



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลมในระยะเริ่มต้นในกระบวนการผลิต
โลหะกึ่งของแข็งแบบรีโอแคสติง

โดย

ผศ.ดร. เจษฎา วรรณสินธุ์

12 กันยายน 2554

สัญญาเลขที่ MRG5280215

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลมในระยะเริ่มต้นในกระบวนการผลิต
โลหะทิ้งของแข็งแบบรีโอแคสติง

โดย

ผศ.ดร. เจษฎา วรรณสินธุ์

ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ:MRG5280215

ชื่อโครงการ:การเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลมในระยะเริ่มต้นในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งแบบรีโอแคสติง

ชื่อนักวิจัย:ผศ.ดร. เจษฎา วรรณสินธุ์

หน่วยงาน:ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุคณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

อีเมล:jessada.w@psu.ac.th

ระยะเวลาโครงการ: มีนาคม2552ถึง สิงหาคม 2554

ในปัจจุบันกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งมีการนำมาใช้ในอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง เพื่อให้มีประสิทธิภาพในการขึ้นรูป การเข้าใจถึงการเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลมจึงมีความสำคัญมาก จากงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการนำเสนอกลไกการเกิดเกรนก่อนกลมในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งออกมามากมาย คือ เกิดจากการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกันและการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงศึกษากลไกการเกิดเกรนก่อนกลมในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกระบวนการ Rapid Quenching Method โดยทำการจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 1 5 10 12 15 20 30 35 40 และ 45 วินาทีพบว่า ที่เวลาในการปล่อยฟองแก๊สเป็นเวลา 5 – 10 วินาที จะเกิดอนุภาคขนาดเล็กกระจายอยู่ในน้ำโลหะ เนื่องจากบางบริเวณในน้ำโลหะมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลว จึงเกิดการหลอมของอนุภาคไปบางส่วนเมื่อปล่อยฟองแก๊สเป็นเวลา 10 – 15 วินาที จะมีจำนวนของอนุภาคของแข็งเพิ่มสูงขึ้น และมีขนาดอนุภาคเล็กลง เนื่องจากกลไกการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์ จากกลไกการหลอมบริเวณโคน และเมื่อเวลาในการปล่อยฟองแก๊สเพิ่มสูงขึ้น อนุภาคจะเกิดการเชื่อมกัน ทำให้จำนวนเกรนก่อนกลมลดน้อยลงอีกทั้งยังได้ศึกษาถึงอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ คืออุณหภูมิของแท่งแกรไฟต์ 100 200 300 และ 400°C ก่อนการจุ่มเพื่อปล่อยฟองแก๊ส พบว่า ที่อุณหภูมิแท่งแกรไฟต์ 100°C จะทำให้เกิดอนุภาคของแข็งสูงเนื่องเมื่ออุณหภูมิแท่งแกรไฟต์สูงจะเกิดการสร้างเกรนน้อยและมีการหลอมกลับของเกรนของแข็งมากขึ้น การเพิ่ม Cooling และความดันในการปล่อยแก๊สจะทำให้เกิดอนุภาคของแข็งเพิ่มขึ้นการเติม TiB_2 จะทำให้อนุภาคของแข็งมีขนาดเล็กลงและมีลักษณะกลมมากขึ้น เนื่องจากกระบวนการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน และกระจายอยู่ในน้ำโลหะด้วยกระบวนการพา

คำหลัก: โลหะกึ่งของแข็งของเหลว; รีโอแคสติง; กระบวนการปล่อยฟองแก๊ส; วิวัฒนาการโครงสร้างจุลภาค; สัดส่วนของแข็ง

Abstract

Project Code :MRG5280215

Project Title :Early Stages of Globular Grain Formation in a Rheocasting Process

Investigator :Assistant Professor Dr. JessadaWannasin

Department of Mining and Materials Engineering, Faculty of Engineering

Prince of SongklaUniversity

E-mail Address :jessada.w@psu.ac.th

Project Period :March 2009 – August 2011

Semi-solid metal processing has been applied widely in the industry for many years. To obtain the most of its potential, it is important to have a more efficient and effective semi-solid metal formation process. Two theories are often proposed by many researchers: copious nucleation and fragmentation. In order to understand of the formation mechanism, it is important to study the microstructure evolution at the early stages. This research has developed an experimental apparatus that can capture the grain structure at different times at the early stages to understand how the semi-solid structure evolves. In this technique, semi-solid slurry is produced by injecting fine gas bubbles into the melt through a graphite diffuser during solidification. Then, a copper quenching mold is used to draw some semi-solid slurry into a thin channel. The semi-solid slurry is then rapidly frozen in the channel giving the microstructure of the slurry at the desired time. Samples of semi-solid A356 aluminum alloy are taken at different gas injection times of 1, 5, 10, 12, 15, 20, 30, 35, 40 and 45 seconds. Analysis of the microstructure suggests that the fragmentation by remelting mechanism may be responsible for the formation of globular structure in this rheocasting process. A study was conducted at different graphite temperatures of 100, 200, 300 and 400°C. It was shown that with the graphite temperature of 100°C, the number of solid particles increases. This is because with high graphite temperatures the grain formation rate was low and the formed solid grains may be remelted more. The increase of gas pressure and cooling level also increased the number of solid particles. TiB₂ additions resulted in the formation of smaller particles and nearly spherical particles by increasing heterogeneous nucleation in the melt.

Keywords : semi-solid metal, rheocasting, rapid quenching method, microstructure evolution, solid fraction

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)
ทุนเพิ่มขีดความสามารถด้านการวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ (MRG5280215)

1. ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลมในระยะเริ่มต้นในกระบวนการผลิต
โลหะทิ้งของแข็งแบบรีโอแคสติง
(ภาษาอังกฤษ) Early Stages of Globular Grain Formation in a Rheocasting Process

2. หัวหน้าโครงการ เจษฎา วรรณสินธุ์
(Jessada Wannasin)

คุณวุฒิ ปริญญาเอก (Ph.D.)

ตำแหน่ง อาจารย์

หน่วยงานที่สังกัด ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

โทรศัพท์ (074)287-312

Email jessada.w@psu.ac.th, wjessada@eng.psu.ac.th

3. หลักการและเหตุผลของงานวิจัย

Several aluminum parts are being used in the automotive, electronic, sporting, medical, construction and agricultural applications. These parts are generally produced in a large quantity by the high pressure die casting process. The process involves injecting liquid aluminum into a steel die at high pressures, Fig. 1a. Typically, the metal stream “sprays” into the die cavity causing metal reaction and air entrapment inside the castings, Fig. 1c. The final parts, therefore, have a structure which is full of gas bubbles and oxide inclusions, Fig. 1b. The use of pressure die casting for structural parts is therefore restricted because the castings are limited in strength by high internal porosity and planes of additional weakness caused by oxide films, and the presence of these defects prevents any subsequent strength benefit from heat treatment. In addition, pressure die casting parts typically cannot be machined, anodized, and welded because of the defects [1]. To solve these issues, a new approach called semi-solid metal (SSM) processing has been developed and applied in the industry.

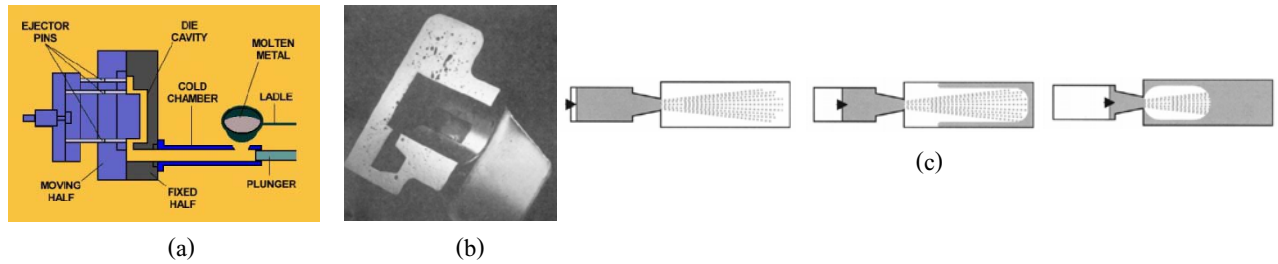


Figure 1. Schematic of a conventional high pressure die casting (a) [2], typical air bubbles under the casting surface (b) [1], and the spraying behavior of the metal stream during filling (c) [3].

In SSM processing, the structure of the liquid metal is modified by introducing some convection during cooling so that the liquid metal becomes a “slurry” with the solid phase consisting of many small grains in globular or non-dendritic shape in suspension in the liquid metal, Fig. 2b. The SSM slurry obtained can flow homogeneously with higher viscosity than liquid metal, Fig. 2c. With the higher viscosity, less turbulent flow is obtained during the mold filling, thereby producing high quality parts by minimizing the entrapment of air and oxide inclusions. The higher quality consequently gives the parts higher mechanical properties and allows the parts to be heat treated, machined, anodized, and welded. In addition to higher part quality, the production cost of parts produced by an SSM process is lower than those produced by conventional liquid pressure die casting because of the higher productivity and longer die life [5]. UBE Machineries, Inc estimates the total cost saving of a 5-kg casting part to be approximately 12% [4].

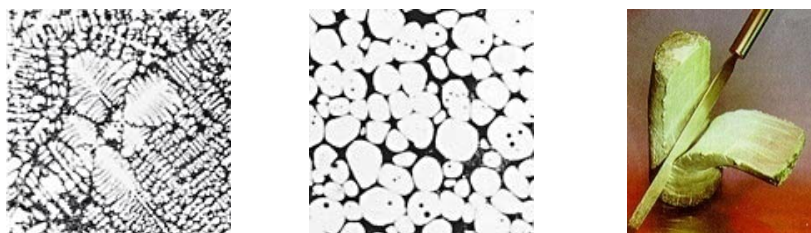


Figure 2. “Dendritic” structure of conventional die casting parts (a), semi-solid metal structure (b), and the famous flow behavior of semi-solid metal (c) [6].

Early exploitation of the semi-solid nature of the metal has been by “thixocasting” [7]. This process involves electromagnetically stirring the liquid metal to form fine equiaxed or rosette microstructure and direct-chill casting into cylindrical-shaped billets. The billets are then sold to casting plants where they will be cut into pieces, reheated to a semi-solid temperature range, and formed into parts. High quality parts with high mechanical properties are achieved with the process. However, the costs of the aluminum billets, reheating system, and forming machines are prohibitive. Semi-solid metal processing using the thixocasting approach has, therefore, been very limited to niche applications where quality requirements exceed cost concerns.

In the past 5 years, however, the interests in SSM processing has been renewed by a new approach called “rheocasting” with a potential for a wider range of applications in die casting and lower costs. In this process, the SSM is prepared in-house just before casting. So, the process uses normal aluminum ingots as already used in conventional die casting, thereby eliminating the need for high-cost billets. In addition, the equipment costs are lower than those used in thixocasting.

Today, several processes are being developed or applied [8]. These processes include the New Rheo Casting process (NRC™), see Figure 3, the Sub Liquidus Casting (SLC™), see Figure 4, the Slurry-On-Demand process, the Honda process, the Semi-Solid Rheocasting (SSR™), see Figure 5., and the Gas Induced Semi-Solid Process (GISS), see Figure 6. Although these processes have good potential for commercial applications, none of them is being widely applied in the die casting industry.

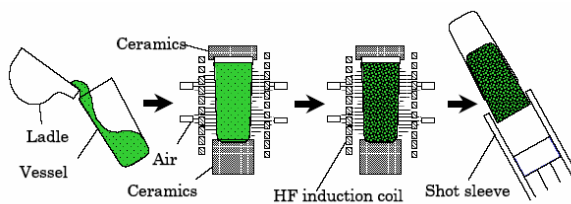


Figure 3. Process description of the NRC™ process.

[4]

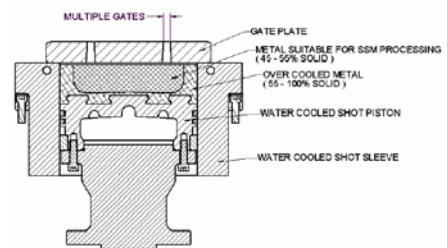


Figure 4, Process description of the SLC™ process.

[8]

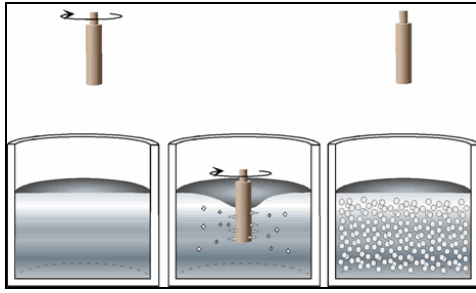


Figure 5. Process description of the SSRTM process. [9]

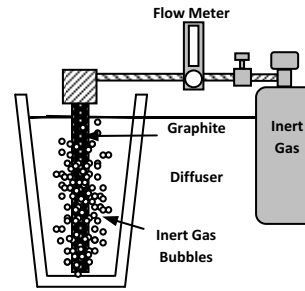


Figure 6. The schematic of the Gas Induced Semi-Solid Process (GISS) [10].

The success of the semi-solid metal technology in the aluminum casting industry depends on the success of these rheocasting processes. A successful rheocasting process needs to have the ability to control the quality of the slurry during the production and the efficiency of the process to produce semi-solid metal in a short time with homogeneous and globular microstructure. To achieve the microstructure efficiently, it is important to understand how the globular microstructure is formed during the rheocasting processes. In literature, it is well accepted that the globular microstructure is obtained when a large number of solid grains are created during the early stages of a rheocasting process [7]. However, it is still unclear how the large number of solid grains is formed. This research project aims to obtain the experimental data of the microstructure evolution at the early stages of the formation using the a rapid quenching mold previously developed in the TRF project (MRG4980110) to better understand the formation mechanism of globular microstructure in a rheocasting process, and, consequently, to allow better control and efficient production of semi-solid metal.

4. วัตถุประสงค์

- 1) To investigate the microstructure evolution of the globular grains at the early stages of the solidification using the rapid quenching mold technique.
- 2) To investigate the effects of cooling conditions, convection levels, and grain refiner levels on the early stages of grain evolution.
- 3) To establish a theory of the formation mechanism of a rheocasting process using the data obtained from the microstructure evolution.

เนื่อหางานวิจัย

บทนำ

โครงสร้างโลหะที่เหมาะสมกับกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งนั้นถูกค้นพบเป็นครั้งแรกในช่วงต้นปี 1970 โดย Spencer และ Flemings ที่สถาบันเทคโนโลยีแห่งรัฐแมสซาชูเซตส์ (Massachusetts Institute of Technology) พวกเขาค้นพบว่าเมื่อโลหะผสมที่กำลังแข็งตัวถูกกวนเชิงกล (Mechanically Stirred) ในขณะที่มีอุณหภูมิอยู่ในช่วงของแข็ง-ของเหลว โครงสร้างเกรนที่ได้จะไม่เป็นแบบกิ่งไม้ (Dendrite) แต่จะได้โครงสร้างเกรนแบบก้อนกลม (Spheroidal grain) แทน โลหะกึ่งของแข็งที่ไม่มีโครงสร้างเกรนกิ่งไม้นี้ทำให้เกิดผลประโยชน์หลายอย่างในกระบวนการผลิต เช่น ในขณะหล่อลงในเบ้าจะลดการเกิดกับดักอากาศ (Air Entrapment) ช่วยลดการเกิดโพรงหดตัวในตอนสุดท้าย (Shrinkage) เนื่องจากน้ำโลหะมีการแข็งตัวแล้วเป็นบางส่วนและยึดอายุการใช้งานของแม่พิมพ์ เป็นต้น อีกทั้งยังทำให้เกิดผลประโยชน์หลายอย่างในแง่ของผลิตภัณฑ์ เช่น สมบัติเชิงกลสูงขึ้น มีโพรงอากาศน้อยมาก เป็นต้น

ซึ่งในช่วงสามสิบกว่าปีที่ผ่านมา วิธีการผลิตโลหะกึ่งของแข็งที่ใช้ในอุตสาหกรรมนั้นใช้วิธีการหล่อแบบ Thixocasting อย่างไรก็ตามปัญหาต่างๆ เช่น เรื่องของต้นทุนในการผลิตที่สูง ราคาวัตถุดิบที่สูง และการที่เศษโลหะไม่สามารถนำกลับมาใช้ได้ง่าย ทำให้การหล่อแบบนี้ยังไม่เป็นที่แพร่หลาย ปัจจุบันวิธีการผลิตโลหะกึ่งของแข็งที่กำลังเป็นที่นิยมจึงเป็นการหล่อแบบ Rheocasting ซึ่งเป็นวิธีที่มีศักยภาพในการเพิ่มคุณภาพของชิ้นงานหล่อและการเพิ่มสมบัติเชิงกลแล้ว Rheocasting ช่วยลดต้นทุนการผลิตได้อย่างมาก เนื่องจากสามารถเตรียมโลหะกึ่งของแข็งที่ได้ที่สถานที่ผลิตและเศษโลหะที่เหลือสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ในสถานที่เดียวกันได้สะดวก

ด้วยข้อได้เปรียบหลายประการของกรรมวิธีการหล่อแบบ Rheocasting ดังที่กล่าวมาข้างต้น ทำให้มีหลายบริษัทได้ทำการคิดค้นและเปลี่ยนกรรมวิธีการผลิต มาเป็นการหล่อแบบ Rheocasting เช่น กรรมวิธี New Rheo Casting (NRC) โดย UBE Machineries, Inc. ประเทศญี่ปุ่น กรรมวิธี Sub Liquidus Casting (SLC) โดย THT Presses, Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา กรรมวิธี Slurry-On-Demand โดย Mercury Marine ประเทศสหรัฐอเมริกา กรรมวิธี Honda Process โดย Honda ประเทศญี่ปุ่น เป็นต้น

ซึ่งในประเทศไทยก็เริ่มมีการวิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีแบบใหม่ เพื่อประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมภายในประเทศ และจากการศึกษาข้อมูลของกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธี Rheocasting นั้น ผู้ทำการวิจัยพบว่ากระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งในปัจจุบันมีอยู่หลายวิธีด้วยกัน แต่กระบวนการเหล่านี้มีต้นทุนในการผลิตที่สูง ราคาของเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการผลิตโลหะกึ่งของแข็งมีราคาแพง และมีข้อจำกัดในกระบวนการผลิตหลายอย่าง อีกทั้งกระบวนการผลิตที่ซับซ้อนประกอบด้วยหลายขั้นตอน ทำให้ต้องมีการควบคุมกระบวนการผลิตอย่างรอบคอบด้วยผู้ที่มีความชำนาญ ดังนั้นจึงมีการวิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีการผลิตโลหะกึ่งของแข็งแบบใหม่ขึ้นในประเทศไทย นำ

โดย เจษฎา วรรณสินธุ์ อาจารย์และนักวิจัยจากภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ โดยมีที่ปรึกษาจากประเทศสหรัฐอเมริกาหลายคน รวมทั้ง Prof. Merton Flemings จาก MIT กำลังวิจัยและพัฒนากรรมวิธี Rheocasting แบบใหม่ ซึ่งกรรมวิธีใหม่นี้มีหลักการคล้ายวิธี Rheocasting แบบอื่น ๆ แต่วิธีนี้จะใช้การพ่นฟองแก๊สเฉื่อย เช่น แก๊สไนโตรเจน ผ่านแท่งแกรไฟต์พรมในปริมาณที่น้อยมากให้ไหลลงไปใต้น้ำโลหะเพื่อผลิตโลหะกึ่งของแข็ง และเรียกกรรมวิธี Rheocasting แบบใหม่นี้ว่า กระบวนการ Gas Induced Semi-Solid (GISS) ซึ่งผลจากการวิจัยและพัฒนากระบวนการที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่าเทคนิคนี้สามารถผลิตโลหะกึ่งของแข็งที่มีโครงสร้างเกรนแบบก้อนกลมได้

จากงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการนำเสนอกลไกการเกิดเกรนก้อนกลมในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งออกมามากมาย คือ เกิดจากการนิวเคลียชันจากเนื้อที่แตกต่างกันและการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์ แต่อย่างไรก็ตามยังมีข้อสงสัยถึงกลไกการเกิดเกรนก้อนกลมในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็ง ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงได้ศึกษากลไกการเกิดเกรนก้อนกลมในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็ง เพื่อตอบข้อสงสัยและเข้าใจถึงพื้นฐานการแข็งตัวของโครงสร้างเกรนก้อนกลม อีกทั้งยังได้ศึกษาถึงอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีต่อกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็ง เช่น อัตราการเย็นตัว การพา และการปรับปรุงโครงสร้างทางจุลภาค เป็นต้น เพื่อตอบคำถามต่าง ๆ เมื่อเข้าสู่อุตสาหกรรมซึ่งเป็นที่มาของโครงการวิจัยนี้

การดำเนินงานวิจัยในช่วง 2 ปีที่ผ่านมา ได้ทำการวิจัยและพัฒนาในเรื่องต่าง ๆ ดังนี้

- 1) ศึกษาวิวัฒนาการของโครงสร้างแบบก้อนกลมที่เริ่มเกิดการแข็งตัวในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีปล่อยฟองแก๊ส โดยการใช้แม่พิมพ์ทองแดง (copper quenching mold)
- 2) ศึกษาอิทธิพลของอัตราการเย็นตัว สภาพวะของการพา และการปรับปรุงโครงสร้างทางจุลภาคในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีปล่อยฟองแก๊ส ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคของอะลูมิเนียมผสมแมกนีเซียม 356
- 3) ศึกษากลไกและอธิบายด้วยทฤษฎีต่าง ๆ ในการเกิดโครงสร้างแบบก้อนกลมในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็ง ด้วยกรรมวิธีปล่อยฟองแก๊สระหว่างการแข็งตัว

ซึ่งรายละเอียดของขั้นตอนการทดลองและผลการทดลอง แสดงในบทที่ 2 และ 3 ตามลำดับโดยบทที่ 1 เสนอทฤษฎี หลักการ และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทที่ 1

ทฤษฎี หลักการ และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

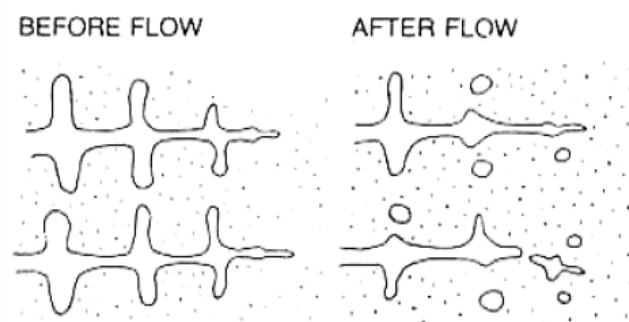
1.1 ทฤษฎีและหลักการ

1.1.1 กลไกการเกิดโลหะกิ่งของแข็ง (Mechanism of Semi-solid)

แม้ว่าจะมีผู้พยายามอธิบายถึงกลไกในการเกิดโลหะกิ่งของแข็งแต่จนกระทั่งปัจจุบันก็ยังไม่สามารถหาข้อสรุปที่ชัดเจนเกี่ยวกับกลไกการเกิดโลหะกิ่งของแข็งได้ โดยทฤษฎีการเกิดโลหะกิ่งของแข็ง ที่สำคัญมีดังต่อไปนี้คือ

การแตกตัวของกิ่งหรือแขนเดนไดรต์ (Dendrite Fragmentation)

ทฤษฎีนี้ได้อธิบายว่าการเกิดขึ้นของโครงสร้างโลหะกิ่งของแข็ง เกิดจากการแตกตัวของกิ่งเดนไดรต์ทำให้อนุภาคที่แตกออกมามีปริมาณเพิ่มขึ้นแบบทวีคูณ (Grain multiplication) ดังแสดงในรูปที่ 1 - 1



รูปที่ 1 - 1 แสดงภาพการแตกตัวของกิ่งหรือแขนของเดนไดรต์ ทำให้อนุภาคหรือเกรนเพิ่มขึ้นแบบทวีคูณ (dendrite multiplication)

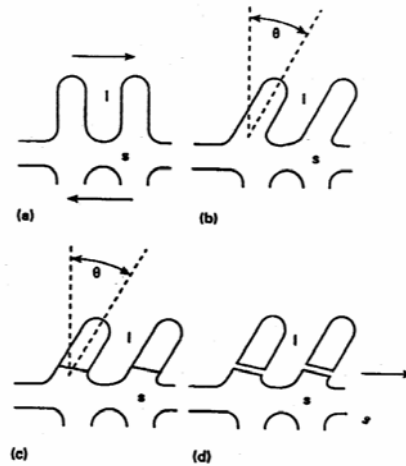
โดย Flemings (Flemings, 1974) ได้เสนอถึงความเป็นไปได้ของสาเหตุที่กิ่งของเดนไดรต์เกิดการแตกตัว โดยแบ่งออกเป็นสามกลุ่มหลักคือ

- (ก) แขนของเดนไดรต์ หักออกจากบริเวณโคน (roots) เนื่องจากแรงเฉือน (shear forces) ที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของน้ำโลหะซึ่งเป็นการยากที่จะประมาณค่าของแรงที่ทำให้แขนของเดนไดรต์เกิดการหักออกและด้วยข้อจำกัดหลายประการ กล่าวคือ เดนไดรต์เริ่มต้นจะต้องเป็นผลึกที่สมบูรณ์

ปราศจากข้อบกพร่อง เช่น ช่องว่าง (void) หรือ ดิสโลเคชัน (dislocation) เป็นต้น ซึ่งหากเดนไดรต์เริ่มต้นมีข้อบกพร่องดังกล่าว จะทำให้ยากแก่การหักออก จึงทำให้ทฤษฎีนี้เกิดข้อโต้แย้งมากมายและไม่ได้รับการยอมรับเท่าที่ควร

- (ข) แขนของเดนไดรต์ หลุดออกจากบริเวณโคน เนื่องจากกระบวนการ Ripening ทำให้ปริมาณตัวถูกละลาย (solute) บริเวณโคน มีความเข้มข้นมากขึ้น เป็นสาเหตุทำให้จุดหลอมเหลวบริเวณนั้นลดต่ำลง จึงเป็นสาเหตุให้เกิดแขนของเดนไดรต์หลุดหลวมออกจากบริเวณโคน และหลุดออกมา
- (ค) อีกลไกที่น่าสนใจโดย Vogel และคณะ (Vogel *et al.*, 1979) ซึ่งอธิบายเพิ่มเติมโดย Doherty และคณะ (Doherty *et al.*, 1984) พวกเขาได้นำเสนอกลไกที่แตกต่างออกไป คือ พวกเขาเชื่อว่า แขนของเดนไดรต์ จะเกิดการบิด (bend) และมีการเสียรูปแบบพลาสติกด้วยแรงเค้น (stress) ซึ่งความเครียดแบบพลาสติก (plastic strain) ที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของดิสโลเคชัน โดยที่อุณหภูมิหลอมเหลว ดิสโลเคชันสามารถปีน (climb) และรวมกันจนเกิดเป็นขอบเขตของเกรน โดยเมื่อมุมที่เกิดขึ้นมีค่ามากกว่า 20° จะทำให้พลังงานตรงขอบของเกรน มีค่ามากกว่าพลังงานบริเวณอินเตอร์เฟซระหว่างของแข็งและของเหลว 2 เท่า ซึ่งจะทำให้ขอบของเกรนเกิดการเปื่อยด้วยน้ำโลหะ ทำให้แขนหรือกิ่งของเดนไดรต์หลุดออกมา ดังแสดงในรูปที่ 1

- 2

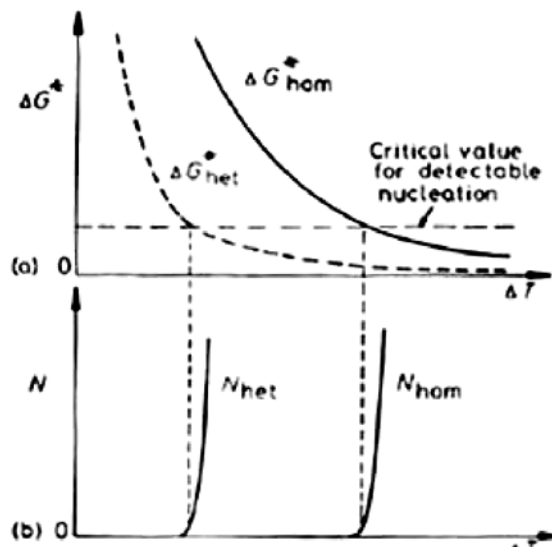


รูปที่ 1 - 2 แสดงแบบจำลองการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์ด้วยแรงเฉือน

- (a) เดนไดรต์ที่ยังไม่เสียรูป (b) เมื่อเกิดแรงบิด (bending)
(c) เกิดการจัดเรียงใหม่ของแลตทิซทำให้เกิดขอบเกรน
(d) เมื่อ $\gamma_{gb} \geq 2\gamma_{sl} \cos(\theta/2)$ ขอบเกรนจะเกิดการเปื่อย

ทฤษฎีการนิวคลีเอชันและเติบโต (Nucleation and Growth Theory)

เป็นที่ทราบกันโดยทั่วไปเกี่ยวกับทฤษฎีการนิวคลีเอชันแบบดั้งเดิม (classical nucleation theory) ว่า อัตราการนิวคลีเอชันจากเนื้อเดียวกัน (homogeneous nucleation) จะต่ำมากจนกระทั่งค่าอันเดอร์คูลลิง (ΔT) มาที่ค่าวิกฤต (critical value) ค่าหนึ่ง ซึ่งอัตราการนิวคลีเอชันจะสูงขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอันเดอร์คูลลิงซึ่ง พฤติกรรมนี้ก็เกิดขึ้นเช่นเดียวกันกับอัตราการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน (heterogeneous nucleation) เพียงแต่ค่าอันเดอร์คูลลิง โดยการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน มีค่าต่ำกว่าการนิวคลีเอชันจากเนื้อเดียวกันมาก ดังแสดงในรูปที่ 1 - 3 ดังนั้นโดยทั่วไปแล้วการเกิดนิวคลีเอชันจากน้ำโลหะ จะเป็นการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน



รูปที่ 1 - 3 แสดงขนาดของอันเดอร์คูลลิงที่ต้องการในการนิวคลีเอชันจากเนื้อเดียวกัน และนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน (Porter and Eastering, 1981)

การนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกันในน้ำโลหะสามารถอธิบายได้ด้วยสมการของ Gaussian ซึ่งแสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นของจำนวนนิวคลีโอ (nuclei) d_n เพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอันเดอร์คูลลิง $d(\Delta T)$ ดังแสดงในสมการ

$$\frac{d_n}{d(\Delta T)} = \frac{n_{max}}{\sqrt{2\pi}\Delta T_\sigma} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\Delta T - \Delta T_{min}}{\Delta T_\sigma} \right)^2 \right] \quad (1)$$

เมื่อ ΔT_{mn} คือค่าอันเดอร์คูลลิงเฉลี่ยของการนิวเคลียชัน

ΔT_G คือค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

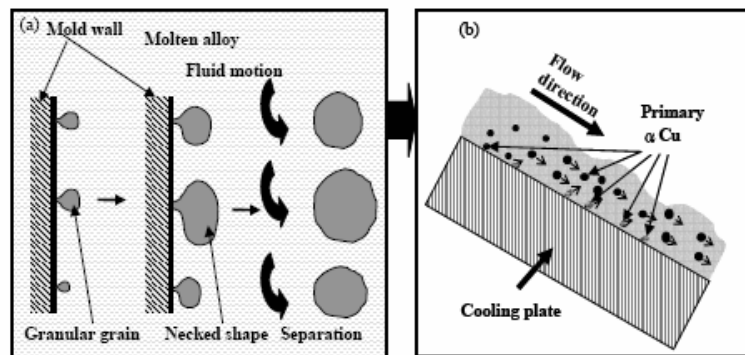
n_{max} คือค่าความหนาแน่นสูงสุดของนิวเคลียส

ดังนั้น ความหนาแน่นของเกรน $n(\Delta T)$ ที่อุณหภูมิอันเดอร์คูลลิง(ΔT) ใด ๆ แสดงได้ดังสมการ

$$n(\Delta T) = \int_0^{\Delta T} \frac{dn}{d(\Delta T)} d\Delta T \quad (2)$$

ค่า n_{max} , ΔT_{mn} และ ΔT_G ในสมการที่ 1 ขึ้นอยู่กับส่วนประกอบทางเคมีของโลหะผสมและกระบวนการ ซึ่งโดยทั่วไปแล้วปัจจัยที่สำคัญที่สุดก็คืออุณหภูมิของน้ำโลหะ โดยมีทฤษฎีที่เป็นที่รู้จักและใช้กันอย่างแพร่หลายคือ ทฤษฎีการแยกตัวของผลึก (crystal separation theory)

ทฤษฎีนี้มีความเชื่อว่าอนุภาค หรือนิวเคลียสจำนวนมากถูกสร้างขึ้นบริเวณพื้นผิวหรือผนังที่เย็น เช่น ผนังของเบ้า เนื่องจากเกิดการนิวเคลียชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน จากนั้นจะหลุดหรือแยกออก เมื่อมีแรงพา (Convection) หรือ มีการเคลื่อนที่ของน้ำโลหะดังแสดงในรูปที่ 1 - 4

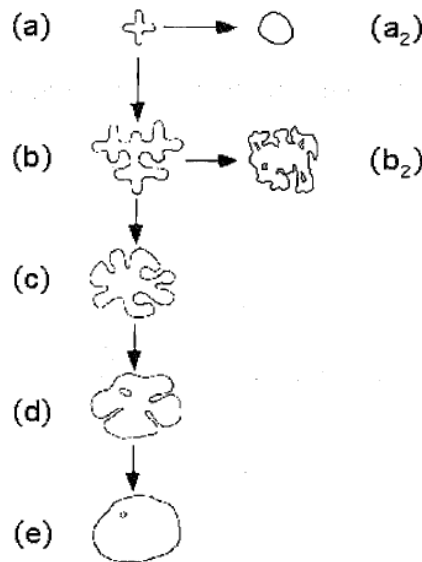


รูปที่ 1 - 4 แสดงการเกิดอนุภาคขนาดเล็กที่บริเวณผนังและหลุดออก เนื่องจากการเคลื่อนที่ของน้ำโลหะ (Ohno A., 1971)

1.1.2 ขั้นตอนการเจริญเติบโตและการ Coarsening ของอนุภาคของแข็ง

แม้ว่าในขั้นตอนการเกิดอนุภาคของแข็งยังไม่เป็นที่สรุปแน่นอน แต่เป็นที่ยอมรับกันว่าการสร้างจำนวน “นิวเคลียส” เริ่มต้นที่มีขนาดเล็กและมีจำนวนมาก จะใช้ระยะเวลาในการเกิดเกรนแบบก้อนกลมที่สั้น เพราะการเกิดจะเกิดได้โดยตรงจากเกรนแบบ Equiaxed ซึ่งแสดงตามเส้นทาง (a)-(a₂) ในรูปที่ 1 - 5 ในทางตรงกันข้ามหากขนาด “นิวเคลียส” เริ่มต้นที่เกิดขึ้นมีขนาดใหญ่ ซึ่งอาจเกิดจากอัตราการเย็นตัวของ

น้ำโลหะที่ช้า จะทำให้เกิดโครงสร้างแบบก้อนกลมที่มีขนาดใหญ่ ดังแสดงตามเส้นทาง (a)-(e) โดยเส้นทางนี้จะใช้เวลาในการเกิดที่ยาวนานกว่า และหากจำนวน “นิวเคลียส” ที่เกิดขึ้นมีจำนวนไม่เพียงพอโครงสร้างที่ได้ก็จะเป็นก้อนกลม แม้จะใช้เวลาานก็ตาม ดังแสดงตามเส้นทาง (a)-(b₂)



รูปที่ 1 - 5แสดงเส้นทางการเติบโต (growth) และการ Coarsening ของอนุภาคของแข็ง

(Flemings and Johnson, 2002)

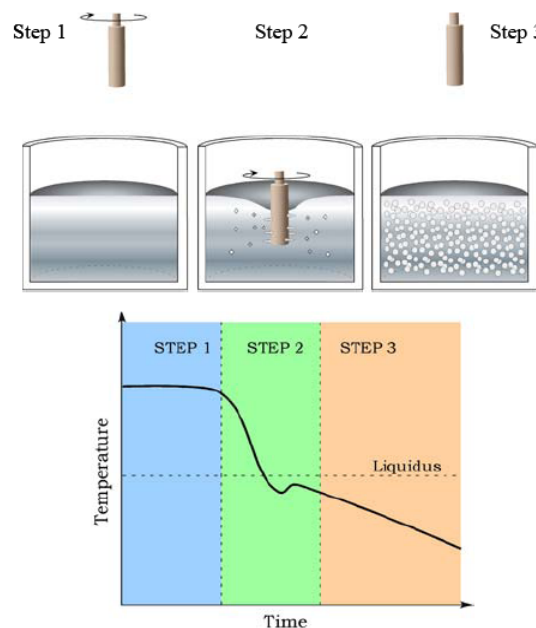
1.1.3 กระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยการหล่อแบบรีโอแคสติง

ในปัจจุบันมีหลากหลายกระบวนการที่สามารถทำให้โครงสร้างสุดท้ายมีลักษณะเป็นโครงสร้างแบบไม่เป็นกิ่งไม้ เช่น กรรมวิธีการกวนทางกล (mechanical stirring) การกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic stirring) การสั่นด้วยอุลตราโซนิก (ultrasonic vibrations) ซึ่งกรรมวิธีดังกล่าวล้วนอาศัยตัวกลางเพื่อให้เกิดการไหลวน (agitation) ทั้งสิ้น โดยในกรรมวิธีการกวนทางกลจะใช้ใบพัดหรือแท่งทรงกระบอกเพื่อให้เกิดการไหลวน กรรมวิธีการกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้าอาศัยแรงทางไฟฟ้าเป็นตัวพาให้เกิดการไหลวนของของเหลว ส่วนการสั่นก็เป็นวิธีการทำให้เกิดการไหลวนด้วยเช่นกัน แต่กระบวนการดังที่กล่าวมาข้างต้นก็มีข้อเสียหลายประการ เช่น ราคาที่สูง และการเกิดแมคโครเซกริเกรชันเนื่องจากการกวนที่สัดส่วนของแข็งสูง ๆ

หากมองย้อนไปดูหลักการเกิดโครงสร้างแบบไม่เป็นกิ่งไม้ เป็นที่ชัดเจนว่าหากต้องการให้เกิดการแตกตัวของกิ่งเดนไดรต์ จะต้องทำให้เกิดการไหลวนในช่วงก่อนที่จะมีการแข็งตัวเท่านั้น ซึ่งเป็นช่วงที่กิ่ง

ของเดนไดรต์มีขนาดเล็กมากและอยู่ในสถานะที่ไม่เสถียรเนื่องจากอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรมีค่าสูง

ด้วยหลักการดังกล่าว ทำให้เมื่อไม่นานมานี้ Martinez และ Flemings ได้แสดงให้เห็นว่าหากจุ่มและหมุนแท่งโลหะเย็นลงไปในน้ำโลหะที่อุณหภูมิเหนือจุดหลอมเหลว โดยใช้เวลาในการหมุนแท่งโลหะเพียงเล็กน้อย จนเริ่มมีสัดส่วนของแข็งเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย จึงยกแท่งโลหะขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 1-6 จะพบว่าโครงสร้างของโลหะภายหลังการเย็นตัวจะมีลักษณะเป็นแบบก้อนกลม โดยพวกเขาเรียกกระบวนการผลิตนี้ว่า Semi-solid Rheocasting (SSR)



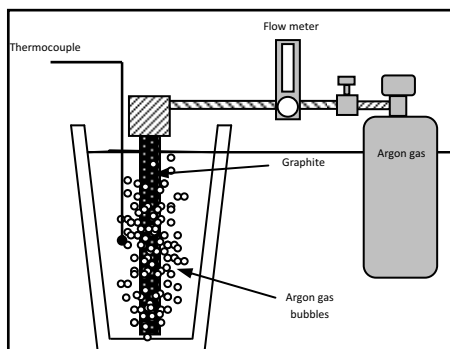
รูปที่ 1 - 6 แสดงขั้นตอนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธี Semi-Solid Rheocasting (SSR)
(Martinez, 2004)

ซึ่งต่อมา Martinez (Martinez, 2004) ได้แสดงให้เห็นในวิทยานิพนธ์ปริญญาเอกของเขา ว่าการสร้างโลหะกึ่งของแข็งสามารถทำได้อย่างมีประสิทธิภาพจากการกวนน้ำโลหะเฉพาะจุดและเกิดจากการระบายความร้อนจากน้ำโลหะเฉพาะจุดอย่างรวดเร็ว (rapid localized heat extraction)

แม้ว่ากระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีดังกล่าวจะสามารถผลิตได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่ก็ประสบปัญหาหลายประการในขั้นตอนของการผลิต เช่น การต่อระบบให้ความเย็นด้วยน้ำและระบบเซ็นเซอร์เข้ากับแท่งที่หมุนซึ่งเป็นวิธีที่สลับซับซ้อนและยากต่อการติดตั้ง นอกจากนี้ระหว่างที่วัตถุหมุนจะทำให้เกิดการไหลวนของน้ำโลหะ ซึ่งอาจเป็นไปได้ที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันขึ้นได้ในขั้นตอนนี้

1.1.4 การผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีปล่อยฟองแก๊สระหว่างการแข็งตัว

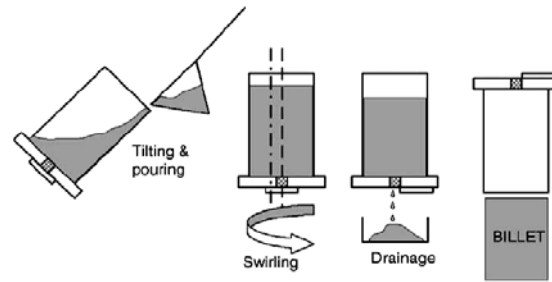
ในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีปล่อยฟองแก๊สระหว่างการแข็งตัวนั้น ใช้หลักการการเคลื่อนย้ายของน้ำโลหะและการดูดความร้อนเฉพาะจุด ดังที่ได้กล่าวไปแล้วข้างต้น โดยในวิธีการนี้ฟองแก๊สจะเป็นตัวกลางในการกวน และแท่งกราฟไฟต์พูนจะเป็นตัวดูดระบายความร้อนดังแสดงในรูปที่ 1 -7



รูปที่ 1 -7 แสดงภาพอุปกรณ์ที่ใช้ในการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธีปล่อยฟองแก๊สระหว่างการแข็งตัว
(Wannasinet *et al.*, 2006)

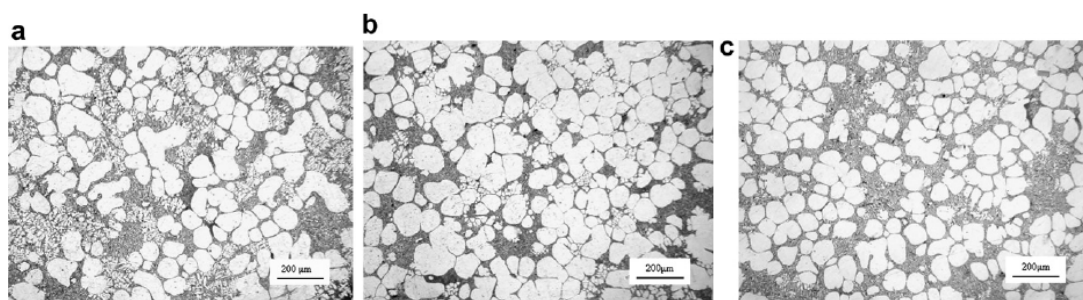
1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Nafisi and Ghomashchi (2006) ได้นำเสนอเทคนิคในการผลิตโลหะกึ่งของแข็งด้วยกรรมวิธี SEED โดยการเทน้ำโลหะลงในถ้วยที่กำลังหมุนเพื่อให้เกิดการพา น้ำโลหะบางส่วนจะถูกระบายออกบริเวณก้นถ้วย เกิดเป็นก้อนโลหะกึ่งของแข็ง ดังรูปที่ 1 -8 แสดงขั้นตอนของกรรมวิธี SEED จากงานวิจัยชิ้นนี้พบว่า แรงการพาที่เกิดจากการหมุนจะทำให้อุณหภูมิวิกฤตเพิ่มขึ้นประมาณ 6°C ซึ่งง่ายต่อการเกิดนิวคลีโอเซชันของอนุภาคปฐมภูมิ (primary particles) เมื่อช่วงของการนิวคลีโอเซชันขยายกว้างขึ้นทำให้จำนวนนิวคลีโอเพิ่มขึ้นด้วย และมีความเป็นไปได้ว่าความสม่ำเสมอของอุณหภูมิจากการพา ทำให้เกิดอุณหภูมิลาด (temperature gradient) เพียงเล็กน้อยภายในน้ำโลหะ ยิ่งไปกว่านั้นการหมุนจะช่วยลดเวลาในการแข็งตัว เนื่องจากการถ่ายเทความร้อน การลดลงของโพรงอากาศ และอุณหภูมิที่เท่ากันของน้ำโลหะ พวกเขาเชื่อว่าแรงจากการพาทำให้เกิดการแตกของกิ่งเดนไดรต์และขัดขวางการเกิดขึ้นของตัวถูกละลาย หากปราศจากชั้นความเข้มข้นของตัวถูกละลาย ทำให้การเติบโตของเดนไดรต์เกิดการขาดตอนและกิ่งของเดนไดรต์จะเปลี่ยนเป็นก้อนกลม



รูปที่ 1-8 ขั้นตอนการเตรียมก้อนโลหะด้วยกรรมวิธี SEED

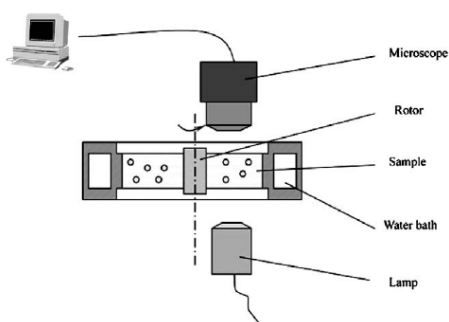
Wu *et al.* (2008) ได้ทำการศึกษาการเกิดโครงสร้างแบบก้อนกลมของโลหะทิ้งของแข็งของอะลูมิเนียมผสม A356 ด้วยกรรมวิธีการสั่นเชิงกล (mechanical vibration) โดยการทดลองได้ศึกษาถึงผลของการสั่นต่อโครงสร้างอะลูมิเนียมปฐมภูมิ (primary Al) จากการใช้ความถี่ของการสั่นแตกต่างกันจาก 11.7 Hz ถึง 33.3 Hz พบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคลดลงจาก 125 μm เป็น 90 μm และค่าสัมประสิทธิ์ความกลมเพิ่มขึ้นจาก 0.40 เป็น 0.55 ดังรูปที่ 1-9 แสดงตัวอย่างโครงสร้างทางจุลภาคของอะลูมิเนียมผสมเกรด A356 ที่ผ่านการสั่นที่อุณหภูมิ 605 °C เป็นเวลา 5 นาที ที่ความถี่แตกต่างกัน ที่เป็นเช่นนี้อาจเนื่องมาจากอันเดอร์คูลลิ่ง (undercooling) และการพาของของเหลว (melt convection) เป็นตัวกำหนดอิทธิพลของการนิวคลีเอชัน และการเจริญเติบโตของอนุภาคระหว่างการแข็งตัว ในการทดลองได้ทำการอุ่นเบ้าให้มีอุณหภูมิ 540 °C จากนั้นจึงเทน้ำโลหะลงไปในเบ้าการเย็นตัวอย่างรวดเร็วทำให้มีจำนวน “นิวคลีโอ” เกิดขึ้นมากมายภายในเบ้าโลหะ เนื่องจากอันเดอร์คูลลิ่ง หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งก็คือ จำนวนนิวคลีโอมากมายเกิดขึ้นจากผนังเบ้า จากกระบวนการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่ที่แตกต่างกัน (heterogeneous nucleation) และกระจายเข้าไปสู่น้ำโลหะ และกระบวนการพาเป็นตัวขับเคลื่อนให้อนุภาคเหล่านั้นเติบโตไปเป็นโครงสร้างแบบเดนไดรต์



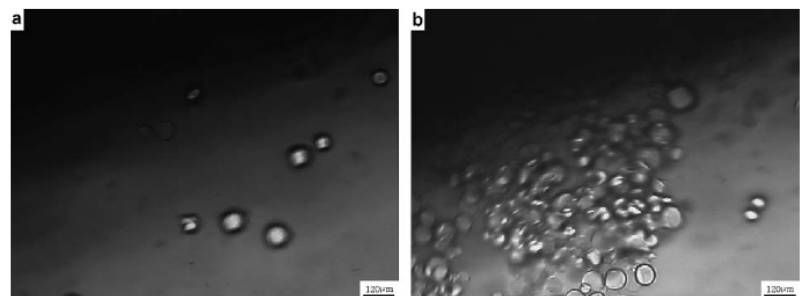
รูปที่ 1-9 โครงสร้างทางจุลภาคของอะลูมิเนียมผสมเกรด A356 ที่ผ่านการสั่นที่อุณหภูมิ 605 °C เป็นเวลา 5 นาที ที่ความถี่แตกต่างกัน คือ (a) 11.7 Hz (b) 20 Hz (c) 33.3 Hz

Jianet *et al.* (2005) ทำการศึกษาอิทธิพลของการสั่นด้วยความถี่ (ultrasonic vibration) ในการเกิดนิวคลีเอชันและเติบโตของอะลูมิเนียม A356 โดยการปล่อยรังสีในน้ำโลหะที่สัดส่วนของแข็งต่าง ๆ กัน พบว่าโครงสร้างแบบก้อนกลมสามารถเกิดขึ้นใกล้อุณหภูมิหลอมเหลว (liquidus temperature) และเย็นตัวอย่างรวดเร็ว พวกเขากล่าวว่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันโดยการสั่นด้วยความถี่ไม่สามารถทำให้เกิดการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์ และการแตกตัวของกิ่งเดนไดรต์เกิดจากการหลอมบริเวณโคนของเดนไดรต์ทุติยภูมิ (secondary dendrite) ในการสั่นด้วยความถี่จะทำให้เกิดหลุม (cavity) จำนวนมาก เกิดการขยายตัวของหลุมเหล่านั้นทำให้อุณหภูมิพื้นผิวลดลงเกิดอันเดอร์คูลลิง และแตกออกทันที เป็นผลให้เกิดนิวคลีไอของเฟสของแข็ง ผลการศึกษาได้ว่าโครงสร้างแบบก้อนกลมเกิดจากการนิวคลีเอชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน

Li *et al.* (2006) ทำการศึกษากลไกการเกิดโครงสร้างระหว่างการแข็งตัวโดยการหมุน (stirring) ของ succinonitrile-5 at.% water ดังรูปที่ 1-10 และ Sn-15 wt.% Pb ภายใต้การหมุนและทำให้เย็นตัว พบว่าผลึกทรงกลมสามารถเกิดอย่างรวดเร็วจากการนิวคลีเอชันและเติบโตโดยการหมุน ดังรูปที่ 1-11 การพาที่เกิดจากการหมุนไม่เพียงแต่จะทำให้โครงสร้างผลึกทรงกลมเติบโตขึ้นแต่ยังช่วยให้เกิดการนิวคลีเอชันเพิ่มขึ้นอีกด้วย และหากปราศจากการหมุน นิวคลีเอชันจะเกิดบริเวณผนังเบ้าและนำไปสู่การเกิดของเดนไดรต์ การหมุนอย่างต่อเนื่องเหนืออุณหภูมิหลอมเหลวจะทำให้เกิดโครงสร้างก้อนกลมในน้ำโลหะแทนการเกิดบริเวณผนังเบ้า หากเริ่มหมุน ณ อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิหลอมเหลวทำให้เกิดการแตกของเดนไดรต์ แต่อย่างไรก็ตามการแตกหักของเดนไดรต์ส่วนใหญ่จะไม่พัฒนาไปเป็นโครงสร้างก้อนกลม เนื่องจากอิทธิพลของการหมุนทำให้เกิดผลึกทรงกลมจากการนิวคลีเอชัน และโครงสร้างจากการแข็งตัวจะประกอบไปด้วยโครงสร้างเดนไดรต์และโครงสร้างก้อนกลม ผลจากการศึกษาแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกทรงกลมจะเกิดจากนิวเคลียสที่มาจากเฟสของเหลวโดยตรงแทนการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์



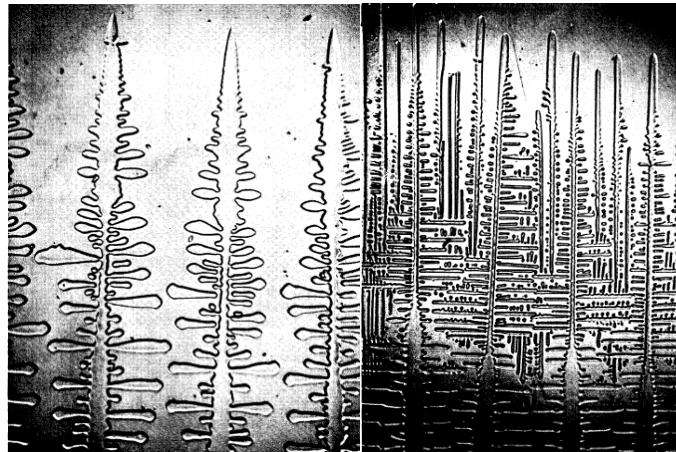
รูปที่ 1-10 กระบวนการผลิตโลหะกิ่ง
ของแข็งของโลหะผสมโปร่งแสง



รูปที่ 1-11 ภาพการเกิดโครงสร้างก้อนกลมจากการหมุน
SCN-5 at.% water

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับทฤษฎีการแตกหักของแขนเดนไดรต์ ที่ได้ศึกษาเพิ่มเติมมีดังนี้

Jackson *et al.* (1996) ทำการศึกษาโครงสร้างของโลหะอินทรีย์ผสม พบว่าแขนเดนไดรต์จะหลอมภายใต้เงื่อนไขการเติบโต เนื่องจากปฏิกิริยาทางความร้อนและการไหลของมวลขณะที่เดนไดรต์เกิดการเติบโต การหลอมจะเกิดบริเวณรอยต่อระหว่างแขนของเดนไดรต์กับเดนไดรต์หลัก รูปที่ 1-12 แสดงการหลอมออกบางส่วนของเดนไดรต์ และส่วนที่หลอมออกนั้นเองจะทำให้เกิดบริเวณ equiaxed ของงานหล่อ



รูปที่ 1-12 การหลอมบริเวณโคนของเดนไดรต์

Hellawell *et al.* (1997) ได้ศึกษาการแตกตัวของแขนเดนไดรต์และอิทธิพลของการไหลในการหล่อ ขึ้นรูปพบว่าการทำงาน grain refining จะทำให้เกิดการนิวเคลียชันจากเนื้อที่แตกต่างกัน บริเวณ equiaxed ในงานหล่อเกิดจากการแตกตัวของเดนไดรต์ปฐมภูมิ พวกเขาได้สรุปว่าบริเวณที่เกิดการหลอมเหลวจะทำให้เกิดการแตกตัวของกิ่งเดนไดรต์และการไหลทำให้เกิดการกระจายตัวของกิ่งเดนไดรต์ที่เกิดการแตกตัว

Ji (2003) ได้ทำการศึกษการแตกตัวของแขนเดนไดรต์ในโลหะผสม Sn-15wt% Pb ภายใต้การเงื่อนไขด้วย twin-screw extruder และการแทรกซึมบริเวณขอบเกรนของดีบุก และการผลิตโลหะกึ่งของแข็งของ Sn-15wt% Pb พบว่าการแตกหักของแขนเดนไดรต์จะเกิดอย่างรวดเร็ว เมื่อเพิ่มแรงเฉือนขณะเริ่มเกิดการแข็งตัวทำให้เกิดโครงสร้างแบบก้อนกลม แต่ความกลมของอนุภาคที่เกิดจากการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์จะเกิดค่อนข้างช้า พวกเขากล่าวว่าการแตกหักของแขนเดนไดรต์เกิดจากการแทรกซึมของน้ำโลหะบริเวณโคนของเดนไดรต์

Das *et al.* (2002) ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างทางจุลภาคภายใต้แรงจากการพา โดย Monte-Carlo simulation พบว่าการไหลแบบราบเรียบทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของอินเทอร์เฟซระหว่างของแข็งกับของเหลวทำให้เกิดโครงสร้างแบบแฉก (rosette) และยังช่วยเพิ่มอัตราการเติบโตของอนุภาค ส่วนการไหลแบบปั่นป่วนนั้นจะทำลายชั้นขอบเขตระหว่างเดนไดรต์ ป้องกันการเติบโตของเดนไดรต์ ทำให้เกิดเส้นผ่านศูนย์กลางที่แน่นอน

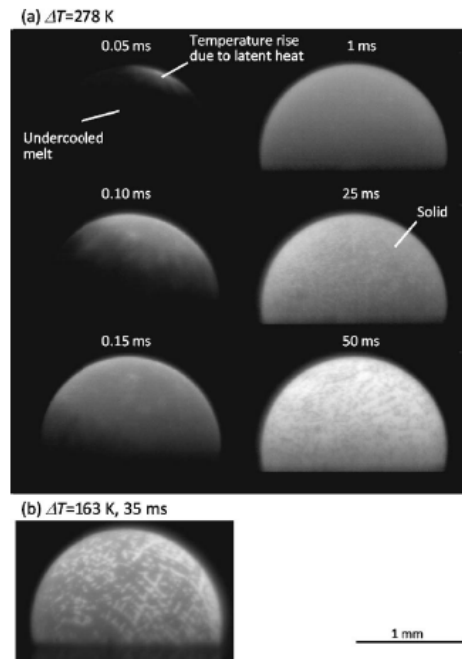
Ruvalcaba *et al.* (2007) ได้ทำการศึกษาการแตกตัวของแขนเดนไดรต์ระหว่างการแข็งตัวของ Al-20 wt% Cu ภายใต้สภาวะไร้การพา โดยใช้ High – brilliance synchrotron x- radiation พบว่าจะเกิดการเคลื่อนที่ของตัวถูกละลายระหว่างการแข็งตัว ตัวถูกละลายจะถูกขับออกมาจากขอบเกรนทำให้เกิดแขนเดนไดรต์ตติยภูมิ (tertiary dendrite arm) มีการเพิ่มของอันเดอร์คูลลิง ทำให้เกิดการเติบโตและผลึกตัวถูกละลายบริเวณปลายของแขนเดนไดรต์ตติยภูมิ ในขณะเดียวกันแขนเดนไดรต์ตติยภูมิจะเก็บสะสมสารละลายเหล่านั่นไว้บริเวณโคน ทำให้บริเวณโคนมีความเข้มข้นมากขึ้น เป็นสาเหตุทำให้จุดหลอมเหลวบริเวณนั้นลดต่ำลง ทำให้เกิดการหลอมบริเวณโคน และหลุดออกมา รูปที่ 1 -13แสดงบริเวณการแตกหักในงานวิจัยนี้



รูปที่ 1 -13บริเวณการแตกหัก (บริเวณวงกลม) ระหว่างการแข็งตัวของโลหะผสม Al-20 wt% Cu

(a) $t=0$ s (b) $t=2.25$ s and (c) $t=4.50$ s

K. Nagashio *et al.* (2007) ได้ทำการศึกษาระบวนการแตกหักของกิ่งเดนไดรต์ในช่วงอันเดอร์คูลลิงต่าง ๆ กันระหว่างการแข็งตัวของซิลิกอน โดยใช้ Time-resolved x-ray diffraction พบว่า การแข็งตัวที่ $\Delta T = 261$ K ที่เวลา 1 ms หลาย ๆ ตำแหน่งจะมีความร้อนเพิ่มขึ้นอีก และต่อมาจะเกิดการเปลี่ยนจากจุดเป็นวงแหวนภายในเวลา 25 ms การแตกหักจะเกิดขึ้นหลังจากมีการเพิ่มขึ้นของความร้อน และจะเกิดในช่วงแรกของการแข็งตัวเท่านั้น อิทธิพลจาก capillarity เป็นแรงผลักดันในการเกิดการแตกหัก การแตกหักของกิ่งเดนไดรต์แบบทันทีทันใดจะเกิดที่เวลา ΔT_c การแตกหักของกิ่งเดนไดรต์จะลดน้อยลงเมื่อขนาดของเดนไดรต์ลดลง โดยจะปรากฏอยู่ข้างในหยดตัวอย่างดังรูปที่ 1 -14



รูปที่ 1 -14 ภาพจากการถ่ายวิดีโอแบบรวดเร็ว (High-speed video, HSV) ที่ความถี่ 10 kHz สำหรับการแข็งตัวของตัวอย่าง
ที่ (a) $\Delta T = 278 \text{ K}$ (b) $\Delta T = 163 \text{ K}$

จากการทบทวนงานวิจัยแสดงให้เห็นถึงความขัดแย้งในกลุ่มของนักวิจัยถึงกลไกการเกิดขึ้นของอนุภาคของแข็งในกระบวนการผลิตโลหะกึ่งของแข็ง มีหลายงานวิจัยที่เชื่อว่าการนิวคลีเอชันของเนื้อที่แตกต่างกันเมื่อมีการเย็นตัวและการพาอย่างต่อเนื่อง การแตกตัวของเดนไดรต์อาจเกิดขึ้นได้แต่ไม่มีอำนาจเพียงพอที่จะเพิ่มจำนวนของอนุภาคของแข็ง ในทางตรงกันข้ามเชื่อว่าการเย็นตัวและการพาอย่างต่อเนื่องไม่ได้ช่วยเพิ่มอัตราการนิวคลีเอชัน แต่เป็นการเพิ่มขึ้นของจำนวนอนุภาคแบบทวีคูณจากการแตกตัวของแขนเดนไดรต์ งานวิจัยชิ้นนี้จึงศึกษาวิวัฒนาการของโครงสร้างทางจุลภาคที่เกิดขึ้นในช่วงแรก เพื่อความเข้าใจถึงกลไกในการเกิดโครงสร้างก่อนกลมในระหว่างการแข็งตัว โดยศึกษาอิทธิพลของการเย็นตัว และการพาที่ค่าต่าง ๆ กัน

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

โลหะที่ใช้ในการทดลองคือ อะลูมิเนียมผสมเกรด 356 ซึ่งมีส่วนผสมทางเคมีดังนี้

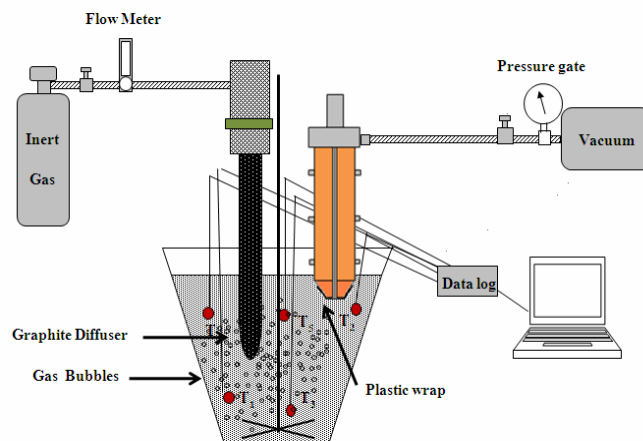
ตารางที่ 1 แสดงส่วนประกอบทางเคมีของโลหะที่ใช้ในการหลอม

Element	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Ni	Al
wt. %	6.90	0.41	0.05	0.04	0.42	0.01	0.10	0.01	Balanced

2.2 ขั้นตอนการวิจัย

2.2.1 การศึกษาวิวัฒนาการของการเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลม

ในการศึกษาวิวัฒนาการของการเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลมได้ใช้วิธีการวิเคราะห์โครงสร้างของโลหะทั้งของแข็งเพื่อหาปริมาณเฟสของแข็งที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันโดยการทดลองเริ่มจากการหลอมอะลูมิเนียมผสมเกรด 356 ปริมาณ 2 กิโลกรัม จากนั้นจุ่มแท่งแกรไฟต์ลงไปในน้ำโลหะที่อุณหภูมิ 620°C เพื่อปล่อยฟองแก๊สออกมา ที่ความดันแก๊ส 2 bar และอัตราประมาณ 7 ลิตรต่อนาทีเป็นเวลา 1 5 10 12 15 20 30 35 40 และ 45 วินาที ตามลำดับ แล้วจุ่มแม่พิมพ์ทองแดง (copper quenching mold) เพื่อเก็บตัวอย่างของน้ำโลหะซึ่งมีเฟสของแข็งอยู่ด้วยดังแสดงในรูปที่ 2 - 1 โดยแม่พิมพ์ทองแดงทำให้โลหะแข็งตัวอย่างรวดเร็ว จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาตัดบริเวณส่วนบน ส่วนกลาง และส่วนล่างของชิ้นงาน แล้วทำการขัดชิ้นงานตัวอย่างเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์ (optical microscope)



รูปที่ 2 - ภาพการทดลองที่ใช้ในการวิจัยที่เวลาในการจุ่มแท่งแกรไฟต์ต่าง ๆ กัน



รูปที่ 2 - 2 ชิ้นงานที่ได้หลังจากจุ่มแม่พิมพ์ทองแดง (Copper Quenching Mold) และบริเวณที่ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

2.2.2 การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิแท่งแกรไฟต์ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค

จะทำการศึกษาโดยการให้ความร้อนแก่แท่งแกรไฟต์ที่อุณหภูมิ 100 200 300 และ 400°C ตามลำดับ ก่อนทำการจุ่มแท่งแกรไฟต์เพื่อปล่อยฟองแก๊สเป็นเวลา 10 20 และ 30 วินาที ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการเก็บตัวอย่างด้วยแม่พิมพ์ทองแดง แล้วนำชิ้นงานที่ได้มาตัดบริเวณส่วนบน ส่วนกลาง และส่วนล่างของชิ้นงาน แล้วทำการขัดชิ้นงานตัวอย่างเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์ต่อไป

2.2.3 การศึกษาอิทธิพลของอัตราการเย็นตัว สภาวะของการพา และการปรับปรุงโครงสร้างทางจุลภาค

ในการศึกษาอิทธิพลของอัตราการเย็นตัว สภาวะการพา และการปรับปรุงโครงสร้างทางจุลภาค ได้แบ่งวิธีการวิจัยเป็น 4 กรณี ดังนี้

1. ความดันในการปล่อยแก๊ส 4 bar ที่อัตราประมาณ 7 ลิตรต่อนาที
2. มี cooling ให้กับแท่งแกรไฟต์โดยการปล่อยลมผ่านแท่งแกรไฟต์
3. ความดันในการปล่อยแก๊ส 4 bar ประมาณ 7 ลิตรต่อนาทีและมี cooling ให้กับแท่งแกรไฟต์
4. เติม TiB_2

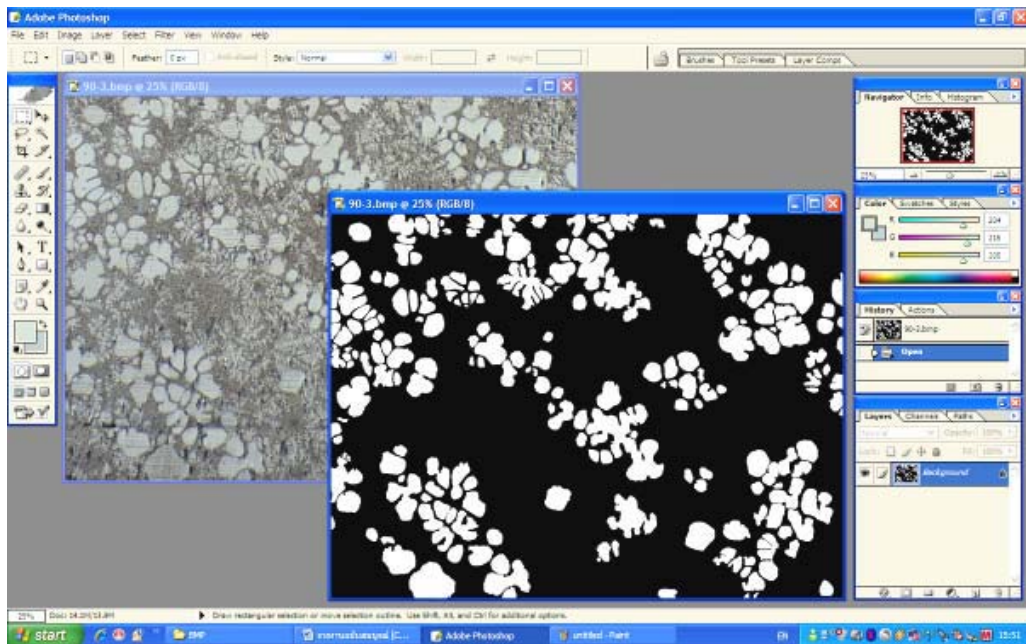
ในแต่ละกรณีจะทำการปล่อยฟองแก๊สเป็นเวลา 10 วินาที แล้วเก็บตัวอย่างด้วยแม่พิมพ์ทองแดง จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาตัดบริเวณส่วนบน ส่วนกลาง และส่วนล่างของชิ้นงาน แล้วทำการขัดชิ้นงานตัวอย่างเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์

2.2.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค

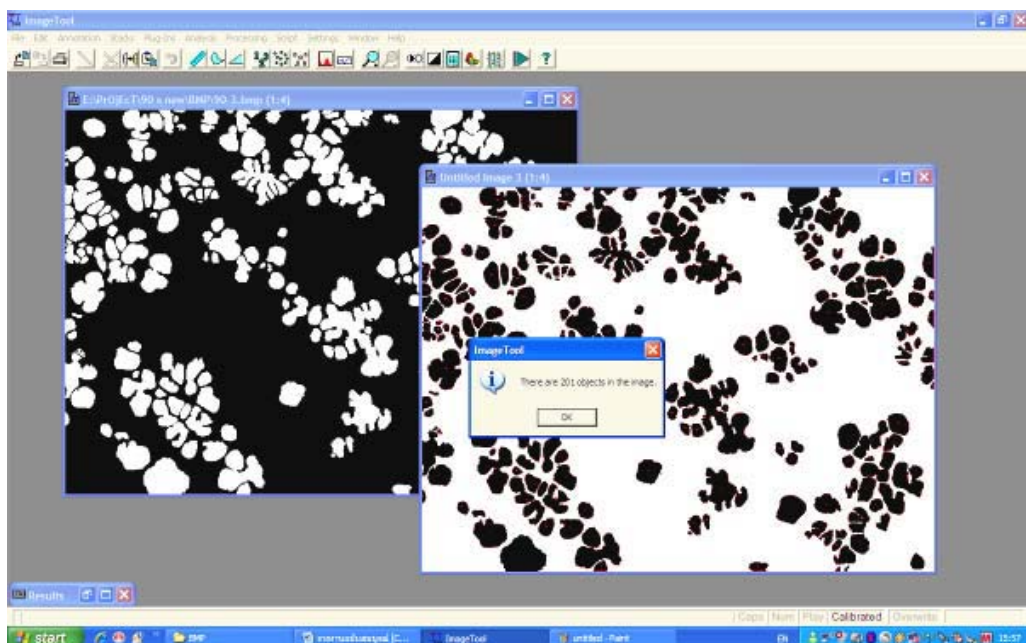
1. นำชิ้นงานที่ได้จากการหล่อมาทำการตัดเอาส่วนที่เราต้องการพิจารณาจุโครงสร้างจุลภาค โดยเลือกตัดเอาส่วนของชิ้นงานที่ต้องการตัด
2. ทำการอัดตัวอย่างชิ้นงานก่อนทำการขัด ด้วยการอัดตัวอย่างชิ้นงานแบบร้อน (hot mounting) ซึ่งการอัดตัวอย่างชิ้นงานแบบร้อนจะทำให้โดยนำตัวอย่างชิ้นงานใส่ลงไปเครื่องอัดขึ้นงานตัวอย่าง (thermo press) จากนั้นทำการอัดผงเรซินเบเคอไลต์ (bakelite) ลงไปในแบบอัด ใช้ความร้อนและความดันเพื่อให้ผงเรซินเบเคอไลต์เกิดการแข็งตัวติดกับตัวอย่างชิ้นงาน
3. เมื่อตัวอย่างชิ้นงานถูกตัดหรือถูกอัดมาแล้ว จำเป็นต้องทำการลบรอยตัดที่เกิดจากใบเลื่อย และทำให้ผิวตัวอย่างชิ้นงานเรียบขึ้นโดยการขัดหยาบตัวอย่างชิ้นงาน (sample grinding) ซึ่งเริ่มต้นการขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์หยาบ 320 Grit และทำการขัดตัวอย่างชิ้นงานไปในทิศทางเดียวกัน จนกระทั่งรอยขีดข่วนและรอยขีดหมดไป จึงทำการหมุนตัวอย่างชิ้นงานไป 90 องศา และขัดตัวอย่างชิ้นงานอีกครั้งจนกระทั่งรอยขีดเดิมที่มีอยู่หมดไป จากนั้นทำซ้ำในขั้นตอนดังกล่าวไปเรื่อยๆ โดยเพิ่มความละเอียดของกระดาษทรายจนกระทั่งถึงเบอร์ 600-1200 Grit
4. จากนั้นตัวอย่างชิ้นงานจำเป็นต้องขัดผิวให้ละเอียดจนใสเหมือนกระจกและไม่มีรอยขีดข่วนปรากฏอยู่ โดยเริ่มต้นการขัดละเอียดด้วยผ้าหยาบ (cloth pad) ร่วมกับผงขัดอะลูมินา (aluminum oxide powder) ขนาด 5 ไมครอน ขยับชิ้นงานไป-มาซ้ายขวาบนผิวของจานขัดหรือเคลื่อนชิ้นงานไปรอบ ๆ จานขัดในทิศทางที่ตรงกันข้ามกับการหมุนของจานขัด เมื่อรอยขัดจากกระดาษทรายหมดไปแล้วจึงทำการใช้ผงขัดอะลูมินาขนาด 1.03 และ 0.05 ไมครอนตามลำดับอีกครั้งหนึ่ง
5. ทำการกัดผิวหน้าของชิ้นงานด้วยด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เป็นเวลาประมาณ 9-12 วินาที
6. จากนั้นจึงนำชิ้นงานมาล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วเป่าให้แห้งด้วยไดท์เป่าผม
7. จึงนำตัวอย่างชิ้นงานมาส่องดูโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แล้วถ่ายรูปเพื่อนำมาวิเคราะห์โครงสร้างเชิงปริมาณต่อไป

2.2.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์โครงสร้างเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis)

เมื่อได้ภาพโครงสร้างทางจุลภาคแล้ว นำภาพโครงสร้างทางจุลภากดังกล่าวไปวิเคราะห์โครงสร้างเชิงปริมาณ ซึ่งสามารถทำได้โดยนำภาพถ่ายที่ได้ไปปรับแต่งด้วยโปรแกรมตกแต่งภาพ เพื่อแยกเฟสระหว่างของแข็งและของเหลว ดังแสดงในรูปที่ 2 - 3 จากนั้นจึงนำภาพที่ปรับแต่งแล้วไปใช้ในการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Image Tool ดังแสดงในรูปที่ 2 - 4 ซึ่งเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantitative analysis) โดยจะทำการวิเคราะห์สัดส่วนของแข็ง (solid fraction) ขนาดของอนุภาค (particle size) ความหนาแน่นของอนุภาค (particle density) และลักษณะรูปร่าง (shape factor)



รูปที่ 2 - 3 แสดงภาพถ่ายโครงสร้างทางจุลภาคที่นำไปปรับแต่งด้วยโปรแกรมตกแต่งภาพ



รูปที่ 2 - 4 แสดงการวิเคราะห์โครงสร้างเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis) ด้วยโปรแกรม Image Tool

2.2.6 ขั้นตอนการวิเคราะห์การกระจายตัวของโครงสร้างจุลภาค

นำรูปโครงสร้างจุลภาคที่ผ่านการแยกเฟสของแข็งและของเหลวมาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Image J โดยทำการขยายขนาดของอนุภาคแล้ววิเคราะห์จำนวนอนุภาคที่เกิดขึ้น จนอนุภาคเกิดการรวมตัวกันเป็นหนึ่งอนุภาค ดังรูปที่ 2 - 5



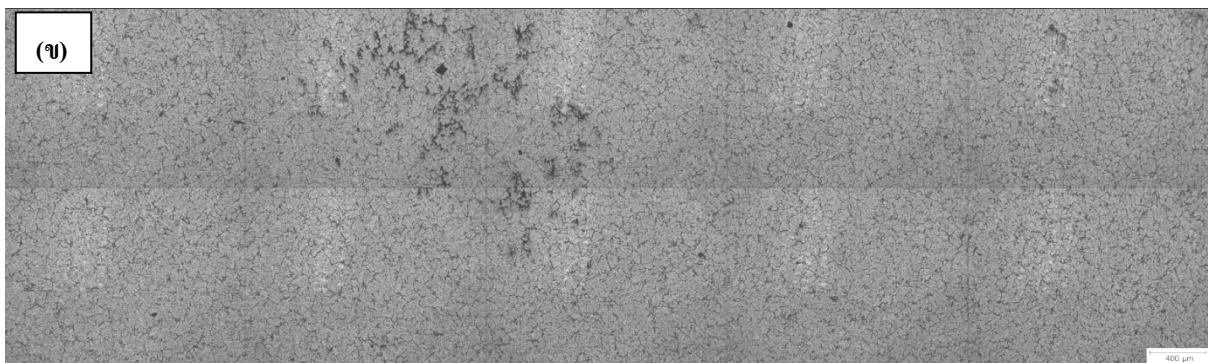
รูปที่ 2 - 5แสดงขั้นตอนการวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาค

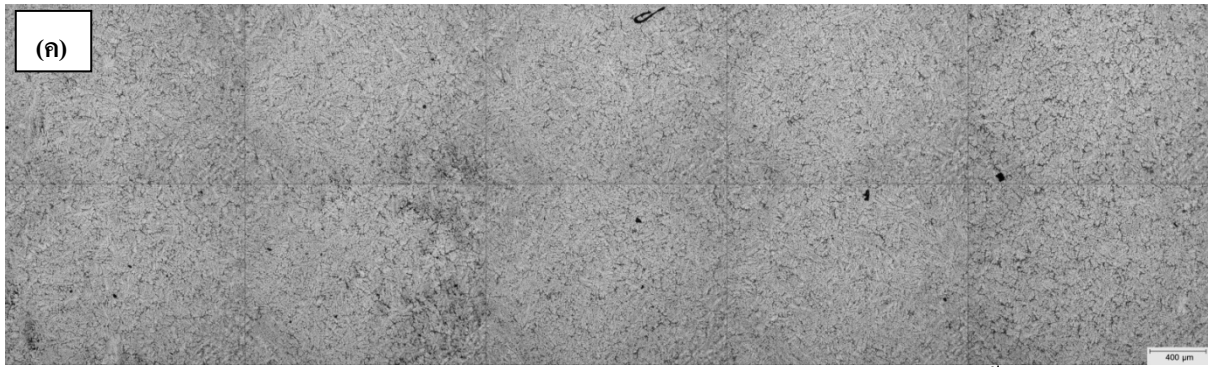
บทที่ 3

ผลการทดลอง

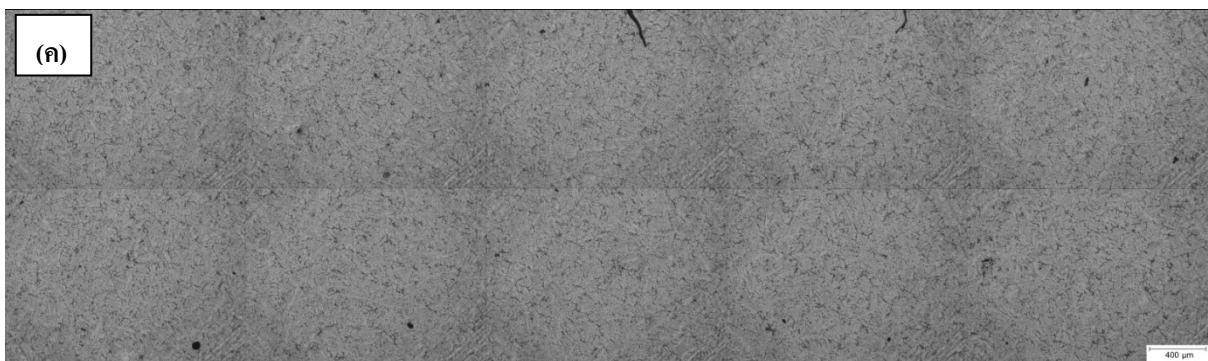
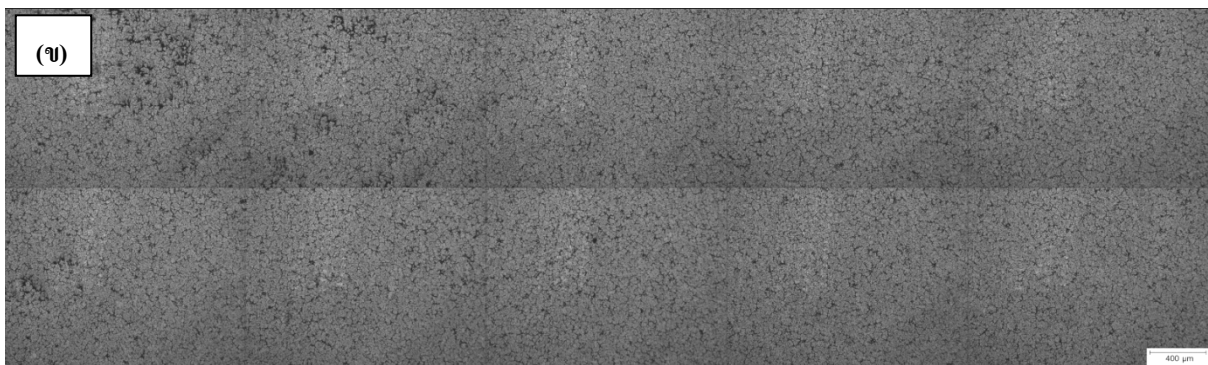
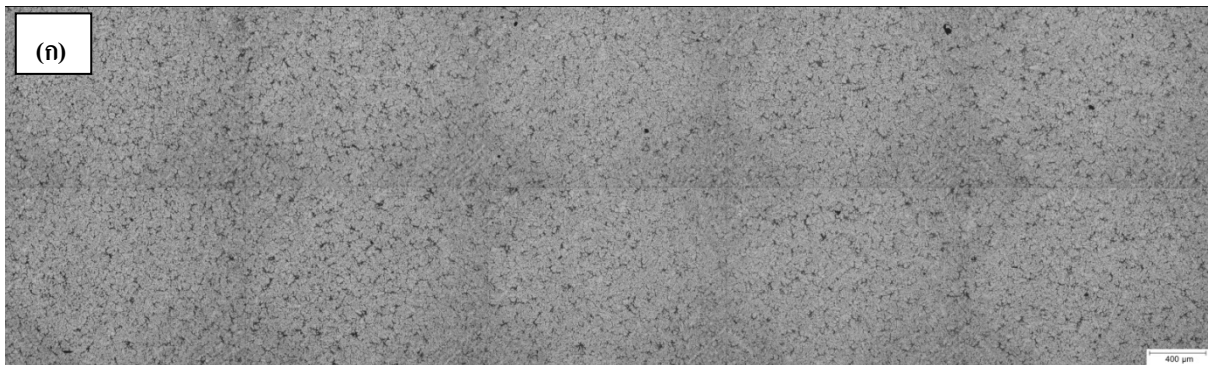
3.1. การศึกษาวิวัฒนาการของการเกิดโครงสร้างเกรนก่อนกลม

ในขั้นตอนนี้จะนำภาพตัวอย่างของโครงสร้างจุลภาคที่เวลาในการปล่อยแก๊สต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3 - 1- รูปที่ 3 - 24 มาแยกเฟสระหว่างของแข็งกับของเหลวให้ชัดเจนโดยใช้คำสั่ง Threshold ของโปรแกรม ตกแต่งภาพซึ่งผลการแยกเฟสแสดงในรูปที่ 3 - 25 - รูปที่ 3 - 51 จากนั้นใช้โปรแกรม Image Tool ในการวิเคราะห์ผลต่าง ๆ เช่น สัดส่วนของแข็ง (solid fraction) ขนาดของอนุภาค (particle size) ความหนาแน่นของอนุภาค (particle density) และลักษณะรูปร่างของอนุภาค (shape factor)



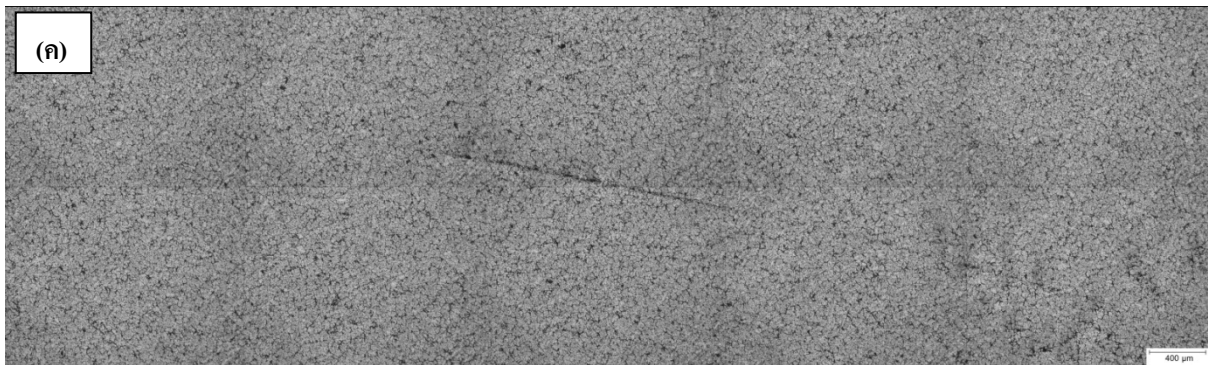
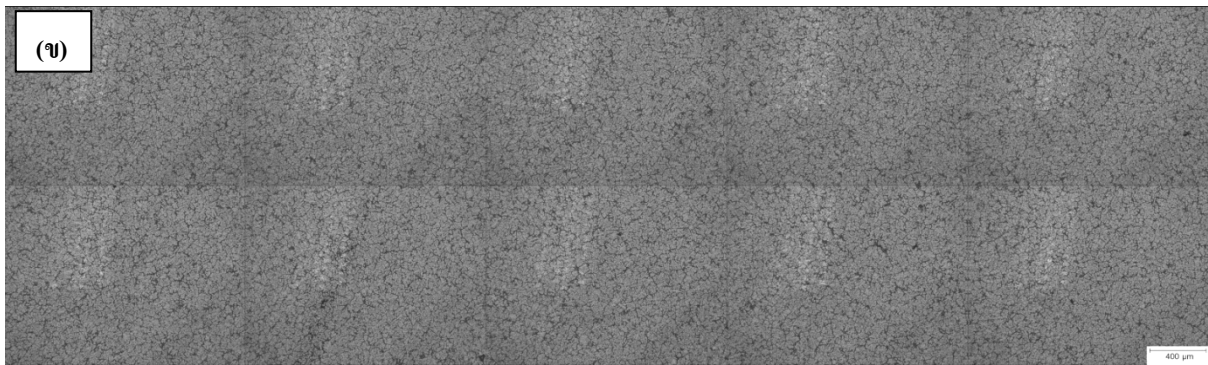
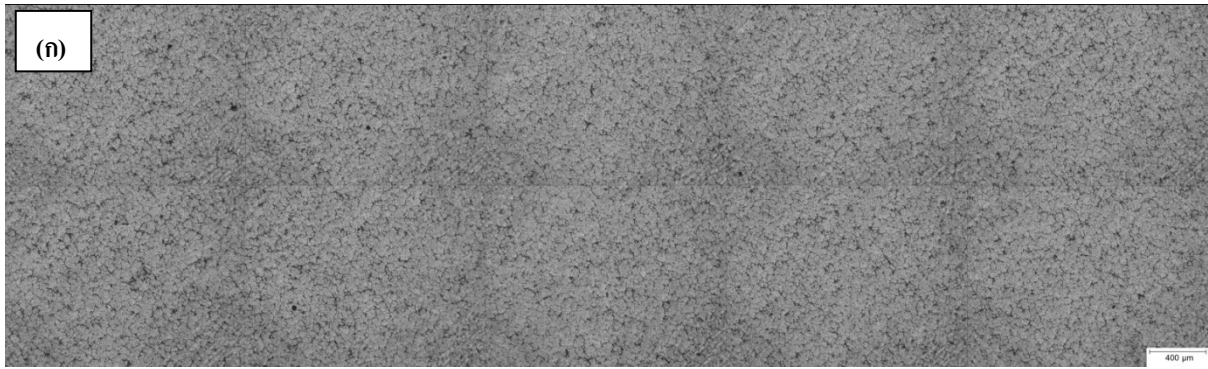


รูปที่ 3 - 1แสดง โครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 5วินาทีครั้งที่ 1



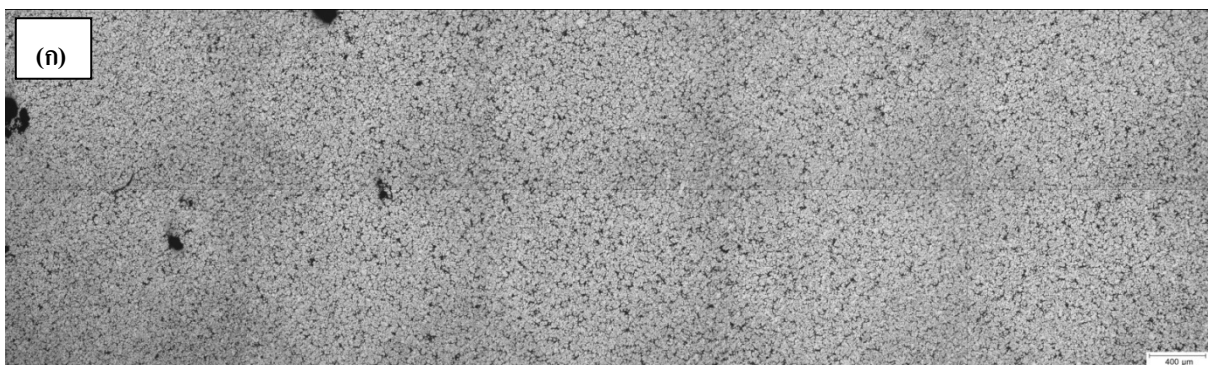
รูปที่ 3 - 2แสดง โครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 5วินาทีครั้งที่ 2

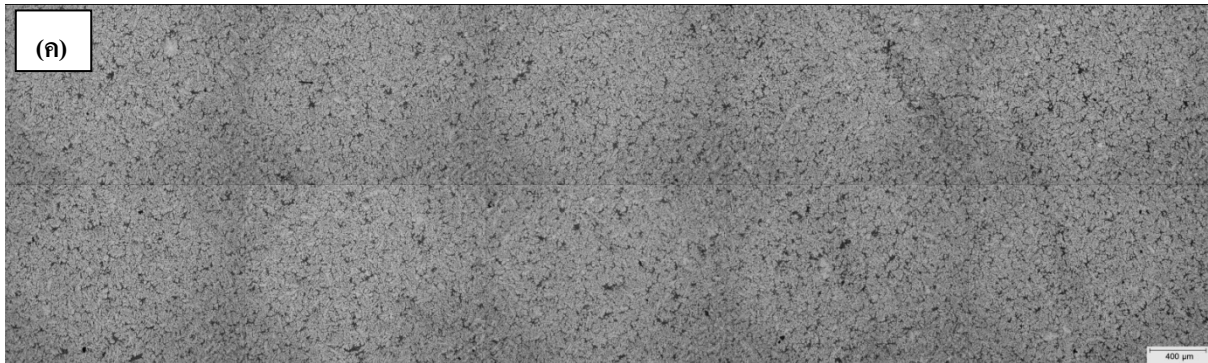
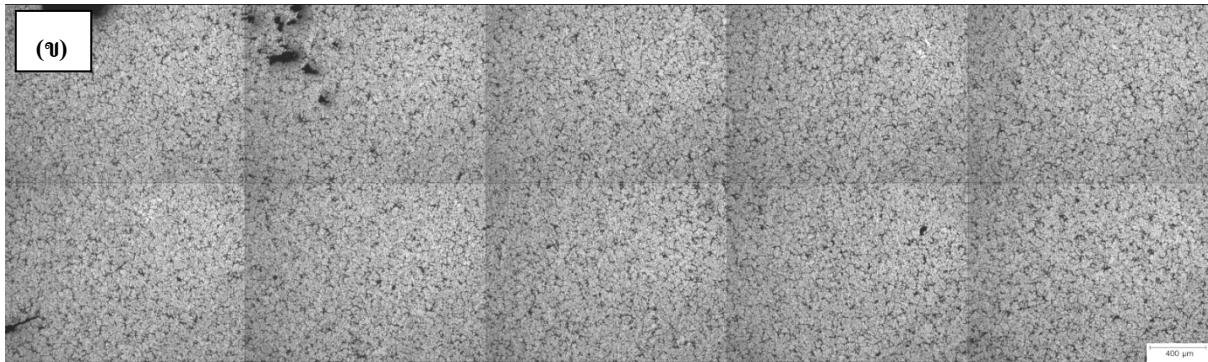
(ก) ส่วนบน (ข) ส่วนกลาง และ (ค) ส่วนล่าง



รูปที่ 3 - 3แสดงโครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 5 วินาทีครั้งที่ 3

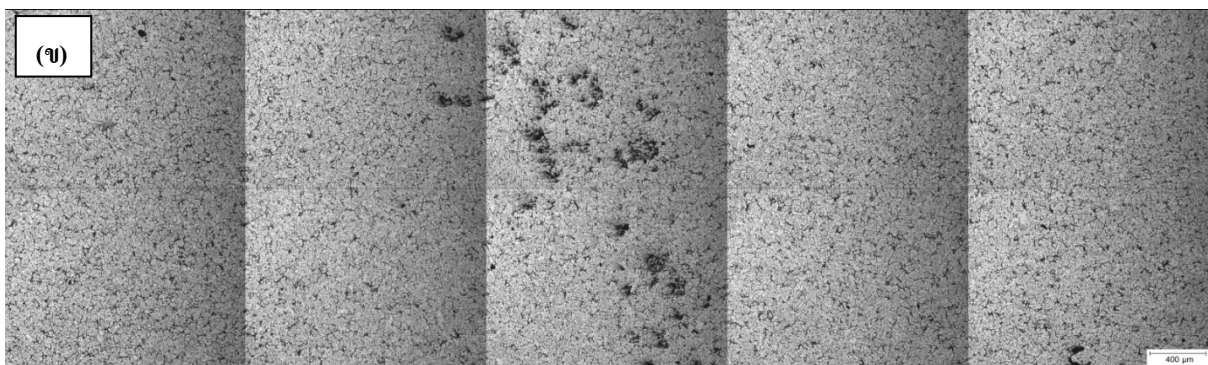
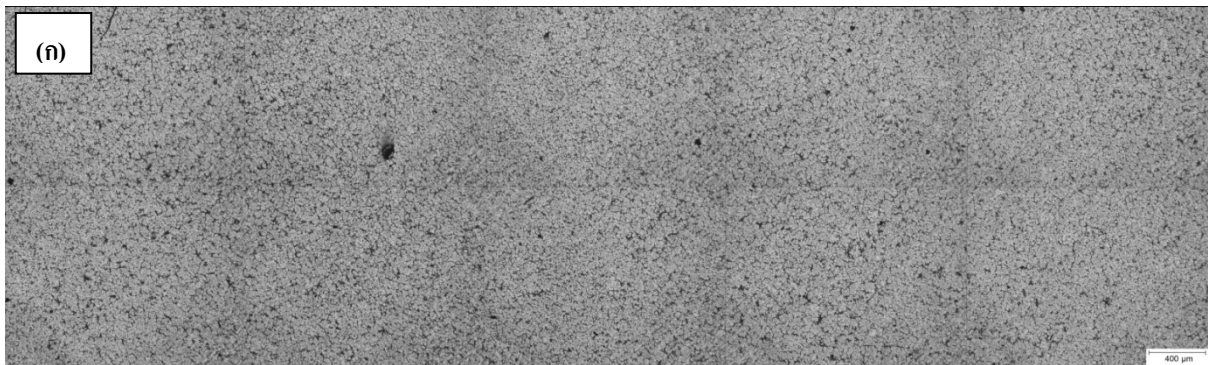
(ก) ส่วนบน (ข) ส่วนกลาง และ (ค) ส่วนล่าง

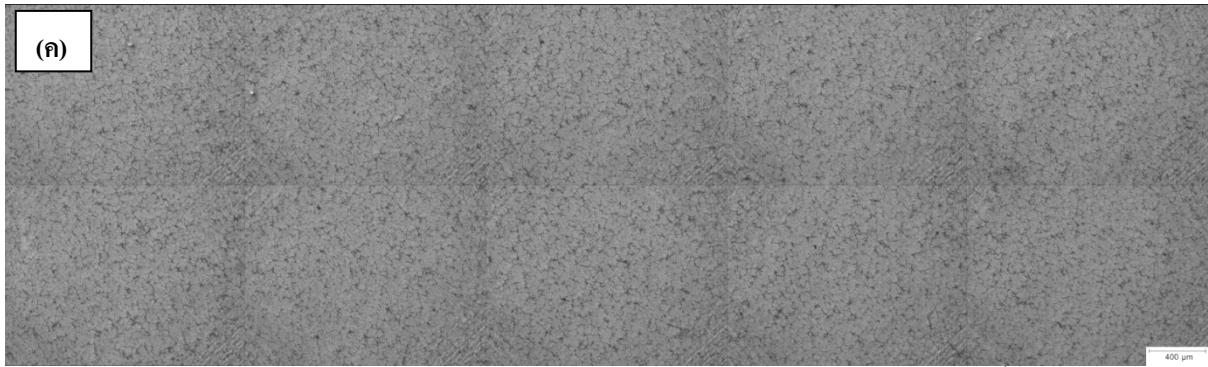




รูปที่ 3 - 4 แสดงโครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 10 วินาทีครั้งที่ 1

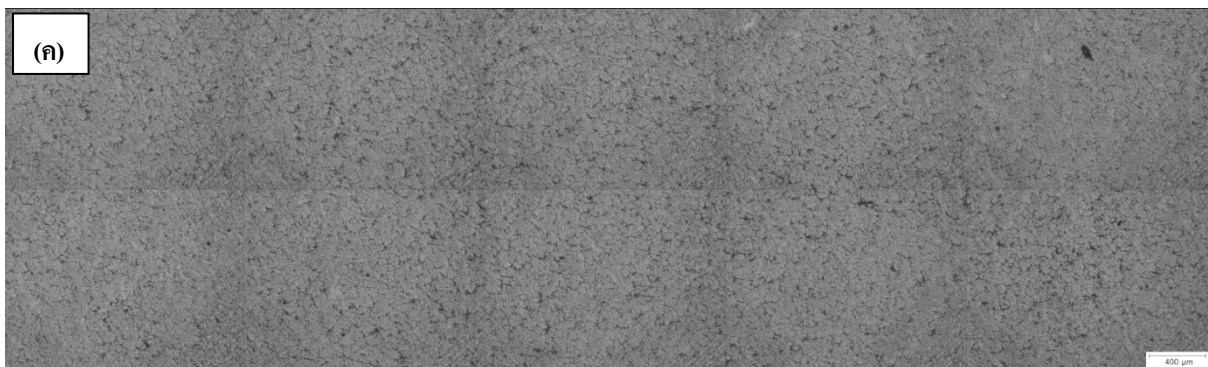
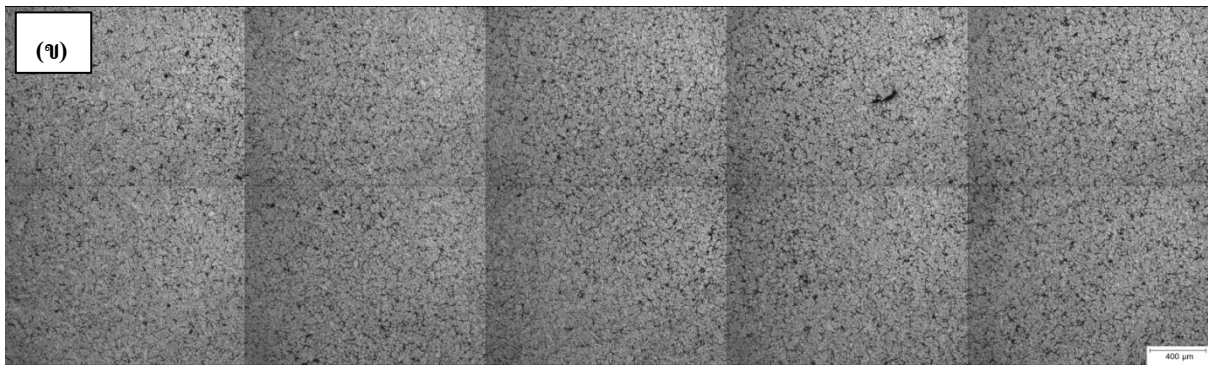
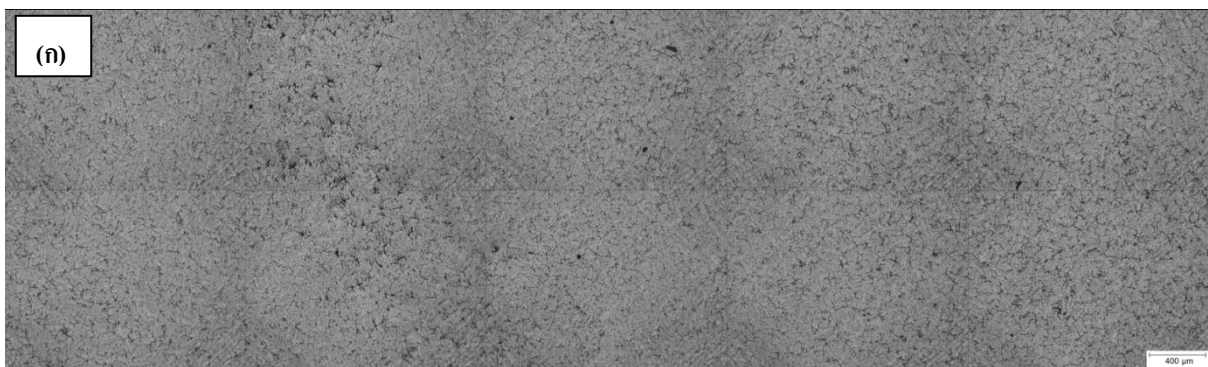
(ก) ส่วนบน (ข) ส่วนกลาง และ (ค) ส่วนล่าง





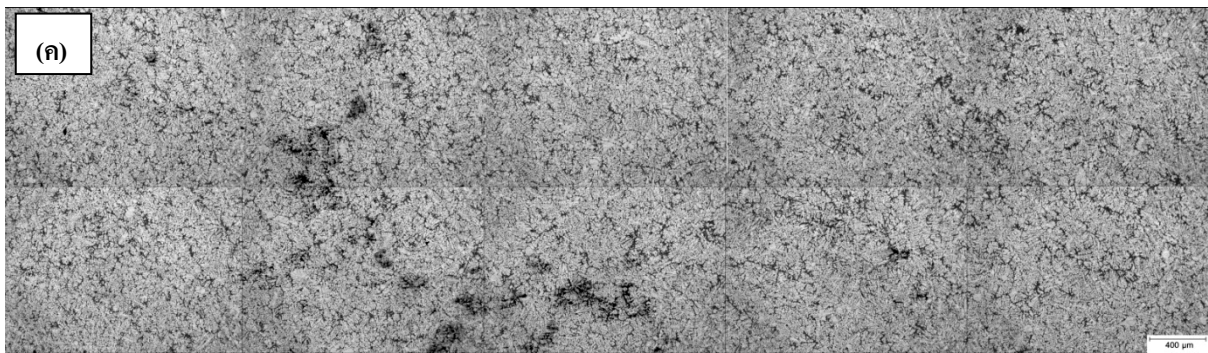
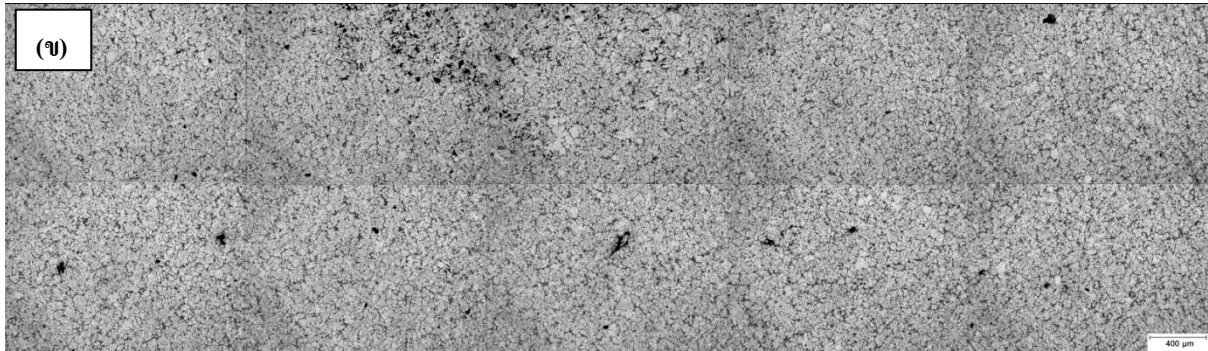
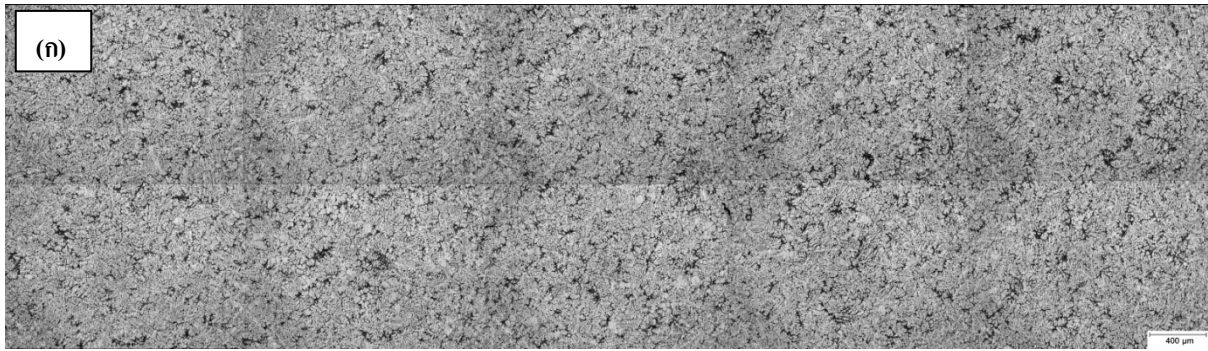
รูปที่ 3 - 5 แสดงโครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 10 วินาทีครั้งที่ 2

(ก) ส่วนบน (ข) ส่วนกลาง และ (ค) ส่วนล่าง



รูปที่ 3 - 6 แสดงโครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 10 วินาทีครั้งที่ 3

(ก) ส่วนบน (ข) ส่วนกลาง และ (ค) ส่วนล่าง



รูปที่ 3 - 7แสดง โครงสร้างจุลภาคที่การจุ่มแท่งแกรไฟต์เป็นเวลา 12วินาทีครั้งที่ 1

(ก) ส่วนบน (ข) ส่วนกลาง และ (ค) ส่วนล่าง

