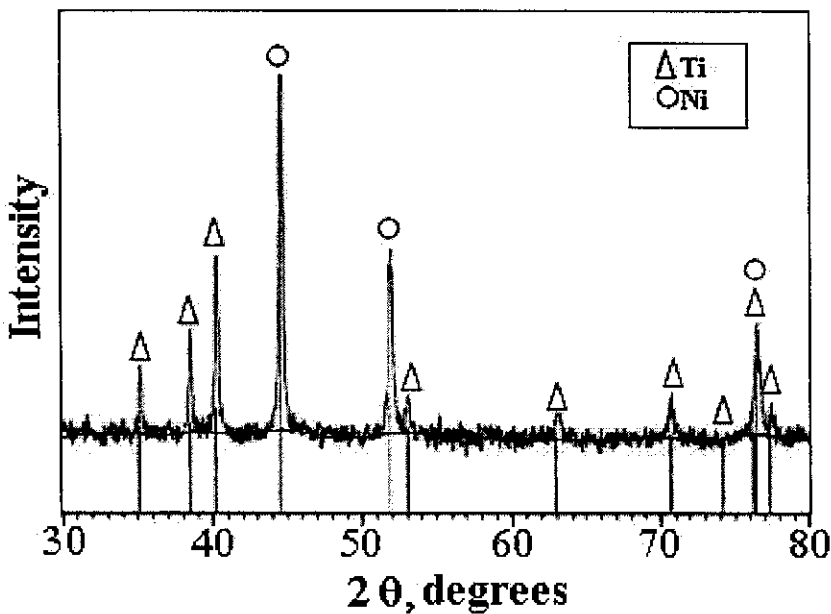


บทที่ 3

ผลการทดลองและการอภิปราย

3.1 การบดผสมผงโลหะ

จากรูปที่ 3.1 แสดงผลวิเคราะห์ด้วย XRD จากผงนิกเกิลกับผงไทเทเนียมที่ผ่านการบดผสมด้วยพลาเนทารีบอลมิลล์ (Planetary ball mill) เป็นเวลา 12 ชั่วโมง พบว่าผงผสมดังกล่าวยังเป็น นิกเกิลและไทเทเนียมบริสุทธิ์อยู่ แสดงให้เห็นว่าพลังงานในการบดไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิด สารประกอบระหว่างนิกเกิลและไทเทเนียมขึ้น



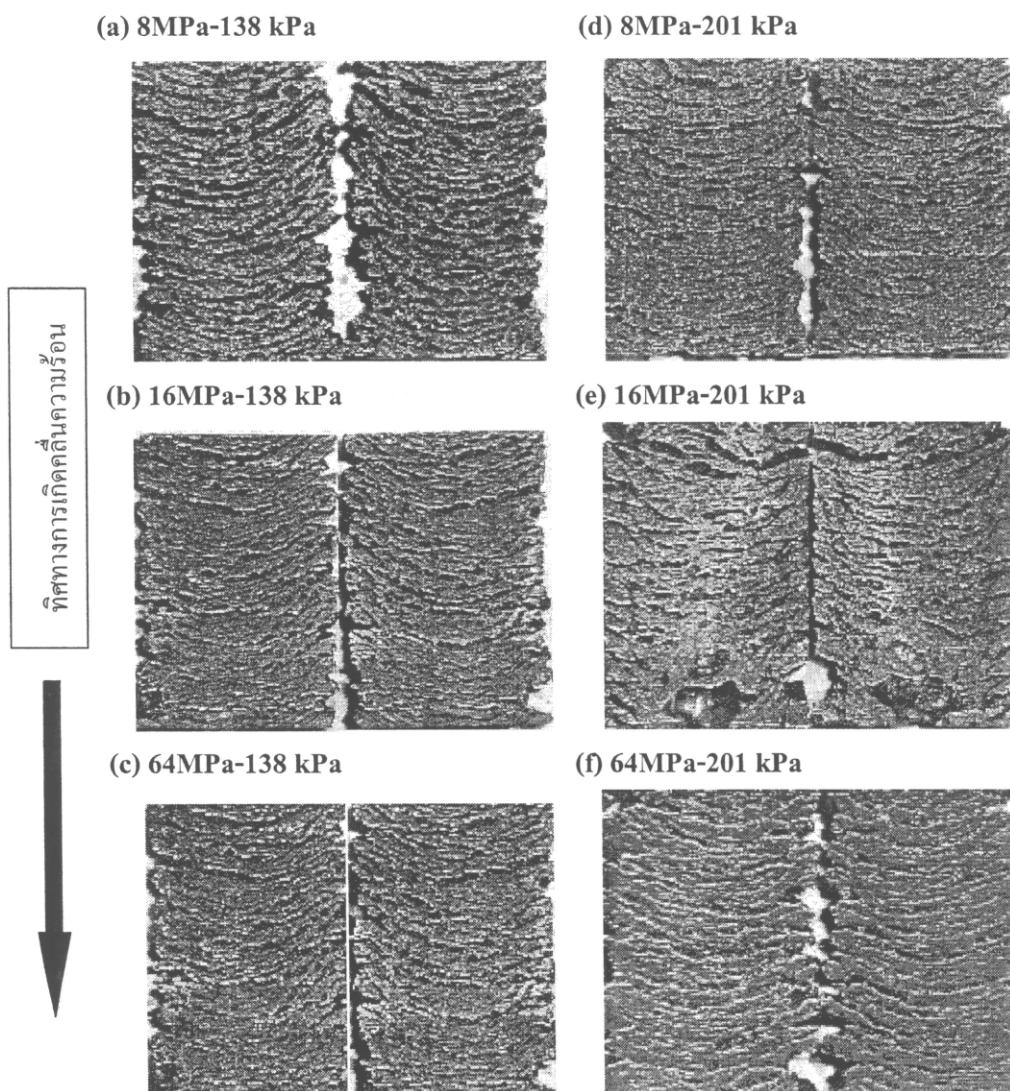
รูปที่ 3.1 ผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของผงโลหะผสมระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมเมื่อผ่านการบดผสมเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.2 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่น

3.2.1 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปกับอุณหภูมิในการอุ่นต่อสัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์

รูปที่ 3.2 แสดงการเปรียบเทียบชิ้นงานเมื่อตัดตามแนวตั้ง (Longitudinal section) ที่ผ่านการสังเคราะห์ โดยมีอุณหภูมิการอุ่นชิ้นงานที่ 250°C ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8MPa 16MPa และ 64MPa ตามลำดับ ที่ความดันก๊าซอาร์กอนไนรีแอ็กเตอร์ (Reactor) ที่ 138 kPa และ 201 kPa จากรูปที่ 3.2 a-f พบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยามีลักษณะเป็นร่อง (Channels) เนื่องจากเกิดคลื่นความร้อนวิ่งผ่านจากบนลงล่างขณะเกิดปฏิกิริยา ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้ เมื่อพิจารณาที่ความดัน 8MPa ความดันก๊าซอาร์กอนที่ 138 kPa และ 201 kPa ลักษณะของร่องจะกว้างเนื่องจากอนุภาคที่ยึดเกาะ

กันค่อนข้างหลวมเพราะว่าความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานน้อย เมื่อเกิดปฏิกิริยา SHS ความเร็วของคลื่นความร้อนช้า เนื่องจากการนำความร้อนต่ำจากการที่มีรูพรุนสูง



รูปที่ 3.2 การเปรียบเทียบภาพชิ้นงานตัดตามแนวตั้งที่อุณหภูมิการอุ่น 250°C ความดันก๊าซอาร์กอนที่ 138 kPa และ 201 kPa ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานต่างๆ (a, d) 8MPa (b, e) 16MPa และ (c, f) 64MPa

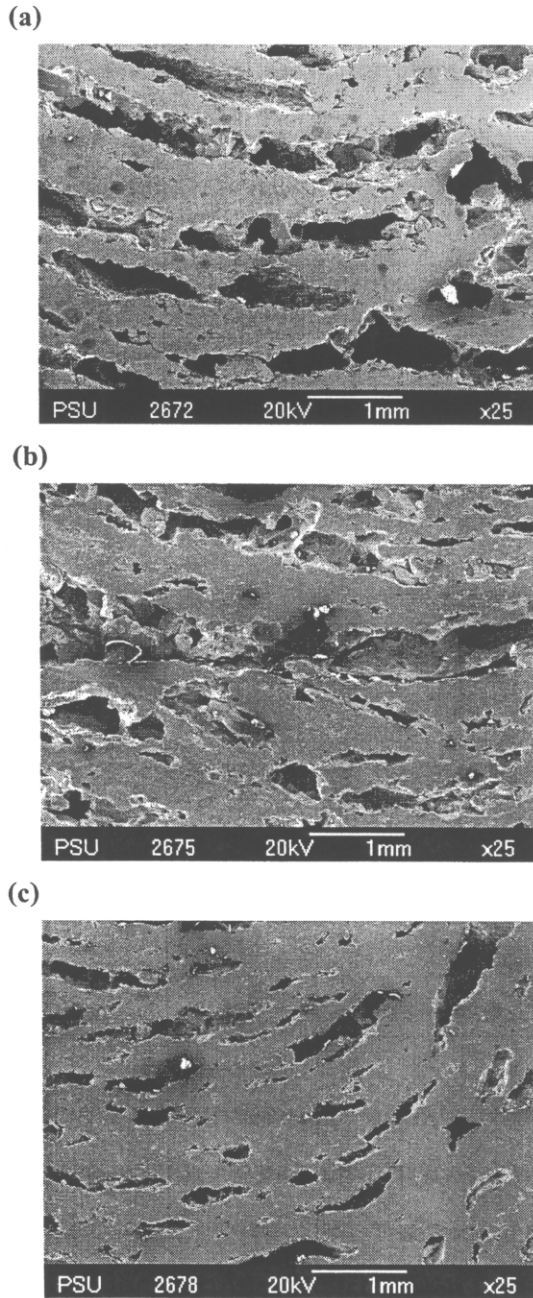
จากรูปที่ 3.2 พบว่าเมื่อเพิ่มความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานจาก 8MPa เป็น 16MPa และ 64MPa การยึดเกาะระหว่างอนุภาคแน่นขึ้น ทำให้การนำความร้อนดีขึ้น ส่งผลให้ขนาดของร่องแคบลง ลักษณะของร่องที่เกิดขึ้นจะขาดเป็นช่วงๆเนื่องมาจากความเร็วของคลื่นความร้อน เมื่อทำการวัดค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุน ค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนของชิ้นงานที่ได้ลดลงดัง ตารางที่ 3.1 ขณะเดียวกันการเพิ่มอุณหภูมิในการอุ่นจะทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียม (T_c) เพิ่มขึ้น

และ ความเร็วของการเกิดคลื่นความร้อนสูงขึ้น ทำให้ร่องที่เกิดขึ้นเกิดการเปลี่ยนแปลงดังรูปที่ 3.3 จากรูปนี้พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการอุ่นจะทำให้ความยาวของร่องลดลง ส่งผลให้ความพรุนของชิ้นงานลดลง

ตารางที่ 3.1 ผลวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ความพรุนที่ภาวะแตกต่างกัน

Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Argon gas pressure in reactor	
		138 kPa	201 kPa
		Total porosity (vol. %)	Total porosity (vol.%)
8	200	57.9	58.0
	250	56.8	57.2
	300	56.2	56.1
16	200	47.7	47.5
	250	46.5	46.7
	300	42.6	43.0
64	200	37.4	37.5
	250	35.8	34.8
	300	31.8	32.5

นอกจากนี้ความหนาแน่นของชิ้นงานเพิ่มขึ้นจะเกิดการแพร่ได้ดีกว่าความหนาแน่นต่ำ อนุภาคของนิกเกิลจะเกิดการแพร่ได้เร็วกว่าเพราะสัมประสิทธิ์การแพร่ของไทเทเนียมต่ำกว่าของนิกเกิล บริเวณที่เกิดการแพร่ของนิกเกิลจะเกิดรูพรุนที่เรียกว่า Kirkendall pore นอกจากนี้ Munis and Wang (1990) พบว่าการเกิดรูพรุนที่มีลักษณะเป็นร่องหรือ Channels มีหลายสาเหตุ ได้แก่ (1) เกิดจากรูพรุนที่มีอยู่แล้วในชิ้นงานดิบก่อนทำการสังเคราะห์ (2) การลดลงของปริมาณจำเพาะของสารตั้งต้นเป็นผลิตภัณฑ์ (3) อัตราการเกิดการแพร่ระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียม (4) การเปลี่ยนแปลงของก๊าซในระหว่างเกิดปฏิกิริยา (5) การถ่ายโอนความร้อนเนื่องจากเกิดความร้อนสูงในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาและ (6) ความหนาแน่นของชิ้นงานที่ไม่สม่ำเสมอเนื่องมาจากการขึ้นรูปแบบทิศทางเดียว เป็นต้น

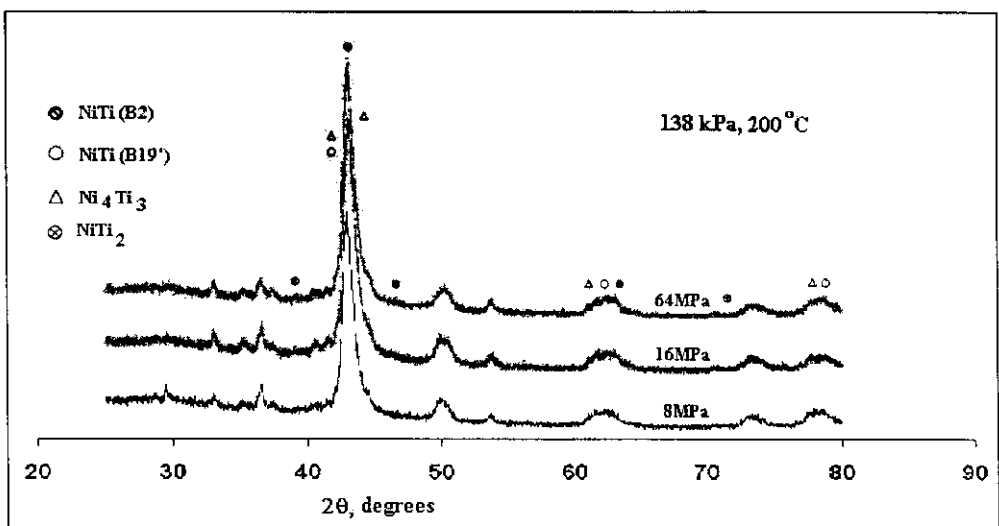


รูปที่ 3.3 ภาพตัดตามแนวตั้งของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยความดัน 8MPa และความดันก้ำซออาร์กอน 138 kPa ที่อุณหภูมิการอุ่นแตกต่างกัน (a) 200°C (b) 250°C และ (c) 300°C

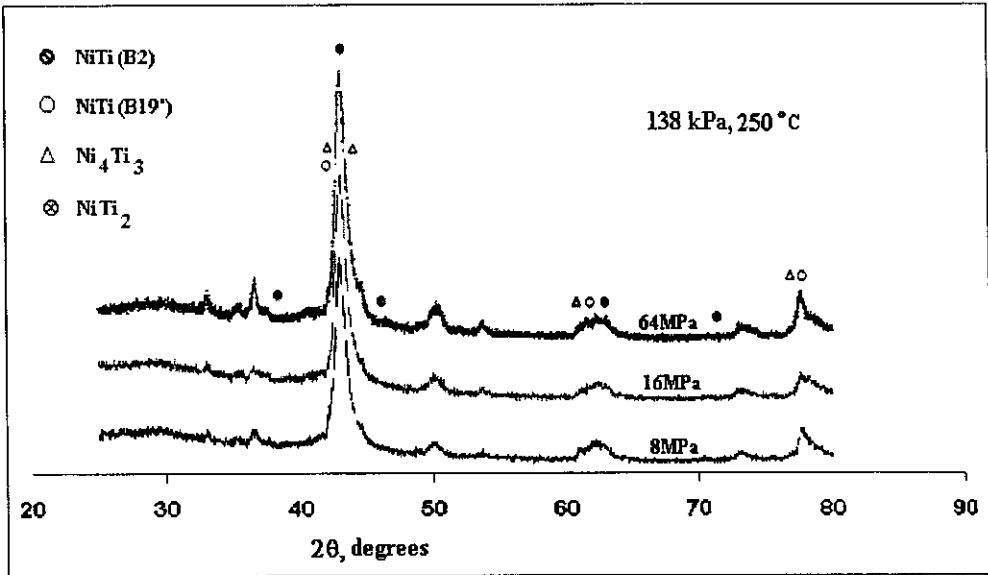
3.2.2 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่นต่อการเกิดเฟส

พิจารณารูปที่ 3.4-3.6 แสดงผลวิเคราะห์ด้วย XRD ที่ความดันก้ำซออาร์กอน 138 kPa อุณหภูมิในการอุ่น 200°C ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8MPa 16MPa และ 64MPa ตามลำดับ เมื่อวิเคราะห์ผลด้วย XRD พบว่าเกิดเฟสขึ้นดังนี้ NiTi (B2) NiTi (B19') Ni₄Ti₃ และ NiTi₂ ภายใต้ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานและอุณหภูมิในการอุ่นที่แตกต่างกัน ซึ่งลักษณะดังกล่าวคล้ายคลึงกันเมื่ออุณหภูมิ

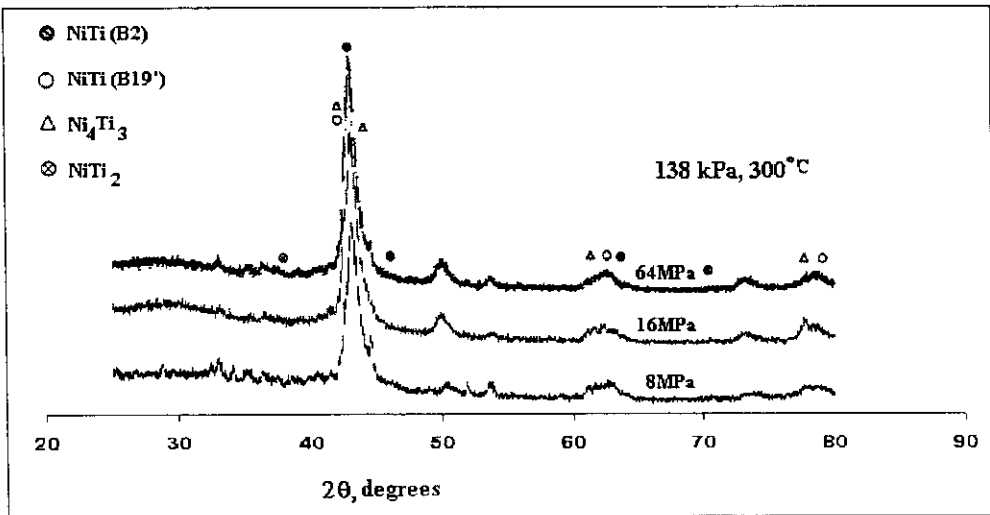
การอุ่นเป็น 250°C และ 300°C ถึงแม้ว่าอุณหภูมิการอุ่นจำเป็นต่อระบบการสังเคราะห์นิกเกิล-ไทเทเนียม เพราะการคายความร้อนระหว่างนิกเกิลและไทเทเนียมต่ำมาก จำเป็นที่จะต้องให้ความร้อนก่อนจุดระเบิด แต่การเกิดเฟสที่หลากหลายนั้นเป็นเรื่องทั่วไปของการสังเคราะห์ด้วยวิธี SHS เนื่องจากโอกาสที่นิกเกิลจะจับกับไทเทเนียมแบบหนึ่งต่อหนึ่งเมื่อทำการบดผสมมีโอกาสน้อยกว่าเมื่อเทียบกับการผสมในสัดส่วนหรือขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นที่แตกต่างกันมากทำให้สัดส่วนการผสมไม่เป็นอัตราส่วนหนึ่งต่อหนึ่ง การเพิ่มความดันเป็นการเพิ่มโอกาสให้ผกนิกเกิลและไทเทเนียมได้สัมผัสกันมากขึ้น เฟสต่างๆที่เกิดขึ้น เช่น NiTi (B2) NiTi(B19') และ NiTi₂ เป็นเฟสที่เสถียร ส่วน Ni₄Ti₃ เป็นเฟสกึ่งเสถียร เฟส Ni₄Ti₃ มีผลต่อการเปลี่ยนรูปของเฟสมาร์เทนไซต์ที่จะเกิดเป็น R-phase นอกจากนี้ปริมาณ Ni อิสระที่ผสมอยู่ในเมตริก (Matrix) ยังมีผลต่อสมบัติการจำรูปอีกด้วย เนื่องจากเฟส Ni₄Ti₃ เป็นเฟสกึ่งเสถียรสามารถกำจัดได้โดยนำชิ้นงานไปอบละลาย (Solution treatment) และบ่ม (Aging) ส่วนเฟส NiTi₂ ทำให้ชิ้นงานที่ได้เปราะ การกำจัดโดยผ่านกระบวนการทางความร้อนมีผลน้อยมากเนื่องจาก NiTi₂ เป็นเฟสที่เสถียร (Chu et al., 2006) สำหรับปริมาณสารประกอบต่างๆเมื่อคำนวณโดยประมาณที่คิดจากพื้นที่ใต้กราฟของแต่ละเฟส สามารถคิดเป็นร้อยละได้ดังตารางที่ 3.2 เมื่อพิจารณาค่าพลังงานกิบส์ (Gibbs energies) พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นง่ายที่สุดคือ Ni₄Ti₃, NiTi₂ และ NiTi ตามลำดับ จากตารางที่ 3.2 เมื่ออุณหภูมิในการอุ่นเพิ่มขึ้นส่งผลให้เฟส NiTi ลดลง เนื่องมาจากความเร็วของคลื่นความร้อนที่เกิดขึ้นเพิ่มสูงขึ้น เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาให้ได้เฟสที่เสถียรภาพของ NiTi ลดลง ทำให้เกิดเฟสกึ่งเสถียรภาพ Ni₄Ti₃ มากขึ้น ส่วนเฟส NiTi₂ ไม่มีการเปลี่ยนแปลงแต่อย่างใด เนื่องจากเป็นเฟสที่เสถียรที่อุณหภูมิสูง เมื่อทำการเปรียบเทียบระหว่างความดันก๊าซที่ 138 kPa และ 201 kPa พบว่าแนวโน้มที่เกิดขึ้นทุกสภาวะการทดลองมีแนวโน้มเหมือนกัน



รูปที่ 3.4 ผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของตัวอย่างที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานแตกต่างกัน อุณหภูมิการอุ่น 200°C และความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa



รูปที่ 3.5 ผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของตัวอย่างที่ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานแตกต่างกัน อุณหภูมิการอุ่น 250 °C และความดันก้ำซอาร์ก่อน 138 kPa



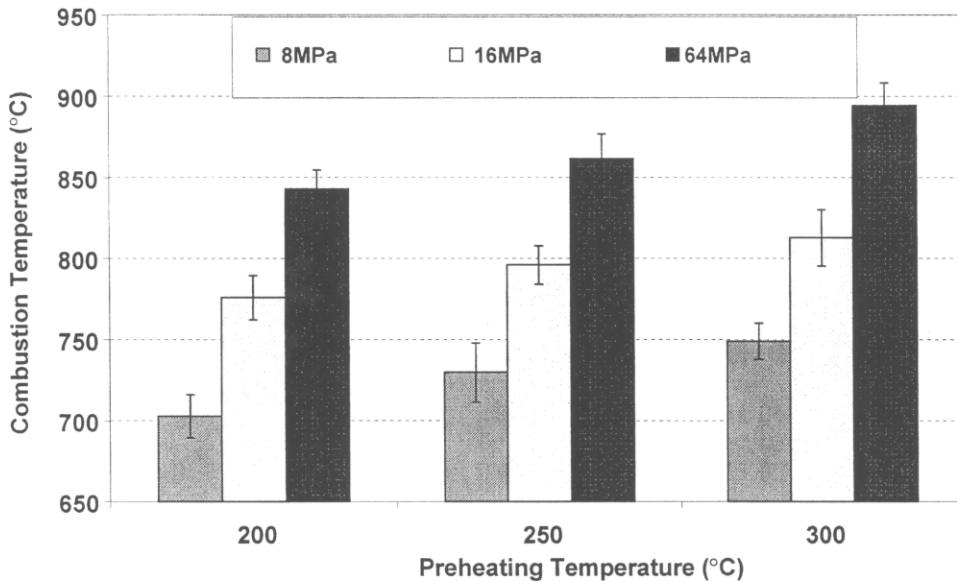
รูปที่ 3.6 ผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของตัวอย่างที่ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานแตกต่างกัน อุณหภูมิการอุ่น 300 °C และความดันก้ำซอาร์ก่อนที่ 138 kPa

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารประกอบต่างๆที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์ที่ภาวะแตกต่างกัน

Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Compounds					
		Argon gas pressure in reactor					
		138 kPa			201 kPa		
		NiTi (%)	Ni ₄ Ti ₃ (%)	NiTi ₂ (%)	NiTi (%)	Ni ₄ Ti ₃ (%)	NiTi ₂ (%)
8	200	63.22	25.61	11.17	68.01	20.53	11.46
	250	61.02	27.72	11.26	64.91	22.8	12.28
	300	60.01	28.67	11.32	59.7	28.09	12.20
16	200	65.25	23.59	11.16	67.92	19.63	12.45
	250	65.18	23.32	11.50	64.47	22.92	12.61
	300	65.04	23.07	11.89	63.85	23.19	12.96
64	200	64.79	23.41	11.80	65.91	22.37	11.72
	250	62.95	24.93	12.12	62.93	25.26	11.81
	300	60.12	27.24	12.64	59.03	28.12	12.85

3.2.3 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่นต่ออุณหภูมิการเผาไหม้ (Combustion temperature) ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียม

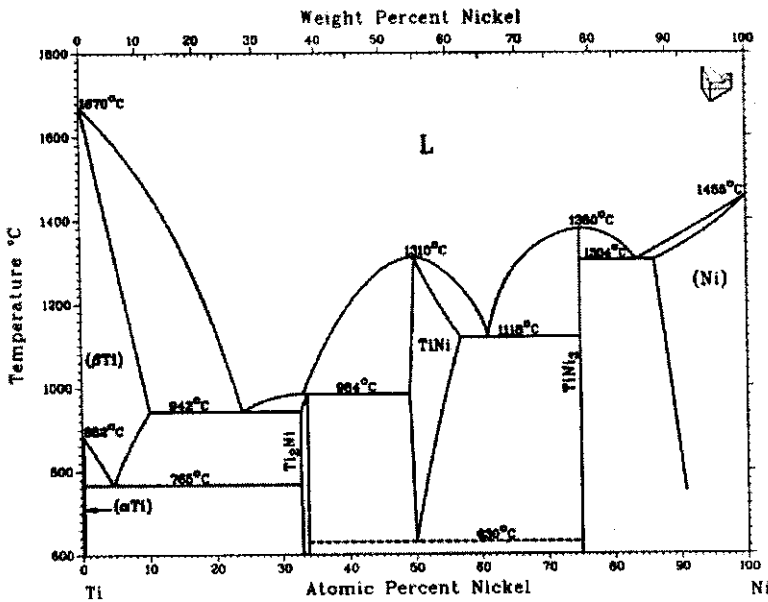
พิจารณารูปที่ 3.7 พบว่าที่อุณหภูมิการอุ่นชิ้นงาน 200°C ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานที่ 8 MPa และความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมมีค่าเท่ากับ 703°C อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 730°C ไปเป็น 749°C เมื่ออุณหภูมิในการอุ่นเพิ่มจาก 250°C ไปเป็น 300°C อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการอุ่น นอกจากนี้อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมที่สูงขึ้นทำให้ความเร็วของการเกิดคลื่นความร้อนสูงขึ้นด้วย โดยปกติการเกิดปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียม ความร้อนที่ให้ออกมาน้อยไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ด้วยตัวเอง ดังนั้นการอุ่นชิ้นงานก่อนทำการจุดระเบิดจึงเป็นทางเลือกที่ใช้แก้ปัญหา



รูปที่ 3.7 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นกับอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8, 16 และ 64MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa

จากการวิจัยของ Li และคณะ (2000) พบว่าการอุ่นชิ้นงานที่ 150°C หรือต่ำกว่านี้จะไม่ทำให้เกิดปฏิกิริยา SHS เพราะความร้อนที่ให้แก่ชิ้นงานไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาด้วยตัวมันเองได้ สาเหตุจากความร้อนบางส่วนสูญเสียให้แก่สิ่งแวดล้อมขณะเกิดปฏิกิริยา ทำให้ชิ้นงานดูดซับความร้อนไม่ทั่วทั้งชิ้น ชิ้นงานจะดูดซับความร้อนแก่ภายนอกเท่านั้นแต่ภายในเนื้อชิ้นงานความร้อนเข้าไปไม่ถึง เมื่อทำการจุดระเบิดคลื่นความร้อนจะเคลื่อนที่ได้ไม่ไกลและหยุดในที่สุด ขณะเดียวกันเมื่อเพิ่มความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน แนวโน้มอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน ที่เป็นเช่นนี้เพราะการเพิ่มความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานทำให้การยึดเกาะระหว่างอนุภาคมีมากขึ้นทำให้ชิ้นงานดิบ มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ส่งผลให้การนำความร้อนเพิ่มขึ้น จากการทดลองพบว่าอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมที่ได้จากการทดลองต่ำกว่าอุณหภูมิยูเทกติก (Eutectic temperature) เมื่อพิจารณาจากเฟสไดอะแกรมของนิกเกิล-ไทเทเนียม ดังรูปที่ 3.8 พบว่าอุณหภูมิยูเทกติกอยู่ที่ 942°C เมื่อทำงานตัดชิ้นงานตามแนวตั้ง (รูปที่ 3.2 a-f) พบว่าลักษณะของเนื้อชิ้นงานมีความเป็นเนื้อเดียวกันตลอดทั้งชิ้น ซึ่งลักษณะของเนื้อชิ้นงานที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันตลอดทั้งชิ้น แสดงว่ามีเฟสของเหลวเกิดขึ้นขณะเกิดปฏิกิริยา แต่จากการวัดด้วยเทอร์โมคัปเปิลชนิดเค (Type K) พบว่าอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมต่ำกว่า 942°C ทุกการทดลอง ดังตารางที่ 3.3 อาจเกิดจากหลายสาเหตุดังนี้ การติดตั้งเทอร์โมคัปเปิลทำได้โดยการนำเทอร์โมคัปเปิลมาสัมผัสกับผิวชิ้นงานเท่านั้น ทำให้อุณหภูมิจึงวัดได้จากเทอร์โมคัปเปิลต่ำกว่าอุณหภูมิ

จริงของชิ้นงาน และอัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็วมากทำให้อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นและลดลงเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วทำให้ความไวในการตอบสนองของเทอร์โมคัปเปิลตรวจวัดไม่ทัน เมื่อพิจารณาตารางที่ 3.3 พบว่าความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานและอุณหภูมิในการอุ่นเพิ่มขึ้นทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมเพิ่มขึ้นด้วย



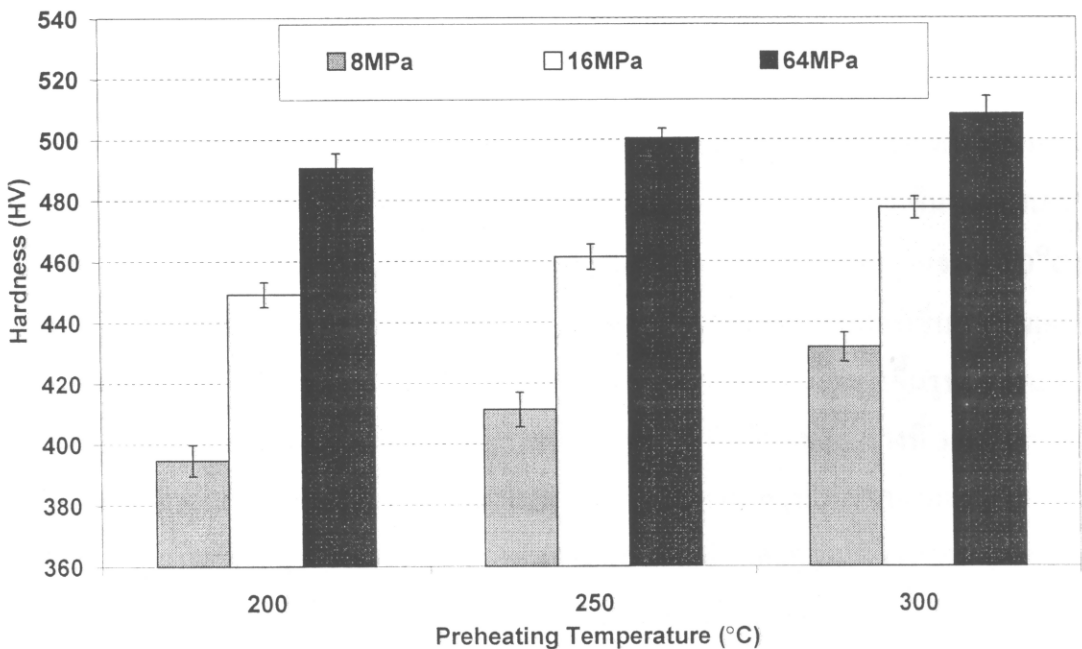
รูปที่ 3.8 เฟสไดอะแกรมของระบบ Ni-Ti (Li et al., 2000)

ตารางที่ 3.3 ผลการวัดอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมที่ภาวะแตกต่างกัน

Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Argon gas pressure in reactor	
		138 kPa	201 kPa
		Combustion temperature (°C)	Combustion temperature (°C)
8	200	703 ± 13	696 ± 13
	250	730 ± 18	723 ± 13
	300	749 ± 11	744 ± 10
16	200	776 ± 13	769 ± 15
	250	796 ± 12	792 ± 17
	300	813 ± 17	806 ± 13
64	200	843 ± 12	836 ± 18
	250	861 ± 15	852 ± 15
	300	894 ± 14	889 ± 17

3.2.4 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่นต่อความแข็ง (Hardness)

พิจารณาจากรูปที่ 3.9 พบว่าความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานของชิ้นงานที่ 8MPa เมื่ออุณหภูมิในการอุ่นชิ้นงานเพิ่มขึ้นทำให้ความแข็งของโลหะที่สังเคราะห์ได้มีค่าสูงขึ้นกล่าวคืออุณหภูมิการอุ่นเป็น 200°C 250°C และ 300°C จะให้ความแข็งของชิ้นงานเป็น 395HV 411HV และ 432HV ตามลำดับ และพบว่าความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าความแข็งของโลหะที่สังเคราะห์ได้เพิ่มสูงขึ้น กล่าวคือเมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิในการอุ่น 200°C-300°C และตารางที่ 3.4 ที่เป็นเช่นนี้เพราะค่าความแข็งของชิ้นงานขึ้นกับความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน เนื่องจากความหนาแน่นของชิ้นงานคืบที่เพิ่มขึ้น ทำให้การถ่ายโอนความร้อนดีขึ้นปฏิกิริยา SHS เกิดได้สมบูรณ์ขึ้นส่งผลให้ความแข็งเพิ่มขึ้น เนื่องจากชิ้นงานที่เกิดการเผาไหม้สมบูรณ์จะเกิดเฟสหลายเฟส ซึ่งแต่ละเฟสจะมีความแข็งแตกต่างกัน ส่วนอิทธิพลในการอุ่นส่งผลให้ค่าความแข็งของชิ้นงานเพิ่มตามอุณหภูมิการอุ่น เพราะว่าการเพิ่มอุณหภูมิในการอุ่นทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมสูงขึ้น รวมทั้งเพิ่มความเร็วของการเกิดคลื่นความร้อนทำให้เกิดเฟสต่างๆมากขึ้นแต่ละเฟสก็มีความแข็งแตกต่างกัน ค่าความแข็งของเฟส NiTi (B19') และ NiTi (B2) ตามทฤษฎีมีค่าความแข็งเท่ากับ 200HV และ 320HV ตามลำดับ (Halling, 1967) จากตารางที่ 3.4 ค่าความแข็งที่ได้มีค่าสูงกว่าค่าทางทฤษฎี เนื่องจากเฟสของชิ้นงานที่วัดได้ไม่ได้เป็นเฟสเดียวกันตลอดทั้งชิ้นงาน ซึ่งภายในชิ้นงานมีหลายเฟสเกิดขึ้นหลังการสังเคราะห์ ในการวัดค่าความแข็งไม่สามารถระบุเฟสที่จะวัดได้แน่นอน การวัดค่าความแข็งจึงเป็นแบบสุ่มแล้วหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3.9 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นกับความแข็งที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8, 16 และ 64MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa

ตารางที่ 3.4 ผลการวัดค่าความแข็งที่ภาวะแตกต่างกัน

Compaction pressure (MPa)	Preheating Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Vickers micro hardness (HV)	
		Argon gas pressure in reactor	
		138 kPa	201 kPa
8	200	395 ± 5	387 ± 5
	250	411 ± 3	408 ± 4
	300	432 ± 6	427 ± 2
16	200	449 ± 4	443 ± 3
	250	461 ± 4	456 ± 4
	300	477 ± 4	469 ± 4
64	200	491 ± 5	484 ± 3
	250	500 ± 6	492 ± 6
	300	508 ± 5	500 ± 6

3.2.5 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่นต่อความแข็งแรง

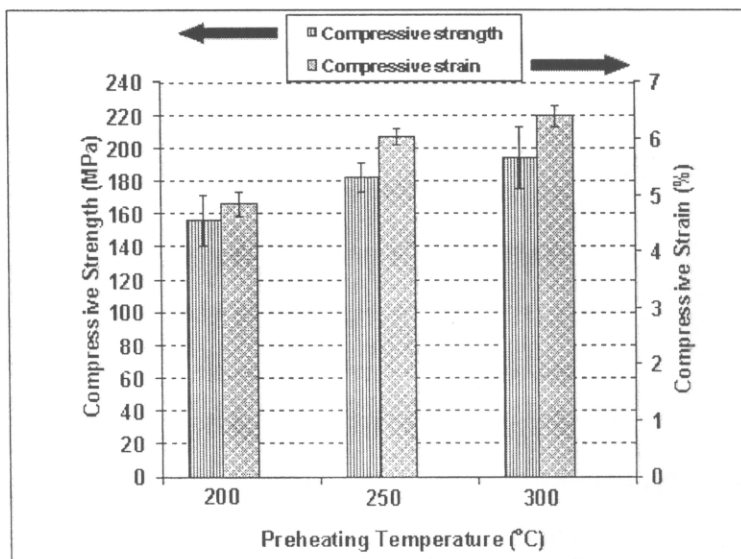
เมื่อนำชิ้นงานไปทดสอบการทนต่อแรงอัด (Compression test) พบว่าชิ้นงานที่มีความพรุนสูงจะรับแรงได้น้อย ค่าความแข็งแรงกดและความเครียดที่จุดสูงสุดต่ำในทางตรงกันข้ามชิ้นงานที่มีความพรุนต่ำคือมีความหนาแน่นสูงจะรับแรงได้มาก ดังแสดงในตารางที่ 3.5

พิจารณารูปที่ 3.10 และตารางที่ 3.5 พบว่าความแข็งแรงกดและความเครียดที่จุดสูงสุด (Ultimate compressive strength) ของชิ้นงานแปรตามอุณหภูมิในการอุ่นชิ้นงาน เช่น ที่อุณหภูมิการอุ่นชิ้นงาน 200°C ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8MPa ความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดมีค่าเป็น 156MPa และ 4.84% จะสังเกตได้ว่าเมื่ออุณหภูมิการอุ่นมีค่าเพิ่มจาก 250°C เป็น 300°C จะทำให้ความแข็งแรงกดมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 182MPa เป็น 194MPa และเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 6.02% เป็น 6.40% ตามลำดับ นั่นคือเมื่อความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานเพิ่มขึ้น จะทำให้ความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดมีค่าเพิ่มขึ้น (ตารางที่ 3.5) ซึ่งแนวโน้มดังกล่าวคล้ายคลึงกันกับอิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน สรุปได้ว่าความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดของชิ้นงานขึ้นกับอุณหภูมิการอุ่นและความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน เนื่องจากความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานสูงทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานดิบที่เพิ่มขึ้นช่วยเพิ่มพื้นที่การสัมผัสระหว่างอนุภาคมากขึ้น ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยา SHS สมบูรณ์ขึ้นและลดความพรุนลงความหนาแน่นหลังการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นทำให้ความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดเพิ่มขึ้น

นอกจากนี้อุณหภูมิการอุ่นที่เพิ่มขึ้นยังช่วยทำให้ทิศทางของร่องขนานกับทิศการเกิดคลื่นความร้อนทำให้ชิ้นงานมีความพรุนลดลง ความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดจึงเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 3.5 ค่าความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดที่ภาวะแตกต่างกัน

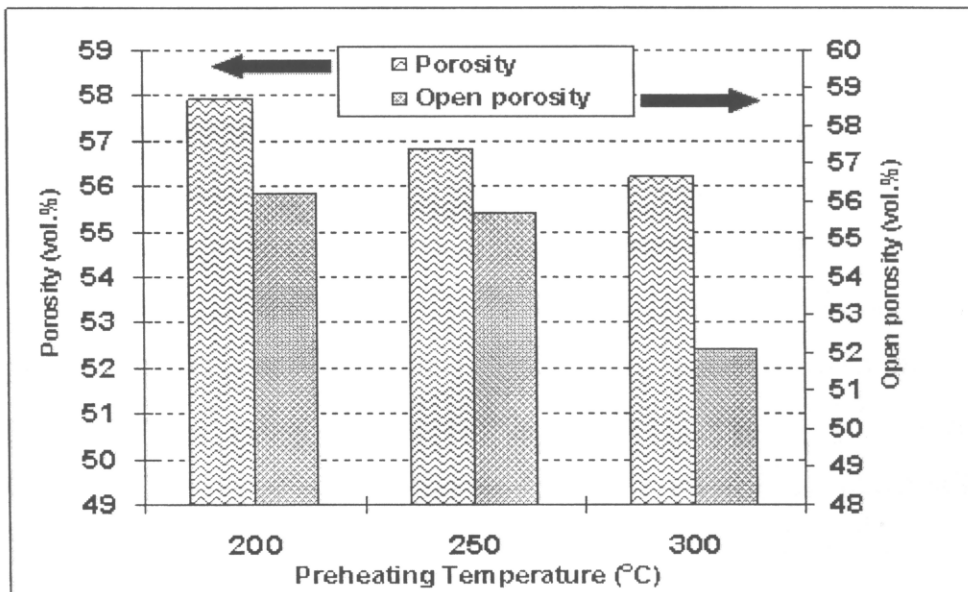
Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Argon gas pressure in reactor			
		138 kPa		201 kPa	
		Compressive strength (MPa)	Compressive strain (%)	Compressive strength (MPa)	Compressive strain (%)
8	200	156 ± 15	4.84 ± 0.27	164 ± 14	5.11 ± 0.25
	250	182 ± 9	6.02 ± 0.36	187 ± 13	6.14 ± 0.23
	300	194 ± 19	6.40 ± 0.21	190 ± 16	6.25 ± 0.18
16	200	230 ± 14	8.76 ± 0.21	224 ± 21	8.68 ± 0.41
	250	242 ± 14	9.78 ± 0.10	251 ± 21	9.86 ± 0.12
	300	253 ± 11	10.25 ± 0.22	261 ± 13	10.38 ± 0.21
64	200	290 ± 15	10.97 ± 0.24	297 ± 17	11.13 ± 0.21
	250	320 ± 23	12.02 ± 0.21	312 ± 12	11.59 ± 0.23
	300	344 ± 16	12.75 ± 0.15	350 ± 10	12.92 ± 0.18



รูปที่ 3.10 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นที่มีผลต่อความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดสูงสุดของชิ้นงานที่ขึ้นรูปที่ความดัน 8MPa และสังเคราะห์ที่ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa

3.2.6 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่นต่อเปอร์เซ็นต์ความพรุนและเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิด

พิจารณารูปที่ 3.11 และตารางที่ 3.6 พบว่าที่อุณหภูมิการอุ่นชิ้นงาน 200°C ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานคงที่เท่ากับ 8MPa เปอร์เซ็นต์ความพรุนและเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิดมีค่าเป็น 57.9% และ 55.8% ตามลำดับ อัตราส่วนระหว่างความพรุนต่อความพรุนเปิดมีค่าเท่ากับ 0.96% ค่านี้เป็นตัวชี้วัดว่าชิ้นงานที่ได้มีความพรุนภายในเนื้อชิ้นงาน จากตัวเลขบ่งบอกให้เรารู้ว่าภายในชิ้นงานมีลักษณะกลวงหรือมีรูพรุนสูงภายในชิ้นงาน จากการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอุ่นเพิ่มจาก 250°C เป็น 300°C เปอร์เซ็นต์ความพรุนรวมลดลงจาก 56.8% เป็น 56.2% ตามลำดับ และเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิดลดลงจาก 55.4% เป็น 52.4% ตามลำดับ นอกจากอุณหภูมิการอุ่นแล้วการเพิ่มความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานยังส่งผลให้เปอร์เซ็นต์ความพรุนและเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิดลดลงอีกด้วย ดังตารางที่ 3.6 สรุปได้ว่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนและเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง เมื่ออุณหภูมิการอุ่นและความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการอุ่นและความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานชิ้นงาน ทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมเพิ่ม รวมทั้งเพิ่มความเร็วของการเกิดคลื่นความร้อนส่งผลให้เปอร์เซ็นต์ความพรุนและเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิดลดลง



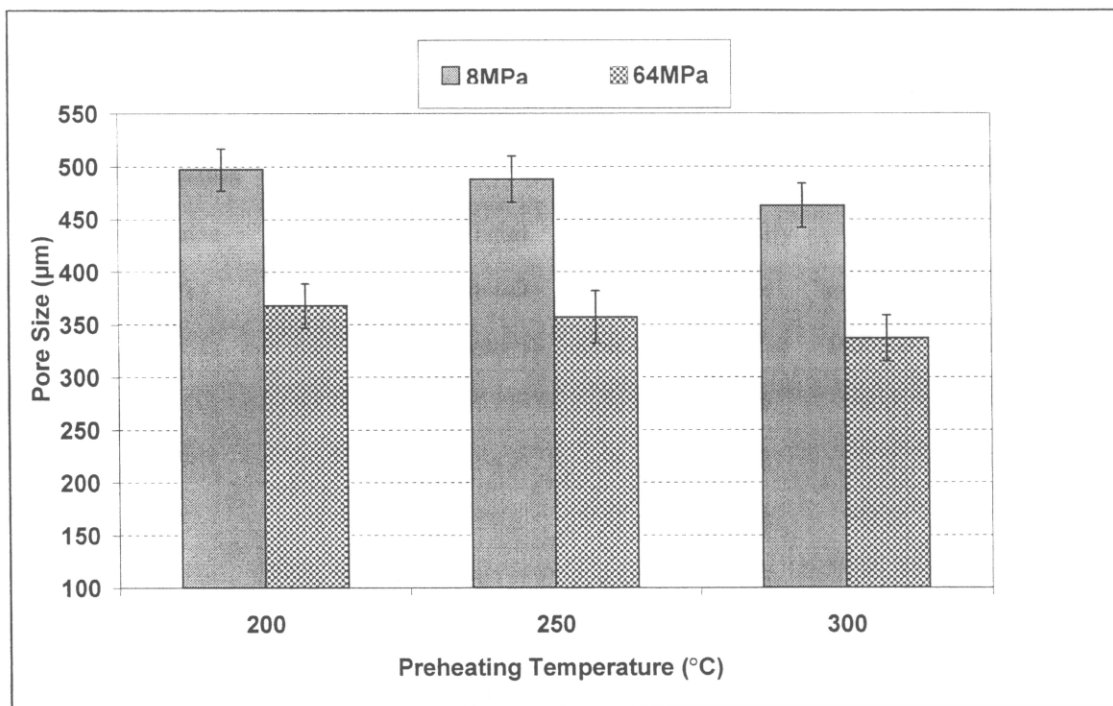
รูปที่ 3.11 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์ความพรุนและเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิด ที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8MPa และความดันก๊าซอาร์กอนที่ 138 kPa

ตารางที่ 3.6 ค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุน เปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิด ที่ภาวะแตกต่างกัน

Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Argon gas pressure in reactor					
		138 kPa			201 kPa		
		Total porosity (vol.%)	Open porosity (vol.%)	Porosity ratio (vol.%)	Total porosity (vol.%)	Open porosity (vol.%)	Porosity ratio (vol.%)
8	200	57.9	55.8	0.96	58.0	56.9	0.98
	250	56.8	55.4	0.98	57.2	55.6	0.97
	300	56.2	52.4	0.93	56.1	50.2	0.89
16	200	47.7	42.2	0.88	47.5	39.6	0.83
	250	46.5	41.1	0.88	46.7	36.6	0.78
	300	42.6	37.2	0.87	43.0	34.0	0.79
64	200	37.4	33.8	0.90	37.5	34.7	0.93
	250	35.8	33.5	0.94	34.8	31.8	0.91
	300	31.8	28.1	0.88	32.5	31.9	0.98

3.2.7 อิทธิพลของความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานกับอุณหภูมิในการอุ่นต่อขนาดรูพรุน (Pore size)

จากรูปที่ 3.12 และตารางที่ 3.7 พบว่าการเพิ่มความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานและอุณหภูมิในการอุ่นทำให้ขนาดรูพรุนลดลง เช่น ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานขึ้นงานที่ 8MPa และ 64MPa และที่อุณหภูมิการอุ่น 200°C 250°C และ 300°C เมื่อความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa ขนาดรูพรุนของขึ้นงานลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอุ่นและเพิ่มความดันในการขึ้นรูปขึ้นงาน พิจารณาที่ความดัน 8MPa ขนาดรูพรุนของขึ้นงานลดลงดังนี้ 497µm 488µm และ 463µm เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอุ่นเพิ่มจาก 200°C เป็น 250°C และ 300°C ตามลำดับ เนื่องจากการเพิ่มความดันในการขึ้นรูปขึ้นงานและการเพิ่มอุณหภูมิในการอุ่นทำให้การนำความร้อนของขึ้นงานดีขึ้น การยึดเกาะระหว่างอนุภาคแน่นขึ้นเมื่อโลหะเริ่มเกิดเฟสของเหลวในขณะที่สังเคราะห์



รูปที่ 3.12 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นที่มีผลต่อขนาดรูพรุนที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงานแตกต่างกันและความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa

ตารางที่ 3.7 ค่าขนาดรูพรุนที่ภาวะแตกต่างกัน

Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Pore size (µm)	
		Argon gas pressure in reactor	
		138 kPa	201 kPa
8	200	497 ± 20	510 ± 24
	250	488 ± 22	495 ± 19
	300	463 ± 21	477 ± 20
16	200	441 ± 25	452 ± 17
	250	432 ± 26	437 ± 18
	300	416 ± 20	425 ± 22
64	200	368 ± 21	382 ± 22
	250	357 ± 25	365 ± 23
	300	337 ± 22	346 ± 25

3.3 อิทธิพลของความดันก๊าซอาร์กอน

จากการศึกษาการสังเคราะห์ NiAl โดยวิธี SHS โดย Marin-Ayral และคณะ (2000) พบว่าการเพิ่มความดันก๊าซอาร์กอนจะช่วยปรับปรุงกระบวนการ SHS ให้ดีขึ้น โดยเฉพาะการเกิดเกิดปฏิกิริยา การเพิ่มความดันก๊าซอาร์กอนจะช่วยให้ เอนทัลปีลดลง ส่งผลให้อุณหภูมิอะเดียบาติก (Adiabatic temperature) ลดลงทำให้ชิ้นงานคงรูป ไม่เกิดการหลอมขณะเกิดปฏิกิริยา ความดันก๊าซอาร์กอนที่ใช้ในช่วง 50-500 MPa ค่าเอนทัลปี ที่ได้ลดลงดังตารางที่ 3.8 ภายใต้ภาวะที่ทำการศึกษา อุณหภูมิ 900 K ความดัน 50-500MPa ดังแสดงจากสมการเริ่มต้นดังนี้

$$\Delta_r H(T_0, P) = \Delta_r H(298, P_0) + \int_{298}^{T_0} \Delta C_p dT \dots\dots\dots 4.1$$

เมื่อปรับสมการจะได้สมการที่ใช้หาค่าเอนทัลปีดังนี้

$$\Delta_r H(900K, P) = -122,868.56 - [(1.03 \times 10^{-8})(P - P_0)] \dots\dots\dots 4.2$$

ตารางที่ 3.8 ค่าเอนทัลปีเมื่อเพิ่มความดันก๊าซอาร์กอน(Marin-Ayral et al., 2000)

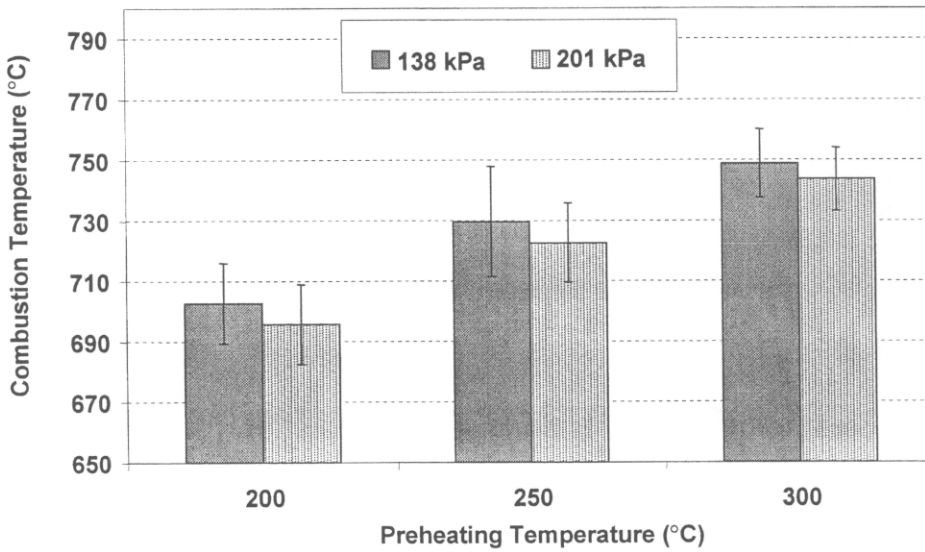
Argon gas pressure (MPa)	$\Delta_r H$ (900K,P)(kJ.mol ⁻¹)
50	-122.869
100	-122.869
200	-122.871
300	-122.871
400	-122.872
500	-122.873

เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่กำลังศึกษาอยู่ ซึ่งความดันก๊าซอาร์กอนที่ใช้ 138 kPa และ 201 kPa ค่าความดันก๊าซอาร์กอนที่ใช้น้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับของ Marin-Ayral และคณะ (2000)

3.3.1 อิทธิพลของความดันก๊าซอาร์กอนต่ออุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียม (T_c)

จากรูปที่ 3.13 พบว่าความดันก๊าซอาร์กอนในรีแอ็กเตอร์มีผลต่ออุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมเพียงเล็กน้อย กล่าวคือเมื่อความดันก๊าซอาร์กอนเพิ่มขึ้นจาก 138 kPa เป็น 201 kPa ทำให้อุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมลดลงเล็กน้อย เช่น ที่อุณหภูมิอุณหภูมิจนงาน 200°C ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa

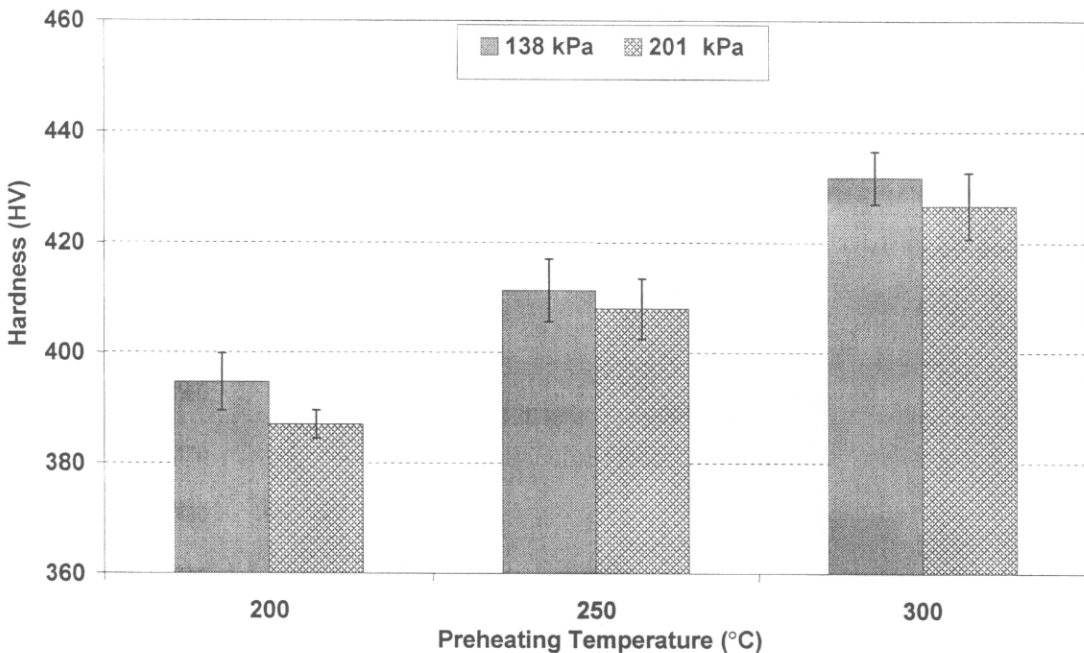
และ 201 kPa พบว่าค่าอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมเฉลี่ยมีค่าใกล้เคียงกันคือ 703°C และ 696°C เมื่ออุณหภูมิการอุ่นเพิ่มเป็น 250°C ค่าอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมที่ 138 kPa และ 201 kPa เป็น 730°C และ 723°C กล่าวคือความดันก๊าซอาร์กอนที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าเอนทัลปีของระบบลดลงเล็กน้อยเนื่องจากอุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมลดต่ำลง (ตารางที่ 3.8)



รูปที่ 3.13 การเปรียบเทียบระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นที่มีผลต่ออุณหภูมิการเผาไหม้ของปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียมที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 8MPa และความดันก๊าซอาร์กอนที่ 138 kPa และ 201 kPa

3.3.2 อิทธิพลของความดันก๊าซอาร์กอนต่อความแข็ง (Hardness)

จากรูปที่ 3.14 และตารางที่ 3.4 พบว่าความดันก๊าซอาร์กอนไนรีแอ็กเตอร์มีผลต่อความแข็งน้อยมาก กล่าวคือเมื่อความดันก๊าซอาร์กอนเพิ่มขึ้นจาก 138 kPa เป็น 201 kPa เช่น ที่อุณหภูมิการอุ่นชิ้นงาน 200°C พบว่าความแข็งเฉลี่ยต่างกันน้อยมาก คือ 395HV และ 387HV เมื่อพิจารณาแนวโน้มของค่าความแข็งเฉลี่ยที่ภาวะเดียวกันการเพิ่มความดันก๊าซอาร์กอนไนรีแอ็กเตอร์พบว่าผลที่ได้ไม่ต่างกัน



รูปที่ 3.14 การเปรียบเทียบระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นที่มีผลต่อค่าความแข็งที่ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงาน 8MPa และความดันก๊าซอาร์กอนที่ 138 kPa และ 201 kPa

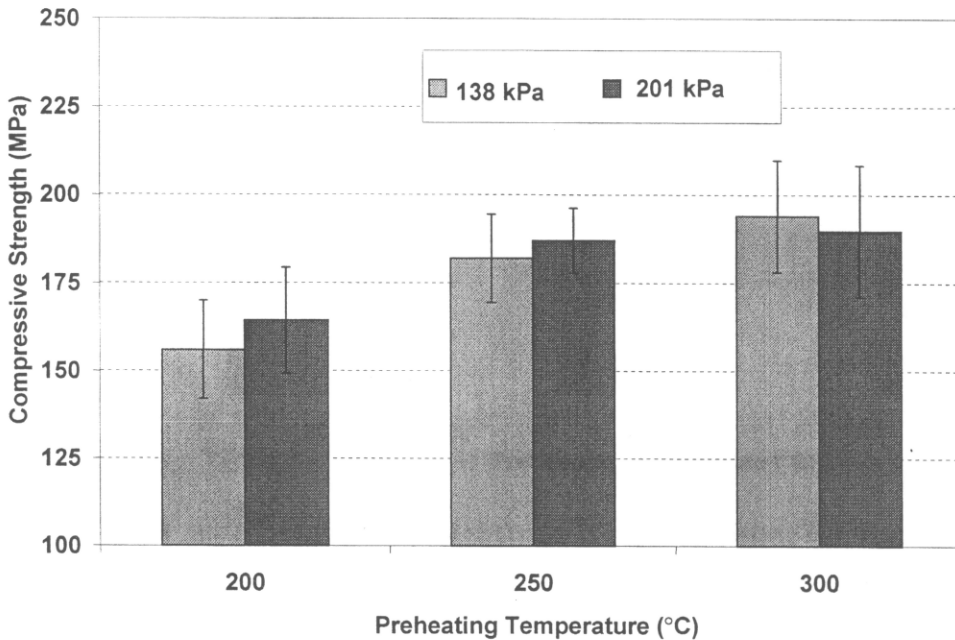
3.3.3 อิทธิพลของความดันก๊าซอาร์กอนต่อความแข็งแรง

จากรูปที่ 3.15 และตารางที่ 3.5 พบว่าความดันก๊าซอาร์กอนในรีแอ็กเตอร์มีผลต่อความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดน้อยมาก กล่าวคือเมื่อความดันก๊าซอาร์กอนเพิ่มขึ้นจาก 138 kPa เป็น 201 kPa ทำให้ความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียดแตกต่างกันเล็กน้อย เช่น ที่อุณหภูมิการอุ่นขึ้นงาน 200°C ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงาน 8MPa พบว่าความแข็งแรงเฉลี่ยมีค่าใกล้เคียงกันคือ 156MPa และ 164MPa เปอร์เซ็นต์ความเครียดเท่ากับ 4.84% และ 5.11%ตามลำดับ เมื่อพิจารณาที่ภาวะอุณหภูมิการอุ่นที่ 250°C ความแข็งแรงกดเฉลี่ยที่ได้เท่ากับ 182MPa และ 187MPa เปอร์เซ็นต์ความเครียดเท่ากับ 6.02% และ 6.14% ตามลำดับ แนวโน้มที่ได้ก็ไม่ต่างกันเมื่อทำการเปรียบเทียบที่ภาวะเดียวกันแต่เปลี่ยนความดันก๊าซอาร์กอน (จาก 138 kPa เป็น 201 kPa) กล่าวคือความดันก๊าซอาร์กอนที่เพิ่มขึ้นเพิ่มขึ้นจาก 138 kPa เป็น 201 kPa ไม่ได้ส่งผลต่อความแข็งแรงกดและเปอร์เซ็นต์ความเครียด

3.3.4 อิทธิพลของความดันก๊าซอาร์กอนต่อความพรุนและขนาดรูพรุน

จากการทดลองพบว่าค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนรวม เปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิด และขนาดรูพรุนไม่ได้ขึ้นอยู่กับอิทธิพลของความดันก๊าซ จากตารางที่ 3.6 พิจารณาที่ความดัน 8MPa พบว่าการเพิ่มความดันก๊าซอาร์กอนจาก 138 kPa เป็น 201 kPa ค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนรวม 57.9% และ 58.0% ค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนเปิด 55.8% และ 56.9% ตามลำดับ นอกจากนี้เมื่อพิจารณาถึงขนาดรูพรุน จากตารางที่ 3.7 ขนาดรูพรุนที่ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงาน 8MPa คือ 497 μm และ 510 μm ที่ภาวะอื่นก็เช่นเดียวกัน

ผลการทดลองที่ได้มีแนวโน้มคล้ายกัน พอจะสรุปได้ว่าการเพิ่มความดันก๊าซอาร์กอนจาก 138 kPa เป็น 201 kPa ที่ภาวะเดียวกันไม่ได้ทำได้ เปอร์เซ็นต์ความพูนรวม เปอร์เซ็นต์ความพูนเปิด และขนาดรูพูนแตกต่างกัน

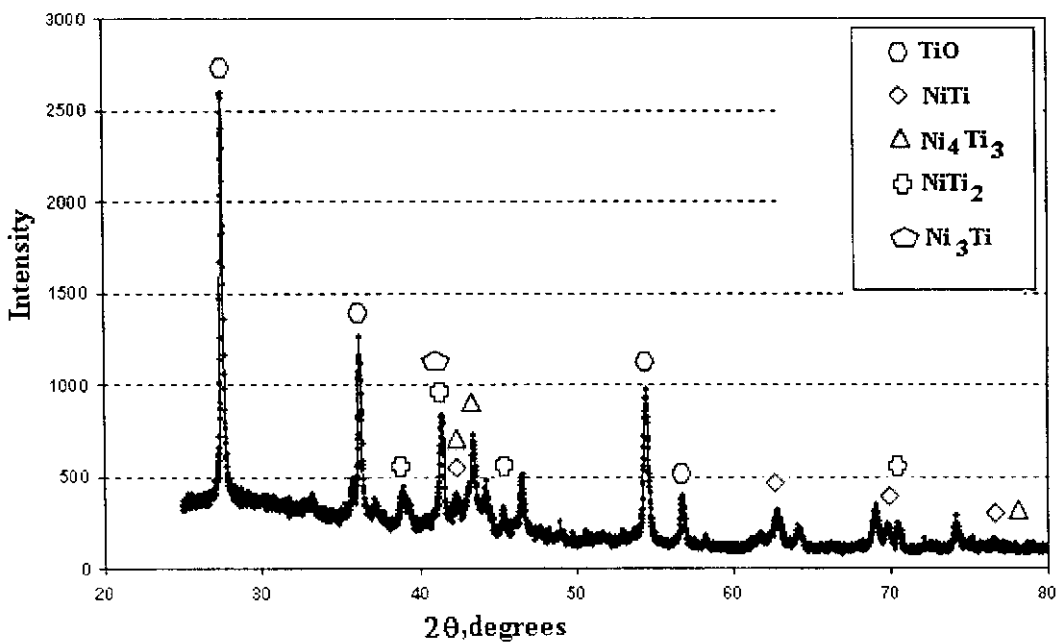


รูปที่ 3.15 การเปรียบเทียบระหว่างอุณหภูมิในการอุ่นที่มีผลต่อความแข็งแรงกดที่ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงาน 8MPa และความดันก๊าซอาร์กอนที่ 138 kPa และ 201 kPa

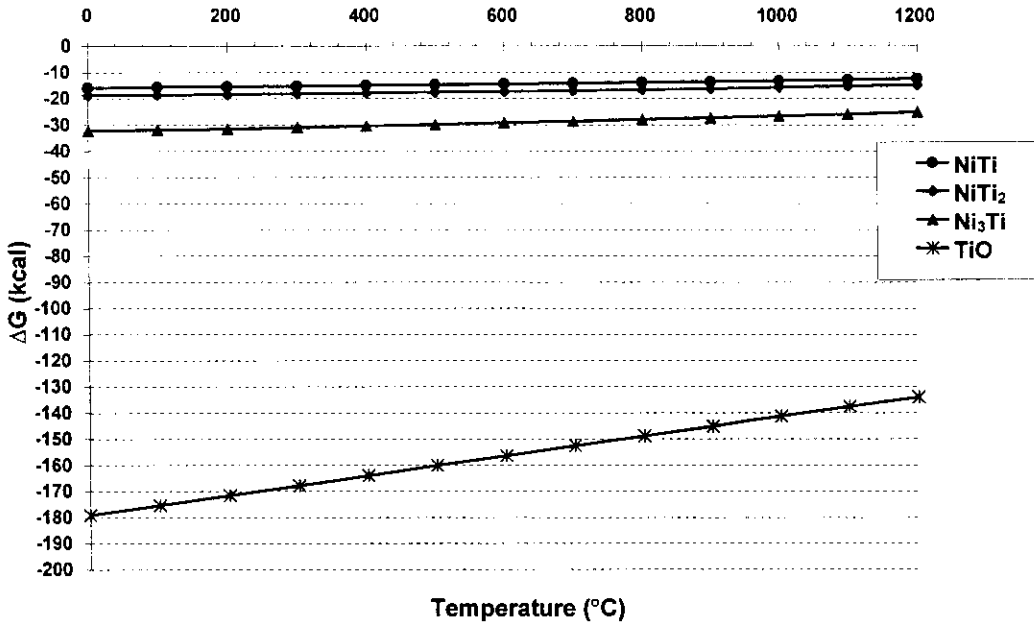
3.4 กระบวนการทางความร้อน (Heat treatment)

จากการทดลองพบว่า ชิ้นงานที่มีสมบัติใกล้เคียงกับกระดูกมนุษย์ที่สุด คือต้องใช้ความดันในการขึ้นรูปขึ้นงาน 16MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa และอุณหภูมิในการอุ่น 250°C จากข้อมูลการแพทย์ค่าความแข็งแรงในการรับแรงกดของกระดูก อยู่ในช่วง 190-256 MPa ความพูนอยู่ในช่วง 30-90% ขนาดรูพูนอยู่ในช่วง 100-500 μm นอกจากนี้ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการ SHS ต้องทำการผ่านกระบวนการทางความร้อน (Heat treatment) ซึ่งเป็นการปรับสภาพเพื่อให้ชิ้นงานมีอุณหภูมิการเกิดโครงสร้างออสเทนไนต์เริ่มต้น (A_s) ออสเทนไนต์สิ้นสุด (A_f) มาร์เทนไซต์เริ่มต้น (M_s) และมาร์เทนไซต์สิ้นสุด (M_f) อยู่ในช่วงการทำงานภายในร่างกาย ถึงแม้ว่าค่าความแข็งแรงกดที่ได้จากการทดลองสูงและความเครียดที่จุดสูงสุดต่ำกว่ากระดูก แต่การผ่านกระบวนการทางความร้อนจะช่วยให้ค่าความแข็งแรงกดลดลงและเพิ่มค่าความเครียดที่จุดสูงสุดให้ใกล้เคียงกับกระดูกมากขึ้น จึงจะสามารถนำมาใช้เป็นกระดูกเทียมได้ สำหรับชิ้นงานที่มีสมบัติดีที่สุดจากการทดลองคือ 16MPa-138 kPa-250°C เมื่อผ่านกระบวนการทางความร้อน (บทที่ 2) นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่ามีเฟสที่เกิดขึ้นดังนี้ TiO , NiTi_2 , Ni_4Ti_3 , Ni_3Ti และ NiTi จากการคำนวณโดยใช้โปรแกรมทางด้านเทอร์โมไดนามิกส์ (HSC) โดยพิจารณา

ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับพลังงานกิ๊บส์ พบว่าโอกาสที่จะเกิดสารประกอบของแต่ละเฟสไม่เท่ากัน ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและพลังงานกิ๊บส์ ดังรูปที่ 3.16 เฟสที่เกิดเป็นสารประกอบง่ายที่สุดคือ TiO, Ni₃Ti, NiTi₂ และ NiTi หรืออาจกล่าวได้ว่ายิ่งพลังงานกิ๊บส์มีค่าลบยิ่งมากการเกิดปฏิกิริยาของเฟสนั้นจะเกิดได้ง่ายที่สุด Chu และคณะ (2006) พบว่า เฟส NiTi₂ เป็นเฟสที่เสถียรที่อุณหภูมิสูงมาก ดังนั้นเมื่อผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิสูง (1050 °C) นาน 4 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นภายในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน หลังจากนั้นทำการบ่มที่อุณหภูมิ 450 °C นาน 1 ชั่วโมง โดยทั้งสองขั้นตอนใช้อัตราอุณหภูมิ 10 °C/min อัตราก๊าซอาร์กอน 4.5 l/min เฟส NiTi₂ มีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ส่วนเฟส NiTi และ Ni₄Ti₃ เกิดการแพร่ของอะตอม निकเกิดและไทเทเนียมกลายเป็นเฟสใหม่ คือ Ni₃Ti และ TiO (ในกรณีที่มีก๊าซ O₂ ในระบบ) สำหรับเฟส TiO ไทเทเนียมเกิดการแพร่ที่อุณหภูมิสูงรวมตัวกับก๊าซออกซิเจน (O₂) ที่อยู่ในท่อของเตาเผาทำให้เกิด TiO ขึ้นมา (รูปที่ 3.16) เมื่อทำการคำนวณเปอร์เซ็นต์ปริมาณสารประกอบต่างๆหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนพบว่าเฟส NiTi และ Ni₄Ti₃ ลดลง เฟส NiTi₂ ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง ส่วนเฟส Ni₃Ti และ TiO เป็นเฟสที่เกิดขึ้นหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อน ดังแสดงในตารางที่ 3.9 ในทางปฏิบัติเฟส TiO จะถูกควบคุมได้ด้วยการระมัดระวังอย่างเข้มงวด



รูปที่ 3.16 ผลวิเคราะห์ XRD ที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 16MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa และอุณหภูมิในการอุ่น 250 °C หลังผ่านกระบวนการทางความร้อน



รูปที่ 3.17 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับพลังงานกิบ (Gibbs energies) ของการเกิดสารประกอบระหว่างนิกเกิลกับไทเทเนียม

ตารางที่ 3.9 ปริมาณสารประกอบต่างๆที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 16MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa และอุณหภูมิในการอุ่น 250°C หลังผ่านกระบวนการทางความร้อน

Compaction pressure (MPa)	Preheating temperature (°C)	Compounds				
		Argon gas pressure in reactor 138 kPa				
		NiTi (%)	Ni ₄ Ti ₃ (%)	NiTi ₂ (%)	Ni ₃ Ti (%)	TiO** (%)
16*	250*	65.18*	23.32*	11.50*	0	0
16	250	36.35	17.21	11.53	13.84	21.06

* ปริมาณสารประกอบต่างๆก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน

** เป็นเฟสที่ป้องกันไม่ให้เกิดได้ โดยการควบคุมให้ชิ้นงานอยู่ภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย

3.5 สมบัติการเปลี่ยนเฟสของวัสดุจำรูปนิกเกิลไทเทเนียมที่สังเคราะห์ได้

สมบัติที่สำคัญของโลหะจำรูปนิกเกิลไทเทเนียม คือความสามารถเปลี่ยนแปลงรูปร่างและกลับมาสู่รูปร่างเดิม ขึ้นอยู่กับการเปลี่ยนโครงสร้างภายในของเนื้อโลหะ เฟสออสเทนไนต์และมาร์เทนไซต์ อย่างที่กล่าวไปแล้วในบทที่ 2 ซึ่งสามารถทราบได้จากการวิเคราะห์ด้วย Differential scanning

calorimeter (DSC) เพื่อหาอุณหภูมิการเกิดโครงสร้างออสเทนไนต์เริ่มต้น (A_s) ออสเทนไนต์สิ้นสุด (A_f) มาร์เทนไซต์เริ่มต้น (M_s) และมาร์เทนไซต์สิ้นสุด (M_f)

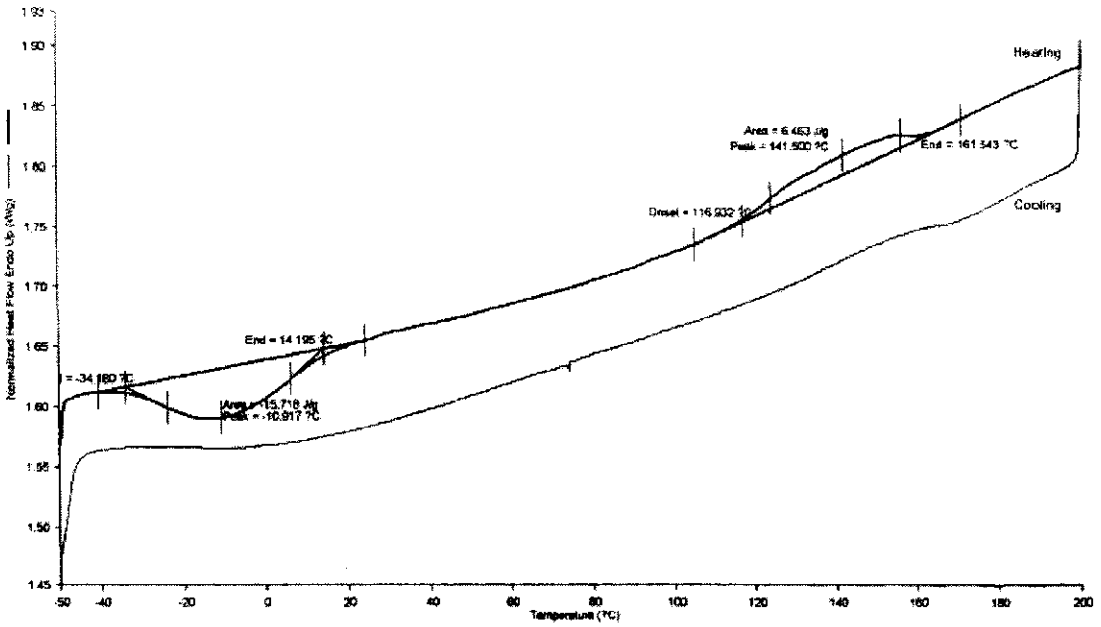
สำหรับชิ้นงานที่มีสมบัติดีที่สุด (16MPa-138 kPa-250°C) หลังจากกระบวนการ SHS เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย DSC พบว่าจะเป็นแบบ Two-stage transformation เมื่อพิจารณากราฟของการเพิ่มความร้อน (Heating) ค่าของอุณหภูมิ $A_s=116.9^{\circ}\text{C}$ และ $A_f=161.5^{\circ}\text{C}$ ค่า $\Delta H=6.5\text{ J/g}$ การเปลี่ยนเฟสจากออสเทนไนต์ไปเป็นมาร์เทนไซต์ จะเกิด R-phase ระหว่างกลาง (Otsuka and Wayman, 1999) การเปลี่ยนเฟสจะเริ่มจาก $R'_s = -34.2^{\circ}\text{C}$ และสิ้นสุดที่ $R'_f=14.2^{\circ}\text{C}$ เมื่อพิจารณากราฟของการเย็นตัว (Cooling) ลักษณะกราฟเรียบไม่เกิดการดูดและการคายความร้อน ไม่มีค่าอุณหภูมิ M_s และ M_f ดังรูปที่ 3.18 และสรุปเป็นตารางที่ 3.10 หลังจากนั้นนำชิ้นงานอันเดิมผ่านกระบวนการทางความร้อน (การอบละลายและการบ่ม) นำไปวิเคราะห์ด้วย DSC พบว่าสัญญาณ เป็นแบบ Two-stage transformation เช่นกัน เมื่อพิจารณากราฟของการเพิ่มความร้อนพบว่าก่อนการเปลี่ยนเฟสจากมาร์เทนไซต์ไปเป็นออสเทนไนต์ จะเกิด R-phase ที่อุณหภูมิ $R'_s = -14.55^{\circ}\text{C}$ และสิ้นสุดที่ $R'_f=1.01^{\circ}\text{C}$ และค่าของอุณหภูมิ $A_s=31.2^{\circ}\text{C}$ และ $A_f=46.1^{\circ}\text{C}$ ค่า $\Delta H=5.8\text{ J/g}$ และเมื่อพิจารณากราฟของการเย็นตัว การเปลี่ยนเฟสจากออสเทนไนต์ไปเป็นมาร์เทนไซต์จะเกิดเฟส R (R-phase) ระหว่างกลางเช่นกัน การเปลี่ยนเฟสจะเริ่มจาก $R_s = 44.6^{\circ}\text{C}$ และสิ้นสุดที่ $R_f=18.1^{\circ}\text{C}$ ในขณะที่ $M_s=10.3^{\circ}\text{C}$ และ $M_f = -24.5^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ ดังรูปที่ 3.19 และสรุปเป็นตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 การเปรียบเทียบอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสหลังจากกระบวนการ SHS และหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนที่วิเคราะห์ด้วย DSC

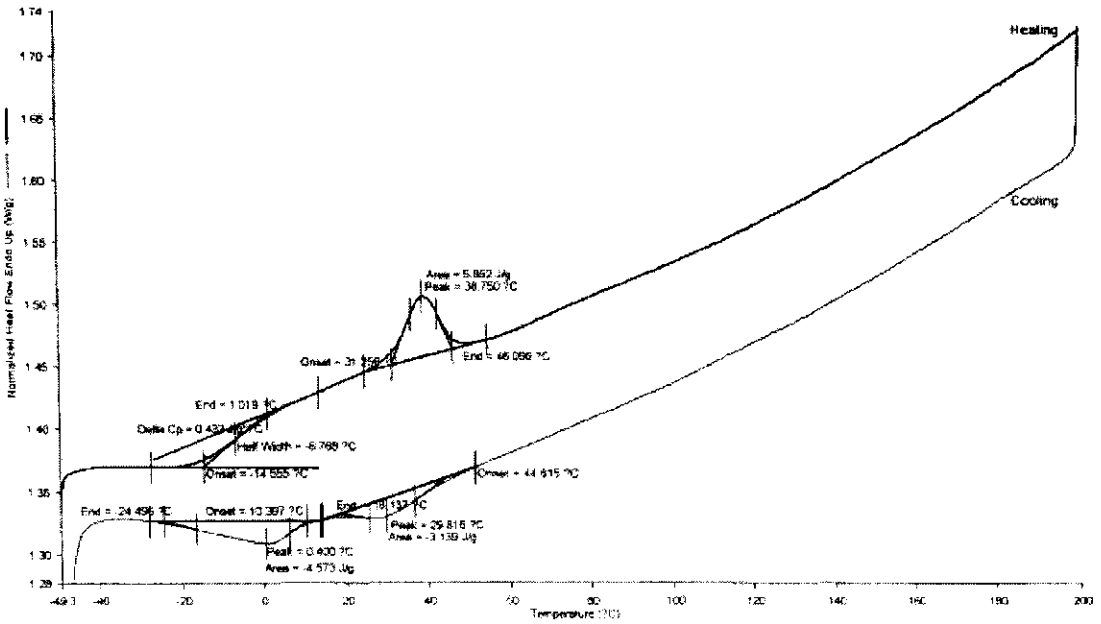
Condition	Cooling ($^{\circ}\text{C}$)		(J/g)	Heating ($^{\circ}\text{C}$)		(J/g)
	M_s	M_f	ΔH	A_s	A_f	ΔH
After SHS	-	-	-	116.9	161.5	6.5
After solution treatment and Aging	10.3	-24.5	-3.1	31.2	46.1	5.8
อุณหภูมิที่ใช้ในร่างกาย*	-	>5	-	-	< 37	-

*<http://herkules.oulu.fi/>

จากผลสรุปในตารางที่ 3.10 รูปที่ 3.18 และ 3.19 พบว่าชิ้นงานหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน (ทำการอบละลายและการบ่ม) มีผลทำให้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของออสเทนไนต์ลดลง



รูปที่ 3.18 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของชิ้นงานหลัง SHS ที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 16MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa และอุณหภูมิในการอุ่น 250°C



รูปที่ 3.19 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของชิ้นงานหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนที่ความดันในการขึ้นรูปชิ้นงาน 16MPa ความดันก๊าซอาร์กอน 138 kPa และอุณหภูมิในการอุ่น 250°C