

โครงสร้างเกรเดียนท์และการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคเนื่องจาก
การแปรรูปถาวรในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L



นางสาวพิมพ์ศิริ รัตนโสภา

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2565

GRADIENT STRUCTURE AND DEFORMATION INDUCED
MARTENSITIC TRANSFORMATION IN
STAINLESS STEEL 316L



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Material Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2022

โครงสร้างเกณฑ์และการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคเนื่องจากการแปรรูปถาวร
ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



(ผศ. ดร.อุษณีย์ กิตกัณธร)

ประธานกรรมการ



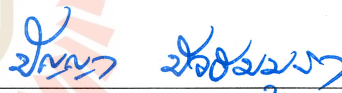
(ผศ. ดร.วารารณ ปิยวิทย์)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)



(ดร.พินิจ กิจขุนทด)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม)



(ผศ. ดร.ปิยญา บัวอมบุรา)

กรรมการ



(ผศ. ดร.ฐาปนีย์ พัชรวิชญ์)

กรรมการ



(ดร.ชนรรค์ เอื้อรักสกุล)

กรรมการ



(รศ. ดร.ฉัตรชัย โชติษฐียงกูร)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและประกันคุณภาพ



(รศ. ดร.พรศิริ จงกล)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

พิมพ์ศิริ รัตนโสภา : โครงสร้างเกรเดียนท์และการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติกเนื่องจากการแปรรูปถาวรในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L (GRADIENT STRUCTURE AND DEFORMATION INDUCED MARTENSITIC TRANSFORMATION IN STAINLESS STEEL 316L) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์, 92 หน้า.

คำสำคัญ: การเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติก/โครงสร้างเกรเดียนท์/สเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

งานวิจัยนี้ศึกษาการสร้างโครงสร้างเกรเดียนท์ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ด้วยกระบวนการแปรรูปถาวรโดยวิธีการบดด้วยแรงสั่น เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกลของชิ้นผิวให้ความแข็งแรงและความแข็งแรงเพิ่มขึ้นด้วยโครงสร้างเกรนเล็ก อย่างไรก็ตามเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีโครงสร้างอสเทนไนต์ที่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติกได้ในระหว่างรับแรงกระทำทางกลจากการวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณหรือร่องรอยการเสียรูปถาวรด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนและกล้องจุลทรรศน์แสง ทำให้ทราบถึงพฤติกรรมของการเสียรูป นอกจากนี้ การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยใช้วิธี Rietveld refinement และใช้การคำนวณจากแบบจำลอง Halder-Wagner เพื่อให้ได้ข้อมูลการเปลี่ยนแปลงปริมาณโครงสร้างผลึกและค่าโมโครสเตรน ซึ่งผลวิเคราะห์เหล่านี้มีความสอดคล้องกับการศึกษาโครงสร้างด้วยการดูดกลืนของรังสีเอ็กซ์ ข้อมูลที่ได้จาก XANES ทำให้ทราบถึงการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมทางเคมีและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก โดยธาตุผสมนิกเกิลมีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่เกิดขึ้นภายหลังการแปรรูปถาวรและส่งผลให้พลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม (Stacking Fault Energy, SFE) ของวัสดุสูงขึ้น ทำให้กลไกการเสียรูปถาวรของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงไปจากเดิมผ่านเพียงกลไกระนาบแฝดเชิงกล (Mechanical Twin) จึงเกิดร่วมกับกลไกดิสโลเคชันสลิป (Dislocation Slip) ด้วย ซึ่งการเปลี่ยนกลไกการเสียรูปถาวรนี้ปรากฏร่องรอยที่พบจากการวิเคราะห์โครงสร้างสัญญาณด้วยเช่นกัน ดังนั้นการศึกษานี้ทำให้ทราบถึงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความเครียดที่เกิดจากการแปรรูปถาวรและการวิวัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคโดยพฤติกรรมของการเสียรูปถาวร ปริมาณความเครียดนั้น ๆ เป็นผลจากการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งอะตอมหรือส่วนผสมทางเคมีระหว่างได้รับแรงกระทำทางกล

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ

ปีการศึกษา 2565

ลายมือชื่อนักศึกษา พิมพ์ศิริ รัตนโสภา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

วราภรณ์ ปิยวิทย์

PIMSIRI RATTANASOPA : GRADIENT STRUCTURE AND DEFORMATION INDUCED
MARTENSITIC TRANSFORMATION IN STAINLESS STEEL 316L. THESIS ADVISOR :
ASST. PROF WARAPORN PIYAWIT, Ph.D., 92 PP.

Keyword: MARTENSITIC TRANSFORMATION/GRADIENT STRUCTURE/X-RAY ABSORPTION
SPECTROSCOPY

This research investigated the gradient structure in 316L stainless steel deformed by a vibrating cup mill machine in order to enhance the mechanical properties of the surface layers due to the ultrafine-grain structures. However, 316L stainless steel has an austenitic structure that allows it to easily induce the martensitic transformations under mechanical loading. Morphological and deformation features were characterized by electron and optical microscopes in determining the deformation behaviors. Crystal structures were further examined and analyzed by X-ray diffraction technique integrated with Rietveld refinement method and Halder-Wagner model calculations. The data revealed the variation amount of the crystal structures and microstrain value. These results were consistent with X-ray absorption studies. The XANES spectra explained the fluctuations of chemical compositions and crystal structures. Nickel influences the martensitic transformation and corresponds to the increase of the stacking fault energy. Consequently, the plastic deformation mechanism of this material was shifted from the solely mechanical twin to the mechanical twin combining with the dislocation slip. The changes of plastic deformation mechanisms were also visibly traced in the morphological investigations. Therefore, this study revealed the relationship between the different strain amount from the various degree of plastic deformation and the microstructural evolution. Plastic deformation behaviors at the certain strain amounts resulted from the alteration of atomic positions and/or chemical compositions during the mechanical treatment.

School of Metallurgical Engineering

Academic Year 2022

Student's Signature ปิมศิริ รattanasa

Advisor's Signature Waraporn Piyawit

Co-Advisor's Signature Waraporn Piyawit

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดีได้ ต้องขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์ อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ ที่ให้โอกาสทางการศึกษา ให้คำแนะนำ ช่วยแก้ปัญหาและให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด รวมทั้งช่วยตรวจทานและแก้ไขวิทยานิพนธ์เล่มนี้จนสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ดร.พินิจ กิจขุนทด นักวิทยาศาสตร์ ระบบลำเลียงแสงที่ 5.2: X-ray absorption spectroscopy สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้ความรู้และคำปรึกษาในการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยเทคนิค XAS ทั้งยังช่วยสอนการใช้โปรแกรมต่าง ๆ ซึ่งมีประโยชน์อย่างยิ่งต่อการทำวิจัยครั้งนี้ และยังเป็นผู้สร้างแรงบันดาลใจให้ผู้วิจัยอยากเรียนรู้และอยากลองทำสิ่งใหม่ ๆ

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (อาคารเครื่องมือ 6, 10 และ 11) สำหรับการให้คำแนะนำการใช้เครื่องมือต่าง ๆ และขอบคุณ พี่กาน พี่เล็ก กันกัน มะนาว แคทไทท์ ไช่มุก น้องจิ น้องแหม่ม ที่ให้การช่วยเหลือเรื่องอุปกรณ์และเครื่องมือระหว่างการดำเนินงานวิจัย เป็นกำลังใจ ให้คำปรึกษา ช่วยแก้ปัญหาในเรื่องต่าง ๆ และคอยประคับประคองและเตือนสติผู้วิจัยในช่วงเวลาที่ยากลำบาก นอกจากนี้ขอบคุณความห่วงใยและกำลังใจของ แน่น สัมโอ บีบี พี่แซม เฟรม ไวน์ ผู้เป็นเพื่อนที่ดีมาอย่างยาวนาน

สำหรับคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ผู้วิจัยขอมอบให้กับคุณตา คุณยาย พ่อ แม่ น้ำหมวย น้ำโต้ง อันเป็นที่รักและเคารพ ซึ่งบุคคลเหล่านี้เป็นผู้ที่ให้ความรัก ให้การเลี้ยงดูอบรมอย่างเอาใจใส่ สนับสนุนให้เลือกการดำเนินชีวิตตามความต้องการด้วยตนเองและส่งเสริมทางด้านการศึกษาเป็นอย่างดี ขอขอบคุณน้องพีร์ และน้องศีล น้องชายทั้งสองคน เป็นเหมือนเพื่อนที่สนิทที่สุด ที่คอยรับฟัง ให้กำลังใจและเชื่อมั่นในตัวผู้วิจัย ทั้งหมดนี้ทำให้ผู้วิจัยมีชีวิตที่ดี มีความสุขเสมอมาและเป็นส่วนสำคัญที่ทำให้การทำวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

พิมพ์ศิริ รัตนโสภา

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ซ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	5
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	5
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	6
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
2.1 โลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรนนาโน (nanograined metal).....	7
2.1.1 กลไกการเพิ่มความแข็งแรงด้วยขอบเกรน (grain boundary strengthening).....	8
2.1.2 กลไกการเสียรูปของโลหะและโลหะผสมที่มีโครงสร้างเกรนนาโน.....	11
2.2 โครงสร้างเกรเดียนท์ของวัสดุโลหะ (gradient structure of metallic material) ...	14
2.2.1 กลไกการเสียรูปของโลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรเดียนท์.....	14
2.2.2 สมบัติทางกลของโลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรเดียนท์.....	15
2.3 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation, SPD).....	16
2.3.1 กลไกการแปรรูปด้วยกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในโลหะที่โครงผลึกประเภท face centered cubic.....	18
2.3.2 วิธีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation methods).....	19

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.4	การแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก 316L.....	23
2.4.1	เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก 316L.....	23
2.4.2	การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติค (Martensitic transformation).....	23
2.4.3	งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการแปรรูปถาวรในเหล็กกล้าไร้สนิม ออสเทนนิติก 316.....	26
2.5	กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM).....	30
2.6	สเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy, XAS).....	32
2.6.1	หลักการเบื้องต้นของสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์.....	32
2.6.2	วิธีการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์.....	34
3	วิธีดำเนินการวิจัย	37
3.1	วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	37
3.1.1	วัสดุที่ใช้ในการทดลอง	37
3.1.2	อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	38
3.1.3	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	38
3.2	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	38
3.3	วิธีการทดลอง.....	39
3.3.1	การเตรียมชิ้นงาน.....	40
3.3.2	การแปรรูปถาวรชิ้นงานด้วยเครื่องบดด้วยแรงสั่น	41
3.3.3	การวิเคราะห์โครงสร้างเกรเดียนท์และการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติค	42
3.4	การวิเคราะห์ผลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	43
3.4.1	การหาค่า microstrain และขนาดผลึกด้วยโมเดลของ Halder-Wagner	43
3.5	การวิเคราะห์ผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์	45
3.5.1	การประมวลผลข้อมูลของผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์	45
3.5.2	การจำลองโครงสร้างมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ XANES.....	47
3.5.3	การทำ linear combination fit ของโครงสร้าง XANES	49

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.6	การวิเคราะห์ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	50
4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล	52
4.1	การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	52
4.2	การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค	55
4.2.1	การวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง	55
4.2.2	การวิเคราะห์ตำแหน่งของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	60
4.2.3	การวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	60
4.3	การวิเคราะห์ผลสเปกโทรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์	65
4.3.1	โครงสร้าง XANES	65
4.3.2	โครงสร้าง EXAFS	70
4.4	การเปลี่ยนแปลงกลไกการเสียรูปถาวร	73
5	สรุปและข้อเสนอแนะ	76
	รายการอ้างอิง	77
	ภาคผนวก	86
	ประวัติผู้เขียน	92

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	ความสัมพันธ์ของทิศทางผลึกและการเปลี่ยนโครงสร้างอสเตนไนต์เป็นมาร์เทนไซต์	26
3.1	ส่วนประกอบเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในงานวิจัย	37
4.1	ข้อมูลเชิงปริมาณที่ได้จากการวิเคราะห์ผลรูปแบบเหลี่ยมแบนของรังสีเอ็กซ์	53



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1	ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงการยึดเกาะของเซลล์กระดูก ผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ภายหลังจากแปรรูปถาวรด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น 5
2.1	สมบัติของวัสดุโครงสร้างนาโนที่เปรียบเทียบกับโครงสร้างเกรนใหญ่..... 7
2.2	การเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันขณะเข้าไปยังขอบเกรน 8
2.3	ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและความเค้น ณ จุดคราก..... 11
2.4	ความสัมพันธ์ของปริมาณขอบเกรนและจุด triple junctions 11
2.5	กลไกการเสีรูปในวัสดุโครงสร้างนาโน 12
2.6	ความสัมพันธ์ของความเค้น ณ จุดครากและความเหนียวและการเกิดการอ่อนตัว และการเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียดของโครงสร้างเกรนเดี่ยว 14
2.7	ประเภทของขอบเกรนจำแนกตามความแตกต่างของทิศทางผลึก 17
2.8	การเสีรูปของ LAGBs ตามโมเดลของ Bobylev 17
2.9	การเสีรูปของ HAGBs ตามโมเดลของ Bobylev 17
2.10	กลไกการเกิดโครงสร้างเกรนเล็กของโลหะทองแดง 18
2.11	กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี High pressure torsion 19
2.12	กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี Equal channel angular pressing 20
2.13	กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี Accumulative roll bonding 20
2.14	กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี severe shot peening 21
2.15	กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี surface mechanical attrition treatment..... 22
2.16	กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี vibrating cup mill ที่ใช้ในงานวิจัยนี้..... 22
2.17	การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติกด้วยความเค้นและความเครียด..... 24
2.18	ความสัมพันธ์ Hall-Petch ของความแข็งแรงและขนาดเกรนในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L..... 27
2.19	หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม 30
2.20	ความสัมพันธ์ของแรงปฏิกิริยากับระยะห่างระหว่างเข็มและผิวตัวอย่าง 31
2.21	กลไกการดูดกลืนรังเอ็กซ์ทำให้อิเล็กตรอนอยู่ในสถานะกระตุ้น 32

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.22	แผนภาพแสดงรังสีเอ็กซ์ตามกฎของ Beer 33
2.23	สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก 34
2.24	รูปแบบการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ 35
3.1	แสดงแผนภาพระเบียบวิธีการทำวิจัย..... 39
3.2	เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในการทดลอง..... 40
3.3	การขัดผิวชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี..... 41
3.4	การแปรรูปพลาสติกอย่างรุนแรงด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น 41
3.5	กราฟสมการเส้นตรงของ Halder-Wagner (HW)..... 44
3.6	การนำข้อมูลของโครงสร้าง XANES มาประมวลผลในโปรแกรม Athena..... 45
3.7	ประมวลผลข้อมูลของผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ 46
3.8	การทำ Self-absorption correction..... 47
3.9	สร้างไฟล์ข้อมูลโครงสร้างมาตรฐาน .inp..... 47
3.10	การจำลองโครงสร้างมาตรฐาน XANES ด้วยโปรแกรม FEFF8.2 48
3.11	การทำ Linear combination fit ของโครงสร้าง XANES 49
3.12	การวิเคราะห์ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคด้วยการซ้อนทับภาพสัญญาณ อิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับและอิเล็กทรอนิกส์ทุติยภูมิ 51
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 54
4.2	ค่าความยาวหน่วยเซลล์ที่ได้จากการคำนวณรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์..... 55
4.3	ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคแนวตัดขวางตามความหนาที่กำลังขยาย 200 เท่า โดยใช้กั๊ดชิ้นรอยแต่มสี่..... 57
4.4	ขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง 58
4.5	ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 500 เท่า..... 59
4.6	ภาพถ่ายขยายกล้องจุลทรรศน์แสงและภาพ MFM ที่แสดงจุดเกิดของโครงสร้าง มาร์เทนไซต์ที่ร่องรอยโครงสร้างการเสียรูปถาวร..... 60
4.7	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1000 เท่า ของโครงสร้างจุลภาค..... 61
4.8	โครงสร้างการเสียรูปถาวรที่ปริมาณการแปรรูปต่ำ กลาง และ สูง 63

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.9	ภาพสัญญาณทุติยภูมิที่เกิดจากการเหนี่ยวนำด้วย Ga ⁺ ของโครงสร้างเกรเดียนท์	64
4.10	โครงสร้าง XANES ของเหล็ก	66
4.11	โครงสร้าง XANES ของนิกเกิล	66
4.12	โครงสร้าง XANES ของโครเมียม	66
4.13	อนุพันธ์ลำดับที่หนึ่งสเปกตรัม XANES	67
4.14	ความสัมพันธ์ของปริมาณโครงสร้างผลึกกับค่า %ไม่โครสเตรน	69
4.15	k ² -space จากโครงสร้าง EXAFS	71
4.16	Fourier transform จากโครงสร้าง EXAFS	72
4.17	โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปถาวร 20 นาที ที่ 0.17 %ไม่โครสเตรน	75



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันมีการนำวัสดุประเภทโลหะมาใช้งานทางการแพทย์อย่างมาก ทั้งเป็นอุปกรณ์และเครื่องมือต่าง ๆ หรือแม้กระทั่งการนำมาใช้สำหรับเป็นชิ้นส่วนทดแทนและฟื้นฟูการทำงานของอวัยวะในร่างกาย เช่น รากฟันเทียม ข้อเข่าเทียม หรือกระดูกเทียม เป็นต้น ซึ่งวัสดุประเภทโลหะที่นำมาใช้กับร่างกายมนุษย์นั้นจะต้องไม่มีความเป็นพิษหรือไม่ทำปฏิกิริยาใด ๆ ต่ออวัยวะเนื้อเยื่อหรือของเหลวในร่างกาย นอกจากนี้ยังต้องมีสมบัติเด่นทางด้านความแข็งแรงและมีความสามารถต้านทานต่อการกัดกร่อนได้ดี มีความสะดวกในการขึ้นรูปเป็นรูปทรงต่าง ๆ ทั้งแบบเรียบง่ายและซับซ้อน ทั้งนี้สิ่งสำคัญคือกระบวนการปรับปรุงผิวโลหะเพื่อให้เนื้อเยื่อสามารถยึดเกาะกับผิวโลหะได้ อาจจะใช้วิธีการทำให้ผิวโลหะมีความพรุนเพื่อให้เนื้อเยื่อเข้าไปเติบโตได้ หรือการเคลือบผิวด้วยสารจำพวกพอลิเมอร์และเซรามิก เช่น ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) และแก้วเซรามิก (glass ceramic) เป็นต้น

โลหะและโลหะผสมที่นำมาใช้ในทางการแพทย์นั้นมีหลายชนิด โลหะชนิดหลักที่นำมาใช้เป็นอวัยวะทดแทนคือ โลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม โลหะผสมโคบอลต์ – โครเมียมและเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L ซึ่งโลหะแต่ละชนิดมีข้อดีและข้อเสียในการใช้งานที่แตกต่างกันไป ขึ้นอยู่กับสมบัติทางกล หากเปรียบเทียบกันแล้วโลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียมมีความแข็งแรงและความเข้ากันได้กับอวัยวะในร่างกายได้เป็นอย่างดี และมีความต้านทานต่อการกัดกร่อนต่ำหากแต่ธาตุผสมบางชนิดมีความเป็นพิษต่อร่างกายเมื่อใช้เป็นเวลานาน ส่วนโลหะผสมโคบอลต์ – โครเมียม มีความแข็งแรงต้านทานต่อความล้า การกัดกร่อนได้อย่างดีเยี่ยม แต่โลหะทั้งสองชนิดนี้ขึ้นรูปได้ยากและมีราคาแพง จึงทำให้เหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L เป็นที่นิยมมากกว่า เนื่องจากมีราคาถูกกว่า เนื่องจากมีความสามารถในการต้านทานกัดกร่อนดีและยังมีความสามารถในการเพิ่มความแข็งแรงได้เทียบเท่ากับโลหะและโลหะผสมไทเทเนียมและโลหะผสมโคบอลต์ – โครเมียมได้ด้วยกระบวนการทางความร้อนหรือกระบวนการขึ้นรูป [1] ทั้งนี้การจะนำวัสดุโลหะเป็นอวัยวะทดแทนได้นั้นจะต้องผ่านขั้นตอนการเตรียมผิวเพื่อให้เกิดการยึดเกาะกับเนื้อเยื่อได้ โดยจากการศึกษาที่ผ่านมา วิธีที่นิยมใช้มากที่สุดคือการเคลือบผิว เช่น รากฟันหรือกระดูกเทียมที่ต้องการสมบัติเชิงกลที่ดี เนื่องจากต้องอยู่ในสภาวะที่รับแรงกดและแรงดึงสลับไปมาที่เกิดจากการเคลื่อนไหวและบริเวณผิวรอยต่อที่นอกจากจะมีความเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อในร่างกาย ยังจะต้องต้านทานต่อ

การกัดกร่อนและการขัดสีได้ดีด้วย จึงมีการเคลือบผิวด้วยไฮดรอกซีอะพาไทต์ซึ่งเป็นสารที่มีองค์ประกอบของกระดูกและเป็นตัวเร่งให้เนื้อเยื่อมาเกาะ ทำให้มีความเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อในร่างกายได้อย่างดีจึงทำให้เกิดการประสานกันได้อย่างสนิทระหว่างอวัยวะที่เชื่อมกับเนื้อเยื่อ แต่สมบัติด้านความแข็งแรงและความแข็งแรงยังไม่ค่อยดีนัก เมื่อใช้งานไปสักพักมักจะเกิดหลุดร่อนได้ [2] หรือการเคลือบผิวด้วยโพลีไพโรล (Polypyrrole) เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ ซึ่งถูกนำมาศึกษาเพื่อพัฒนาเป็นสำหรับใช้เคลือบผิววัสดุโลหะที่ใช้ในทางการแพทย์ เนื่องจากมีสมบัติทางไฟฟ้าที่น่าสนใจ และยังคงมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ สามารถปรับปรุงสมบัติทางกายภาพในระดับโมเลกุลได้ง่ายเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานที่เฉพาะเจาะจง และด้วยสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ชนิดนี้เองที่เป็นสื่อกระแสไฟฟ้าจะช่วยกระตุ้นเซลล์หรือเนื้อเยื่อได้ หรือจะเป็นการนำส่งยาเข้าไปในร่างกายจึงสามารถควบคุมได้โดยการประยุกต์ใช้สัญญาณไฟฟ้า ถึงอย่างไรก็ตามโพลีไพโรลมีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ มีลักษณะแข็งแต่เปราะ [3–5] ดังนั้นถ้าหากมีการนำวัสดุโลหะใช้เป็นอวัยวะทดแทนได้โดยทำให้เนื้อเยื่อสามารถยึดเกาะกับผิวโลหะได้โดยไม่ต้องมีการเคลือบผิวก่อน และปรับปรุงสมบัติที่ผิวของโลหะให้มีความแข็งแรงและความต้านทานต่อการขัดสีได้ดีขึ้น เพื่อทดแทนข้อด้อยของการเคลือบผิว ที่จะช่วยลดปัญหาการหลุดร่อนของชั้นผิวเคลือบและยังลดขั้นตอนและเวลาในการผลิตได้อย่างมาก ซึ่งการปรับปรุงผิวของโลหะอาจจะทำได้โดยการอบชุบทางความร้อนหรือการแปรรูปด้วยแรงกล เป็นต้น

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประเภทโลหะด้วยการใช้แรงกระทำทางกลเพื่อลดขนาดเกรน ให้เป็นเกรนที่เล็กละเอียด (ultra-fine grain) เป็นหนึ่งในวิธีปรับปรุงสมบัติทางกลโดยกระบวนการถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation) เป็นวิธีที่มักถูกใช้ในการปรับลดขนาดเกรน ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี เช่น equal channel angular pressing (ECAP), accumulative roll-bonding (ARB), และ high pressure torsion (HPT) เป็นต้น วิธีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงส่วนใหญ่จะทำให้โครงสร้างจุลภาคเกิดเปลี่ยนแปลงทั้งตัววัสดุด้วยแรงกดร่วมกับแรงเฉือน แต่หากต้องการเพียงชั้นผิวแข็งที่เป็นโครงสร้างเกรนเล็กละเอียดและยังคงสมบัติเดิมของวัสดุอยู่ การทำโดยวิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill) เป็นการทำให้วัสดุเสียรูปที่ผิวด้วยลูกบดทั้งสเตนคาร์ไบด์ขนาดใหญ่เพียงพอที่ลูกบดกระทบลงได้ทั่วทั้งผิวชิ้นงาน ที่จะทำให้เกิดการเสียรูปอย่างเท่า ๆ กัน มีโอกาสได้โครงสร้างจุลภาค, ความลึกและสมบัติที่สม่ำเสมอทั้งผิวชิ้นงานอีกด้วย จึงเป็นอีกวิธีที่น่าสนใจที่จะสร้างชั้นผิวแข็งสำหรับวัสดุโลหะที่ใช้ในทางการแพทย์ ด้วยการนำลูกบดทุบบนผิวของโลหะ โดยควบคุมความเร็วรอบและเวลาในการทุบ เพื่อให้บริเวณผิวเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคและได้สมบัติตามที่ต้องการ

โครงสร้างเกรเดียนท์ (gradient structure) เป็นลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่ถูกทำขึ้นด้วยกระบวนการเปลี่ยนรูปร่างทางกลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคและสมบัติที่ผิว แต่ยังคงรักษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเดิมของวัสดุไว้ด้วย โดยการสร้างชั้นของโครงสร้างเกรนเล็กละเอียดที่

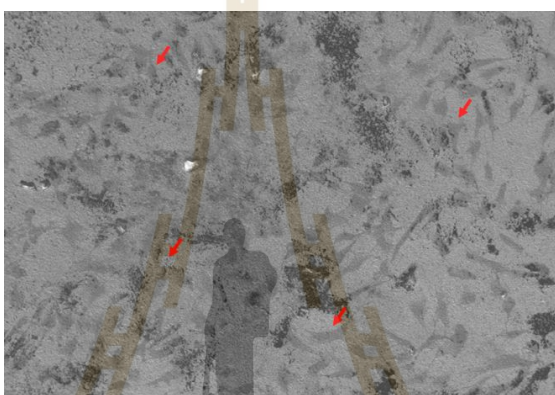
บริเวณผิว เพื่อเสริมความแข็งและความแข็งแรง และชั้นผิวนี้จะยึดติดโครงสร้างเกรนหยาบที่มีสมบัติความเหนียวของวัสดุเดียวกัน ระหว่างชั้นผิวทั้งสองจะมีชั้นการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรน (transition layer) จึงทำให้โครงสร้างเกรนเดียนท์เป็นโครงสร้างที่มีความแตกต่างเชิงพื้นที่ของขนาดเกรนหรือมีการเปลี่ยนแปลงช้า ๆ ของการกระจายตัวขนาดเกรน (grain size distribution) ทำให้วัสดุสามารถเสียรูปแบบยืดหยุ่น (elastic deformation) อย่างเท่า ๆ กัน แต่จะมีความสามารถในการเสียรูปถาวรไล่ระดับตามขนาดเกรน ซึ่งทำให้ความแข็งแรง ณ จุดครากของวัสดุสูงขึ้น เนื่องจากที่ผิวมีความแข็งแรงสูงจากการมีโครงสร้างเกรนเล็กและยังรักษาความเหนียวได้ อย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับการเพิ่มความแข็งแรงด้วยวิธีอื่น ๆ

การสร้างทำโครงสร้างเกรนเดียนท์ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L เกี่ยวข้องโดยตรงกับกลไกการเสียรูป (deformation mechanism) และการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก (martensitic transformation) จะขึ้นกับค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม (stacking fault energy, SFE) ของวัสดุและอุณหภูมิของกระบวนการแปรรูป โดยทั่วไปมักอธิบายด้วยกลไก เดียวกันกับปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในเหล็กกล้าไร้สนิม 304 เนื่องจากเป็นเหล็กกล้าไร้สนิมประเภทออสเทนนิติก เช่นเดียวกัน เช่น การสร้างชั้นผิวโครงสร้างเกรนเล็กของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ด้วยวิธีการ severe shot peening พบว่าความหนาแน่นของขอบระนาบแฝด (twin boundary) มากขึ้นตามปริมาณการเสียรูปที่มากขึ้น นั่นอาจจะเป็นไปได้ว่าทำให้เกิดระนาบแฝด (twinning) เป็นกลไกในการนำไปสู่การเกิดเกรนเล็กเหมือนกับในเหล็กกล้าไร้สนิม 304 [6] หรือการใช้วิธี rotationally accelerated shot peening (RASP) ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L และเปลี่ยนโครงสร้างเป็นเกรนเล็กด้วยการเกิดการหมุนของเกรน (grain rotation) และการเคลื่อนขอบเกรน (grain boundaries sliding) [7] อย่างไรก็ตามมีการศึกษาเปรียบเทียบกลไกการเกิดเกรนเล็ก ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L และ 304 ว่ามีการก่อตัวของโครงสร้างที่สำคัญ 3 อย่างคือ แถบไมโคร (microband), แถบเฉือน (shear bands) และโครงสร้างที่เกิดระหว่างการเปลี่ยนแปลงจากแถบไมโครไปเป็นแถบเฉือน จากการศึกษาชี้ให้เห็นว่ากลไกการเสียรูปของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L และ 304 ไม่ได้เป็นกลไกเดียวกัน [8] นอกจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นเกรนเล็กในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L แล้ว มักเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติกเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย เนื่องจากโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L นั้น เป็นออสเทนไนต์ที่อุณหภูมิปกติ จึงทำให้เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างได้ด้วยแรงทางกล (deformation induced martensitic) ซึ่งมีลำดับการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างคือ γ -austenite (face centered cubic) \rightarrow α' -martensite (body centered tetragonal) และ γ -austenite (face center cubic) \rightarrow ϵ -martensite (hexagonal close packed) \rightarrow α' -martensite (body centered tetragonal) เปลี่ยนเฟสมาร์เทนไซด์ของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ขณะการอยู่ในกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง มีการศึกษาและถูกอธิบายไว้อย่างหลากหลาย โดยมักจะเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบ

γ -austenite \rightarrow ϵ -martensite \rightarrow α' -martensite ซึ่ง ϵ -martensite เป็น intermediate phase ที่พบได้น้อย จะเกิดจากการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม (stacking fault) ที่ระนาบ (111) ของ face centered cubic เป็นผลมาจากการเคลื่อนที่ของ partial dislocation ดังนั้น จากการทำ face centered cubic มีการจัดเรียงระนาบแบบ ABCABC... จะเปลี่ยนเป็น ABAB... จึงเป็นสาเหตุของการเกิด ϵ -martensite ที่เป็นโครงสร้าง hexagonal close packed ข้อดีของโครงสร้างนี้คือช่วยเพิ่มสมบัติด้านความแข็งแรงได้ไม่ต่างจาก α' -martensite ซึ่งการควบคุมการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างต่าง ๆ ของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L เพื่อเพิ่มสมบัติทางกลให้ดีขึ้นแต่รักษาความต้านทานการกัดกร่อน จะสามารถทำได้โดยควบคุมพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมและอุณหภูมิของกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง [9–12]

จากที่กล่าวไปข้างต้น การเคลือบผิวบนวัสดุโลหะที่ใช้ในทางการแพทย์ยังมีข้อด้อยที่ยังต้องการการพัฒนาอยู่มาก ในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L ภายหลังจากการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่นเพื่อศึกษาความเป็นไปในการสร้างโครงสร้างเกรนเดียนท์ คือโครงสร้างชั้นผิวแข็งด้วยเกรนเล็กละเอียดและภายใต้ชั้นผิวแข็งยังเป็นขนาดเกรนเริ่มต้นของชิ้นงาน ที่ช่วยส่งเสริมสมบัติทางกลที่ดี ช่วยเพิ่มความต้านทานต่อความล้าและที่ผิวมีความแข็งแรงต้านทานต่อการขัดสีได้ดี และยังเกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่เป็นโครงสร้างแบบ α' -martensite จากการแปรรูป มีส่วนช่วยเพิ่มความแข็งแรง แต่ส่งผลต่อความต้านทานการกัดกร่อน นอกจากการปรับปรุงสมบัติทางกลให้ดีขึ้นแล้ว สมบัติเรื่องการต้านทานการกัดกร่อนยังเป็นที่ควรคำนึงถึงเช่นกัน สำหรับเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีโครงสร้างเกรนเล็กละเอียดยังไม่มีข้อสรุปที่ชัดเจนเกี่ยวกับสมบัติการต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้นหรือแย่ลงหรือไม่มี การเปลี่ยนแปลง ขึ้นกับปัจจัยในการกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง ขนาดเกรนและสารละลายที่ใช้ในการทดสอบ เช่น ความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิม 309 ดีขึ้น สาเหตุมาจากการขนาดเกรนที่เล็กลงจึงเกิดแพร์ตามขอบเกรนได้มากขึ้น ส่งผลให้พาสซีฟฟิล์ม (Passive Film) มีความเสถียรและยึดเกาะได้แน่นมากขึ้น [13] หรือความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting Corrosion) ของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L เพราะปริมาณขอบเกรน และเกิดการกระจายตัวของธาตุผสมมากขึ้น [14] หรือเหล็กกล้าไร้สนิม 304 ที่ความต้านทานการกัดกร่อนแบบรูเข็มดีขึ้นเมื่อลดขนาดเกรน แต่เกิดการกัดกร่อนมากขึ้น ขณะเกิดการเปลี่ยนกลับของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ [15] ถึงอย่างไรก็ตามประเภทของโครงสร้างจุลภาคก็ส่งผลต่อความสามารถในการกัดกร่อนเช่นกัน โดยปกติแล้วการมีอยู่ของโครงสร้าง α' -martensite จะลดความต้านทานการกัดกร่อนได้ สำหรับงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะอธิบายและเข้าใจถึงความสัมพันธ์ระหว่างกระบวนการที่ต่อลักษณะโครงสร้างจุลภาค เนื่องจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L มีสมบัติเชิงกลอยู่ในช่วงกว้างขึ้นอยู่กับการอบชุบทางความร้อนและการขึ้นรูป มีราคาถูกเมื่อเทียบกับโลหะประเภทอื่น

ที่ใช้งานในทางการแพทย์ แต่ยังคงจำเป็นต้องเคลือบผิวอยู่ เพราะเซลล์หรือเนื้อเยื่อไม่สามารถเกาะที่ผิวของโลหะได้ โดยการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงที่ผิวด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่นจะทำให้เกิดชั้นผิวแข็งด้วยเกรนเล็กละเอียดได้ จึงเป็นวิธีการที่น่าสนใจที่จะถูกนำไปศึกษาต่อเกี่ยวกับความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวและความหยาบผิวที่มีผลต่อความสามารถในการยึดเกาะของเซลล์หรือเนื้อเยื่อ เพื่อที่จะได้ถูกพัฒนาต่อไปใช้ได้จริงในทางการแพทย์ ซึ่งจากการศึกษาในเบื้องต้นแสดงดังรูปที่ 1.1 เหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการแปรรูปถาวรที่ผิวด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น พบว่าเซลล์กระดูกสามารถยึดเกาะและเติบโตแผ่ขยายได้



รูปที่ 1.1 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงการยึดเกาะของเซลล์กระดูกผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ภายหลังจากการแปรรูปถาวรด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น (ลูกศรสีแดงแสดงถึงเซลล์ที่บนผิวโลหะ)

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 ศึกษาความเป็นไปได้ในการสร้างโครงสร้างเกรนเล็กละเอียด (ultra-fine grain) ในเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L ด้วยกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation, SPD) โดยใช้วิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill)

1.2.2 ศึกษาโครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L ภายหลังจากการแปรรูปด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill)

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 แปรรูปถาวรเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L แผ่นหนา 2 มิลลิเมตร ขนาด 15 x 15 มิลลิเมตร ด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill) โดยใช้ความถี่ในการเคลื่อนที่ของลูกบด

ทั้งสแตนคาร์ไบด์ 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5, 10, 15, 20 นาที และ 20 นาที จำนวน 1, 2 และ 5 ครั้ง

1.3.2 ศึกษาโครงสร้างจุลภาค, การเกิดและปริมาณของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ของ เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ภายหลังจากแปรรูปถาวรด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill) ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM), กล้องจุลทรรศน์แสงโพลาไรซ์ (polarized light microscope), กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM) และสเปกโตรสโคปี การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy, XAS) ด้วยการศึกษาวิเคราะห์ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) และ Extended X-ray absorption fine structure (EXAFS)

1.3.3 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

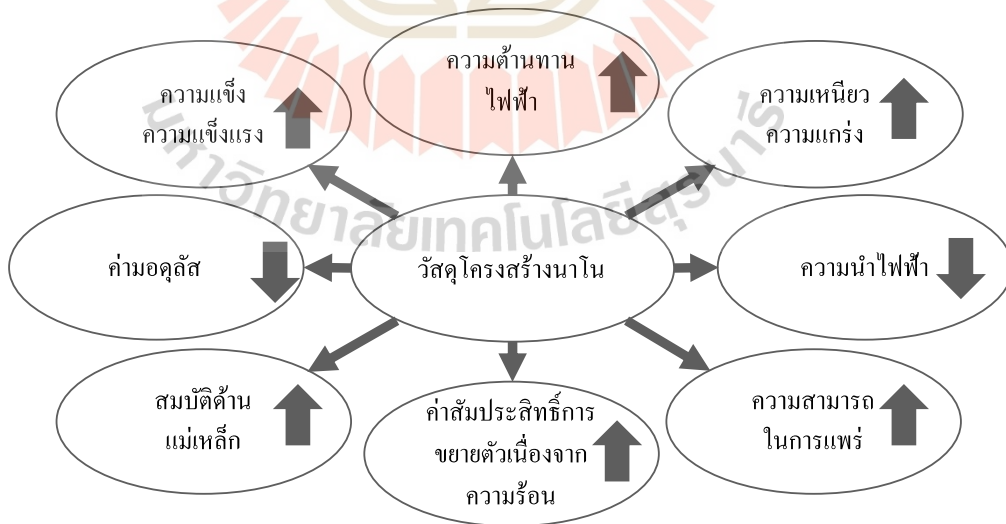
ทราบถึงความเป็นไปได้ในการสร้างชิ้นผิวแข็งด้วยโครงสร้างเกรนเล็กละเอียด ในเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L ด้วยกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงและการวิวัฒน์ของโครงสร้างจุลภาค สามารถระบุการเกิดและปริมาณของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ เพื่ออธิบายความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์กับปัจจัยในการผลิต อันจะนำไปสู่การพัฒนาวัสดุที่มีโครงสร้างเกรนเดี่ยว ที่เหมาะสมกับการนำไปใช้งานที่ต้องการสมบัติผิวแข็งและต้านทานต่อการกัดกร่อนได้ดี

บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรนนาโน (Nanograined Metal)

โลหะและโลหะผสมที่มีขนาดของโครงสร้างผลึกหรือเกรนในระดับนาโน จะต้องมีความยาวอยู่ในช่วง 1 - 100 นาโนเมตร หรือถ้าหากมีขนาด 100 - 1000 นาโนเมตร จะจัดอยู่ในกลุ่มที่เรียกว่า ultrafine หรือ sub-micron ซึ่งโลหะที่มีโครงสร้างนาโนเหล่านี้มักจะแสดงคุณสมบัติที่เหนือกว่าหรือบางครั้งก็สมบูรณ์แบบมากกว่าเมื่อเทียบกับโลหะที่มีเกรนหยาบ คือความแข็งและความแข็งแรงสูง อีกทั้งยังรักษาความเหนียวและความแกร่งได้อย่างมีนัยสำคัญไว้ได้ ซึ่งต่างจากโลหะที่มีเกรนหยาบที่สมบัติด้านความแข็งและความเหนียวมักจะสวนทางกันเมื่อเพิ่มความแข็งแรงด้วยวิธีอื่น ๆ นอกจากนี้สมบัติทางกลแล้ว สมบัติอื่น ๆ ของโลหะที่มีโครงสร้างนาโนก็ยังเปลี่ยนแปลงไปอย่างหลากหลายและมีช่วงกว้างด้วยเช่นกัน โดยรูปที่ 2.1 แสดงแผนผังสรุปสมบัติของโครงสร้างนาโนเพื่อความเข้าใจความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของโลหะโครงสร้างนาโน จึงต้องทำความเข้าใจกลไกการเพิ่มความแข็งแรงและกลไกการเสียรูปของโลหะโครงสร้างนาโน

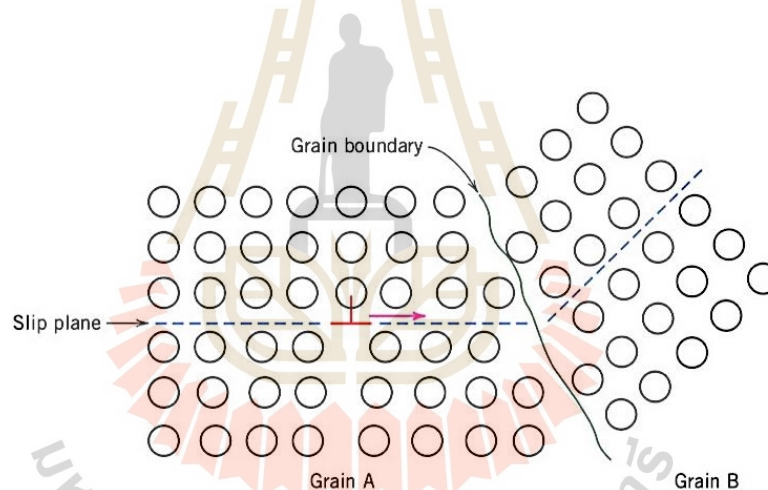


รูปที่ 2.1 สมบัติของวัสดุโครงสร้างนาโนที่เปรียบเทียบกับโครงสร้างเกรนใหญ่ [16]

2.1.1 กลไกการเพิ่มความแข็งแรงด้วยขอบเกรน (grain boundary strengthening)

การลดขนาดเกรนเป็นหนึ่งในกลไกการเพิ่มความแข็งแรงในโลหะ เนื่องจากขนาดเกรนจะส่งผลต่อความแข็งแรงโดยโลหะที่มีโครงสร้างเกรนขนาดเล็กจะมีความแข็งแรงมากกว่าโลหะที่มีโครงสร้างเกรนขนาดใหญ่ การเสียรูปถาวรของวัสดุประเภทโลหะเกิดจากการเลื่อนและการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันจากเกรน A ไปยังเกรน B ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งขอบเกรนทำหน้าที่เป็นตัวขัดขวางการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน การเพิ่มความแข็งแรงของโลหะด้วยขอบเกรนนี้มีเหตุผลสนับสนุน 2 ประการคือ

- 1) เนื่องจากเกรนทั้งสองมีทิศทางการวางตัวแตกต่างกันดิสโลเคชันที่จะผ่านจากเกรน A ไปยังเกรน B ได้จะต้องเปลี่ยนทิศทางการเคลื่อนที่ สิ่งนี้เกิดขึ้นยากมากขึ้นถ้าทิศทางการวางตัวของผลึก (misorientation) มีความแตกต่างกันเพิ่มมากขึ้น
- 2) ความไม่เป็นระเบียบของอะตอมภายในบริเวณขอบเกรนทำให้เกิดความไม่ต่อเนื่องของระนาบการเลื่อนจากเกรนหนึ่งไปยังอีกเกรนหนึ่ง



รูปที่ 2.2 การเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันขณะเข้าไปยังขอบเกรนและแสดงให้เห็นว่าขอบเกรน ทำหน้าที่เป็นตัวขัดขวางการเคลื่อนที่ไม่ให้เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องเนื่องจากระนาบการเลื่อน ไม่ต่อเนื่องและยังเปลี่ยนทิศทางการเลื่อนเมื่อข้ามขอบเกรน [17]

ด้วยเหตุผลทั้ง 2 ข้อที่กล่าวมา โลหะที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีความแข็งแรงมากกว่าโลหะที่ขนาดเกรนใหญ่ เพราะการมีพื้นที่ขอบเกรนโดยรวมมากกว่า ซึ่งจะช่วยขัดขวางการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันได้มาก โดยรูปที่ 2.3 แสดงให้เห็นว่าช่วงที่ขนาดเกรนเล็กลงเรื่อย ๆ จนถึงขนาดน้อยกว่า 1 ไมโครเมตร แต่เล็กไม่เกินที่ 100 นาโนเมตร จะเป็นไปตามความสัมพันธ์ของ Hall-Petch ที่ถูกนำมาอธิบายกลไกการเพิ่มความแข็งแรงดังนี้ [18,19]

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (2.1)$$

โดย	d	คือ	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเกรน
	σ_y	คือ	ค่าความเค้น ณ จุดครากของวัสดุ
	k_y	คือ	ค่าประสิทธิภาพเพิ่มความแข็งแรง
	σ_0 และ k_y	คือ	ค่าคงที่ของวัสดุ

การเพิ่มความแข็งแรงตามความสัมพันธ์ของ Hall-Petch เป็นผลมาจากขอบเกรนทำหน้าที่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน จึงเกิดการรวมตัวกันของดิสโลเคชันที่ขอบเกรน (dislocation pile-ups) แต่ถ้าเกรนมีขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร กลไกนี้แทบจะไม่เกิดขึ้น ดังนั้นแนวคิดนี้ใช้ไม่ได้กับคำอธิบายของการเสียรูปอีกต่อไป รูปที่ 2.3 เมื่อขนาดเกรนเล็กกว่า 100 นาโนเมตร การทำนายความเค้น ณ จุดครากของวัสดุจะใช้ความสัมพันธ์ของ Meyers-Ashworth ที่สันนิษฐานว่าขอบเกรนมีค่า flow stress สูงกว่าภายในเกรน ดังสมการต่อไปนี้ [18–20]

$$\sigma_y = \sigma_B + 8k_{MA}(\sigma_{Gb} - \sigma_B)d^{-1/2} - 16k_{MA}^2(\sigma_{Gb} - \sigma_B)d^{-1} \quad (2.2)$$

โดย	σ_B	คือ	ค่าความเค้นภายในเกรน
	σ_{Gb}	คือ	ค่าความเค้นที่ขอบเกรน
	k_{MA}	คือ	ค่าจากการคำนวณด้วยวิธี finite element ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่าคงที่ของวัสดุ k_{HP} หรือ k_y ของ Hall-Petch ดังนี้

$$k_{HP} = 8k_{MA}(\sigma_{Gb} - \sigma_B) \quad (2.3)$$

Meyers-Ashworth ได้อธิบายความสัมพันธ์ของสมการนี้ด้วย core-and-mantle model ว่าภายในเกรน (core) จะมีความหนาแน่นของดิสโลเคชันต่ำ จึงทำให้ดิสโลเคชันมีการเคลื่อนที่ได้ง่ายขึ้น ในขณะที่ขอบเกรน (mantle) ยังคงทำหน้าที่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ของขนาดเกรนและสัดส่วนปริมาตรของขอบเกรนและ triple junctions ที่สร้างจากการจำลองด้วย space-filling tetrakaidekahedral อธิบายว่าขณะเกรนเล็ก ดิสโลเคชันจะข้ามผ่านไปได้จำเป็นต้องข้ามผ่านขอบเกรนและจุด triple junctions ที่มากขึ้น ความแข็งแรงที่เกิดขึ้นโดยไม่ต้องอาศัยอิทธิพลการเสียรูปภายในเกรนจะมาจากสิ่งเหล่านี้เป็นหลัก

เนื่องจากมีจุดรองรับแรงเฉือนมากขึ้น [18,19,21] เมื่อขนาดเกรนเล็กลงจึงทำให้ค่า d^{-1} มีอิทธิพลต่อค่าความเค้น ณ จุดคราก (σ_y) มากขึ้นเรื่อย ๆ ดังนั้นความสัมพันธ์ของ Hall-Petch จึงไม่สามารถนำมาอธิบายได้เมื่อที่ค่าความเค้น ณ จุดครากไม่ขึ้นกับ $d^{-1/2}$ อีกต่อ ซึ่งจุดสูงสุดหรือจุดเปลี่ยนจาก Hall-Petch ไปเป็น Meyers-Ashworth จะเป็นไปตามสมการต่อไปนี้ [20]

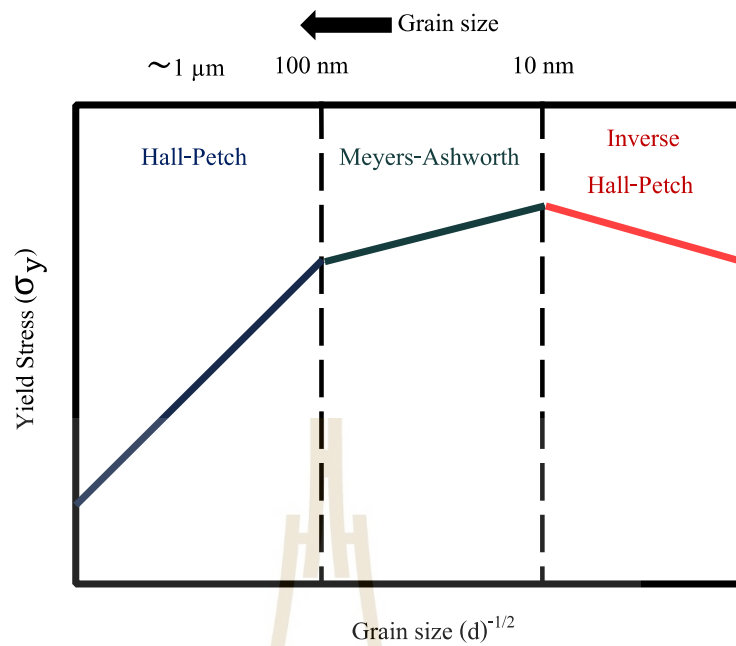
$$d_c = (4k_{MA})^2 \quad (2.4)$$

โดย d_c คือ เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเกรน ณ จุดเปลี่ยนความสัมพันธ์

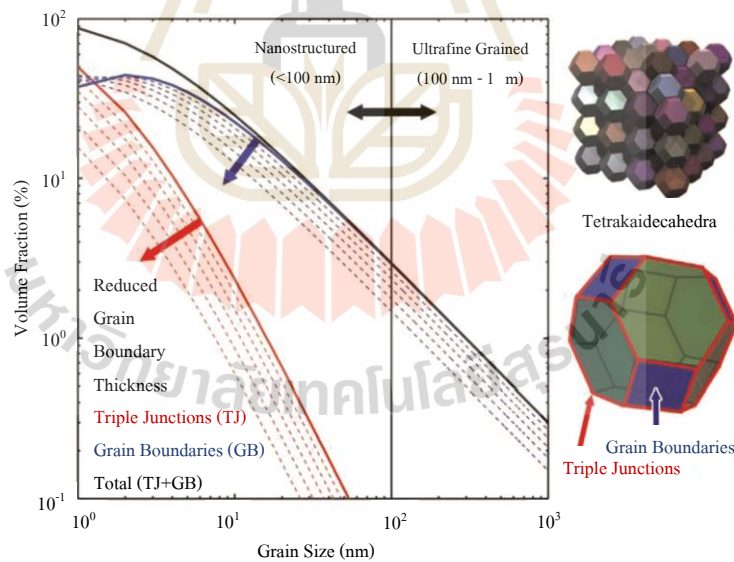
การเสริมความแข็งแรงของโลหะด้วยความสัมพันธ์ Hall-Petch พบว่าเมื่อเกรนขนาดเล็กกว่า 10 นาโนเมตร ปรากฏการณ์สูญเสียความแข็งแรงนี้เรียกว่า Inverse Hall-Petch ในรูปที่ 2.3 ช่วงที่ขนาดเกรนลดลงมากจนน้อยกว่า 10 นาโนเมตร ความเค้น ณ จุดคราก มีแนวโน้มที่จะลดลงเมื่อขนาดเกรนลดลง เนื่องจากความหนาแน่นของดิสโลเคชันก็จะลดลงตามไปด้วย จึงเสมือนว่าบริเวณสะสมความเค้นลดลงนั่นเอง อย่างไรก็ตามถึงแม้ความเค้นในโครงสร้างจะลดลง แต่ด้วยขนาดเกรนที่เล็กลงมาก ความเค้นจะสามารถแพร่กระจายไปยังบริเวณรอบ ๆ ได้ จึงเป็นสาเหตุให้เกิดการคลายของขอบเกรน (grain boundaries relaxation) ดังนั้นการเสีรูปจึงไม่ได้เกิดจากการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันแล้ว แต่เกิดการไถลขอบเกรน (grain boundaries sliding) แทน ซึ่งโดยปกติแล้ววัสดุแต่ละชนิดจะมีค่าวิกฤตของขนาดเกรนที่แตกต่างกัน เช่น เหล็กจะอยู่ที่ 5–10 นาโนเมตร, อะลูมิเนียม และทองแดงจะอยู่ในช่วง 10–20 นาโนเมตร โดยสามารถคำนวณขนาดเกรนวิกฤตได้จากสมการดังต่อไปนี้ [18]

$$d_c = Gb / [(1 - \nu)H_v] \quad (2.5)$$

โดย	G	คือ	ค่า shear modulus
	B	คือ	Burger's vector
	ν	คือ	Poisson's ratio
	H_v	คือ	ค่าความแข็งของวัสดุ (HV)



รูปที่ 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและความเค้น ณ จุดคราก (ปรับปรุงจาก [22])



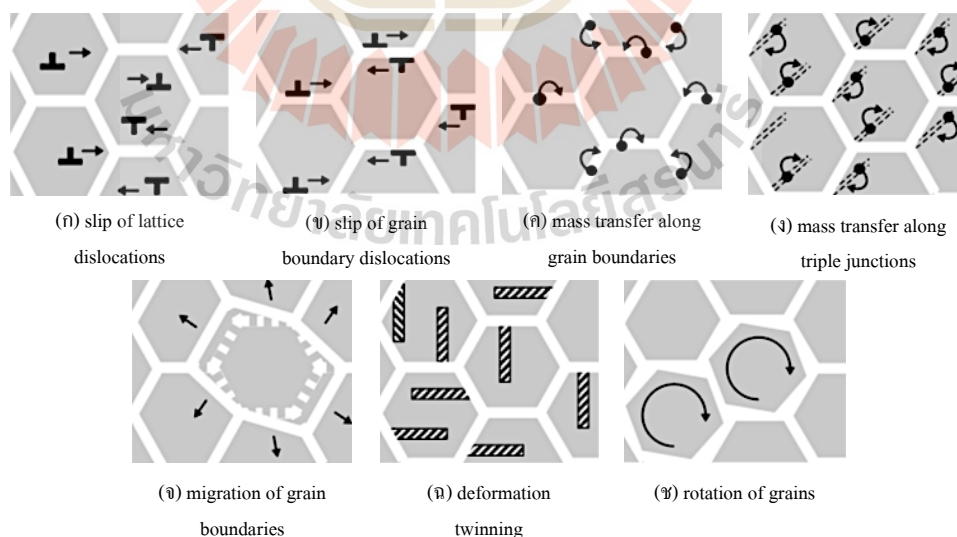
รูปที่ 2.4 ความสัมพันธ์ของปริมาณขอบเกรนและจุด triple junctions [21]

2.1.2 กลไกการเสีรูปของโลหะและโลหะผสมที่มีโครงสร้างเกรนนาโน

โลหะและโลหะผสมโครงสร้างนาโนจะประกอบไปด้วยโครงสร้างผลึกหรือเกรนขนาดเล็กน้อยกว่า 100 นาโนเมตร โดยแต่ละเกรนจะคั่นด้วยขอบเกรน ถ้าหากขอบเกรนจาก 3 เกรน มา

เชื่อมกันจะเรียกว่า triple junction หรือ 2 เกรนจะเรียกว่า double junction หรืออาจจะมีจำนวนขอบเกรนมากกว่านั้นมาเชื่อมกันที่จุดเชื่อมต่อ (node) ก็เป็นไปได้เรียกว่า fourfold, fivefold เป็นต้น ซึ่งปริมาณของจุดเชื่อมเหล่านี้จะเพิ่มมากขึ้นด้วยกันปรับแต่งโครงสร้างจุลภาคให้เล็กลง จึงทำให้สมบัติเชิงกลและกายภาพเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมที่มีเกรนขนาดใหญ่ เนื่องจาก 2 สาเหตุหลัก คือ 1) ขนาดของเกรนที่เล็กในระดับนาโน และ 2) ความหนาแน่นที่สูงผิดปกติของขอบเกรนและจุดเชื่อมขอบเกรน จึงทำให้กลไกการเสีรูปร่างแตกต่างออกไปและมีความซับซ้อนมากขึ้น [23]

การเสีรูปร่างของวัสดุที่มีโครงสร้างนาโนจะขึ้นกับขนาดของเกรนและเงื่อนไขในการทดสอบ แสดงดังรูปที่ 2.5: (ก) slip of lattice dislocations, (ข) slip of GB dislocations, (ค) mass transfer along GBs (Coble creep), (ง) mass transfer along GB triple junctions, (จ) migration of GBs, (ฉ) deformation twinning และ (ช) rotation of grains ซึ่งบางกลไกเหล่านี้สามารถเกิดขึ้นพร้อมกันได้ระหว่างการเสีรูปร่าง เนื่องจากการกระจายของขนาดเกรนที่ต่างต่างกัน กลไกที่ควบคุมการเสีรูปร่างในแต่ละเกรนก็จะแตกต่างกันไป โดยทั่วไปเกรนที่มีขนาดใหญ่ กลไกการเสีรูปร่างจะเป็นแบบ slip of lattice dislocations จะเป็นตัวหลัก ในขณะที่เกรนมีขนาดเล็ก กลไกการเสีรูปร่างผ่านขอบเกรนจะโดดเด่นมากกว่า ซึ่งกลไกการเสีรูปร่างเหล่านี้เป็นเพียงภาพรวมของโลหะและโลหะผสมโครงสร้างนาโน ยังมีปัจจัยอื่น ๆ ที่เข้ามาเกี่ยวข้องด้วยอีกมากมายที่ขึ้นกับการประเภทของโลหะนั้น ๆ เช่น เฟสเริ่มต้นก่อนเกิดการเสีรูปร่างและปัจจัยต่าง ๆ ของกระบวนการเสีรูปร่าง เป็นต้น [23]



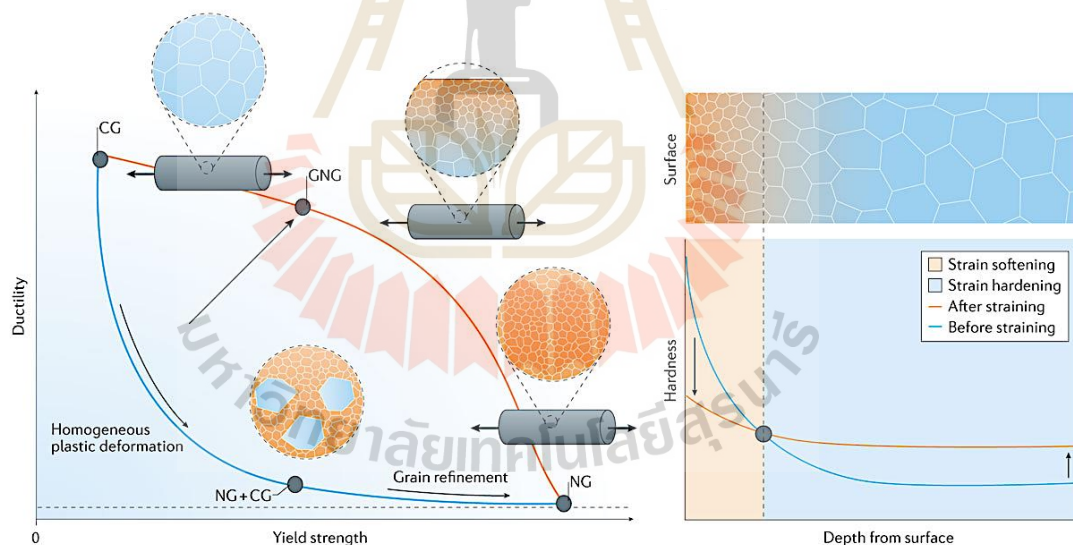
รูปที่ 2.5 กลไกการเสีรูปร่างในวัสดุโครงสร้างนาโน [23]

สำหรับโลหะและโลหะผสมที่มีโครงสร้างผลึกแบบ face centered cubic เป็นโลหะที่มักจะถูกนำมาปรับเปลี่ยนโครงสร้างเพื่อลดขนาดเกรนและถูกศึกษาพฤติกรรมต่าง ๆ โดยเมื่อขนาดเกรนเล็กกว่า 100 nm กลไกการเสียรูปที่มาจากเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันแบบสมบูรณ์ (full dislocation slip) ลดบทบาทลงอย่างมีนัยสำคัญหรือแทบไม่เกิดเลย เนื่องจากการลดลงของพื้นที่ภายในเกรนทำให้แหล่งกำเนิดของดิสโลเคชันภายในเกรนประเภท Frank-Read ลดลงไปด้วย ดังนั้นขอบเกรนจึงทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดและเกิดการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันหรือกล่าวอีกนัยหนึ่งว่าขอบเกรนจะเป็นที่เกิดการปล่อยของดิสโลเคชัน (dislocation emissions) จากขอบเกรนหนึ่งไปยังอีกขอบเกรนหนึ่ง โดยไม่มีการสะสมของดิสโลเคชันภายในเกรน ทำให้กลไกการเสียรูปอื่น ๆ จะโดดเด่นขึ้นมา เช่น พาร์เชียลดิสโลเคชันสลิป (partial dislocation slip) หรือระนาบแฝดเชิงกล (mechanical twin) เป็นต้น [23]

อย่างไรก็ตาม จากการศึกษาของ X. L. Wu ที่ศึกษาพฤติกรรมเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน ในโลหะนิกเกิลที่มีขนาดเกรนขนาด 20 – 30 นาโนเมตร โดยใช้ความร้อนกระตุ้น พบว่าดิสโลเคชันแบบสมบูรณ์มีการเคลื่อนที่ไปชนที่ขอบเกรนและระนาบแฝด และเกิดลูปของดิสโลเคชันสะสมภายในเกรน (dislocation loop) [24]หรือกลไกอื่น ๆ เช่น X. Z. Liao และคณะ ได้ศึกษาอิทธิพลของขนาดเกรนที่มีต่อการเกิดระนาบแฝดเนื่องจากแรงทางกล โดยเกรนขนาดใหญ่จะเกิดระนาบแฝดได้เมื่อได้รับแรงทางกลภายใต้อัตราความเครียดสูง (high strain rate) ที่อุณหภูมิต่ำ และเมื่อขนาดเกรนลดลงกลไกหลักของการเสียรูปคือเกิดระนาบแฝดเชิงกลและการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ที่มาจากการเคลื่อนที่ของพาร์เชียลดิสโลเคชันที่ขอบเกรน (partial dislocation emissions) ขณะแปรรูปด้วยอัตราความเครียดต่ำ ที่อุณหภูมิห้อง [25] และ R. D. K. Misra และคณะได้ศึกษากลไกการเสียรูปในเหล็กกล้าไร้สนิมอสเทนนิติกที่มีขนาดเกรนต่างกัน คือ นาโนเกรน (nanograined), ultrafine grained (~320 นาโนเมตร), fine grained (~2132 นาโนเมตร) และ coarse grained (~22 ไมโครเมตร) พบว่า เกรนขนาดในระดับ nanograined/ultrafine grained ในระยะเริ่มต้นที่ ความเครียด (strain, ϵ) = 2 มีการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมเกิดขึ้น จากนั้นเมื่อเพิ่ม ϵ มากขึ้น จะเกิดโครงสร้างของระนาบแฝดมากขึ้นตามไปด้วย เมื่อขนาดเพิ่มขึ้นอยู่ในระดับ fine grained ในระยะเริ่มต้นที่ ϵ = 2 มีการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมเกิดขึ้นเช่นเดียวกัน จากนั้น มีโครงสร้างของระนาบแฝดและเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์บริเวณแถบเฉือน (shear bands) และที่ ขนาดเกรนระดับ coarse grained เกิดเฉพาะการเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์เนื่องจากความเครียด (strain-induced martensite) ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าขนาดเกรนมีผลต่อกลไกการเสียรูป ที่เห็นได้มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนในกลไกของการเสียรูปจาก nanograined/ultrafine grained ไปจนถึงโครงสร้าง coarse grained โดยมีการเปลี่ยนแปลงของกลไกการเสียรูปเกิดขึ้นเมื่อขนาดเกรนอยู่ในช่วง fine grained [26]

2.2 โครงสร้างเกรเดียนต์ของวัสดุโลหะ (gradient structure of metallic material)

โครงสร้างเกรเดียนต์คือโครงสร้างที่มีความแตกต่างของขนาดเกรน มีการไล่ระดับหรือมีการเปลี่ยนแปลงเชิงพื้นที่หรือความหนาแน่นของขอบเกรนภายในวัสดุเดียวกัน โดยที่ผิวจะมีโครงสร้างเกรนเล็กละเอียด เพื่อเสริมความแข็งแรงและความแข็งแรงยึดติดกับโครงสร้างเกรนใหญ่ที่ยังคงรักษาความเหนียวและความแกร่งของโครงสร้างเดิมไว้ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 (ก) วัสดุโครงสร้างเกรเดียนต์จะมีสมบัติด้านความเหนียวและมีความเค้น ณ จุดครากอยู่ตรงกลางระหว่างโครงสร้างที่มีเกรนหยาบและเกรนเล็กระดับนาโน ซึ่งโลหะและโลหะผสมที่มีโครงสร้างนาโนเป็นโครงสร้างที่มีการทับซ้อนของบริเวณความเครียด (strain localization) อันเนื่องมาจากขอบเกรนทำให้สูญเสียความสามารถในการแปรรูปถาวร แต่ในโครงสร้างเกรเดียนต์จะช่วยแบ่งรับบริเวณสะสมความเครียดจากโครงสร้างเกรนเล็กละเอียดที่ผิวไว้ได้ จึงสามารถในการแปรรูปถาวรมากกว่าโครงสร้างนาโน และโครงสร้างเกรเดียนต์จะมีความพฤติกรรมเสียรูปยืดหยุ่น (elastic deformation) อย่างเท่า ๆ กัน แต่จะมีพฤติกรรมในการเสียรูปถาวรแตกต่างออกไปจากโครงสร้างที่มีความสม่ำเสมอทั้งวัสดุ ที่จะไล่ระดับตามความแตกต่างของโครงสร้าง [27]



รูปที่ 2.6 (ก) ความสัมพันธ์ของความเค้น ณ จุดครากและความเหนียว และ (ข) การเกิดการอ่อนตัวและการเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียดของโครงสร้างเกรเดียนต์ [27]

2.2.1 กลไกการเสียรูปของโลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรเดียนต์

เมื่อโลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรเดียนต์ได้รับแรงกระทำ โครงสร้างเกรนใหญ่จะเกิดการเสียรูปก่อนและโครงสร้างเกรนเล็กจะเสียรูปตามเมื่อได้รับแรงกระทำสูงขึ้น โดยแรงกระทำ

ที่มากขึ้นการเสียรูปถาวรจะขยายจากโครงสร้างเกรนไปสู่โครงสร้างเกรนที่เล็กกว่าจนไปถึงชั้นผิว โครงสร้างเกรนนาโน จากนั้น จะเกิดการปลดปล่อยความเครียดระหว่างขอบเกรนที่มีขนาดต่างกัน และลดการเกิดบริเวณสะสมความเครียด ทำให้เกรนที่ชั้นผิวโครงสร้างเกรนนาโนสามารถเสียรูป สามารถเสียรูปไปพร้อม ๆ กับส่วนอื่น [27,28] การเสียรูปของชั้นผิวโครงสร้างเกรนนาโนจะถูกควบคุมโดยการขยับหรือการเคลื่อนที่ของขอบเกรน แรงทางกลทำให้เกิดการรวมตัวกัน (coarsening) และอ่อนตัวลง (softening) ไปพร้อม ๆ กับโครงสร้างเกรนใหญ่ และจะแข็งแรงขึ้นเนื่องจากปริมาณ ดิสโลเคชันที่เพิ่มขึ้นเป็นกลไกการเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียด [27–29] ดังแสดงในรูปที่ 2.6 (ข) แต่ในโครงสร้างที่เกรนเล็กกว่าไมครอน (100 นาโนเมตร – 1 ไมโครเมตร) จะไม่เกิดทั้งการ อ่อนตัวลงและแข็งแรงขึ้น เนื่องจากกลไกทั้งสองจะมีความสมดุลกัน ความหนาแน่นของ ดิสโลเคชันและขอบเกรนอยู่ที่จุดอิ่มตัว [30] ดังนั้นจะเห็นได้ว่าโครงสร้างเกรนเดี่ยวจะมีกลไกการเสีย รูปหลายกลไกที่เกิดขึ้นพร้อมกันตามความแตกต่างของโครงสร้าง ส่งผลให้สมบัติทางกลแตกต่างและ พิเศษกว่าโครงสร้างที่เป็นเนื้อเดียวกัน

2.2.2 สมบัติทางกลของโลหะและโลหะผสมโครงสร้างเกรนเดี่ยว

โครงสร้างเกรนเดี่ยวที่มีการไล่ระดับของขนาดเกรนตั้งแต่ที่ผิวที่เป็นโครงสร้างเกรน เล็กระดับนาโน จะแสดงมีพฤติกรรมที่เรียกว่า strain delocalization ซึ่งเหมาะสำหรับการปรับปรุง สมบัติความต้านทานต่อความล้าของวัสดุที่ต้องรับแรงกระทำซ้ำ ๆ เป็นรอบ ๆ จากการศึกษาที่ เกี่ยวข้องกับพฤติกรรมของโลหะโครงสร้างเกรนเดี่ยวภายใต้แรงล้าของ L. Yang และคณะ พบว่า โลหะทองแดงที่มีโครงสร้างเกรนเดี่ยวจะมีความต้านทานต่อแรงล้าสูงขึ้น เมื่อได้รับแรงกระทำแบบ ความล้า รอยแตกเริ่มต้นจะถูกยับยั้งด้วยความแข็งแรงและความเหนียวของโครงสร้างของชั้นผิวที่มีเกรน เล็กละเอียด ในขณะที่เดียวกันโครงสร้างของดิสโลเคชันที่มีสมบัติด้านความเหนียวที่สูงกว่าได้ชั้นผิว เกรนเล็กละเอียดจะทำหน้าที่ยับยั้งการกระจายตัวของรอยแตกได้เป็นอย่างดี [31] หรือพฤติกรรม การเสียรูปภายใต้แรงดึงของ T.H. Fang และคณะได้ทำการทดสอบแรงดึงโลหะทองแดงที่มีโครงสร้าง เกรนเดี่ยว สามารถเพิ่มความแข็งแรงได้สองเท่าจากโครงสร้างปกติ เนื่องจากชั้นผิวที่แข็งแรงมากและ ชั้นผิวโครงสร้างเกรนนาโนและโครงสร้างเกรนใหญ่ถูกยึดออกอย่างสม่ำเสมอด้วยความเครียด ที่ประมาณ 60% ก่อนเกิดการแตกหักเสียหาย โดยการยึดตัวก่อนเกิดการแตกหักเสียหายเป็น เพราะการมีโครงสร้างเกรนใหญ่ ถ้าหากมีแต่โครงสร้างเกรนนาโนการยึดตัวเมื่อได้รับแรงดึงแทบ จะไม่เกิดขึ้น [32] นอกจากนี้ยังมีการศึกษาที่เกี่ยวกับการเพิ่มความแข็งแรงของโครงสร้างเกรนเดี่ยว ภายใต้อิทธิพลของ X. Wu และคณะได้อธิบายความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นของโครงสร้างเกรนเดี่ยว ภายใต้อิทธิพลของแรงดึงในแนวแกนเดียว พบว่าเกิดความเครียดหรือเกิดการเสียรูปที่ไม่เท่ากันตามแนว ความลึกของโครงสร้างที่ชั้นผิวโครงสร้างเกรนนาโนจะทำให้ความเค้นที่ได้รับเปลี่ยนกระจายไปหลาย ทิศทาง และทำให้เกิดการสะสมตัวและการชนกันของดิสโลเคชันขึ้นที่โครงสร้างเกรนใหญ่กว่า ซึ่งเป็นสาเหตุให้มีความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นด้วยความเครียดของโครงสร้างเกรนเดี่ยว [33] การไล่ระดับ

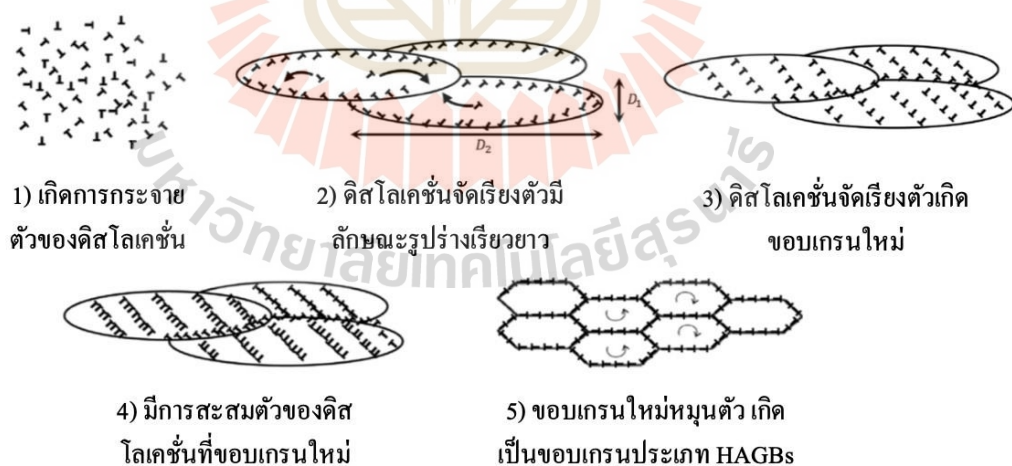
เชิงพื้นที่ของเกรนสามารถเกิดขึ้นได้โดยการแปรรูปถาวรของผิวที่มีโครงสร้างเกรนหยาบ โดยอาศัยการแปรผันของความเค้นและความเครียดจากผิวข้างนอกสู่โครงสร้างภายในของโลหะ เช่น การให้แรงกระแทก การบดหรือการรีด เป็นต้น โครงสร้างเกรนเล็กละเอียดระดับนาโนสามารถสร้างได้ด้วยแรงทางกลภายใต้เงื่อนไขที่เฉพาะเจาะจง ด้วยการใช้อัตราความเครียดที่สูงกว่า 10^4 วินาที⁻¹ ขึ้นไปและมีการไล่ระดับของความเครียดที่ประมาณ 0.5 ไมโครเมตร⁻¹ หรือเป็นการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation, SPD) ซึ่งจะกล่าวรายละเอียดในหัวข้อถัดไป

2.3 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation, SPD)

กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงเป็นหนึ่งในกระบวนการผลิตโครงสร้างให้อยู่ในระดับนาโนของวัสดุโลหะ เป็นการให้แรงกระทำที่รุนแรงภายใต้สภาวะความเค้นที่มีความซับซ้อนและความเครียดสูงเพื่อทำให้วัสดุเกิดการเสียรูปถาวรมาก ๆ ในสถานะของแข็งที่อุณหภูมิต่ำจนโครงสร้างจุลภาคหรือขนาดเกรนเกิดการเปลี่ยนแปลงเล็กลงถึงระดับนาโนเมตร โดยที่มีการเปลี่ยนแปลงขนาดของชิ้นงานน้อยมากและปราศจากการเกิดรอยแตกร้าว ซึ่งกระบวนการนี้เป็นกระบวนการที่มีประสิทธิภาพสำหรับการทำให้เกิดโครงสร้างผลึกที่เล็กละเอียดในโลหะที่มีโครงสร้างผลึกต่างกันทั้งประเภท face centered cubic, body centered cubic และ hexagonal close packed การเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างนี้สะท้อนให้เห็นถึงสมบัติทางกลที่ดีขึ้นโดยปกติแล้วผลึกของของแข็งมีขอบเกรนจำนวนมากเป็นตัวคั่น การจัดประเภทของขอบเกรนจะถูกแบ่งตามความแตกต่างของทิศทางผลึกระหว่าง 2 เกรนที่อยู่ใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.7 ขอบเกรนที่มีความแตกต่างของทิศทางผลึกสูงจะมีความต่างมากกว่า 15° (high angle grain boundary, HAGBs) ส่วนขอบเกรนที่มีความแตกต่างของทิศทางผลึกต่ำจะมีความต่างน้อยกว่า 15° (low angle grain boundary, LAGBs) หรือสามารถอธิบายได้ว่าเป็นโครงสร้างของดิสโลเคชัน [27] ด้วยลักษณะของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุภายใต้การแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง นอกจากจะได้โครงสร้างเกรนที่เล็กละเอียดแล้วยังมีความหนาแน่นของขอบเกรนที่มีความแตกต่างของทิศทางผลึกสูงหรือ HAGBs ด้วยเป็นสาเหตุที่ทำให้ความแข็งแรงสูงขึ้น ที่วิธีการแปรรูปถาวรทั่วไปไม่สามารถทำได้ โดยการเสียรูปของขอบเกรนประเภท HAGBs จะต้องใช้แรงกระทำที่สูงกว่าหากเทียบกับ LAGBs ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยโมเดลของ Bobylev ในรูปที่ 2.8 การเสียรูปของ LAGBs เริ่มจากขอบเกรนในสภาวะที่ไม่ได้รับแรงกระทำทางกล เมื่อได้รับแรงกระทำถึงค่าวิกฤต ดิสโลเคชันจะเริ่มถูกปลดปล่อยและเคลื่อนที่ออกจากระนาบขอบเกรนเดิม จากนั้นจะทำให้ขอบเกรนพังทลายลง เป็นการทำให้เกิดการเสียรูปถาวรและเป็นการทำให้เกิดดิสโลเคชันแบบเคลื่อนที่ได้อีกด้วย ส่วน HAGBs ที่ขอบเกรนจะประกอบไปด้วยดิสโลเคชันที่เบอร์เกอร์เวกเตอร์ (Bergers vector) ขนาดเล็กที่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ง่ายภายในเกรนเมื่อได้รับแรงกระทำขอบเกรนจะเกิดการโค้งแต่ไม่พังทลายลง มีการปลดปล่อยพาร์เซียลดิสโลเคชันและดิสโลเคชันที่เคลื่อนที่ไม่ได้ไปสู่เกรนที่ใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.9 และการปลดปล่อยหรือ

2.3.1 กลไกการแปรรูปด้วยกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในโลหะที่โครงสร้างผลึกประเภท face centered cubic

งานวิจัยนี้เลือกศึกษาโลหะที่มีโครงสร้างผลึก face centered cubic ดังนั้น จะอธิบายเกี่ยวกับพฤติกรรมหรือกลไก ซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีความสามารถในการเสียรูปได้ง่ายและมีปริมาณการเสียรูปสูง เนื่องจากการมีระบบสลิป (slip system) อยู่มาก กลไกที่อธิบายปรากฏการณ์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากเกรนใหญ่เป็นเกรนเล็กด้วยการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงสำหรับโลหะประเภท face centered cubic คือ การเพิ่มจำนวนและการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน (multiplication and migration of dislocations, MMDs) เช่นการอธิบายการเกิดเกรนเล็กของโลหะทองแดง ในขณะที่โลหะถูกแปรรูปอย่างรุนแรง ความหนาแน่นของดิสโลเคชันจะสูงขึ้น และนำไปสู่การเกิดโครงสร้างที่เล็กลง ดังรูปที่ 2.10 ในช่วงแรกของการเสียรูปถาวร ดิสโลเคชันจะเพิ่มจำนวนมากขึ้นและกระจายตัวอยู่ในโครงสร้าง เมื่อความหนาแน่นของดิสโลเคชันเพิ่มขึ้น เนื่องจากความเค้นที่เพิ่มขึ้น ดิสโลเคชันจะพันเกี่ยวหรือชนกัน ด้วยเหตุนี้จึงมีการก่อตัวของเซลล์ที่มีลักษณะเรียวยาว จากนั้น การเสียรูปภายในเกรนยังคงดำเนินไปอย่างต่อเนื่อง ดิสโลเคชันจะเคลื่อนที่จัดเรียงตัวเกิดเป็นขอบของเกรนขนาดเล็ก (sub boundary) และสะสมตัวมากขึ้นเรื่อย ๆ เป็นขอบเกรนแบบ LAGBs แต่ด้วยความเครียดเฉือนที่เพิ่มมากขึ้น จะทำให้ขอบเกรนใหม่หมุนตัวอย่างสัมพันธ์กับขอบเกรนที่ใกล้เคียงกันและทำให้ประเภทของขอบเกรนเปลี่ยนเป็นขอบเกรนแบบ HAGBs [36–38]



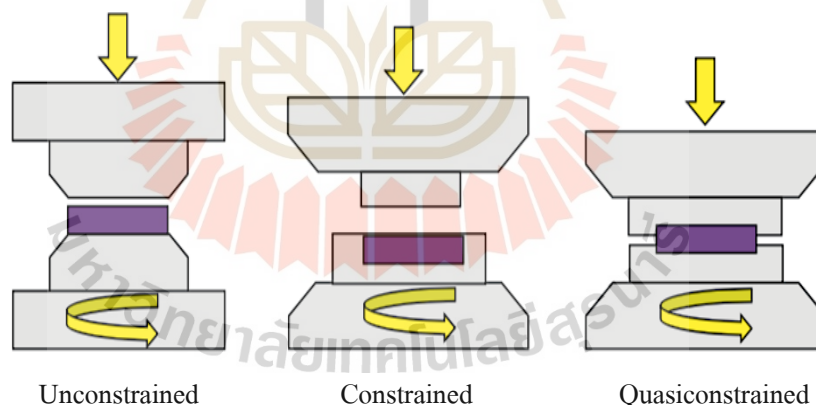
รูปที่ 2.10 กลไกการเกิดโครงสร้างเกรนเล็กของโลหะทองแดง [36]

2.3.2 วิธีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง (severe plastic deformation methods)

ความสม่ำเสมอหรือความเป็นเนื้อเดียวของโครงสร้างจุลภาคของโลหะที่ผ่านกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงจะขึ้นกับวิธีการที่ใช้ เช่นวิธีการที่ทำให้โครงสร้างเป็นเนื้อเดียวทั้งชิ้น, วิธีการที่ปรับปรุงแค่บางส่วนหรือการปรับเปลี่ยนโครงสร้างที่ผิวเพื่อให้เกิดโครงสร้างเกรเดียนท์ เป็นต้น ตัวอย่างวิธีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงหลัก ๆ ที่ใช้โดยทั่วไปมีดังนี้

1) High pressure torsion (HPT)

หลักการ HPT คือการทำให้โลหะเกิดการเสียรูปและเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคด้วยการบีบอัดโลหะด้วย upper anvils และ lower anvils ทั้งสองฝั่งด้วยความดันสูงและแรงเฉือนที่รุนแรงมาจากการหมุนของ bottom anvils หรือหมุนพร้อมกันทั้ง top anvils และ bottom anvils ด้วยแรงบิดที่เท่า ๆ กัน จะเรียกว่า high-pressure double torsion: HPDT จากการศึกษาที่มีแรงเฉือนมาเกี่ยวข้องโลหะจะมีความเครียดไม่เท่ากัน โดยที่ใจกลางของวัสดุ (center) ไม่มีความเครียดและปริมาณความเครียดเพิ่มมากขึ้นด้วยความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearly) จนถึงขอบของชิ้นงาน (edges) ดังนั้นโครงสร้างจุลภาคและค่าความแข็งจึงมีความแตกต่างกันไปตามรัศมีของชิ้นงาน แต่่ามีความเป็นไปได้ที่จะได้โครงสร้างที่เป็นเนื้อเดียวกันตามเส้นรัศมี โดยการเพิ่มจำนวนรอบการหมุน [39] รูปที่ 2.11 แสดงกระบวนการ HPT ซึ่งแบ่งออกเป็น 3 แบบ

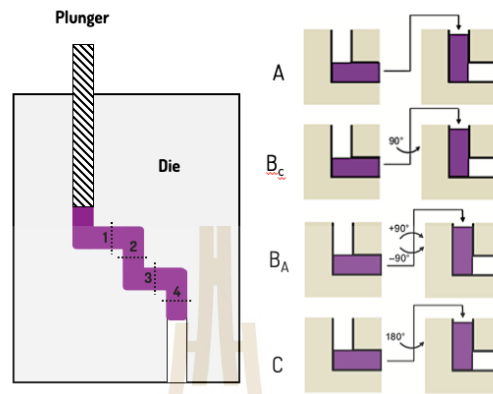


รูปที่ 2.11 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี High pressure torsion [39]

2) Equal channel angular pressing (ECAP)

ECAP คือการใช้แรงอัดให้โลหะผ่านช่องว่างที่เป็นมุมเอียง จะมีแม่พิมพ์ 2 ส่วนที่มีขนาดหน้าตัดเท่ากันและต่อกันด้วยมุมต่าง ๆ โดยทั่วไปจะทำมุมกัน 90° หน้าตัดของแม่พิมพ์จะเป็นวงกลมหรือสี่เหลี่ยมก็ได้ และชิ้นงานจะต้องถูกทำให้พอดีที่จะผ่านช่องแม่พิมพ์นี้ได้ การดันชิ้นงาน

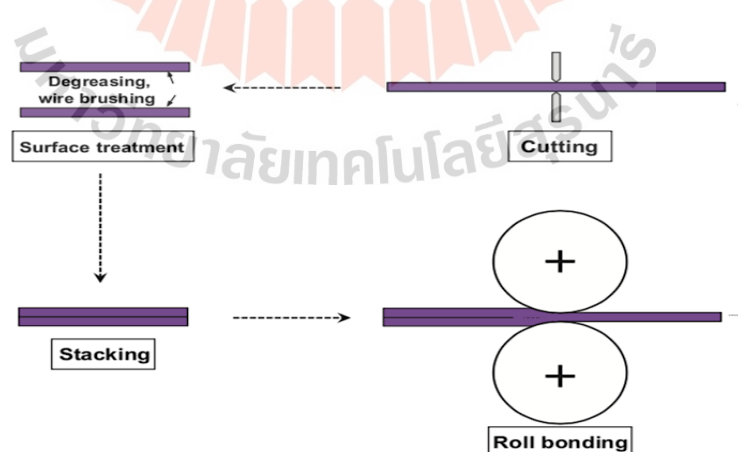
ผ่านช่องแม่พิมพ์จะมีด้วยกัน 4 วิธีที่ต่างกันอย่างสิ้นเชิงที่วิธีการหมุนชิ้นงานเมื่อผ่านแต่ละมุมเอียงของแม่พิมพ์โดยชิ้นงานจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างตามพื้นที่หน้าตัดดังรูปที่ 2.12 ซึ่งการเสียรูปพลาสติกที่รุนแรงจะเกิดขึ้นขณะที่ชิ้นเคลื่อนที่ผ่านบริเวณมุมเอียงของแม่พิมพ์ [39]



รูปที่ 2.12 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี Equal channel angular pressing [39]

3) Accumulative roll bonding (ARB)

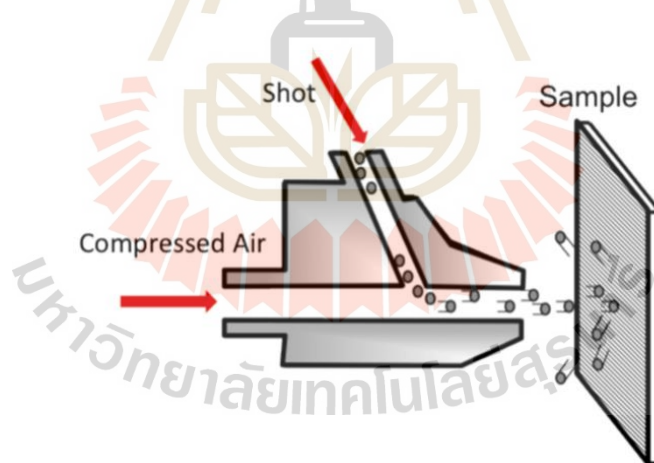
ARB คือกระบวนการทำโครงสร้างให้เล็กละเอียดด้วยการรีดซ้ำ ๆ ตามรูปที่ 2.13 ขั้นตอนการรีดโดยใช้โลหะแผ่นมาซ้อนทับกับแล้วเคลื่อนที่ผ่านลูกรีด จากนั้น ก็ตัดแบ่งแล้วนำมาซ้อนทับกัน และนำไปรีดอีกครั้ง ซึ่งจะทำวนซ้ำไปเรื่อย ๆ จนกว่าจะได้โครงสร้างจุลภาคตามที่ต้องการ ขณะอยู่ภายใต้ลูกรีดบริเวณที่ผิวรอยต่อของโลหะแผ่นทั้งสองจะถูกทำให้ยึดติดกัน [39]



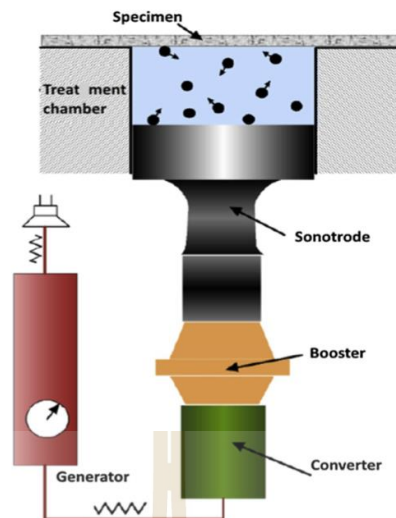
รูปที่ 2.13 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี Accumulative roll bonding [39]

ทั้งสามวิธีที่กล่าวไปข้างต้นเป็น วิธีการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงที่มีการศึกษาและใช้อย่างแพร่หลาย ซึ่งเป็นวิธีที่มีจุดมุ่งหมายเพื่อทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นเกรนเล็กทั้งชิ้นงาน ส่วนวิธีการที่ใช้แปรรูปเพื่อทำให้เกิดโครงสร้างเกรเดียนท์จะมีอยู่หลากหลายวิธี แต่หลักการใกล้เคียงกัน เช่นวิธีการ severe shot peening [40] และวิธี surface mechanical attrition treatment [41] ซึ่งถูกพัฒนามาจากวิธีการ shot peening ธรรมดา (ดังแสดงในรูปที่ 2.14 และ 2.15) เพียงแต่ปรับพารามิเตอร์ที่ใช้ให้ลูกบอลขนาดเล็กที่ทำจากวัสดุโลหะหรือเซรามิกเคลื่อนที่ด้วยพลังงานจลน์สูงไปกระทบกับผิวชิ้นงาน เพื่อทำให้เกิดข้อบกพร่องต่าง ๆ รวมไปถึงดิสโลเคชันจำนวนมากและเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากเกรนใหญ่เป็นเกรนเล็กในที่สุด นอกจากนี้ขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงไปแล้วยังปรับปรุงความหยาบผิวของชิ้นงานอีกด้วย ซึ่งมีประโยชน์สำหรับชิ้นงานที่จะนำไปเคลือบผิวหรือต้องการเพิ่มความสามารถในการยึดติดที่ผิว

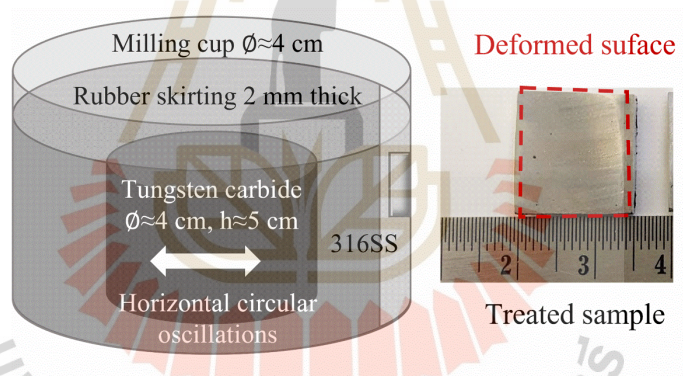
สำหรับวิธีการแปรรูปที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะใช้วิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill) สร้างโครงสร้างเกรเดียนท์ ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L แสดงดังรูปที่ 2.16 โดยหลักการจะคล้ายกับวิธีที่กล่าวไปข้างต้น แต่จะใช้ลูกบดทั้งสเตนคาร์ไบด์ ที่มีขนาดใหญ่เพียงพอที่จะทำให้เกิดความเครียดตลอดทั้งผิวชิ้นงานเท่า ๆ กัน ที่คาดว่าจะทำให้ได้ชั้นผิวโครงสร้างเกรนเล็กละเอียดทั่วทั้งผิวและมีความสม่ำเสมอ



รูปที่ 2.14 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี severe shot peening [41]



รูปที่ 2.15 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงด้วยวิธี surface mechanical attrition treatment [42]



รูปที่ 2.16 กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงโดยวิธีการบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill) ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

นอกจากความสำคัญของพารามิเตอร์ที่ใช้ในกระบวนการแปรรูปอย่างรุนแรงที่มีความจำเพาะแล้ว เครื่องมือที่นำมาใช้ในการแปรรูปก็เป็นส่วนสำคัญที่ต้องกล่าวถึงเช่นกัน ซึ่งควรมีความทนทานเพียงพอที่รับความเค้นสูงซ้ำหลายครั้งในระหว่างการแปรรูปวัสดุ ลักษณะพิเศษที่มีความเฉพาะของกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงคือการให้ความเครียดในปริมาณที่สูงมากกับชิ้นงานและชิ้นงานต้องเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญในขนาดโดยรวม เครื่องมือจึงต้องมีรูปทรงพิเศษที่จะป้องกันการไหลตัวอย่างอิสระของวัสดุและให้ความเค้นไฮโดรสแตติกส์แบบกดอัดได้ (hydrostatic compressive stresses) ความเค้นไฮโดรสแตติกส์นี้จะทำให้ความเครียดในปริมาณสูง

ที่จำเป็นต่อการปรับเปลี่ยนขนาดเกรนให้เล็กลง โดยวัสดุที่มักจะนำมาทำเป็นเครื่องที่ใช้ในการแปรรูป มักจะเป็นวัสดุที่มีความเปราะในสภาวะปกติ แต่เมื่อได้รับความเค้นไฮโดรสแตติกส์จะมีความเหนียว สามารถเกิดความเครียดได้ปริมาณสูงก่อนจะเกิดการแตกหักเสียหาย เช่น ทังสเตนออกไซด์, ทังสเตนคาร์ไบด์, ไดโบรอนไตรออกไซด์, หรือวัสดุออสเทนนิค เป็นต้น [36,42]

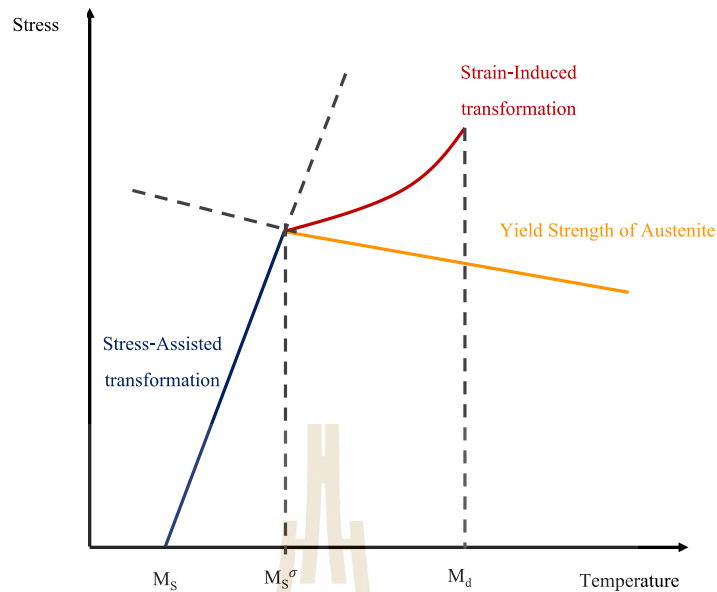
2.4 การแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิค 316L

2.4.1 เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิค 316L

เหล็กกล้าไร้สนิม 316L เป็นหนึ่งในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิคหรือเกรด 300 โดยมีธาตุผสมหลักตามเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักประกอบด้วย คาร์บอนปริมาณน้อยกว่า 0.03% โครเมียม 16.00 - 18.00% นิกเกิล 10.00 - 14.00% และโมลิบดีนัม 2.00 - 3.00% การเติมนิกเกิล ทำให้โครงสร้างออสเทนไนต์มีความเสถียรที่อุณหภูมิห้องและโมลิบดีนัมช่วยเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนแบบรูเข็มได้ดียิ่งขึ้น จึงทำให้มีสมบัติโดดเด่นในเรื่องความต้านทานการกัดกร่อน และมีความเหนียว ความแกร่งดี แม้เหล็กดูไม่ติด มีความสามารถในการเพิ่มความแข็งแรงได้ด้วยหลากหลายวิธี ทำให้ถูกนำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย [43]

2.4.2 การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก (Martensitic transformation)

การเปลี่ยนเฟสจากออสเทนไนต์เป็นมาร์เทนไซต์ จะสามารถทำได้ 2 วิธีคือการอบชุบทางความร้อน ซึ่งเป็นการนำเหล็กกล้าที่มีความสามารถในการอบชุบด้วยวิธีทางความร้อนไปอบ ณ อุณหภูมิที่ทำให้เกิดโครงสร้างออสเทนไนต์จากนั้นทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว โครงสร้างออสเทนไนต์จะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างมาร์เทนไซต์ได้ที่อุณหภูมิ M_s หรืออุณหภูมิเริ่มเปลี่ยนโครงสร้างมาร์เทนไซต์ โดยความสามารถในการอบชุบทางความร้อนนี้ขึ้นอยู่กับธาตุผสมและปริมาณคาร์บอนเป็นสำคัญแต่เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิค 316L มีปริมาณคาร์บอนที่เล็กน้อยเกินไปที่จะสามารถเปลี่ยนเฟสได้ด้วยวิธีทางความร้อน และเนื่องจากเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีส่วนผสมของนิกเกิล จึงทำให้โครงสร้างออสเทนไนต์หรือ face centered cubic (FCC) มีความเสถียรมากที่อุณหภูมิห้อง การเปลี่ยนโครงสร้างจากออสเทนไนต์เป็นมาร์เทนไซต์ด้วยการอบชุบทางความร้อน จะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อทำให้ตัวอย่างรวดเร็วภายใต้อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส (subzero) เท่านั้น แต่การเปลี่ยนโครงสร้างมาร์เทนไซต์สามารถเกิดขึ้นได้จากการได้รับแรงกระทำทางกลด้วย ซึ่งสามารถทำให้เกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ได้ที่เหนืออุณหภูมิ M_s หากพิจารณารูปที่ 2.17 จะเห็นได้ว่าถ้าเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์ภายใต้จุดครากจะเป็นการเปลี่ยนเฟสด้วยความเค้น (Stress-Assisted transformation) แต่ถ้าหากเปลี่ยนเฟสที่เหนือจุดครากคือการเปลี่ยนเฟสด้วยความเครียด (Strain-Induced transformation)



รูปที่ 2.17 การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ด้วยความเค้นและความเครียด

การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ด้วยความเค้น จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเหนือ M_S แต่ต่ำกว่า M_S^σ (อุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่ความเค้น ณ จุดคราก) เป็นการเกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่มีช่วงการเสียรูปแบบยืดหยุ่น นิวเคลียสของโครงสร้างมาร์เทนไซต์จะเกิด ณ จุดสะสมของดิสโลเคชันเช่นเดียวกับการอบชุบทางความร้อน เช่น ขอบเกรนและมีการเติบโตเข้าไปภายในเกรน จากรูปที่ 2.17 แสดงให้เห็นได้ว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะต้องใช้ความเค้นที่สูงขึ้นด้วยในการทำให้เกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ หมายความว่าโครงสร้างมาร์เทนไซต์จะเกิดขึ้นได้ง่ายที่อุณหภูมิต่ำลง ส่วนการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ด้วยความเครียดจะเกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า M_S^σ แต่ต่ำกว่าอุณหภูมิ M_d ซึ่งเป็นอุณหภูมิขีดจำกัดสูงสุดของการเกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ปริมาณ 50% ที่อยู่ในช่วงที่มีการเสียรูปถาวร ณ ปริมาณความเครียด 30% ทำให้เกิดข้อบกพร่องต่าง ๆ เช่น ระบายแฝด, การเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมและโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่มีผลึกแบบ hexagonal (HCP) หรือ ϵ -martensite เป็นต้น ข้อบกพร่องเหล่านี้มักถูกเรียกรวมกันว่าแถบเฉือนและนิวเคลียสของการเกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์คือจุดตัดของแถบเฉือน ถึงแม้ความเค้น ณ จุดครากจะต่ำลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นที่เหนืออุณหภูมิ M_S^σ แต่ความเค้นที่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ได้จะสูงขึ้นเรื่อย ๆ [44]

การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ด้วยความเครียดจะขึ้นกับอีก 2 ปัจจัยสำคัญคืออัตราความเครียด (strain rate) และสถานะความเค้น (stress state) เมื่ออัตราความเครียดสูงจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วและเกิดความร้อนที่ไม่สามารถถ่ายเทระหว่างระบบกับสิ่งแวดล้อมได้หรือความร้อนอะเดียบาติก ซึ่งทำให้การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์เกิดขึ้นได้น้อย แต่เมื่ออัตรา

ความเครียดสูงขึ้นอีก ข้อบกพร่องที่เกิดระหว่างการเสียรูปถาวรหรือระนาบเฉือนจะมากขึ้น ทำให้มีนิวเคลียสของโครงสร้างมาร์เทนไซต์เพิ่มมากขึ้นด้วย ส่วนสภาวะความเค้นจะเกี่ยวข้องกับทิศทางการให้แรง โดยความเค้นในแนวสองแกนจะมีทำให้เกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ได้มากกว่าความเค้นในแนวแกนเดียวหรือความเค้นแรงกด [44]

อุณหภูมิที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่จะถูกนำมาพิจารณาคืออุณหภูมิที่เริ่มเกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ด้วยวิธีทางความร้อนหรือ M_s โดย Eichelmann และ Hull อุณหภูมิเริ่มเกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ด้วยแรงทางกลหรือ M_d ถ้าหากอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการแปรรูปต่ำกว่าอุณหภูมิ M_d โครงสร้างมาร์เทนไซต์มีโอกาสที่เกิดขึ้น แต่เนื่องจากมีความยากในการหาอุณหภูมินี้ จึงมักจะใช้อุณหภูมิ M_d^{30} ในการพิจารณาแทน เป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ 50% เมื่อเกิดความเครียดจากการแปรรูปปริมาณ 30% โดย Angel อุณหภูมิทั้งสองนี้ขึ้นกับชนิดและปริมาณของธาตุผสมสามารถพิจารณาได้ดังนี้

$$M_s \text{ (}^\circ\text{C)} = 1350 - 1665(\text{C+N}) - 28(\text{Si}) - 33(\text{Mn}) - 42(\text{Cr}) - 61(\text{Ni}) \quad (2.6)$$

$$M_d^{30} \text{ (}^\circ\text{C)} = 413 - 462(\text{C+N}) - 9.2(\text{Si}) - 8.1(\text{Mn}) - 13.7(\text{Cr}) - 9.5(\text{Ni}) - 18.5(\text{Mo}) \quad (2.7)$$

นอกจากนั้น ยังมีการแบ่งลำดับการเปลี่ยนเฟสเป็น 2 แบบ คือ γ -austenite \rightarrow α' -martensite และ γ -austenite \rightarrow ϵ -martensite \rightarrow α' -martensite สำหรับโครงสร้าง α' -martensite สามารถเป็นไปได้ทั้ง body centered tetragonal (BCT) และ body centered (BCC) cubic ขึ้นกับชนิดของวัสดุ ถ้าจะเป็น body centered cubic มักเกิดขึ้นใน Fe บริสุทธิ์ และ Fe-Ni ส่วน body centered tetragonal จะเกิดขึ้นใน Fe-C, Fe-Ni-C, Fe-Cr-C, Fe-Mn-C และอื่น ๆ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างมาร์เทนไซต์จะมีความสัมพันธ์กับโครงสร้างออสเทนไนต์ อธิบายด้วยความสัมพันธ์ของทิศทางผลึกด้วยโมเดลต่าง ๆ ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ความสัมพันธ์ของทิศทางผลึก (orientation relationship, OR) และการเปลี่ยนโครงสร้างออสเทนไนต์เป็นมาร์เทนไซต์

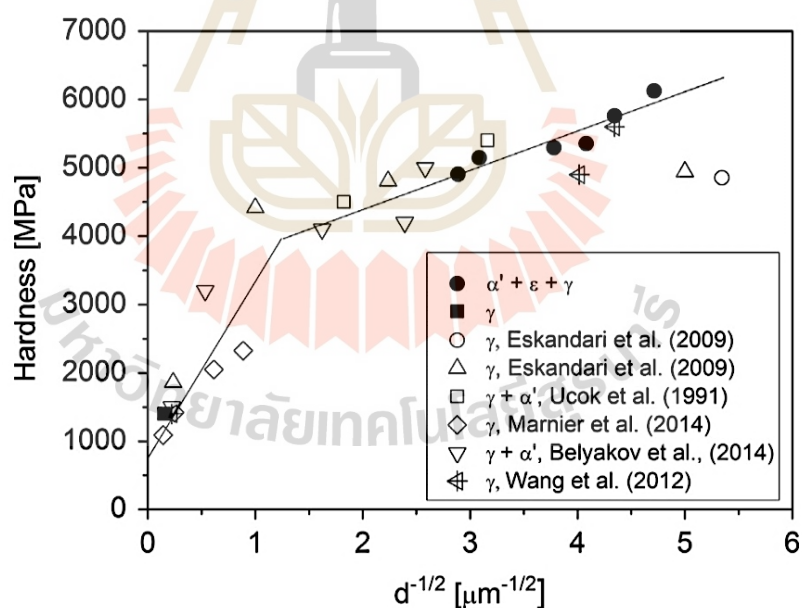
	OR	Plane	Direction
FCC → BCC	Bain	$\{010\}_\gamma \parallel \{010\}_\alpha$	$\langle 001 \rangle_\gamma \parallel \langle 101 \rangle_\alpha$
	Kurdjumov-Sachs (K-S)	$\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha$	$\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$
	Nishiyama-Wasserman (N-M)	$\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha$	$\langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 001 \rangle_\alpha$
	Greninger-Troiano (G-T)	$\{111\}_\gamma \sim 1^\circ$ to $\{110\}_\alpha$	$\langle 121 \rangle_\gamma \sim 2^\circ \parallel$ $\langle 110 \rangle_\alpha$
	Pitsch	$\{001\}_\gamma \parallel \{101\}_\alpha$	$\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$
FCC → HCP	Shoji-Nishiyama (S-N)	$(111)_\gamma \parallel (0001)_\epsilon$	$[112]_\gamma \parallel [1100]_\epsilon$
HCP → BCC	Pitsch-Schrader (P-S)	$(0001)_\epsilon \parallel (110)_\alpha$	$[2110]_\epsilon \parallel [001]_\alpha$
			$[0110]_\epsilon \parallel [110]_\alpha$

การเปลี่ยนโครงสร้างจาก γ -austenite → α' -martensite มักจะเกิดขึ้นในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก แต่เป็นโครงสร้างที่เกิดขึ้นในปริมาณเล็กน้อยเท่านั้นที่อุณหภูมิห้อง อย่างไรก็ตาม ปริมาณการเกิดสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งเป็นโครงสร้างที่วิเคราะห์และตรวจสอบได้ยากด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ทั่วไป เนื่องจากโดยทั่วไปมักจะเกิดขึ้นในปริมาณที่ต่ำมาก ๆ [45] โดยกลไกการเกิดจะมาจากการมีการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ที่ระนาบ (111) ของ face centered cubic เมื่อได้รับแรงทางกลจะทำให้พาร์เซียลดิสโลเคชันมีการเคลื่อนที่ตามทิศทางที่เป็นไปได้ 3 ทิศทางของ $a/6 \langle 112 \rangle$ บนระนาบ 4 ระนาบของ $\{111\}$ จึงทำให้เกิดโครงสร้าง ϵ -martensite ที่แตกต่างกันได้ตามทิศทางและระนาบต่าง ๆ ทำให้ผลึก face centered cubic ที่มีการจัดเรียงระนาบอะตอมแบบ ABCABC... เปลี่ยนเป็น ABAB... [45] ซึ่งเป็นการหายไปของระนาบอะตอมทุก ๆ 2 ระนาบอะตอม $\{111\}$ ของโครงผลึก face centered cubic หรือเป็นการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ที่มีระยะห่างแคบโดยมีโอกาสมากกว่าแบบอื่น ๆ [12]

2.4.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการแปรรูปถาวรในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก 316L

สำหรับการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L จะช่วยปรับปรุงสมบัติทางกลที่ยังเป็นข้อจำกัดในการใช้งานรับแรงกล้า ซึ่งการเพิ่มความแข็งแรงด้วยการลดขนาดเกรน โดยใช้กระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงใน 316L สามารถรักษาความเหนียวไว้ได้อย่างมีนัยสำคัญ

แต่ มักจะ มา พร้อม กับการ เกิด เปลี่ยน เฟส จาก ออสเทนไนต์ เป็น มาร์เทนไซต์ การ เปลี่ยน แปลง มาร์เทนไซต์ เนื่อง จาก ความ เกรียด หรือ strain-induced transformation มัก จะ เกิด ขึ้น ใน ขณะ การ แปร รูป เหล็กกล้า ไร้ สนิม ออสเทนไนต์ 316L เนื่อง จาก เป็น โครงสร้าง กึ่ง เสถียร จึง สามารถ เกิด การ เปลี่ยน แปลง โครงสร้าง ได้ ด้วย แรง ทาง กล และ ใน กระบวนการ แปร รูป ภาว รอย อย รุน แรง มี การ ให้ ความ คั้น และความ เกรียด สูง แก่ ชิ้น งาน ดังนั้น นอกจาก จะ เปลี่ยน แปลง โครงสร้าง เป็น เกรน ที่ เล็ก ละเอียด แล้ว จะ มา พร้อม กับการ เปลี่ยน แปลง โครงสร้าง จาก ออสเทนไนต์ เป็น มาร์เทนไซต์ อีก ด้วย ซึ่ง โครงสร้าง มาร์เทนไซต์ จะ ส่ง ผล ต่อ สมบัติ ทาง กล และ สมบัติ การ กัด กร่อน ด้วย โครงสร้าง α' -martensite จะ ช่วย เสริม สมบัติ ทาง กล ด้าน ความ แข็ง และความ แข็ง แรง [46] แต่ ทำ ให้ ความ ต้านทาน การ กัด กร่อน ลด ลง ส่วน โครงสร้าง ϵ -martensite ไม่ได้ มี ผล ต่อ สมบัติ ด้วย การ กัด กร่อน เพราะ เป็น โครงสร้าง ที่ เกิด ระหว่าง การ เปลี่ยน แปลง จาก γ -austenite ไป เป็น α' -martensite จึง พบ ใน ปริมาณ น้อย แต่ ส่ง เสริม สมบัติ ทาง กล ได้ ดี เช่น เดียว กัน ใน รูป ที่ 2.18 แสดง ความ สัมพันธ์ Hall-Petch ของ ความ แข็ง และ ขนาด เกรน ของ เหล็กกล้า ไร้ สนิม 316L จะ เห็น ได้ ว่า โครงสร้าง ที่ ประกอบ ไป ด้วย γ -austenite, ϵ -martensite และ α' -martensite มี ค่า ความ แข็ง สูง สุด



รูปที่ 2.18 ความสัมพันธ์ Hall-Petch ของความแข็งและขนาดเกรนในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L [9]

S. Bagherifard และคณะ ศึกษาผลของวิธี severe shot peening (SSP) ที่ถูกใช้ แปรรูปที่ผิวเพื่อสร้างชั้นผิวโครงสร้างเกรนเล็กของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ด้วยการศึกษาคือโครงสร้างจุลภาค พบว่า ที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูป มีความหนาแน่นของ geometrically necessary

dislocation (GNDs) และมีชั้นผิวเกรนเล็กเล็กถึง 210 ไมโครเมตร โดยกลไกการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างได้มีการเกิดขอบของเกรนใหม่ภายในเกรนเดิมและมีความหนาแน่นของขอบระนาบแฝด (twin boundaries) จะมากขึ้นตามปริมาณการเสียรูปที่มากขึ้นจึงคาดว่าเกิดการเกิดระนาบแฝดเป็นกลไกในการนำไปสู่การเกิดโครงสร้างเกรนนาโนและยังเกิด α' -martensite ที่ใกล้ ๆ ผิวปริมาณสูงสุดและลดลงเรื่อยตามความลึก เพราะเป็นบริเวณผิวเกิดความเครียดสูงสุด [47]

J.-S. Li และคณะ ใช้วิธี rotationally accelerated shot peening แปรรูปถาวรที่ผิวของ เหล็กกล้าไร้สนิม 316L โดยได้อธิบายการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างจุลภาคสามารถแบ่งออกเป็นสามขั้นตอน: 1) ที่ใจกลางชิ้นงานมีความหนาแน่นของดิสโลเคชันสูงซึ่งเป็นบริเวณที่ได้รับอิทธิพลจากแรงกระทำน้อย จึงเกิดความเครียดต่ำ 2) ที่ใกล้ผิวเกิดโครงสร้างของระนาบแฝดและจุดตัดของระนาบแฝด 3) ที่ผิวด้านบนสุดเกิดโครงสร้างเกรนเล็กระดับนาโนมีขนาด 30 นาโนเมตร เกิดจากการหมุนและการเลื่อนของขอบเกรน และพบโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่ผิวมากที่สุดและลดลงเรื่อย ๆ ตามแนวความลึก [7]

S. Bahl และคณะ ได้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ภายหลังจากแปรรูปถาวรด้วยวิธี surface mechanical attrition treatment (SMAT) ซึ่งเป็นหนึ่งในวิธีสร้างชั้นผิวโครงสร้างเกรนนาโน พบว่ามีการก่อตัวของลักษณะโครงสร้างที่สำคัญ 3 อย่างคือ แถบไมโคร, แถบเฉือนและโครงสร้างที่อยู่ระหว่างแถบไมโคร, แถบเฉือนสามารถนำมาอธิบายกลไกการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนได้ว่าในระยะแรกมีการเกิด cell blocks (CBs) ขึ้นเนื่องจาก dense dislocation walls (DDWs) ขณะถูกแปรรูป จากนั้น CBs มีการปรับทิศทางเพื่อรองรับความเครียดและจำเป็นต้องแบ่งย่อยไปสู่ CBs ที่เล็กลงเพื่อรองรับความเครียดที่มากขึ้น และ DDWs แยกออกจากกันแล้วก่อตัวเป็นไมโครแบนและภายในไมโครแบนยังสามารถเกิด CBs ใหม่ได้อีก ซึ่งโครงสร้างไมโครแบนจะไม่วางตามแนวระนาบใด ๆ มีอิสระที่จะไม่เป็นผลึกได้ ในขณะที่เดียวกันการที่วัสดุมีค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม อยู่ในช่วงปานกลาง (64 mJ/m^2) จึงง่ายที่เกิด CBs และ DDWs ผ่านการครอสสลิป (cross-slip) และจากนั้นไมโครแบนที่รับความเครียดจากการแปรรูปอย่างต่อเนื่อง จะเริ่มมีความไม่เสถียรและเปลี่ยนเป็นแถบเฉือนที่เป็นบริเวณที่เกิดความเครียดสูงมากนำไปสู่การเกิดการตกผลึกใหม่แบบไดนามิก (dynamic recrystallization) ภายในแถบเฉือนโดยเริ่มเกิดที่บริเวณใจกลางก่อนเนื่องจากมีความเครียดสูงสุด และทำให้ความต่างของทิศทางผลึกเพิ่มขึ้นอีกด้วย ท้ายที่สุดแปรรูปที่มากขึ้นจนสุดท้ายนำไปสู่การเกิดเกรนเล็กในระดับนาโนขนาดประมาณ 45 นาโนเมตร และมีการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์เกิดขึ้นด้วย [8]

J. Gubicza และคณะ ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ถูกแปรรูปด้วยวิธี high pressure torsion (HPT) ด้วยแรงกระทำ 6 GPa จำนวนรอบที่หมุน 1/4 ถึง 10 รอบ พบว่า เกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ทั้งแบบ γ -austenite $\rightarrow \alpha'$ -martensite

และ γ -austenite \rightarrow ϵ -martensite \rightarrow α' -martensite เนื่องจากธาตุผสมนิกเกิลและโครเมียม จะทำให้ค่าค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมลดลง ดังนั้นจะง่ายต่อการเกิดการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ซึ่งเป็นโครงสร้างของ ϵ -martensite ที่จะเกิดในลักษณะเรียงกันเป็นชั้น ๆ ในโครงสร้างและ γ -austenite จึงเปลี่ยนไปเป็น α' -martensite และภายหลังการใช้จำนวนรอบการหมุน 10 รอบ โครงสร้างหลักจะเป็น α' -martensite ที่ขนาดเกรนประมาณ 21 นาโนเมตร มีความแข็งสูงถึง 6000 MPa [9]

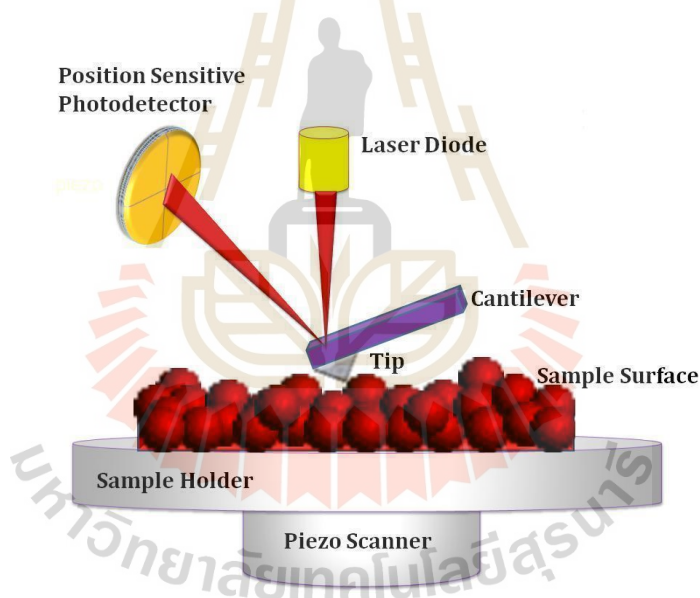
S.V. Muley และคณะ ได้ใช้วิธี warm multiaxially forged (MAFed) ซึ่งเป็นหนึ่งกระบวนการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรงในการปรับปรุงโครงสร้างเหล็กกล้าไร้สนิม 316L สำหรับใช้ในทางการแพทย์ ดังนั้นต้องหลีกเลี่ยงการเกิดโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่จะส่งผลต่อความต้านทานการกัดกร่อน จึงได้พิจารณาอุณหภูมิ M_d^{30} และเลือกใช้อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการที่ 600 องศาเซลเซียส ให้ปริมาณความเครียดตั้งแต่ 0 - 4.2 พบว่าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ ภายหลังจากการแปรรูปด้วยปริมาณความเครียดไป 4.2 ขนาดเกรนลดลงจาก 30 ไมโครเมตร เป็น 0.86 ไมโครเมตร และมีความแข็งแรงสูงถึง 1000 MPa [14]

M. Jayalakshmi และคณะ ได้ใช้วิธี severe shot peening ในการสร้างโครงสร้างในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L และศึกษาการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก พบว่าโครงสร้างมาร์เทนไซต์ไม่เพียงแต่เกิดที่จุดตัดของระนาบเฉือน ยังเกิดที่ขนานกับข้างแถบเฉือน, ภายในแถบเฉือน, ข้ามผ่านแถบเฉือน, และใกล้กับขอบเกรน และโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่เกิดขึ้นมาจากนิวเคลียสที่เป็นการสะสมตัวของดิสโลเคชัน โดยที่มีขนาดเกรน 100-140 นาโนเมตร เป็นโครงสร้างมาร์เทนไซต์ทั้งหมดที่มาจากการก่อตัวของดิสโลเคชันเซลล์เป็นเกรนขนาดเล็ก [48]

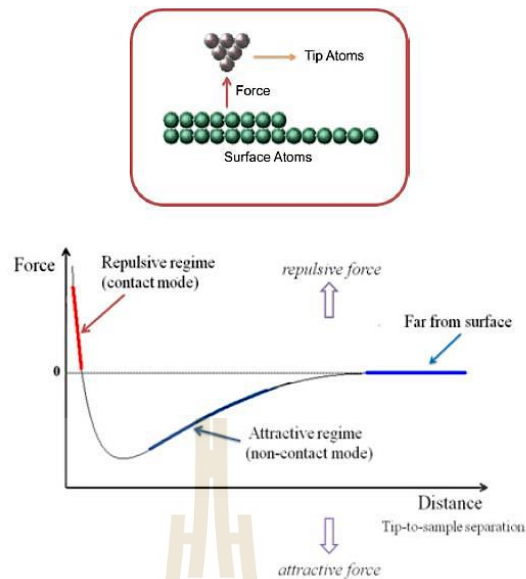
จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องจะเห็นได้ว่าปัจจัยที่มีผลต่อกลไกการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างขณะทำการแปรรูปถาวรอย่างถาวรนั้นขึ้นอยู่กับสมบัติของวัสดุ นั่นคือค่าค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมและพารามิเตอร์ที่ใช้ในกระบวนการเช่นอุณหภูมิ ความเค้นและความเครียด เป็นต้น ซึ่งในแต่ละงานได้มีการอธิบายถึงกลไกการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนแตกต่างกันไป ส่วนปัจจัยและกลไกของการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติกก็ยังคงไม่เป็นที่ชัดเจนนัก ดังนั้นงานวิจัยจึงเลือกที่จะศึกษาความเป็นไปได้ในการสร้างโครงสร้างเกรนเดี่ยวหรือการสร้างชั้นผิวที่มีโครงสร้างเกรนเล็ก และศึกษาปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการที่ใช้ในการแปรรูปถาวรที่จะส่งผลอย่างไรในการเกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ ด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่นที่เป็นอีกหนึ่งทางเลือกสำหรับการแปรรูปถาวรอย่างรุนแรง และเพื่อให้เข้าใจถึงผลของปัจจัยต่าง ๆ และพฤติกรรมของการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างมากยิ่งขึ้น นอกจากจะวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่องมือทั่วไปแล้ว จะใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ในการวิเคราะห์ร่วมด้วย

2.5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM)

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมสามารถถ่ายลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างได้ โดยอาศัยแรงปฏิกิริยาระหว่างปลายเข็มกับพื้นผิวตัวอย่าง ซึ่งแรงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะมาจากแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der waals force), ไฟฟ้าสถิตและสนามแม่เหล็ก เป็นต้น ทำให้เกิดการดูดและผลักที่ขึ้นกับระยะห่างระหว่างปลายเข็มและตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 2.19 และจะใช้แสงเลเซอร์ในการตรวจจับการกระดกขึ้นและลงของคานที่ติดอยู่กับปลายเข็มเพื่อนำไปสร้างภาพพื้นผิวของตัวอย่าง โดยทั่วไปแล้วปลายเข็มจะไม่เคลื่อนที่ แต่ฐานที่ใช้วางตัวอย่างจะเคลื่อนที่ในทิศทาง x, y, z ด้วยวัสดุ piezoelectric ที่เป็นวัสดุเซรามิกที่สามารถขยายหรือหดได้ด้วยแรงดันไฟฟ้า สามารถควบคุมความแม่นยำในการเคลื่อนที่ที่ดี ให้ความละเอียดถึงในระดับนาโนเมตร ส่วนลำแสงเลเซอร์จะโฟกัสไปที่ด้านหลังของคานที่ติดกับเข็มจะสะท้อนกลับไปยังโฟโตไดโอดที่ใช้ตรวจจับ ทำให้สามารถวัดการโค้งงอหรือการกระดกของคานได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.20 [49]



รูปที่ 2.19 หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม [49]



รูปที่ 2.20 ความสัมพันธ์ของแรงปฏิกริยากับระยะห่างระหว่างเข็มและผิวตัวอย่าง [49]

หลักการการเกิดภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมสามารถแบ่งได้ 3 ประเภท ดังนี้

1) Contact mode คือการให้ปลายเข็มสัมผัสกับพื้นผิวของชิ้นงาน จะทำให้เกิดแรงผลักร เนื่องจากปลายเข็มกับผิวชิ้นงานอยู่ใกล้กันมาก แรงผลักรที่เกิดขึ้นจะเปลี่ยนแปลงไปตามลักษณะของผิวตัวอย่างแล้วทำให้คานมีโค้งงอ ซึ่งเหมาะกับตัวอย่างที่มีผิวเรียบมาก ๆ มีข้อเสียที่ทำให้เกิดรอยขีดขูดที่ผิวตัวอย่างได้ และยังทำให้อายุการใช้งานของเข็มลดลง

2) Non-contact mode คือการให้ปลายเข็มมีระยะห่างจากผิวชิ้นงานประมาณ 10 – 100 อังสตรอม เพื่อหลีกเลี่ยงปัญหาที่เกิดขึ้นใน Contact mode โหมดนี้ จะเกิดแรงดูดที่เปลี่ยนแปลงไปตามลักษณะผิวของตัวอย่าง ซึ่งเป็นแรงอ่อนเมื่อเทียบกับแรงผลักร จึงทำให้ไวต่อสิ่งแปลกปลอมได้

3) Tapping mode คือการรวมกันของ Contact mode และ non-contact mode โดยให้ปลายเข็มสัมผัสกับผิวตัวอย่าง และสั่นหรือขยับขึ้นลงเพื่อไม่ให้เกิดการลากไถบนผิวชิ้นงาน

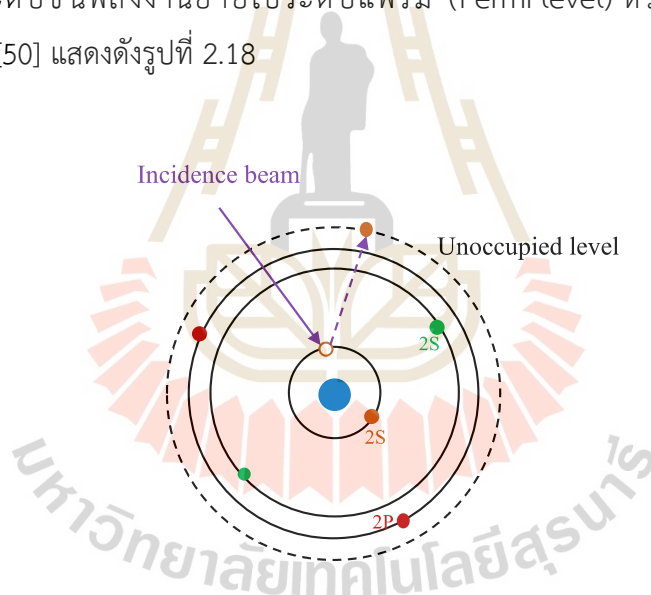
การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L จะใช้ non-contact mode โดยการสร้างภาพจะมาจากอันตรกิริยาระหว่างปลายเข็มกับตัวอย่างหรือเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์ขึ้น แรงปฏิกริยาจะเปลี่ยนแปลงไปตามลักษณะของพื้นผิวโครงสร้างจุลภาคหลังการกัดขึ้นรอยในบริเวณที่เลือกศึกษา เพื่อเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาที่จะเกิดรอยขีดขูดที่ผิวชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้การศึกษาเพื่อแยกประเภทหรือลักษณะของโครงสร้างต่าง ๆ ที่เป็นผลมาจากการแปรรูปถาวร เช่น โครงสร้างของขอบเกรน, โครงสร้างมาร์เทนไซต์, โครงสร้างระนาบแฝดและระนาบเลื่อน เป็นต้น นอกจากนั้นจะ

ศึกษาด้วยวิธีการเหนี่ยวนำความเป็นแม่เหล็กในการสร้างภาพเพื่อให้เห็นความต่างของโครงสร้าง มาร์เทนไซต์และออสเทนไนต์

2.6 สเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy, XAS)

2.6.1 หลักการเบื้องต้นของสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

สเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างระดับอะตอม โดยอาศัยหลักการการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างและเกิดปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนภายในอะตอมทำให้เกิดการเคลื่อนย้ายตำแหน่งและปรากฏการณ์อื่น ๆ ของอิเล็กตรอน ซึ่งการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ ของอะตอมจะเกิดขึ้นที่ค่าพลังงานเฉพาะของชั้นพลังงานแต่ละธาตุเท่านั้นหรือพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) จะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นใน เช่น ชั้น K, L และ M อยู่ในสถานะกระตุ้นและเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานย้ายไประดับแฟร์มี (Fermi level) หรือชั้นพลังงานต่อเนื่อง (continuum) [50] แสดงดังรูปที่ 2.18



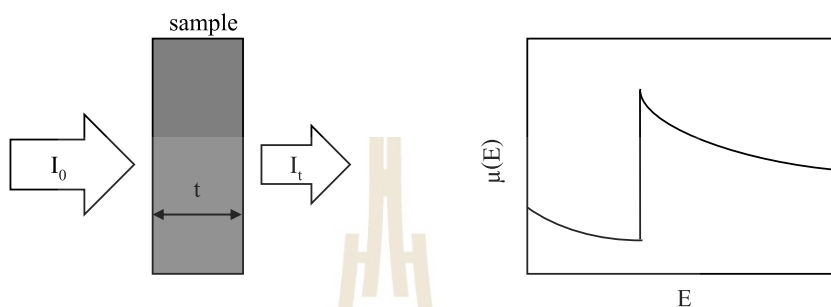
รูปที่ 2.21 กลไกการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ทำให้อิเล็กตรอนอยู่ในสถานะกระตุ้น

การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์จะสามารถวัดปริมาณได้ด้วยการเปรียบเทียบความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เริ่มต้น (I_0) กับรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านออกมาจากตัวอย่าง (I_t) ตามกฎของ Beer จะได้ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน ($\mu(E)$) ขึ้นกับพลังงานโฟตอน (E) และความหนาของชิ้นงาน (t) ดังแสดงในรูปที่ 2.22

กฎของ Beer

$$I_t = I_0 e^{-\mu(E)t} \quad (2.8)$$

โดย	I_0	คือ	ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เริ่มต้น
	I_t	คือ	ความเข้มรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านออกมาจากตัวอย่าง
	$\mu(E)$	คือ	ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน
	t	คือ	ความหนาของชิ้นงาน

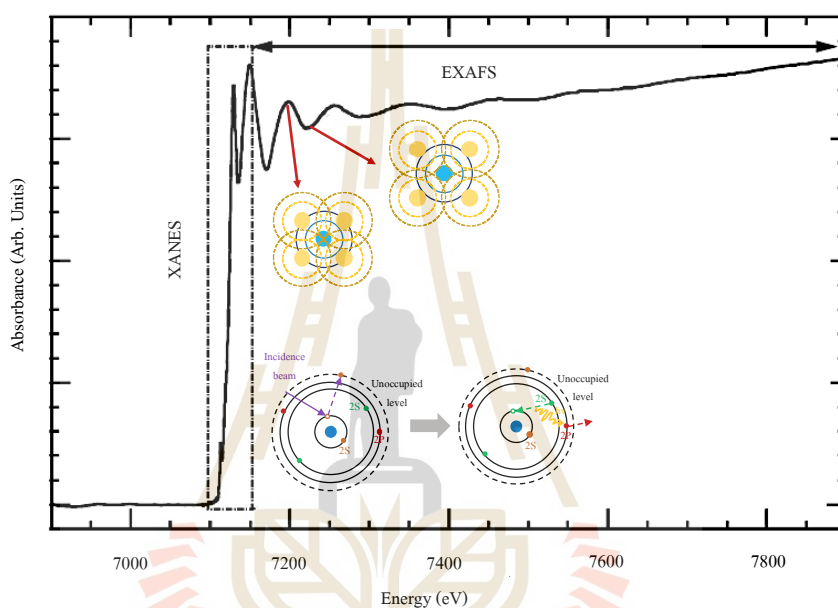


รูปที่ 2.22 (ก) แผนภาพแสดงรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบและผ่านออกออกมาจากชิ้นงาน และ (ข) ความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนและพลังโฟตอนหรือสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ [50]

สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์จะประกอบไป 2 โครงสร้างคือ X-ray absorption near edge structure (XANES) และ Extended X-ray absorption fine structure (EXAFS) ดังแสดงในรูปที่ 2.23 ตัวอย่างสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก

โครงสร้าง X-ray absorption near edge structure (XANES) เป็นพลังงานตั้งแต่บริเวณใกล้ขอบการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์จนถึงช่วงพลังงานโฟตอนประมาณ 10 - 20 eV เหนือขอบการดูดกลืนเป็นสัญญาณที่เกิดอันตรกิริยาของโฟตอนและอิเล็กตรอนในอะตอมของตัวอย่าง เมื่อพลังงานของโฟตอนเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนมีค่าเท่ากับหรือมากกว่าเล็กน้อยพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน จะเกิดการย้ายสถานะของอิเล็กตรอนวงในไปยังวงนอกสุดที่เป็นชั้นพลังงานที่ไม่มีอิเล็กตรอน จึงทำให้เห็นขอบการดูดกลืนของรังสีเอ็กซ์ (absorption edge) ที่ค่าพลังงานโฟตอนใกล้เคียงกับพลังงานยึดเหนี่ยว และอิเล็กตรอนที่ชั้นพลังถัดไปจากชั้นที่มีการหายไปของอิเล็กตรอนจะลงมาแทนที่ ซึ่งการลงมาแทนที่ที่จะต้องเกิดการคลายพลังงานในรูปของแสงหรือรังสีเอ็กซ์ โดยพลังงานที่คายออกมาจะไปกระตุ้นอิเล็กตรอนอื่น ๆ อีกที ทำให้มีอิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอมหรือโอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger electron) โครงสร้าง XANES ขึ้นกับชนิดของธาตุ ซึ่งใช้ในการวิเคราะห์ห่องค์ประกอบทางเคมีหรือเลขออกซิเดชันได้ [50,51]

โครงสร้าง Extended X-ray absorption fine structure (EXAFS) เป็นสัญญาณต่อจากโครงสร้าง XANES เนื้อขอบการดูดกลืนรังสีไปจนถึงช่วงพลังงานโฟตอนประมาณ 500-1,000 eV เกิดขึ้นจากโฟโตอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยมาจากอะตอมในระหว่างการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ ทำตัวเหมือนคลื่นไปชนกับอะตอมรอบข้างทำให้เกิดการกระเจิงและสะท้อนกลับมาแทรกสอดกับตัวเอง สามารถวิเคราะห์โครงสร้างของอะตอม ความยาวพันธะ รูปแบบการจัดตัวของโมเลกุลของสารที่สนใจ รวมถึงชนิดและจำนวนของอะตอมรอบข้างอะตอมที่สนใจได้ [50,51]



รูปที่ 2.23 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก

2.6.2 วิธีการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

1) แบบทะลุผ่าน (transmission mode) จะวัดความเข้มของพลังงานโฟตอนที่เข้าและออกจากตัวอย่างด้วยการทะลุผ่านแสดงดังรูปที่ 2.24(ก) โดยจะตรวจจับด้วย ion chamber และสามารถหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนได้ตามกฎของ Beer ดังสมการที่ 8 ซึ่งลักษณะของตัวอย่างที่จะใช้โหมดนี้ได้จะต้องมีความหนาที่สม่ำเสมอและไม่รุปรุน เหมาะกับตัวอย่างบางเพียงพอให้รังสีเอ็กซ์สามารถทะลุผ่านได้ [50,52]

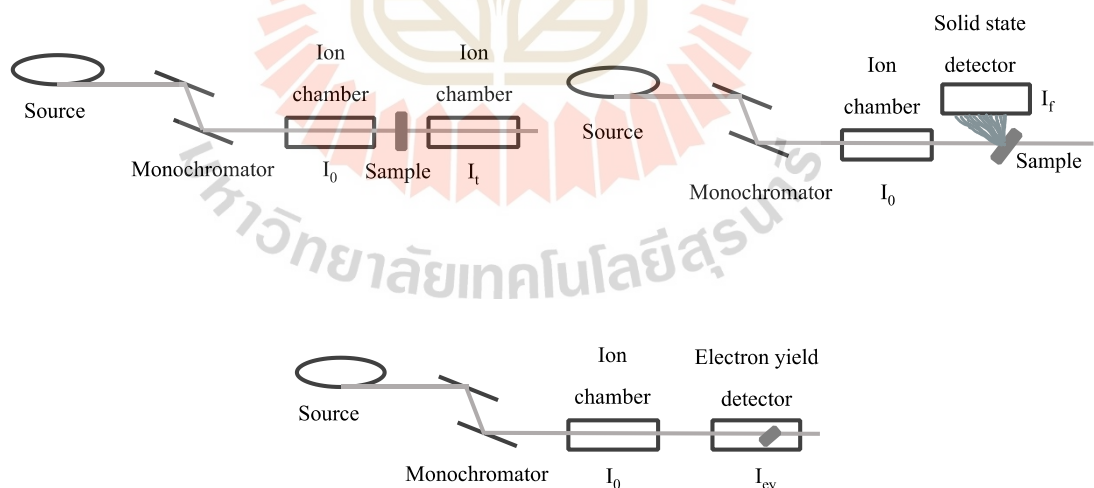
2) แบบการเรือง (fluorescence mode) จะวัดความเข้มของพลังงานโฟตอนที่เข้าและเรืองออกมาของตัวอย่าง เป็นการวัดการกระจายของพลังงานที่มีความเฉพาะออกมาจากตัวอย่างที่มีความซับซ้อนมากกว่าแบบทะลุผ่าน เนื่องจากจะเกิด self-absorption มีพลังงานมาจากการกระเจิงแบบยืดหยุ่นของรังสีเอ็กซ์ที่เป็นสัญญาณรบกวนของการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

แบบการเรือง จึงต้องใช้เครื่องตรวจวัดที่เป็น Si หรือ Ge ที่มีสถานะของแข็งที่มีความสามารถในการแยกแยะพลังงานได้ โดยปกติเครื่องตรวจวัดจะทำมุม 90° กับลำแสงโฟตอนตามระนาบแนวนอน และทำมุม 45° กับตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 2.24(ข) ข้อได้เปรียบที่สำคัญของแบบการเรืองคือสามารถศึกษาตัวอย่างที่ไม่เหมาะสำหรับการวัดในแบบทะลุผ่านได้ เช่น ตัวอย่างที่มีความเงาสูงและไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เป็นต้น และสามารถหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนได้ดังสมการต่อไปนี้ [50,52]

$$\mu(E) = I_f/I_0 \quad (2.9)$$

โดย I_f คือ ความเข้มรังสีเอ็กซ์ที่เรืองออกมาจากตัวอย่าง

3) แบบกระแสวิกตรอน (electron yield mode) แสดงดังรูปที่ 2.24(ค) จะคล้ายกับแบบการเรืองโดยเป็นการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ทางอ้อม ตัวตรวจวัดจะเป็นขั้วไฟฟ้าที่จะทำหน้าที่วัดอิเล็กตรอนที่มาจากการเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอ็กซ์และอิเล็กตรอนในอะตอมคืออิเล็กตรอน ปฐมภูมิและโอเจอร์อิเล็กตรอน ซึ่งมีค่า mean free path ที่ค่อนข้างสั้นประมาณ 1000 อังสตรอม จึงเป็นเทคนิคที่เหมาะสมกับการวิเคราะห์ที่พื้นผิวตัวอย่าง นอกจากนี้ ยังสามารถเป็นประโยชน์สำหรับ การหลีกเลี่ยงผลกระทบของการเกิด self-absorption ในแบบการเรือง [50,52]



รูปที่ 2.24 รูปแบบการวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ [50]

F.M. Wang และคณะ ศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเหล็กด้วยสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ ขณะได้รับแรงกระทำทางกลด้วยโมเดลของ Debye ในการหาปริมาณของโครงสร้างผลึกที่เปลี่ยนแปลงไป และอัตราส่วนของความยาวหน่วยเซลล์ (lattice parameter) c/a เมื่อได้รับความเค้นเพิ่มขึ้น ซึ่งโครงสร้างผลึกเริ่มต้นของเหล็กเป็น body centered cubic เมื่อได้รับความเค้นจนถึง 13 GPa ปริมาณของโครงสร้างผลึก body centered cubic ลดลงเหลือ 83% เนื่องจากเกิดเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกไปเป็น hexagonal และมีค่า c/a เท่ากับ 1.667 เมื่อให้ความเค้นไปเรื่อย ๆ ถึง 18.6 GPa ปริมาณของโครงสร้างผลึก body centered cubic เหลือเพียง 10% และมี c/a เท่ากับ 1.596 ซึ่งค่า c/a ที่ลดลงของโครงสร้างผลึก hexagonal เกิดจากการบิดของความยาวหน่วยเซลล์เมื่อได้รับแรงกระทำมากขึ้น [53]

การวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ในงานวิจัยนี้ดำเนินการ ณ ระบบลำแสงที่ 5.2 สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน) ด้วยวิธีการวัดการดูดกลืนของรังสีเอ็กซ์แบบการเรืองเนื่องจากตัวอย่างมีความหนาไม่สม่ำเสมอและหนาเกินกว่าที่รังสีเอ็กซ์จะทะลุผ่านได้ การวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิทิกของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ภายหลังการแปรรูปถาวรที่ปริมาณต่างกัน ทำให้ทราบถึงปริมาณของโครงสร้าง γ -austenite, ϵ -martensite และ α' -martensite และทำนายการวิวัฒนาการของการเปลี่ยนแปลงนี้ได้



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1) เหล็กกล้าไร้สนิม 316L แผ่นหนา 2 มิลลิเมตร โดยมีธาตุผสมแสดงดังตารางที่ 3.1 โดยคำนวณค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมและอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติก (อุณหภูมิ M_s และ M_d) ด้วยสมการของ Meric ซึ่งใช้องค์ประกอบทางเคมีในหน่วยน้ำหนัก% ในการคำนวณ [54] โดยใช้สมการต่อไปนี้

$$SFE (mj \cdot m^{-2}) = 2.2 + 1.9Ni - 2.9Si + 0.77Mo + 0.5Mn + 40C - 0.016Cr - 3.6 \quad (3.1)$$

จากสมการสามารถคำนวณค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมได้ 22.28 mJ/m^2 อุณหภูมิ M_s และ M_d จะอยู่ที่ -133.11 และ 3.65 °C ตามลำดับ ค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ที่คำนวณได้จัดว่าวัสดุมีค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมต่ำ

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในงานวิจัย

ธาตุ	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก		
	มาตรฐาน ASTM A240/A240M [55]	ผลวิเคราะห์จาก XRF	ผลวิเคราะห์จาก OES
C	≤0.03	N/A	0.0131
Si	≤0.75	0.05	0.521
Mn	≤2.00	1.13	0.969
P	≤0.045	0.02	N/A
S	≤0.30	0.02	N/A
Cr	16.00-18.00	17.17	N/A
Ni	10.00-14.00	10.88	N/A
Mo	2.00-3.00	2.14	N/A
Fe	Balance	68.59	N/A

- 2) ผงเพชรสำหรับขัดละเอียดขนาด 1 ไมโครเมตร
- 3) ลวดทองแดงสำหรับตัดชิ้นงานขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร
- 4) อีพ็อกซีเรซิน (epoxy resin) สำหรับทำตัวเรือนให้แก่ชิ้นงาน
- 5) สารช่วยให้แข็ง (hardener) สำหรับเร่งปฏิกิริยาให้อีพ็อกซีเรซินเกิดการแข็งตัว

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 1) กระดาษทรายสำหรับขัดโลหะเบอร์ 800, 1000, 1200 และ 4000
- 2) ผ้าสักหลาดสำหรับขัดละเอียด
- 3) เวอร์เนียร์

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

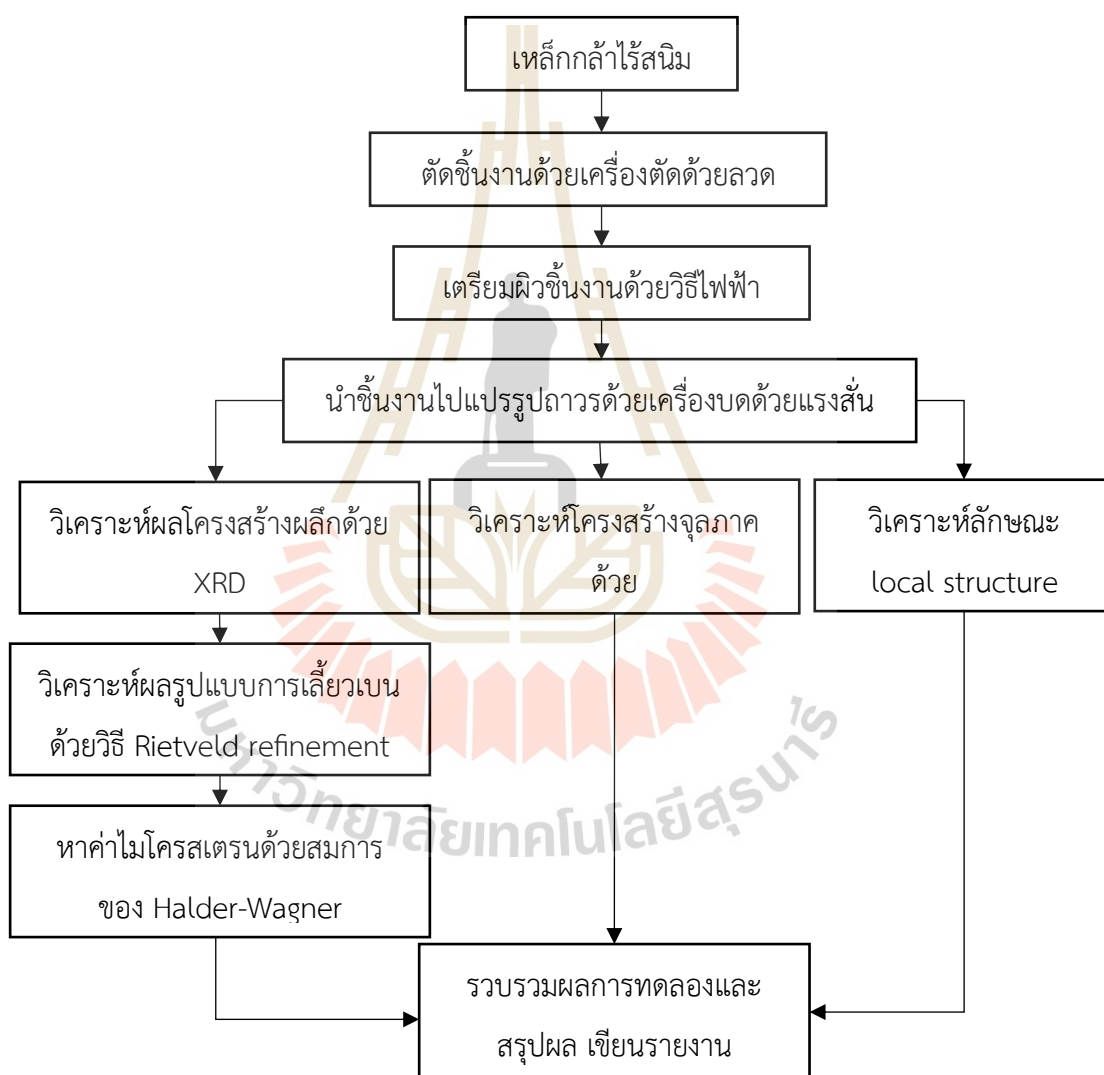
- 1) เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol, C_2H_5OH)
- 2) อะซิโตน (acetone, $(CH_3)_2CO$)
- 3) กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid, H_3PO_4)
- 4) กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid, H_2SO_4)
- 5) กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl)
- 6) กรดไนตริก (nitric, HNO_3)

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1) เครื่องตัดด้วยลวดไฟฟ้า (EDM wire cut machine) ยี่ห้อ MITSUBISHI ELECTRIC รุ่น MV 1200R
- 2) เครื่องขัดชิ้นงานแบบจานหมุน ยี่ห้อ LAIZHOU HUAYIN รุ่น MOPAO2DE
- 3) เครื่องบดด้วยแรงสั่น (vibrating cup mill) ยี่ห้อ FRISCH รุ่น PULVERISSETTE 8
- 4) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer) ยี่ห้อ BRUKER รุ่น D8 ADVANCE
- 5) กล้องจุลทรรศน์แสงโพลาไรซ์ (polarized light microscope) ยี่ห้อ ZEISS รุ่น AXIO SCOPE A1
- 6) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) ยี่ห้อ ZEISS รุ่น AURIGA
- 7) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM) ยี่ห้อ PARK SYSTEMS รุ่น AFM XE-120
- 8) สเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy, XAS) ที่ระบบลำแสงที่ 5.2 สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)

3.3 วิธีการทดลอง

การดำเนินการทดลองเริ่มจากการนำเหล็กกล้าไร้สนิม 316L หนา 2 มิลลิเมตร ไปตัดเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมจัตุรัสยาวด้านละ 15 มิลลิเมตร เพื่อศึกษาปัจจัยของปริมาณการเสียรูปถาวร โดยชิ้นงานถูกนำไปแปรรูปถาวรที่ผิวด้วยเครื่องบดด้วยแรงสั่นที่ความเร็ว 1000 rpm ที่เวลาต่างกัน จากนั้นจะทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิควิเคราะห์ต่าง ๆ รูปที่ 3.1 แสดงแผนผังการทดลองโดยสรุป และรายละเอียดการทดลองจะกล่าวในส่วนถัดไป



รูปที่ 3.1 แสดงแผนภาพระเบียบวิธีการทำวิจัย

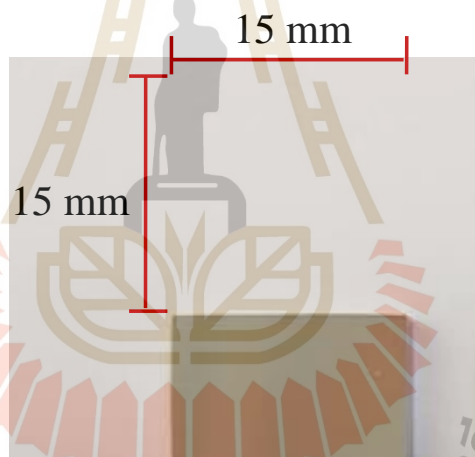
3.3.1 การเตรียมชิ้นงาน

1) ตัดชิ้นงานด้วยเครื่องตัดด้วยลวดไฟฟ้า ให้มีขนาด 15 x 15 มิลลิเมตร แสดงดังรูปที่ 3.2

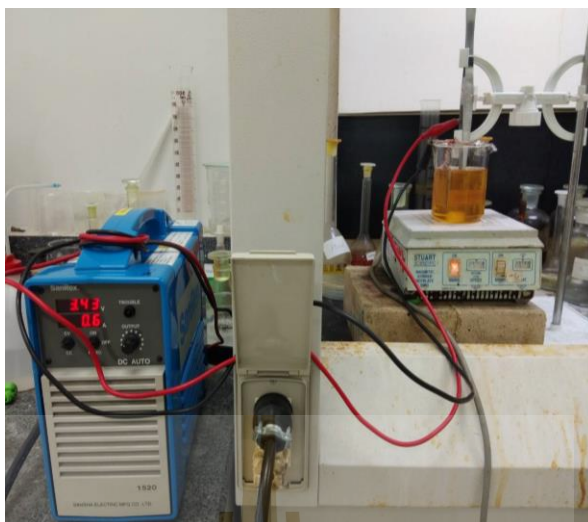
2) ขัดผิวชิ้นงานเพื่อกำจัดชั้นพาสซีฟฟิล์มด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1200 และ 4000 ตามลำดับ โดยการเปลี่ยนเบอร์กระดาษทราย ล้างด้วยน้ำสะอาดก่อนทุกครั้ง

3) เตรียมผิวชิ้นงานด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (electropolishing) โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ตามมาตรฐาน ASTM E1558-09 [56] สารละลายกรด VI-1 ประกอบด้วย 40 vol% H_2SO_4 + 60 vol% H_3PO_4 และควบคุมความหนาแน่นกระแส 0.175 - 0.2 A/cm² เป็นเวลา 10 นาที แสดงดังรูปที่ 3.3

4) ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยน้ำสะอาด และชะด้วยแอลกอฮอล์ จากนั้นเป่าด้วยลมร้อน



รูปที่ 3.2 เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.3 การขัดผิวชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี

3.3.2 การแปรรูปถาวรชิ้นงานด้วยเครื่องบดด้วยแรงสั่น

- 1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเตรียมผิวแล้ว ทำความสะอาดด้วยอะซิโตนและติดเข้ากับหม้อบดด้วยแรงสั่นดังแสดงในรูปที่ 3.4
- 2) ชิ้นงานจะถูกทำให้เสียรูปถาวรอย่างรุนแรงที่ผิวโดยใช้ความถี่ในการสั่นของมอเตอร์ 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5, 10, 15, 20 นาที และ 20 นาที จำนวน 1, 2, 3 และ 5 ครั้ง
- 3) ภายหลังจากแปรรูปชิ้นงานแล้ว 20 นาที ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยน้ำสะอาดและ อะซิโตน จากนั้น เก็บชิ้นงานไว้ในที่แห้ง อุณหภูมิห้อง เพื่อป้องกันการเปลี่ยนแปลงหรือการแยกตัวของธาตุผสม



รูปที่ 3.4 การแปรรูปพลาสติกอย่างรุนแรงด้วยวิธีการบดด้วยแรงสั่น

3.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างเกรเดียนท์และการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก

1) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของชิ้นงานก่อนและหลังการแปรรูปถาวรด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยจะทำการวิเคราะห์ที่ผิวชิ้นงานบริเวณที่ผ่านการแปรรูปถาวร

2) วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคตามทิศทางตัดขวาง (cross section) ของชิ้นงานก่อนและหลังการแปรรูปถาวรด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงโพลาไรซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม มีขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานดังนี้

2.1) ทำตัวเรือนเย็นให้กับชิ้นงาน โดยใช้อัตราส่วนอีพ็อกซีเรซินต่อสารช่วยให้แข็งเป็น 4:1

2.2) ชัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000, 1200 และ 4000 ตามลำดับตามทิศทางตัดขวางของชิ้นงาน โดยเมื่อเปลี่ยนเบอร์กระดาษทราย ล้างชิ้นงานด้วยน้ำสะอาดก่อนทุกครั้ง

2.3) ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยน้ำสะอาด และชะด้วยแอลกอฮอล์ จากนั้นเป่าด้วยลมร้อน

2.4) กัดชิ้นรอยเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะใช้สารละลายกรด V2A ประกอบด้วย H_2O 50 ml + HCl 50 ml + HNO_3 5 ml ทำโดยการจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายกรดเป็นเวลา 30 – 45 นาที ที่อุณหภูมิห้อง ส่วนการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงโพลาไรซ์จะใช้วิธีการกัดชิ้นรอยแต่มสีด้วยเคมี (Tint etching) โดยใช้สารละลายกรด Beraha ประกอบด้วย H_2O 85 ml + HCl 15 ml + $K_2S_2O_5$ 1.5 g ซึ่งจะทำให้การจุ่มหน้าผิวชิ้นงานในสารกัดชิ้นรอยเป็นเวลา 10 วินาทีและวางทิ้งไว้ในอากาศอีก 10 วินาที จึงนำไปทำความสะอาด

2.5) ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยน้ำสะอาด และชะด้วยแอลกอฮอล์ จากนั้นเป่าด้วยลมร้อน

2.6) นำชิ้นงานไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและวัดขนาดเกรนด้วยโปรแกรม ImageJ

3) การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซด์ด้วยสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

(X-ray absorption spectroscopy, XAS) ด้วยโหมด fluorescence และใช้ช่วงพลังงานของรังสีเอ็กซ์สำหรับวิเคราะห์ธาตุเหล็ก (Fe), ธาตุโครเมียม (Cr) และธาตุนิเกิล (Ni) จากนั้น จะนำข้อมูลที่มาแปรผลด้วยโปรแกรม FEFF8.2, Athena และ Artemis

3.4 การวิเคราะห์ผลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของชิ้นงานก่อนและหลังการแปรรูปถาวรด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ได้ใช้โปรแกรม Match! และ FullProf ในการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยวิธี Rietveld refinement ขั้นตอนการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ก โดยพิจารณาคุณภาพของข้อมูลภายหลังการทำ Rietveld refinement ด้วยค่า R-factor และ χ^2 ในงานวิจัยนี้ได้กำหนดค่าที่เหมาะสมในการพิจารณาไว้คือ $R\text{-factor} \leq 8$ และ $\chi^2 \leq 3$ ซึ่งมาจากการศึกษาข้อมูลในงานวิจัยอื่น ๆ [57-59]

3.4.1 การหาค่า microstrain และขนาดผลึกด้วยโมเดลของ Halder-Wagner

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านการวิเคราะห์ Rietveld refinement แล้ว จะถูกนำมาหาค่า FWHM ของแต่ละพีคด้วยฟังก์ชัน Pseudo-Voigt ซึ่งเป็นฟังก์ชันที่มีความสัมพันธ์กัน เป็นเส้นตรงของฟังก์ชัน Cauchy/Lorentzian (C_x) และ gaussian (G_x) อย่างไรก็ตามรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้นอกจากประกอบไปด้วยข้อมูลของโครงสร้างผลึกที่เป็นค่า microstrain และขนาดผลึก ยังมีความคลาดเคลื่อนของข้อมูลที่เกิดจากผลของเครื่องมือที่ใช้ด้วย ดังนั้นต้องกำจัดผลของเครื่องมือ สามารถทำได้ด้วยการนำค่า FWHM จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง ลบค่า FWHM ของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโครงสร้างมาตรฐานที่บันทึกด้วยพารามิเตอร์เดียวกัน [57] สำหรับฟังก์ชัน Pseudo-Voigt จะสามารถคำนวณได้ตามสมการที่ 10

$$\beta_r = [(\beta_o - \beta_i)(\beta_o^2 - \beta_i^2)^{1/2}]^{1/2} \quad (3.2)$$

โดย β_r คือ ค่า FWHM จริงของตัวอย่าง

β_o คือ ค่า FWHM ที่ได้จากการบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง

β_i คือ ค่า FWHM ที่ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโครงสร้างมาตรฐาน

การคำนวณค่า microstrain และขนาดผลึกจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เช่น สมการของ Scherrer, Warren-Averbach (WA), Williamson-Hall (WH), Size-Strain plot (SSP) และ Halder-Wagner (HW) เป็นต้น จากการทดลองคำนวณด้วยวิธีต่าง ๆ แล้ว จึงได้เลือกใช้สมการของ Halder-Wagner ซึ่งเป็นโมเดลการคำนวณที่ให้น้ำหนักหรือให้ความสำคัญกับข้อมูลที่มุมต่ำของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มากกว่าที่มุมสูง เนื่องจากการเก็บข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ทำที่มุม 20 – 100 องศา ดังนั้นจึงมีความเหมาะสมที่จะถูกนำมาใช้ในงานวิจัยนี้และมีความน่าเชื่อถือของข้อมูลโดยพิจารณาจากค่า R^2 ดังแสดงในตารางที่ 4.1

สมการของ Halder-Wagner เป็นความสัมพันธ์ของค่า FWHM (β_r) ที่ตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (θ) ใด ๆ โดยข้อมูลเฉลี่ยของค่า microstrain (ε) และขนาดผลึก (D) ตามสมการที่ 9

$$(\beta^*/d^*)^2 = [(k\lambda/d) \cdot (\beta^*/(d^*)^2)] + (2\varepsilon)^2 \quad (3.3)$$

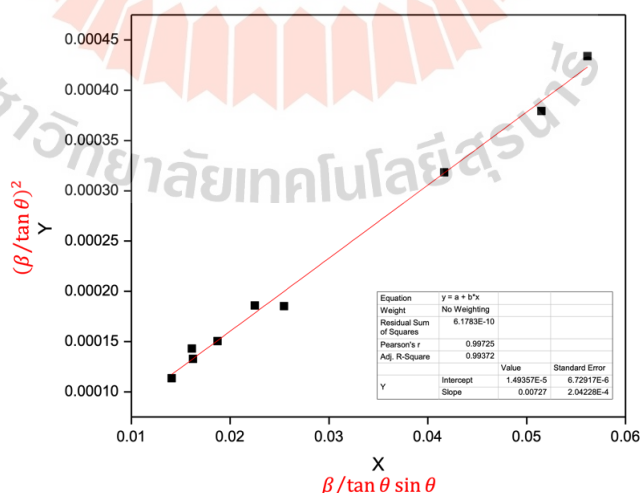
$$\text{โดย } \beta^* = \beta \cos \theta / \lambda \quad (3.4)$$

$$d^* = 2 \sin \theta / \lambda \quad (3.5)$$

เมื่อแทนสมการที่ 13 และ 14 ลงในสมการที่ 12 จะได้สมการเส้นตรงดังสมการที่ 15 นี้

$$(\beta / \tan \theta)^2 = [(k\lambda/d) \cdot (\beta / \tan \theta \sin \theta)] + 16\varepsilon^2 \quad (3.6)$$

ดังนั้น จะเห็นได้ว่าสมการเส้นตรงของ Halder-Wagner เป็นความสัมพันธ์ของ $(\beta / \tan \theta)^2$ กับ $\beta / \tan \theta \sin \theta$ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ซึ่งเป็นตัวอย่างการพล็อตกราฟสมการเส้นตรงนี้ เพื่อให้ได้ค่าความชันกราฟ $k\lambda/D$ และค่าจุดตัด $16\varepsilon^2$ ที่สามารถคำนวณขนาดผลึกและค่า microstrain ได้ตามลำดับ



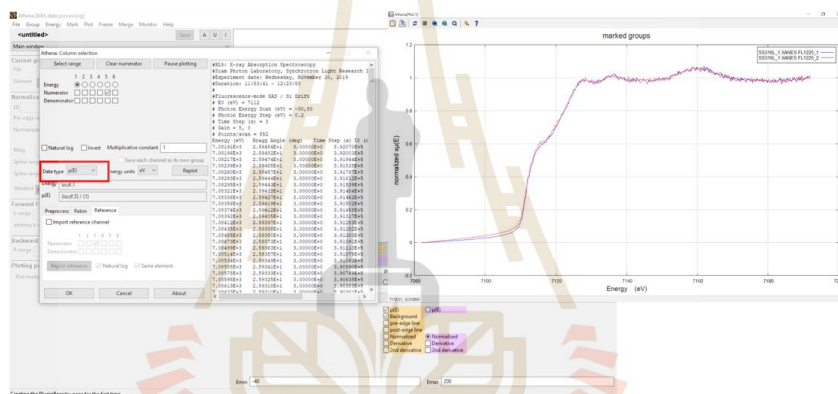
รูปที่ 3.5 กราฟสมการเส้นตรงของ Halder-Wagner (HW)

3.5 การวิเคราะห์ผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

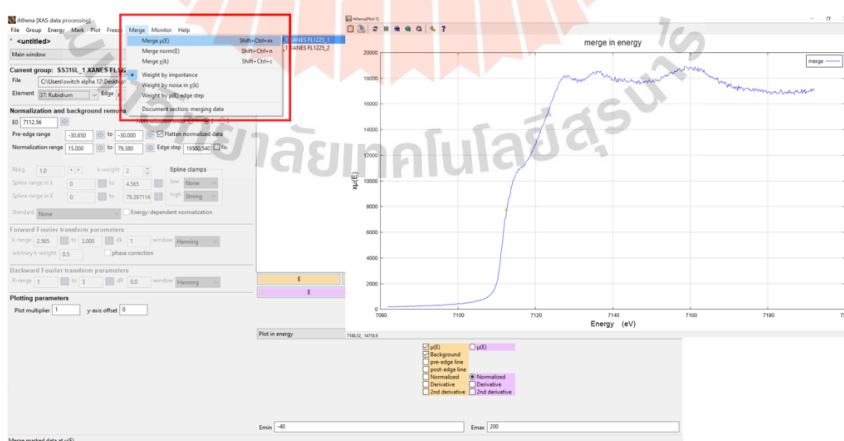
3.5.1 การประมวลผลข้อมูลของผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ได้ทำการเก็บข้อมูลในช่วงพลังงานของโครงสร้าง XANES จะทำซ้ำ 2 ครั้ง และโครงสร้าง EXAFS ทำซ้ำ 4 ครั้งของแต่ละตัวอย่าง การประมวลผลข้อมูลในเบื้องต้นทั้งโครงสร้าง XANES และ EXAFS สามารถทำได้ด้วยวิธีเดียวกันดังตัวอย่างขั้นตอนต่อไปนี้

1) ใช้โปรแกรม Athena ในการเปิดไฟล์ข้อมูลของแต่ละตัวอย่าง โดยให้กำหนด Data type เป็น $\mu(E)$ ดังแสดงในรูปที่ 3.6(ก) ตัวอย่างการนำข้อมูลของโครงสร้าง XANES ที่ทำการเก็บข้อมูลซ้ำ 2 ครั้งของตัวอย่างเริ่มต้น จากนั้นให้ทำการรวมข้อมูลตามรูปที่ 3.6(ข) ซึ่งจะได้โครงสร้าง XANES เป็น 1 สเปกตรัมของแต่ละตัวอย่าง



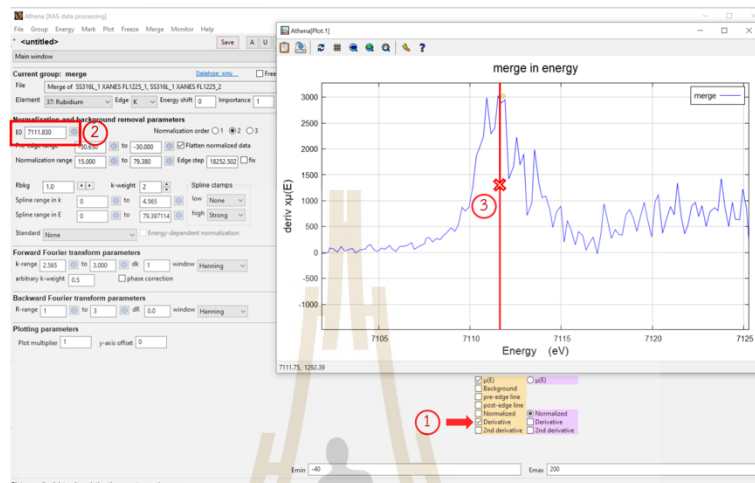
(ก)



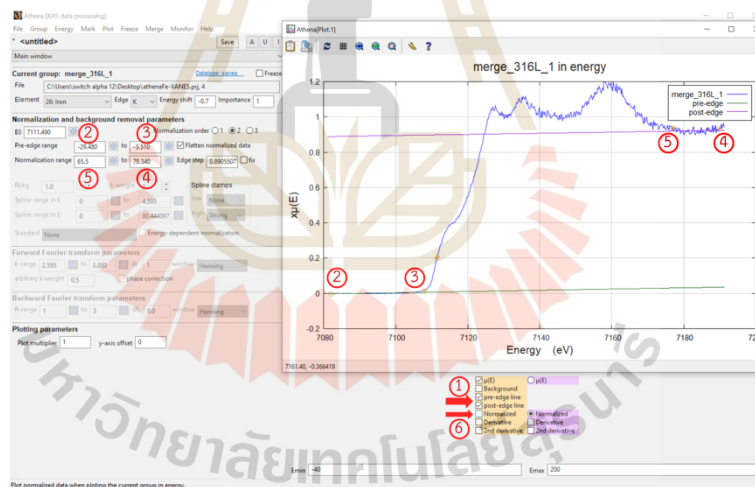
(ข)

รูปที่ 3.6 การนำข้อมูลของโครงสร้าง XANES มาประมวลผลในโปรแกรม Athena (ก) การนำเข้าและกำหนดประเภทข้อมูล และ (ข) การรวมข้อมูลโครงสร้าง XANES

2) ทำการกำหนดค่าพลัง E_0 โดยทำตามขั้นตอนในรูปที่ 3.7(ก) เลือกค่าพลังงานที่ตรงกลางพีคแรกของสเปกตรัม จากนั้นต้องกำหนดจุด pre-edge และ post-edge ตามรูปที่ 3.7(ข) ซึ่งต้องทำให้เส้นสีม่วงและสีเขียวขนานกัน จึงกดเลือกที่ normalized



(ก)

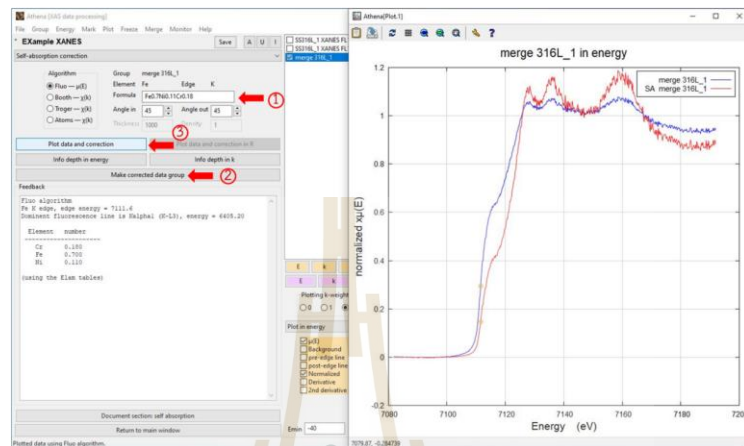


(ข)

รูปที่ 3.7 ประมวลผลข้อมูลของผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (ก) กำหนดค่า E_0 และ (ข) ขั้นตอนการ normalized

3) เนื่องจากการวิเคราะห์ข้อมูลผลสเปกโตรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ในงานวิจัยนี้ ได้ใช้โหมด fluorescence และตัวอย่างเป็นวัสดุโลหะ จึงทำให้เกิดปรากฏการณ์ Self-absorption ได้หรือเกิดการลดทอนการเรืองของรังสีเอ็กซ์ที่สร้างขึ้นภายในตัวอย่างขณะที่เดินทางออกจากตัวอย่างไปสู่เครื่องตรวจวัด ซึ่งการทำ Self-absorption correction โปรแกรมจะทำการประมาณผลค่า

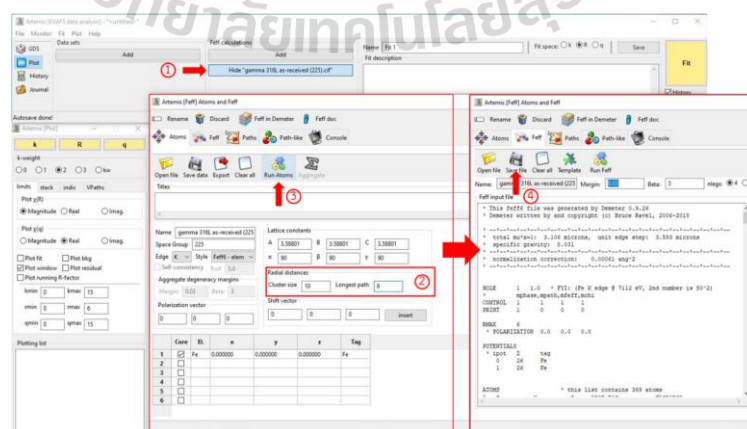
การดูดกลืนนี้ด้วยค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุ เมื่อพิจารณาจากธาตุผสมหลักในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L จึงใช้สูตรสมการเคมี $\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.11}\text{Cr}_{0.18}$ ในการทำ Self-absorption correction จะแสดงให้เห็นลักษณะของโครงสร้างสเปกตรัมชัดเจนยิ่งขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.8.



รูปที่ 3.8 การทำ Self-absorption correction

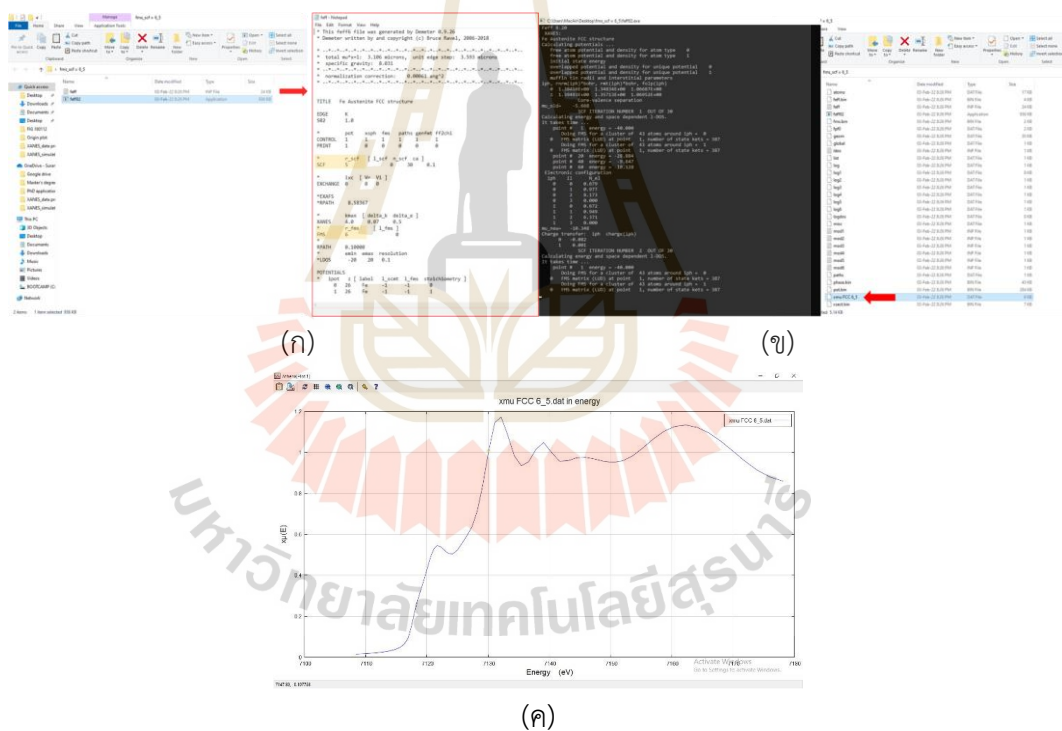
3.5.2 การจำลองโครงสร้างมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ XANES

1) การจำลองโครงสร้าง XANES เพื่อนำไปเทียบกับผลการทดลอง สามารถทำได้ด้วยการนำข้อมูลโครงสร้างมาตรฐานที่มีสกุลไฟล์ .cif มาสร้างไฟล์ข้อมูลสำหรับนำไปประมวลผลด้วยโปรแกรม FEFF8.2 ซึ่งจำเป็นต้องมีสกุลไฟล์ .inp ในรูปที่ 3.9 แสดงขั้นตอนวิธีการสร้างไฟล์ .inp โดยได้กำหนด Cluster size และ Length path เท่ากับ 10 และ 6 ตามลำดับ



รูปที่ 3.9 สร้างไฟล์ข้อมูลโครงสร้างมาตรฐาน .inp

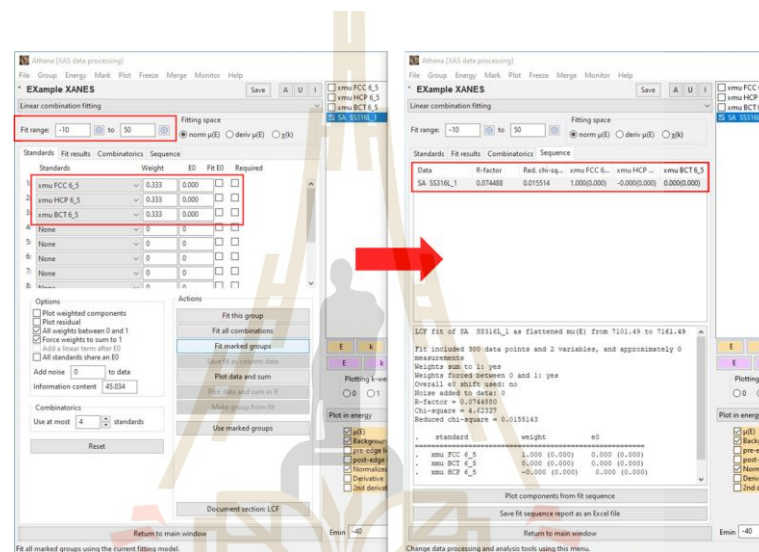
2) เมื่อได้ไฟล์ข้อมูลสำหรับการสร้างโครงสร้างจำลอง XANES ด้วยโปรแกรม FEFF8.2 แล้ว จะมีสองค่าจะสามารถเปลี่ยนแปลงได้คือค่า self-consistent field (r_scf) และ full multiple scattering (r_fms) ทั่วไปแล้วค่า r_fms จะใช้มากที่สุดที่ 6 และค่า r_scf จะมีค่าใกล้เคียงกับค่า r_fms แต่น้อยกว่าเล็กน้อย จากรูปที่ 3.10(ก) ในขั้นตอนนี้จะต้องทำการปรับทั้งสองค่านี้ของโครงสร้างผลึก FCC, BCC และ HCP ของธาตุผสมหลักคือเหล็ก นิกเกิล โครเมียม เมื่อได้โครงสร้าง XANES ภายหลังจากรันด้วยโปรแกรม FEFF8.2 แล้วจะได้ไฟล์ที่ชื่อ xmu ตามรูปที่ 3.10(ข) และ (ค) จึงนำไปเทียบกับผลการทดลองโดยใช้วิธี linear combination fit ในโปรแกรม Athena ว่าที่ค่า r_fms และค่า r_scf ใด มีความใกล้เคียงกับตัวอย่างมากที่สุด โดยเหล็กและโครเมียมใช้ค่า $r_fms = 6$ และค่า $r_scf = 5$ ส่วนนิกเกิลค่า $r_fms = 5.2$ และค่า $r_scf = 5$



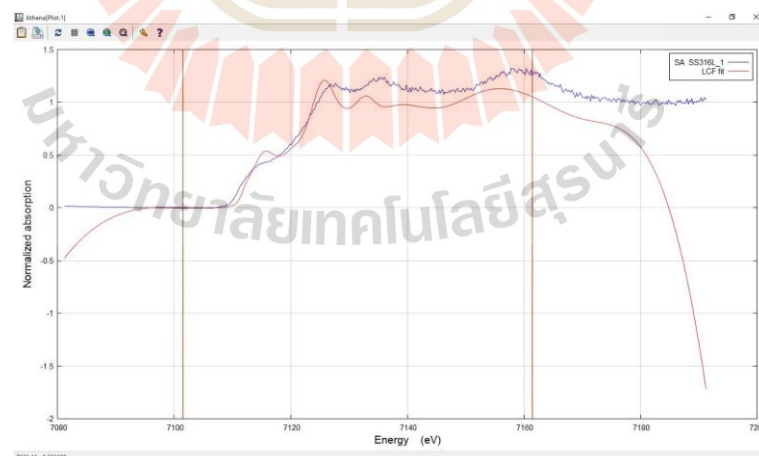
รูปที่ 3.10 การจำลองโครงสร้างมาตรฐาน XANES ด้วยโปรแกรม FEFF8.2 (ก) ข้อมูลของโครงสร้างผลึกมาตรฐานสำหรับการรันด้วยโปรแกรม FEFF8.2 (ข) ไฟล์ข้อมูลโครงสร้าง XANES ของโครงสร้างผลึกมาตรฐานจำลอง และ (ค) โครงสร้าง XANES ของโครงสร้างผลึกมาตรฐานจำลอง

3.5.3 การทำ Linear combination fit ของโครงสร้าง XANES

การนำโครงสร้างจำลองมา XANES มาเทียบกับผลการทดลองจะต้องทำการประมวลผลก่อนตามขั้นตอนหัวข้อ 3.6.1 โดยการทำให้ Linear combination fit จะสามารถทำให้รู้สัดส่วนโครงสร้างในผลึกได้วัสดุได้ โดยเป็นการนำโครงสร้างจำลองของ XANES ของทั้ง 3 โครงสร้างผลึกมารวมกันและนำไปเทียบกับโครงสร้าง XANES จากการทดลอง สามารถทำได้ตามขั้นตอนในรูปที่ 3.11(ก) และ รูปที่ 3.11(ข) แสดงตัวอย่างการเทียบโครงสร้าง XANES จากการจำลองกับผลการทดลอง



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.11 การทำ Linear combination fit ของโครงสร้าง XANES ก) ขั้นตอนการทำ Linear combination fit และ ข) Linear combination fit ของโครงสร้าง XANES ที่จากการจำลองและการทดลอง

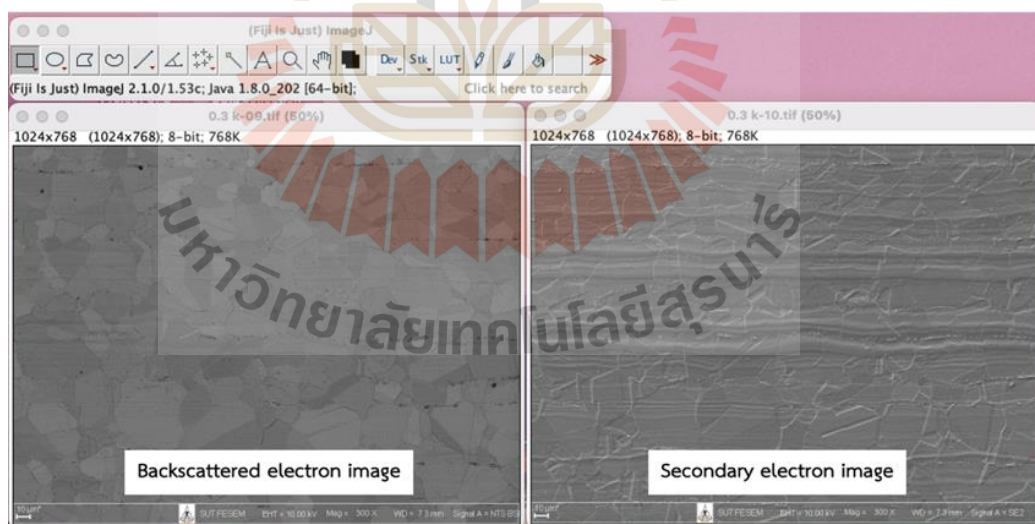
3.6 การวิเคราะห์ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างได้มีการบันทึกจากสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ที่แสดงลักษณะสัณฐานของโครงสร้าง ความสูง-ต่ำของพื้นผิว และสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscatter electron) ที่แสดงให้เห็นถึงความแตกต่างของส่วนผสมทางเคมีในแต่ละบริเวณ ซึ่งเมื่อนำภาพบันทึกจากสัญญาณทั้งสองมาซ้อนทับกันจึงทำให้เห็นชัดเจนมากยิ่งขึ้นว่าที่พื้นผิวในแต่ละบริเวณมีความสม่ำเสมอของส่วนผสมทางเคมีอย่างไร โดยสามารถใช้โปรแกรมวิเคราะห์ภาพ ImageJ ในการทำได้ดังนี้

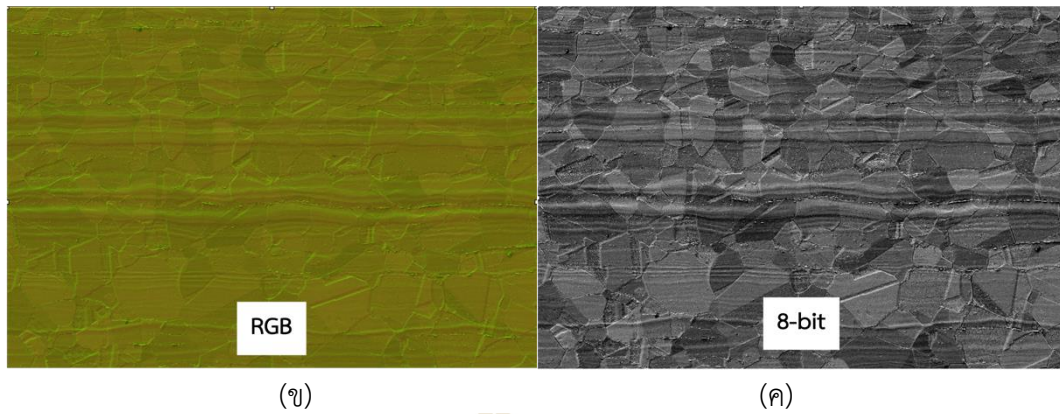
1) เลือกภาพสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิและอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่บันทึกจากบริเวณเดียวกันดังรูปที่ 3.12(ก)

2) เลือก Image > Stacks > Image to stack จากนั้นจะสามารถทำการซ้อนทับสัญญาณภาพได้โดย Image > Channel Tool > Composite > Make composite > Convert to RGB ซึ่งจะได้ภาพซ้อนทับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เป็นภาพสี RGB แสดงในรูปที่ 3.12(ข)

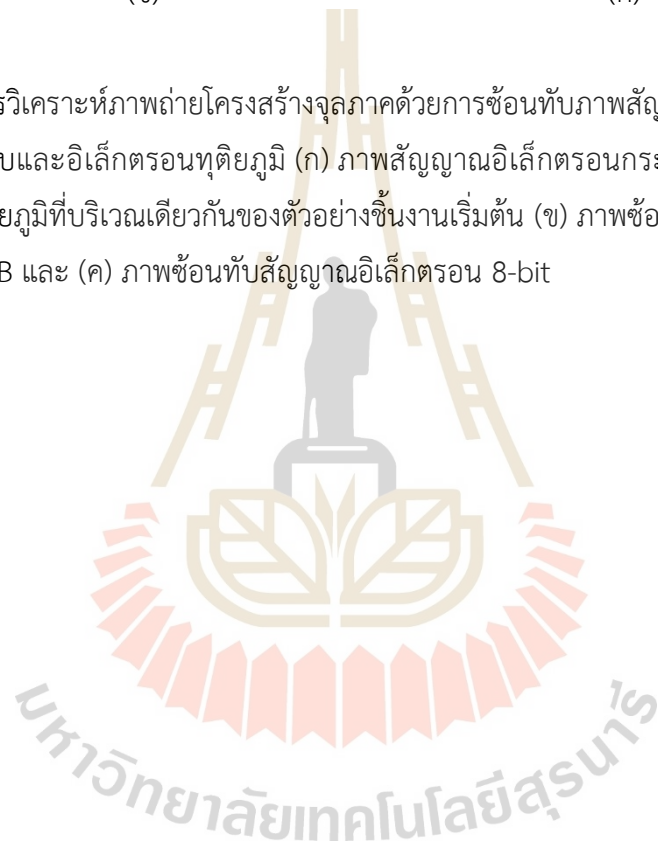
3) จากนั้นเปลี่ยนเป็นภาพขาวดำ 8-bit ดังรูปที่ 3.12(ค) จะเห็นได้ว่าภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคแสดงลักษณะพื้นผิวที่ความสูง-ต่ำและความแตกต่างของสีภาพในแต่ละบริเวณอย่างชัดเจน



(ก)



รูปที่ 3.12 การวิเคราะห์ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคด้วยการซ้อนทับภาพสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับและอิเล็กทรอนิกส์ทุติยภูมิ (ก) ภาพสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์กลับและอิเล็กทรอนิกส์ทุติยภูมิที่บริเวณเดียวกันของตัวอย่างชิ้นงานเริ่มต้น (ข) ภาพซ้อนทับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ RGB และ (ค) ภาพซ้อนทับสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ 8-bit



บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

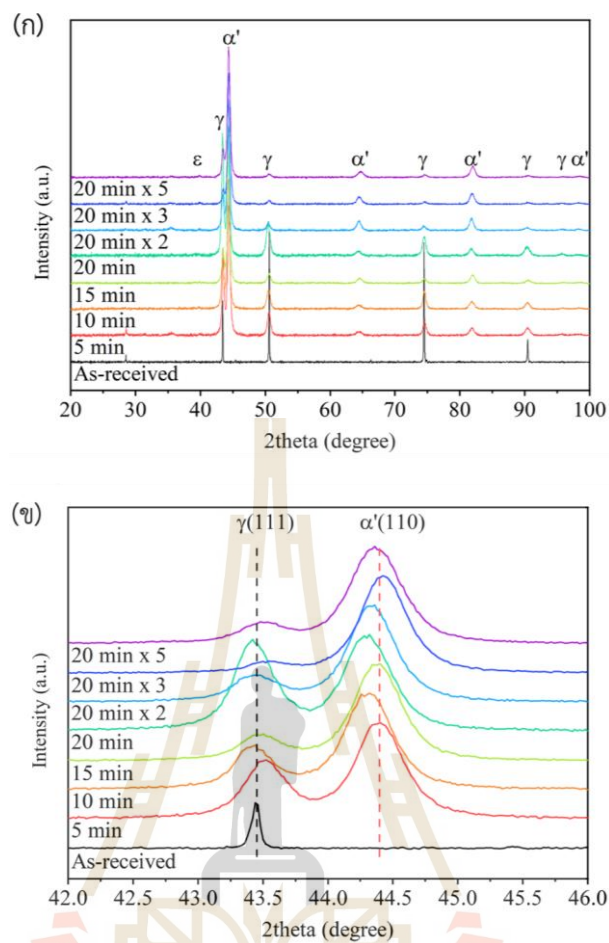
การวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วย Rietveld refinement เป็นการนำข้อมูลของโครงสร้างผลึกมาตรฐานและนำมาเทียบกับข้อมูลที่ได้จากการทดลอง และจะต้องทำการปรับพารามิเตอร์ในการวิเคราะห์หลายตัวจนกว่าจะได้ข้อมูลที่น่าเชื่อถือได้จึงจะถูกนำไปวิเคราะห์ต่อ ซึ่งค่า R-factor และ χ^2 จะถูกใช้ในการพิจารณาคุณภาพของข้อมูลที่ผ่านการทำให้ Rietveld Refinement โดยทั่วไปแล้วไม่มีค่ากำหนดที่ชัดเจนในการประเมินคุณภาพ ดังนั้นจากการศึกษาวิจัยอื่น ๆ ที่ใช้การวิเคราะห์นี้แล้ว สำหรับงานวิจัยจึงกำหนดค่า R-factor และ χ^2 ให้น้อยกว่า 8 และ 3 ตามลำดับ จากนั้นได้นำรูปแบบรูปแบบเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านการวิเคราะห์ด้วยวิธี Rietveld Refinement แล้วไปหาค่า FWHM ของแต่ละพีคด้วยฟังก์ชัน Pseudo Voigt เพื่อนำไปหาค่าไมโครสเตรน (microstrain) ที่สะสมภายในตัวอย่างโดยใช้โมเดลของ Halder-Wagner โดยใช้ค่า R^2 ในการพิจารณาความน่าเชื่อถือของข้อมูลที่ได้ ข้อมูลเชิงปริมาณที่ได้จากการวิเคราะห์ผลรูปแบบเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของทุกตัวอย่างแสดงใน **ตารางที่ 4.1** จากการคำนวณหาค่าไมโครสเตรน พบว่าที่ตัวอย่างเริ่มต้นน้อยมากอย่างไม่มีนัยสำคัญ เมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการแปรรูปถาวร และในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปที่เวลา 5 นาที พบว่ามีค่าไมโครสเตรน 0.096% และเพิ่มขึ้นจนถึง 0.175% ในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปที่เวลา 20 นาที หลังจากนั้นที่ตัวอย่าง 20 นาที $\times 2$ ค่าไมโครสเตรนลดลงอยู่ที่ 0.158% และจึงเพิ่มขึ้นอีกครั้งเมื่อปริมาณการแปรรูปถาวรสูงขึ้น โดยมีค่าไมโครสเตรนที่ 0.226%

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ใน **รูปที่ 4.1(ก)** แสดงให้เห็นชิ้นงานเริ่มต้นมีโครงสร้างออสเทนไนต์หรือโครงสร้างผลึกแบบ γ -FCC ส่วนในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปถาวรทั้งหมดมีโครงสร้างมาร์เทนไซต์เกิดขึ้นทั้ง ϵ -HCP และ α' -BCT/BCC ดังนั้นลำดับการเปลี่ยนแปลงแบบ มาร์เทนซิติกอาจเกิดขึ้นได้ทั้งแบบ γ -austenite $\rightarrow \epsilon$ -martensite $\rightarrow \alpha'$ -martensite และ γ -austenite $\rightarrow \alpha'$ -martensite อย่างไรก็ตาม พีคที่ถูกระบุเป็นโครงสร้าง ϵ -martensite มีความสูงค่อนข้างต่ำและไม่มีแนวโน้มที่ชัดเจน จึงคาดว่า การเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติกส่วนใหญ่แล้วจะเกิดผ่านลำดับ γ -austenite $\rightarrow \alpha'$ -martensite และใน **รูปที่ 4.1(ข)** แสดงตำแหน่งพีคหลักของโครงสร้าง (111) γ -austenite และ (110) α' -martensite การเปลี่ยนแปลงปริมาณของโครงสร้าง

ผลึกขึ้นอยู่กับปริมาณของการเสียรูป แต่ ณ ตัวอย่างที่ 20 นาที พบว่าโครงสร้างอสเทนไนต์และมาร์เทนไซต์มีปริมาณเกือบจะเท่า ๆ กันประมาณ 50% จากตรงนี้จะเห็นได้ว่าแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงปริมาณโครงสร้างผลึกสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงของค่าไมโครสเตรน ที่เกิดขึ้นระหว่างตัวอย่างที่ใช้เวลาในการแปรรูปถาวร 20 นาที และ 20 นาที \times 2 อาจเป็นไปได้ว่าโครงสร้างผลึกเกิดการสะสมของความเค้นและความเครียดจนถึงจุดอิ่มตัวจากการได้รับแรงกระทำทางกลอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 20 นาที เมื่อตัวอย่างถูกนำไปรับแรงกระทำซ้ำอีกครั้งจึงนำไปสู่ปรากฏการณ์การคลายตัว (relaxation phenomenon) และการเปลี่ยนกลับของโครงสร้างมาร์เทนไซต์เป็นอสเทนไนต์ได้

ตารางที่ 4.1 ข้อมูลเชิงปริมาณที่ได้จากการวิเคราะห์ผลรูปแบบเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

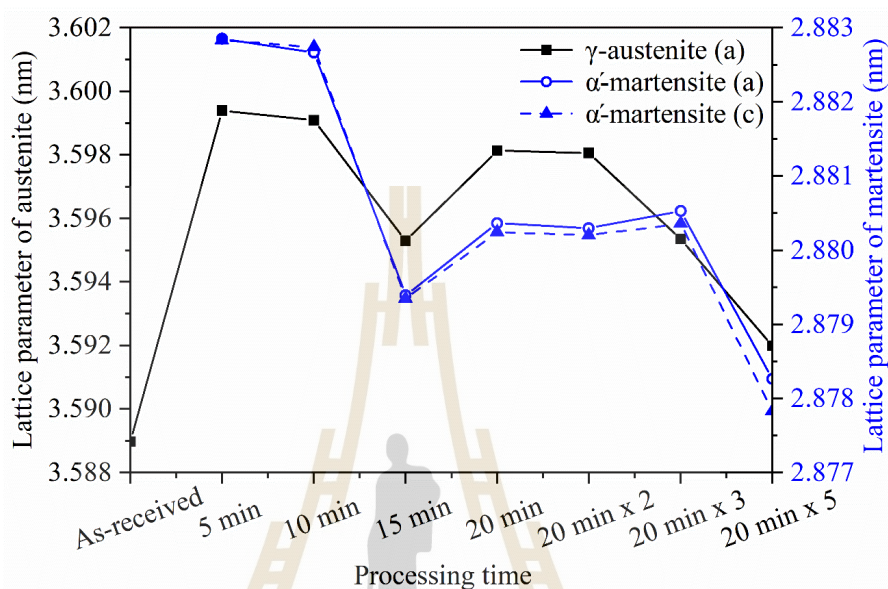
เวลาที่ใช้ในการแปรรูปถาวรที่ผิวตัวอย่าง	คุณภาพของข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี Rietveld Refinement		การคำนวณด้วยโมเดล Halder-Wagner	
	Chi ² (χ^2)	R-factor	Microstrain, ϵ (%)	
			R ²	
ตัวอย่างเริ่มต้น	3.2	7	0.007	0.9035
5 นาที	2.8	6.6	0.096	0.9946
10 นาที	3	6.3	0.108	0.9330
15 นาที	2.3	6.5	0.170	0.9916
20 นาที	3	6.8	0.175	0.9920
20 นาที \times 2	3.1	6.4	0.158	0.9432
20 นาที \times 3	3	6.6	0.185	0.9377
20 นาที \times 5	2.8	5.9	0.226	0.8372



รูปที่ 4.1 (ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และ (ข) แสดงตำแหน่งพิกัดหลักของโครงสร้าง (111) γ -austenite และ (110) α' -martensite

นอกจากนั้น รูปที่ 4.1(ข) ยังแสดงให้เห็นของการเลื่อนตำแหน่งพิกัด ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงขนาดความยาวหน่วยเซลล์ ปริมาณความเครียดหรือขนาดของผลึก เนื่องจากความแตกต่างในรัศมีอะตอมของธาตุดังกล่าวประกอบหลักและมีแปรผันขององค์ประกอบทางเคมี และยังเกี่ยวข้องกับการการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก [58] อย่างไรก็ตาม การย้อนกลับของโครงสร้างมาร์เทนไซด์ไปเป็นออสเทนไนต์ไม่ได้ขึ้นอยู่กับเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบทางเคมีเท่านั้น แต่ยังรวมถึงกระบวนการผ่อนคลายที่เกิดจากความเครียดที่สะสมอยู่ภายในโครงสร้างและอุณหภูมิที่สูงขึ้นในบริเวณเฉพาะระหว่างกระบวนการแปรรูป ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงความยาวหน่วยเซลล์ที่ปริมาณการเสียรูปที่แตกต่างกันในรูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่าในระหว่างกระบวนการแปรรูปของปริมาณคาร์บอนต่ำในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยและโครงสร้างผลึกเกิดจากการหดตัวและขยายอย่างไม่มีแนวโน้มใด ๆ เนื่องจากปริมาณคาร์บอนก็มีบทบาทสำคัญ

เช่นเดียวกันกับการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกและพฤติกรรมการเสียรูป หากจำนวนอะตอมของคาร์บอนมีปริมาณน้อยจะทำให้เกิดความบิดเบี้ยวของโครงผลึกเพียงเล็กน้อยในระนาบแฝดหรือในโครงสร้างมาร์เทนไซต์ [59]



รูปที่ 4.2 ค่าความยาวหน่วยเซลล์ที่ได้จากการคำนวณรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

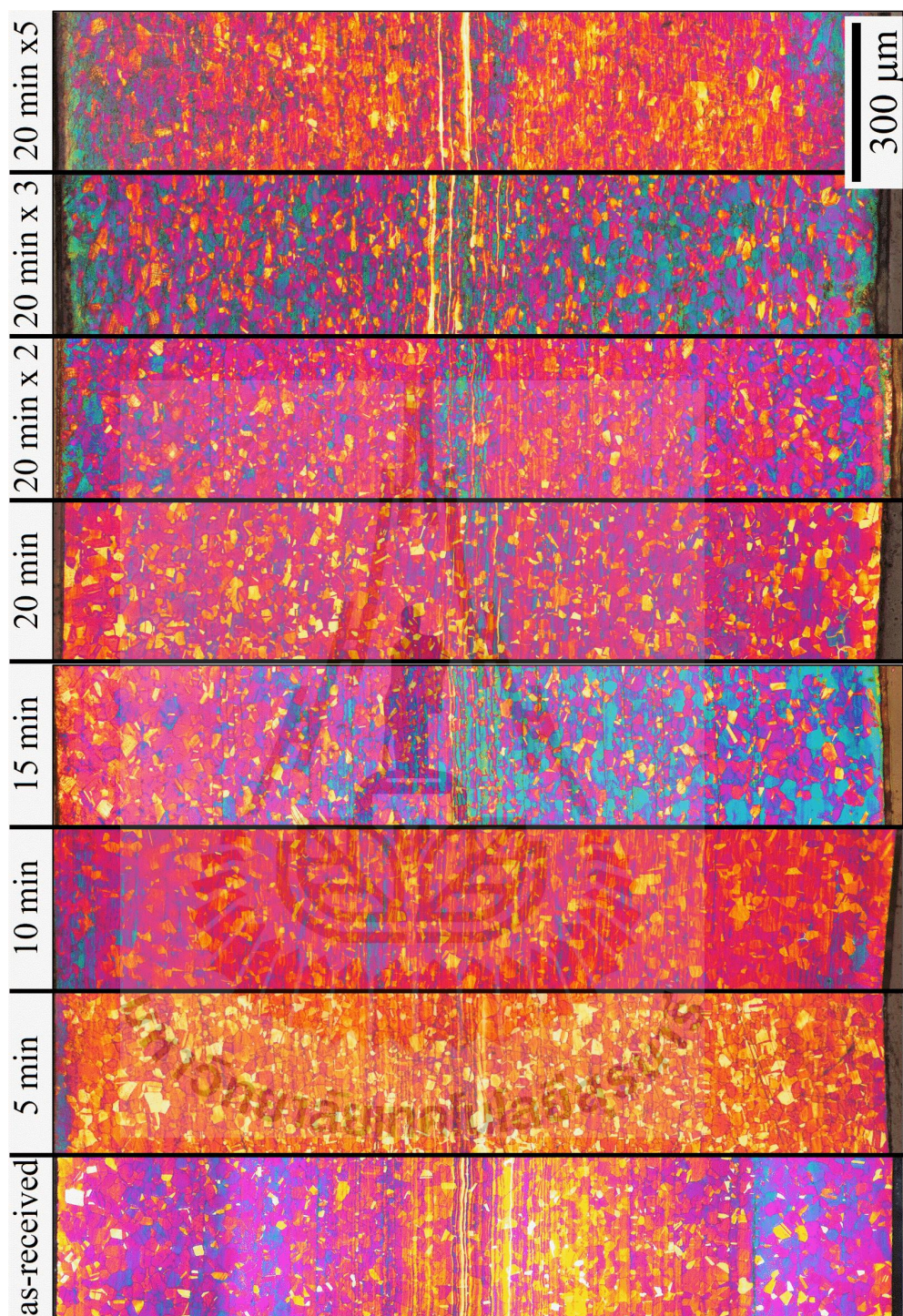
4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงสะท้อน

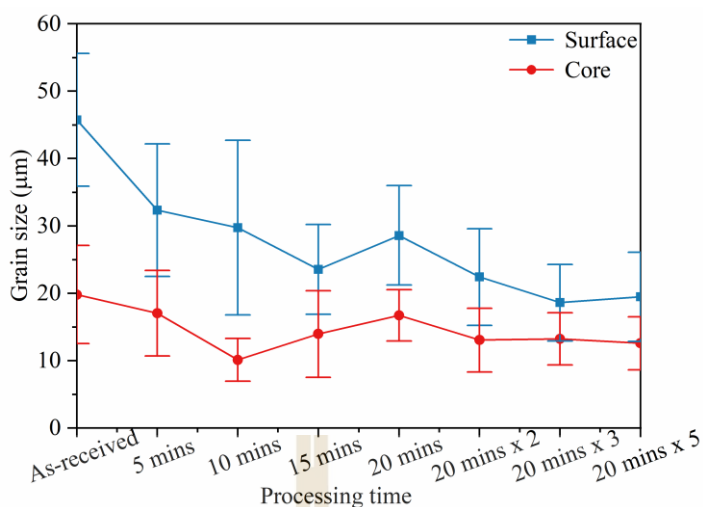
การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ทั้งก่อนและหลังแปรรูปถาวรด้วยวิธีการกัดขึ้นรอยแต่มสึ จะทำให้สามารถระบุลักษณะหรือประเภทของโครงสร้างจุลภาคได้ดียิ่งขึ้นเนื่องจากการเกิดสีจะขึ้นกับประเภท ทิศทางการจัดเรียงตัวหรือส่วนผสมทางเคมีของโครงสร้างผลึก ในรูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นภาพโครงสร้างจุลภาคแนวตัดขวางตามความหนาทั้งหมดของชิ้นงาน ที่ตรงกลางของทุกชิ้นงานมีลักษณะของพื้นผิวที่ยื่นและนูนอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งเป็นผลจากกระบวนการกัดก่อนที่จะถูกนำมาใช้ศึกษาในงานวิจัยนี้ โดยเป็นลักษณะเฉพาะของการเปลี่ยนแปลงส่วนประกอบทางเคมีหรือเรียกว่า chemical banding ที่ขยายไปในทิศทางตั้งฉากกับลูกรีด ดังนั้นจึงทำให้มีความไม่สม่ำเสมอของส่วนประกอบทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมนี้ [60]

โครงสร้างเริ่มต้นก่อนการแปรรูปถาวรประกอบด้วยเกรนหยาบและระนาบแฝดที่เกิดจากกระบวนการทางความร้อน ส่วนโครงสร้างจุลภาคที่ผ่านการแปรรูปถาวร แสดงร่องรอยของเส้นหรือแถบที่เกิดจากการเสียรูปถาวร นอกจากนี้ขนาดเกรนเฉลี่ยที่พื้นผิวและตรงกลางบริเวณ chemical banding ของแต่ละตัวอย่างดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.4 จะเห็นได้ว่าขนาดเกรนเฉลี่ยใน chemical banding มีขนาดเล็กกว่าที่พื้นผิว โดยเป็นผลจากส่วนผสมทางเคมีที่แตกต่างกันและอาจเป็นไปได้ว่า มีการสะสมของความเค้นต่างกันด้วย ในระหว่างกระบวนการรีดจึงเกิดปรากฏการณ์การโตหรือ การตกผลึกของเกรนที่แตกต่างกันของทั้งสองบริเวณ และในการแปรรูปถาวรของชิ้นงานในงานวิจัยนี้ยังแสดงให้เห็นว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่ผิวและตรงกลางของชิ้นงานลดลง เมื่อผ่านกระบวนการเสียรูปถาวรในปริมาณที่สูงขึ้น ดังนั้นกระบวนการทางกลนี้มีความเป็นไปได้ที่จะสามารถลดขนาดเกรน



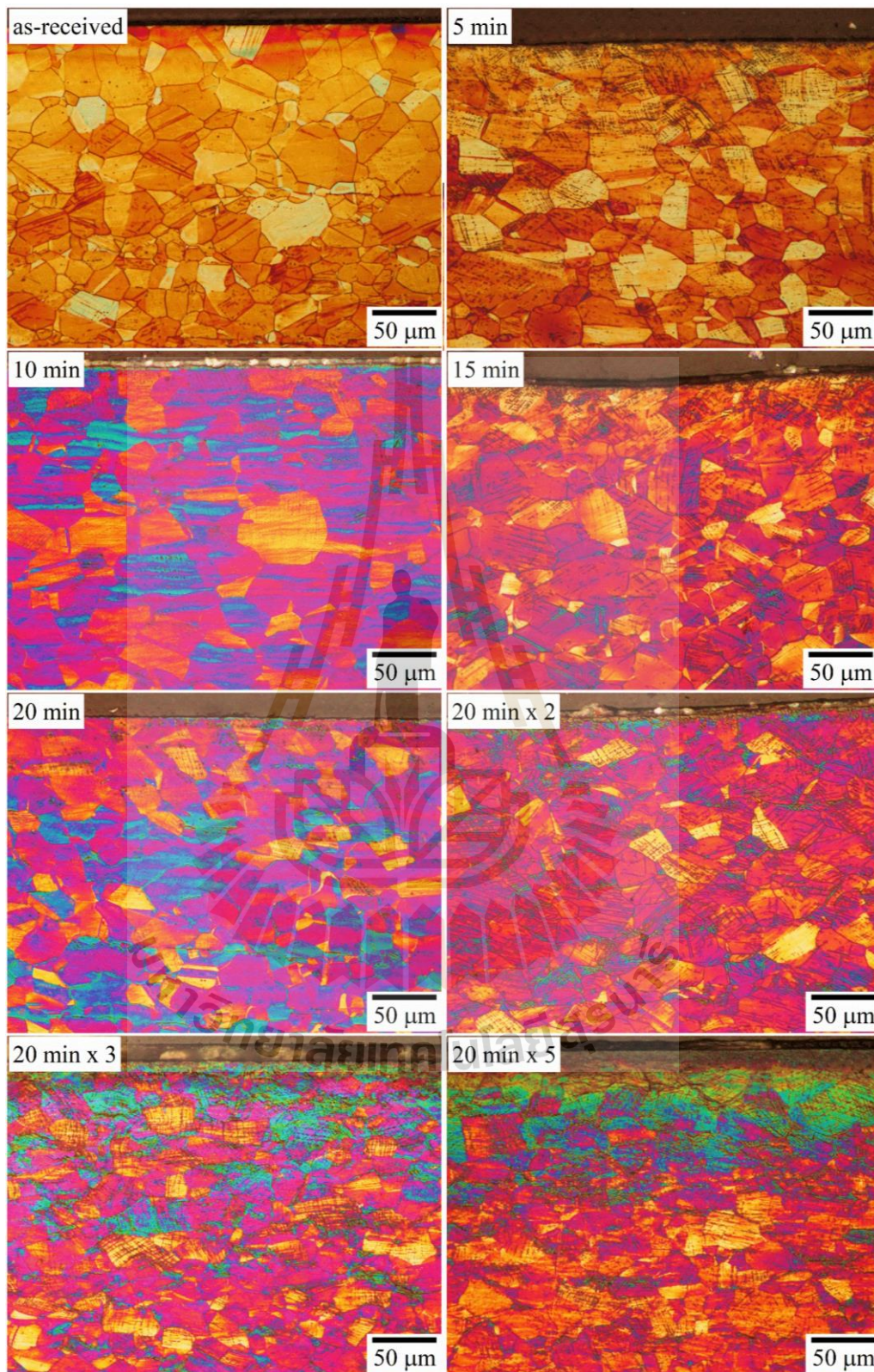


รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคแนวตัดขวางตามความหนาจากกล้องจุลทรรศน์แสงสะท้อน
ที่กำลังขยาย 200 เท่า โดยใช้กีดขึ้นรอยแต้ม



รูปที่ 4.4 ขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงสะท้อน

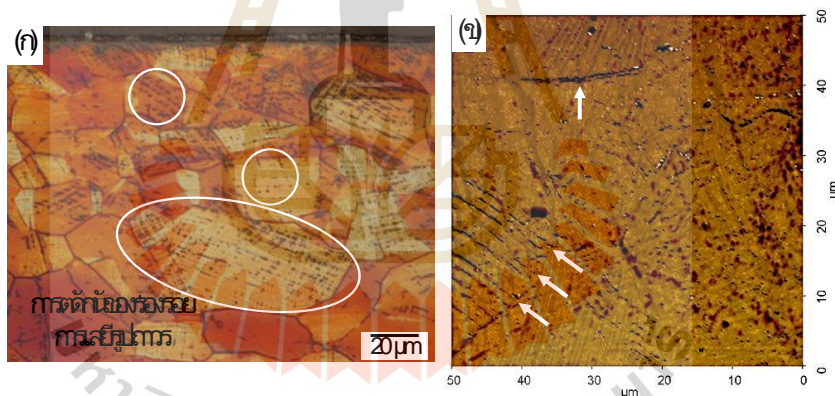
โครงสร้างจุลภาคตามแนวตัดขวางที่กำลังขยาย 500 เท่า ในรูปที่ 4.5 เป็นบริเวณผิวของตัวอย่างที่ทำการแปรรูปถาวร แสดงโครงสร้างสัณฐานของพื้นผิวตั้งแต่เริ่มต้นและเปลี่ยนแปลงไปตามระดับของการเปลี่ยนรูปถาวรที่กระทำต่อตัวอย่างเป็นเวลาตั้งแต่ 5 นาที ถึง 20 นาที 5 รอบตามลำดับ จะเห็นว่าปริมาณของโครงสร้างการเสียรูปถาวรเพิ่มปริมาณมากขึ้นและเกิดการบิดเบี้ยวมากขึ้นด้วย โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน 5 นาทีหรือได้รับปริมาณความเครียดต่ำสุดมีลักษณะของเส้นที่เกิดจากการเสียรูปถาวรและการตัดกัน ซึ่งเส้นที่ปรากฏให้เห็นนี้อาจเป็นโครงสร้างของ ϵ -martensite, ระบายแฝดเชิงกล, เส้นสลิป หรือการรวมกลุ่มของโครงสร้างการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม (stacking fault bundle) [19, 44, 45] โครงสร้างการเสียรูปถาวรเหล่านี้สามารถเป็นจุดกำเนิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติกได้ นอกจากนี้การกัดขึ้นรอยด้วยวิธีนี้ทำให้เห็นว่าเส้นที่เกิดจากการเสียรูปถาวรนี้มีสีน้ำเงินนั่นหมายความว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างขึ้นจริงที่โครงสร้างการเสียรูปถาวร อย่างไรก็ตามการแปลงแบบมาร์เทนซิติกสามารถเกิดขึ้นได้ที่ตำแหน่งใด ๆ ก็ได้ เช่น บนเนื้อพื้นของโครงสร้างออสเทนไนต์, ขอบเขตของเกรน, บริเวณสะสมความเครียดและการขอบของระนาบแฝดแฝด [39, 41] เป็นต้น ในชิ้นงาน 10 นาที มีพื้นที่สีน้ำเงินเป็นแถบแบนและยาวบน ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่าการเปลี่ยนแปลงของมาร์เทนซิติกมีโอกาสเกิดได้มากขึ้นในพื้นที่ที่มีความเค้นตกค้างจากกระบวนการรีด จึงทำให้เป็นบริเวณที่อ่อนไหวต่อการเปลี่ยนแปลงเชิงโครงสร้างมากกว่าบริเวณอื่น ๆ ซึ่งสัณฐานวิทยาของพื้นผิวด้านบนสุดของที่ผ่านการแปรรูปตัวอย่าง 20 นาที 2 และ 3 รอบ แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างที่มีความเครียดสูงสุด มีการบิดเบี้ยวอย่างรุนแรงและเต็มไปด้วยโครงสร้างมาร์เทนไซด์ที่เป็นสีน้ำเงิน ดังนั้นจึงเป็นเรื่องยากที่จะระบุและจำแนกลักษณะการเสียรูปเหล่านี้



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์แสงสะท้อนที่กำลังขยาย 500 เท่า

4.2.2 การวิเคราะห์ตำแหน่งของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง โดยใช้วิธีกัดขึ้นรอบแต้มสี สามารถใช้เพื่อระบุร่องรอยการเสีรูปถาวรและการเกิดมาร์เทนไซต์ที่เปลี่ยนแปลงไปตามปริมาณการแปรรูป ดังนั้นจึงใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมโหมดแม่เหล็กมาศึกษาบริเวณที่เกิดการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ โดยภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงในรูปที่ 4.6(ก) แสดงร่องรอยการเสีรูปที่เป็นจุดกำเนิดของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ในวงกลมสีขาว และรูปที่ 4.6(ข) แสดงภาพซ้อนทับสัญญาณของโดเมนแม่เหล็กกับสัญญาณของลักษณะพื้นผิว ปฏิกริยาทางแม่เหล็กระหว่างหัวเข็มและตัวอย่างที่เกิดการดึงดูดกันจะเป็นสีดำหรือบริเวณที่มีดของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ ในทางกลับกันถ้าหากเกิดการผลักกันจะเป็นบริเวณที่สว่างกว่าของออสเทนไนต์ ซึ่งพบว่าตามร่องรอยของโครงสร้างเสีรูปถาวรที่มีเห็นเป็นเส้นในภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์แสงเป็นสีดำในภาพสัญญาณจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (ระบุโดยลูกศรสีขาวในรูปที่ 4.6(ข)) ดังนั้นจึงสามารถอธิบายได้ว่าโครงสร้างมาร์เทนไซต์เริ่มเกิดที่โครงสร้างเสีรูปถาวรจริง การศึกษาบริเวณการเกิดของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่จึงเป็นไปได้โดยใช้เทคนิคเหล่านี้

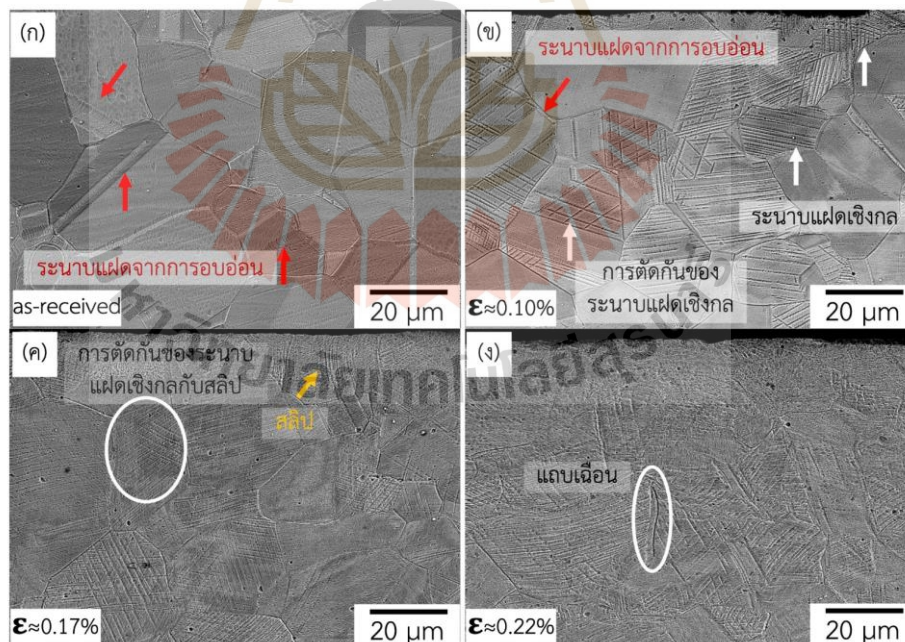


รูปที่ 4.6 (ก) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงและ (ข) ภาพ MFM ที่แสดงจุดเกิดของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ที่ร่องรอยโครงสร้างการเสีรูปถาวร (ระบุด้วยลูกศรสีขาว)

4.2.3 การวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เพื่อให้เข้าใจถึงความสัมพันธ์ระหว่างผลของกระบวนการแปรรูปถาวรและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาค จึงมีการวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยนำภาพสัญญาณอิเล็กตรอนหุติยภูมิและอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ ที่บริเวณเดียวกันมาซ้อนทับกัน จากการพิจารณาภาพโครงสร้างจุลภาคแล้ว สามารถแบ่งพฤติกรรมการเสีรูปถาวรที่สอดคล้องกับค่าไมโครสเตรน ได้หลัก ๆ 3 ระดับตามลักษณะโครงสร้างเสีรูปถาวรที่ไม่โครสเตรน

0.10%, 0.17% และ 0.22% ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ความแตกต่างของภาพแสดงถึงลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมีในแต่ละบริเวณตามแนวตัดขวางของตัวอย่าง รูปที่ 4.7(ก) โครงสร้างของชิ้นงานเริ่มต้นประกอบไปด้วยออสเทนไนต์ที่มีเกรนขนาดใหญ่และระนาบแฝดจากการอบอ่อน (annealing twin) ตามที่ระบุด้วยลูกศรสีแดง และที่โครงสร้างของชิ้นงานที่มีการเสียรูปปริมาณต่ำ ที่ค่าโมโครสเตรน 0.10% ในรูปที่ 4.7(ข) โดยมีลูกศรสีขาวแสดงลักษณะโครงสร้างเสียรูปถาวรที่เป็นระนาบแฝดเชิงกลและจุดตัดของระนาบแฝด (twin-twin intersection) ที่ระดับการเสียรูปที่เพิ่มขึ้น ที่โมโครสเตรน 0.17% เริ่มมีการก่อตัวของโครงสร้างสลิป (ลูกศรสีเหลือง) พร้อมกับระนาบแฝดเชิงกล ดังแสดงในรูปที่ 4.7(ค) สามารถสังเกตความแตกต่างของโครงสร้างสลิปกับระนาบแฝดเชิงกล ได้จากความบิดเบี้ยวและโค้งงอของเส้นหรือร่องที่เกิดขึ้นที่ปริมาณการเสียรูปสูงสุดที่ไม่โครสเตรน 0.22% แสดงในรูปที่ 4.7(ง) พบโครงสร้างแถบเฉือนพาดผ่านเกรนโดยไม่มีทิศทางหรือแพทเทิร์นใด ๆ ยิ่งค่าโมโครสเตรน เพิ่มขึ้น พื้นผิวด้านบนสุดยังมีโครงสร้างที่บิดเบี้ยวมากขึ้นไปด้วยหรืออาจกล่าวได้ว่าความซับซ้อนของโครงสร้างเหล่านี้เพิ่มขึ้นเมื่อระดับการเสียรูปเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ความแตกต่างของสีภาพตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปเผยให้เห็นว่าการกระจายตัวของส่วนผสมทางเคมีทั่วทั้งตัวอย่างไม่สม่ำเสมอเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างเริ่มต้น

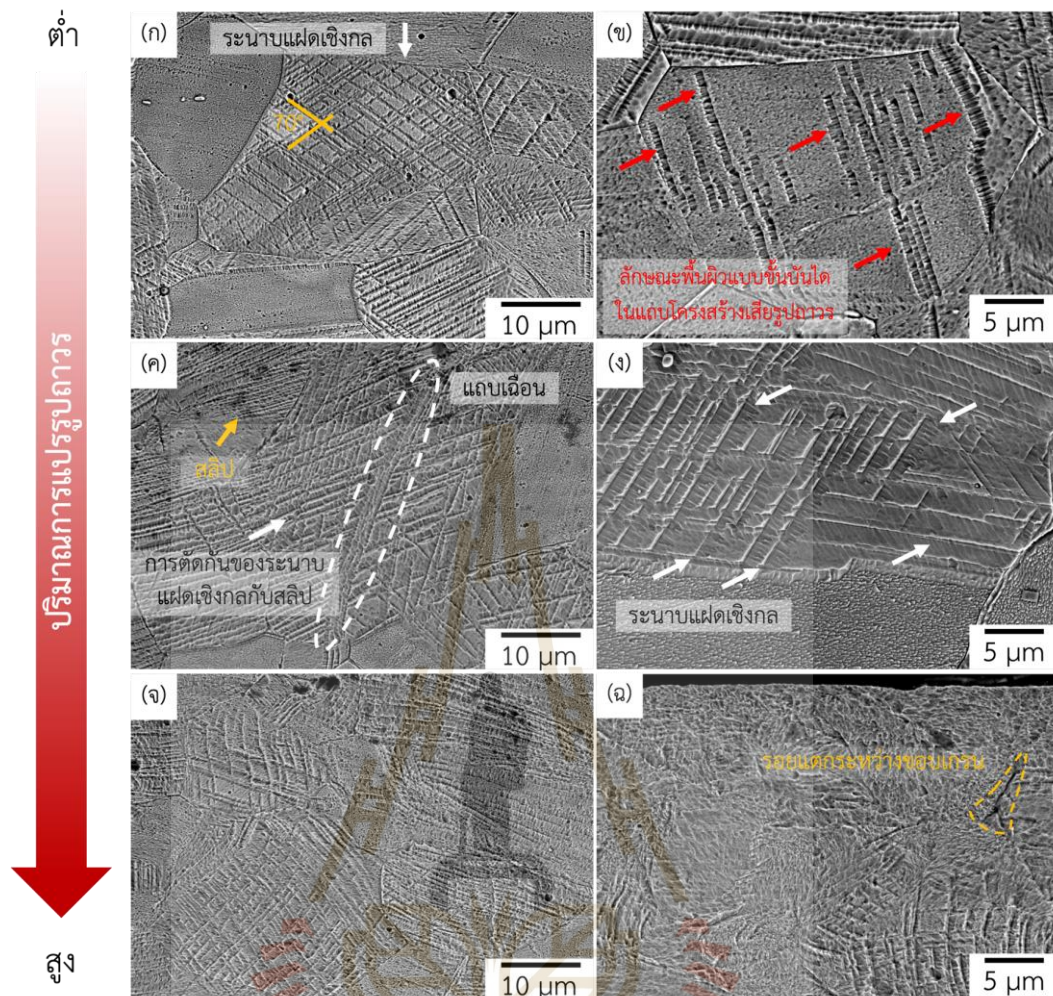


รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1000 เท่า (ก) ชิ้นงานเริ่มต้นและชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปถาวรที่ค่าโมโครสเตรน (ข) 0.10% (ค) 0.17% และ (ง) 0.22%

รูปที่ 4.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคที่ระดับการแปรรูปจากต่ำไปสูง โดยได้นำภาพของโครงสร้างการเสีรูปถาวรมาอธิบายการเปลี่ยนแปลงหรือพฤติกรรมการเสีรูปที่เกิดขึ้นในแต่ละระดับ ที่ปริมาณความเครียดต่ำสุด หรือ ที่ประมาณ 0.10 % ไมโครสเตรน พบว่าเกิดโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลและมีตัดกันทำมุมประมาณ 70° แสดงในรูปที่ 4.8(ก) ซึ่งเป็นค่ามุมที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chen et al [61] ที่ศึกษาเกี่ยวกับการแปรรูปถาวรด้วยวิธี SMAT ในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนิติก และในรูปที่ 4.8(ข) เป็นอีกหนึ่งโครงสร้างที่น่าสนใจภายใต้สภาวะการเสีรูปนี้ จะสังเกตเห็นได้ว่าเกิดโครงสร้างที่เป็นแถบร่องและมีลักษณะเป็นชั้นขนาดเล็กในแถบร่องนั้น โครงสร้างนี้อาจเกิดจากการรวมกลุ่ม ของระนาบแฝดเชิงกล, สลิป หรือการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม เป็นต้น ซึ่งสิ่งเหล่านี้สามารถบ่งบอกถึงกลไกการเสีรูปผ่านระนาบแฝดเชิงกลเป็นหลักที่ปริมาณการเสีรูปต่ำ

ที่ระดับการแปรรูปสูงขึ้น พบว่าโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลเริ่มบิดเบี้ยวและสังเกตเห็นร่องรอยของโครงสร้างสลิปเกิดรวมกับโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลดังแสดงในรูปที่ 4.8(ค) และเกิดแถบเฉือนขึ้นภายในเกรน โดยเป็นโครงสร้างที่ไม่ขึ้นกับความสัมพันธ์เชิงผลึกศาสตร์ เป็นโครงสร้างที่ไม่เสถียรเกิดจากการรวมกลุ่มของโครงสร้างเสีรูปถาวร [62] ซึ่งการเกิดโครงสร้างแถบเฉือนเป็นหนึ่งในลำดับของกลไกการลดขนาดเกรนขณะได้รับแรงกระทำทางกล การเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนที่เล็กลงจะเกิดขึ้นในแถบเฉือน เนื่องจากเป็นบริเวณที่มีการสะสมความเค้นสูงสุดจึงทำให้เกิดการตกผลึกของเกรนใหม่ (dynamics recrystallization) โดยทั่วไปมักเกิดในวัสดุที่มีค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมต่ำขณะได้รับแรงกระทำทางกล [6] และในรูปที่ 4.8(ง) แสดงการขยายตัวหรือขอบของโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลมีระยะห่างและความลึกของร่องเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากที่ปริมาณการแปรรูปที่สูงขึ้นทำให้โครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลเกิดการหมุนจากเนื้อพื้น

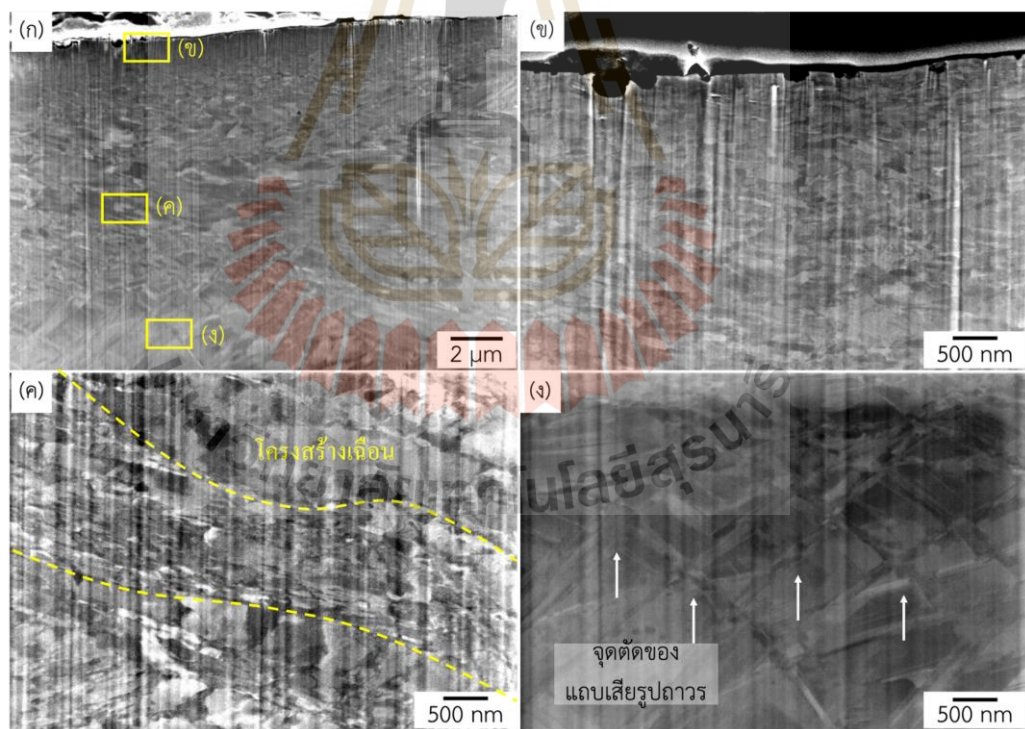
โครงสร้างเสีรูปถาวรระดับการแปรรูปที่สูงสุดแสดงในรูปที่ 4.8(จ)–(ฉ) พบว่าโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลในรูปที่ 4.8(จ) มีลักษณะคล้ายกับโครงสร้างที่ระดับการแปรรูปต่ำ แต่มีความบิดเบี้ยวมากขึ้นผสมกับโครงสร้างสลิปเป็นจำนวนมาก ซึ่งจากนั้นจะรวมกลุ่มของทั้งสองโครงสร้างนี้อย่างแน่นหนาทำให้เกิดร่องรอยของพื้นผิวที่ดูเหมือนจะหูนขึ้นมา และพื้นผิวด้านบนสุดที่รับแรงกระทำทางกลสูงสุดมีโครงสร้างที่บิดเบี้ยวอย่างรุนแรง ดังแสดงรูปที่ 4.8(ฉ) โดยเกิดการรวมกันโครงสร้างสลิปเป็นจำนวนมาก เป็นไปได้ว่าเมื่อที่ระดับการแปรรูปถาวรสูงขึ้นเกิดการเปลี่ยนแปลงกลไกการเสีรูปจากที่กลไกระนาบแฝดเชิงกลเป็นหลัก กลไกสลิปเริ่มมีบทบาทสำคัญมากขึ้นและเกิดการแข่งขันระหว่างสองกลไกนี้



รูปที่ 4.8 โครงสร้างการเสียรูปถาวรที่ปริมาณการแปรรูปต่ำ กลาง และ สูง โดยค่ามี %ไมโครสเตรน (ก)–(ข) 0.10%, (ค)–(ง) 0.17% และ (จ)–(ฉ) 0.22% ตามลำดับ

การศึกษาความเป็นไปในการสร้างโครงสร้างเกรเดียนท์โดยใช้กระบวนการแปรรูปถาวรด้วยเครื่องบดด้วยแรงสั่น ได้ใช้เทคนิค FIB-SEM โดยใช้ Ga^+ ในการเตรียมผิวของชิ้นงานที่ผ่านแรงกระทำทางกลตามแนวตัดขวางตั้งแต่ที่ขอบผิวที่ถูกหุบจนถึงระดับความลึกที่ 10 ไมโครเมตร เพื่อให้เห็นถึงการไล่ระดับของโครงสร้างได้ จากการเก็บภาพสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิของโครงสร้างจุลภาคแล้วพบว่าการไล่ระดับของขนาดเกรนในช่วงนาโนเมตรที่ผิวและใหญ่ขึ้นเมื่อลึกลงไปได้ผิวชิ้นงานที่ถูกหุบ และมีโครงสร้างการเสียรูปถาวรที่แตกต่างกันในช่วงความลึกต่าง ๆ ดังที่แสดงโดยสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เหนี่ยวนำจาก Ga^+ รูปที่ 4.9 ที่สามารถให้ข้อมูลในเชิงผลึกศาสตร์ได้ รูปที่ 4.9(ข)–(ง) คือภาพที่บันทึกด้วยกำลังขยายที่สูงที่ความลึกต่าง ๆ ดังในรูปที่ 12(ก) โครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวด้านบนสุดแสดงในรูปที่ 4.9(ข) โดยเป็นบริเวณที่ความเค้นสะสมและปริมาณ

ความเครียดสูงสุด จะเห็นได้ว่ามีขนาดเกรนที่เล็กในช่วงนาโนเมตร เนื่องจากกระบวนการทุบที่ผิว ทำให้มีลักษณะเรียวยาวตามแนวตัดขวาง ถัดลงมาใต้พื้นผิวด้านบนสุดเกิดโครงสร้างเฉือน (shear structure) ที่มีประกอบไปด้วยผลึกขนาดเล็กและยาวรวมกลุ่มกัน แสดงในรูปที่ 4.9(ค) ซึ่งที่ปริมาณความเครียดนี้อาจเกี่ยวข้องกับกลไกการลดขนาดเกรนที่เกิดขึ้นใน shear band ตามที่อธิบายไปในรูปที่ 4.8(ค) และในรูปที่ 4.9(ง) ปรากฏโครงสร้างที่เป็นแถบตัดกัน ซึ่งอาจเป็นแถบของโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกล, สลิป, การเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมหรือเป็นการรวมกลุ่มกันของโครงสร้างเหล่านี้ นอกจากนี้ความแปรปรวนของสปีภายในแถบบ่งบอกถึงโครงสร้างผลึกที่มีหลายทิศทาง ดังนั้นอาจเป็นโครงสร้างการเสียรูปถาวรของออสเทนไนต์หรือมาร์เทนไซต์ก็ได้ ซึ่งการศึกษาโครงสร้างเกรนเดี่ยวด้วยเทคนิค FIB-SEM แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการสร้างโครงสร้างการเกรนเดี่ยวที่มีชั้นผิวเกรนเล็กระดับที่สามารถเพิ่มคุณสมบัติทางกลได้และเป็นประโยชน์ต่อการทำนายลำดับของกลไกการลดขนาดเกรนที่เกิดขึ้นระหว่างรับแรงกระทำทางกลได้ จากลำดับการเกิดโครงสร้าง ณ ปริมาณความเครียดต่าง ๆ



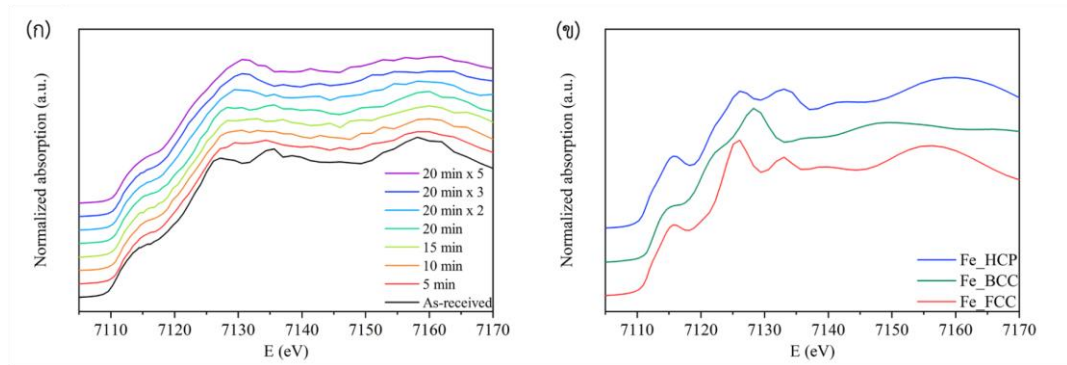
รูปที่ 4.9 ภาพสัญญาณทุติยภูมิที่เกิดจากการเหนี่ยวนำด้วย Ga^+ (ก) โครงสร้างเกรนเดี่ยวจากผิวที่ถูกทุบจนถึงความลึกที่ประมาณ 10 ไมโครเมตร (ข) ชั้นผิวบนสุด และ (ค)–(ง) ใต้ผิวลงมาที่ความลึกตามลำดับในรูป (ก)

4.3 การวิเคราะห์ผลสเปกโทรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์

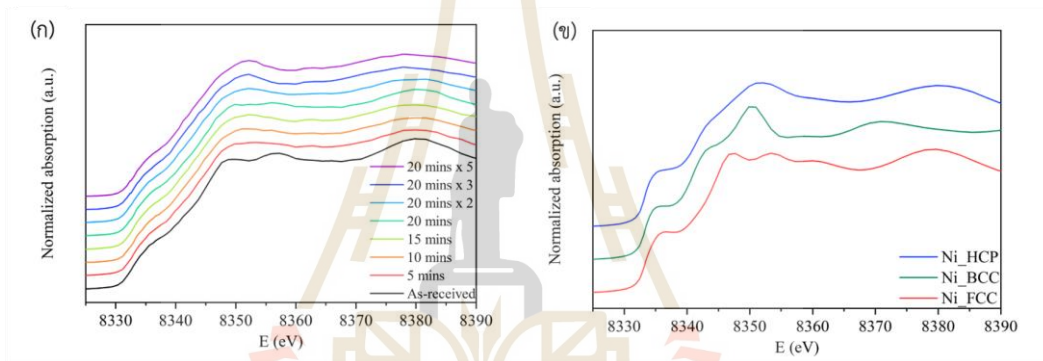
การศึกษาด้วยเทคนิควิเคราะห์สเปกโทรสโคปีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ ถูกใช้เพื่ออธิบายการวิวัฒนาการเชิงโครงสร้างผลึกของ γ -austenite, ε -martensite และ α' -martensite โดยให้ข้อมูลในทางสถิติที่เชื่อถือได้ เนื่องจากสัญญาณถูกบันทึกบนพื้นที่ขนาดใหญ่พอที่จะสามารถเป็นตัวแทนของทั้งตัวอย่างได้เมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิควิเคราะห์ทั่วไป ซึ่งการบันทึกข้อมูลการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์จะถูกวัดที่ค่าพลังงานขอบการดูดกลืน (E_0) ที่ชั้นพลังงาน K ของ เหล็ก (Fe), โครเมียม (Cr) และนิกเกิล (Ni) ที่เป็นธาตุองค์ประกอบหลักในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L

4.3.1 โครงสร้าง XANES

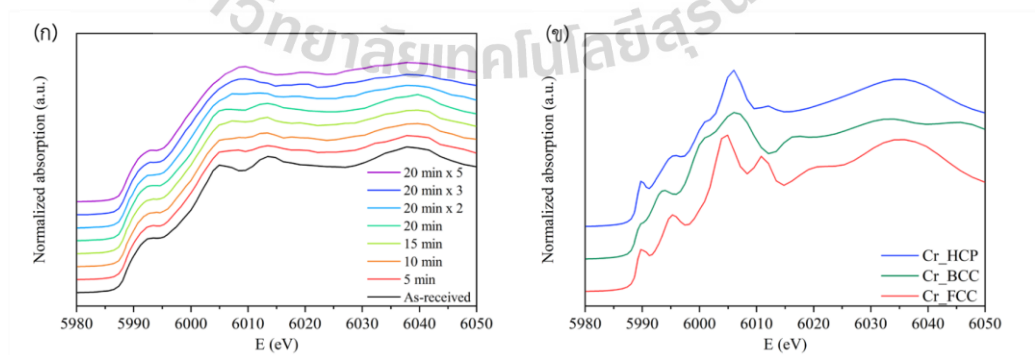
สเปกตรัม XAS ของโครงสร้าง XANES ที่ได้จากการทดลอง หลังจากทำการประมวลผล และกำจัดผลของปรากฏการณ์ self-absorption ของเหล็ก, โครเมียม และ นิกเกิล แสดงใน รูปที่ 4.10(ก), 4.11(ก) และ 4.12(ก) ตามลำดับ พบว่าที่ตำแหน่ง E_0 ในแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปถาวรมีการเปลี่ยนจากตำแหน่งที่สังเกตได้ในตัวอย่างที่เริ่มต้น ซึ่งการใช้วิธี LCF จะสามารถให้ข้อมูลการเปลี่ยนแปลงของสิ่งเหล่านี้ได้ ทำได้ด้วยการนำมาเปรียบเทียบกับโครงสร้างมาตรฐาน ที่จำลองของแต่ละธาตุองค์ประกอบ แสดงในรูปที่ 4.10(ข), 4.11(ข) และ 4.12(ข) นอกจากนั้นเพื่อให้เห็นการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างสเปกตรัม XANES ได้ชัดเจนมากยิ่งขึ้น โดยลักษณะ การเปลี่ยนแปลงสเปกตรัมสามารถบอกถึงการเปลี่ยนแปลงในองค์ประกอบทางเคมีหรือโครงสร้างผลึก ในรูปที่ 4.13 เป็นการแสดงข้อมูลในรูปแบบอนุพันธ์ลำดับที่หนึ่งของสเปกตรัม XANES จากรูปที่ 4.13(ก) การเปลี่ยนแปลงสเปกตรัม XANES ของ Fe K-edge ในช่วงพลังงาน 7118–7126 eV แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงที่ตำแหน่งพีคที่มีลักษณะเฉพาะที่เกี่ยวข้องกับการทั้งการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติค เช่น ที่พีคตำแหน่ง 7133 eV ยังสะท้อนถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง γ -austenite เป็น α' -martensite ในเกิดระหว่างกระบวนการแปรรูปถาวร ที่ เนื่องจากเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีธาตุองค์ประกอบหลักเหล็กนี้ ความเปลี่ยนแปลงในโครงสร้างผลึกของเหล็กมีความสำคัญอย่างมากสำหรับการอธิบายเมื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองอื่น ๆ อย่างไรก็ตาม สเปกตรัม XANES ของโครเมียมและนิกเกิล รูปที่ 4.13(ข)-(ค) ในช่วงพลังงานที่ถูกไฮไลต์แสดงการเปลี่ยนแปลงลักษณะในสเปกตรัมอย่างมีนัยสำคัญด้วยเช่นกัน ซึ่งแรงทางกลส่งผลต่อการจัดเรียงตัวของอะตอมและการเปลี่ยนแปลงประเภทโครงสร้างผลึกของแต่ละธาตุองค์ประกอบ ดังนั้นสเปกตรัม XANES ถูกนำมาเปรียบเทียบกับโครงสร้างมาตรฐานที่จำลองโดยใช้ซอฟต์แวร์ FEFF8.2 วิธี LCF ใช้เพื่ออธิบายความสัมพันธ์ของเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกกับปริมาณการแปรรูปถาวร



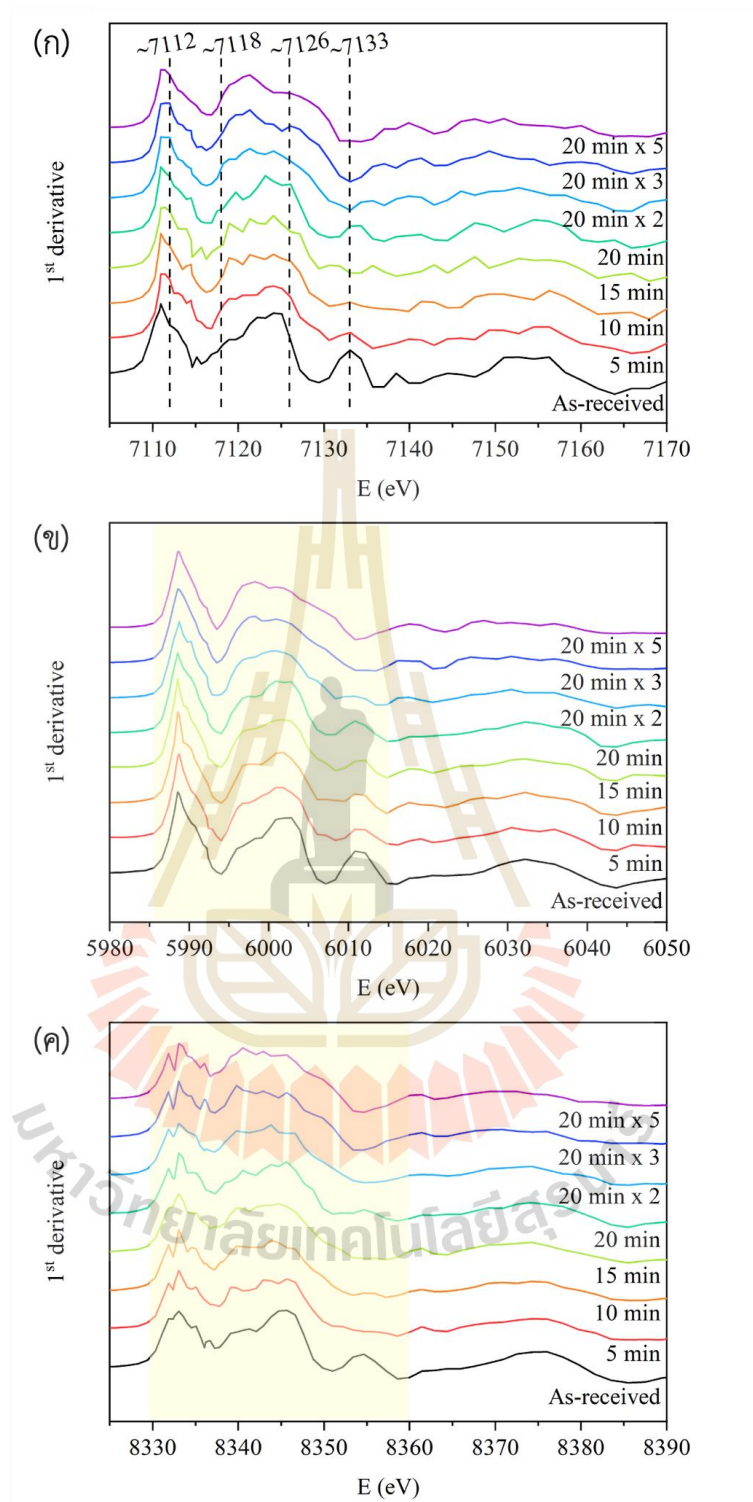
รูปที่ 4.10 โครงสร้าง XANES ของเหล็ก (ก) ที่ได้จากการทดลอง และ (ข) โครงสร้างมาตรฐานที่มาจาก การจำลอง



รูปที่ 4.11 โครงสร้าง XANES ของนิกเกิล (ก) ที่ได้จากการทดลอง และ (ข) โครงสร้างมาตรฐานที่มาจาก การจำลอง

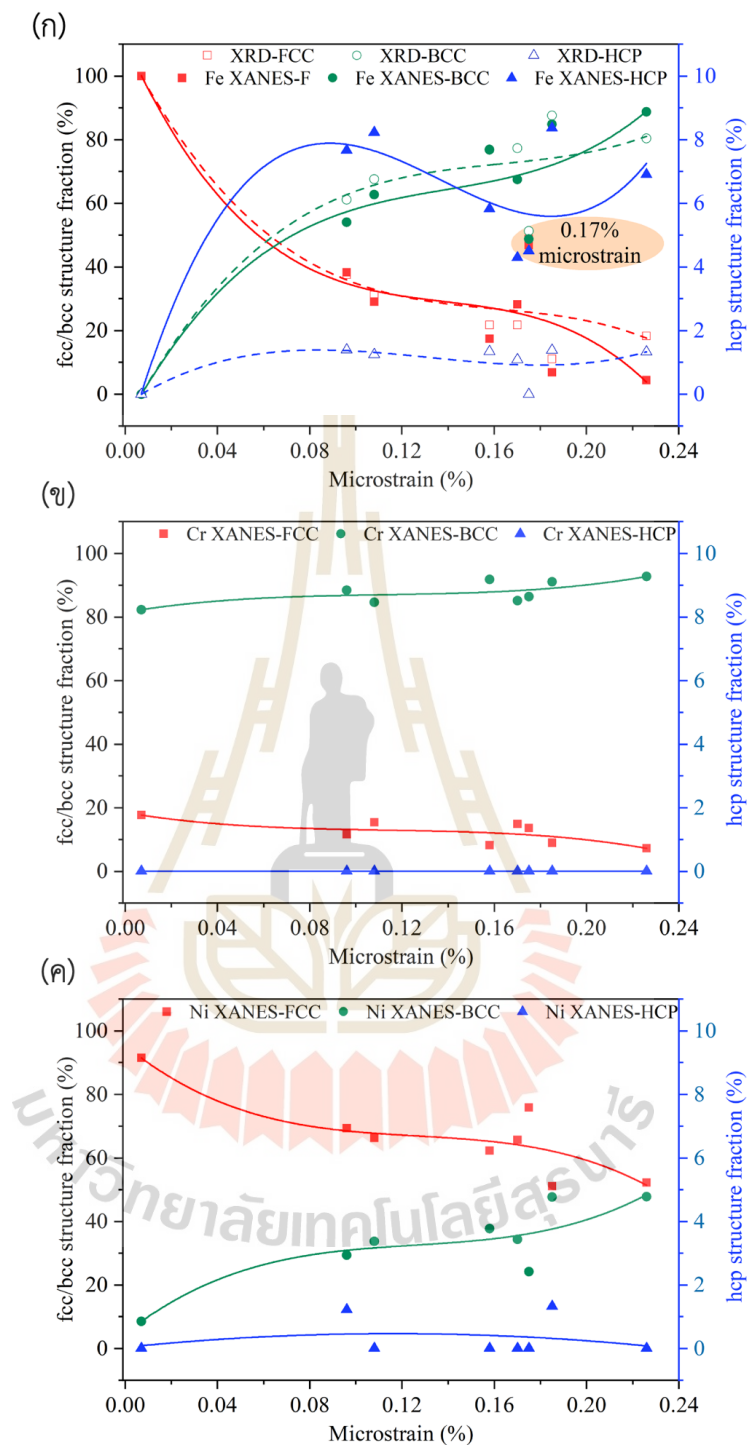


รูปที่ 4.12 โครงสร้าง XANES ของโครเมียม (ก) ที่ได้จากการทดลอง และ (ข) โครงสร้างมาตรฐาน ที่มาจาก การจำลอง



รูปที่ 4.13 อนุพันธ์ลำดับที่หนึ่งสเปกตรัม XANES ของ (ก) เหล็ก, (ข) โครเมียม และ (ค) นิกเกิล

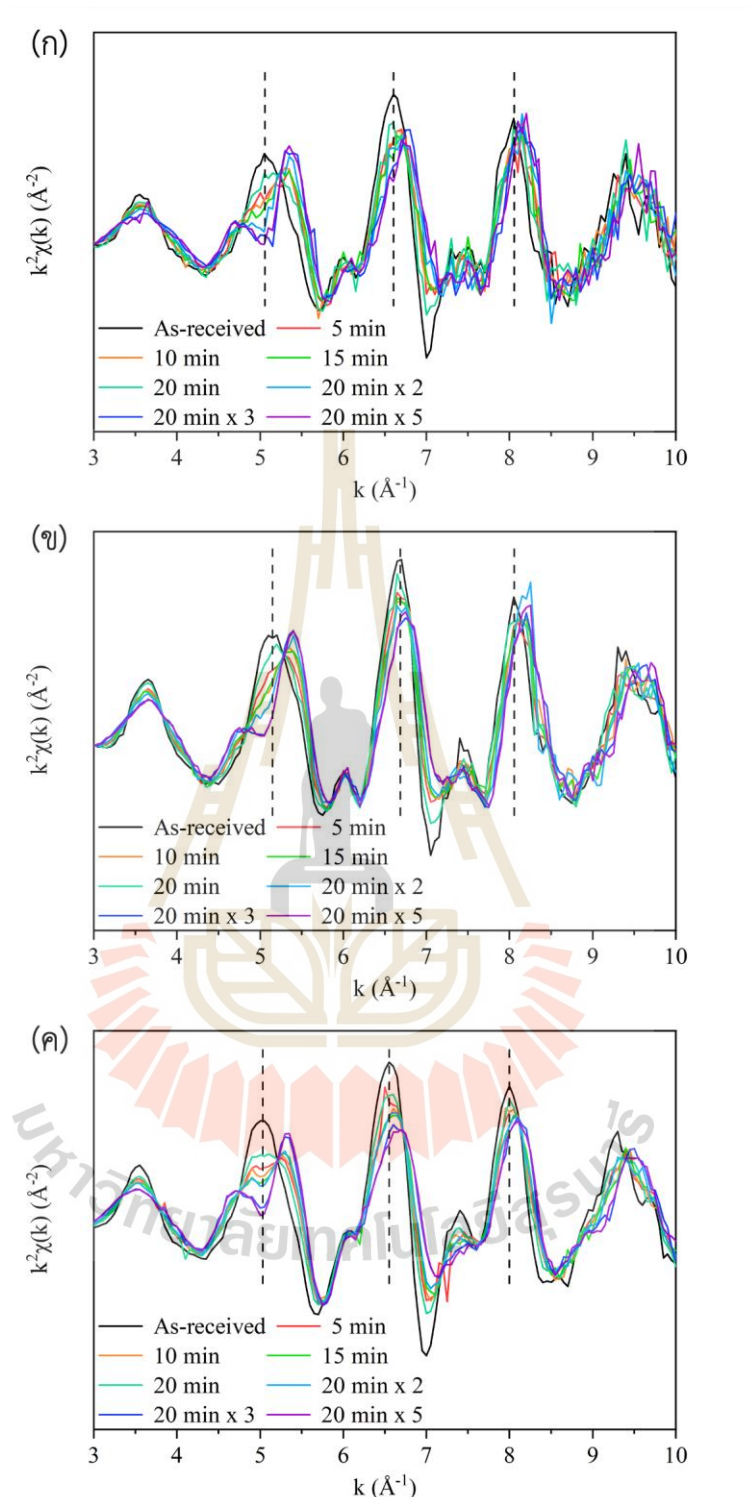
จากการวิเคราะห์ข้อมูลโครงสร้าง XANES ด้วยวิธีการ LCF ที่ให้ข้อมูลสัดส่วนของโครงสร้างผลึก FCC-austenite, BCC-martensite และ HCP-martensite ที่ปริมาณการแปรรูปหรือที่ค่าไมโครสเตรนต่าง ๆ ในรูปที่ 4.14(ก) แสดงการเปลี่ยนแปลงปริมาณของโครงสร้างผลึกของธาตุองค์ประกอบเหล็กแต่ละชนิด ซึ่งสอดคล้องกับผลวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าโครงสร้าง BCC เกิดขึ้นที่ประมาณ 60% ณ ระดับการเสียรูปต่ำสุดและเพิ่มขึ้นจนถึงเกือบ 80% ที่ไมโครสเตรน 0.17% หรือช่วงที่ถูกจัดเป็นจุดเปลี่ยนการเปลี่ยนแปลงทางกลไกการเสียรูปและการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติค โดยปริมาณของโครงสร้าง BCC ลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ตามที่ไฮไลต์ไว้ใน รูปที่ 4.14(ก) ที่ 0.17 %ไมโครสเตรน โครงสร้าง FCC และ BCC มีปริมาณเกือบเท่า ๆ กับ 50%จากนั้นปริมาณ BCC เพิ่มขึ้นจนอิมิตัวที่ประมาณ 90% ในทางตรงกันข้าม โครงสร้าง HCP มีบทบาทน้อยที่สุดต่อการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติค และจากการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบโครเมียมและ Ni แสดงในรูปที่ 4.14(ข)-(ค). พบว่าธาตุองค์ประกอบโครเมียมเป็นโครงสร้าง BCC เป็นหลักทั้งในตัวอย่างเริ่มต้นและตัวอย่างที่ถูกแปรรูปถาวร เป็นไปได้ว่าโครเมียมจะอยู่ในรูปของคลัสเตอร์ในเหล็กกล้าไร้สนิมนี้ ซึ่งความสามารถในการละลายของโครเมียมในเหล็ก จะถูกจำกัดไว้ที่ 10% แต่เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในการศึกษานี้มีปริมาณโครเมียมอยู่ที่ประมาณ 18% ดังนั้นจึงสามารถโครเมียมจำนวนสี่อะตอมสามารถเกิดโครงสร้างพันธะที่เสถียรมากในช่องว่างเดี่ยวและง่ายต่อการอยู่ในลักษณะคลัสเตอร์เนื่องจากก่อตัวด้วยพลังงานต่ำที่สุด [63] ส่วนการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของนิกเกิลมีแนวโน้มที่จะสอดคล้องกับเหล็ก สิ่งนี้แสดงให้เห็นว่าองค์ประกอบทางเคมีของเหล็กและนิกเกิลมีบทบาทสำคัญต่อการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคหรืออะตอมของธาตุองค์ประกอบทั้งสองนี้จึงเกิดการเคลื่อนที่และการแยกตัวจากกันภายใต้แรงกระทำทางกล จึงส่งผลต่อขนาดความยาวหน่วยเซลล์และค่าไมโครสเตรน นอกจากนี้ ชิ้นงานที่ถูกแปรรูปถาวรมีโครงสร้างผลึก BCC ในสัดส่วนปริมาณมากที่สุดหรือถือว่าเป็นโครงสร้างหลัก และการที่นิกเกิลมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกไปอยู่ในรูปของ BCC มากขึ้นตามปริมาณไมโครสเตรน ที่มากขึ้น จะส่งเสริมให้ค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมเพิ่มขึ้นตามสมการค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ในสมการ 15 สิ่งนี้เป็นไปได้ที่จะทำให้ออกไซด์การเสียรูปถาวรในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L เกิดจากการผสมผสานระหว่างกลไกสลิปและกลไกระนาบแฝดเชิงกล ที่เป็นกลไกหลักในเสียรูป ซึ่งการตรวจสอบโครงสร้างโดยใช้เทคนิค XANES สามารถให้ความถูกต้องแม่นยำของข้อมูลเชิงปริมาณได้และผลวิเคราะห์เหล่านี้สอดคล้องกับผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอื่นในงานวิจัยนี้ที่บ่งชี้ให้เห็นว่า ณ ปริมาณการแปรรูปถาวรเวลา 20 นาทีหรือมีไมโครสเตรน 0.17% เป็นสภาวะที่เกิดการเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้างในแง่ของปรากฏการณ์การเปลี่ยนกลับของโครงสร้างมาร์เทนไซด์ไปเป็นออสเตไนต์และการเปลี่ยนแปลงกลไกการเสียรูปถาวร



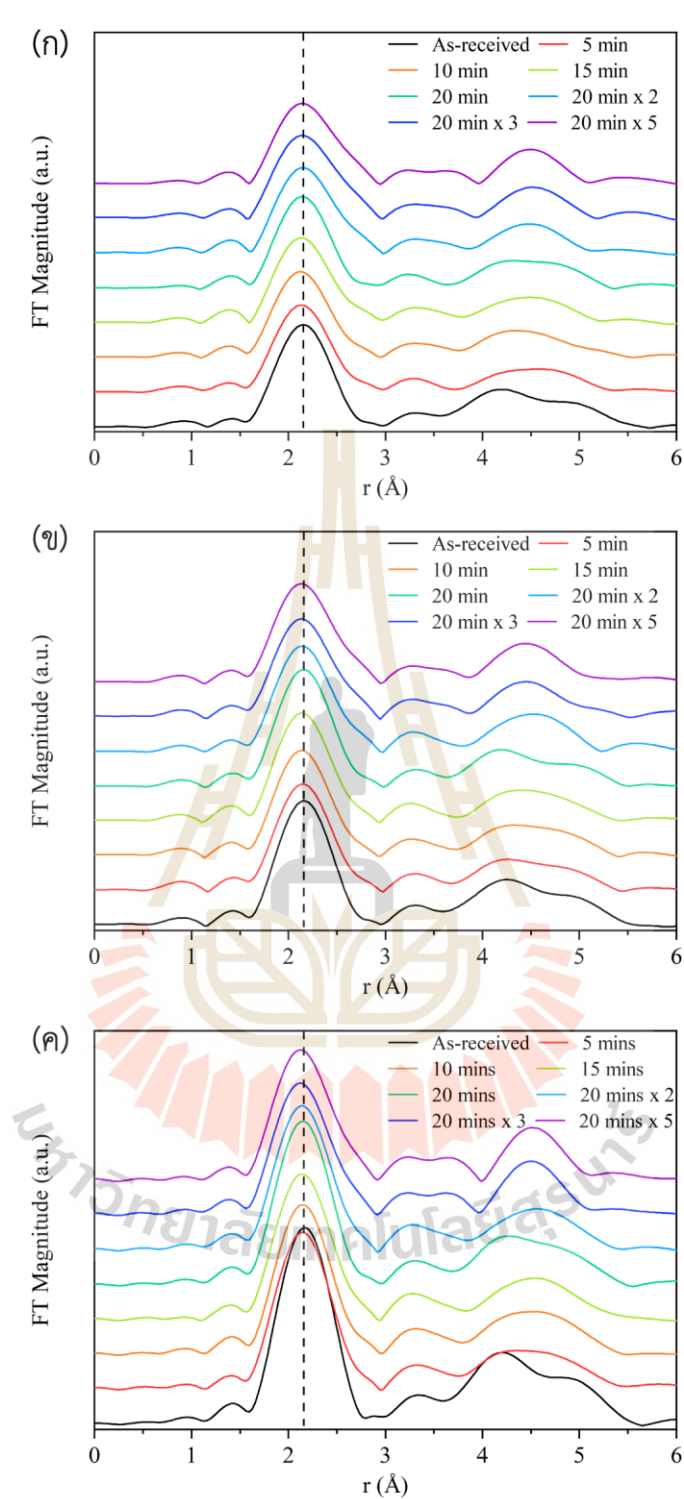
รูปที่ 4.14 ความสัมพันธ์ของปริมาณโครงสร้างผลึกกับค่าไมโครสเตรน (ก) ปริมาณโครงสร้างผลึกของเหล็ก จากการวิเคราะห์ XANES และ XRD (ข) ปริมาณโครงสร้างผลึกของนิกเกิล และ (ค) โครเมียมจากการวิเคราะห์ XANES

4.3.2 โครงสร้าง EXAFS

สเปกตรัม XAS ของโครงสร้าง EXAFS ของเหล็ก, โครเมียม และ นิกเกิล ในรูปที่ 4.15(ก)-(ค) โดยเส้นประที่ระบุตำแหน่งค่า k ของแต่ละธาตุองค์ประกอบ แสดงแนวโน้มหรือลักษณะการเปลี่ยนแปลงภายในของโครงสร้างวัสดุ ซึ่งที่ตำแหน่งแรกของพีคของทั้งสามธาตุองค์ประกอบมีการแยกตัวอย่างชัดเจนในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปถาวร ตำแหน่งต่อมาแสดงแอมพลิจูดของตัวอย่างเริ่มต้นจนถึงตัวอย่างที่มีถูกแปรรูปถาวร 15 นาที มีการลดลงตามลำดับ เกิดจากความผิดปกติในโครงสร้างเฉพาะที่มีการเปลี่ยนเฟสหรือเกิดโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบมากขึ้น [64,65] เมื่อถึงตัวอย่างถูกแปรรูปถาวร 20 นาที บ่งชี้ถึงแนวโน้มที่แสดงถึงจุดเปลี่ยนบางอย่างที่เกิดขึ้นภายในโครงสร้างระหว่างของกระบวนการแปรรูปถาวรในงานวิจัยนี้ โดยแอมพลิจูดเพิ่มขึ้นและตำแหน่ง k ขยับมาที่ค่าต่ำลง และในรูปที่ 4.16(ก)-(ค) แสดงสเปกตรัม EXAFS ที่ใช้ Fourier transform ในการประมวลผลข้อมูล ตามตำแหน่ง R ที่ระบุด้วยเส้นประ พบว่าเหล็กและโครเมียมมีการเลื่อนไปที่ตำแหน่ง R ที่ต่ำกว่าเล็กน้อยของตัวอย่างที่ถูกแปรรูปถาวรเมื่อเทียบกับตัวอย่างเริ่มต้น สำหรับเลื่อนตำแหน่ง R ใน นิกเกิลซึ่งดูเหมือนจะชัดเจนกว่า ซึ่งการเปลี่ยนแปลงตำแหน่ง R นี้สะท้อนถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างอะตอมในบริเวณเฉพาะและการบิดเบี้ยวของโครงสร้างผลึกรวมไปถึงการเคลื่อนที่ของอะตอมสามารถเกิดขึ้นได้ภายใต้แรงกระทำทางกล อย่างไรก็ตาม รัศมีอะตอมของธาตุทั้งสามนี้มีขนาดค่อนข้างใกล้เคียงกัน จึงอาจทำให้การระบุและการตีความจากผลวิเคราะห์เชิงคุณภาพมีความซับซ้อน แต่แนวโน้มที่ชัดเจนของข้อมูลที่โดยรวมนั้นสอดคล้องกับผลการทดลองอื่น ๆ นอกจากนั้นภาพสัญญาณ อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ ยังแสดงให้เห็นความไม่สม่ำเสมอขององค์ประกอบทางเคมีแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนด้วย และจากผลการวิเคราะห์ XANES ด้วยเช่นกัน จึงเพียงพอที่จะอธิบายให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการแปรรูปถาวรและการวิวัฒนาการโครงสร้าง ซึ่งการวิเคราะห์สเปกตรัม EXAFS เพื่อให้ได้ข้อมูลเชิงปริมาณที่เชื่อถือได้ยังสามารถทำต่อไปได้อีก



รูปที่ 4.15 k^2 -space จากโครงสร้าง EXAFS ของ (ก) เหล็ก, (ข) โครเมียม และ (ค) นิกเกิล



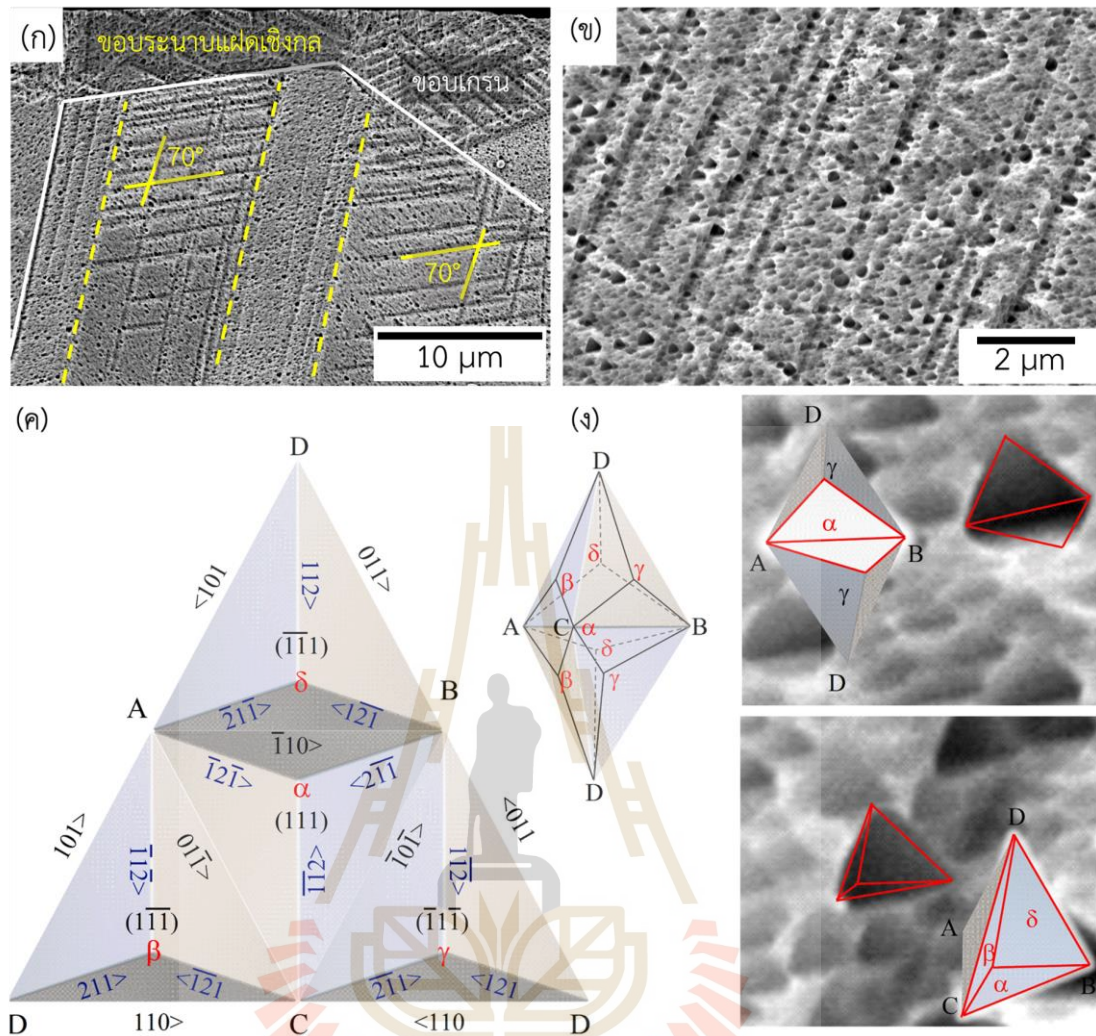
รูปที่ 4.16 Fourier transform จากโครงสร้าง EXAFS ของ (ก) เหล็ก, (ข) โครเมียม และ (ค) นิกเกิล

4.4 การเปลี่ยนแปลงกลไกการเสีรูปถาวร

จากการวิเคราะห์ในหัวข้อ 4.1-4.3 พบว่าที่ปริมาณการแปรรูป 20 นาที หรือที่ไม่โครสเตรน 0.17% มีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงใช้ปริมาณของโครงสร้างผลึกและลักษณะของโครงสร้างจุลภาคที่ผิดปกติ เป็นไปได้ว่าจะเกิดปรากฏการณ์การอิมิตัวของการสะสมความเค้นและการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีในบริเวณเฉพาะ จึงเกิดการคลายพลังงาน, เปลี่ยนแปลงกลไกการเสีรูปถาวร และยังเกิดการเปลี่ยนกลับของโครงสร้างมาร์เทนไซต์ไปเป็นออสเทนไนต์อีกด้วย ซึ่งที่สภาวะการแปรรูปถาวรนี้ถือเป็นจุดเปลี่ยนที่น่าสนใจในงานวิจัยนี้ ดังนั้นเพื่อให้เข้าใจปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในรูปที่ 4.17(ก) แสดงโครงสร้างหลุมสามเหลี่ยมที่เกิดขึ้นบนเนื้อพื้นและร่องรอยโครงสร้างเสีรูปถาวร เป็นที่น่าสังเกตที่โครงสร้างสามเหลี่ยมนี้ดูมีรูปแบบหรือการวางแนวเฉพาะที่น่าจะมีความสัมพันธ์ในเชิงผลึกศาสตร์กับโครงสร้างเนื้อพื้นและโครงสร้างเสีรูปถาวรและจะเห็นว่าขอบของโครงสร้างสามเหลี่ยมนั้นขนานกับขอบของโครงสร้างระนาบแฝด ดังแสดงใน รูปที่ 4.17(ข) ซึ่งโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกล ที่ตัดกันที่ 70° (ระบุโดยเส้นสีเหลืองในรูปที่ 4.17(ก)) บ่งบอกถึงการเกิดระนาบแฝดเชิงกลอย่างน้อยสองระบบของระนาบและทิศทาง โดยตามทฤษฎีแล้ว การเคลื่อนที่ของช็อกลีย์พาร์เซียลดิสโลเคชัน (Shockley partial dislocation) จะสามารถทำให้เกิดการเสีรูปผ่านโครงสร้าง ระนาบแฝดเชิงกล ดังนั้นจึงใช้ Thompson tetrahedron เพื่ออธิบายกลไกการเสีรูปถาวรที่สภาวะการเสีรูปนี้ โลหะที่มีโครงสร้าง FCC มีระนาบการลื่น {111} สี่ระนาบที่ทำมุมระหว่างกัน 70.53° ซึ่งใกล้เคียงกับมุมตัดกัน ของระนาบแฝดเชิงกลที่พบในการศึกษานี้ รูปที่ 4.17(ค) คือโมเดล Thompson tetrahedron โดยที่ขอบระนาบ {111} AD, BD และ CD แสดงถึงระยะเบอร์เกอร์เวกเตอร์ของดิสโลเคชันแบบสมบูรณ์ (full dislocation) ส่วน AB และ AC แสดงถึงระยะเบอร์เกอร์เวกเตอร์ของพาร์เซียลดิสโลเคชัน ในโลหะที่ยังมีค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมต่ำ ระยะเบอร์เกอร์เวกเตอร์ของพาร์เซียลดิสโลเคชันจะยิ่งมากขึ้น และทำให้เกิดครอสสลิปยากขึ้นอีกด้วย [66,67] นี่จึงเป็นสาเหตุที่เหล็กกล้าไร้สนิม 316L เกิดการเสีรูปผ่านกลไกระนาบแฝดเชิงกลในระยะเริ่มต้นของการเสีรูปถาวร เมื่อปริมาณการแปรรูปเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง พลังงานเอนทาลปีจะสูงขึ้น [68] และพลังงานความเครียด [69] ที่สะสมในระบบจึงมีความต้องการที่จะคลายพลังงาน โดยเกิดการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน ทั้งดิสโลเคชันแบบปีน (dislocation climb), ทั้งดิสโลเคชันแบบสลิป (dislocation glide) และสะสมอยู่ที่ขอบเกรนและขอบโครงสร้างระนาบแฝดจนกระทั่งเกิดเคลื่อนหลุดข้ามขอบเขตเหล่านั้น นำไปสู่การเกิดระนาบสลิป โดยระบบของระนาบและทิศทางที่สัมพันธ์กับความเค้นเฉือน ซึ่งปรากฏการณ์นี้ยังมีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม [70] โดยการเพิ่มขึ้นของค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมจะส่งเสริมการหลุดตัวของช็อกลีย์สกรูดิสโลเคชัน (Shockley screw dislocation) และช่วยให้เกิดครอสสลิปง่ายขึ้น [67] ดังนั้นกลไกการเสีรูปผ่านการสลิปจึงเริ่มมีบทบาทสำคัญ ดังนั้นจึงปรากฏ

ร่องรอยสลิปในโครงสร้างพื้นฐาน เมื่อปริมาณการแปรรูปเพิ่มขึ้น อีกหนึ่งปรากฏการณ์ของการคลายความเค้นที่สะสมที่อาจเกิดขึ้นที่สภาวะการแปรรูปถาวรนี้คือเมื่อเกิดการคายความเค้นภายในระบบโครงสร้างมาร์เทนไซต์จะคลายพลังงานหรือเกิดอ่อนตัวลงก่อนและโครงสร้างออสเทนไนต์จะสามารถรับความเค้นที่คายออกมาจากโครงสร้างมาร์เทนไซต์ได้ เนื่องจากโครงสร้าง FCC มีความสามารถในการเสียรูปได้มากกว่า สิ่งนี้ทำให้เกิดการคืนตัวของโครงสร้างออสเทนไนต์ในบริเวณเฉพาะและการดูดซับดิสโลเคชันไว้ที่ขอบเกรน [71] ซึ่งเป็นปรากฏการณ์การผ่อนคลายที่กระตุ้นให้เกิดการย้อนกลับของมาร์เทนไซต์-ออสเทนไนต์ได้

การก่อตัวของโครงสร้างรูปสามเหลี่ยมนี้ คาดว่าน่าจะมีความสัมพันธ์ในการเรียงตัวตามแนวของโครงสร้างระนาบแฝดเชิงกลบนระนาบ {111} และอาจส่งผลกระทบต่ออย่างมีนัยสำคัญต่อการเปลี่ยนแปลงในกลไกการเสียรูป จากการสมมุติฐานโดยอิงจากโมเดล Thompson tetrahedron ในรูปที่ 4.17(ง) ซ็อกสิทธิ์พาร์เซียลดิสโลเคชัน ได้เคลื่อนที่บนระนาบ {111} และขนานกับระนาบที่ตัดกัน [67] จากนั้นจึงทิ้งร่องรอยตามในลักษณะเป็นขั้น ๆ ตามขอบเกรนหรือโครงสร้างเสียรูปถาวรหรือเป็นการแยกซ็อกสิทธิ์พาร์เซียลดิสโลเคชัน โครงสร้างสามเหลี่ยมที่ปรากฏจึงเปรียบเสมือนร่องรอยของปรากฏการณ์เหล่านี้ โดยทั่วไปแล้วเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีโครงสร้างเกรนหยาบและค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมต่ำ ดังนั้น การเสียรูปถาวรจะเกิดกลไกระนาบแฝดเชิงกลและการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมเป็นหลัก แม้ในสภาวะอัตราความเครียดสูงและอุณหภูมิการเสียรูปต่ำ [72,73] ซึ่งก็ใกล้เคียงกับสภาวะในการกระบวนการแปรรูปของงานวิจัยนี้ แต่เนื่องจากการสะสมของความเครียดและการเปลี่ยนแปลงธาตุผสมระหว่างการกระบวนการแปรรูป ปัจจัยทั้งหมดเหล่านี้มีผลโดยตรงต่อการเพิ่มขึ้นของค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอมภายในวัสดุและเหนี่ยวนำการเสียรูปผ่านกลไกสลิปได้



รูปที่ 4.17 ชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปถาวร 20 นาที ที่ไม่โครสเตรน 0.17% (ก) และ (ข) ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงโครงสร้างลักษณะหลุมสามเหลี่ยมบนเนื้อพื้นและโครงสร้างการเสียดาร (ค) โมเดล Thompson tetrahedron แสดงระบบสลิปในโครงสร้างผลึก FCC (ง) แสดงสมมติฐานของการเกิดหลุมที่เป็นร่องรอยของการเคลื่อนที่ของข้อบกพร่องที่เคลื่อน ดิสโลเคชันบนระนาบ {111} ระหว่างเปลี่ยนกลไกการเสียดาร

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

เหล็กกล้าไร้สนิม 316L เกิดการแปรรูปถาวรที่ผิวเมื่อรับแรงกระทำทางกลจากเครื่องบดด้วยแรงสั่น เป็นเวลาต่าง ๆ กัน เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่สำคัญคือการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคหรือการเปลี่ยนเฟสจากออสเตไนต์เป็นมาร์เทนไซด์ ส่วนใหญ่จะเปลี่ยนผ่านลำดับ γ -austenite เป็นโครงสร้าง α' -martensite และได้โครงสร้างชั้นเกรนเล็กจากผิวไปจนถึงที่ความลึกประมาณ 5 ไมโครเมตร และจากการวิเคราะห์ผลรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ควบคู่กับการพิจารณาโครงสร้างสัมพันธ์ สามารถแบ่งระดับการเสีयरูปออกเป็นสามช่วงหลัก คือ ระดับต่ำ กลาง และสูง โดยมีค่าไมโครสเตรน เท่ากับ 0.10%, 0.17% และ 0.22% ตามลำดับ ที่การแปรรูป 20 นาที มีไมโครสเตรน 0.17% ซึ่งเป็นสภาวะการเสีयरูปที่สำคัญ สอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ XANES ที่แสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างกระบวนการแปรรูปกับการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคและกลไกการเสีयरูปถาวร และจากข้อมูล EXAFS แอมพลิฟูดและตำแหน่งพีคเปลี่ยนแปลงไปเมื่อระดับการแปรรูปเพิ่มขึ้น ทำให้โครงสร้างผลึกบิดเบี้ยวและตำแหน่งอะตอมในโครงผลึกมีการเปลี่ยนแปลง ดังนั้นจึงสรุปได้ว่ากลไกการเปลี่ยนรูปอาจขึ้นอยู่กับคุณสมบัติภายใน ความแปรผันขององค์ประกอบทางเคมีที่ส่งผลต่อค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม ภายใต้กระบวนการแปรรูปถาวร ซึ่งสามารถอธิบายได้จากการที่โครงสร้างผลึกภายหลังการแปรรูปถาวรประกอบไปด้วยเฟส α' -martensite เป็นหลัก ทั้งยังพบว่าอะตอมนิกเกิลอยู่ในรูปของโครงผลึกนี้เช่นกัน แสดงให้เห็นว่าโครงสร้าง α' -martensite นอกจากจะเป็นโครงสร้างหลักแล้วยังเป็นโครงสร้างที่มีค่าพลังงานการเรียงซ้อนผิดของระนาบอะตอม สูงกว่าโครงสร้าง γ -austenite จึงทำให้กลไกสลีปมีบทบาทโดยเริ่มจากการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน นำไปสู่การแข่งขันกันของกลไกการเสีयरูปผ่านระนาบแฝดเชิงกลและสลีปที่ปริมาณการแปรรูปสูงขึ้น

รายการอ้างอิง

- [1] M. Hussein, A. Mohammed, N. Al-Aqeeli, Wear Characteristics of Metallic Biomaterials: A Review, *Materials*. 8 (2015) 2749–2768. <https://doi.org/10.3390/ma8052749>.
- [2] A. Fritsch, L. Dormieux, C. Hellmich, J. Sanahuja, Mechanical behavior of hydroxyapatite biomaterials: an experimentally validated micromechanical model for elasticity and strength, *J Biomed Mater Res A*. 88 (2009) 149–161. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.31727>.
- [3] A.M. Kumar, B. Suresh, S. Das, I.B. Obot, A.Y. Adesina, S. Ramakrishna, Promising bio-composites of polypyrrole and chitosan: Surface protective and in vitro biocompatibility performance on 316L SS implants, *Carbohydrate Polymers*. 173 (2017) 121–130.
- [4] A. Guiseppi-Elie, Electroconductive hydrogels: synthesis, characterization and biomedical applications, *Biomaterials*. 31 (2010) 2701–2716. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.12.052>.
- [5] R. Balint, N.J. Cassidy, S.H. Cartmell, Conductive polymers: towards a smart biomaterial for tissue engineering, *Acta Biomater*. 10 (2014) 2341–2353. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.02.015>.
- [6] S. Bagherifard, S. Slawik, I. Fernandez-Pariente, C. Pauly, F. Mucklich, M. Guagliano, Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening, *Materials & Design*. 102 (2016) 68–77. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.162>.
- [7] J.-S. Li, W.-D. Gao, Y. Cao, Z.-W. Huang, B. Gao, Q.-Z. Mao, Y.-S. Li, Microstructures and Mechanical Properties of a Gradient Nanostructured 316L Stainless Steel Processed by Rotationally Accelerated Shot Peening, *Advanced Engineering Materials*. 20 (2018). <https://doi.org/10.1002/adem.201800402>.

- [8] S. Bahl, S. Suwas, T. Ungár, K. Chatterjee, Elucidating microstructural evolution and strengthening mechanisms in nanocrystalline surface induced by surface mechanical attrition treatment of stainless steel, *Acta Materialia*. 122 (2017) 138–151. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.041>.
- [9] J. Gubicza, M. El-Tahawy, Y. Huang, H. Choi, H. Choe, J.L. Labar, T.G. Langdon, Microstructure, phase composition and hardness evolution in 316L stainless steel processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*. 657 (2016) 215–223. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.057>.
- [10] S. Shi, Z. Zhang, X. Wang, G. Zhou, G. Xie, D. Wang, X. Chen, K. Ameyama, Microstructure evolution and enhanced mechanical properties in SUS316LN steel processed by high pressure torsion at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*. 711 (2018) 476–483. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.064>.
- [11] H. Ueno, K. Kakihata, Y. Kaneko, S. Hashimoto, A. Vinogradov, Nanostructurization assisted by twinning during equal channel angular pressing of metastable 316L stainless steel, *Journal of Materials Science*. 46 (2011) 4276–4283. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5303-4>.
- [12] S. Martin, C. Ullrich, D. Šimek, U. Martin, D. Rafaja, Stacking fault model of ϵ -martensite and its DIFFaX implementation, *Journal of Applied Crystallography*. 44 (2011) 779–787. <https://doi.org/10.1107/s0021889811019558>.
- [13] W. Ye, Y. Li, F. Wang, Effects of nanocrystallization on the corrosion behavior of 309 stainless steel, *Electrochimica Acta*. 51 (2006) 4426–4432. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2005.12.034>.
- [14] S. v Muley, A.N. Vidvans, G.P. Chaudhari, S. Udainiya, An assessment of ultra fine grained 316L stainless steel for implant applications, *Acta Biomater*. 30 (2016) 408–419. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2015.10.043>.
- [15] A. di Schino, J.M. Kenny, Effects of the grain size on the corrosion behavior of refined AISI 304 austenitic stainless steels, *Journal of Materials Science Letters*. 21 (2002) 1631–1634. <https://doi.org/10.1023/A:1020338103964>.

- [16] C. Suryanarayana, The structure and properties of nanocrystalline materials: Issues and concerns, *JOM*. 54 (2002) 24. <https://doi.org/10.1007/bf02709088>.
- [17] W.D. Callister, D.G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering: An Introduction*, Eighth, John Wiley & Sons, New York, 2009.
- [18] D.G. Morris, Strengthening mechanisms in nanocrystalline metals, in: 2011: pp. 299–328. <https://doi.org/10.1533/9780857091123.3.299>.
- [19] E.N. Hahn, M.A. Meyers, Grain-size dependent mechanical behavior of nanocrystalline metals, *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*. 646 (2015) 101–134. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.075>.
- [20] H.H. Fu, D.J. Benson, M.A. Meyers, Analytical and computational description of effect of grain size on yield stress of metals, *Acta Materialia*. 49 (2001) 2567–2582. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00062-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00062-3).
- [21] M.A. Tschopp, H.A. Murdoch, L.J. Kecskes, K.A. Darling, “Bulk” Nanocrystalline Metals: Review of the Current State of the Art and Future Opportunities for Copper and Copper Alloys, *JOM*. 66 (2014) 1000–1019. <https://doi.org/10.1007/s11837-014-0978-z>.
- [22] K.O. Sanusi, G.J. Oliver, Effects of grain size on mechanical properties of nanostructured copper alloy by severe plastic deformation (SPD) process, *Journal of Engineering, Design and Technology*. 7 (2009) 335–341. <https://doi.org/10.1108/17260530910998721>.
- [23] M.Y. Gutkin, Elastic and plastic deformation in nanocrystalline metals, in: 2011: pp. 329–374. <https://doi.org/10.1533/9780857091123.3.329>.
- [24] X.-L. Wu, E. Ma, Dislocations in nanocrystalline grains, *Applied Physics Letters*. 88 (2006). <https://doi.org/10.1063/1.2210295>.
- [25] X.Z. Liao, Y.H. Zhao, S.G. Srinivasan, Y.T. Zhu, R.Z. Valiev, D. v Gunderov, Deformation twinning in nanocrystalline copper at room temperature and low strain rate, *Applied Physics Letters*. 84 (2004) 592–594. <https://doi.org/10.1063/1.1644051>.

- [26] R.D.K. Misra, V.S.Y. Injeti, M.C. Somani, The significance of deformation mechanisms on the fracture behavior of phase reversion-induced nanostructured austenitic stainless steel, *Sci Rep.* 8 (2018) 7908. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-26352-1>.
- [27] K. Lu, Stabilizing nanostructures in metals using grain and twin boundary architectures, *Nature Reviews Materials.* 1 (2016) 16019. <https://doi.org/10.1038/natrevmats.2016.19>.
- [28] K. Lu, Making strong nanomaterials ductile with gradients., *Science (New York, N.Y.).* 345 (2014) 1455–1456. <https://doi.org/10.1126/science.1255940>.
- [29] T.H. Fang, N.R. Tao, K. Lu, Tension-induced softening and hardening in gradient nanograined surface layer in copper, *Scripta Materialia.* 77 (2014) 17–20. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.01.006>.
- [30] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmaier, Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation, *Annual Review of Materials Research.* 40 (2010) 319–343. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104445>.
- [31] L. Yang, N.R. Tao, K. Lu, L. Lu, Enhanced fatigue resistance of Cu with a gradient nanograined surface layer, *Scripta Materialia.* 68 (2013) 801–804. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.01.031>.
- [32] T.H. Fang, W.L. Li, N.R. Tao, K. Lu, Revealing extraordinary intrinsic tensile plasticity in gradient nano-grained copper, *Science.* 331 (2011) 1587–1590. <https://doi.org/10.1126/science.1200177>.
- [33] X. Wu, P. Jiang, L. Chen, F. Yuan, Y.T. Zhu, Extraordinary strain hardening by gradient structure, *Proc Natl Acad Sci U S A.* 111 (2014) 7197–7201. <https://doi.org/10.1073/pnas.1324069111>.
- [34] S. V Bobylev, M.Y. Gutkin, I.A. Ovid'ko, Transformations of grain boundaries in deformed nanocrystalline materials, *Acta Materialia.* 52 (2004) 3793–3805. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.04.029>.
- [35] S. V Bobylev, M.Y. Gutkin, I.A. Ovid'ko, Chain decay of low-angle tilt boundaries in nanocrystalline materials, *Physics of the Solid State.* 46 (2004) 2053–2057. <https://doi.org/10.1134/1.1825548>.

- [36] G. Faraji, H.S. Kim, H.T. Kashi, Chapter 1 - Fundamentals of Severe Plastic Deformation, in: G. Faraji, H.S. Kim, H.T. Kashi (Eds.), Elsevier, 2018: pp. 19–36. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813518-1.00001-1>.
- [37] K. Wang, N.R. Tao, G. Liu, J. Lu, K. Lu, Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale in copper, *Acta Materialia*. 54 (2006) 5281–5291. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.013>.
- [38] A. Mishra, B. Kad, F. Gregori, M. Meyers, Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis, *Acta Materialia*. 55 (2007) 13–28. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.008>.
- [39] G. Faraji, H.S. Kim, H.T. Kashi, Chapter 2 - Severe Plastic Deformation Methods for Bulk Samples, in: G. Faraji, H.S. Kim, H.T. Kashi (Eds.), Elsevier, 2018: pp. 37–112. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813518-1.00002-3>.
- [40] S. Bagherifard, I. Pariente, R. Ghelichi, M. Guagliano, Severe Shot Peening to Obtain Nanostructured Surfaces: Process and Properties of the Treated Surfaces, in: 2015: pp. 299–323. <https://doi.org/10.1002/9783527674947.ch14>.
- [41] S. Benafia, D. Retraint, S.Y. Brou, B. Panicaud, J.L.G. Poussard, Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment on the oxidation behaviour of 316L stainless steel, *Corrosion Science*. 136 (2018) 188–200. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.03.007>.
- [42] Y. Estrin, A. Vinogradov, Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science, *Acta Materialia*. 61 (2013) 782–817. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038>.
- [43] G. Abraham, H. Shaikh, Introduction to Austenitic Stainless Steels, in: 2002. <https://doi.org/10.1533/9780857094018.37>.
- [44] P. Hedström, Deformation and martensitic phase transformation in stainless steels, 2007.
- [45] K. Verbeken, N. van Caenegem, D. Raabe, Identification of epsilon martensite in a Fe-based shape memory alloy by means of EBSD, *Micron*. 40 (2009) 151–156. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2007.12.012>.

- [46] P.M.D. Silva, H.F.G. de Abreu, V.H.C. de Albuquerque, P.D. Neto, J.M.R.S. Tavares, Cold deformation effect on the microstructures and mechanical properties of AISI 301LN and 316L stainless steels, *Materials & Design*. 32 (2011) 605–614. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.08.012>.
- [47] S. Bagherifard, S. Slawik, I. Fernandez-Pariente, C. Pauly, F. Mucklich, M. Guagliano, Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening, *Materials & Design*. 102 (2016) 68–77. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.162>.
- [48] M. Jayalakshmi, P. Huilgol, B.R. Bhat, K. Udaya Bhat, Insights into formation of gradient nanostructured (GNS) layer and deformation induced martensite in AISI 316 stainless steel subjected to severe shot peening, *Surface and Coatings Technology*. 344 (2018) 295–302. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.03.028>.
- [49] Atomic Force Microscopy (AFM), (n.d.) <http://users.metu.edu.tr/chem355/assets/11-355-AFM>.
- [50] C.S. Schnorr, M.C. Ridgway, Introduction to X-Ray Absorption Spectroscopy, in: 2015: pp. 1–26. https://doi.org/10.1007/978-3-662-44362-0_1.
- [51] X-ray Absorption Spectroscopy, (n.d.) <https://www.slri.or.th/th/beamline/sut-nanotec-slr>.
- [52] G. Bunker, Introduction to XAFS: A Practical Guide to X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy, Cambridge University Press, Cambridge, 2010. [https://doi.org/DOI: 10.1017/CBO9780511809194](https://doi.org/DOI:10.1017/CBO9780511809194).
- [53] F. M. Wang, R. Ingalls, Iron bcc-hcp transition: Local structure from x-ray-absorption fine structure, 1998. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.57.5647>.
- [54] G. Meric de Bellefon, J.C. van Duysen, K. Sridharan, Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts, *Journal of Nuclear Materials*. 492 (2017) 227–230. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.05.037>.
- [55] Astm, A240/A240M – 18 Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications, (2018). https://doi.org/10.1520/a0240_a0240m-18.

- [56] Astm, E1558 – 09 Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens, (2014). <https://doi.org/10.1520/e1558-09r14>.
- [57] B.H. Toby, R factors in Rietveld analysis: How good is good enough, *Powder Diffraction*. 21 (2012) 67–70. <https://doi.org/10.1154/1.2179804>.
- [58] I.S. Bushmarinov, A.O. Dmitrienko, A.A. Korlyukov, M.Y. Antipin, Rietveld refinement and structure verification using Morse restraints, *Journal of Applied Crystallography*. 45 (2012) 1187–1197. <https://doi.org/10.1107/S0021889812044147>.
- [59] H. Nowell, J. Paul Attfield, J.C. Cole, The use of restraints in Rietveld refinement of molecular compounds; a case study using the crystal structure determination of tryptamine free base, (2002).
- [60] T. Para, S. Sarkar, Challenges in Rietveld Refinement and Structure Visualization in Ceramics, in: 2021. <https://doi.org/10.5772/intechopen.96065>.
- [61] Y.-K. Lee, C. Choi, Driving force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and stacking fault energy of γ in Fe-Mn binary system, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 31 (2000). <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0271-3>.
- [62] R. Xiong, H. Peng, S. Wang, H. Si, Y. Wen, Effect of stacking fault energy on work hardening behaviors in Fe–Mn–Si–C high manganese steels by varying silicon and carbon contents, *Materials & Design*. 85 (2015) 707–714. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.072>.
- [63] J. Man, I. Kuběna, M. Smaga, O. Man, A. Järvenpää, A. Weidner, Z. Chlup, J. Polák, Microstructural changes during deformation of AISI 300 grade austenitic stainless steels: Impact of chemical heterogeneity, *Procedia Structural Integrity*. 2 (2016) 2299–2306. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.288>.
- [64] A. Chen, C. Wang, J. Jiang, H. Ruan, J. Lu, Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Austenite Stainless Steel with Gradient Twinned Structure by Surface Mechanical Attrition Treatment, *Nanomaterials (Basel)*. 11 (2021). <https://doi.org/10.3390/nano11061624>.
- [65] D. Dorner, Y. Adachi, K. Tsuzaki, Microband-To-Microshear Band Transition near Grain Boundaries in BCC Steel, *Materials Science Forum*. 558–559 (2007) 873–878. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.558-559.873>.

- [66] M.Y. Lavrentiev, D. Nguyen-Manh, S.L. Dudarev, Chromium-vacancy clusters in dilute bcc Fe-Cr alloys: An ab initio study, *Journal of Nuclear Materials*. 499 (2018) 613–621. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.10.038>.
- [67] A. Cintins, A. Anspoks, J. Purans, A. Kuzmin, J. Timoshenko, P. Vladimirov, T. Gräning, J. Hoffmann, ODS steel raw material local structure analysis using X-ray absorption spectroscopy, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 77 (2015). <https://doi.org/10.1088/1757-899x/77/1/012029>.
- [68] D.-S. Yang, J.-Y. Park, Y.-G. Yoo, K.-S. Kim, S.-C. Yu, Structural and Magnetic Properties of Fe₅₀Cr₅₀Alloys Prepared by Mechanical Alloying Method, *Journal of Magnetism*. 15 (2010) 108–111. <https://doi.org/10.4283/jmag.2010.15.3.108>.
- [69] Y.T. Zhu, J. Narayan, J.P. Hirth, S. Mahajan, X.L. Wu, X.Z. Liao, Formation of single and multiple deformation twins in nanocrystalline fcc metals, *Acta Materialia*. 57 (2009) 3763–3770. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.020>.
- [70] H. Pan, Y. He, X. Zhang, Interactions between Dislocations and Boundaries during Deformation, *Materials (Basel)*. 14 (2021) 1012. <https://doi.org/10.3390/ma14041012>.
- [71] I. Nikitin, M. Besel, Residual stress relaxation of deep-rolled austenitic steel, *Scripta Materialia*. 58 (2008) 239–242. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.09.045>.
- [72] P. Fu, C. Jiang, Residual stress relaxation and micro-structural development of the surface layer of 18CrNiMo7-6 steel after shot peening during isothermal annealing, *Materials & Design (1980-2015)*. 56 (2014) 1034–1038. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.011>.
- [73] J.-H. Shin, J.-W. Lee, Effects of twin intersection on the tensile behavior in high nitrogen austenitic stainless steel, *Materials Characterization*. 91 (2014) 19–25. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.01.025>.
- [74] A. Baczmański, C. Braham, Elastoplastic properties of duplex steel determined using neutron diffraction and self-consistent model, *Acta Materialia*. 52 (2004) 1133–1142. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.10.046>.

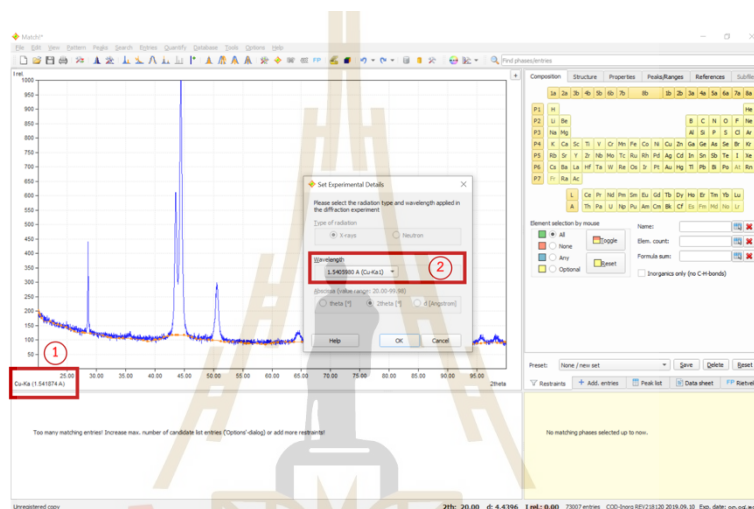
- [75] J.-K. Hwang, Deformation behaviors of various Fe–Mn–C twinning-induced plasticity steels: effect of stacking fault energy and chemical composition, *Journal of Materials Science*. 55 (2019) 1779–1795. <https://doi.org/10.1007/s10853-019-04018-1>.
- [76] T.S. Byun, On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels, *Acta Materialia*. 51 (2003) 3063–3071. [https://doi.org/10.1016/s1359-6454\(03\)00117-4](https://doi.org/10.1016/s1359-6454(03)00117-4).





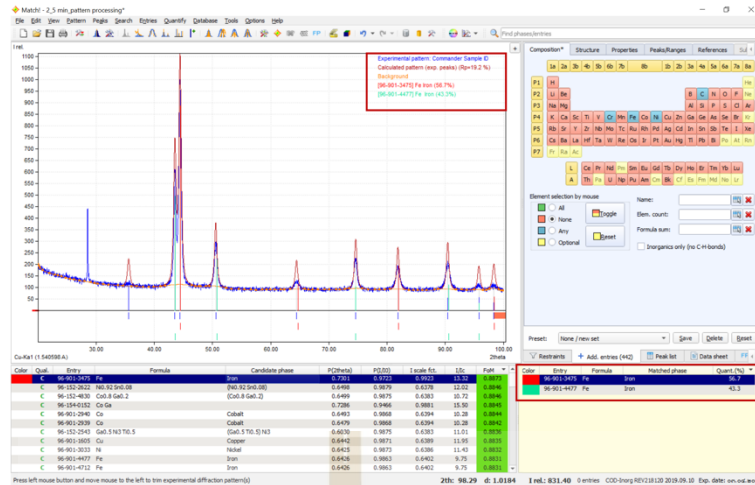
การวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยวิธี Rietveld refinement ด้วยโปรแกรม Match! และ FullProf มีจุดมุ่งหมายเพื่อจะช่วยลดผลของ anisotropic peak และให้ได้ข้อมูลของประเภทและปริมาณโครงสร้างผลึกใกล้เคียงกับความเป็นจริงที่สุด ยังสามารถหาค่าความเครียดที่สะสมในโครงสร้างผลึกและขนาดของผลึกได้ด้วยวิธีการคำนวณได้อย่างแม่นยำขึ้น โดยมีขั้นตอนดังนี้

1) นำรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มีสกุลไฟล์ .raw เปิดด้วยโปรแกรม Match! จากนั้นทำการกำหนดค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ตามรูปที่ 1ก



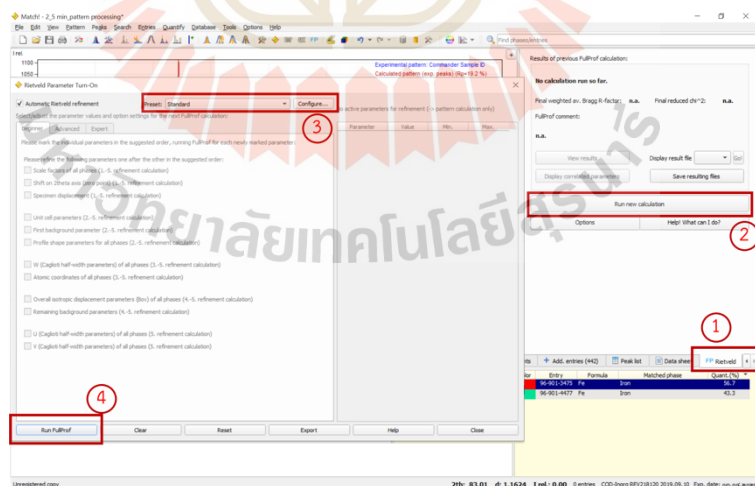
รูปที่ 1ก การประมวลผลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยโปรแกรม Match!

2) ทำการเลือกโครงสร้างผลึกมาตรฐานเพื่อนำมาเปรียบเทียบกับโครงสร้างผลึกของตัวอย่าง ดังรูปที่ 2ก เพื่อทำการคำนวณปริมาณโครงสร้างผลึกและใช้ในการทำ Rietveld refinement ซึ่งการเลือกโครงสร้างมาตรฐานที่เลือกจะส่งผลต่อข้อมูลที่ได้หลังการวิเคราะห์ ดังนั้นจึงควรทราบก่อนว่าโครงสร้างผลึกในตัวอย่างเป็นลักษณะใด

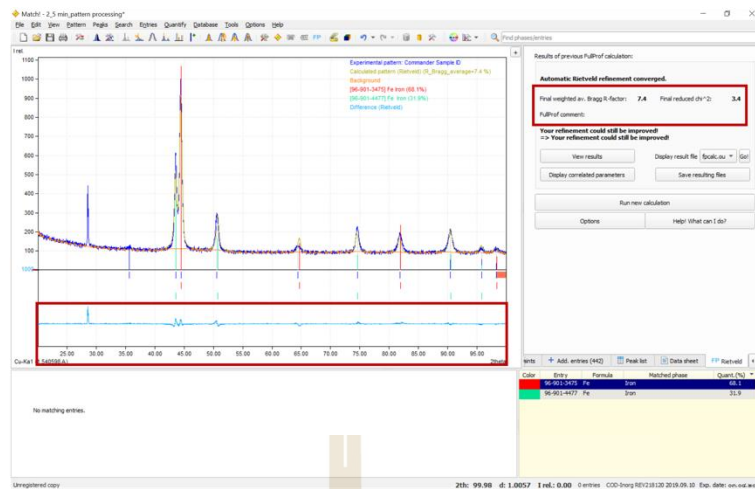


รูปที่ 2ข การเลือกโครงสร้างผลึกมาตรฐานมาเทียบโครงสร้างผลึกของตัวอย่าง

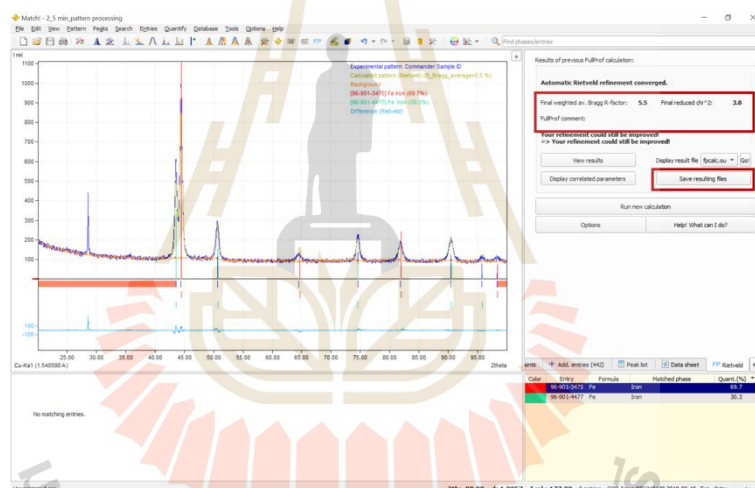
3) การทำ Rietveld refinement สามารถทำได้ตามรูปที่ 3ก(ก) ตามลำดับ โดยในเบื้องต้นไม่ต้องปรับพารามิเตอร์ใด จากนั้นเมื่อโปรแกรม run เสร็จ จะแสดงค่า R-factor และ χ^2 และ refinement profile ดังรูปที่ 3ก(ข) ถ้าหากพิจารณาค่า R-factor และ χ^2 แล้วยังสูงอยู่ให้ใช้วิธีการปรับเส้น background และ run อีกครั้งจนกว่าจะได้ค่าที่เหมาะสมตามที่ได้กำหนดไว้คือ $R\text{-factor} \leq 8$ และ $\chi^2 \leq 3$ ดังรูปที่ 3ก(ค) และกดบันทึกไฟล์เพื่อนำไปทำการวิเคราะห์ต่อไป



(ก) ขั้นตอนการทำ Rietveld refinement



(ข) แสดงผลการทำ Rietveld refinement

(ค) การพิจารณา R-factor และ χ^2 และการบันทึกผล

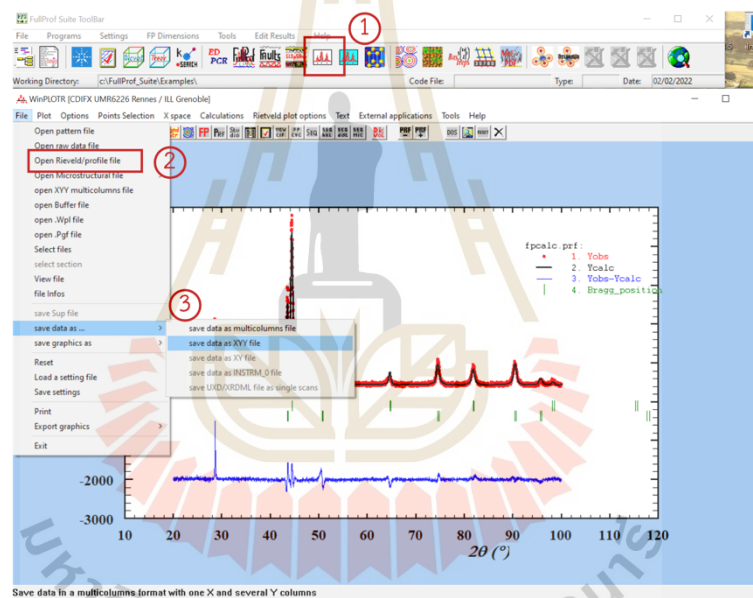
รูปที่ 3ก การทำ Rietveld refinement ด้วยโปรแกรม Match!

4) เมื่อทำการบันทึกข้อมูลเรียบร้อยแล้ว จะได้ไฟล์ที่สามารถนำไปเปิดในโปรแกรม FullProf ได้ แสดงดังรูปที่ 4ก(ก) ซึ่งสามารถทำการวิเคราะห์ Rietveld ได้อีกครั้งในโปรแกรมนี้ โดยโปรแกรมจะมีตัวเลือกในการปรับพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ละเอียดมากยิ่งขึ้น จึงเป็นขั้นตอนที่ยุ่งยากและซับซ้อน ดังนั้นสำหรับงานวิจัยนี้จะใช้โปรแกรม FullProf สำหรับสร้างไฟล์ข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ภายหลังการวิเคราะห์ Rietveld ซึ่งเป็นสกุลไฟล์ .XYZ ตามรูปที่ 4ก(ข) เพื่อนำไปหาค่า FWHM ต่อไป

> XRD > 2_5_min_pattern processing

Name	Date modified	Type	Size
fp2k	2/2/2565 20:52	Application	4,217 KB
fpalc.bac	2/2/2565 20:52	BAC File	32 KB
fpalc	2/2/2565 20:52	DAT File	47 KB
fpalc.hkl	2/2/2565 20:52	HKL File	3 KB
fpalc	2/2/2565 20:52	Text Document	4 KB
fpalc.out	2/2/2565 20:52	OUT File	48 KB
fpalc.pcr	2/2/2565 20:52	PCR File	5 KB
fpalc	2/2/2565 20:52	PICS Rules File	63 KB
fpalc.sum	2/2/2565 20:52	SUM File	13 KB
fpalc1.fst	2/2/2565 20:52	FST File	1 KB
fpalc1.sub	2/2/2565 20:52	SUB File	32 KB
fpalc2.fst	2/2/2565 20:52	FST File	1 KB
fpalc2.sub	2/2/2565 20:52	SUB File	32 KB
libiomp5md.dll	2/2/2565 20:52	Application extension	1,841 KB

(ก) ข้อมูลที่ได้จากการทำ Rietveld refinement



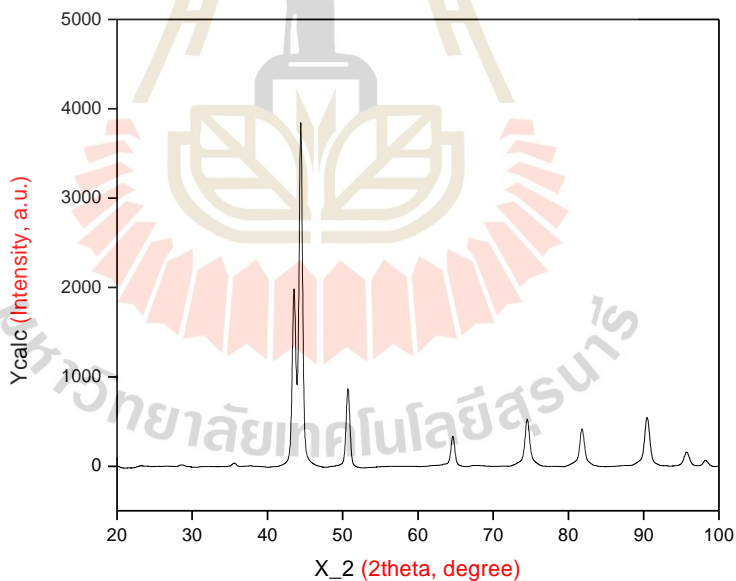
(ข) สร้างไฟล์ข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ภายหลังการทำ Rietveld refinement

รูปที่ 4ก ข้อมูลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากการวิเคราะห์ Rietveld refinement

5) เมื่อนำข้อมูลจากไฟล์ .XYZ คอลัมน์ในกรอบสีแดงในรูปที่ 5(ก) มาพล็อตรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 5(ข)

X_1	Ycalc	X_2	Ycalc	X_3	Ycalc	X_4	Bragg_position
19.99780	969.00000	19.99780	911.69000	19.99780	-1844.75118	0.00000	41.49700
20.02854	954.00000	20.02854	920.69000	20.02854	-1959.75118	0.00000	43.62000
20.03868	896.00000	20.03868	908.69000	20.03868	-2054.75118	0.00000	44.39500
20.05913	942.00000	20.05913	907.69000	20.05913	-2167.75118	0.00000	44.51100
20.07957	908.00000	20.07957	905.69000	20.07957	-2287.75118	0.00000	58.66200
20.10001	888.00000	20.10001	894.69000	20.10001	-2420.75118	0.00000	68.79700
20.12045	877.00000	20.12045	902.69000	20.12045	-2567.75118	0.00000	64.19200
20.14089	904.00000	20.14089	908.69000	20.14089	-1998.75118	0.00000	64.77200
20.16133	926.00000	20.16133	896.69000	20.16133	-1849.75118	0.00000	74.46800
20.18178	949.00000	20.18178	896.69000	20.18178	-1829.75118	0.00000	81.99000
20.20222	857.00000	20.20222	891.69000	20.20222	-2046.75118	0.00000	90.39600
20.22266	960.00000	20.22266	893.69000	20.22266	-1929.75118	0.00000	96.67700
20.24310	952.00000	20.24310	891.69000	20.24310	-1942.75118	0.00000	95.95800
20.26354	909.00000	20.26354	889.69000	20.26354	-2046.75118	0.00000	98.48500
20.28398	944.00000	20.28398	881.69000	20.28398	-2172.75118	0.00000	98.15600
20.30443	917.00000	20.30443	887.78001	20.30443	-2345.75118	0.00000	115.29900
20.32487	938.00000	20.32487	881.78001	20.32487	-2485.75118	0.00000	115.74900
20.34531	853.00000	20.34531	883.78001	20.34531	-2686.75118	0.00000	118.14700
20.36575	928.00000	20.36575	881.78001	20.36575	-1991.78111	0.00000	0.00000
20.38619	876.00000	20.38619	879.78001	20.38619	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.40663	924.00000	20.40663	878.78001	20.40663	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.42707	869.00000	20.42707	873.78001	20.42707	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.44752	882.00000	20.44752	871.78001	20.44752	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.46796	858.00000	20.46796	865.78001	20.46796	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.48840	898.00000	20.48840	867.78001	20.48840	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.50884	925.00000	20.50884	865.78001	20.50884	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.52929	891.00000	20.52929	864.78001	20.52929	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.54973	924.00000	20.54973	862.78001	20.54973	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.57017	848.00000	20.57017	860.78001	20.57017	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.59061	874.00000	20.59061	858.78002	20.59061	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.61105	872.00000	20.61105	857.78002	20.61105	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.63149	854.00000	20.63149	854.78002	20.63149	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.65193	928.00000	20.65193	854.78002	20.65193	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.67237	878.00000	20.67237	854.78002	20.67237	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.69282	837.00000	20.69282	854.78002	20.69282	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.71326	891.00000	20.71326	848.78002	20.71326	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.73370	853.00000	20.73370	846.78002	20.73370	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.75414	861.00000	20.75414	845.78002	20.75414	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.77458	860.00000	20.77458	841.78002	20.77458	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.79502	882.00000	20.79502	841.78002	20.79502	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.81547	898.00000	20.81547	839.78002	20.81547	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.83591	987.00000	20.83591	831.78002	20.83591	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.85635	873.00000	20.85635	817.78002	20.85635	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.87679	875.00000	20.87679	816.78002	20.87679	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.89723	866.00000	20.89723	814.78002	20.89723	-1971.78111	0.00000	0.00000
20.91768	849.00000	20.91768	811.78002	20.91768	-1971.78111	0.00000	0.00000

(ก) มุมเลี้ยวเบนและความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากการทำ Rietveld refinement



(ข) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ภายหลังการวิเคราะห์ Rietveld refinement

รูปที่ 5ก การนำข้อมูลที่ผ่านการวิเคราะห์ Rietveld refinement มาพล็อต รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ประวัติผู้เขียน

นางสาวพิมพ์ศิริ รัตนโสภา เกิดเมื่อวันที่ 25 สิงหาคม พ.ศ. 2538 จบการศึกษาระดับมัธยม จากโรงเรียนเบ็ญจะมะมหาราช จังหวัดอุบลราชธานี และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา ปีการศึกษา 2560 จากนั้น ได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ (วิศวกรรมโลหการ) มหาวิทยาลัย เทคโนโลยีสุรนารี ปีการศึกษา 2561 โดยได้รับทุนการศึกษาแก่นักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาที่ คณาจารย์ได้รับทุนวิจัยจากแหล่งทุนภายนอก (OROG)

