 200 – 400 รอบ จะได้ของผสมที่มีขนาดละเอียดระหว่างนิกเกิลและอะลูมิเนียม ช่วง 400 – 500 รอบ ปรากฏการณ์เลื่อนของยอด เป็นการเริ่มต้นเกิด

สารละลายของแข็งขึ้นในช่วงนี้ และที่ 1,000 รอบ พบว่าได้สารละลายของแข็งนิกเกิลอะลูมิเนียม (Ni(Al)) เมื่อจำนวนรอบมากกว่า 1,000 รอบ กระบวนการก้าวเข้าสู่ระยะคงที่ (steady state) ไม่มีการลดขนาดเกิดขึ้นอีกในโลหะผสม

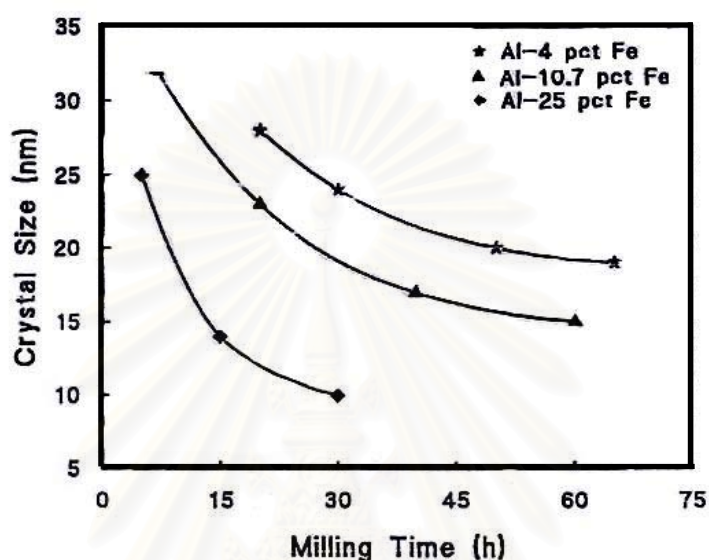
ในภาพรวมแล้วกระบวนการ BMA มีลำดับขั้นตอนจาก ช่วงการผสมผสานเบื้องต้น ช่วงการทำให้โครงสร้างละเอียด ช่วงการละลายธาตุผสมและช่วงคงที่ ซึ่งมีความสอดคล้องกันกับกระบวนการผสมเชิงกล (MA) [20] แต่ในรายละเอียดจะมีความต่างกัน เนื่องจากกระบวนการ BMA ไม่มีการใช้ถังและลูกบิด กลไกการแปรรูปจึงต่างไปจากกระบวนการ MA แบบเดิมที่ควบคุมด้วยกลไก microforging [2]

ความละเอียดของโครงสร้าง เริ่มต้นขึ้นในช่วงการทำให้โครงสร้างละเอียด ภายหลังจากเสร็จสิ้นช่วงการผสมผสานเบื้องต้น ขนาดของพองอนุภาคลดลงอย่างสม่ำเสมอกับจำนวนรอบหรือเวลาที่มากขึ้นแบบลอการิทึม จากขนาดเริ่มต้นของอนุภาคจนถึงระดับนาโนเมตร ดังผลการศึกษาของ T. Aizawa และคณะ [21] ในการสังเคราะห์โลหะผสม Mg_2Ni จากผงแมกนีเซียมเริ่มต้น ขนาดเฉลี่ยต่ำกว่า 1 มิลลิเมตร กับพองนิกเกิลขนาดเฉลี่ยต่ำกว่า 200 ไมโครเมตร พบว่าขนาดเกรนของแมกนีเซียมลดลงไปอยู่ในช่วง 5–10 นาโนเมตร เมื่อจำนวนรอบใกล้ 2,000 รอบ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ในส่วนนิกเกิลพบว่าขนาดเกรนจะลดลงในช่วงแรกและถูกขยับขึ้นจากนั้นค่อยลดลงอีกครั้งหลังจากช่วง 1,000 รอบ



รูปที่ 2.6 ขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงเมื่อจำนวนรอบมากขึ้นของ Ni และ Mg [21]

เช่นเดียวกันกับกระบวนการ MA การลดลงของขนาดเกรนมีแนวโน้มไปทิศทางเดียวกันในรูปแบบลอการิทึม ดังผลการทดลองของ D.K. Mukhopadhyay และคณะ [8] แสดงให้เห็นถึงการลดขนาดผลึกอะลูมิเนียมที่ผสมเหล็กในอัตราส่วน 4, 10.7 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ดังรูปที่ 2.7

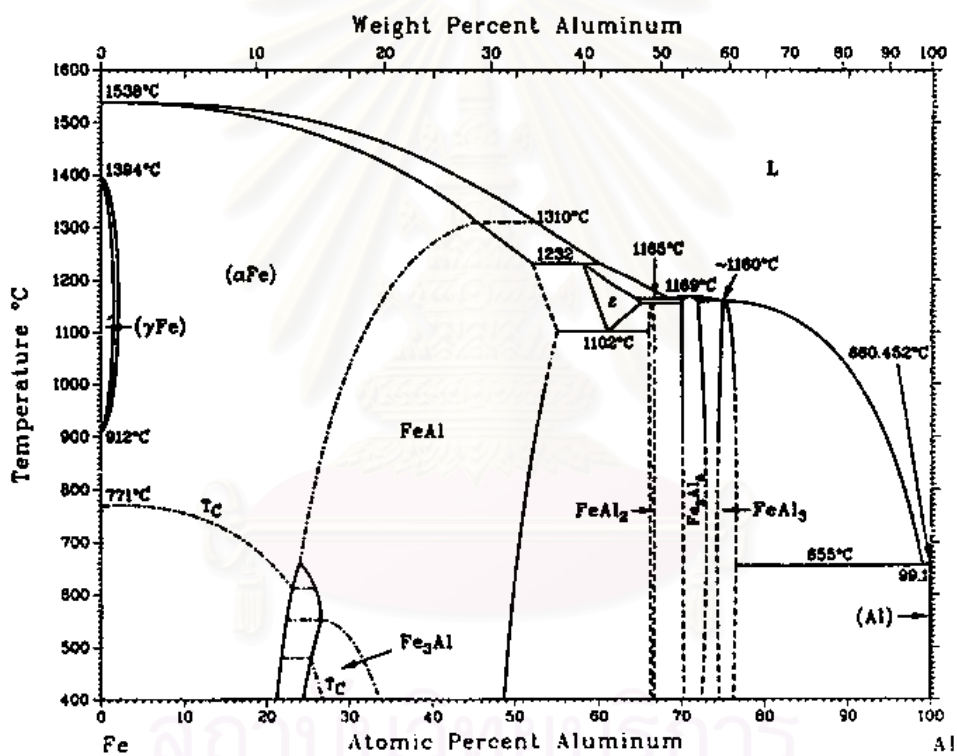


รูปที่ 2.7 การเปลี่ยนแปลงของขนาดผลึกกับเวลาการบดในผง Al – 4, 10.7 และ 25 at.% Fe [8]

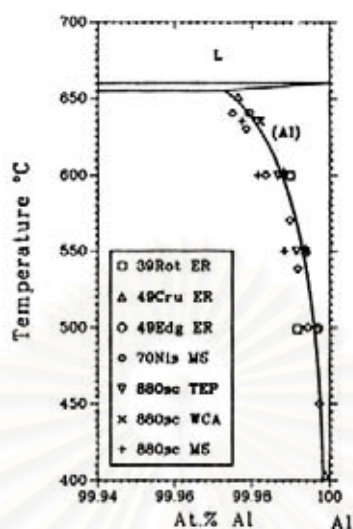
ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA โดยทั่วไปมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ประมาณ 80 – 85 เปอร์เซ็นต์ [2,21] ดังนั้นชิ้นงานที่ได้จำเป็นต้องทำการอัดให้แน่น (consolidation) อีกครั้งเพื่อให้ได้ความหนาแน่นเต็มที่ (full density) วิธีการอัดให้แน่นสามารถทำได้หลายวิธีขึ้นอยู่กับความต้องการรูปร่างสุดท้ายของชิ้นงาน อาทิเช่น การตีขึ้นรูป การรีด การอัดขึ้นรูป รวมถึงวิธี shock compression [22] และ สปาร์กพลาสมาซินเทอริง [23] ซึ่งเป็นวิธีที่สามารถเลี่ยงการเกิดผลึกใหม่ (recrystallization) ได้เป็นอย่างดี

2.3 เหล็กที่เป็นสารละลายของแข็งในอะลูมิเนียม

ในสภาวะสมดุลระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก เหล็กมีความสามารถในการละลายในสภาวะของแข็ง (solid solubility) จำกัดอยู่ที่ 0.025 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ที่อุณหภูมิยูเทคติก [24] แผนภูมิสมดุลและส่วนขยายแสดงในรูปที่ 2.8 และ 2.9 ตามลำดับ เนื่องจากอะตอมเหล็กสามารถละลายเข้าไปในโครงผลึกอะลูมิเนียมในสภาวะของแข็งได้น้อยมาก จึงทำให้โลหะผสมนี้ไม่สามารถเพิ่มความแข็งแรงขึ้นด้วยการบ่มแข็ง (age hardening) ได้



รูปที่ 2.8 แผนภูมิสมดุลอะลูมิเนียม – เหล็ก [24]



รูปที่ 2.9 ส่วนขยายแผนภูมิสมดุอะลูมิเนียม – เหล็ก ช่วง 99.94 – 100 at.% [24]

วิธีการขยายความสามารถการละลายของตัวถูกละลายเข้าไปในตัวทำละลาย สามารถทำได้โดยกระบวนการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว [9] กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง [10-11] กระบวนการ MA [8,13] รวมไปถึงกระบวนการ BMA [2-3] ด้วย โดยทั่วไปการขยายความสามารถอธิบายได้ด้วยหลักเกณฑ์ของ Hume – Rothery คือ (1) ความแตกต่างของขนาดอะตอมน้อยกว่า 15 เปอร์เซ็นต์ (2) โครงสร้างผลึกเหมือนกัน (3) มีอิเล็กตรอนวงนอกเท่ากัน (4) มีค่า electronegativity ใกล้เคียงกัน หากมีสภาวะข้อหนึ่งข้อใดไม่สอดคล้องกับหลักเกณฑ์แล้ว การขยายความสามารถการละลายในสภาวะของแข็งจะถูกจำกัด [4,20] ความแตกต่างของเส้นผ่าศูนย์กลางของอะลูมิเนียม (2.8636 Å) กับเหล็ก (2.4824 Å) เท่ากับ 13 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นสามารถที่จะขยายความสามารถการละลายของเหล็กได้ [2] และถูกจำกัดจากโครงสร้างที่ต่างกัน ในสภาวะของแข็ง [25]

2.3.1 การขยายความสามารถการละลายของเหล็กในอะลูมิเนียมด้วยวิธี MA

การอธิบายการขยายความสามารถการละลายของตัวถูกละลายนั้น เริ่มต้นขึ้นกับกระบวนการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว โดยอาศัยหลักการโมโนไดนามิกส์ตามแนวคิดของอุณหภูมิต่ำ T_0 ซึ่งเป็นอุณหภูมิต่ำ ๆ ที่เฟสของเหลวมีตัวถูกละลาย ละลายอยู่อย่างอิ่มตัวและเฟสของแข็งที่เป็นตัวถูกละลาย มีค่าพลังงานอิสระเท่ากัน สารละลายของแข็งอิ่มตัวยิ่งยวดจะเกิดขึ้นเมื่อทำให้เฟสของเหลวเย็นตัวลงต่ำกว่าอุณหภูมิต่ำ T_0 แต่แนวคิดนี้ไม่สามารถใช้ได้กับกระบวนการ MA เนื่องจากไม่มีเฟสของเหลวเกิดขึ้นในกระบวนการ แต่สามารถนำมาประยุกต์ในการเชื่อมโยงกับค่าพลังงานที่ให้ในกระบวนการกับการเกิดสารละลายของแข็งอิ่มตัวยิ่งยวดได้ [20,26] เนื่องจากกลไกการเกิดและขอบเขตจำกัดของสารละลายของแข็งในกระบวนการ MA ต่างจากกระบวนการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว จึงมีนักวิจัยหลายท่านได้ตั้งสมมติฐานไว้หลายกรณีด้วยกัน เช่น

การเกิดสารละลายของแข็งอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturate solid solution) สัมพันธ์อยู่กับการเกิด โครงสร้างผลึกระดับนาโนเมตร โดยคาดว่าสัดส่วนปริมาตรที่สูงมากของอะตอมในบริเวณขอบเกรนจะช่วยส่งเสริมการแพร่ ปริมาณตัวถูกละลายสูงขึ้นเมื่อขนาดเกรนเล็กลงจนถึงระดับนาโนเมตร [27]

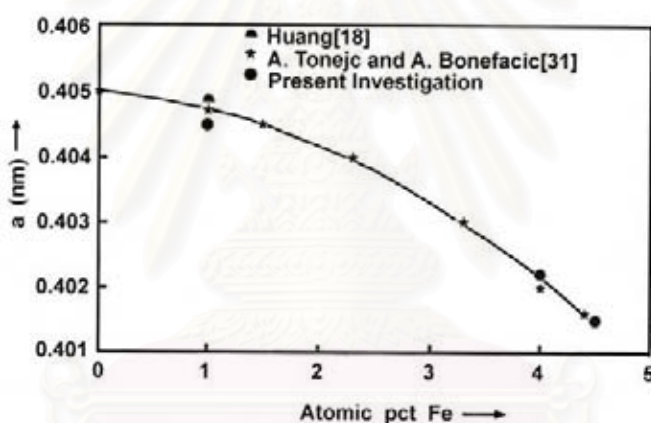
ความสามารถการละลายของของแข็งสามารถขยายได้จนถึงส่วนผสมที่เฟส amorphous เริ่มเกิดขึ้น [28]

ความสามารถการละลายของของแข็งสามารถขยายได้จนถึงตำแหน่งของสารประกอบเชิงโลหะในแผนภูมิสมมูล ถ้าโลหะพื้นและสารประกอบเชิงโลหะมีโครงสร้างผลึกที่สัมพันธ์กัน [29]

ความสามารถการละลายของของแข็งถูกกำหนดโดยความสมดุลของการผสมระหว่างกัน ที่เกิดขึ้นจากแรงเฉือนในการบิด ต่อการสลายตัวของสารละลายของแข็งที่ถูกกระตุ้นจากความร้อน (thermal activate) โดยที่อัตราส่วนของความสมดุลนี้แสดงไว้ด้วยสัญลักษณ์ γ เมื่อ γ มีค่าน้อย แสดงว่าการแพร่ที่ถูกกระตุ้นทางความร้อนจะเป็นตัวผลักดันให้ระบบเข้าสู่สมดุล ทำให้ไม่มีสารละลายของแข็งอิ่มตัวยิ่งยวด แต่ถ้า γ มีค่ามาก แสดงว่าการแพร่ที่กระตุ้นจากความร้อนมีค่าน้อย การผสมระหว่างกันที่เกิดขึ้นจากแรงเฉือนระหว่างการบิดจะเป็นตัวผลักดันให้เกิดสารละลายของแข็ง [4,30]

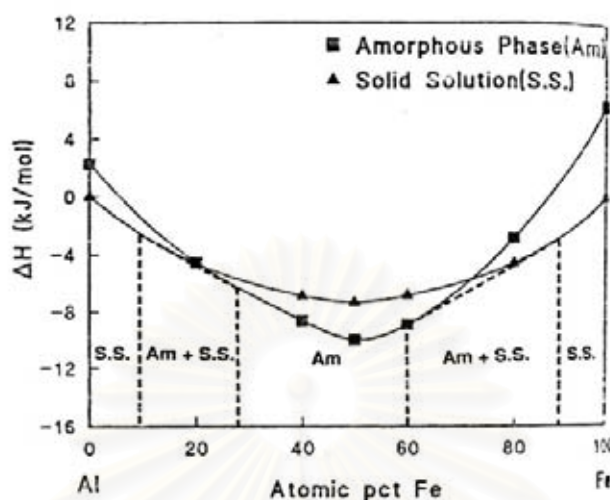
นอกจากนี้ยังมีสมมติฐานอื่นอีกที่พยายามอธิบายกลไกการเกิดและขอบเขตจำกัดของสารละลายของแข็ง แต่สมมติฐานทั้งหมดก็ยังไม่สามารถอธิบายได้กับโลหะผสมในหลาย ๆ ระบบได้ ระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก เป็นระบบหนึ่งที่สามารถอธิบายได้ด้วยสมมติฐาน ความสามารถการละลายของของแข็งสามารถขยายได้จนถึงส่วนผสมที่เฟส amorphous เริ่มเกิดขึ้น [26]

จากการทดลองของ D.K. Mukhopadhyay และคณะ [8] ด้วยกระบวนการ MA กับโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ช่วงส่วนผสม 1-25 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม แบ่งเป็น 5 ตัวอย่างคือ 1, 4, 7.3, 10.7 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม พบว่าเหล็กสามารถละลายเข้าไปได้มากที่สุด 4.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ด้วยการคำนวณหา lattice parameter จากยอด Al(311) ของผล XRD ในทุก ๆ ตัวอย่าง แล้วนำมาวาดลงบนกราฟต้นแบบ ซึ่งได้มาจากวิธีการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 กราฟต้นแบบการเปลี่ยนแปลง lattice parameter ของ Al-solid solution กับปริมาณเหล็กที่ได้จากวิธีการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว และ MA [8]

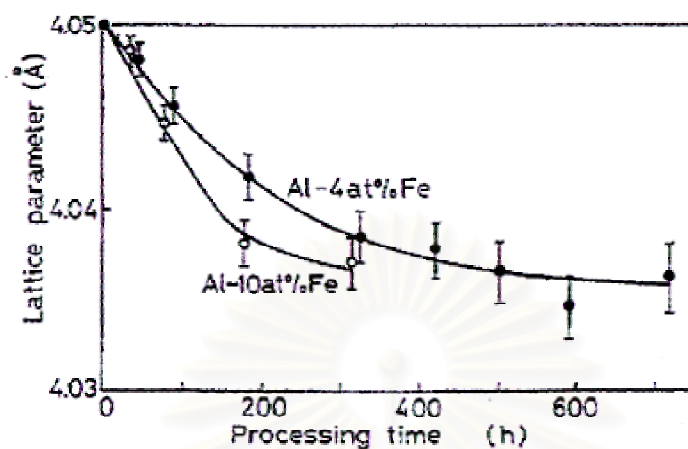
และพบว่าตัวอย่าง Al – 10.7 at.% Fe ประกอบด้วยเฟส amorphous และสารละลายของแข็งอยู่ร่วมกัน สอดคล้องกับการทำนายด้วยแบบจำลอง Miedema ซึ่งเป็นแบบจำลองกึ่งทดลอง ที่ทำนายช่วงการเกิดเฟส amorphous และสารละลายของแข็งในระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 แผนผังเอนทัลปี กับส่วนผสมที่ได้จากการคำนวณด้วยแบบจำลอง Miedema สำหรับระบบโลหะอะลูมิเนียม – เหล็ก [8]

จากแบบจำลอง Miedema พบว่าช่วงสารละลายของแข็งอยู่ในช่วงน้อยกว่า 15 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม และเฟส amorphous จะเริ่มเกิดขึ้นในช่วงที่เหล็กมีมากกว่า 15 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมในเนื้ออะลูมิเนียม แต่ช่วงการเกิดเฟส amorphous อาจไม่เหมือนกันในทุกการทดลอง เนื่องจากตัวแปรในกระบวนการทดลองไม่เหมือนกัน เช่น พลังงานที่ใช้ต่างกัน และสิ่งสกปรกเป็นต้น

B. Huang และคณะ [13] พบว่าเหล็กสามารถละลายเข้าไปในอะลูมิเนียมได้ 1 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม โดยทำการคำนวณหาค่า lattice parameter ของตัวอย่าง Al-4 at.%Fe และ 10 at.%Fe จากยอดของ Al(311) พบว่าในตัวอย่าง Al-4 at.%Fe ค่า lattice parameter ลดลงจากค่าเริ่มต้นที่ 4.050 Å ถึงค่าอ้อมตัวที่ 4.036 Å ในการบด 720 ชั่วโมง สัมพันธ์กับปริมาณการละลายของเหล็กประมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมในอะลูมิเนียม ส่วนตัวอย่าง Al-10 at.%Fe ค่า lattice parameter มีแนวโน้มลดลงเช่นเดียวกัน ดังรูปที่ 2.12 ส่วนการเกิดเฟส amorphous จะเกิดขึ้นในช่วงส่วนผสม 17-33 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก



รูปที่ 2.12 lattice parameter ของตัวอย่าง Al – 4 และ 10 at.%Fe ที่เป็นฟังก์ชันของเวลาการบด (คำนวณจากระนาบ (311) ของผล XRD) [13]

การอธิบายการเกิดขึ้นและการขยายความสามารถละลายของตัวถูกละลาย ในกระบวนการ MA มีหลายสมมติฐานที่รองรับการอธิบาย แต่สมมติฐานเหล่านี้ก็ไม่สามารถจะอธิบายกับระบบโลหะผสมได้ในทุกระบบ สมมติฐานความสามารถละลายของของแข็งสามารถขยายได้จนถึงส่วนผสมที่เฟส amorphous เริ่มเกิดขึ้นเป็นสมมติฐานหนึ่งที่สามารถประยุกต์ใช้ได้กับระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก โดยช่วงการเกิดเฟส amorphous สามารถที่ทำนายได้โดยอาศัยแบบจำลอง Miedema ซึ่งเป็นแบบจำลองกึ่งทดลอง

2.3.2 สารละลายของแข็งและเฟส amorphous

โครงสร้าง amorphous ที่เกิดภายใต้การบดเป็นเวลานานในกระบวนการ MA อาจเกิดขึ้นโดย lattice strain จากการละลายซึ่งกันและกันของอะตอมต่างชนิดก่อนที่จะเกิดสารประกอบเชิงโลหะ หรือ หลังจากเกิดสารประกอบเชิงโลหะ โดยที่สารละลายของแข็งหรือสารประกอบเชิงโลหะจะเกิดขึ้นมาก่อนนั้น ขึ้นอยู่กับพลังงานอิสระของทั้งสองเฟส [4,31] การเปลี่ยนแปลงไปเป็นเฟส amorphous ของโลหะและ โลหะผสม อาจกล่าวเป็นลำดับขั้นได้ดังนี้ [4]

order phase \rightarrow disordered phase (loss of long – rang order) \rightarrow fine – gained
(nanocrystalline) phase \rightarrow amorphous phase

ส่วนกลไกการเกิดเฟส amorphous ในกระบวนการ MA ยังคงไม่ชัดเจน [32-33] เช่นเดียวกับการเกิดสารละลายของแข็ง นักวิจัยหลายท่านพยายามที่จะอธิบายการเกิดเฟส amorphous ด้วยแบบจำลองทางทฤษฎีต่างๆ เช่น ความสัมพันธ์ของ enthalpy of formation ที่พัฒนาโดย Miedema และคณะ ตามที่สรุปไว้โดย Bakker [34] ดังนี้

Enthalpy of formation ของสารละลายของแข็ง

$$\Delta H_{(\text{solid solution})} = \Delta H_{\text{chem}} + \Delta H_{\text{elast}} + \Delta H_{\text{struct}}$$

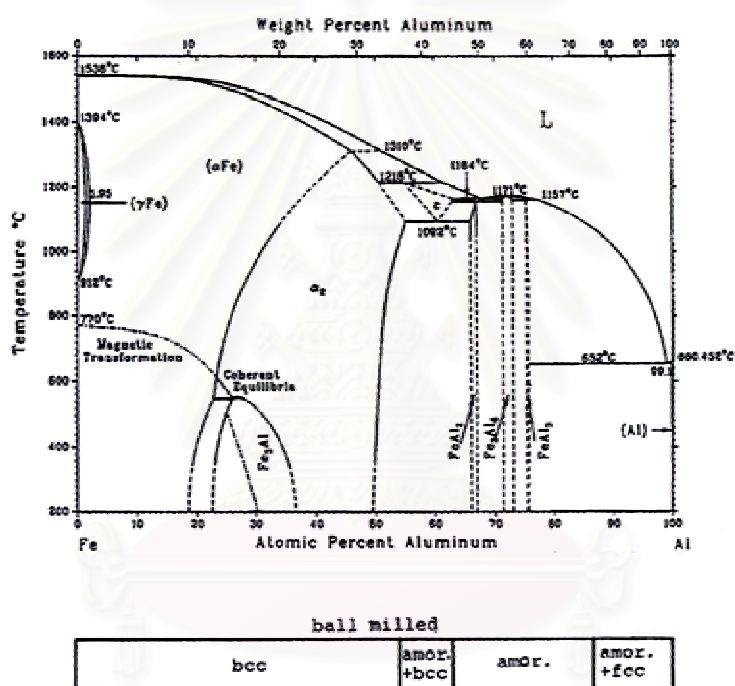
Enthalpy of formation ของเฟส amorphous

$$\Delta H_{(\text{amorphous})} = \Delta H_{\text{chem}} + 3.5(c_A T_{m,A} + c_B T_{m,B})$$

เมื่อ ΔH_{chem} เป็นพจน์ที่เกิดจากการผสมของอะตอมโลหะสองชนิดทางเคมี ΔH_{elast} เป็นพจน์ของความยืดหยุ่นเกิดจากขนาดอะตอมที่ไม่เท่ากัน ΔH_{struct} เป็นพจน์การเปลี่ยนแปลงเสถียรภาพของโครงสร้าง เป็นฟังก์ชันของจำนวนเฉลี่ยวาเลนซ์อิเล็กตรอนต่ออะตอม $T_{m,A}$ และ $T_{m,B}$ เป็นจุดหลอมเหลว และ c_A กับ c_B คือสัดส่วนอะตอมของธาตุ A และ B ตามลำดับ

ในการทดลองของ D.K. Mukhopadhyay และคณะ [8] พร้อมเปรียบเทียบกับผลการคำนวณจากแบบจำลอง Miedema ซึ่งให้เห็นว่าเฟส amorphous เริ่มเกิดขึ้นเป็นบางส่วนเมื่อมีเหล็กผสมอยู่ 10.7 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม และอยู่ร่วมกับสารละลายของแข็ง ในกรณีที่มีเหล็กผสมน้อยกว่านี้ไม่พบการเกิดเฟส amorphous และจะเกิดขึ้นเพียงเฟสเดียวเมื่อมีปริมาณเหล็กผสมอยู่ 25 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ส่วนผลการคำนวณ ดังรูปที่ 2.11 เฟส amorphous เริ่มเกิดในช่วงที่มีเหล็กผสมอยู่ 15 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม และเกิดเพียงเฟสเดียวในช่วง 25 – 60 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม

Huang และคณะ [13] รายงานว่า เฟส amorphous จะเกิดขึ้นเพียงเฟสเดียวในช่วงส่วนผสม 17 – 33 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก และเกิดร่วมกับสารละลายของแข็งเมื่อมีจำนวนอะตอมเหล็กเพิ่มขึ้น ดังการเปรียบเทียบช่วงที่เฟส amorphous เกิดขึ้นกับแผนภูมิสมดุลอะลูมิเนียม – เหล็ก ในรูปที่ 2.13 นอกจากนี้ปริมาณของเหล็กที่มีผลต่อการเกิดเฟส amorphous แล้ว พลังงาน ความรุนแรงในการบด สิ่งสกปรกที่เจือปนอยู่ ก็มีส่วนช่วยทำให้การเกิดเฟส amorphous เร็วขึ้นด้วย ในการทดลอง Young Zou และคณะ [35] ที่เปรียบเทียบผลของความรุนแรงในการบดของอะลูมิเนียมและผงเหล็ก ที่ส่วนผสม 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก พบว่าเมื่อความรุนแรงการบดเพิ่มขึ้น ระยะเวลาในการเกิดเฟส amorphous จะสั้นลง



รูปที่ 2.13 ขอบเขตของเฟสที่เกิดขึ้นในระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ด้วยกระบวนการ MA [13]

การเกิดเฟส amorphous ขึ้นมาในกระบวนการ MA เริ่มต้นด้วยการสูญเสียความเป็นระเบียบของโครงผลึกในระยะแรกของการบด และสูญเสียความเป็นระเบียบมากขึ้นในระหว่างการบดที่นานขึ้น ปัจจัยสำคัญที่มีผลกระทบท่อการเกิดเฟส amorphous ในระบบโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ได้แก่ปริมาณของเหล็กที่ผสม และพลังงานที่ใช้ในกระบวนการ ปริมาณของเหล็กที่ผสมอยู่มาก และพลังงานที่ให้ในกระบวนการสูง เฟส amorphous สามารถเกิดได้เร็วขึ้น

บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 ผงโลหะอะลูมิเนียม ความบริสุทธิ์ 99.9 % ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 106 – 180 ไมโครเมตร ของบริษัท Kou Jun Do Kagaku Ken Kyu Sho

3.1.2 ผงโลหะเหล็ก ความบริสุทธิ์ 99.9% ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 91 ไมโครเมตร ของบริษัท Kou Jun Do Kagaku Ken Kyu Sho

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.2.1 เครื่อง BMA ประเภท servo motor screw press ขนาด 100 ตัน ของบริษัท Enomoto Machine Co., Ltd.

3.2.2 อุปกรณ์วิเคราะห์ทางความร้อน (differential thermal analysis, DTA) รุ่น NETZSCH STA 409 C

3.2.3 กล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope, OM)

3.2.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (scanning electron microscope, SEM) ของ JEOL รุ่น JSM 6400 พร้อม energy dispersive spectrometer (EDS)

3.2.5 X-ray diffractometer ของ Philips รุ่น PW3710 BASED

3.2.6 เตาอบขึ้นงาน ประเภท Infrared Heat Reflection Furnace

3.2.7 ชุดอุปกรณ์สปาร์กพลาสมาซินเทอริง

3.2.8 เครื่องทดสอบแรงดึง (universal testing mechine)

3.2.9 เครื่องวัดความแข็ง (micro handness tester)

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การผลิตและตรวจวัดคุณลักษณะชิ้นงาน BMA

3.3.1.1 การผลิตชิ้นงานด้วยเครื่อง BMA

- 1) ชั่งน้ำหนักผงอะลูมิเนียม ผงเหล็ก ตามตารางที่ 3.1
- 2) นำผงอะลูมิเนียม ผงเหล็ก เทใส่ถุงพลาสติก และเขย่าให้เกิดการผสมกันแบบสุ่ม
- 3) เทผงที่ผสมกันเรียบร้อยแล้ว ลงแม่พิมพ์ของเครื่อง BMA รูปและขั้นตอนการทำงานของเครื่อง BMA แสดงในภาคผนวก ก
- 4) ตั้งค่าแรงกระทำของพันธ compaction และ extrusion ที่ 25 และ 15 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ กำหนดจำนวนรอบที่ 800 รอบ
- 5) เดินเครื่อง BMA พร้อมกับบันทึกแรงกระทำที่เกิดขึ้น โดยแรงเฉลี่ยของพันธ compaction และ extrusion ทั้ง 800 รอบ ที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA ทุกส่วนผสม แสดงในตารางที่ 3.2 และรูปในภาคผนวก ก

ตารางที่ 3.1 น้ำหนักของส่วนผสมที่ใช้ในการผลิตโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ด้วยเครื่อง BMA

BMA - at.%Fe \ ส่วนผสม	Al (g)	Fe (g)
1.0	39.19	0.81
2.5	38.08	1.92
5.0	36.42	3.58

ตารางที่ 3.2 บันทึกแรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA ทุกส่วนผสม

ชิ้นงาน	Compaction punch (kN)	Extrusion punch (kN)
BMA – 1.0 at.%Fe	522.2	111.5
BMA – 2.5 at.%Fe	509.1	106.8
BMA – 5.0 at.%Fe	507.8	105.3

3.3.1.2 การวัดความหนาแน่นของชิ้นงาน BMA

นำชิ้นงาน BMA ที่ผลิตขึ้นทั้งหมดมาหาความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส (Archimedes method) ตามความสัมพันธ์ในสมการที่ 3.1

$$\rho = \frac{W_{air}}{W_{air} - W_{water}} \times \rho_{water} \quad 3.1$$

เมื่อ	ρ	=	ความหนาแน่นของชิ้นงาน
	ρ_{water}	=	ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิห้อง
	W_{air}	=	น้ำหนักของชิ้นงานจากการชั่งในอากาศ
	W_{water}	=	น้ำหนักของชิ้นงานจากการชั่งในน้ำ

เมื่อคำนวณความหนาแน่นของชิ้นงาน BMA ตามสมการที่ 3.1 จากนั้นนำมาคำนวณหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) โดยความหนาแน่นทางทฤษฎี คำนวณได้จากกฎของผสม (Rule of Mixture) ดังสมการที่ 3.2

$$\rho_{th} = \frac{W_{total}}{\frac{W_{Al}}{\rho_{Al}} + \frac{W_{Fe}}{\rho_{Fe}}} \quad 3.2$$

เมื่อ	ρ_{th}	=	ความหนาแน่นทางทฤษฎี
	ρ_{Al}	=	ความหนาแน่นของอะลูมิเนียม
	ρ_{Fe}	=	ความหนาแน่นของเหล็ก
	W_{total}	=	น้ำหนักรวมของผงอะลูมิเนียมและเหล็ก
	W_{Al}	=	น้ำหนักของผงอะลูมิเนียม
	W_{Fe}	=	น้ำหนักของผงเหล็ก

3.3.1.3 การตรวจวัดคุณลักษณะทางความร้อนชิ้นงาน BMA

นำชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการ BMA ทั้งสามส่วนผสม มาตรวจวัดคุณลักษณะทางความร้อนด้วย DTA ตามขั้นตอนดังนี้

- 1) ทำการบดชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการ BMA และคัดขนาดผงให้ต่ำกว่า 120 mesh (125 μm)
- 2) ชั่งผงตัวอย่างในข้อ 1) จำนวน 30 มิลลิกรัม ใส่ถ้วยอะลูมินา เป็นถ้วยตัวอย่าง
- 3) ชั่งผงอะลูมินา จำนวน 30 มิลลิกรัม ใส่ถ้วยอะลูมินา เป็นถ้วยอ้างอิง
- 4) วางถ้วยตัวอย่างและถ้วยอ้างอิงบนแท่นทดลองในเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน DTA
- 5) ควบคุมบรรยากาศภายในด้วยก๊าซไนโตรเจน
- 6) เริ่มการตรวจวัดเสถียรภาพทางความร้อนของผงตัวอย่างจากอุณหภูมิห้อง จนถึงอุณหภูมิ 550 $^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 $^{\circ}\text{C}$ / นาที
- 7) ปลดปล่อยให้ถ้วยตัวอย่างและถ้วยอ้างอิงเย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง
- 8) ทำการตรวจวัดซ้ำ ตามข้อ 6) อีกครั้ง เพื่อทำ base line

3.3.1.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ BMA แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) การเตรียมตัวอย่างชิ้นงานเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ตัดครึ่งชิ้นงานตามระนาบ A – A ในรูปที่ 3.1
- 2) นำชิ้นงานที่ตัดไปทำ cold mounting ด้วยเรซิน
- 3) ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายซิลิคอนคาร์ไบด์จนถึงเบอร์ 2,000
- 4) ขัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาด 1 และ 0.25 ไมครอน ตามลำดับ



รูปที่ 3.1 ทิศทางการตัดชิ้นงาน BMA

3.3.1.5 การตรวจสอบโครงสร้างชิ้นงาน BMA ด้วย X-ray diffractometer (XRD)

ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ BMA จำนวน 800 รอบ นำมาตรวจสอบโครงสร้างด้วย X-ray diffractometer และวิเคราะห์หาค่า lattice parameter ขนาดผลึก (crystal size) และความเครียดจุลภาค (microstrain) สภาวะที่กำหนดในการตรวจสอบด้วย XRD ประกอบด้วย

- Cu tube anode 40 kV 30 mA
- Wave length 1.54060 Å
- Continuous scan
- Divergence slit 1°
- Receiving slit 0.1°
- Start – Stop angle 20.010° – 99.990°
- Step size 0.020°
- Time per step 1 second

วิธีการหาค่า lattice parameter คำนวณได้จาก Bragg law ตามสมการ 3.3 และ สมการ 3.4

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

3.3

เมื่อ	n	=	ลำดับการสะท้อน
	λ	=	ความยาวคลื่น
	d_{hkl}	=	ระยะห่างระหว่างระนาบ $h k l$
	θ	=	มุมตกกระทบหรือสะท้อน เทียบกับระนาบเลี้ยวเบน

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}} \quad 3.4$$

เมื่อ	d_{hkl}	=	ระยะห่างระหว่างระนาบ $h k l$
	a	=	lattice parameter
	$h k l$	=	ดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices)

ขนาดผลึก (crystal size) คำนวณจาก Scherrer's formula [36-38] ตามสมการ 3.5 เมื่อกำหนดให้รูปร่างของยอดที่เกิดขึ้นเป็นแบบ Gaussian [38]

$$t = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta_B} \quad 3.5$$

เมื่อ	t	=	ขนาดผลึก
	λ	=	ความยาวคลื่น (1.54060 Å)
	B	=	Full-width at half maximum (FWHM)
	θ_B	=	มุมที่เกิดการเลี้ยวเบน (Diffraction angle)

3.3.2 การขึ้นรูปและตรวจสอบสมบัติชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง (SPS)

3.3.2.1 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง (SPS)

กระบวนการ BMA เป็นเพียงกระบวนการอัดขึ้นรูปเบื้องต้น ดังนั้นชิ้นงานที่ผลิตขึ้นมาจำเป็นต้องทำการอัดขึ้นรูปให้แน่นเต็มที่อีกครั้งหนึ่ง เพื่อให้ได้รูปร่างตามความต้องการใช้งาน ชุดแม่พิมพ์ที่ใช้แสดงอยู่ในภาคผนวก ข ขั้นตอนการขึ้นรูปด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง มีดังนี้

- 1) บดชิ้นงาน BMA ให้เป็นผงแล้วเทลงแม่พิมพ์
- 2) ดูดอากาศภายในแม่พิมพ์ออกให้เป็นสุญญากาศ

- 3) ตั้งค่า กระแสไฟฟ้า 200 แอมแปร์ ความต่างศักย์ 1 โวลต์
- 4) ตั้งอุณหภูมิที่ใช้ในการซินเทอริง 500°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน $20^{\circ}\text{C} / \text{นาที่}$ และแช่
ชิ้นงานนาน 10 นาที ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน
- 5) ตั้งค่าแรงดันของเครื่อง 2.5 ตัน เทียบเท่าความเค้นแรงอัด 50 MPa
- 6) เริ่มการซินเทอริง กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง อุณหภูมิ แรงอัด และระยะเคลื่อนที่
ของหัวอัด อยู่ในภาคผนวก ข

หลังจากเสร็จสิ้นการขึ้นรูปแล้ว นำชิ้นงานมาลึง เป็นชิ้นงานสำหรับทดสอบแรงดึง ดังรูปที่ 3.2

3.3.2.2 การวัดความหนาแน่นชิ้นงาน SPS

นำชิ้นงาน SPS ทั้งหมดมาหาความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส (Archimedes method) ตาม
ความสัมพันธ์ในสมการที่ 3.1 และคำนวณหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ โดยใช้ความหนาแน่นทางทฤษฎีจาก
การคำนวณในสมการ 3.2 ในหัวข้อ 3.3.1.2

3.3.2.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน SPS

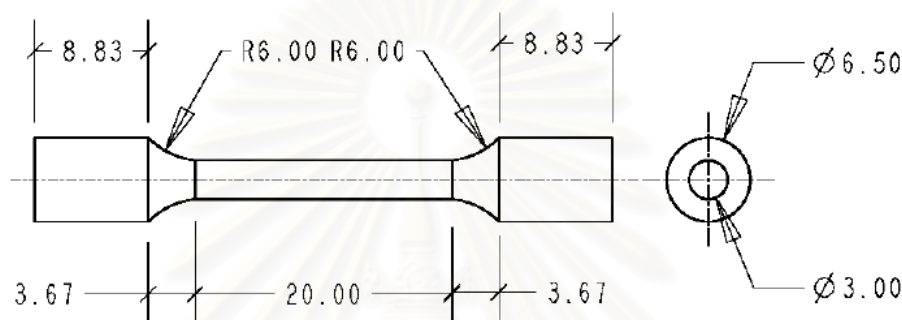
การตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน SPS แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ การตรวจสอบ
โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)

3.3.2.4 การตรวจสอบชิ้นงาน SPS ด้วย X-ray diffractometer (XRD)

นำชิ้นงาน SPS ในแต่ละส่วนผสมที่ได้ทำการตรวจสอบด้วย XRD เพื่อวิเคราะห์เฟสในชิ้น
งาน สภาวะที่ใช้ในการตรวจสอบ มีสภาวะเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1.5

3.3.2.5 การตรวจสอบสมบัติเชิงกลชิ้นงาน SPS

การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน SPS ประกอบไปด้วย การทดสอบแรงดึง และวัดความแข็ง โดยอ้างอิงตามมาตรฐาน ASTM E8M – 01 และ E384 – 99 ตามลำดับ ในการทดสอบแรงดึงใช้ strain rate เท่ากับ 10^{-3} s^{-1} ขนาดชิ้นงานทดสอบแรงดึง แสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ขนาดสำหรับกลึงชิ้นงาน SPS เป็นชิ้นทดสอบแรงดึง

3.3.3 การขึ้นรูปและตรวจสอบสมบัติชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน (hot forging)

3.3.3.1 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีตีขึ้นรูปร้อน

หลังจากผลิตชิ้นงานด้วยกระบวนการ BMA เสร็จแล้ว นำมาทำการอัดขึ้นรูปอีกครั้งหนึ่ง ด้วยวิธีตีขึ้นรูปร้อน เพื่อให้ได้ความหนาแน่นเต็มที่ เครื่องมือที่ใช้ในการตีขึ้นรูปร้อนนั้น เป็นเครื่องเดียวกันกับการผลิตชิ้นงาน BMA แต่ทำการเปลี่ยนชุดแม่พิมพ์และชุดพันธซ์ พร้อมกับใช้เตาอบ Infrared Heat Reflection Furnace อบชิ้นงานร่วมกัน ในการการกำหนดแรงที่ใช้ในการตีขึ้นรูปร้อน ได้ทำการทดลองตีขึ้นรูปกับอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ก่อนเพื่อหาค่าแรงกระทำที่เหมาะสมที่สุด รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ค ลำดับขั้นตอนการตีขึ้นรูปร้อนมีดังนี้

- 1) บดชิ้นงาน BMA ให้เป็นผง และเทลงแม่พิมพ์อัดขึ้นรูปเป็น green compact
- 2) เปลี่ยนชุดแม่พิมพ์สำหรับตีขึ้นรูปร้อนแทนแม่พิมพ์สำหรับผลิตชิ้นงาน BMA
- 3) ตั้งค่าอุณหภูมิแม่พิมพ์ที่ 300°C เปิดอุปกรณ์ให้ความร้อนแม่พิมพ์

- 4) ตั้งค่าแรงกระทำในการตีขึ้นรูปร้อนที่ 30 และ 20 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ
- 5) นำชิ้นงาน green compact เข้าเตา Infrared Heat Reflection Furnace
- 6) ตั้งอุณหภูมิอบที่ 500°C ด้วยอัตราให้ความร้อน $50^{\circ}\text{C} / \text{นาท}$ และแช่ชิ้นงานนาน 10 นาที ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน
- 7) เมื่อครบระยะเวลาแช่ชิ้นงาน นำออกจากเตาและใส่ในแม่พิมพ์ พร้อมตีขึ้นรูปร้อนทันที
- 8) นำชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์

3.3.3.2 การวัดความหนาแน่นชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

นำชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนทั้งหมดมาหาความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส (Archimedes method) ตามความสัมพันธ์ในสมการที่ 3.1 และคำนวณหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ โดยใช้ความหนาแน่นทางทฤษฎีจากการคำนวณ ตามสมการ 3.2 ในหัวข้อ 3.3.1.2

3.3.3.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน แบ่งออกเป็น 2 ส่วนได้แก่ การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) เช่นเดียวกับชิ้นงาน SPS

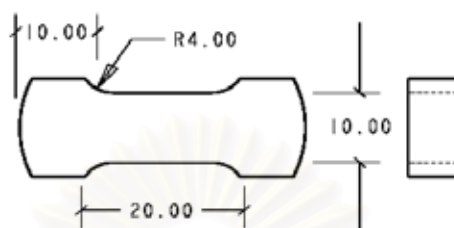
3.3.3.4 การตรวจสอบชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนด้วย X-ray diffractometer (XRD)

นำชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนในแต่ละส่วนผสมที่ได้ ทำการตรวจสอบด้วย XRD เพื่อวิเคราะห์เฟสในชิ้นงาน ตามสภาวะที่ใช้ในการตรวจสอบเดียวกันกับหัวข้อ 3.3.1.5

3.3.3.5 การตรวจสอบสมบัติเชิงกลชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนประกอบไปด้วย การทดสอบแรงดึง และวัดความแข็ง โดยอ้างอิงตามมาตรฐาน ASTM E8M – 01 และ E384 – 99 ตามลำดับ เนื่องจากขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางและความหนาของชิ้นงานมีน้อย ทำให้การกลึงเป็นชิ้นทดสอบดังรูปที่ 3.2 เป็นไปได้ยาก

เพื่อความเหมาะสม รูปร่างชิ้นทดสอบแรงดึงของชิ้นงานตีขึ้นรูปรีดจึงเป็นชิ้นทดสอบแบบแบน ดังรูปที่ 3.3 ในการทดสอบแรงดึงใช้ strain rate เท่ากับ 10^{-3} s^{-1}



รูปที่ 3.3 ขนาดชิ้นงานทดสอบแรงดึงสำหรับชิ้นงานตีขึ้นรูปรีด

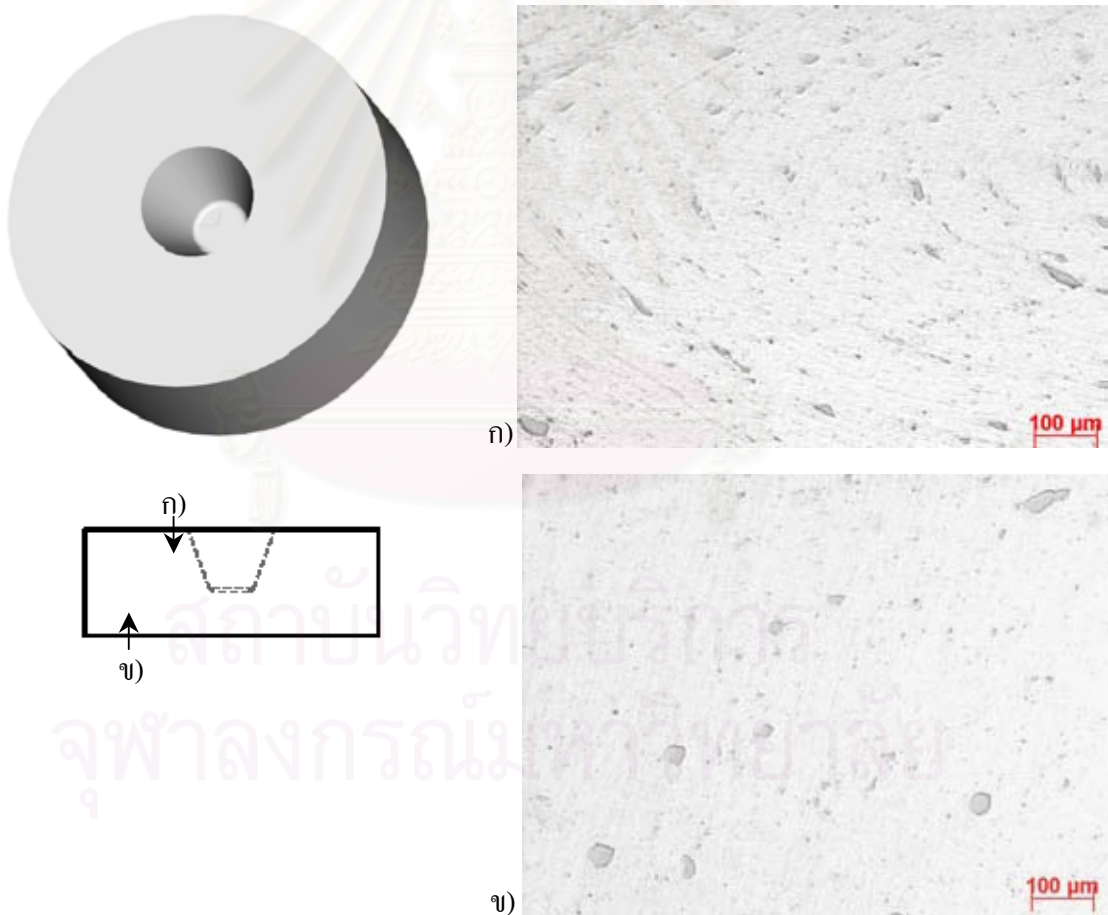
บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA

4.1.1 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA

ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA ตามสัดส่วนผสมเหล็ก 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม แสดงในรูปที่ 4.1 – 4.3 ตามลำดับ

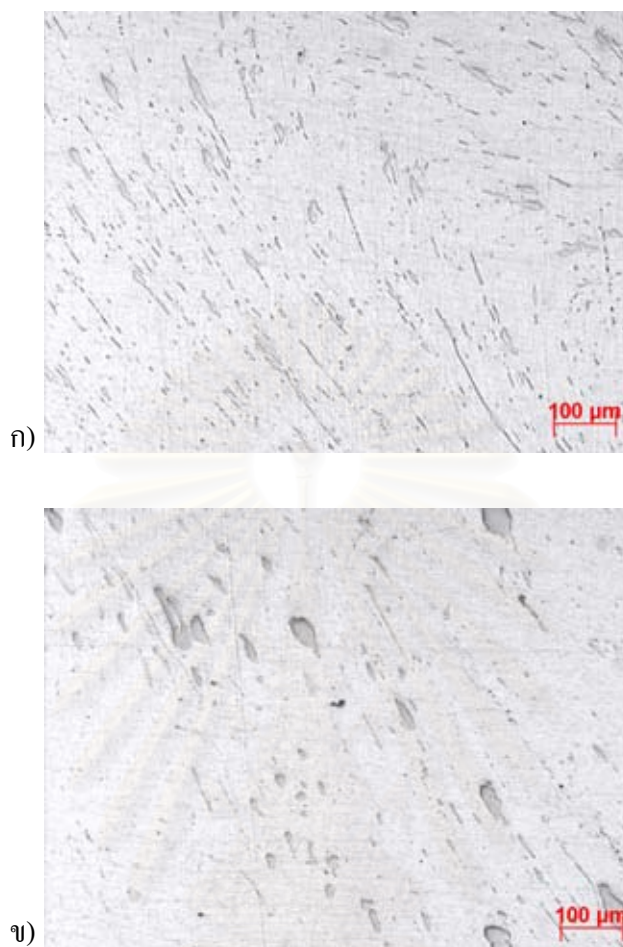


รูปที่ 4.1 แบบจำลองชิ้นงาน BMA และโครงสร้างจุลภาคโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ก) บริเวณศูนย์กลางชิ้นงาน ข) บริเวณขอบติดกับแม่พิมพ์



รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ก) บริเวณศูนย์กลาง
ชิ้นงาน ข) บริเวณขอบติดกับแม่พิมพ์

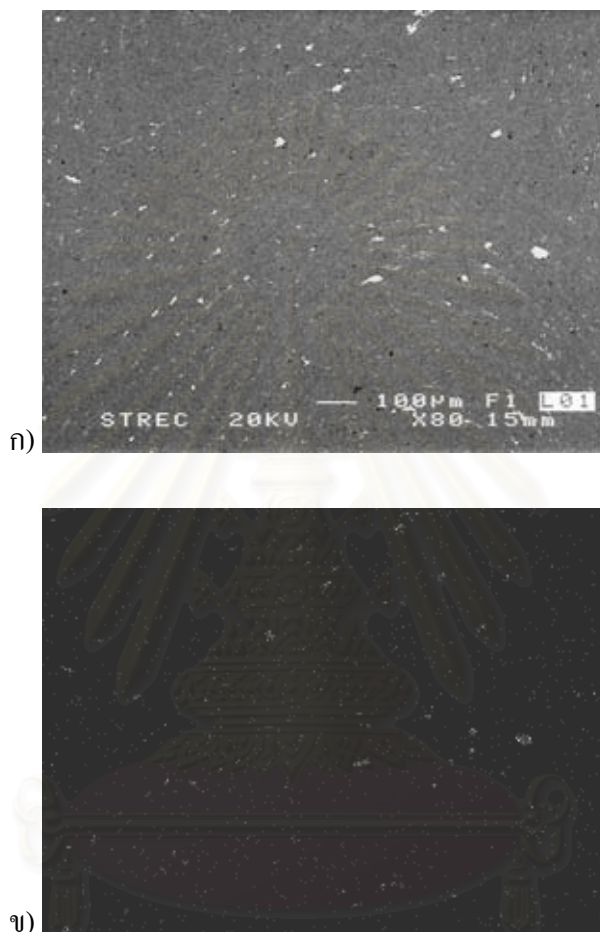
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาคโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ก) บริเวณศูนย์กลางชิ้นงาน ข) บริเวณขอบติดกับแม่พิมพ์

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคในภาพรวม พบว่ารูปร่างอนุภาคเหล็กมีลักษณะเป็นเส้นยาว ดังรูป ก) ในรูปที่ 4.1 – 4.3 และรูปร่างรี ดังรูป ข) ในรูปที่ 4.1 – 4.3 ตามลำดับ อนุภาคเหล็กรูปร่างเป็นเส้นยาวพบมากในบริเวณศูนย์กลางชิ้นงาน ซึ่งสัมพันธ์กับลักษณะแรงเฉือนที่กระทำโดยตรงจากพันธปลายแหลม (backward extrusion punch) ส่วนรูปร่างรีนั้น พบมากบริเวณที่ห่างออกมาจากศูนย์กลางชิ้นงานจนถึงผิวชิ้นงานที่ติดกับแม่พิมพ์ จากรูปร่างของอนุภาคเหล็กแสดงให้เห็นว่าบริเวณใกล้ศูนย์กลางชิ้นงาน อนุภาคเหล็กและโลหะพื้นอะลูมิเนียมถูกแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงกว่าบริเวณรอบนอก ขนาดของอนุภาคเหล็ก จากรูปที่ 4.1 – 4.3 เห็นได้ชัดว่าขนาดลดลงจากผงเหล็กเริ่มต้นที่ขนาด 91 ไมโครเมตร การกระจายตัวของอนุภาคเหล็ก พบว่ามีการกระจายตัวอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง จากรูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดพร้อมทำการวิเคราะห์ด้วย Energy dispersive spectrometer (EDS) โดยใช้เทคนิค mapping ของธาตุ

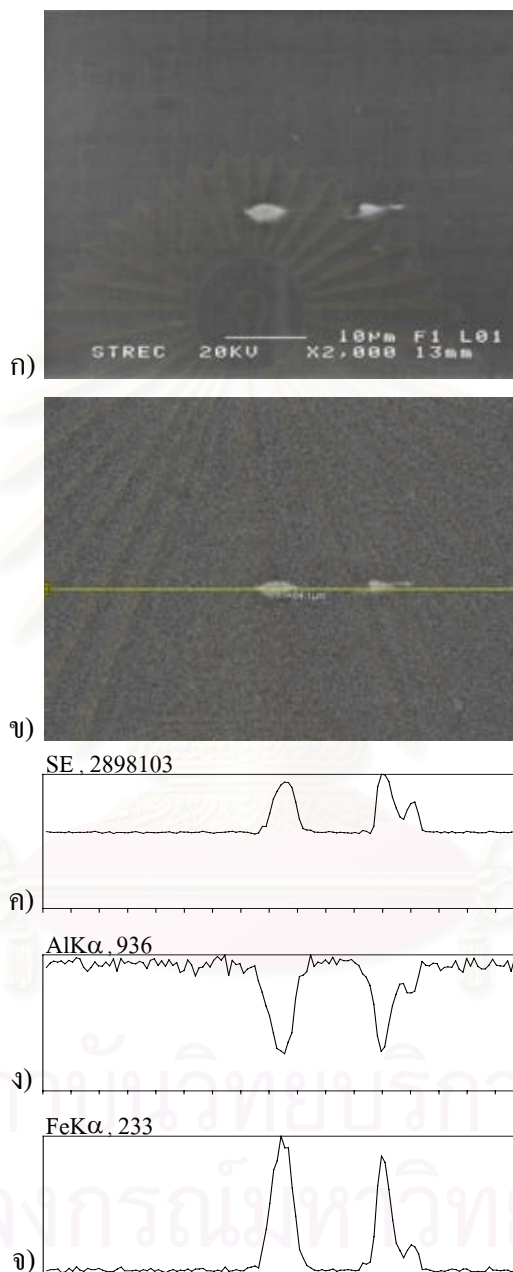
เหล็ก แสดงการกระจายตัวของอนุภาคเหล็กในชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ดังรูปที่ 4.4 นอกจากนั้นพบรูพรุนในชิ้นงานมีลักษณะเป็นจุดค่อนข้างกลม ขนาดเล็ก ดังรูปที่ 4.4 ก)



รูปที่ 4.4 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ก) ภาพ SEI (secondary electron image) แสดงอนุภาคเหล็ก (สีขาว) และรูพรุน (จุดสีดำ) ข) ตำแหน่งเหล็กในรูป ก

นอกจากนั้นผลการวิเคราะห์ด้วย Energy dispersive spectrometer (EDS) โดยใช้เทคนิค line scan เพื่อตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นได้บริเวณรอยต่อ [39] ของอนุภาคเหล็กกับโลหะพื้น ผลวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.5 ในบริเวณรอยต่อไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างจุลภาคที่เด่นชัด มีการแยกส่วนกันของธาตุอะลูมิเนียมและเหล็กอย่างชัดเจน สืบเนื่องจากปริมาณความเข้มข้นอิเล็กตรอนตรงรอยต่อของธาตุ

อะลูมิเนียม จำนวนอิเล็กตรอนลดลงอย่างรวดเร็ว (รูป ง) ในขณะที่ปริมาณความเข้มข้นอิเล็กตรอนของธาตุเหล็กเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว (รูป จ)



รูปที่ 4.5 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็ก

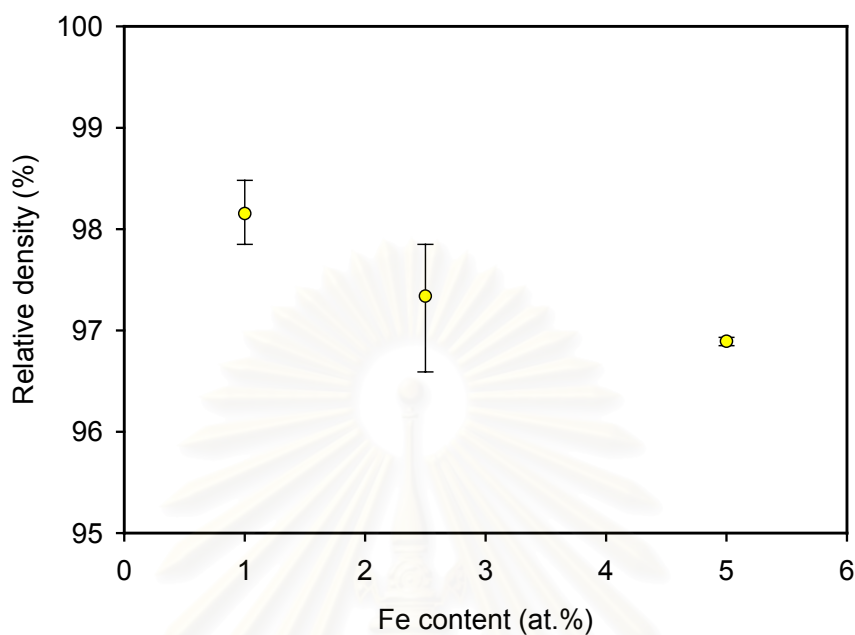
4.1.2 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน BMA

ผลการตรวจสอบความหนาแน่นและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA เรียงตามลำดับส่วนผสม แสดงในตารางที่ 4.1 และความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นสัมพัทธ์กับปริมาณเหล็กในชิ้นงาน แสดงดังรูปที่ 4.6

ตารางที่ 4.1 ความหนาแน่นและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA

ส่วนผสม	ชิ้นที่	ความหนาแน่นทาง ทฤษฎี*	น้ำหนัก ในอากาศ (g)	น้ำหนักในน้ำ (g)	Bulk density (g/cm ³)	ความหนา แน่นสัมพัทธ์ (%)
Al - 1.0 at.%Fe	1	2.73	39.07	24.51	2.68	98.39
	2	2.73	39.27	24.56	2.67	97.89
	3	2.73	39.51	24.80	2.69	98.48
	4	2.73	39.63	24.78	2.67	97.85
Al - 2.5 at.%Fe	1	2.78	39.40	24.93	2.72	97.85
	2	2.78	39.34	24.79	2.70	97.16
	3	2.78	38.57	24.22	2.69	96.59
	4	2.78	39.25	24.82	2.72	97.75
Al - 5.0 at.%Fe	1	2.88	39.45	25.30	2.79	96.93
	2	2.88	39.52	25.34	2.79	96.89
	3	2.88	39.25	25.16	2.79	96.85
	4	2.88	39.41	25.27	2.79	96.90

* คำนวณจากกฎของผสม (Rule of Mixture) หน้า 23



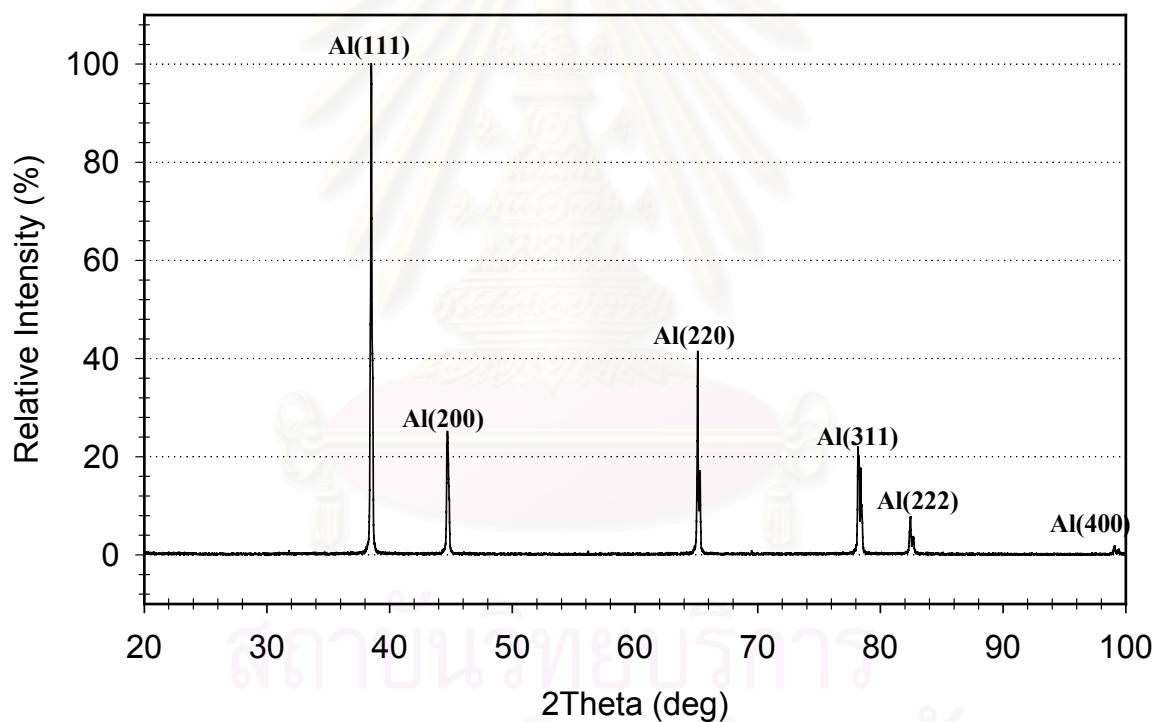
รูปที่ 4.6 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA

เมื่อนำผลการคำนวณความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA ทุกชิ้นในตารางที่ 4.1 มาสร้างความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นสัมพัทธ์กับปริมาณเหล็กในชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.6 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA มีแนวโน้มลดลงตามปริมาณเหล็กที่ผสมเพิ่มขึ้นในชิ้นงาน

4.1.3 การตรวจสอบโครงสร้างชิ้นงาน BMA ด้วย XRD

4.1.3.1 การตรวจสอบผลของโลหะอะลูมิเนียมเริ่มต้น

การตรวจสอบโครงสร้างของผลของโลหะอะลูมิเนียมเริ่มต้น เพื่อให้ทราบข้อมูลทางระบบผลึกเบื้องต้น และใช้เป็นข้อมูลเปรียบเทียบกับชิ้นงาน BMA เช่น ค่า lattice parameter มุมที่ปรากฏระนาบความเครียดจุลภาค (microstrain) เป็นต้น รูปที่ 4.7 และตารางที่ 4.2 เป็นรูปแบบและข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผลของอะลูมิเนียมเริ่มต้น



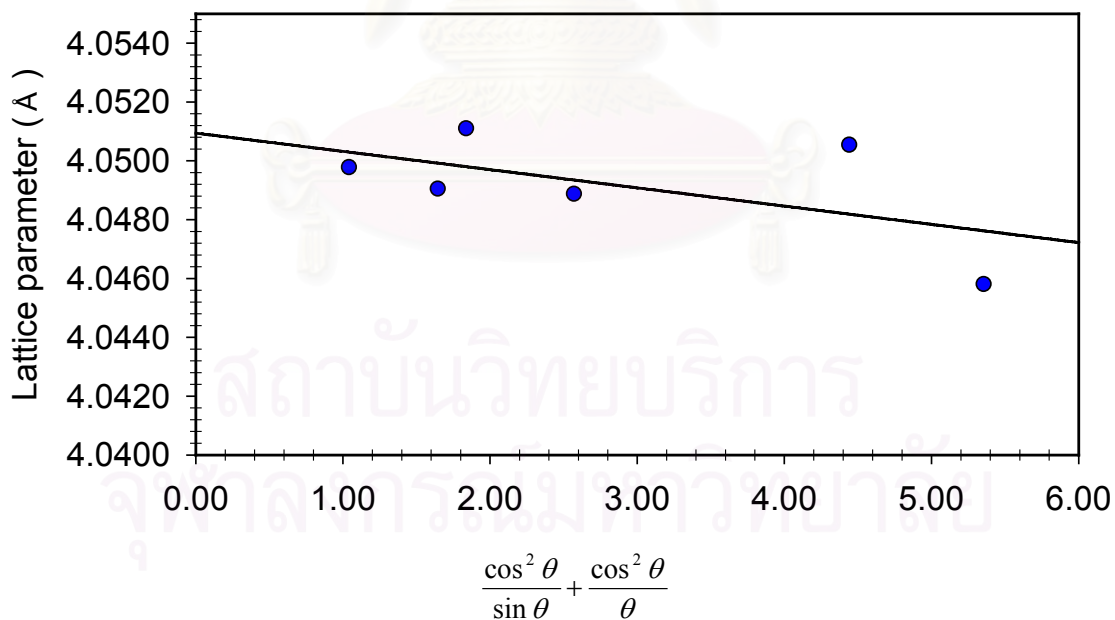
รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผลของอะลูมิเนียมเริ่มต้น

ตารางที่ 4.2 ข้อมูลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น

Elemental Al powder			
(hkl)	2θ (deg)	d - spacing (Å)	FWHM (deg)
111	38.510	2.3358	0.124
200	44.710	2.0253	0.083
220	65.110	1.4315	0.090
311	78.195	1.2215	0.100
222	82.450	1.1689	0.160
400	99.075	1.0124	0.146

จากตารางที่ 4.2 สามารถวิเคราะห์หาค่า lattice parameter ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้นได้โดยอาศัยวิธี

$\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta}$ extrapolation [36-37] ดังรูปที่ 4.8 ได้ค่า lattice parameter เท่ากับ 4.0509 Å



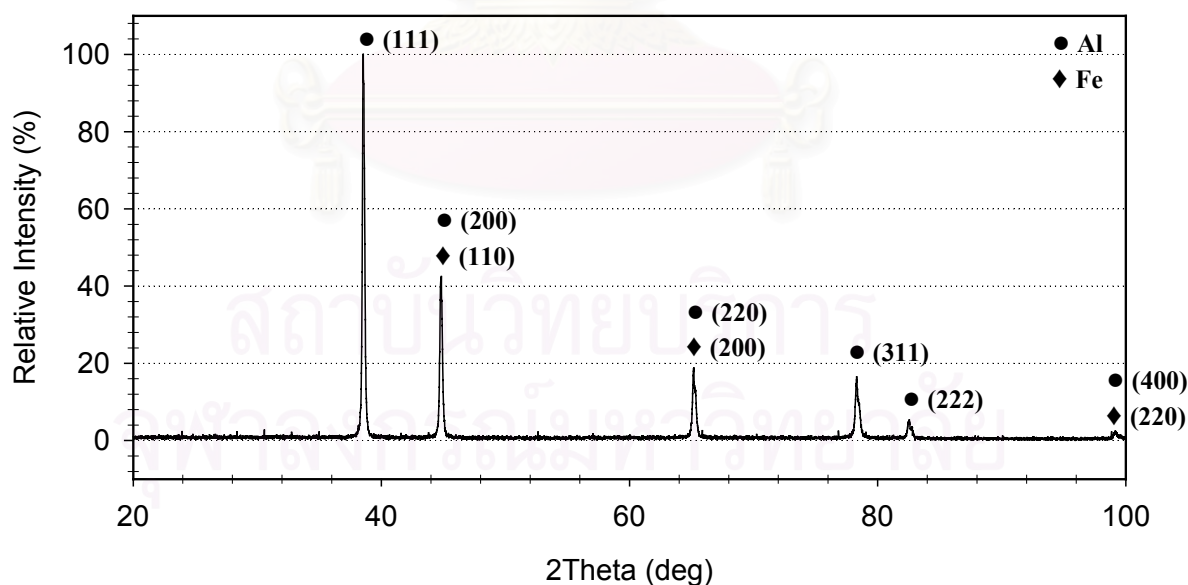
รูปที่ 4.8 ค่า lattice parameter ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น (4.0509 Å)

4.1.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างชิ้นงาน BMA

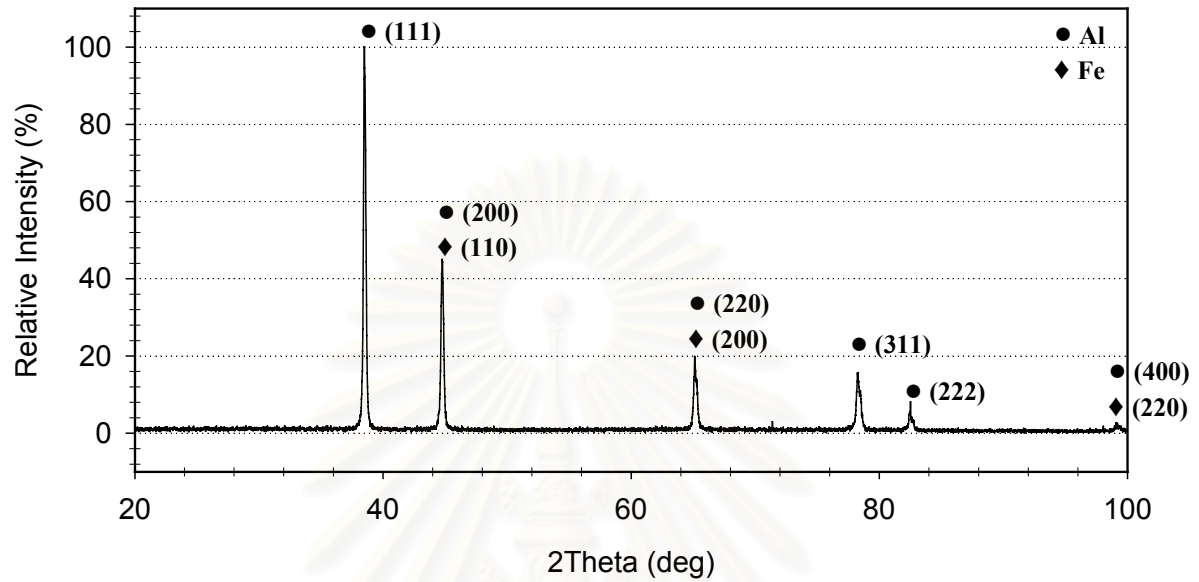
รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA เรียงตามลำดับส่วนผสม 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก แสดงในรูปที่ 4.9 – 4.11 และตารางที่ 4.3 เป็นข้อมูลที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ สำหรับใช้วิเคราะห์หาค่า lattice parameter ความเครียดจุดภาค และขนาดผลึก

จากการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบยอดของ Al(200) มีการซ้อนทับกับยอด Fe(110) ในช่วงมุม 2θ เท่ากับ $44.67^\circ - 44.74^\circ$ ยอด Al(220) ซ้อนทับกับยอด Fe(200) ช่วงมุม 2θ เท่ากับ $65.01^\circ - 65.14^\circ$ มีเพียงยอดของ Al(111) Al(311) และ Al(222) ที่ไม่เกิดการซ้อนทับกับยอดของเหล็ก

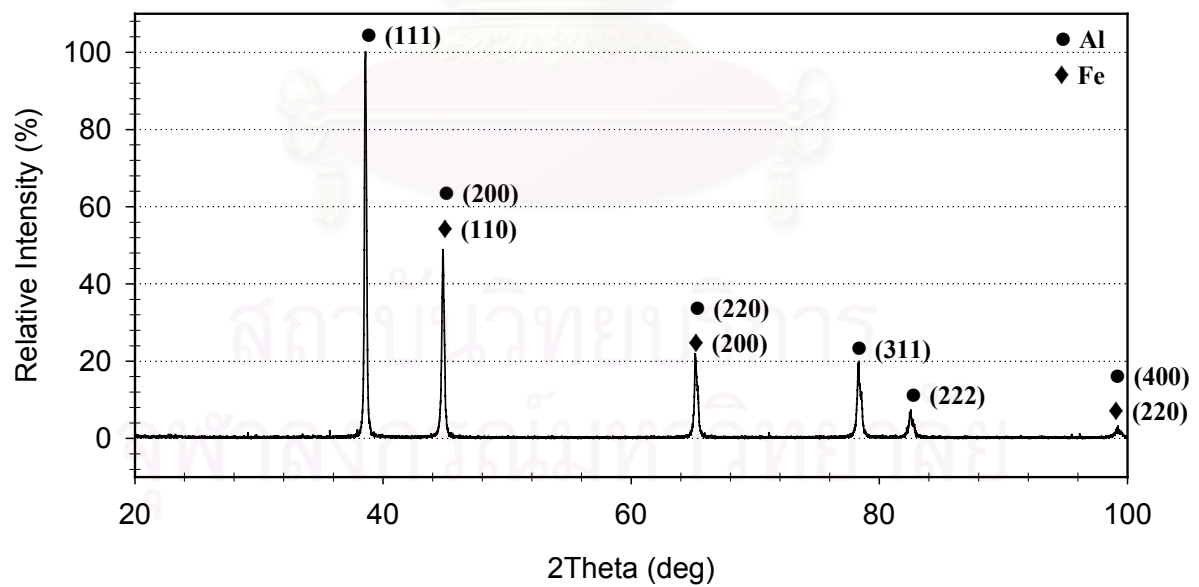
ความกว้างของยอดในแต่ละยอดพบว่า ชิ้นงาน BMA ทั้งสามส่วนผสมมีความกว้างของยอดเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น สังเกตได้จากค่า FWHM (full width at half maximum) ในตารางที่ 4.3 ค่า FWHM ที่เพิ่มขึ้นแสดงถึงความเครียดจุดภาคภายในผลึกที่เพิ่มขึ้น หรืออีกนัยหนึ่งคือ โครงสร้างมีความละเอียดเพิ่มขึ้น นอกจากนี้พบการเลื่อนตำแหน่งของยอด (peak shift) ไปตำแหน่งมุมที่สูงขึ้นเมื่อเทียบกับมุมที่เกิดยอดของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น แสดงถึงการละลายของอะตอมเหล็กเข้าไปในผลึกอะลูมิเนียม



รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe



รูปที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe



รูปที่ 4.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe

ตารางที่ 4.3 ข้อมูลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA

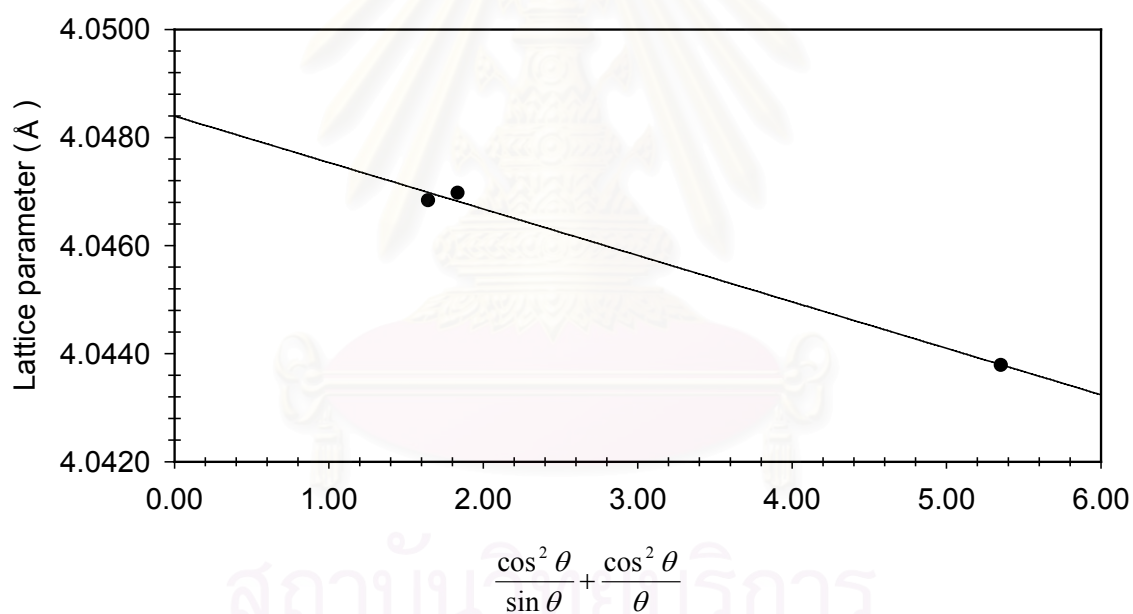
<i>(hkl)</i>	Elemental Al powder		BMA – 1.0at.%Fe				BMA – 2.5at.%Fe				BMA – 5.0at.%Fe			
	2θ (deg)	FWHM (deg)	2θ (deg)	Peak shift (deg)	<i>d – spacing</i> (Å)	FWHM (deg)	2θ (deg)	Peak shift (deg)	<i>d – spacing</i> (Å)	FWHM (deg)	2θ (deg)	Peak shift (deg)	<i>d – spacing</i> (Å)	FWHM (deg)
111	38.51	0.124	38.530	0.020	2.3347	0.212	38.510	0.000	2.3358	0.200	38.585	0.075	2.3315	0.200
200	44.71	0.083	44.785	0.075	2.0221	0.203	44.770	0.060	2.0227	0.160	44.830	0.120	2.0201	0.120
220	65.11	0.090	65.160	0.050	1.4305	0.210	65.140	0.030	1.4309	0.140	65.180	0.070	1.4301	0.160
311	78.19	0.100	78.290	0.095	1.2202	0.216	78.255	0.060	1.2207	0.200	78.320	0.125	1.2198	0.200
222	82.45	0.160	82.505	0.055	1.1682	0.234	82.490	0.040	1.1684	0.220	82.520	0.070	1.1680	0.234
400	99.07	0.146	99.165	0.090	1.0118	0.426	99.165	0.090	1.0118	0.350	99.165	0.090	1.0118	0.294

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

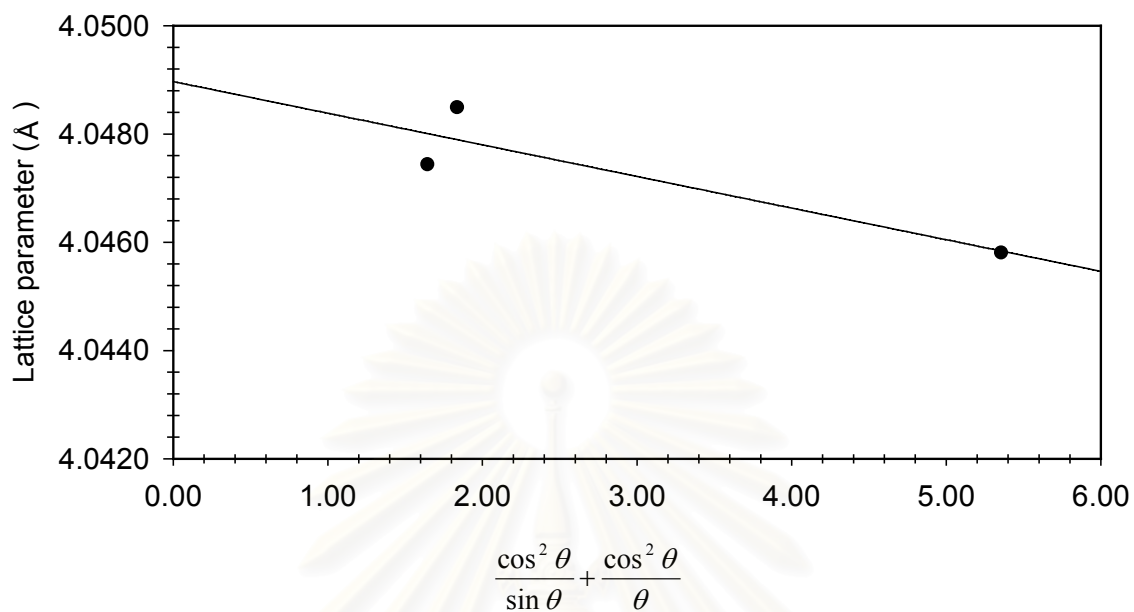
4.1.3.3 การวิเคราะห์หาค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงาน BMA พบว่า มีเพียงยอด Al(111) Al(311) และ Al(222) ที่ไม่มีการซ้อนทับกับยอดของเหล็ก ดังนั้นการวิเคราะห์หาค่า lattice parameter จึงทำการเลือกยอดเหล่านี้มาเป็นตัวแทนในการวิเคราะห์ เพื่อลดผลกระทบจากการซ้อนทับกันของยอด การวิเคราะห์ค่า lattice parameter ใช้วิธี $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta}$ extrapolation เช่นเดียวกับการวิเคราะห์ผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น ในหัวข้อ

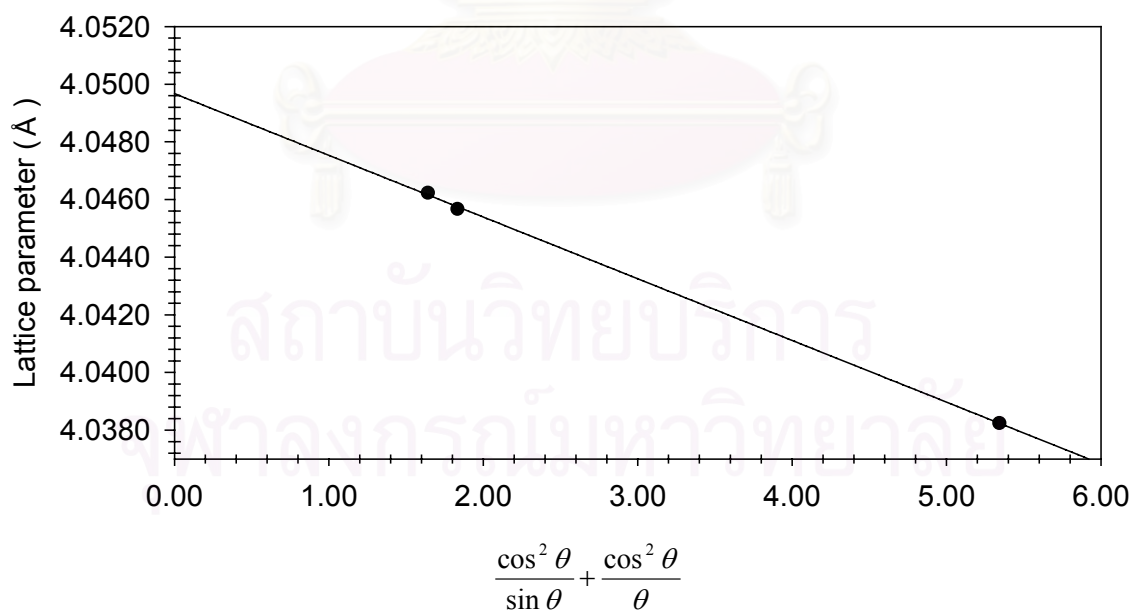
4.1.3.1 ผลการวิเคราะห์หาค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe แสดงในรูปแบบที่ 4.12 – 4.14 ตามลำดับ



รูปที่ 4.12 ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe (4.0484 Å)



รูปที่ 4.13 ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA - 2.5 at.%Fe (4.0490 Å)



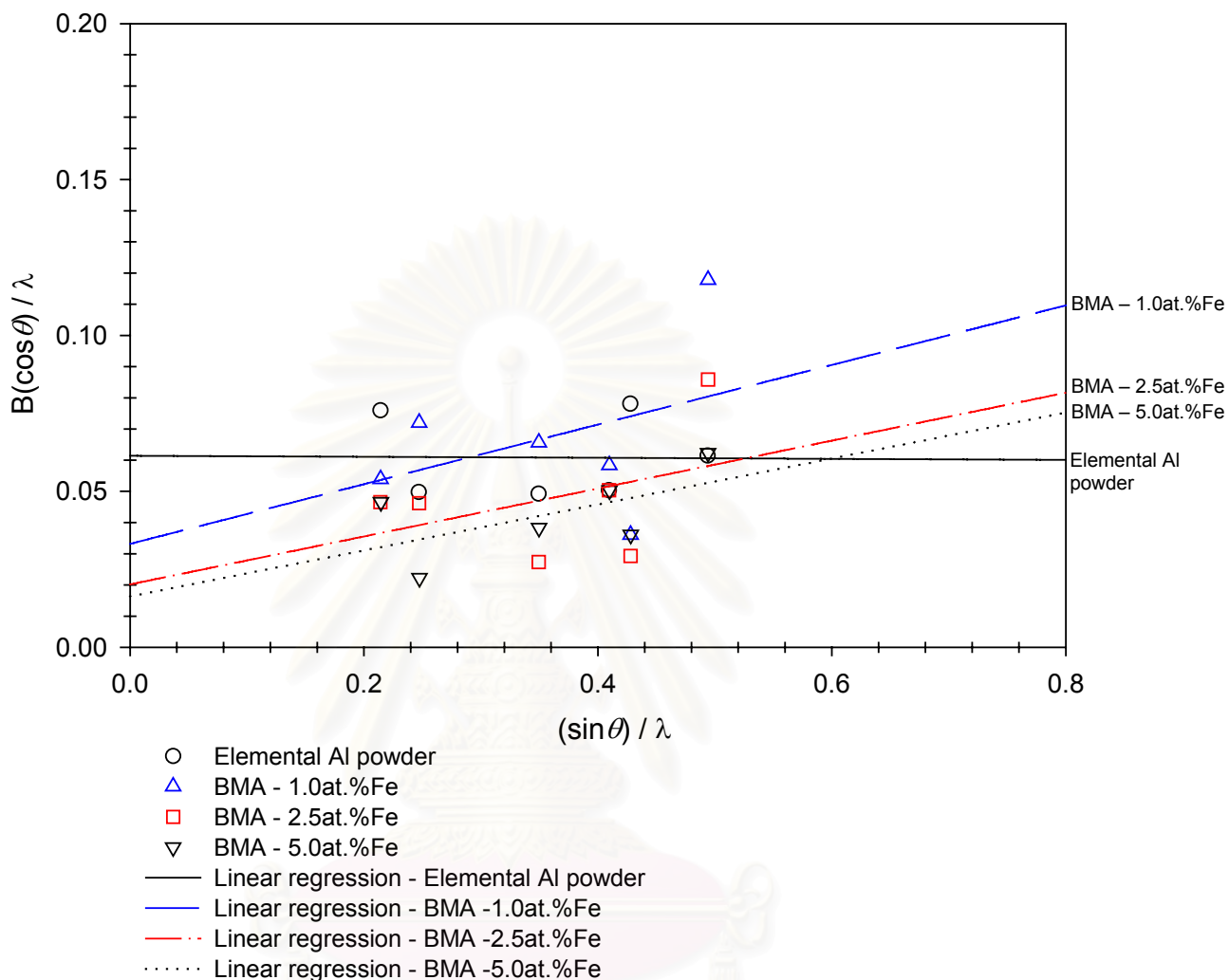
รูปที่ 4.14 ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA - 5.0 at.%Fe (4.0497 Å)

จากผลการวิเคราะห์ พบว่า ค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe ลดลงจากค่าเริ่มต้น ที่ 4.0509 Å ไปอยู่ที่ 4.0484 , 4.0490 และ 4.0497 Å ตามลำดับ แสดงว่าเกิดการละลายของเหล็กเข้าไปในอะลูมิเนียม

4.1.3.4 การวิเคราะห์หาความเครียดจุลภาค (Microstrain) และขนาดผลึก (Crystal size)

จากตารางที่ 4.2 และ 4.3 สามารถวิเคราะห์หาความเครียดจุลภาค และขนาดผลึกของชิ้นงานที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA ได้ ในการวิเคราะห์ความเครียดจุลภาคทำการเปรียบเทียบระหว่างความเครียดจุลภาคในผงอะลูมิเนียมเริ่มต้นกับชิ้นงาน BMA ด้วยวิธี Williamson – Hall plot [37] เริ่มจากการคำนวณหาค่าความเครียดจุลภาคของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น โดยนำค่า FWHM ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น ซึ่งจะถูกนิยามให้เป็นตัวแปร B_{Al} ในแต่ละยอด ตามตารางที่ 4.2 มาคูณกับค่าที่ได้จากฟังก์ชันโคไซน์ของมุมที่เกิดยอด ในแต่ละยอดโดยตรง เป็นแกนตั้ง แล้วนำมาสร้างกราฟอิงกับแกนนอนซึ่งเป็นค่าที่ได้จากฟังก์ชันไซน์ของมุมที่เกิดยอดในทุก ๆ ยอด หลังจากสร้างกราฟเรียบร้อยแล้ว ทำการนำข้อมูลทุกจุดในกราฟแบบเชิงเส้นความชันของเส้นกราฟที่ทำนายออกมานั้นแสดงถึงความเครียดจุลภาค ในส่วนการวิเคราะห์ความเครียดจุลภาคของชิ้นงาน BMA ทำโดยนำค่า FWHM ของชิ้นงาน BMA ในแต่ละยอด ตามตารางที่ 4.3 และนิยามให้เป็นตัวแปร B_m มาลบด้วยค่า FWHM ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น (B_{Al}) ก่อน จากนั้นจึงนำไปคูณกับค่าที่ได้จากฟังก์ชันโคไซน์ของมุมที่เกิดยอดในแต่ละยอด กลายเป็นแกนตั้งในกราฟ ส่วนแกนนอนคำนวณเช่นเดียวกันกับผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น โดยค่าในแกนนอนเป็นค่าที่ได้จากฟังก์ชันไซน์ของมุมที่เกิดยอดในแต่ละยอด จากนั้นทำการทำนายเชิงเส้นของข้อมูลในกราฟ ความชันของเส้นกราฟที่ทำนายออกมาแสดงถึงความเครียดจุลภาคของชิ้นงาน BMA ผลการวิเคราะห์แสดงในรูปที่ 4.15

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.15 Williamson – Hall plot ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้นและชิ้นงาน BMA ทุกส่วนผสม

จากรูปที่ 4.15 เห็นได้ว่าความชันเส้นกราฟจากการทำนายของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น มีแนวโน้มขนานกับแกนนอน ($(\sin\theta) / \lambda$) แสดงว่า ผงอะลูมิเนียมเริ่มต้นไม่มีความเครียดในโครงสร้างผลึก ส่วนชิ้นงาน BMA - 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe มีความชันเท่ากับ 0.0956 0.0768 และ 0.0737 ตามลำดับ แสดงว่าทั้งสามชิ้นงานนี้มีความเครียดจุดลวดภายในโครงสร้างผลึก และค่าความชันที่สูงขึ้น หมายถึงความเครียดจุดลวดภายในที่สูงขึ้นด้วย นั่นคือชิ้นงาน BMA - 1.0 at.%Fe มีความเครียดจุดลวดมากกว่า ชิ้นงาน BMA - 2.5 และ 5.0 at.%Fe ตามลำดับ

ขนาดผลึกของชิ้นงาน BMA สามารถคำนวณได้จาก สมการ Scherrer [36-38] และใช้สมมติฐานที่ว่ายอดที่เกิดขึ้นมีรูปร่างเป็นแบบ Gaussian [38] ดังนั้น ค่า B หรือ ค่า FWHM ใน สมการที่ 3.5 หน้า 26 จึงต้องใช้ ค่า B ที่ได้จากการวัดของชิ้นงาน BMA กำหนดเป็น B_m ลบด้วยค่า B ของผงอะลูมิเนียมเริ่มต้น กำหนดเป็น B_{Al} การคำนวณหาขนาดผลึกเล็กระนาบ Al(111) และ Al(311) มาเป็นตัวแทน [8,13] เนื่องจากยอดนี้ไม่มีผลกระทบจากการซ้อนทับกับยอดของเหล็ก และเป็นยอดที่เกิดจากการสะท้อนในลำดับที่ 1 ผลการคำนวณหาขนาดผลึกแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ค่าที่ใช้ในการหาขนาดผลึกตามสมการ Scherrer และผลคำนวณของชิ้นงาน BMA

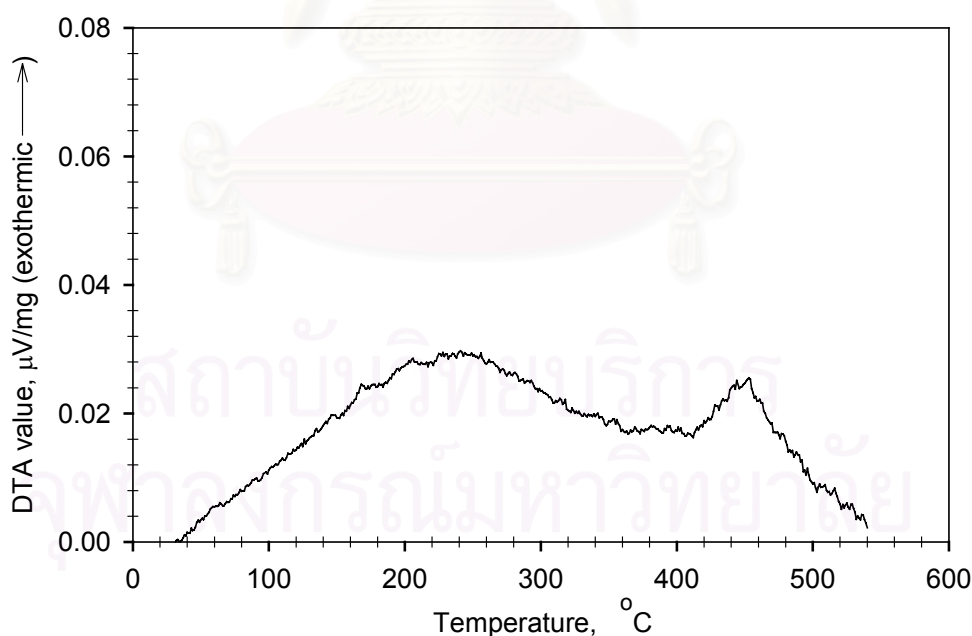
composition	2θ (deg)	FWHM (deg) B_m	FWHM (deg) B_{Al}	$B_m - B_{Al}$ (deg)	$B_m - B_{Al}$ (radian)	Crystal size (nm)
Al(111)						
1.0 at.%Fe	38.530	0.212	0.124	0.088	0.001536	95.63
2.5 at.%Fe	38.510	0.200	0.124	0.076	0.001326	110.72
5.0 at.%Fe	38.585	0.200	0.124	0.076	0.001326	110.75
Al(311)						
1.0 at.%Fe	78.290	0.216	0.100	0.116	0.002025	88.30
2.5 at.%Fe	78.255	0.200	0.100	0.100	0.001745	102.41
5.0 at.%Fe	78.320	0.200	0.100	0.100	0.001745	102.46

จากผลคำนวณขนาดผลึกในระนาบ Al(111) และ Al(311) ในแต่ละชิ้นงาน พบว่าให้ค่าออกมามีแนวโน้มเหมือนกัน และผลคำนวณขนาดผลึกในระนาบ Al(111) มีค่ามากกว่าผลจากระนาบ Al(311) ประมาณ 7.5 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากมุมที่เกิดระนาบ Al(111) มีค่าน้อยกว่ามุมที่เกิดระนาบ Al(311) ทำให้เกิดความผิดพลาดได้สูงและความผิดพลาดจะลดลงเมื่อมุมมีค่าเพิ่มขึ้น[36] ดังนั้นจึงใช้เฉพาะผลที่ได้จากการคำนวณในระนาบ Al(311) เป็นตัวแทน จากตารางที่ 4.4 พบว่า ขนาดผลึกของชิ้นงานที่ผสมเหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม มีขนาดผลึกเล็กที่สุด ที่ 88.30 นาโนเมตร ชิ้นงานที่ผสมเหล็ก 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม มีขนาดผลึกเล็กรองลงมา และใกล้เคียงกันที่ 102.41 และ 102.46 นาโนเมตร ตามลำดับ สอดคล้องกันกับผลความเครียดจุลภาค

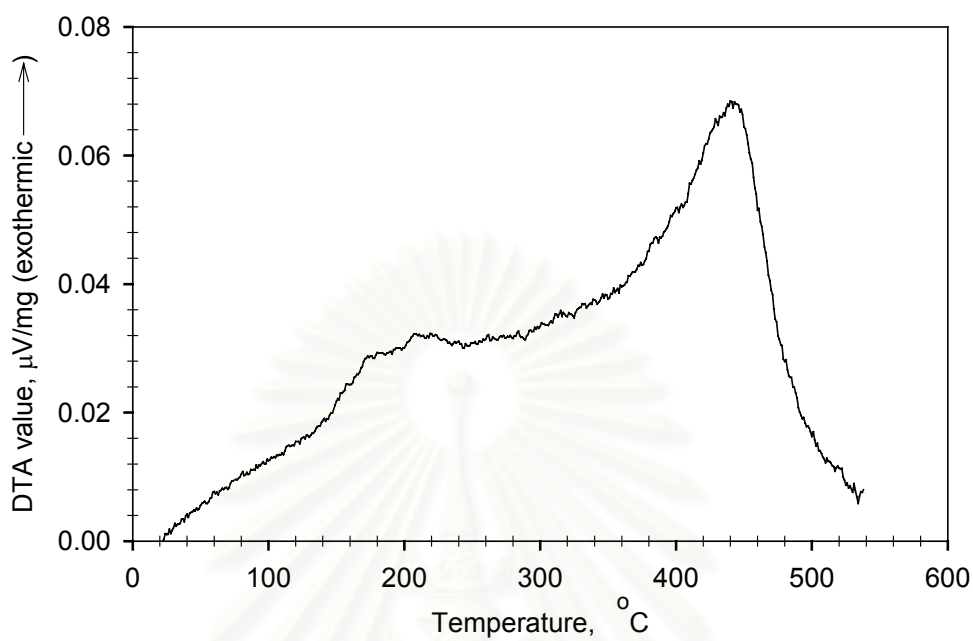
4.2 คุณลักษณะทางความร้อนของโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA

4.2.1 ผลการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนชิ้นงาน BMA ด้วย DTA

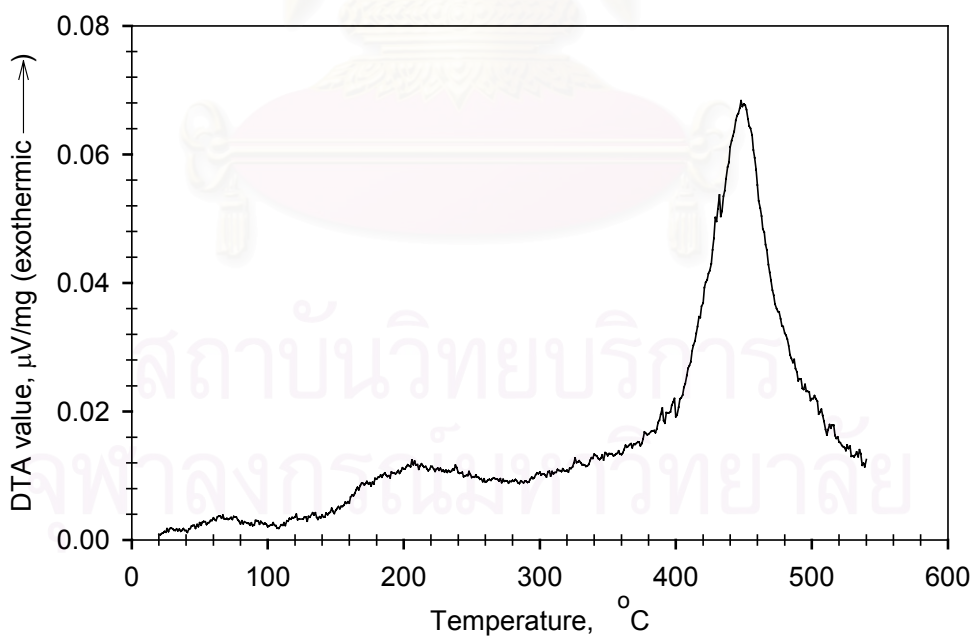
ผลการตรวจวัดเสถียรภาพทางความร้อนของชิ้นงาน BMA ตามสัดส่วนผสมเหล็ก 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมที่ได้จากการผลิต แสดงดังรูปที่ 4.16 – 4.18 พบว่าชิ้นงาน BMA ทั้งสามส่วนผสมมีการปลดปล่อยพลังงานออกมา 2 ช่วงหลัก ได้แก่ จากช่วงอุณหภูมิเริ่มต้นจนถึงอุณหภูมิช่วง 250°C – 300°C และช่วงที่สองจากอุณหภูมิ 400°C จนเสร็จสิ้นกระบวนการตรวจสอบ ในแต่ละส่วนผสมเหล็กมีอุณหภูมิในการคายพลังงานออกมาไม่เท่ากัน โดยที่ชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีการคายพลังงานออกมาสูงสุดในช่วงแรกที่อุณหภูมิ 242.7°C และในช่วงสองมีอุณหภูมิเริ่มคายพลังงานที่ 413.3°C และสูงสุดที่ 453.7°C ชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe มีการคายพลังงานออกมาสูงสุดในช่วงแรกที่อุณหภูมิ 208.8°C และช่วงที่สองมีอุณหภูมิเริ่มคายพลังงานที่ 383.0°C และคายพลังงานสูงสุดที่ 441.0°C ชิ้นสุดท้าย BMA – 5.0 at.%Fe มีการคายพลังงานออกมาสูงสุดในช่วงแรกที่ 206.0°C ช่วงที่สองมีอุณหภูมิเริ่มคายพลังงานที่ 405.5°C และคายพลังงานสูงสุดที่ 448.4°C



รูปที่ 4.16 การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe



รูปที่ 4.17 การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA - 2.5 at.%Fe

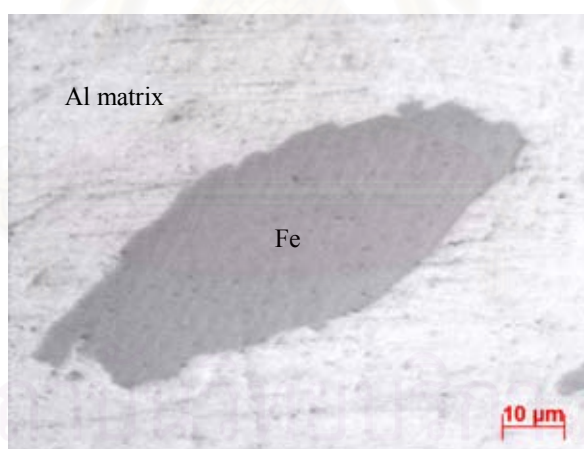


รูปที่ 4.18 การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA - 5.0 at.%Fe

จากผลการตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนของชิ้นงานทั้งหมด ที่สามารถแบ่งออกเป็นสองช่วงหลัก ดังที่ได้กล่าวแล้วนั้น ทำให้สามารถกำหนดอุณหภูมิเพื่อใช้ในการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน BMA ได้ อุณหภูมิที่กำหนดเลือกมาจากอุณหภูมิหลังจากการปลดปล่อยพลังงานออกมามากที่สุดในแต่ละช่วง ช่วงแรกกำหนดไว้ที่ 300°C และช่วงที่สอง ที่ 520°C

4.2.2 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA เมื่ออบที่อุณหภูมิ 300°C

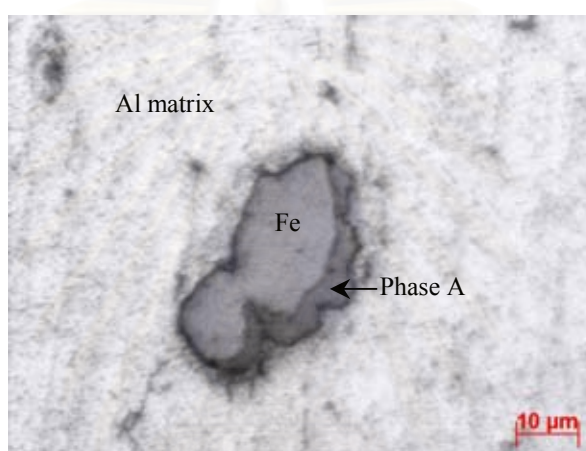
การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน BMA – 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe เมื่ออบที่อุณหภูมิ 300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทั้งหมด ไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่เห็นได้ชัดเจน โครงสร้างจุลภาคยังคงประกอบไปด้วยสองเฟสเดิมได้แก่ โลหะพื้นอะลูมิเนียม และเหล็ก ลักษณะรูปร่างและขนาด ยังคงไม่เปลี่ยนแปลง รูปที่ 4.19 เป็นรูปตัวแทนโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe



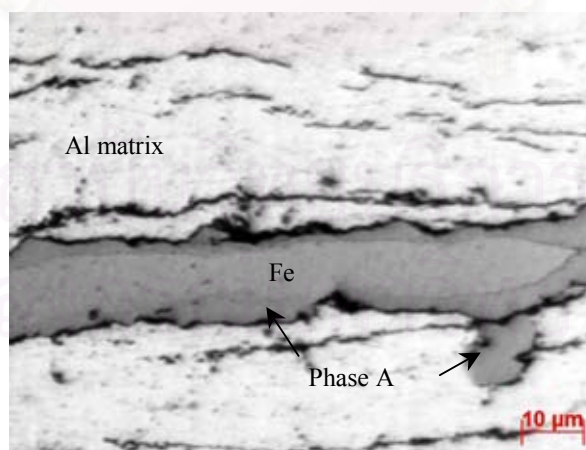
รูปที่ 4.19 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อบที่ 300°C

4.2.3 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA เมื่ออบที่อุณหภูมิ 520 °C

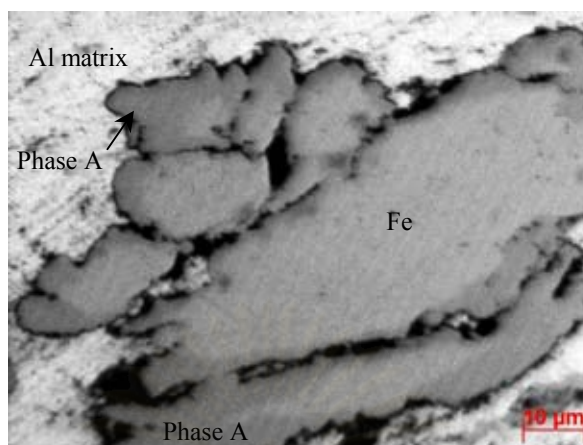
การเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน BMA – 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe เมื่ออบที่อุณหภูมิ 520 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทั้งหมด มีการเกิดเฟสใหม่ขึ้นมาตรงบริเวณรอยต่อระหว่างโลหะพื้นกับอนุภาคเหล็ก ดังรูปที่ 4.20 – 4.22 ซึ่งต่อไปเรียกเฟสดังกล่าวว่าเฟส A



รูปที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อบที่ 520 °C



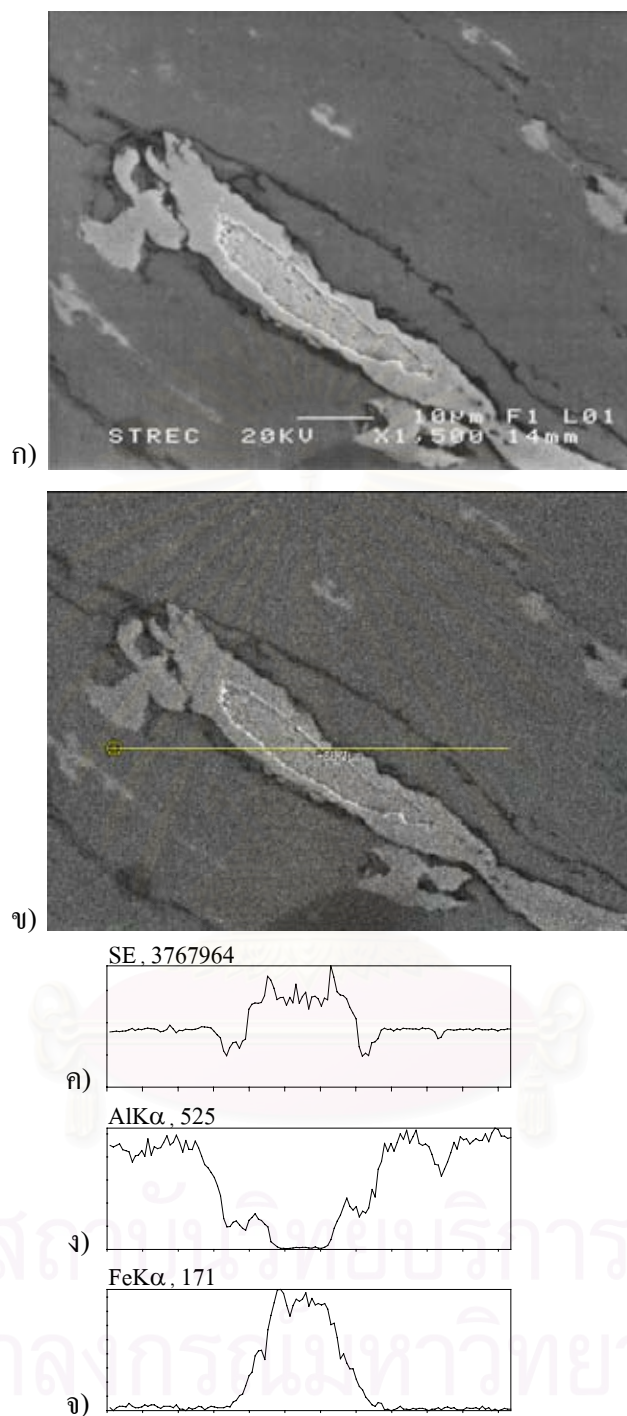
รูปที่ 4.21 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe อบที่ 520 °C



รูปที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe อบที่ 520 °C

จากรูปที่ 4.20 – 4.22 พบเฟส A ที่เกิดขึ้นมีสีเทาบริเวณรอบอนุภาคเหล็กเดิม ตรงกลางอนุภาคยังคงเป็นเหล็กอยู่ และพบช่องว่างเกิดขึ้นตามรอยต่อระหว่างเฟส A กับเนื้อพื้นอะลูมิเนียม เมื่อปริมาณเหล็กมากขึ้น นอกจากนั้นภายในกลุ่มอนุภาคยังเกิดช่องว่างระหว่างกันเองอีกด้วย แสดงว่าการเกิดเฟส A ขึ้นมาแล้วมีแนวโน้มที่จะแยกตัวออกจากเนื้อพื้นอะลูมิเนียมมากขึ้นตามปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจะทำให้รอยต่อไม่มีความต่อเนื่อง เป็นจุดสำคัญในการอัดให้แน่นเต็มที่ รูปที่ 4.23 แสดงผลตรวจสอบเฟส A ที่เกิดขึ้น ด้วยเทคนิค EDS – line scan ด้วยการลากเส้นผ่านเฟส A เป็นระยะ 56.7 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 4.23 ข) ในรูปที่ 4.23 ง) พบปริมาณความเข้มข้นของธาตุอะลูมิเนียมบริเวณเนื้อพื้นในระดับสูง แล้วลดลงมาตรงบริเวณรอยต่อรอบอนุภาค และลดลงต่ำมากในบริเวณกลางอนุภาค ตรงกันข้ามกับปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็กในรูปที่ 4.23 จ) ปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็ก ในบริเวณเนื้อพื้นมีค่าต่ำมาก แล้วค่อย ๆ เพิ่มปริมาณความเข้มข้นขึ้นในบริเวณรอยต่อ และเพิ่มสูงสุดในบริเวณกลางอนุภาค ลักษณะเช่นนี้แสดงให้เห็นถึงเฟส A มีส่วนผสมระหว่างอะลูมิเนียมและเหล็ก และในบริเวณกลางอนุภาคเป็นเฟสเหล็ก

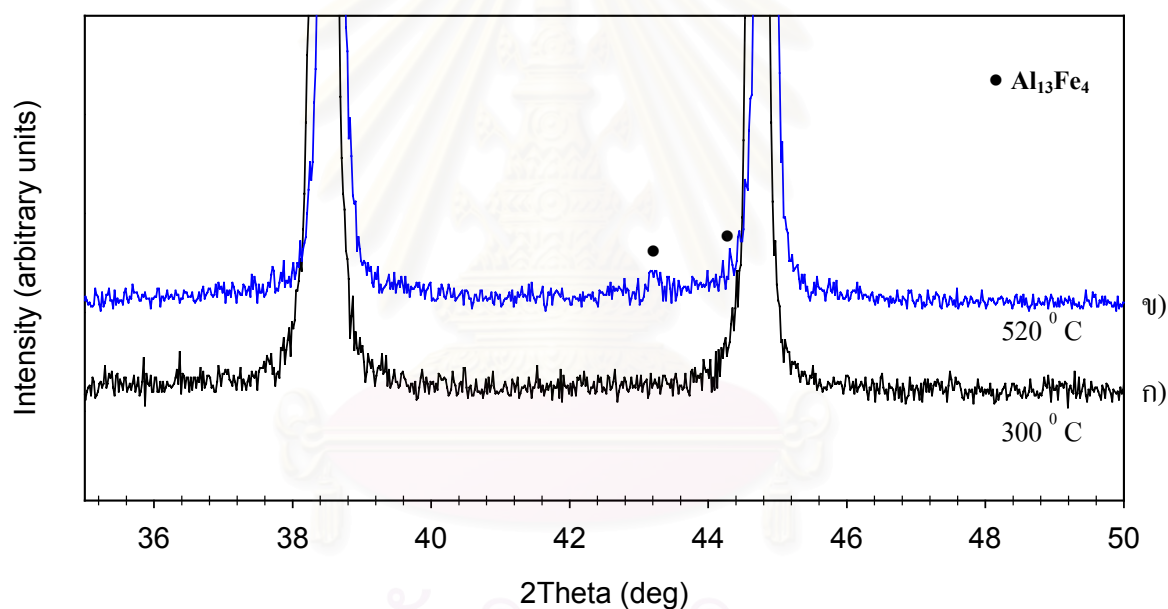
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



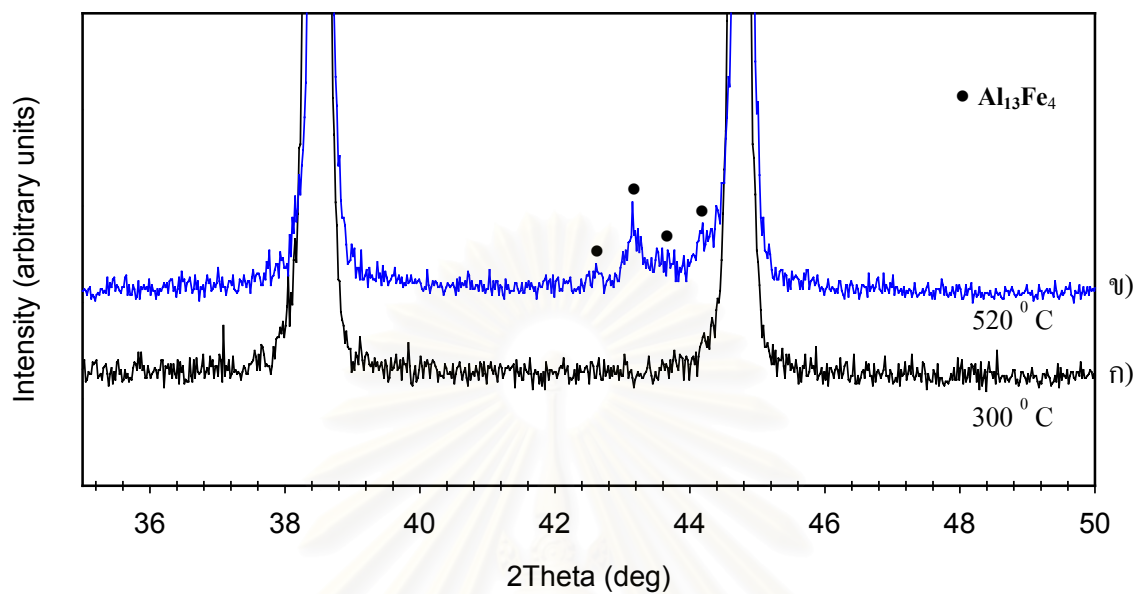
รูปที่ 4.23 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน BMA – 1.0at.%Fe อบที่อุณหภูมิ 520 °C 1 ชั่วโมง และ EDS – line scan
 ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron
 ง) ปริมาณความเข้มของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มของธาตุเหล็ก

4.2.4 การตรวจสอบสารประกอบในชิ้นงาน BMA อบที่อุณหภูมิ 300 ° และ 520 ° C ด้วย XRD

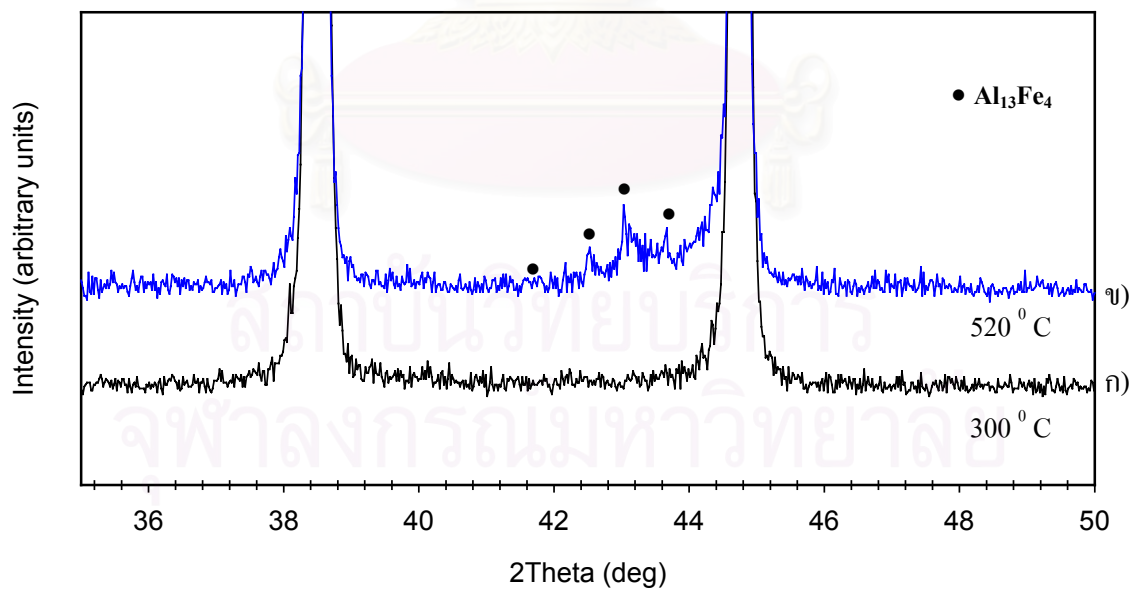
ผลการตรวจสอบสารประกอบ และ เฟส A ที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของชิ้นงาน BMA – 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe ด้วย XRD แสดงในรูปที่ 4.24 – 4.26 ตามลำดับ ที่อุณหภูมิอบ 300 °C ในทุกชิ้นงาน ไม่พบยอดของสารประกอบเกิดขึ้น ส่วนชิ้นงาน BMA อบที่อุณหภูมิ 520 °C พบยอดของสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 เกิดขึ้นมาเพียงสารประกอบเดียว แสดงว่าเฟส A ในรูปถ่ายโครงสร้างจุลภาคเป็นสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 ความเข้มและจำนวนยอดของสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 เพิ่มขึ้นและชัดเจนตามปริมาณเหล็กที่มากขึ้นภายในชิ้นงาน BMA



รูปที่ 4.24 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อบที่ ก) 300 °C ข) 520 °C



รูปที่ 4.25 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe อบที่ ก) 300 °C ข) 520 °C



รูปที่ 4.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe อบที่ ก) 300 °C ข) 520 °C

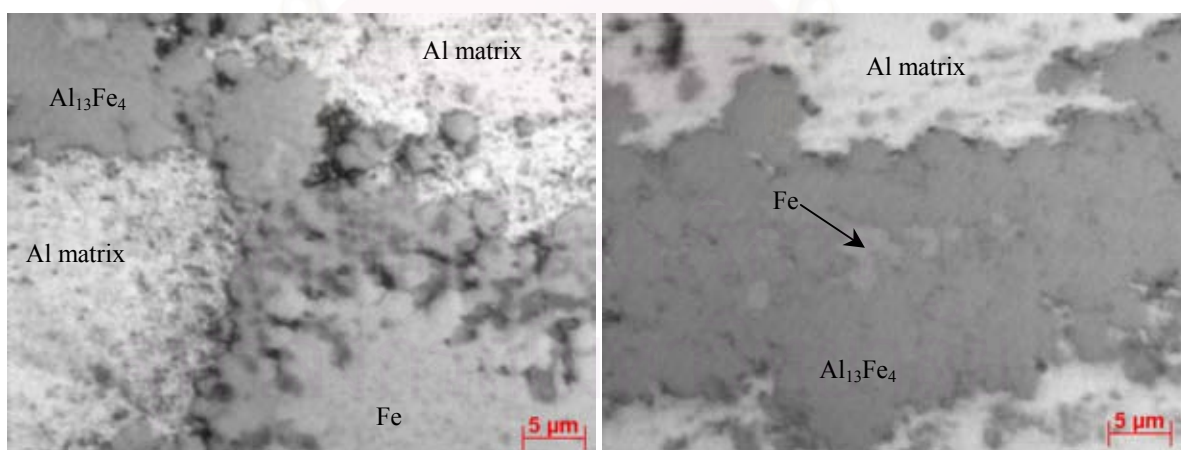
4.3 การอัดให้แน่น (Consolidation)

ชิ้นงาน BMA ทุกส่วนผสมที่ผลิตขึ้นจะถูกนำมาอัดให้แน่นเพื่อให้มีขนาด และรูปร่างตามต้องการ เหมาะกับการนำไปใช้งาน ผลการอัดชิ้นงานให้แน่นด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง (SPS) และวิธีตีขึ้นรูป ร้อน กล่าวในลำดับถัดไป

4.3.1 การอัดให้แน่นด้วยวิธีสปาร์กพลาสมาซินเทอริง (SPS)

4.3.1.1 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง

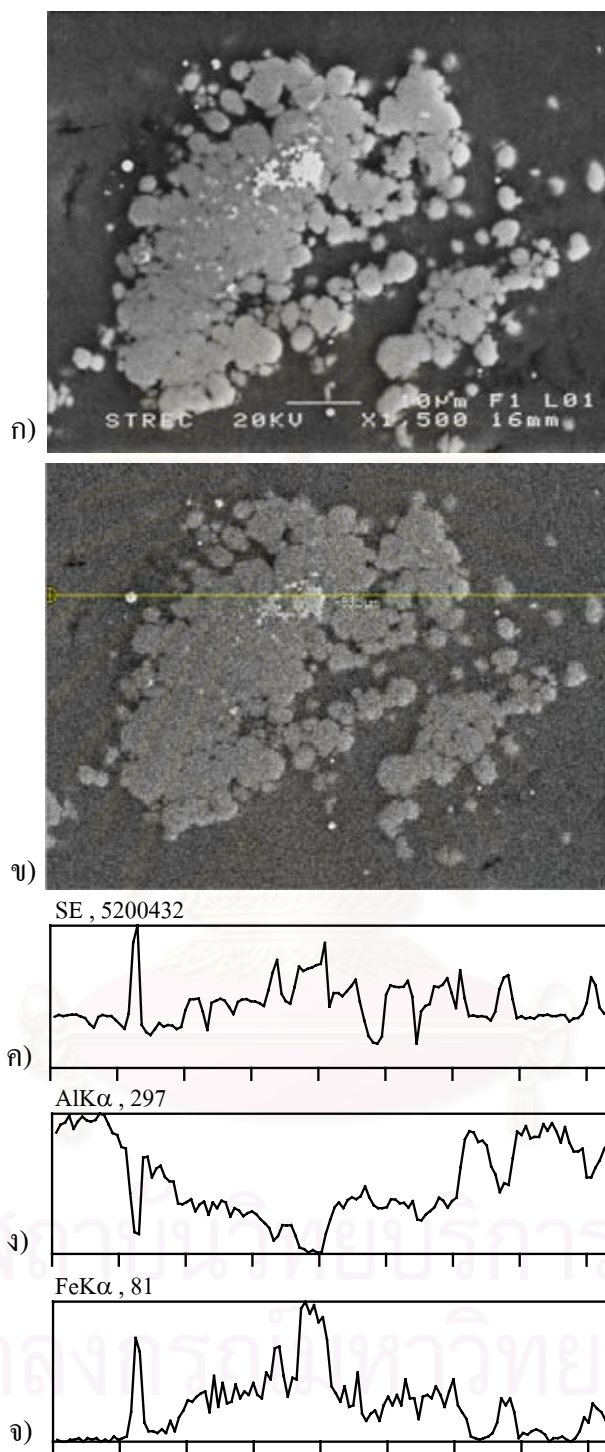
โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ที่มีส่วนผสมของเหล็ก 1.0 และ 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ประกอบไปด้วย 3 เฟส คือ เนื้อพื้นอะลูมิเนียม เหล็ก และสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 เช่นเดียวกับชิ้นงาน BMA อบที่ $520^{\circ}C$ สารประกอบเชิงโลหะยังคงเกิดขึ้นบริเวณรอบอนุภาค เหล็ก และยังมีบริเวณกลางอนุภาคเหล็กบางส่วนไม่เกิดเป็นสารประกอบเชิงโลหะ รูปโครงสร้างจุลภาคของ ชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง แสดงในรูปที่ 4.27 และผลการยืนยันเฟสเหล็กบริเวณกลางอนุภาค แสดง ในรูปที่ 4.28



SPS – 1.0 at.%Fe

SPS – 2.5 at.%Fe

รูปที่ 4.27 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe (ซ้าย) และ SPS – 2.5 at.%Fe (ขวา)

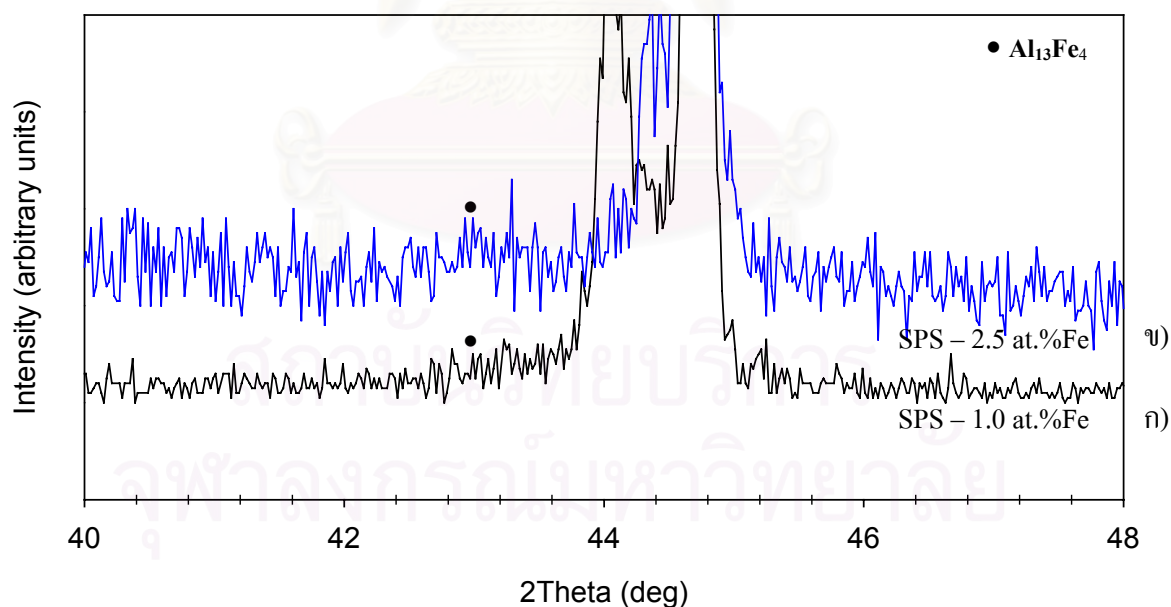


รูปที่ 4.28 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มของธาตุเหล็ก

รูปที่ 4.28 เป็นผลการตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดในบริเวณกลุ่มสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 และวิเคราะห์ด้วย EDS – line scan ในบริเวณดังกล่าว ปริมาณความเข้มข้นธาตุอะลูมิเนียม ค่อย ๆ ลดลงตามลำดับจากบริเวณขอบเข้าสู่ใจกลาง ตรงกันข้ามกับปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็ก ที่เพิ่มขึ้นตามระยะจากขอบสู่ใจกลาง บริเวณใจกลางมีปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็กสูงสุด รูปแบบที่เกิดขึ้นนี้มีลักษณะเช่นเดียวกับชิ้นงาน BMA อบที่ $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในหน้า 53 ผลการยืนยันสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 แสดงในหัวข้อ 4.3.1.2

4.3.1.2 การตรวจสอบสารประกอบในชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ด้วย XRD

ผลการตรวจสอบสารประกอบในชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริงทั้งสองส่วนผสม ด้วย XRD แสดงดังรูปที่ 4.29 พบสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 เพียงสารประกอบเดียวทั้งสองส่วนผสม ความเข้มข้นของสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 เพิ่มขึ้นและชัดเจนตามปริมาณเหล็กที่ผสมอยู่ในชิ้นงาน ดังการคำนวณหาความเข้มสัมพัทธ์ของยอดสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 เทียบกับความเข้มยอดสูงสุด Al(111)



รูปที่ 4.29 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ผสมเหล็ก
ก) 1.0 ข) 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม

ผลการคำนวณความเข้มยอดสัมพัทธ์พบว่าชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็กมีความเข้มยอดที่เกิดการเลี้ยวเบน 100 เปอร์เซ็นต์ของสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 คิดเป็น 2.78 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับความเข้มยอดของ Al(111) ในชิ้นงานเดียวกัน ส่วนชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็กมีความเข้มยอดที่เกิดการเลี้ยวเบน 100 เปอร์เซ็นต์ของสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 คิดเป็น 6.97 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับยอดของ Al(111)

4.3.1.3 ความแข็งแรง ความแข็ง และความหนาแน่นสัมพัทธ์ ชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง

ผลการทดสอบแรงดึงของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง พบว่า ค่าความต้านแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัว รวมถึงความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานทั้งสองส่วนผสม มีค่าไม่แตกต่างกันมาก ความแข็งเฉลี่ยบริเวณเนื้อพื้นอะลูมิเนียมของทั้งสองชิ้นงานก็มีค่าใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.5

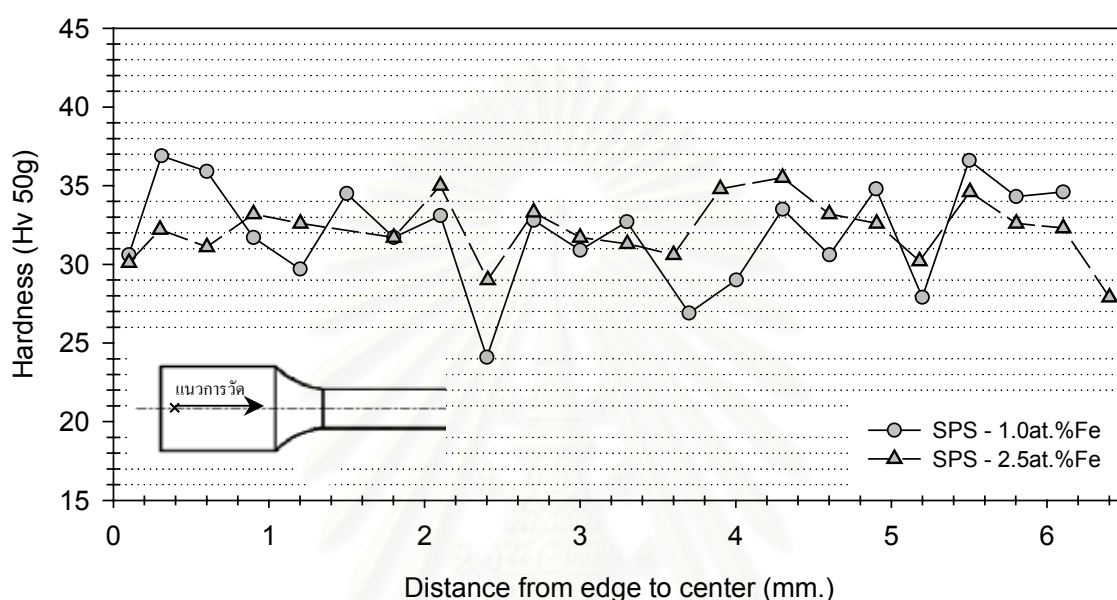
ตารางที่ 4.5 สมบัติเชิงกลและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง

Fe content (at.%)	0.2% yield strength (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (%)	Relative Density (%)	Hv (50g)
1.0	8.86	48.29	0.23	86.16	32.0
2.5	9.70	49.76	0.15	86.01	32.2

จากตารางที่ 4.5 พบว่าชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริงทั้งสองส่วนผสม มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่ำและใกล้เคียงกัน มีค่าแตกต่างกันเพียง 0.17 % โดยปกติแล้ว ชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยโลหะผงจะให้ค่าความแข็งแรงที่สูงขึ้นตามความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงขึ้น [40] จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ต่ำและใกล้เคียงกันของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริงทั้งสอง จึงทำให้มีค่าความต้านแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัวมีค่าต่ำตามไปด้วย

ความแข็งในตารางที่ 4.5 เป็นค่าความแข็งเฉลี่ยทุกจุดทั้งชิ้นงาน ส่วนค่าความแข็งในแต่ละจุดที่วัดตามระยะทางจากขอบชิ้นงานเข้าสู่ใจกลางในทิศทางตั้งฉากกับแรงอัด แสดงในรูปที่ 4.30 สามารถสะท้อนให้เห็นถึงการกระจายตัวของอนุภาคที่อยู่ภายในชิ้นงาน จากรูปจะเห็นได้ว่าค่าความแข็งกระจายตัวอยู่ใน

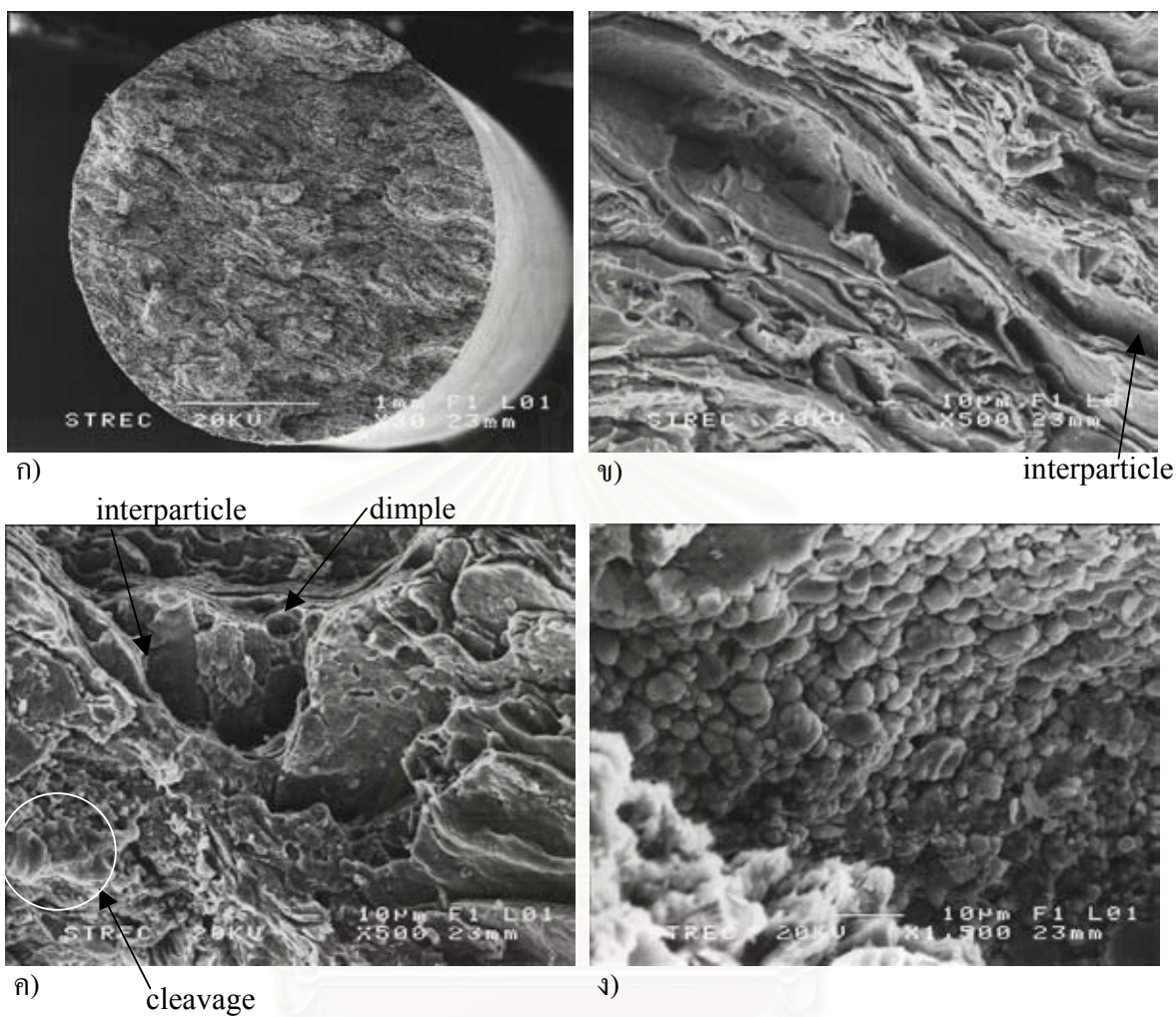
กรอบแคบ ๆ ช่วง 30 – 35 Hv ตลอดระยะทางจากขอบด้านนอกเข้ายังศูนย์กลางของทั้งสองชิ้นงาน แสดงถึงการกระจายตัวของอนุภาคที่สม่ำเสมอและใกล้เคียงกัน



รูปที่ 4.30 ความแข็งในแต่ละจุดตามระยะทางจากขอบถึงศูนย์กลางชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง

4.3.1.4 การแตกหักของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง

รูปแบบการแตกหักของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง มีลักษณะการแตกหักเป็นแบบผสม (Mixed mode) ซึ่งมีทั้งลักษณะที่เป็นแบบ cleavage เป็นหลุม (dimple) และการแตกหักระหว่างเกรน (intergranular) เนื่องจากชิ้นงานนี้ผลิตด้วยกรรมวิธีทางโลหะผง การแตกหักระหว่างเกรนอาจเรียกอีกแบบหนึ่งว่าเป็นการแตกระหว่างอนุภาค (interparticle) [40] ซึ่งในที่นี่อนุภาคถูกแรงอัดแปรรูปถาวรเป็นแผ่น การแตกหักของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริงทั้งสองส่วนผสม ในภาพรวมมีการแตกหักแบบเปราะเหมือนกัน ดังนั้นจึงเลือกภาพการแตกหักของชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe มาเป็นตัวแทน ดังแสดงในรูปที่ 4.31 รูปที่ 4.31 ก) เป็นภาพแตกหักในระดับมหภาค มีการแตกหักแบบเปราะ รูปที่ 4.31 ข) และ ค) เป็นภาพขยายรอยแตก แสดงให้เห็นถึงลักษณะการแตกที่เป็นแบบ cleavage หลุม และ ระหว่างอนุภาค ส่วนรูปที่ 4.31 ง) เป็นภาพขยายบริเวณรอยแตกระหว่างอนุภาค พบว่ายังมีอนุภาคบางส่วนที่ยังไม่สนิทกันดี



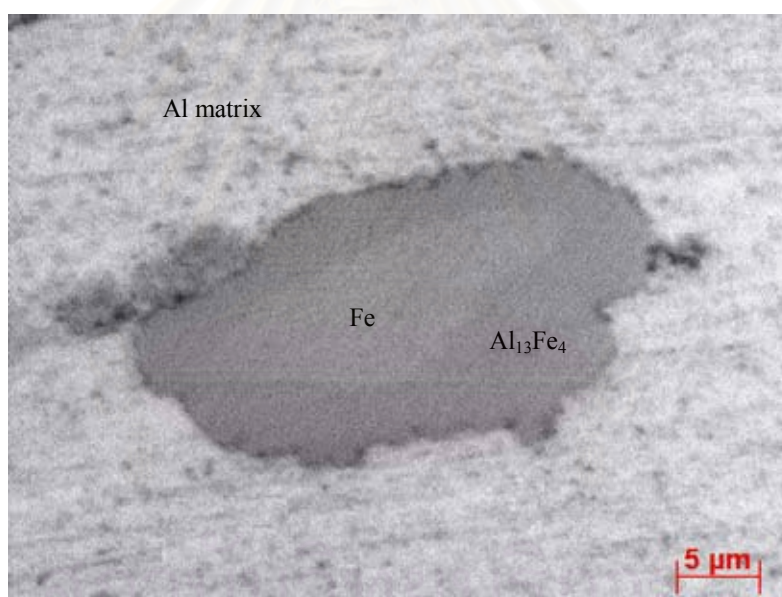
รูปที่ 4.31 การแตกหักของชิ้นงาน SPS – 1.0 at.%Fe ก) รอยแตกระดับมหภาค ข) และ ค) รอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ง) รอยแตกที่กำลังขยาย 1,500 เท่า

สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

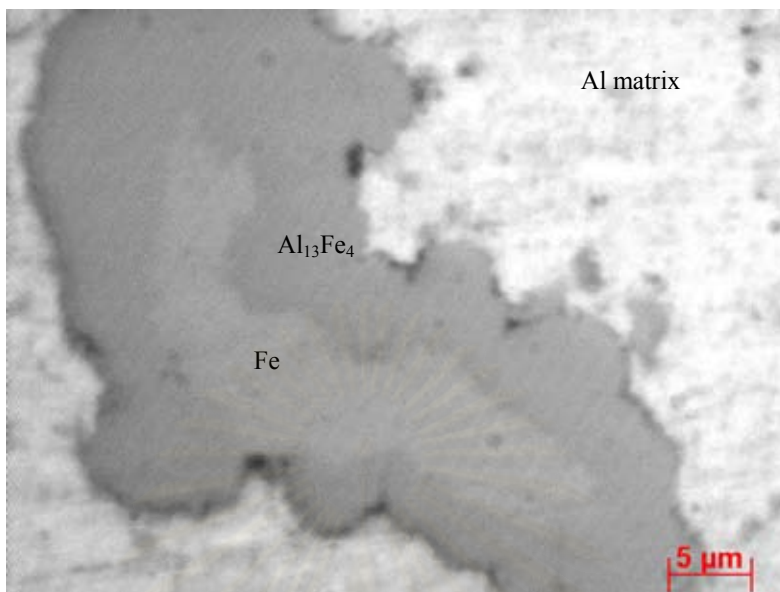
4.3.2 การอัดให้แน่นด้วยวิธีขึ้นรูปร้อน

4.3.2.1 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

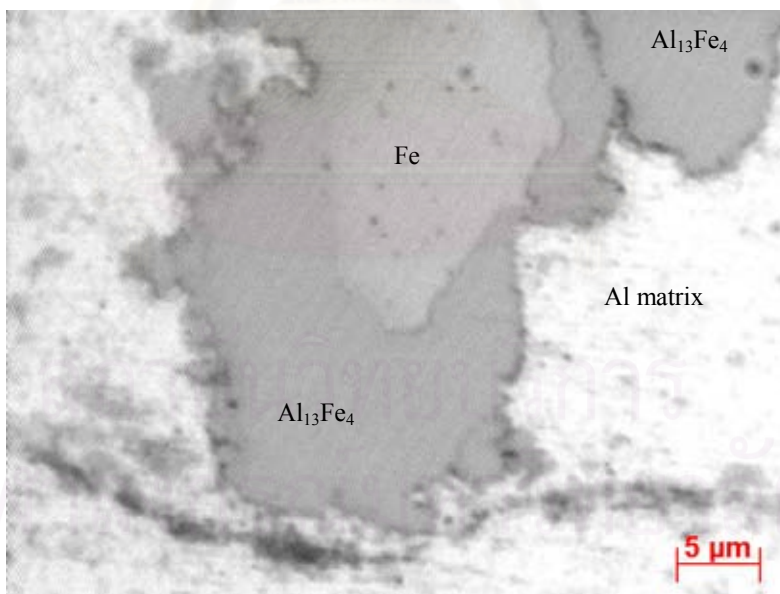
โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน ที่มีส่วนผสมของเหล็ก 1.0 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ประกอบไปด้วย 3 เฟส คือ เนื้อพื้นอะลูมิเนียม เหล็ก และสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ เช่นเดียวกับชิ้นงาน BMA อบที่ $520^{\circ}C$ และชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง สารประกอบเชิงโลหะยังคงเกิดขึ้นบริเวณรอบอนุภาคเหล็ก และยังมีบริเวณกลางอนุภาคเหล็กบางส่วนไม่เกิดเป็นสารประกอบเชิงโลหะ รูปโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน แสดงในรูปที่ 4.32 – 4.34 ผลการยื่นชั้นเฟสเหล็กบริเวณกลางอนุภาค แสดงในรูปที่ 4.35



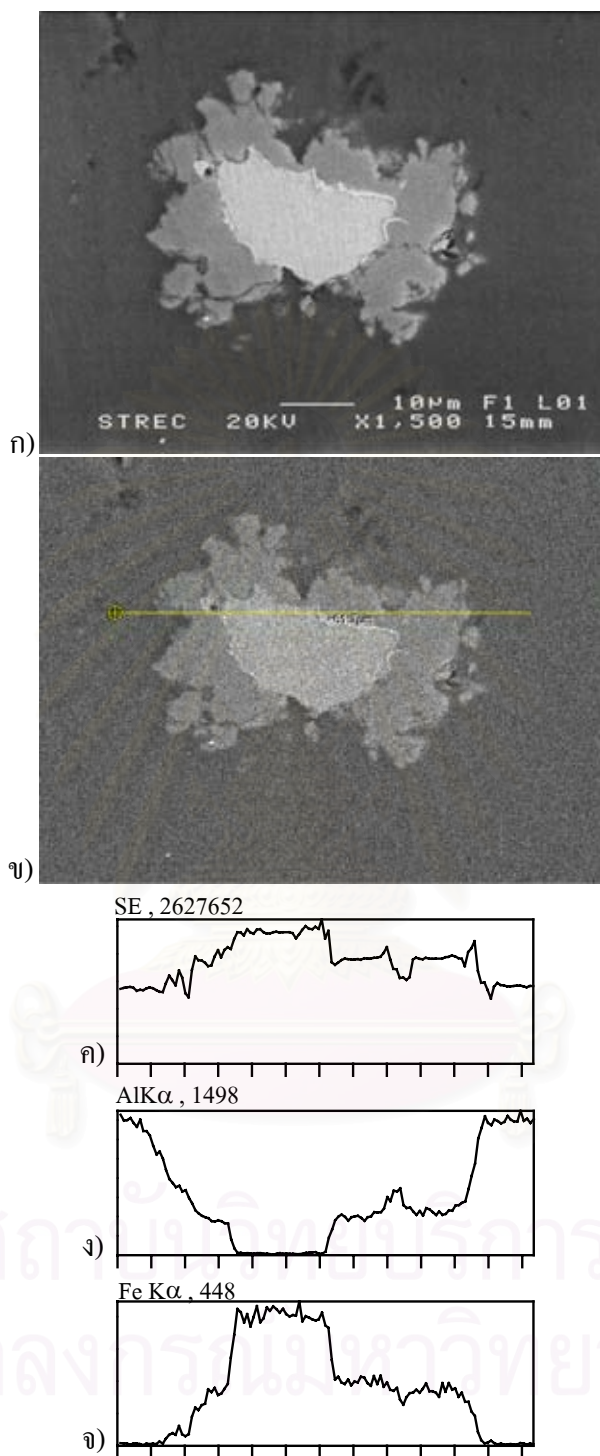
รูปที่ 4.32 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม



รูปที่ 4.33 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม



รูปที่ 4.34 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีส่วนผสมเหล็ก 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม

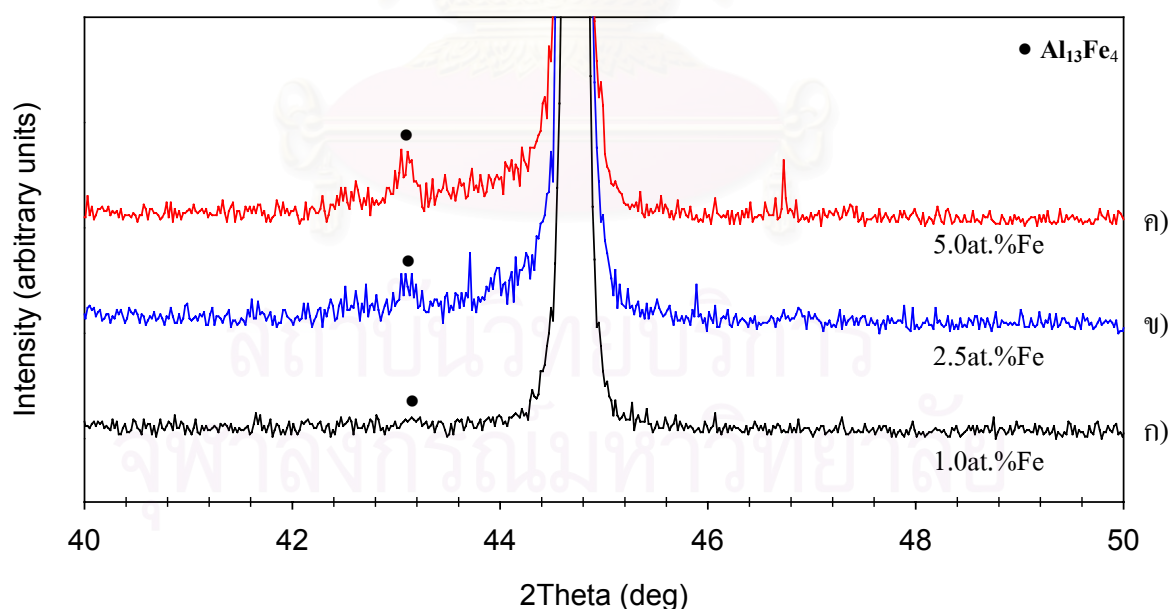


รูปที่ 4.35 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนที่มีส่วนผสมเหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม และ EDS – line scan ก) – ข) ภาพ SEI (secondary electron image) ค) ปริมาณความเข้มของ secondary electron ง) ปริมาณความเข้มของธาตุอะลูมิเนียม จ) ปริมาณความเข้มของธาตุเหล็ก

รูปที่ 4.35 เป็นผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนที่มีส่วนผสมเหล็ก 1.0 เปอร์เซ็นต์ โดยอะตอม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกาว และวิเคราะห์ด้วย EDS – line scan ในบริเวณสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ปริมาณความเข้มข้นธาตุอะลูมิเนียม ค่อย ๆ ลดลงตามลำดับจากบริเวณขอบเข้าสู่ใจกลาง ตรงกันข้ามกับปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็ก ที่เพิ่มขึ้นตามระยะจากขอบสู่ใจกลาง บริเวณใจกลางมีปริมาณความเข้มข้นของธาตุเหล็กสูงสุด

4.3.2.2 การตรวจสอบสารประกอบในชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออน ด้วย XRD

ผลการตรวจสอบสารประกอบในชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนทุกส่วนผสม ด้วย XRD แสดงดังรูปที่ 4.36 พบสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ เพียงสารประกอบเดียวในทุกส่วนผสม เช่นเดียวกับชิ้นงานสปร้ากพลาสมาซินเทอร์ริง ความเข้มข้นสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ เพิ่มขึ้นและชัดเจนตามปริมาณเหล็กที่ผสมอยู่ในชิ้นงาน ดังการคำนวณหาความเข้มสัมพัทธ์ของยอดสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ เทียบกับความเข้มยอดสูงสุด Al(111) ในชิ้นงานเดียวกัน



รูปที่ 4.36 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออน ผสมเหล็ก
ก) 1.0 ข) 2.5 และ ค) 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม

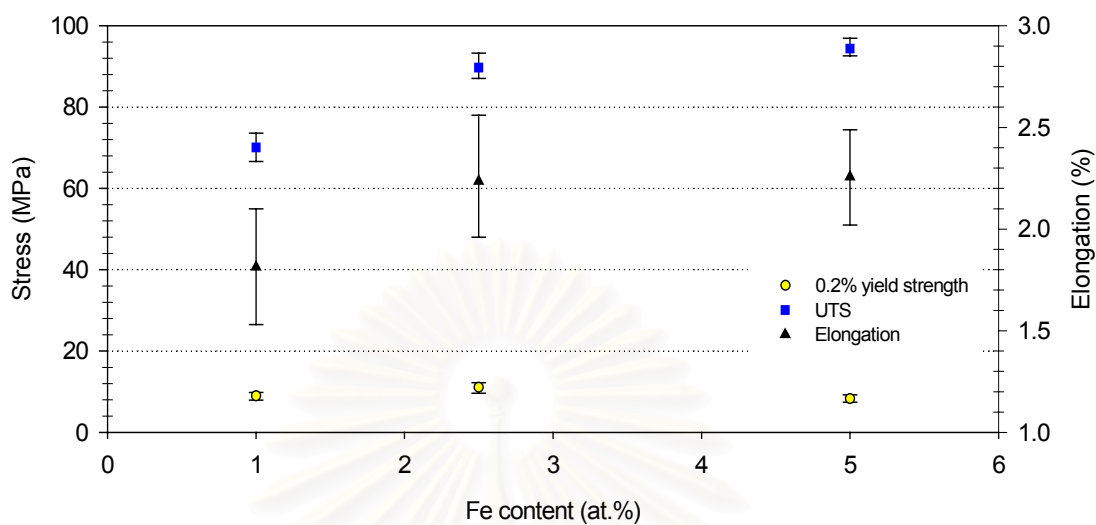
ผลการคำนวณความเข้มสัมพัทธ์ของยอด $Al_{13}Fe_4$ พบว่าชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก มีความเข้มยอดที่เกิดการเลี้ยวเบน 100 เปอร์เซ็นต์ของสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ คิดเป็น 0.59 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับความเข้มยอดของ Al(111) ในชิ้นงานเดียวกัน ส่วนชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก มีความเข้มสัมพัทธ์ของยอดสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ที่เกิดการเลี้ยวเบน 100 เปอร์เซ็นต์ คิดเป็น 1.12 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับยอดของ Al(111) และชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอมเหล็ก มีความเข้มสัมพัทธ์ของยอดสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ที่เกิดการเลี้ยวเบน 100 เปอร์เซ็นต์ คิดเป็น 1.55 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับยอดของ Al(111)

4.3.2.3 ความแข็งแรง ความแข็ง และความหนาแน่นสัมพัทธ์ ของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

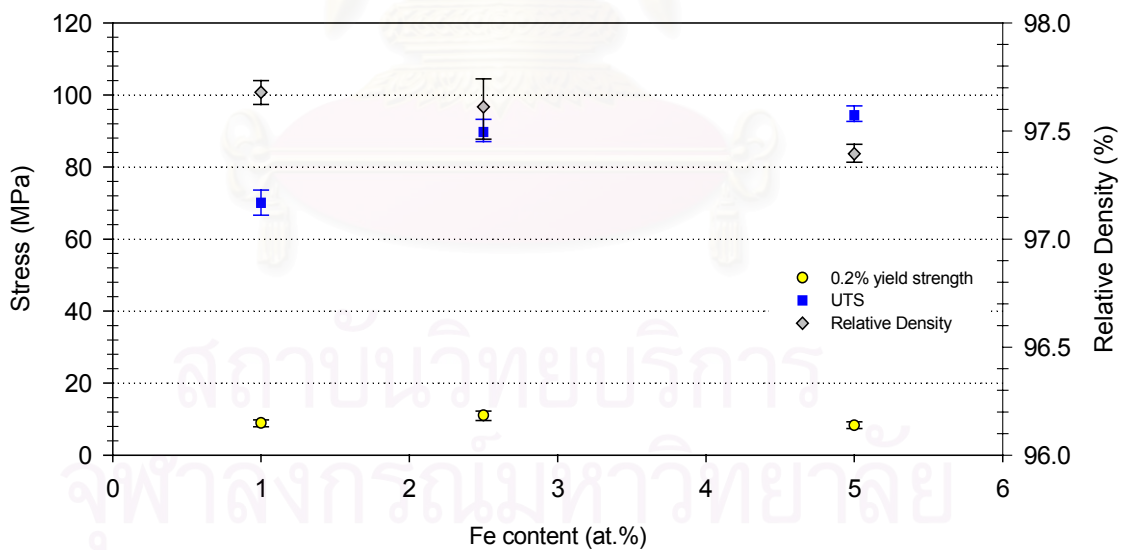
ผลการทดสอบแรงดึงของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน พบว่า ค่าความต้านแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัว มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็กที่ผสมอยู่ แต่ความแข็งและความหนาแน่นสัมพัทธ์ เท่ากันหมดโดยประมาณ ดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.37 - 4.38

ตารางที่ 4.6 สมบัติเชิงกลและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

Fe content (at.%)	0.2% yield strength (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (%)	Relative Density (%)	Hv (50g)
1.0	9.2	70.0	1.81	97.68	37.9
2.5	11.3	88.9	2.19	97.63	36.1
5.0	8.2	93.6	2.26	97.38	35.9

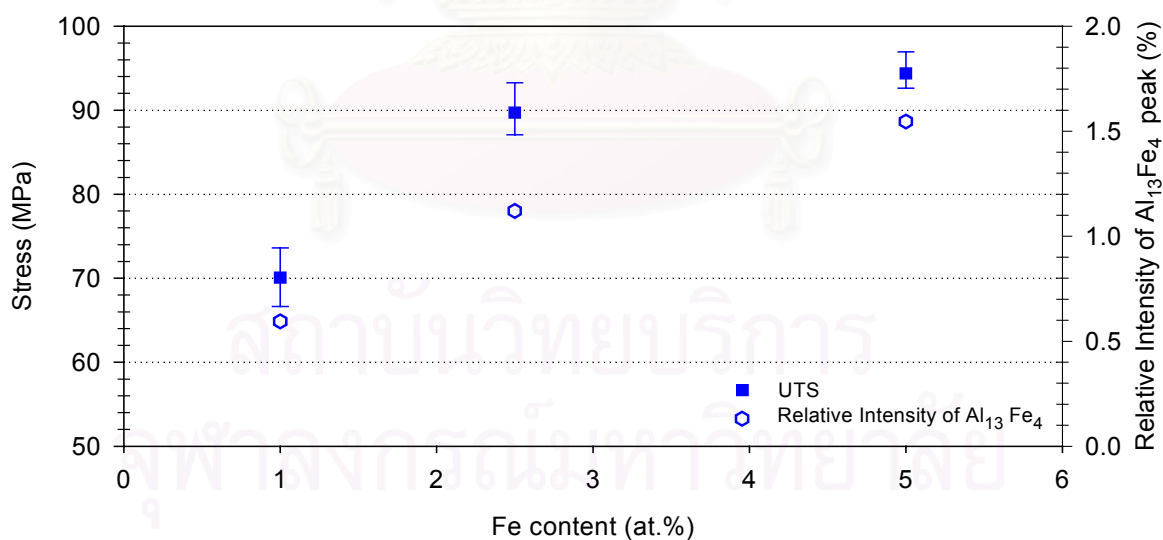


รูปที่ 4.37 ความสัมพันธ์ของความแข็งแรง เเปอร์เซ็นต์การยืดตัว และปริมาณเหล็กในชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

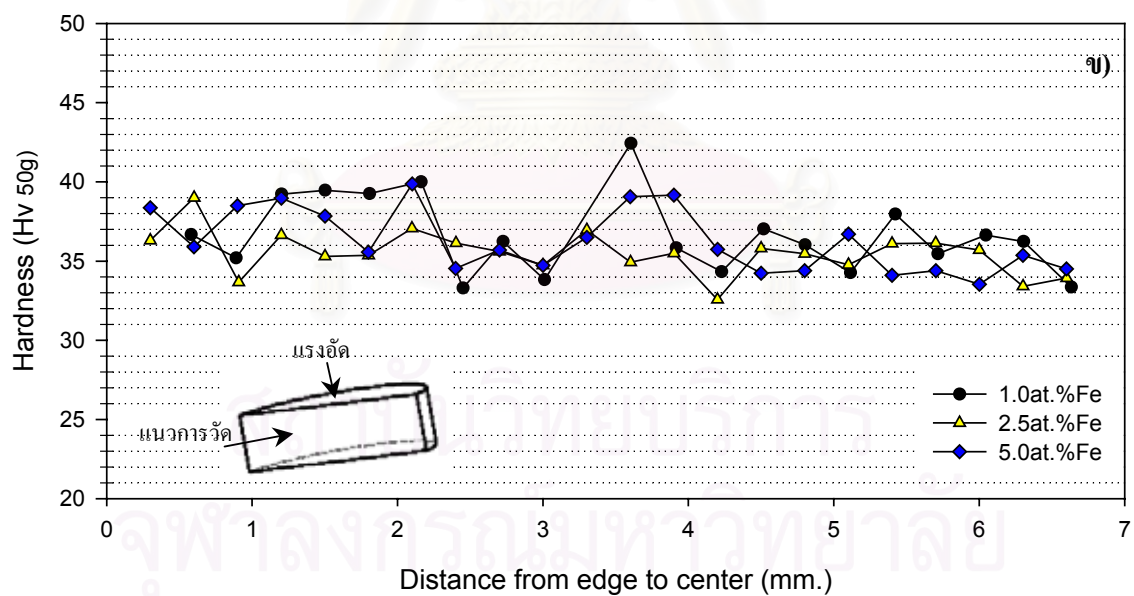
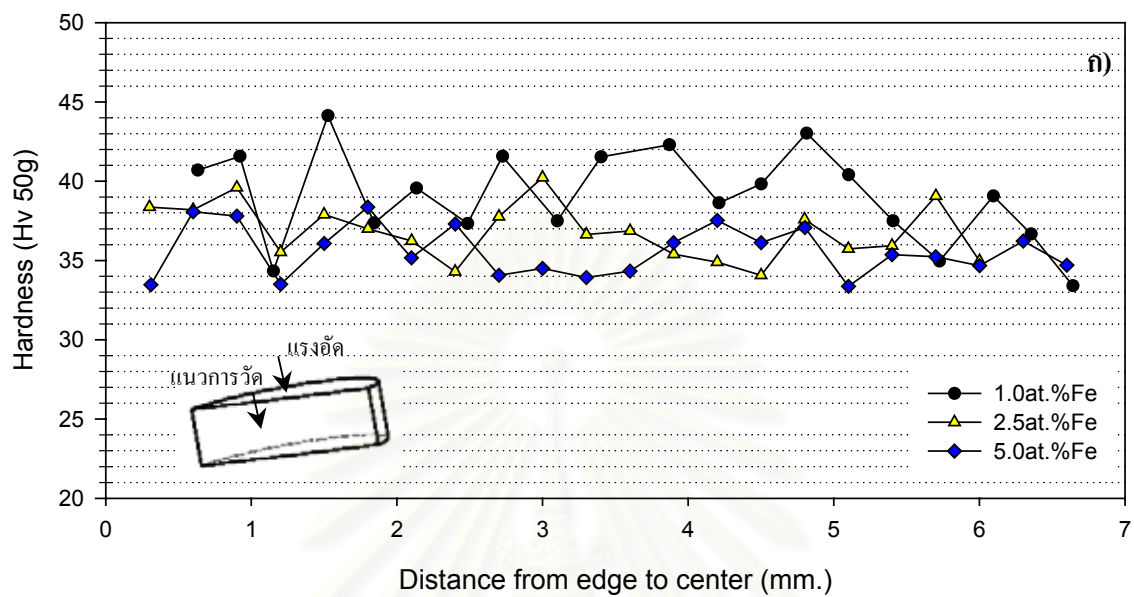


รูปที่ 4.38 ความสัมพันธ์ของความแข็งแรง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ และปริมาณเหล็กในชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

จากตารางที่ 4.6 ความต้านแรงดึงสูงสุด เเปอร์เซ็นต์การยึดตัว และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออน มีค่าสูงกว่าชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ในตารางที่ 4.5 หน้า 59 ชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนที่มีเหล็กผสมอยู่ 1.0 เเปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ให้ค่าความต้านแรงดึงสูงสุด ที่ 70.0 MPa แล้วมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อชิ้นงานมีส่วนผสมเหล็กเพิ่มขึ้นเป็น 2.5 และ 5.0 เเปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ซึ่งมีค่าความต้านแรงดึงสูงสุดอยู่ที่ 88.9 และ 93.6 MPa ตามลำดับ ในส่วนของเปอร์เซ็นต์การยึดตัว มีลักษณะแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้นในชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนเช่นเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.37 กรณีความหนาแน่นสัมพัทธ์ชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนทั้งสามส่วนผสม พบว่า มีค่าใกล้เคียงกัน กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านแรงดึงสูงสุดกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ แสดงอยู่ในรูปที่ 4.38 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนทั้งสามส่วนผสมมีค่าไม่แตกต่างกันมาก แต่กลับให้ความต้านแรงดึงสูงสุดที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน แสดงว่านอกจากความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นสัมพัทธ์ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนกับชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริงแล้ว ปริมาณเหล็กและสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ที่อยู่ในชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออนมีแนวโน้มเพิ่มความแข็งแรงให้สูงขึ้นด้วย ดังแสดงในรูปที่ 4.39 ซึ่งให้เห็นถึงแนวโน้มของความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้น ตามปริมาณสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ โดยดูจากปริมาณความเข้มสัมพัทธ์ในผล XRD ของแต่ละชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออน



รูปที่ 4.39 แนวโน้มของความต้านแรงดึงสูงสุด ปริมาณความเข้มสัมพัทธ์ของยอดสารประกอบ $Al_{13}Fe_4$ กับปริมาณเหล็กในชิ้นงานตีขึ้นรูปรีออน



รูปที่ 4.40 ความแข็งในแต่ละจุดตามระยะทางจาก ก) บนลงล่าง (ขนานกับแนวแรงอัด) ข) ขอบเข้าศูนย์กลาง (ตั้งฉากกับแรงอัด) ของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

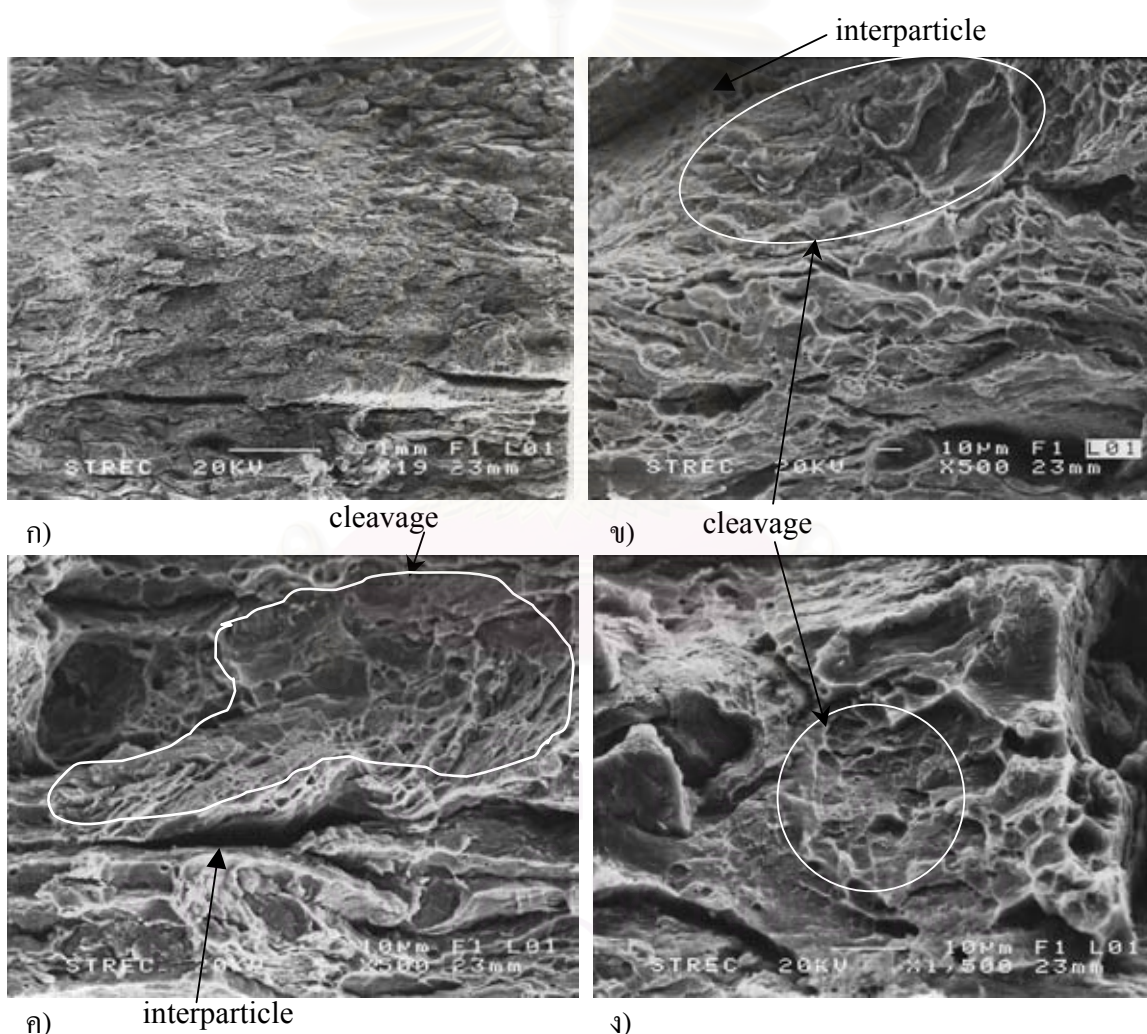
ความแข็งในตารางที่ 4.6 เป็นค่าความแข็งเฉลี่ยทุกจุดในชิ้นงาน พบว่าความแข็งของทุกชิ้นงานมีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก ค่าความแข็งในแต่ละจุดที่วัดในทิศทางตั้งฉาก และขนานกับแรงอัด แสดงในรูปที่ 4.40 เช่นเดียวกันกับชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง ค่าความแข็งในแต่ละจุดสามารถสะท้อนให้เห็นถึงการกระจายตัวของอนุภาคเหล็ก สารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 ที่อยู่ในชิ้นงาน รวมไปถึงการกระจายตัวของแรงอัดที่เกิดขึ้นได้ทางหนึ่ง รูปที่ 4.40 ก) ความแข็งกระจายตัวอยู่ในช่วง 33- 39 Hv ยกเว้นชิ้นที่มีเหล็กผสม 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม มีความแข็งสูงกว่าเล็กน้อย ในช่วง 37 – 42 Hv แต่ความแข็งของทั้งสามชิ้นงานยังคงกระจายตัวอยู่ในกรอบแคบ ๆ และมีแนวโน้มขนานไปกับระยะทางที่เพิ่มขึ้น เช่นเดียวกันกับการกระจายตัวความแข็งในทิศทางตั้งฉากกับแรงอัด ในรูปที่ 4.40 ข) ส่วนความแข็งของสารประกอบ Al_3Fe_4 วัดโดยเลือกกดตรงบริเวณที่เกิดเป็นสารประกอบ Al_3Fe_4 หมดทั้งอนุภาค พบว่ามีความแข็งอยู่ในช่วง 270 – 320 Hv



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3.2.4 การแตกหักของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

รูปแบบการแตกหักของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนมีลักษณะการแตกหักเป็นแบบผสม (Mixed mode) เช่นเดียวกับชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง แต่มีลักษณะการแตกหักที่เป็นแบบ cleavage [25,41] มากกว่า รูปที่ 4.41 แสดงการแตกหักของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนที่มีเหล็กผสม 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม รูปที่ 4.41 ก) เป็นภาพแตกหักในระดับมหภาค มีการแตกหักแบบเปราะ รูปที่ 4.41 ข) - ง) แสดงให้เห็นถึงลักษณะรอยแตกด้วยกำลังขยายที่สูงขึ้น พบว่าการแตกหักมีลักษณะเป็นแบบ cleavage ปรากฏมากที่สุดและเป็นบริเวณกว้าง



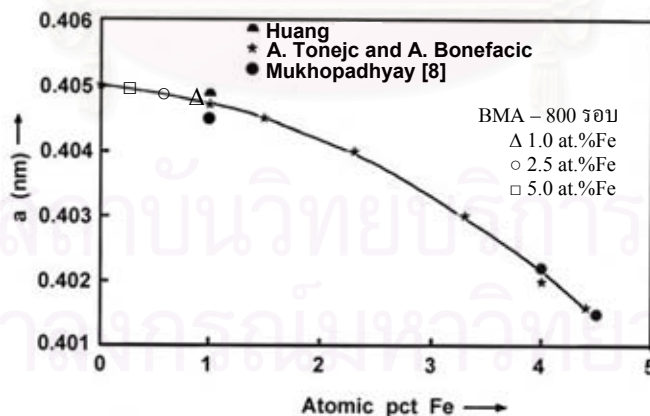
รูปที่ 4.41 การแตกหักของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน – 1.0 at.%Fe ก) รอยแตกระดับมหภาค
ข) และ ค) รอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ง) รอยแตกที่กำลังขยาย 1,500 เท่า

บทที่ 5

อภิปรายผลการทดลอง

5.1 ความสามารถในการละลายของเหล็กด้วยกระบวนการ BMA

ชิ้นงานโลหะผสมอะลูมิเนียม – เหล็ก ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA เป็นจำนวน 800 รอบ ทำให้เกิดการละลายของเหล็กเข้าไปในโครงสร้างผลึกอะลูมิเนียมได้ในปริมาณที่ต่างกัน โดยชิ้นงานที่มีเหล็กผสมอยู่น้อย กลับมีปริมาณเหล็กละลายเข้าไปได้มากกว่า จากผลการตรวจสอบด้วย XRD และคำนวณค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA – 1.0, 2.5 และ 5.0 at.%Fe ได้ค่า lattice parameter เท่ากับ 4.0484 , 4.0490 และ 4.0497 Å ตามลำดับ เมื่อเทียบกับผลการทดลองก่อนหน้านี้ [8] ที่หาปริมาณเหล็กที่ละลายเข้าไปในผลึกอะลูมิเนียม ด้วยการคำนวณหาค่า lattice parameter จากผล XRD เช่นเดียวกัน แล้วนำไปกำหนดจุดบนกราฟต้นแบบที่สร้างความสัมพันธ์ระหว่างค่า lattice parameter ขนาดต่าง ๆ กับปริมาณเหล็กที่ละลายอยู่ในผลึกอะลูมิเนียม พบว่าในงานวิจัยครั้งนี้ ชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีเหล็กละลายเข้าไปในอะลูมิเนียม ได้ 0.86 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ส่วนชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe มีเหล็กละลายเข้าไปได้ 0.60 และ 0.27 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ตามลำดับ ดังรูปที่ 5.1



รูปที่ 5.1 ผลการเปรียบเทียบค่า lattice parameter ที่ได้จากชิ้นงาน BMA กับกราฟต้นแบบ [8]

การละลายของเหล็กนั้นสอดคล้องกับผลของแรงกระทำ ความเครียดจุลภาค (microstrain) และขนาดผลึก (crystal size) กล่าวคือ เมื่อพิจารณาแรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงานจากพันธะ compaction และ extrusion พบว่าแรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีค่าเฉลี่ยทั้ง 800 รอบ ที่ 522.2 และ 111.5 kN ตามลำดับ ซึ่งสูงกว่าชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe ที่ 509.1 และ 106.8 kN และสูงกว่าชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe ที่ 507.8 และ 105.3 kN ตามลำดับ โดยเมื่อพิจารณาเฉพาะแรงเฉือนที่เกิดจากพันธะ extrusion ซึ่งเป็นแรงที่มีประสิทธิภาพในการแปรรูปถาวร และทำให้โครงสร้างมีความละเอียดมากกว่าแรงอัด [2,42] ดังนั้นชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe จึงเกิดการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงกว่าและสะสมพลังงานไว้ในชิ้นงานมากกว่า ในรูปของความบกพร่องทางผลึก ซึ่งจะช่วยส่งเสริมการแพร่ของเหล็กให้เข้าไปในผลึกอะลูมิเนียม [20] ได้มากกว่าชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe

เมื่อมีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงพร้อมกับการละลายของเหล็กเข้าไปในผลึกอะลูมิเนียม ทำให้โครงสร้างผลึกของอะลูมิเนียมเกิดการบิดเบี้ยวไปจากเดิม มีความเครียดเกิดขึ้นในผลึก จากการพิจารณาความเครียดจุลภาคที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA ซึ่งสามารถสังเกตได้จากความชันของกราฟในการคำนวณหาความเครียดจุลภาคด้วยวิธี Williamson – Hall plot ในหน้า 45 เห็นว่าความเครียดจุลภาคที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีค่าความชันสูงที่สุด อยู่ที่ 0.0956 ตามด้วยชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe ที่ 0.0768 และชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe ที่ 0.0737 ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโน้มเช่นเดียวกันกับผลของแรงกระทำ และเป็นผลยืนยันว่าชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีการสะสมพลังงานไว้มากกว่าชิ้นงานอื่นจึงทำให้เหล็กละลายเข้าไปได้มากที่สุด

ในส่วนของคุณภาพผลึกพบว่าชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีขนาดผลึก 88.30 นาโนเมตร เล็กกว่าชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe ที่ 102.41 และ 102.46 นาโนเมตร ตามลำดับ ดังผลการคำนวณในตารางที่ 4.4 หน้า 47 แสดงให้เห็นถึงความละเอียดของโครงสร้างชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีค่าสูงกว่าชิ้นงานที่เหลือ ความละเอียดที่เกิดขึ้นนี้เป็นผลสืบเนื่องมาจากแรงกระทำทางกลที่ให้กับชิ้นงาน ดังที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น ชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe จึงสะสมพลังงานไว้ในชิ้นงานมากกว่าในรูปของความบกพร่องทางผลึก ซึ่งจะช่วยส่งเสริมการแพร่ของเหล็กให้เข้าไปในผลึกอะลูมิเนียม ได้มากกว่าชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe

จากแนวความคิดที่คาดการณ์กันว่า ปริมาณการละลายของตัวถูกละลายจะสูงขึ้นตามปริมาณที่ผสมเข้าไปมากขึ้นในตอนเริ่มต้นนั้น Suryanarayana [20] กล่าวไว้ว่าจะเกิดขึ้นเมื่อกระบวนการเข้าสู่ระยะคงที่ (steady state) เมื่อเปรียบเทียบกับผลการละลายของเหล็กที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน BMA พบว่าไม่สอดคล้องกัน เป็นไปได้ว่าในกระบวนการ BMA ที่ 800 รอบนี้ ยังไม่ก้าวเข้าสู่ระยะคงที่ ในงานวิจัยของ B. Huang และคณะ[13] ในช่วงแรกของกระบวนการ พบว่า ชิ้นงาน Al – 10 at.%Fe มีการละลายของเหล็กเข้าไปในอะลูมิเนียมได้น้อยกว่าชิ้นงาน Al – 4 at.%Fe ดังรูปที่ 2.12 หน้า 18 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยครั้งนี้ แสดงว่ากระบวนการ BMA ที่ 800 รอบนี้ ยังคงอยู่ในระยะการทำให้โครงสร้างละเอียดเป็นส่วนใหญ่และเริ่มเกิดการละลายของธาตุผสมเข้าไปในโลหะพื้นเพียงบางส่วน [19-20] ดังนั้นพลังงานทางกลที่ให้กับชิ้นงานในกระบวนการส่วนใหญ่ถูกนำไปใช้ในการทำให้โครงสร้างของชิ้นงาน BMA ที่มีเหล็กผสมสูงให้ละเอียดขึ้นก่อน การแพร่ของเหล็กเข้าไปในผลึกอะลูมิเนียมของชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe จึงมีน้อยกว่าชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe

5.2 คุณลักษณะทางความร้อนของชิ้นงาน BMA

จากผลการตรวจวัดคุณลักษณะทางความร้อนของชิ้นงาน BMA ทั้งสามส่วนผสม มีการปลดปล่อยพลังงานที่สะสมอยู่ในรูปความบกพร่องทางผลึก ที่เกิดจากการแปรรูปถาวรซ้ำ ๆ ในกระบวนการ BMA พลังงานที่ปลดปล่อยออกมาแสดงในรูปที่ 4.16 – 4.18 สังเกตได้ว่า ชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe มีการปลดปล่อยพลังงานออกมาสูงกว่าชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe และชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe มีการปลดปล่อยพลังงานออกมาต่ำที่สุด ผลที่ได้นี้มีความขัดแย้งกับผลการคำนวณขนาดผลึก หรือความละเอียดของโครงสร้างที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ที่มีค่าสูงที่สุด ตามด้วยชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe และ BMA – 5.0 at.%Fe ตามลำดับ ความละเอียดของโครงสร้างที่สูงกว่าในชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ควรที่จะมีการปลดปล่อยพลังงานออกมาสูงกว่าชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe ประเด็นหนึ่งที่น่าจะเป็นไปได้ คือ ในการเก็บตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์นั้น อาจเก็บตัวอย่างตรงบริเวณศูนย์กลางและขอบชิ้นงานในปริมาณที่ไม่เท่ากันทุกชิ้นทดสอบ ชิ้นทดสอบที่มีปริมาณตัวอย่างตรงบริเวณศูนย์กลางมากกว่า ย่อมมีการปลดปล่อยพลังงานออกมามากกว่า เพราะบริเวณนี้ถูกแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงมากกว่าบริเวณอื่น นอกจากนั้น ปริมาณของตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์น้อย ไม่เพียงพอที่เป็นตัวแทนชิ้นงาน BMA ทั้งก้อนสำหรับวิเคราะห์ในเชิงปริมาณของความร้อนที่ปลดปล่อยออกมาได้

เมื่อพิจารณาตำแหน่งอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมาสูงสุด จากรูปที่ 4.16 – 4.18 สามารถแบ่งออกเป็นสองช่วงหลัก ได้แก่ อุณหภูมิ 242.7 °C และ 453.7 °C ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe อุณหภูมิ 208.8 °C และ 441.0 °C สำหรับชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe และอุณหภูมิ 206.0 °C กับ 448.4 °C สำหรับชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe พบว่าการปลดปล่อยพลังงานออกมาในช่วงแรกของทั้งสามชิ้นงานที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 °C เป็นเพียงการคายพลังงานที่สะสมอยู่ภายในชิ้นงานเท่านั้น สอดคล้องกับผลการตรวจสอบหาสารประกอบด้วย XRD ที่ไม่พบสารประกอบใดเกิดขึ้น แต่เมื่อเทียบกับงานวิจัยของ S. Danchaiwijit [3] ที่ตรวจสอบคุณลักษณะทางความร้อนของชิ้นงาน Al – 1.0 at.%Fe ที่ผลิตด้วยกระบวนการ BMA จำนวน 750 รอบ พบว่ารูปแบบ รวมถึงตำแหน่งอุณหภูมิเริ่มเกิดขด และอุณหภูมิของขดสูงสุด ต่างกันกับงานวิจัยในครั้งนี้ โดยในงานวิจัย S. Danchaiwijit [3] มีอุณหภูมิเริ่มเกิดขดและขดสูงสุด 3 ส่วน ได้แก่ 1) อุณหภูมิเริ่มเกิดการตกตะกอนของสารประกอบเชิงโลหะ Al_6Fe ซึ่งเป็นสารประกอบกึ่งเสถียรที่ 286 °C และสูงสุดที่ 315 °C 2) อุณหภูมิเริ่มเกิดผลึกใหม่ของ sub grain ที่ 366 °C สูงสุดที่ 385 °C และ 3) อุณหภูมิเริ่มการตกตะกอนของสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ที่ 505 °C และสูงสุดที่ 517 °C ในงานวิจัยครั้งนี้ ไม่ปรากฏขดของสารประกอบเชิงโลหะ Al_6Fe เกิดขึ้น ทั้งสามชิ้นงาน แต่จากผลการตรวจวัด ด้วย XRD และวิเคราะห์ค่า lattice parameter พบว่ามีการละลายของเหล็กเกิดขึ้นจริง แสดงว่าปริมาณการละลายของเหล็กเข้าไปในชิ้นงาน BMA ทุกชิ้นงานยังคงน้อยอยู่ จึงทำให้ไม่สามารถตรวจพบได้ พบแต่ขดของสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ที่เริ่มเกิดขึ้นมาในช่วงอุณหภูมิ 383 ° – 413 °C และมีอุณหภูมิสูงสุดในช่วง 440 ° – 453 °C ของทั้งสามชิ้นงาน

L. Shaw และคณะ [16] สรุปการตกตะกอนออกมาของสารประกอบเชิงโลหะ Al_6Fe และ $Al_{13}Fe_4$ จากสารละลายของแข็งว่าเกิดขึ้นด้วยพลังงานก่อกำเนิดนิวเคลียส (nucleation energy) ที่มาจากพลังงานระหว่างพื้นผิว (interfacial energy) พลังงานความเครียดยืดหยุ่น (elastic strain energy) และ chemical free energy โดยสารประกอบที่เกิดขึ้นเหล่านี้มีลักษณะรูปร่างที่เป็นไปได้ทั้งแบบ equiaxe หรือ elongate จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน BMA อบที่ 520 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.20 – 4.23 พบว่ารูปร่างของสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ไม่ได้เป็นไปตามที่ L. Shaw และคณะกล่าวไว้ ซึ่งการเกิดสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ส่วนใหญ่จะเกิดรอบอนุภาคเหล็กเดิม แสดงว่าสารประกอบที่เกิดขึ้นในครั้งนี้นั้นส่วนใหญ่แล้วไม่ได้เกิดมาจากการตกตะกอนออกมา แต่เป็นการเกิดขึ้นโดยปฏิกิริยาในสภาวะของแข็ง [43] ระหว่างเนื้อพื้นอะลูมิเนียมและอนุภาคเหล็กเองเท่านั้น

5.3 สมบัติเชิงกลของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริงและชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน

สมบัติเชิงกลของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง (SPS) ดังแสดงอยู่ในตารางที่ 4.5 พบว่าค่าความเค้นคราก ความต้านแรงดึงสูงสุด และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวมีค่าต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกันเองระหว่าง ชิ้นงาน SPS – 1.0 และ 2.5 at.%Fe พบว่าให้ค่าความต้านแรงดึงสูงสุด ไม่แตกต่างกัน อยู่ในช่วง 48 – 49 MPa สาเหตุเนื่องมาจากชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่ำ เพียง 86 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี จากความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรงและความหนาแน่น [40] ดังสมการที่ 5.1 ซึ่งเป็นสมการกึ่งการทดลอง

$$\sigma = k\sigma_0\rho^m \quad 5.1$$

เมื่อ k , σ_0 เป็นค่าคงที่ และ m เป็นค่า exponential ขึ้นอยู่กับความหนาแน่น พบว่าปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อความแข็งแรงคือความหนาแน่น (ρ) เมื่อความหนาแน่นเพิ่มขึ้นทำให้ความแข็งแรง (σ) เพิ่มขึ้นตามแบบเอ็กซ์โปเนนท์ เมื่อเปรียบเทียบชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริงกับชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน ที่มีความหนาแน่นเฉลี่ยทุกชิ้นประมาณ 97 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี และมีความต้านแรงดึงสูงสุดอยู่ในช่วง 70 – 90 MPa ดังแสดงอยู่ในตารางที่ 4.6 พบว่าสอดคล้องกับสมการ 5.1 ความแข็งแรงของชิ้นงานเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น

ชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริงมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่ำ มีสาเหตุจาก ข้อจำกัดในกระบวนการประกอบด้วย แรงอัด และรูปทรงแม่พิมพ์ โดยที่รูปทรงของแม่พิมพ์กราฟไฟต์ มีพื้นที่หน้าตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ดังรูปในภาคผนวก ข ทำให้เวลาอัดด้วยแรงสูง เกิดการสะสมความเค้นเฉพาะจุดตรงบริเวณมุมทั้งสี่ของแม่พิมพ์สูงกว่าในบริเวณอื่น เป็นผลทำให้แม่พิมพ์แตกเร็ว ดังนั้นรูปทรงแม่พิมพ์จึงเป็นตัวกำหนดแรงอัดโดยปริยาย ในงานวิจัยครั้งนี้สามารถใช้แรงอัดสูงสุดได้ที่ 25 kN คิดเป็นความเค้น 50 MPa ต่างไปจากสมบัติเชิงกลของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อน ดังแสดงอยู่ในตารางที่ 4.6 ซึ่งมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่า อยู่ที่ ประมาณ 97 เปอร์เซ็นต์ทางทฤษฎี ความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงกว่านี้ เนื่องจากแรงอัดที่ใช้ในกระบวนการตีขึ้นรูปร้อนมีค่าสูงกว่ามากที่สุด 630 และ 530 kN คิดเป็น 654 และ 550 MPa ตามลำดับ เนื่องจากไม่มีปัญหาเรื่องแม่พิมพ์ จึงสามารถใช้แรงอัดได้สูงกว่า

นอกจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงขึ้นจะช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับชิ้นงานแล้ว ยังสังเกตได้ว่า ปริมาณของเหล็กที่ผสมอยู่ในชิ้นงานมีส่วนส่งเสริมให้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นด้วย โดยเฉพาะกับชิ้นงานตีขึ้นรูปรีด จากรูปที่ 4.37 พบว่าความต้านแรงดึงสูงสุด และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของชิ้นงานตีขึ้นรูปรีด มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็กที่ผสมอยู่ในชิ้นงาน ชิ้นงานตีขึ้นรูปรีดที่มีส่วนผสมเหล็ก 5.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าชิ้นงานตีขึ้นรูปรีดที่มีส่วนผสมเหล็ก 2.5 และ 1.0 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ตามลำดับ คาดว่าเป็นผลมาจากปริมาณสารประกอบเชิงโลหะที่มากกว่าในชิ้นงานที่มีส่วนผสมเหล็กเพิ่มขึ้น จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตีขึ้นรูปรีด พบว่าโครงสร้างจุลภาคประกอบด้วย สามเฟส คือ เนื้อพื้นอะลูมิเนียม เหล็ก และสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ที่เกิดขึ้นบริเวณรอบอนุภาคเหล็ก แสดงดังรูปที่ 4.32 – 4.35 ลักษณะเช่นนี้ทำให้ชิ้นงานตีขึ้นรูปรีด มีลักษณะเหมือนกับวัสดุผสม (composite material) ที่มีการเสริมแรงด้วยอนุภาค (particulate reinforcement) โดยทั่วไปความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นในวัสดุผสม มีสาเหตุจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่ต่างกันของเนื้อพื้นและอนุภาคเสริมแรง ทำให้เกิดความเค้นจากความร้อน (thermal stress) ขึ้นในบริเวณรอบอนุภาคเสริมแรงขณะเย็นตัว ความเค้นที่เกิดขึ้นนี้ทำให้เนื้อพื้นเกิดการแปรรูป และมีความหนาแน่นของดิสโลเคชันในบริเวณนั้นสูงขึ้น นำไปสู่การเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุผสม [44] ดังนั้นชิ้นงานตีขึ้นรูปรีดที่มีปริมาณสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ สูง ให้ความแข็งแรงที่สูงกว่าชิ้นงานที่มีปริมาณสารประกอบเชิงโลหะ $Al_{13}Fe_4$ ต่ำ ดังแสดงในรูปที่ 4.39

นอกจากความแข็งแรงที่ขึ้นอยู่กับความหนาแน่นแล้ว เปอร์เซ็นต์การยืดตัวของชิ้นงานขึ้นอยู่กับความหนาแน่นด้วย [40] ดังนั้นชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริงมีความหนาแน่นต่ำจึงให้เปอร์เซ็นต์การยืดตัวที่ต่ำตามไปด้วย ส่วนชิ้นงานตีขึ้นรูปรีดมีความหนาแน่นสูงกว่าชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอริง แต่ยังคงให้เปอร์เซ็นต์การยืดตัวที่ต่ำ มีค่าไม่เกิน 3 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับโลหะผสมอะลูมิเนียมทั่วไปที่ขึ้นรูปเย็นมา อย่างเช่น อะลูมิเนียม เกรด 1100 – H12 ที่มีเปอร์เซ็นต์การยืดตัวเท่ากับ 12 เปอร์เซ็นต์ คาดว่าในขั้นตอนการตีขึ้นรูปไม่มีการควบคุมบรรยากาศให้เป็น reducing atmosphere ทำให้ฟิล์มออกไซด์ที่อยู่ภายในชิ้นงาน green compact ระหว่างอบก่อนที่จะตีขึ้นรูปรีด ไม่ถูกกำจัดออกไป เป็นผลให้ชิ้นงานตีขึ้นรูปรีดมีเปอร์เซ็นต์การยืดตัวต่ำ

บทที่ 6

สรุปผลการทดลอง

1. กระบวนการ BMA สามารถทำให้เกิดการละลายของเหล็ก เป็นสารละลายของแข็งใน โลหะพื้น อะลูมิเนียมได้
2. ผลตรวจสอบ XRD และคำนวณค่า lattice parameter ของชิ้นงาน BMA ทุกชิ้นนำไปเปรียบเทียบกับกราฟต้นแบบ เหล็กสามารถละลายเข้าไปใน โลหะพื้นอะลูมิเนียม ได้ 0.86 0.60 และ 0.27 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม สำหรับชิ้นงาน BMA – 1.0 2.5 และ 5.0 at.%Fe ตามลำดับ
3. การคำนวณความเครียดจุลภาค จากผล XRD ที่แสดงด้วยความชันในกราฟ Williamson – Hall ของ ชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีค่าสูงที่สุด ที่ 0.0956 รองลงมาคือ ชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe มีค่าเท่ากับ 0.0768 และ 0.0737 ตามลำดับ
4. ขนาดผลึกที่ได้จากการคำนวณ ตามสมการ Scherrer ในชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe มีขนาดผลึกเล็กที่สุด เท่ากับ 88.30 นาโนเมตร ส่วนชิ้นงาน BMA – 2.5 และ 5.0 at.%Fe มีขนาดผลึกเท่ากับ 102.41 และ 102.46 นาโนเมตร ตามลำดับ
5. จากผลวิเคราะห์ DTA และ XRD ในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 300 °C ชิ้นงาน BMA ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างจุลภาค มีเพียงการคายพลังงานที่สะสมไว้จากการแปรรูปถาวรซ้ำ ๆ และ ชิ้นงาน BMA ทั้งสามส่วนผสมเริ่มเกิดสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 ขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 383 ° – 413 °C โดยปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมและเหล็กในสถานะของแข็ง
6. ความแข็งแรงของชิ้นงานสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริงมีค่าต่ำเนื่องจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ต่ำ
7. ความแข็งแรงของชิ้นงานตีขึ้นรูปร้อนมีค่าสูงเนื่องจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงขึ้น

8. ชีงงานตีขึ้นรูปร้อนเกิดสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4 มากขึ้นตามปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้นในชีงงาน และความแข็งแรงเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารประกอบเชิงโลหะ Al_3Fe_4

ข้อเสนอแนะสำหรับการทดลองในอนาคต

1. ทำการกลับด้านชีงงาน BMA เป็นมุม 90° เพื่อทำให้เกิดการแปรรูปถาวรอย่างทั่วถึงทั้งชีงงาน
2. ลดแรงกระทำจากพันธ compaction ลง และเพิ่มแรงกระทำจากพันธ extrusion ให้สูงขึ้น โดยไม่ทำให้เกิดระยะติดลบ เมื่อเครื่องปล่อยพันธ extrusion ลงมา
3. ทำการอัดให้แน่นด้วยวิธีอื่น เช่น การอัดขึ้นรูปร้อน (hot extrusion) เป็นต้น



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

1. T. Aizawa and K. Kondoh. Nano-structured materials via bulk mechanical alloying. Scripta Materialia 44 (2001): 1751 – 1755
2. Tachai Luangvaranunt. Solid State Recycle Processing of Light Alloys and Their Evaluation. Doctoral dissertation, Department of Metallurgy, University of Tokyo, 2003.
3. S. Danchaivijit, T. Mukai and T. Aizawa. Thermal Stability of Nanostructured Al-1 at.%Fe Alloy Produced by Bulk Mechanical Alloying. Japan: 2003. (Unpublished Manuscript)
4. C. Suryanarayana, E. Ivanov and V. V. Boldyrev. The science and technology of mechanical alloying. Materials Science and Engineering A304-306 (2001): 151 – 158
5. H. J. Fecht. Nanostructure formation by mechanical attrition. NanoStructured Materials 6 (1995): 33 – 42
6. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. Progress in Materials Science 45 (2000): 103 – 189
7. M. Zawrah and L. Shaw. Microstructure and hardness of nanostructured Al-Fe-Cr-Ti alloys through mechanical alloying. Materials science and Engineering A355 (2003): 37 – 49
8. D. K. Mukhopadhyay, C. Suryanarayana and F. H. Froes. Structural evolution in mechanically alloyed Al – Fe powders. Metallurgical and Materials Transactions A 26A (1995): 1939 – 1946
9. B. Badan, M. Magrini and A. Zambon. Al-Fe solid solutions in alloys obtained by melt spinning. Scripta Materialia 35 (1996): 13 – 16

10. O. N. Senkov, F. H. Froes, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev and J. Liu. Microstructure of aluminum-iron alloys subjected to severe plastic deformation. Scripta Materialia 38 (1998): 1511 – 1516
11. V. V. Stolyarov, R. Lapovok, I. G. Brodova and P. F. Thomson. Ultrafine-grained Al–5 wt.% Fe alloy processed by ECAP with backpressure. Materials Science and Engineering A357 (2003): 159-167
12. T. Mukai, S. Suresh, K. Kita, H. Sasaki, N. Kobayashi, K. Higashi and A. Inoue. Nanostructured Al–Fe alloys produced by e-beam deposition: Static and dynamic tensile properties. Acta Materialia 51 (2003): 4197 – 4208
13. B. Huang, K. N. Ishihara and P. H. Shingu. Metastable phases of Al–Fe system by mechanical alloying. Materials Science and Engineering A231 (1997): 72 – 79
14. T. Aizawa and K. Tokumitsu. Bulk mechanical alloying for productive processing of functional alloys. Materials Science Forum 312 – 314 (1999): 13 – 22
15. C. C. Koch. Synthesis of Nanostructured Materials by mechanical milling: Problems and opportunities. NanoStructured Materials 9 (1997): 13 – 22
16. L. Shaw, H. Luo, J. Villegas and D. Miracle. Thermal stability of nanostructured $\text{Al}_3\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ alloys prepared via mechanical alloying. Acta Materialia 51 (2003): 2647 – 2663
17. E. Bonetti, L. Pasquini and E. Sampaolesi. The influence of grain size on the mechanical properties of nanocrystalline aluminium. NanoStructured Materials 9 (1997): 611 – 614
18. J. S. Benjamin and T. E. Volin. The mechanism of mechanical alloying. Metallurgical Transactions 5 (1974): 1929 – 1934
19. T. Aizawa and J. Kihara. Fabrication of Ni-sheathed nickel aluminide wires from mechanically alloyed precursors. Materials Science and Engineering A239-240 (1997): 522-531

20. C. Suryanarayana. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science 46 (2000): 1 – 184
21. T. Aizawa, T. Kuji and H. Nakano. Synthesis of Mg₂Ni alloy by bulk mechanical alloying. Journal of Alloys and Compounds 291 (1999): 248-253
22. X. Huang and T. Mashimo. Metastable BCC and FCC alloy bulk bodies in Fe-Cu system prepared by mechanical alloying and shock compression. Journal of Alloys and Compounds 288 (1999): 299 – 305
23. Y. Minamino, Y. Koizumi, N. Tsuji, N. Hirohata, K. Mizuuchi and Y. Ohkanda. Microstructures and mechanical properties of bulk nanocrystalline Fe-Al-C alloys made by mechanically alloying with subsequent spark plasma sintering. Science and Technology of Advanced Materials 5 (2004): 133 – 143
24. H. Okamoto. ed. Monograph series on alloy phase diagrams. Vol. 9: Phase diagrams of binary iron alloys. 1st ed. OH: ASM International, 1993.
25. J. R. Davis. Metals Handbook. desk edition, 2 nd ed, ASM, 1998 pp. 88-95
26. F. H. Froes, C. Suryanarayana, K. Russell and C. G. Li. Synthesis of intermetallics by mechanical alloying. Materials Science and Engineering A192-193 (1995): 612 – 623
27. C. Suryanarayana. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science 46 (2000): 1 –184. Cited in C. Suryanarayana, F. H. Froes. J. Mater. Res. 5 (1990): 1880 – 1886
28. C. Suryanarayana. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science 46 (2000): 1 –184. Cited in R. B. Schwarz, R. R. Petrich and C. K. Saw. J. Non-Crystalline Solids 76 (1985): 281 – 302
29. T. F. Grigorieva, A. P. Barinova, V. V. Boldyrev and E. Yu. Ivanov. The influence of structural relationship on extended solid solubility at mechanical alloying. Solid State Ionics 101-103 (1997): 17 – 24

30. T. Klassen, U. Herr and R. S. Averback. Ball milling of systems with positive heat of mixing: Effect of temperature in Ag-Cu. Acta Materialia 45 (1997): 2921 – 2930
31. Y. Zou, K. Kusabiraki and S. Saji. Effect of Ni addition on formation of amorphous and nanocrystalline phase during mechanical alloying of Al-25 at.%Fe-(5,10) at.%Ni powders. Materials Research Bulletin 37 (2002): 1307 – 1313
32. R. B. Schwarz. Introduction to the viewpoint set on: Mechanical alloying. Scripta Materialia. 34 (1996): 1 – 4
33. E. Ma. Amorphization in mechanically driven material systems. Scripta Materialia 49 (2003): 941 – 946
34. C. Suryanarayana. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science 46 (2000): 1-184. Cited in H. Bakker. In: Enthalpies in alloys – Miedema's semi-empirical model. Zuerich, Switzerland: Trans Tech Publication, 1998 (vol. 1 of Materials Science Foundations).
35. Y. Zou, S. Saji and K. Kusabiraki. Fast amorphization and crystallization in Al-Fe binary system by high-energy ball milling. Materials Research Bulletin 37 (2002): 123 – 131
36. H. P. Klug and L. E. Alexander. X – Ray Diffraction Procedures For Polycrystalline and Amorphous Materials. John Wiley & Sons, 1954.
37. B.D Cullity and S.R Stock. Elements of X-Ray Diffraction. 3rd ed. Prentice Hall: Pearson Education International, 2001.
38. B. E. Warren. X – Ray Diffraction. Addison – Wesley Publishing Company, 1969
39. D. Brandon and W. D. Kaplan. Microstructural Characterization of Materials. John Wiley & Sons, 1999.

40. Randall M. German. Powder Metallurgy Science. Metal Powder Industries Federation, NJ: Princeton, 1984
41. C. R. Brooks and A. Choudhury. Metallurgical Failure Analysis. McGraw-Hill, Inc., 1993
42. O. Kobayashi, T. Aizawa and J. Kihara. High speed, Bulk mechanical alloying of Cu /Ag / Co systems. Materials Transactions, JIM vol. 37, No.9 (1996): 1497 - 1504
43. J. M. Lee, S. B. Kang, T. Sato, H. Tezuka and A. Kamio. Evolution of iron aluminide in Al/Fe in situ composites fabricated by plasma synthesis method. Materials Science and Engineering A362 (2003): 257-263
44. F. L. Matthews and R. D. Rawlings. Composite Materials: Engineering and Science. 1 st ed. Chapman & Hall, 1994.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

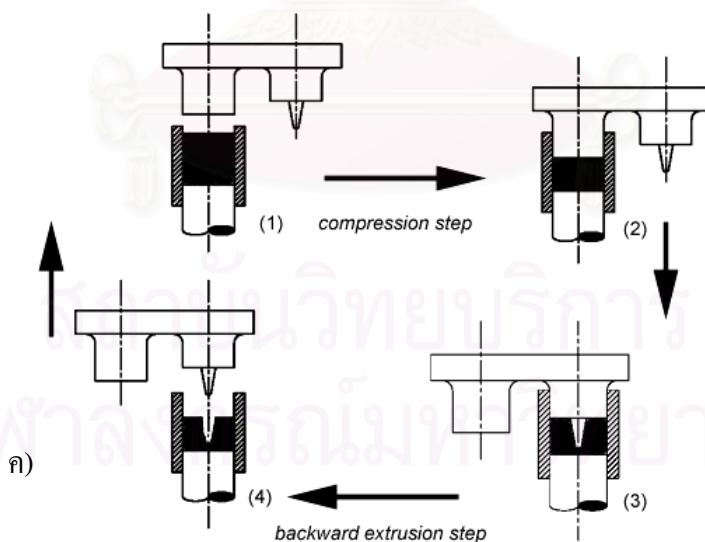
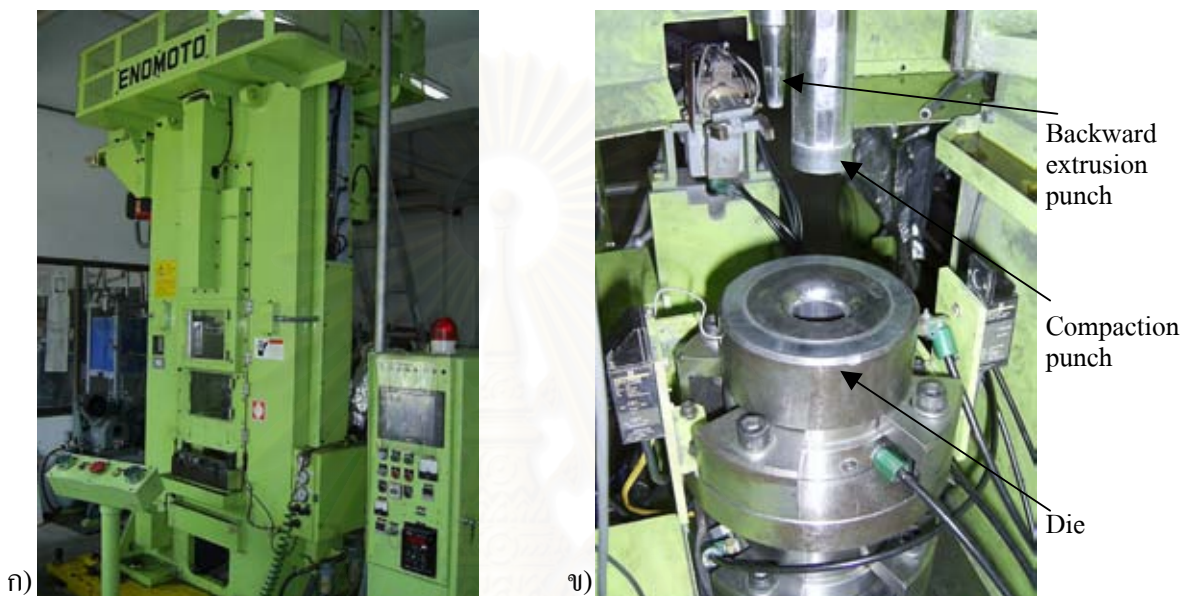


ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

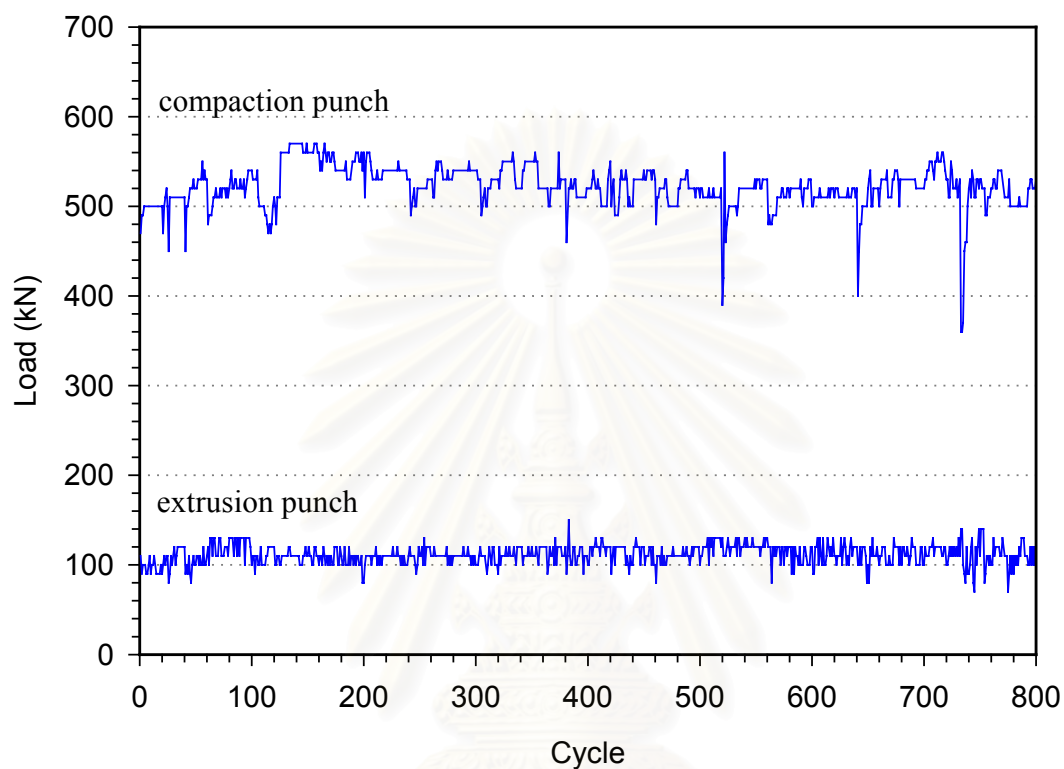
ภาคผนวก ก

รูปและขั้นตอนการทำงานของเครื่อง BMA



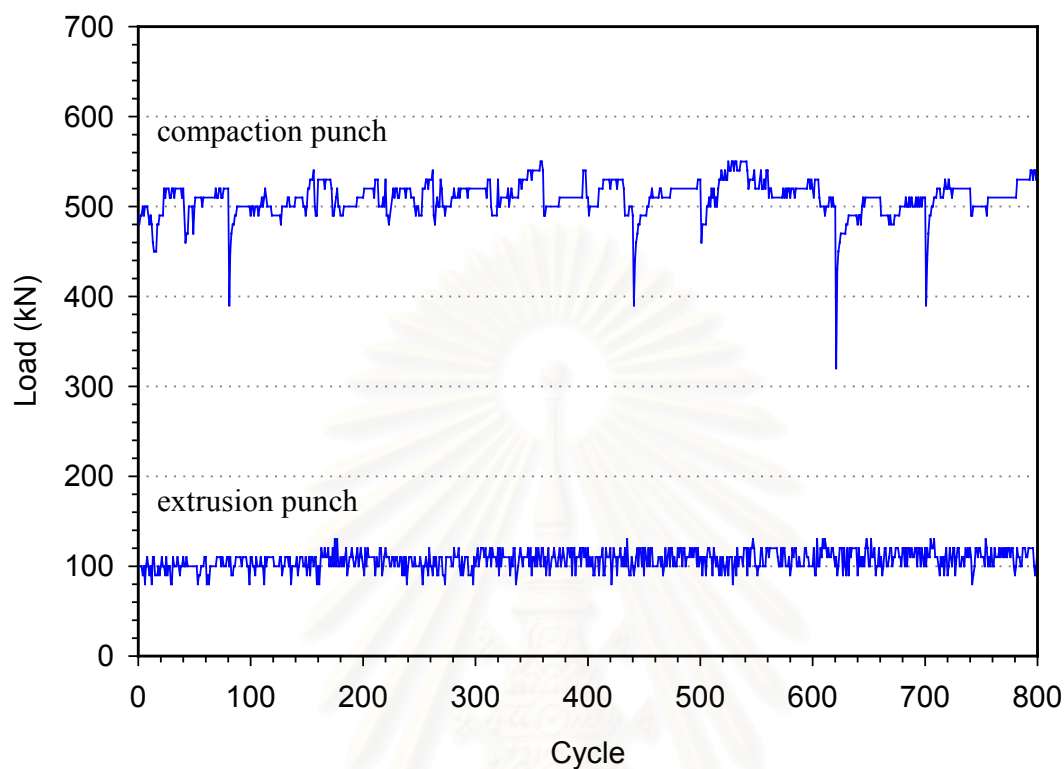
รูปที่ ก.1 เครื่อง BMA และขั้นตอนการทำงาน ก) เครื่อง BMA ข) ชุด 펀ชและแม่พิมพ์
 ค) ขั้นตอนการทำงาน (ขั้นที่ (1) – (4) เท่ากับ 1 รอบ)

กราฟบันทึกแรงกระทำระหว่างกระบวนการ BMA 800 รอบ



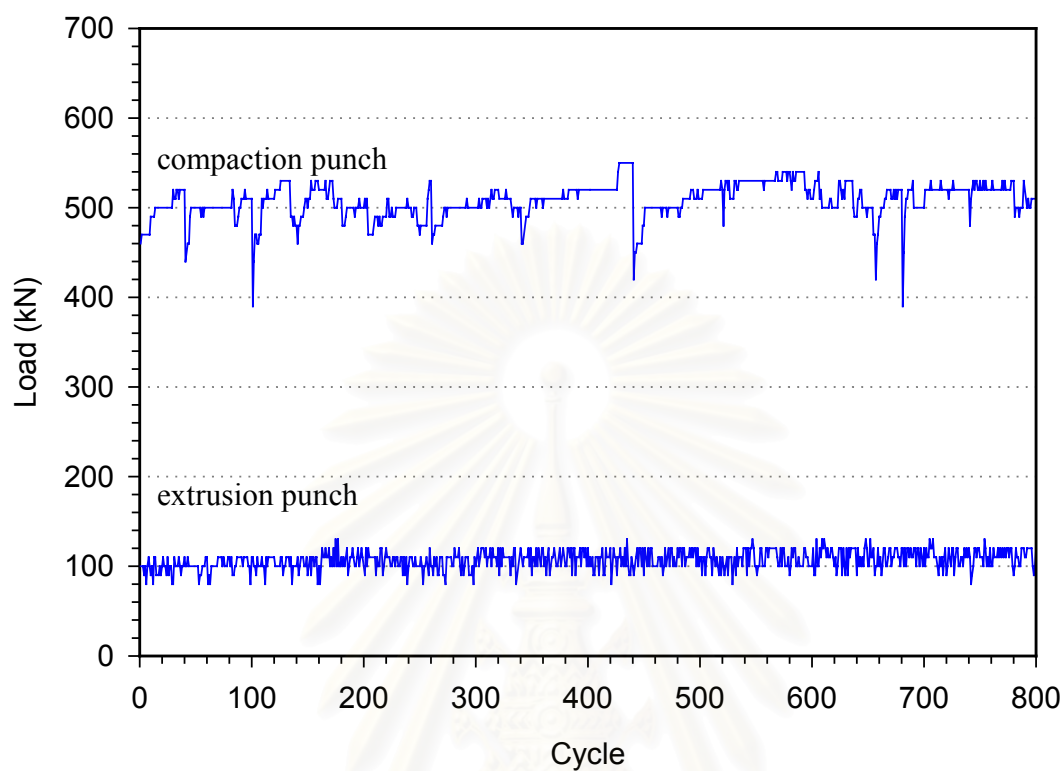
รูปที่ ก.2 แรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe ตลอดกระบวนการ เส้นบนแรงกระทำจากพUNCH compaction เส้นล่างแรงกระทำจากพUNCH extrusion

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ ก.3 แรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 2.5 at.%Fe ตลอดกระบวนการ เส้นบนแรงกระทำจากพUNCH compaction เส้นล่างแรงกระทำจากพUNCH extrusion

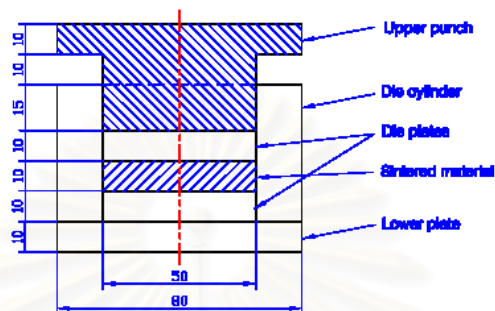
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



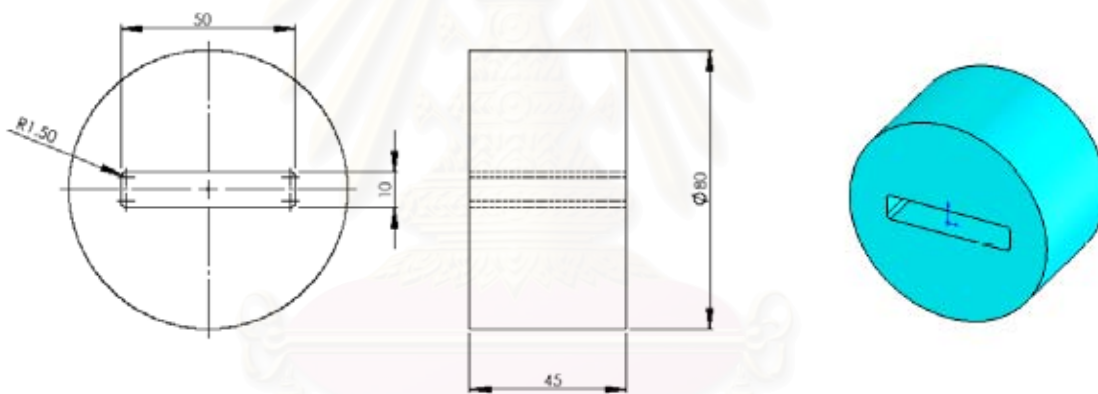
รูปที่ ก.4 แรงกระทำที่เกิดขึ้นกับชิ้นงาน BMA – 5.0 at.%Fe ตลอดกระบวนการ เส้นบนแรงกระทำจากพunch compaction เส้นล่างแรงกระทำจากพunch extrusion

ภาคผนวก ข

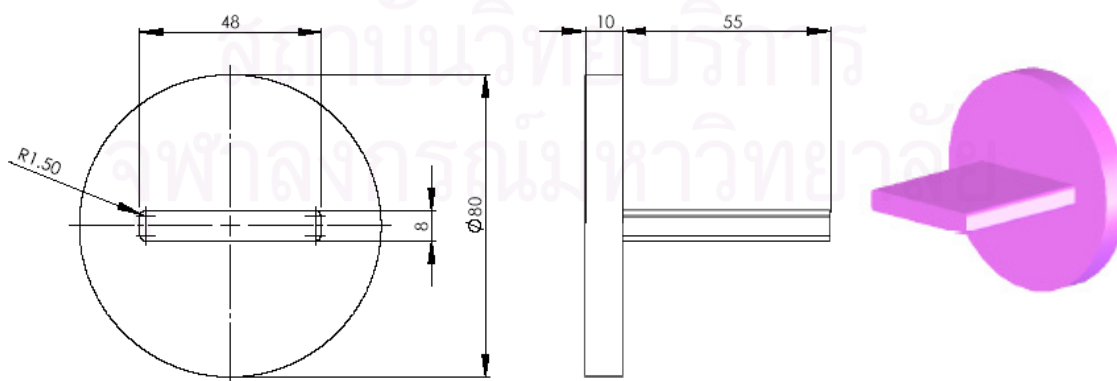
รูปร่างชุดแม่พิมพ์สปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง



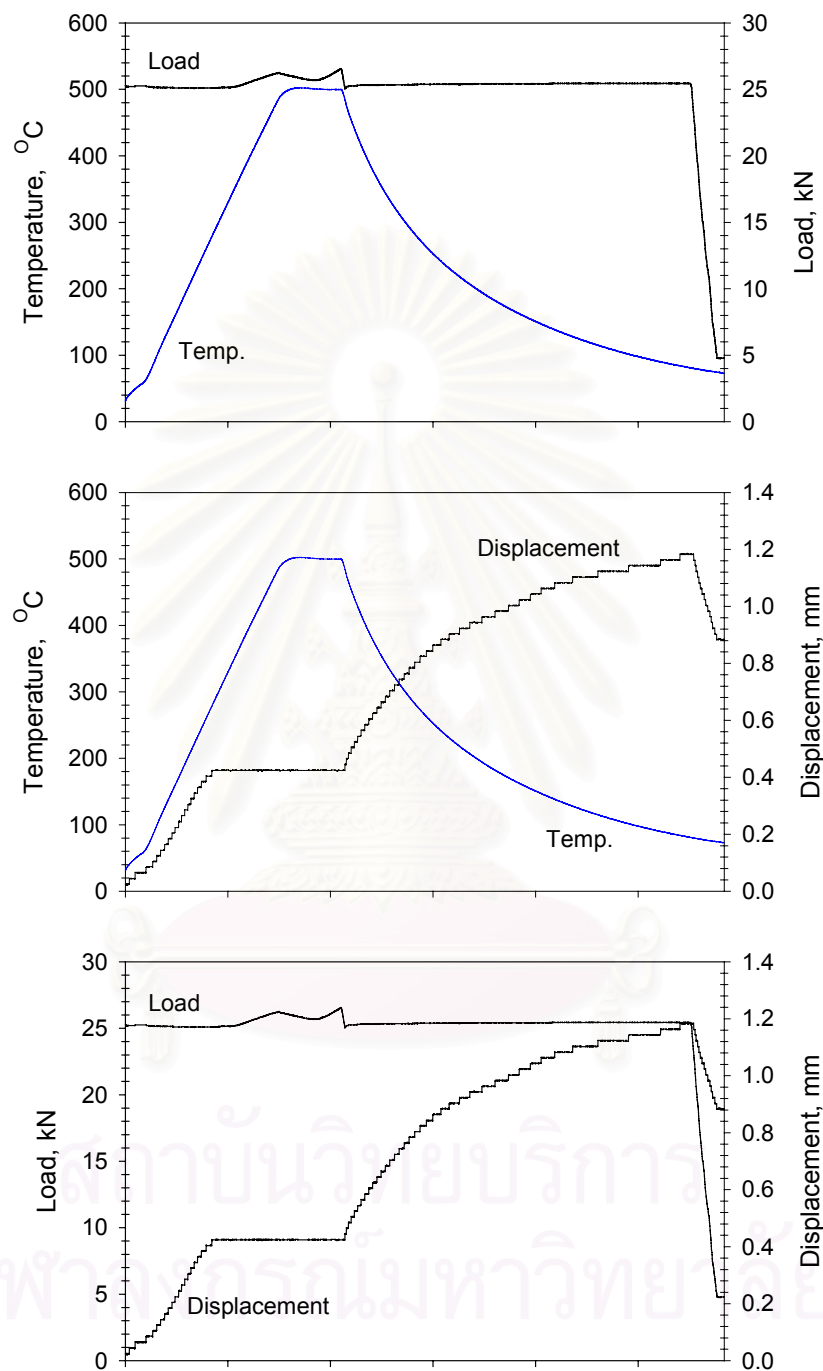
รูปที่ ข.1 ชุดแม่พิมพ์สำหรับกระบวนการสปาร์กพลาสมาซินเทอร์ริง หน่วย: มิลลิเมตร



รูปที่ ข.2 Die cylinder หน่วย: มิลลิเมตร



รูปที่ ข.3 Upper punch หน่วย: มิลลิเมตร



รูปที่ ข.4 ตัวแทนแสดงการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ แรง และระยะหดตัวระหว่างกระบวนการขึ้นเทอริง
ของชิ้นงาน BMA – 1.0 at.%Fe

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก.1 สภาวะแรงที่เหมาะสมสำหรับการตีขึ้นรูปรีออน

Forging condition of pure Al powder						
Specimen no.	Compaction (%)		Load (\varnothing Die:35.00 mm) kN (MPa)		Lower limit	Height (mm)
	1 st	2 nd	1 st	2 nd		
1	40	30	630 (654)	800 (831)	10	10.62
2	35	25	650 (675)	750 (779)	10	10.75
3	30	20	650 (675)	550 (571)	10	10.78
4	30	20	630 (654)	780 (810)	10	10.78
5	25	20	630 (654)	410 (426)	10	12.45

จากตาราง ก.1 พบว่าแรงอัดครั้งแรกจาก compaction ที่ 35 และ 30 เปอร์เซ็นต์ ในชิ้นงานที่ 2 และ 3 ให้แรงกระทำกับชิ้นงานไม่แตกต่างกัน และเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ 4 พบว่าแรงอัดลดลงเล็กน้อย ดังนั้นแรงอัดครั้งแรกจึงเลือกที่ 30 เปอร์เซ็นต์ สำหรับแรงอัดครั้งที่สองพิจารณาต่อเนื่องจากแรงอัดในครั้งแรก ระหว่างชิ้นงาน 3 และ 4 จาก เปอร์เซ็นต์ compaction เดียวกันที่ 20 เปอร์เซ็นต์ ปรากฏว่าแรงอัดที่กระทำกับชิ้นงาน มีค่าแตกต่างกันมากถึง 780 กับ 550 kN และเมื่อพิจารณาชิ้นงานที่ 2 ซึ่งใช้ compaction ที่ 25 เปอร์เซ็นต์ กลับให้แรงอัดที่ 750 kN ต่ำกว่าของชิ้นงานที่ 4 ดังนั้นจึงเลือกแรงอัดในครั้งที่สองเท่ากับ 20 เปอร์เซ็นต์

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นาย ทศพล ตีร์จุริราภาพงศ์ เกิดเมื่อวันที่ 31 ตุลาคม พ.ศ. 2522 เข้าศึกษาระดับอุดมศึกษาที่ สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี เมื่อปี พ.ศ. 2541 และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาบัณฑิต ปีการศึกษา 2545 จากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2545



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย