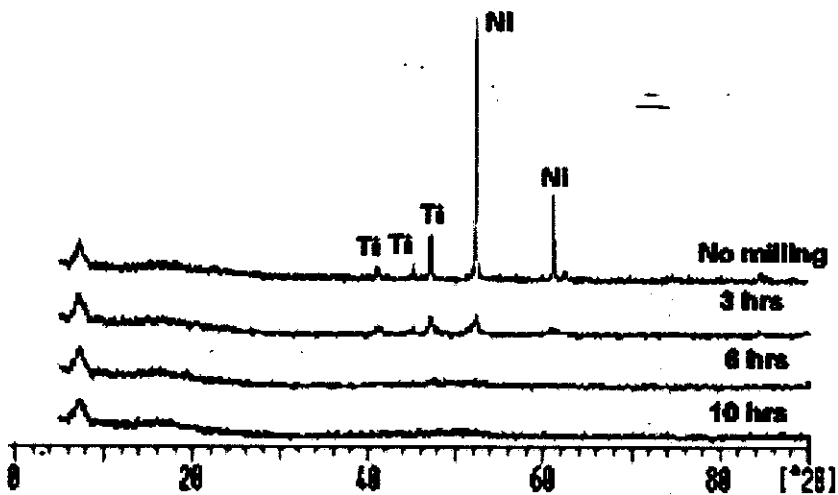


บทที่ 3

ผลการวิจัยและบทวิจารณ์

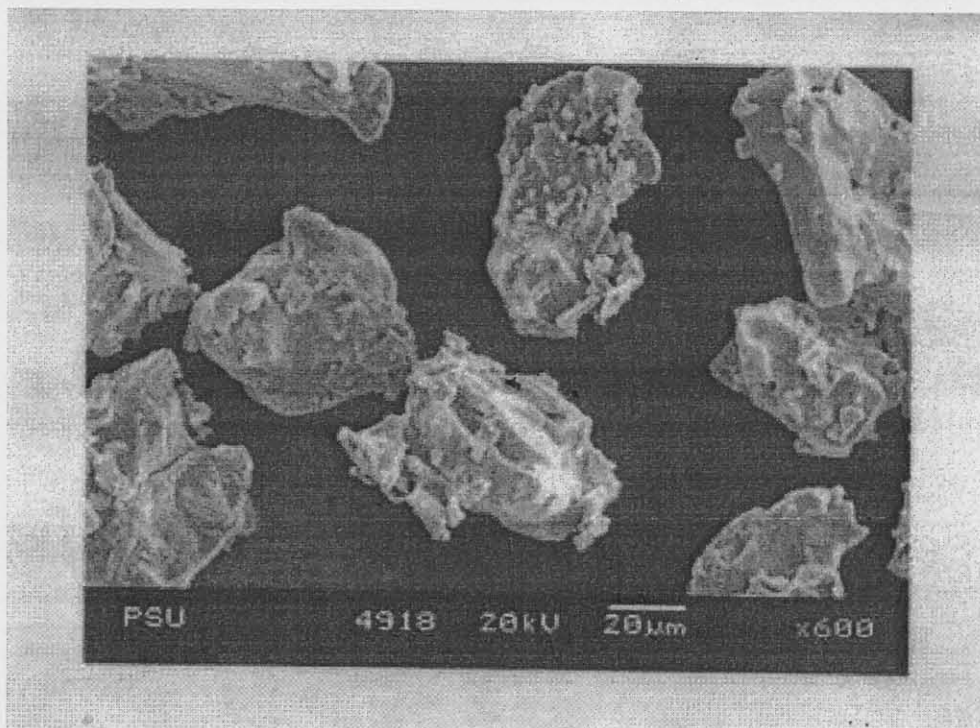
3.1 ผลของเวลาการบดส่วนผสมผงโลหะนิกเกิล และไทเทเนียม

จากรูปที่ 1 แสดงผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของการบดตั้งแต่ 0 – 10 ชั่วโมง ผงโลหะนิกเกิล (Ni) กับไทเทเนียม (Ti) ซึ่งพบว่าหลังจากบดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง Peak ของ Ni กับ Ti จะลดลงและกว้างขึ้นเรื่อย ๆ จนถึงเวลาบด 6 ชั่วโมงเป็นต้นไปจะไม่เห็น Peak ของ Ni กับ Ti ซึ่งกลายเป็นเฟสอสัณฐาน (Amorphous phase) เป็นเพราะ Crystallite size มีขนาดลดลง และเกิดการบิดเบี้ยวของ แลตทิซ เนื่องจากเกิดความเครียดสูง (High strain) ในขณะบดเมื่อถูกบอลกระแทกกับผงโลหะ จึงส่งผลให้ไม่สามารถตรวจพบเฟสใด ๆ ได้เมื่อเวลาบดนานขึ้น

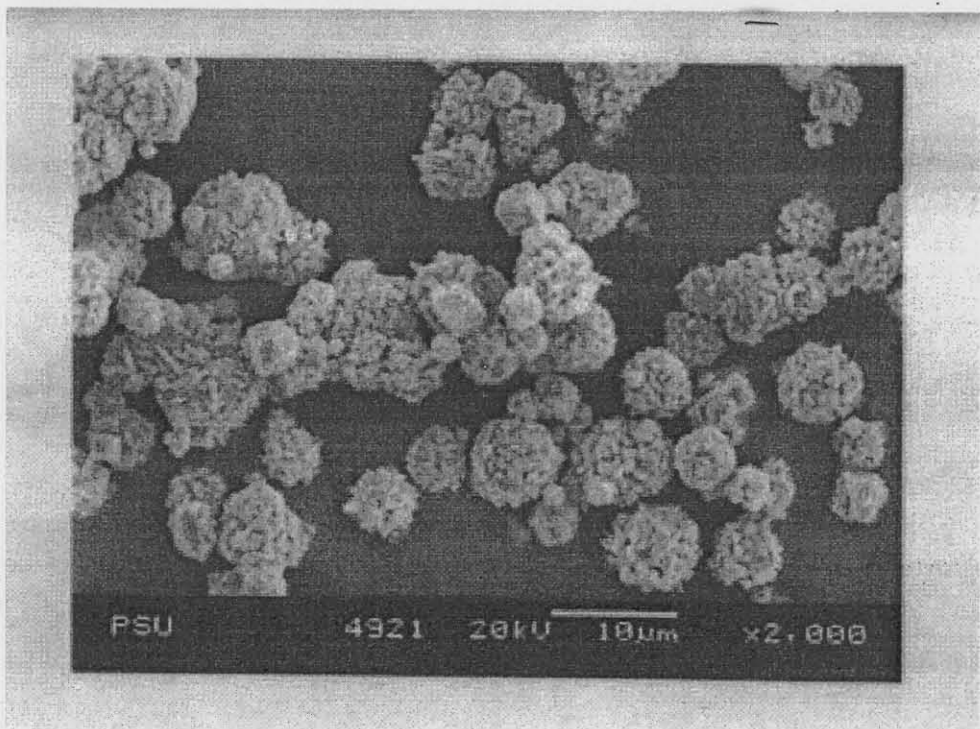


รูปที่ 3.1 ผลวิเคราะห์ XRD ของเวลาบด 0, 3, 6 และ 10 ชั่วโมง

ลักษณะของผงโลหะ Ti ก่อนบดแสดงดังรูปที่ 3.2(a) จะเห็นว่า มีรูปร่างไม่แน่นอน (Irregular shape) ส่วนของ Ni (รูปที่ 3.2 b) จะมีลักษณะเป็นทรงกลมเล็กเกาะกลุ่มกัน โดยผงโลหะทั้งสองมีลักษณะและขนาดที่แตกต่างกัน แต่เมื่อเวลาบดผ่านไป 3 ชั่วโมง (รูปที่ 3.2 c) ผงโลหะรวมตัวจับกันเป็นก้อนเนื่องจากโค่นกระแทกจากลูกบอลจนเกิดการเชื่อมเย็น (Cold welding) และเมื่อบดเป็นเวลา 6 และ 10 ชั่วโมง (รูปที่ 3.2 d และ e) ตามลำดับ ผงโลหะมีรูปร่างไม่แน่นอนซึ่งเกิดจากการเชื่อมเย็นของ ผงโลหะ

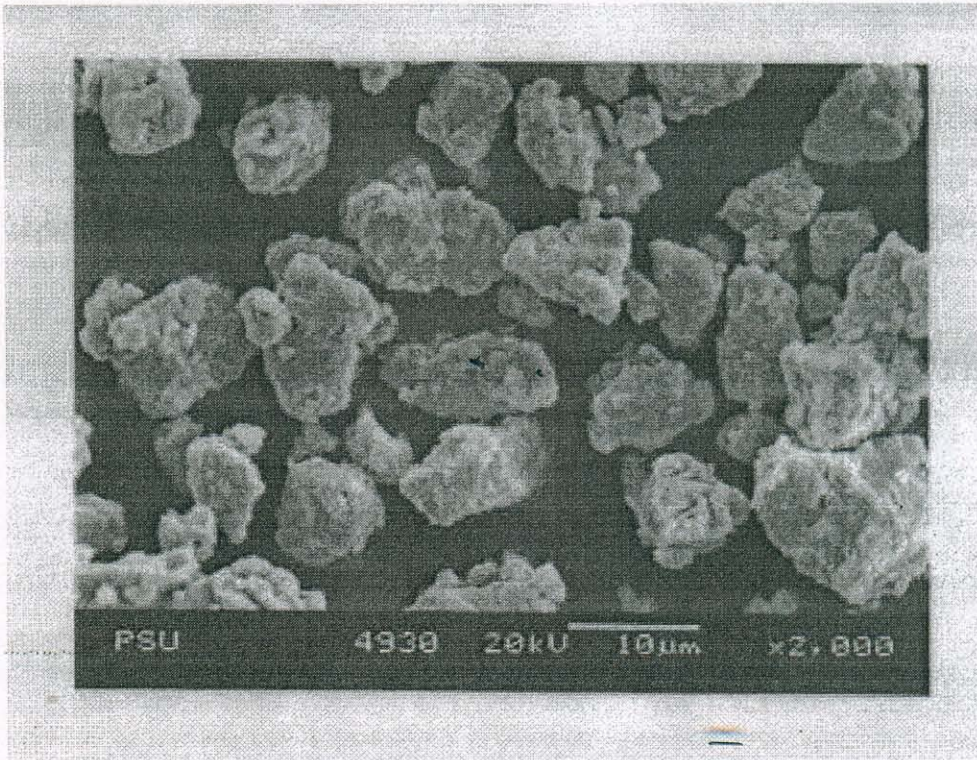


a)

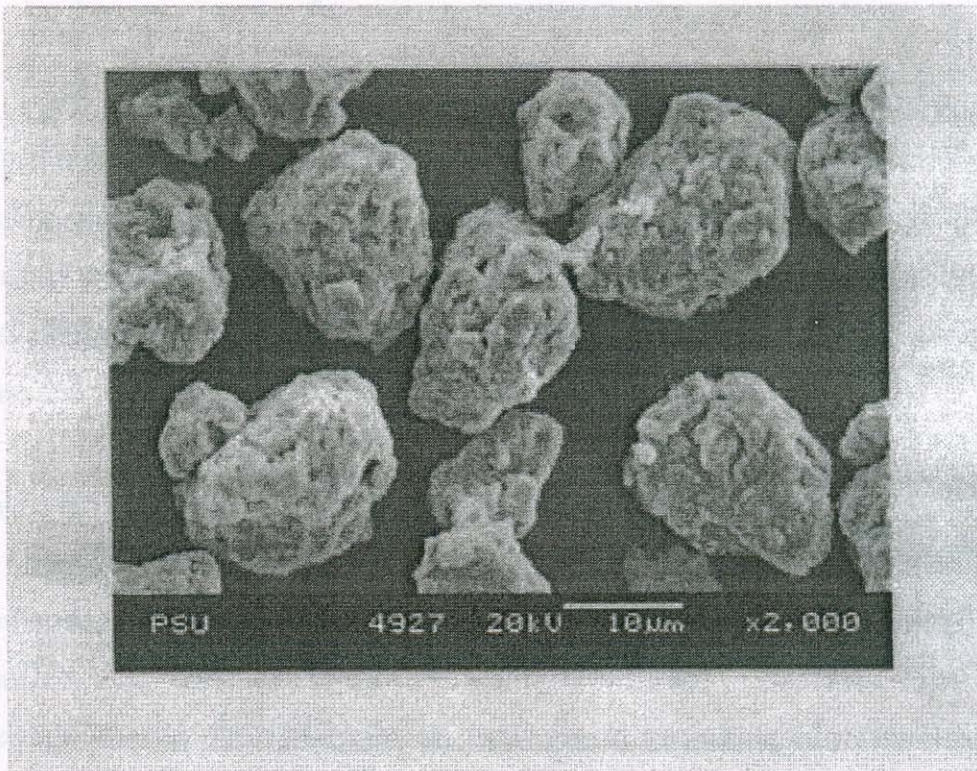


b)

รูปที่ 3.2 (a) ลักษณะรูปร่างของผงโลหะ Ti (b) ลักษณะรูปร่างของผงโลหะ Ni

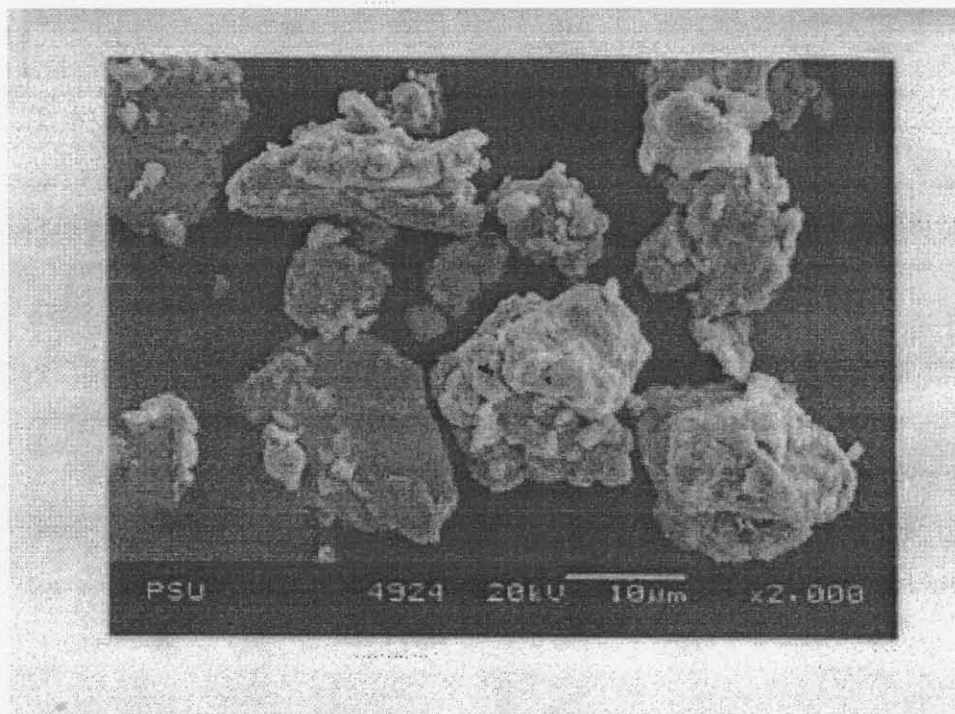


c)



d)

รูปที่ 3.2 (c) ลักษณะรูปร่างของผงโลหะ Ni-Ti ที่ผ่านการบด 3 ชั่วโมงและ
(d) ลักษณะรูปร่างของผงโลหะ Ni-Ti ที่ผ่านการบด 6 ชั่วโมง



e)

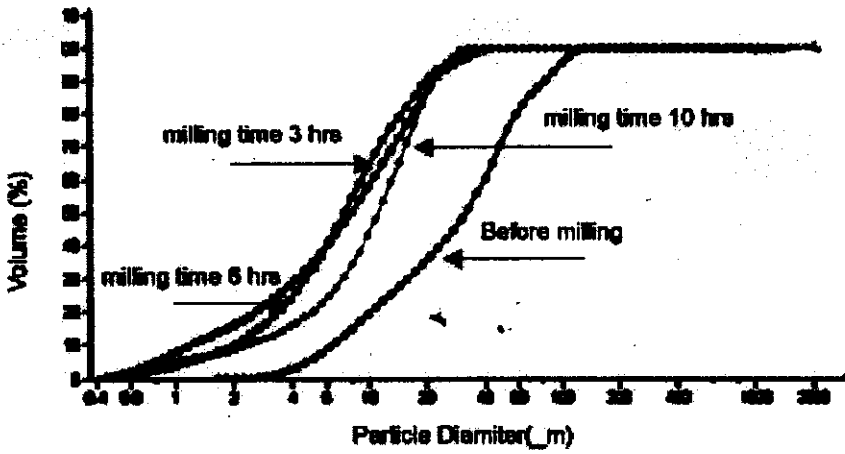
รูปที่ 3.2 (e) ลักษณะรูปร่างของผงโลหะ Ni-Ti ที่ผ่านการบด 10 ชั่วโมง

รูปที่ 3.3 เป็นการวัดกระจายอนุภาคผงโลหะ Ni-Ti ก่อนอบสinter ซึ่งจะพบว่าขนาดของผงโลหะเมื่อผ่านเวลาบด 3 ชั่วโมงจะมีขนาดประมาณ 6 μm (Median size) ในส่วนของเวลาบด 6 และ 10 ชั่วโมงจะมีขนาดผงโลหะในช่วง 6 – 10 μm เมื่อดูจากรูปที่ 3.3 ผงโลหะจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาบดเพิ่มขึ้น เนื่องจากผงโลหะถูกกระแทกทำให้เกิดการเชื่อมเยื้องกันทำผงโลหะติดกัน และมีขนาดใหญ่มากขึ้น และอีกเหตุผลหนึ่งคือมีการใส่ Stearic acid เข้าไปกับผงโลหะเพื่อป้องกันการติดผนังหม้อบด ของผงโลหะทำให้ Stearic acid รวมตัวกับผงโลหะทำให้ผงโลหะมีขนาดใหญ่มากขึ้น

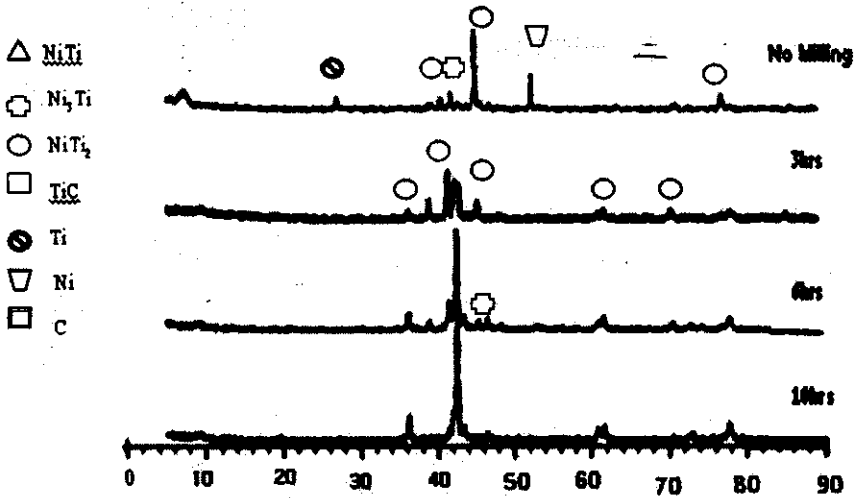
3.2 ผลของอุณหภูมิและเวลาในการอบสinterต่อการเกิดเฟส NiTi

3.2.1 การอบสinter ในช่วงอุณหภูมิต่ำ

เมื่อนำผงที่บดผสมแล้วไปอบสinter ที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อสังเคราะห์ให้ได้เฟส NiTi จากรูปที่ 3.4 จะเห็นว่าเมื่อมีเฟส Ti, Ni₃Ti, NiTi₂ และ Ni เกิดขึ้นของอุณหภูมิอบสinter 800 °C เวลา 1 ชั่วโมง จะเห็นว่าผงโลหะที่ไม่ผ่านการบด เมื่อนำไปอบสinter จะมีเฟส Ni และ Ti หลงเหลืออยู่ เนื่องจากผงโลหะระหว่าง Ni กับ Ti ยังไม่ผสมกันไม่รวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน ที่เวลาอบสinter 1 ชั่วโมง ยังไม่เกิดเฟส NiTi ใดๆก็ตามเฟส NiTi จะเกิดขึ้นเมื่ออบสinter 2 ชั่วโมงดังรูปที่ 3.5



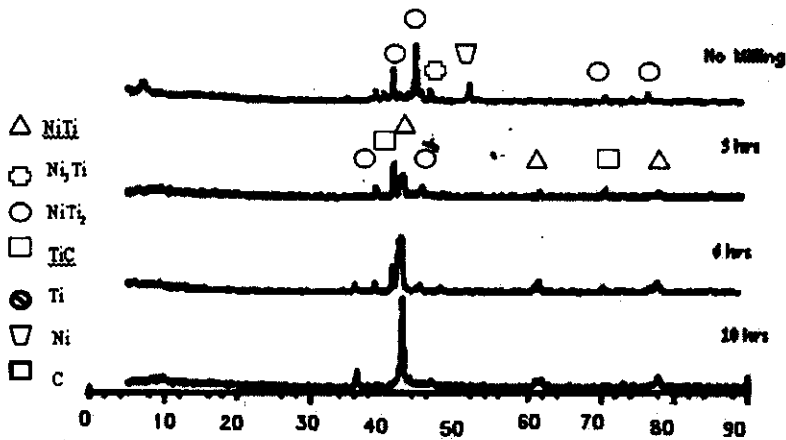
รูปที่ 3.3 การกระจายขนาดอนุภาคของผงโลหะ Ni-Ti ก่อนอบผืนึก



รูปที่ 3.4 ผลวิเคราะห์ XRD ของเวลาบด 0, 3, 6 และ 10 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผืนึก 800 °C เวลาอบผืนึก 1 ชั่วโมง

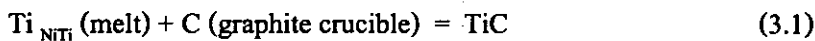
จากรูปที่ 3.5 เฟสที่เกิดขึ้นคือ NiTi₂, Ni₃Ti, Ni, NiTi และ TiC เมื่อระยะเวลาอบผืนึกเพิ่มขึ้นเป็น 2 ชั่วโมงจะมีเฟส NiTi และ TiC เกิดขึ้นเนื่องจากเมื่อเวลาอบผืนึกเพิ่มขึ้น จะเกิดการแพร่ของอะตอมระหว่าง Ni กับ Ti ทำให้เกิดเฟส NiTi ขึ้น ค่า ΔG ที่อุณหภูมิ 1023-1223 K เท่ากับ -155.6 ~ -184.1 kJ mol⁻¹ ตามลำดับ ในขณะที่ค่า ΔG ที่อุณหภูมิ 1023-1223 K สำหรับเฟส Ti₂Ni และ Ni₃Ti

เท่ากับ $-220.0 \sim -262.4 \text{ kJ mol}^{-1}$ และ $-319.0 \sim 377.3 \text{ kJ mol}^{-1}$ ตามลำดับ (Bing-Yun Li et al., 1998) สำหรับเฟส TiC จะเกิดจากคาร์บอน(C) ที่อยู่ในแผ่นรองชิ้นงานกราไฟต์ (Graphite) และ Stearic acid แพร่มาผสมกับ Ti กลายเป็นเฟส TiC ขึ้น



รูปที่ 3.5 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่เวลาบด 0, 3, 6 และ 10 ชั่วโมง อุณหภูมิอบแห้ง 800 °C เวลาอบแห้ง 2 ชั่วโมง

จากการการคำนวณค่าทางเทอร์โมไดนามิกส์พบว่ามีความเป็นไปได้สูงที่จะเกิดเฟส TiC เมื่อ NiTi หลอมสัมผัสกับกราไฟต์ตามปฏิกิริยาดังนี้



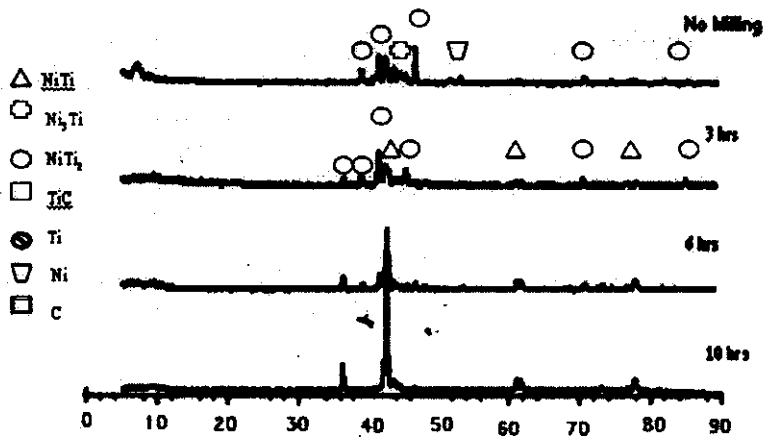
ค่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานของกิบส์(Gibbs free energy change, ΔG) สำหรับปฏิกิริยานี้ในช่วงอุณหภูมิ 1155-2000 K คือ

$$\Delta G^\circ = -186.6064 + 13.22144 \cdot (T/1000) \quad \text{kJmol}^{-1} \quad (3.2)$$

จากสมการนี้ถ้าสมมติค่า Activity = 1 สำหรับกราไฟต์และ TiC บริสุทธิ์ในสมการด้านบนค่า ΔG สำหรับปฏิกิริยาดังกล่าวคือ

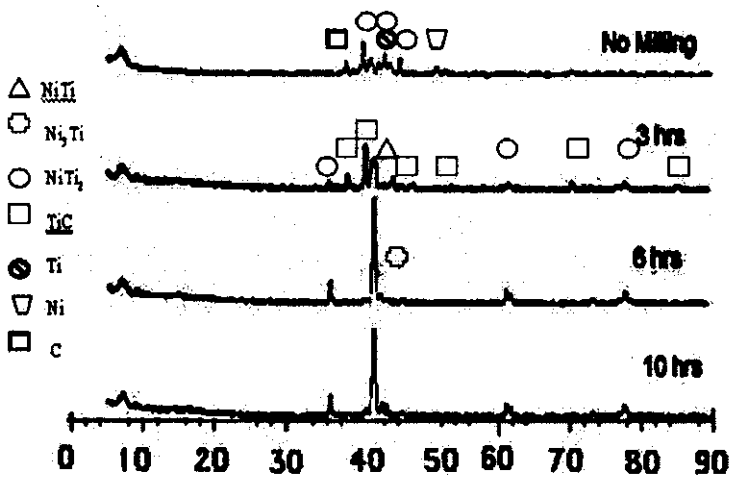
$$\Delta G = \Delta G^\circ - RT \ln(a_{\text{Ti}}) \quad (3.3)$$

และจากการคำนวณพบว่าค่า ΔG ที่อุณหภูมิ 1773 K สำหรับ Equiatomic NiTi melt เท่ากับ -114 kJ mol^{-1} (Zhang et al., 2005) ซึ่งแสดงถึงพันธะที่เกิดขึ้นระหว่าง Ni กับ Ti สูงก็ตามก็ยังมีแรงผลักดันที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาเป็น TiC ได้อีกเพราะค่า ΔG นี้ยังมีค่าติดลบอยู่ (Zhang et al., 2005) เฟส TiC ที่เกิดขึ้นไม่เกิน 10 % จะมีผลต่อ Two way effect ของวัสดุจํารูป NiTi เล็กน้อย (Johansen et al., 1999)



รูปที่ 3.6 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่เวลาบด 0, 3, 6 และ 10 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผึ่ง 900°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

การเพิ่มอุณหภูมิอบผึ่งให้สูงขึ้นเป็น 900°C ทำให้เกิดการแพร่ได้เร็วยิ่งขึ้นเพราะมีพลังงานกระตุ้นมากขึ้น จะเห็นว่าการอบผึ่งโดยใช้เวลาเพียง 1 ชั่วโมงของตัวอย่างที่บดผสมเป็นเวลาต่างๆ ทำให้เกิดเฟสที่ต้องการได้ เช่นเดียวกับเฟสอื่นๆ ที่เกิดร่วมกันคือ NiTi_2 , Ni และ Ni_3Ti เพราะเมื่อพิจารณาค่าทางเทอร์โมไดนามิกส์แล้วพบว่าค่าพลังงานอิสระของเฟสดังกล่าวนี้มีค่าน้อยกว่าของเฟส NiTi ซึ่งเกิดขึ้นได้ง่ายกว่าเมื่ออยู่ในภาวะที่อบผึ่งที่อุณหภูมิเดียวกัน (Bing-Yun Li et al., 1998)



รูปที่ 3.7 ผลวิเคราะห์ XRD ของเวลาบด 0, 3, 6 และ 10 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผึ่ง 900°C เวลาอบผึ่ง 2 ชั่วโมง

จากรูปที่ 3.7 จะเห็นว่ามีเฟส C เกิดขึ้นด้วย ซึ่งเกิดขึ้นจากเฟส TiC ของสมการที่ (3.1) จะสลายตัวและผันกลับเมื่อมีเฟส C ละลายอยู่ในปริมาณที่น้อย (Zhang et al., 2005) จากตารางที่ 3.1 พบว่าผงโลหะที่ไม่ผ่านการบดเมื่อนำไป อบผนึก จะไม่เกิดเฟส NiTi ทุกการทดลองเนื่องจากผงโลหะที่ไม่ผ่านการบดนั้นผงอนุภาคของนิกเกิลกับไทเทเนียมยังไม่ผสมกันยังแยกกันอยู่เมื่อ อบผนึก ทำให้เกิดการแพร่ที่ไม่สมบูรณ์จึงไม่เกิดเป็นเฟส NiTi และเฟส NiTi ที่ดีที่สุดจะเกิดขึ้นที่ เวลาบด 6 ชั่วโมง อบผนึกที่ อุณหภูมิ 900 กับ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเนื่องจากเฟส NiTi จะมี 2 โครงสร้างคือ Body centered cubic (B2) กับ Monoclinic (B19') ในส่วนของเฟส NiTi₂ จะเกิดที่เวลาบด 3 และ 6 ชั่วโมง และเฟส Ni₃Ti จะเกิดที่เวลาบด 10 ชั่วโมงซึ่งการเกิดเฟส NiTi, NiTi₂ และ Ni₃Ti จะขึ้นอยู่กับพลังงานที่กระตุ้นในขั้นตอนการบด ซึ่งจะส่งผลต่อการเกิดเฟสเหล่านี้คือ ถ้าขั้นตอนการบดมีพลังงานมากทำให้เกิดอสังฐานขึ้นเมื่อ อบผนึก ทำให้เกิดเฟส Ni₃Ti มาก ดังเช่นการ บดที่ 10 ชั่วโมง

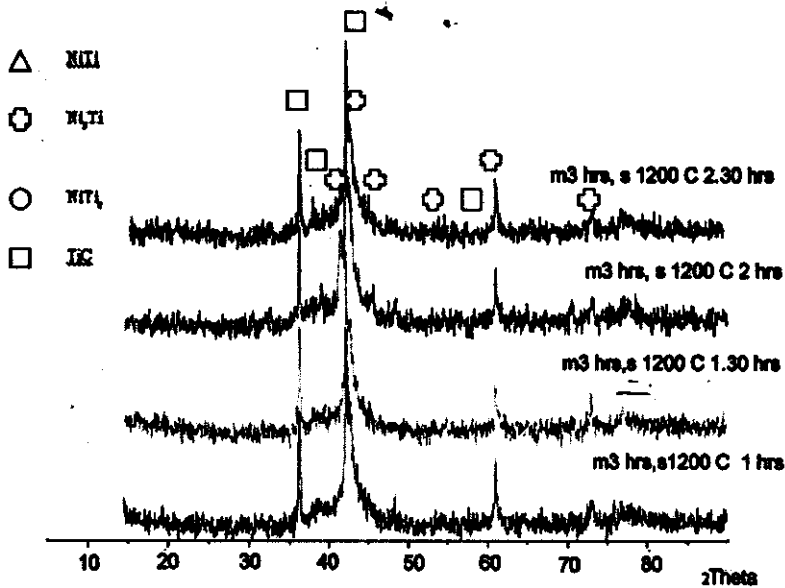
ตารางที่ 3.1 สรุปผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของเวลา อบผนึก ณ อุณหภูมิ 800, 900 และ 1000 °C

Milling time		No milling		3 hrs		6 hrs		10 hrs	
Sintering time		1 hr	2 hrs	1 hr	2 hrs	1 hr	2 hrs	1 hr	2 hrs
Temp.									
800 °C	a	Ti ₂ Ni Ni ₃ Ti Ti, Ni	Ti ₂ Ni Ni ₃ Ti Ni	NiTi ₂ TiC	NiTi NiTi ₂ TiC	Ti ₂ Ni Ni ₃ Ti	NiTi Ti ₂ Ni TiC	Ni ₂ Ni TiC	NiTi Ni ₃ Ti
	b	-	-	NiTi Ni ₃ Ti	NiTi NiTi ₂ TiC	Ti ₂ Ni Ni ₃ Ti TiC	TiNi Ni ₃ Ti TiC	Ni ₃ Ti Ti ₂ Ni	Ni ₃ Ti NiTi ₂ TiC
900 °C	a	Ti ₂ Ni Ni ₃ Ti Ni	Ti ₂ Ni Ti, Ni C	NiTi NiTi ₂ TiC	NiTi Ni ₃ Ti	NiTi NiTi ₂ TiC	NiTi(B2)* NiTi(B19) TiC	NiTi Ni ₃ Ti TiC	Ni ₃ Ti TiC Ti
	b	-	-	NiTi NiTi ₂	NiTi NiTi ₂ TiC	Ni ₃ Ti TiC	NiTi NiTi ₂ TiC	NiTi Ti ₂ Ni TiC	Ni ₃ Ti TiC
1000 °C	a	Ti ₂ Ni TiC C	NiTi ₂	NiTi NiTi ₂ TiC	NiTi NiTi ₂	NiTi Ti ₂ Ni TiC	NiTi(B2)* NiTi(B19) TiC	NiTi Ni ₃ Ti TiC	Ni ₃ Ti TiC

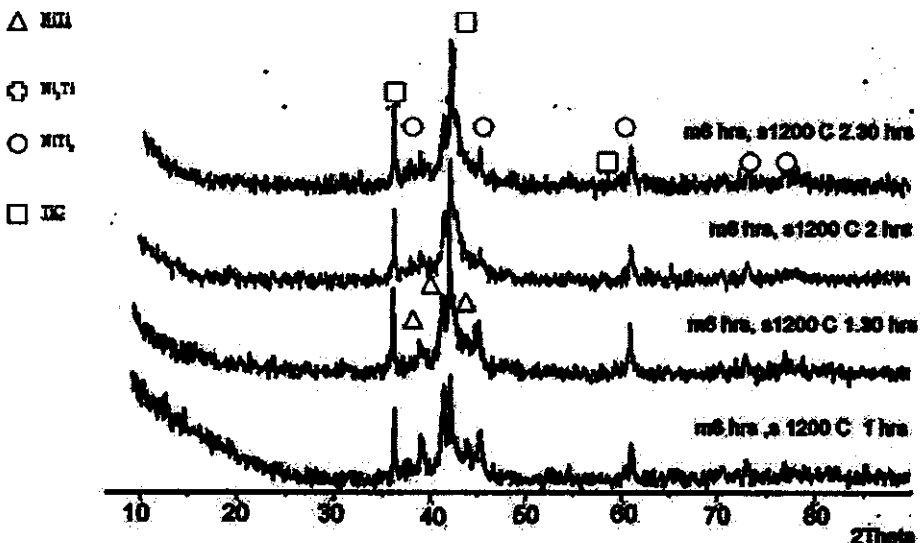
*เป็นตัวอย่างที่น่าไปศึกษาสมบัติการจำรูป

3.2.2 การอบผืนึกในช่วงอุณหภูมิสูง

จากการทดลองข้างต้นนี้จะเป็นการเริ่มศึกษาหาตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อการเกิดเฟส NiTi ซึ่งจากการทดลองพบว่าตัวแปรที่มีผลคือ เวลาอบผสมผงโลหะ อุณหภูมิอบผืนึก และ เวลาอบผืนึก โดยที่อุณหภูมิอบผืนึกที่ 1000 °C เวลาอบผืนึก 2 ชั่วโมงจะมีเฟส NiTi ที่ต้องการ อย่างไรก็ตาม ชิ้นงานที่ได้จากการทดลองที่ภาวะนี้มีความแข็งแรงน้อย โดยไม่สามารถนำไปใช้งานได้ จึงเพิ่มอุณหภูมิมากกว่า 1000 °C และเวลาในการอบผืนึกมากกว่า 2 ชั่วโมง

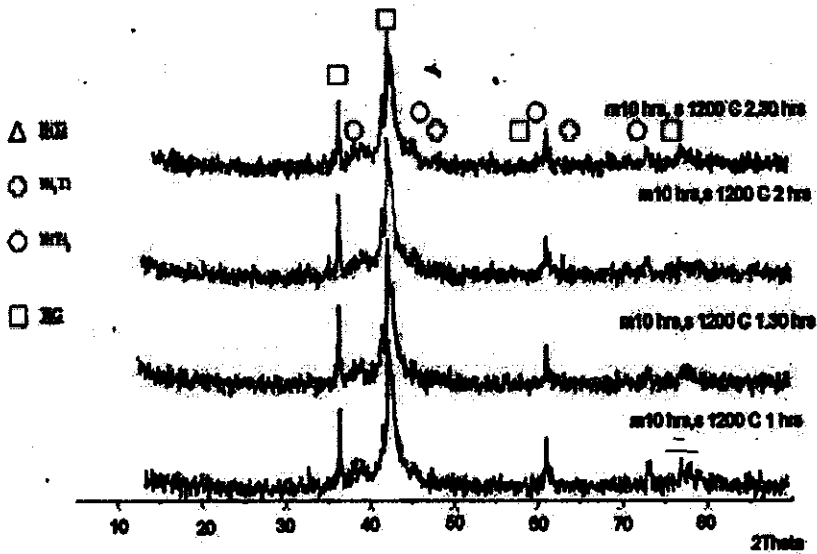


รูปที่ 3.8 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่อบ 3 ชั่วโมงอบผืนึกที่อุณหภูมิ 1200 °C เวลาต่าง ๆ

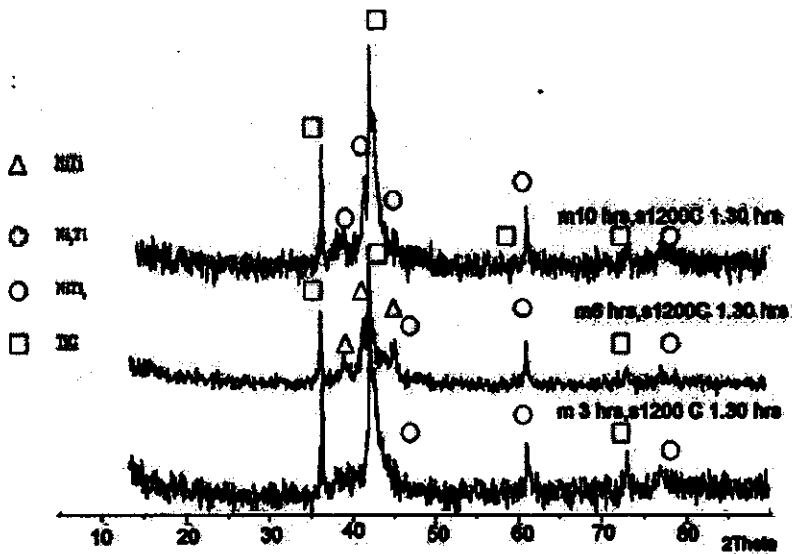


รูปที่ 3.9 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่ เวลาอบ 6 ชั่วโมงอบผืนึกที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลาต่าง ๆ

จากรูปที่ 3.8 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่เวลาอบผสม 3 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิอบผสม 1200 °C ณ เวลาอบผสม 1 – 2.5 ชั่วโมง จะเกิดเฟส Ni_3Ti , $NiTi_2$ และ TiC ไม่มีเฟส $NiTi$ เกิดขึ้น ในขณะที่ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่เวลาอบผสม 6 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิอบผสม 1200°C เป็น เวลา 1 – 2 ชั่วโมง จะเกิดเฟส TiC , $NiTi_2$, $NiTi$ โดยเฟส $NiTi$ โดยเฟส $NiTi$ จะเกิดขึ้นในเวลาอบผสม 1 และ 1.5 ชั่วโมง ในครั้งนี้จะ ไม่มีเฟส Ni_3Ti เกิดขึ้น (รูปที่ 3.11) จากรูปที่ 3.8 และ 3.10 จะ ไม่มีเฟส $NiTi$ ที่ต้องการเกิดขึ้น เช่นเดียวกันการอบผสมที่อุณหภูมิต่ำ



รูปที่ 3.10 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่เวลาอบ 10 ชั่วโมงอบผสมที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลาต่าง ๆ



รูปที่ 3.11 เปรียบเทียบผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่ เวลาอบ 3, 6 และ 10 ชั่วโมง อบผสมที่ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.2 สรุปผลวิเคราะห์ด้วย XRD ของเวลาอบ 3, 6 และ 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิอบผง 1200°C เป็นเวลาต่างๆ

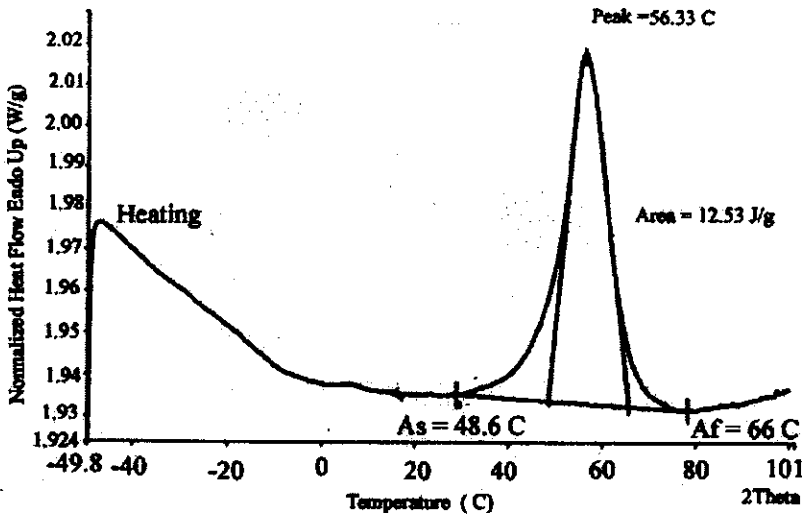
เวลาอบ (ชม.)	อบผงที่อุณหภูมิ 1200°C ณ เวลาต่างๆ (ชั่วโมง)			
	1	1.5	2	2.5
3	TiC, Ti ₂ Ni	TiC, Ti ₂ Ni	Ni ₃ Ti, TiC, Ti ₂ Ni	Ni ₃ Ti, TiC, Ti ₂ Ni
6	TiC, NiTi	TiC, NiTi, Ti ₂ Ni	TiC, Ti ₂ Ni	TiC, Ti ₂ Ni
10	Ni ₃ Ti, TiC, Ti ₂ Ni	TiC, Ti ₂ Ni	TiC, Ti ₂ Ni	TiC, Ni ₃ Ti

จากตารางที่ 3.2 และ ผลสรุปผลของการวิเคราะห์ XRD รูปที่ 3.8-3.11 พบว่าตัวอย่างที่เวลาอบ 6 ชั่วโมงและ อบผงที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ให้เฟส NiTi ที่ต้องการ แต่สำหรับผลของตัวอย่างที่มีการอบคด 3 ชั่วโมงและ 10 ชั่วโมง จะไม่เกิดเฟส NiTi ดังนั้นเวลาอบ 6 ชั่วโมงเป็นช่วงเวลาที่เหมาะสม และเมื่อดูจากรูปจะสังเกตได้ว่าจะมีเฟส Ni₃Ti และ NiTi₂ เกิดขึ้นด้วยเนื่องจากเป็นพวก Intermetallic compound และเกิดเนื่องจากส่วนผสมที่ต่างกันผลเนื่องจากการอบ เนื่องจากผงอนุภาคอาจจะโดนกระแทกโดยจะเกิดผสมของอนุภาคนิกเกิลต่อไทเทเนียมในแต่ละอนุภาคไม่เท่ากัน จึงทำให้มีสัดส่วนพอเหมาะที่ทำให้เกิดเฟส NiTi₂ กับ Ni₃Ti ในส่วนของเฟส TiC เกิดขึ้นเนื่องจาก Ti ทำปฏิกิริยากับ C ที่มาจาก Stearic acid และจากเบ้ากราไฟต์ที่ได้อธิบายมาแล้ว TiC จะส่งผลทำให้เกิดข้อขวางการเกิด Neck ในขณะอบผง ทำให้ชิ้นงานมีสมบัติเชิงกลลดลงด้วย

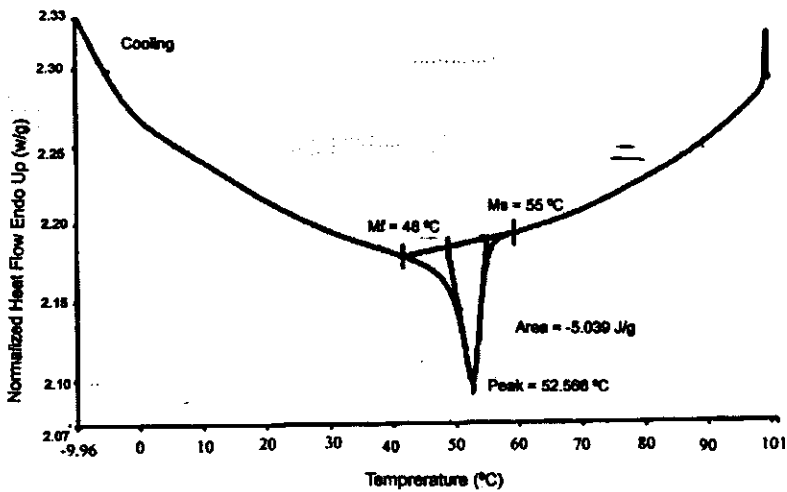
3.3 สมบัติการเปลี่ยนเฟสของวัสดุจํารูปของ NiTi ที่สังเคราะห์

3.3.1 ชิ้นงานสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ

สมบัติที่สำคัญของโลหะผสมจํารูป NiTi คือความสามารถเปลี่ยนแปลงรูปร่าง (เฟส) และกลับมาสู่รูปร่างเดิม (เฟส) เองนั้นขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนโครงสร้างภายในเนื้อโลหะ ออสทิไนต์ (Austenite) กับ มาร์เทนไซต์ (Martensite) โดยขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ออสทิไนต์จะเสถียรภาพที่อุณหภูมิสูงและมาร์เทนไซต์จะเสถียรภาพที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปรากฏการณ์นี้เรียกว่า อุณหภูมิเปลี่ยนเฟส (Phase transformation temperature) ซึ่งสามารถทราบได้จากการวิเคราะห์ด้วย Differential scanning calorimeter (DSC) โดยนำผงโลหะที่ผ่านการอบผงวิเคราะห์ด้วย DSC เพื่อหาอุณหภูมิการเกิดโครงสร้างออสทิไนต์เริ่มต้น (Austenite start, A_s) ออสทิไนต์สิ้นสุด (Austenite finish, A_f) มาร์เทนไซต์เริ่มต้น (Martensite start, M_s) และมาร์เทนไซต์สิ้นสุด (Martensite finish, M_f)



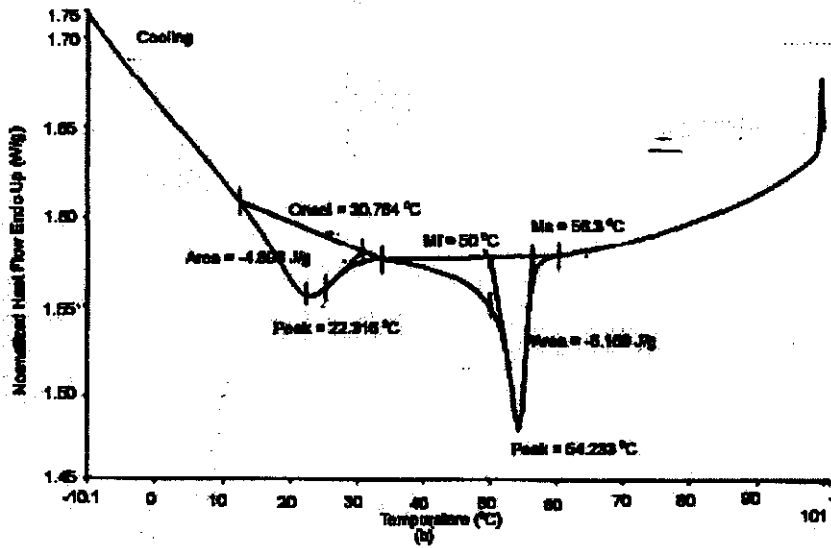
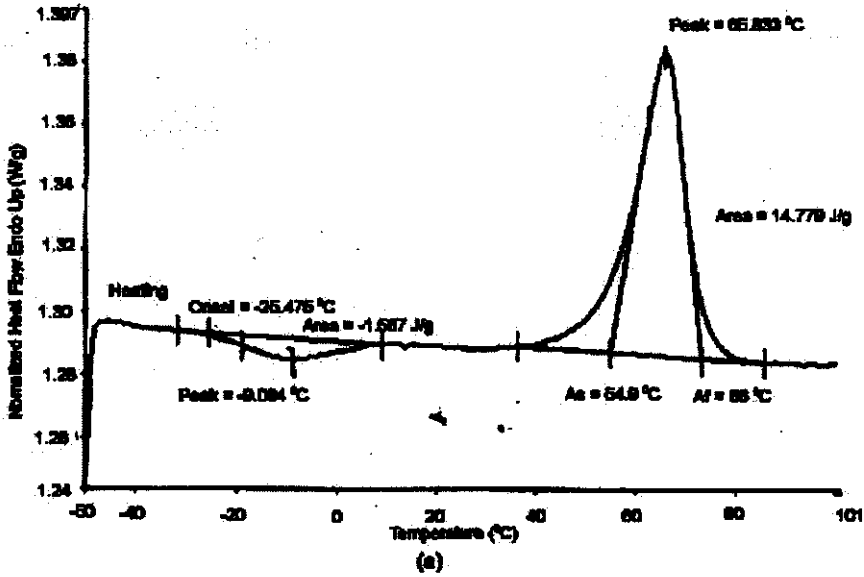
(a)



(b)

รูปที่ 3.12 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของตัวอย่างที่เวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 900°C เวลา อบ 2 ชั่วโมง a) Heating และ b) Cooling

จากรูปที่ 3.12 ชิ้นงานที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะเป็นลักษณะของ Single-stage transformation curve มี 1 Peak เพราะมีโครงสร้าง B2 เกิดขึ้น โดยจะมีค่า $M_f = 55^\circ\text{C}$, $M_r = 48^\circ\text{C}$, $A_s = 48.6^\circ\text{C}$ และ $A_r = 66^\circ\text{C}$ ตามลำดับ มีค่า $\Delta H = 12.53 \text{ J/g}$ (รูปที่ 3.12 a) และ -5.04 J/g (รูปที่ 3.12 b) ตามลำดับ



รูปที่ 3.13 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบหนึ่ง 1000°C ณ เวลาอบหนึ่ง 2 ชั่วโมง a) Heating และ b) Cooling

สำหรับชิ้นงานที่ผ่านการอบหนึ่งที่อุณหภูมิ 1000°C เวลาอบหนึ่ง 2 ชั่วโมงจะเกิดเฟส B2 และ B19' และ DSC curve จะเป็น Two-stage transformation มีค่า $M_s = 55.6^\circ\text{C}$, $M_f = 12^\circ\text{C}$, $A_s = 54.9^\circ\text{C}$ และ $A_f = 66^\circ\text{C}$ ตามลำดับมี $\Delta H = 14.78 \text{ J/g}$ การเปลี่ยนเฟสจากออสทิไนต์เป็นมาร์เทนไซต์ จะเกิดเฟสระหว่างกลางเรียกว่าเฟส R' (Sittner et al., 2006) การเปลี่ยนเฟสจะเริ่มจาก $R'_s = -25.5^\circ\text{C}$ และสิ้นสุด $R'_f = 8^\circ\text{C}$ (รูปที่ 3.13 a) และหลังจากนั้นจึงเริ่มเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์โดย $M_s = 30.8^\circ\text{C}$, $M_f = 12^\circ\text{C}$

มีค่า $\Delta H = -6.17 \text{ J/g}$ และก่อนเปลี่ยนเป็นเฟสออสทิไนต์จะเกิดเฟสระหว่างกลางเรียกว่าเฟส R (Sittner et al., 2006) โดย $R_s = 56.3^\circ\text{C}$ และ $R_r = 50^\circ\text{C}$ (รูปที่ 3.13 b) ตามลำดับ

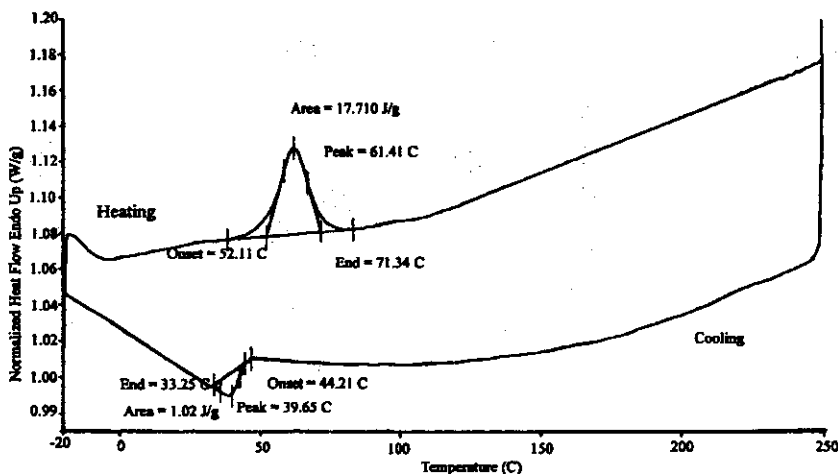
ตารางที่ 3.3 ผลวิเคราะห์อุณหภูมิกการเปลี่ยนเฟสด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบหนึ่ง 900°C และ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (สรุปจากรูปที่ 3.12 และ 3.13)

Conditions	Cooling(°C)			Heating(°C)		
	M_s	M_f	$\Delta H \text{ (J/g)}$	A_s	A_f	$\Delta H \text{ (J/g)}$
อุณหภูมิอบหนึ่ง 900°C	55	48	-3.04	48.6	66	12.53
อุณหภูมิอบหนึ่ง 1000°C	56.3	50	-6.17	54.9	66	14.78

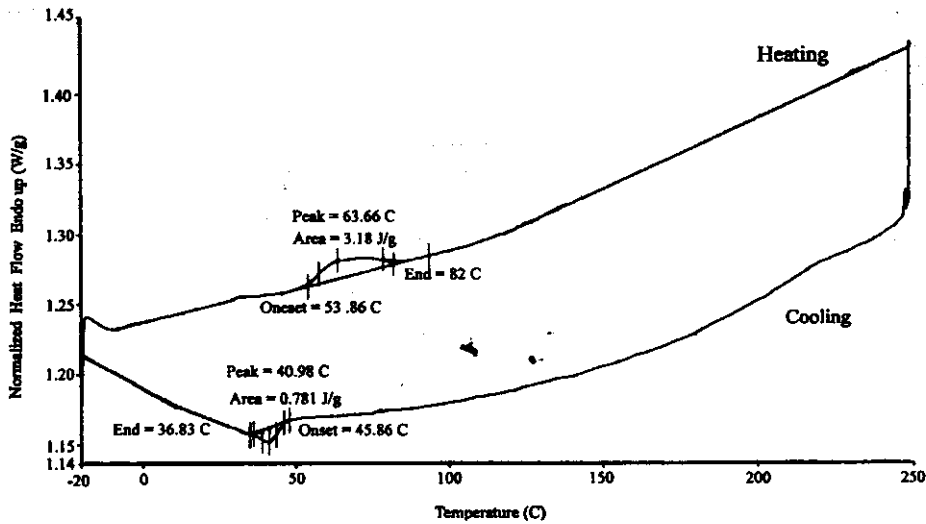
จากตารางที่ 3.3 สามารถสรุปได้ว่าเมื่ออุณหภูมิของการอบหนึ่งสูงขึ้น ทำให้อุณหภูมิกการเปลี่ยนเฟสและพลังงานสูงขึ้นด้วย เนื่องจากอุณหภูมิกจะมีอิทธิพลต่อการเกิดเฟสของ NiTi ดังแสดงในตารางที่ 3.1

3.3.2 ชิ้นงานงตั้งเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง

จากผลสรุปในตารางที่ 3.4 และรูปที่ 3.14 - 3.15 พบว่าชิ้นงานหลังการอบหนึ่ง (After sintering) จะมีค่า $M_s = 33.25^\circ\text{C}$, $M_f = 44.21^\circ\text{C}$ และค่า $\Delta H = -1.02 \text{ J/g}$, $A_s = 52.11^\circ\text{C}$ และ $A_f = 71.34^\circ\text{C}$ ค่า $\Delta H = 17.71 \text{ J/g}$ และหลังการกระทำทางความร้อน (After heat treatment) จะมีค่า $M_s = 36.83^\circ\text{C}$, $M_f = 45.86^\circ\text{C}$ และค่า $\Delta H = -3.18 \text{ J/g}$, $A_s = 53^\circ\text{C}$, $A_f = 82^\circ\text{C}$ และ $\Delta H = -0.78 \text{ J/g}$



รูปที่ 3.14 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของตัวอย่างที่บดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง อบหนึ่งที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง



รูปที่ 3.15 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของตัวอย่างที่บดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง อบผนึ่งที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมงและหลังการกระทำทางความร้อน

ตารางที่ 3.4 ผลวิเคราะห์อุณหภูมิการเกิดโครงสร้างด้วย DSC ของเวลาบด 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผนึ่ง 1200°C ณ เวลา 1.5 ชั่วโมงของตัวอย่างหลังการอบผนึ่ง และหลังการกระทำทางความร้อน

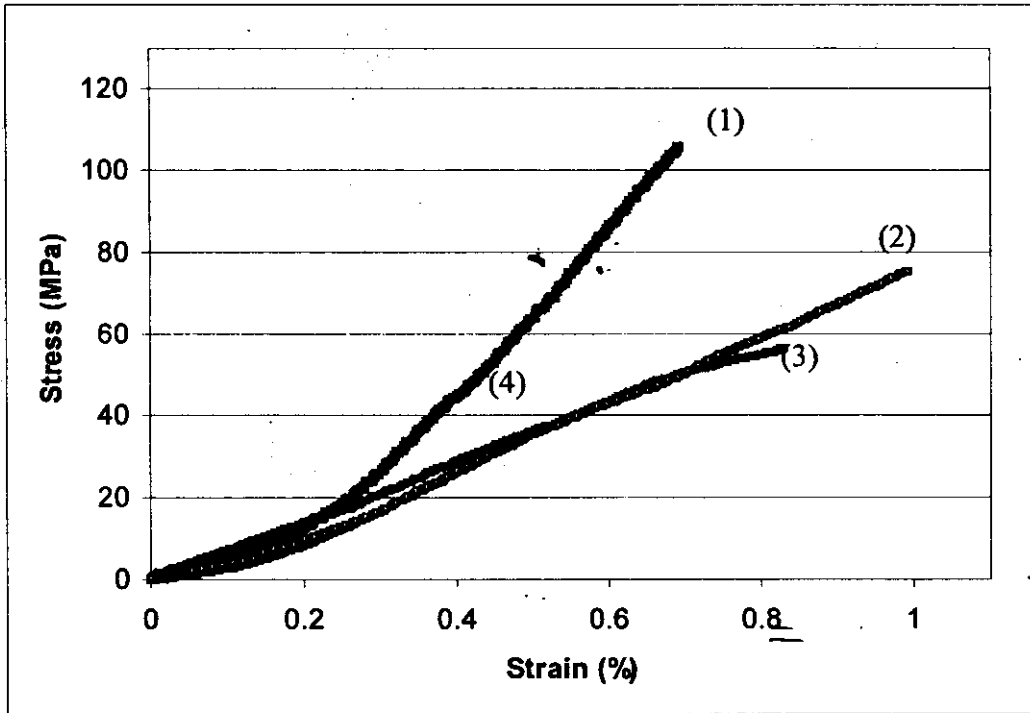
Conditions	Cooling(°C)			Heating(°C)		
	M_s	M_f	ΔH (J/g)	A_s	A_f	ΔH (J/g)
After sintering	33.25	44.21	-1.02	52.11	71.34	17.71
After heat treatment	36.83	45.86	-0.78	53.86	82	3.18

จากตารางที่ 3.4 พบว่าการกระทำทางความร้อนมีผลทำให้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของวัสดุจำรูปเปลี่ยนไปในทางที่มีค่าสูงขึ้น แต่ค่า ΔH ลดลง เป็นที่น่าสังเกตว่าเมื่ออบผนึ่งตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงขึ้น ทำให้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของมาร์เทนไซต์ลดลงแต่อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของออสเทนไนต์เพิ่มขึ้น (เปรียบเทียบตารางที่ 3.3 และ 3.4)

3.4 ความแข็งแรงดึงของชิ้นงานที่อบผนึ่งที่อุณหภูมิสูง

สำหรับการทดสอบแรงดึงของเวลาบด 6 ชั่วโมงอุณหภูมิอบผนึ่ง 1200 C ณ เวลาเผาแซ่ 1, 1.5, 2 และ 2.5 ชั่วโมง พบว่า เวลาอบผนึ่งที่ 2.30 ชั่วโมงให้ความแข็งแรงมากที่สุด คือ 106 MPa ซึ่งสามารถสรุปได้คือ เวลาอบผนึ่ง จะมีผลต่อความแข็งแรงของชิ้นงาน เนื่องเมื่อเวลาอบผนึ่งนานขึ้นการเกิด Neck

ก็เพิ่มขึ้นทำให้มีการยึดระหว่างอนุภาคดีขึ้นทำให้การเกิดช่องว่าง(Pore) น้อยลงจึงมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น (รูปที่ 3.16)

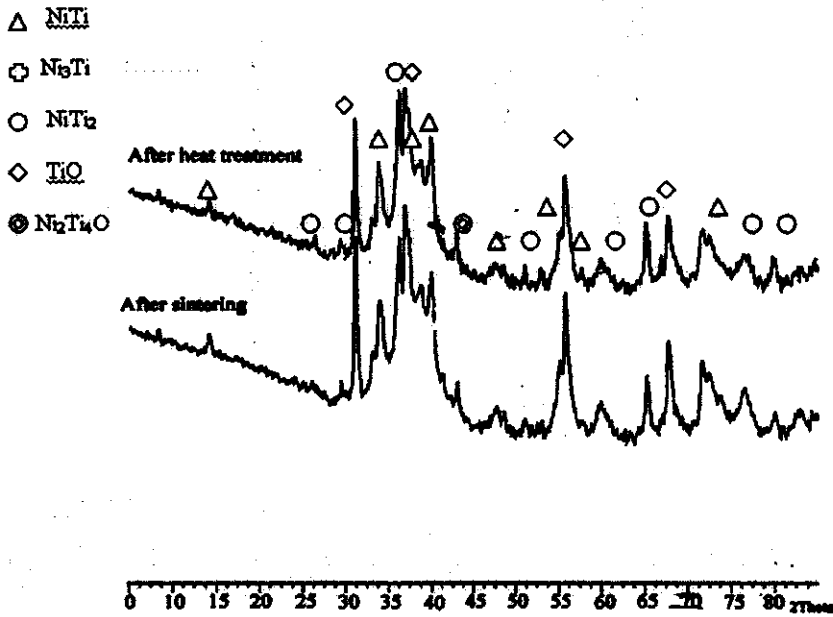


รูปที่ 3.16 กราฟความเค้น-ความเครียด ของตัวอย่างที่บดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผืนที่ 1200°C เป็น เวลา 2.5 ชั่วโมง(1), 2 ชั่วโมง (2), 1.5 ชั่วโมง(3) และ 1 ชั่วโมง (4)

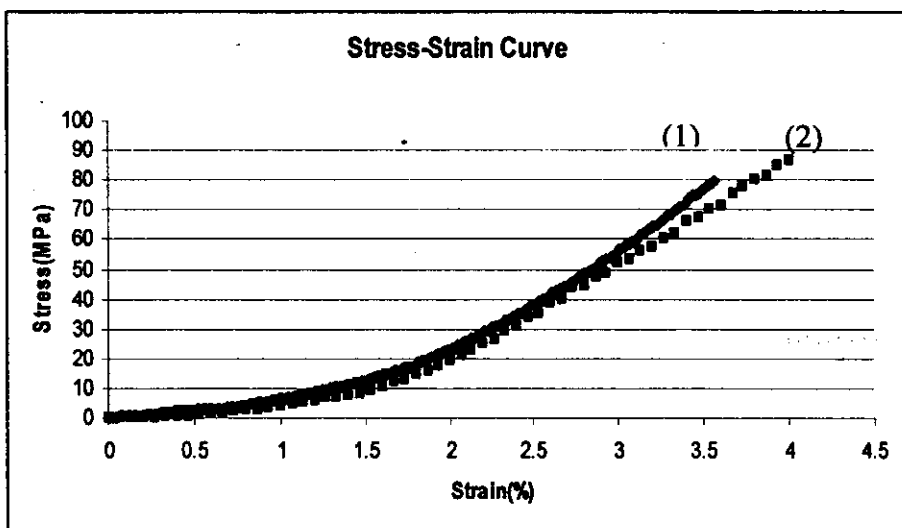
จากผลการวิจัยทดลองอบผืนที่อุณหภูมิ 1200 °C เวลาอบผืนที่ 1, 1.5, 2, และ 2.5 ชั่วโมงของ เวลาบด 6 ชั่วโมง และการทดสอบเชิงกลไม้เท้าที่ควรเนื่องด้วยมีเฟส TiC เนื่องจากแบ็กกราไฟต์เป็นตัว รองชิ้นงาน ทำให้ไปขัดขวางการเชื่อมติดกันของผง โลหะในขั้นตอนการอบผืน ก็มีความแข็งแรงน้อย ดั้งนั้นได้แก้ไขโดยเปลี่ยนเบ้าเป็นอะลูมินา (Al_2O_3) แทน ซึ่งในขั้นตอนนี้ได้เลือกเอาตัวอย่างเวลาบด 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผืนที่ 1200 °C เวลาอบผืนที่ 1.5 ชั่วโมง ซึ่งเกิดเฟส NiTi ที่ต้องการ

พบว่าหลังการอบผืนที่ใช้เบ้าอะลูมินา มีเฟส NiTi, NiTi₂ และ TiO เกิดขึ้น(รูปที่ 3.17)ซึ่ง การเกิด TiO ของเบ้าอะลูมินาเกิดออกซิเจนจากเบ้าอะลูมินาแพร่เข้าไปแทนที่คาร์บอนจึงทำให้เกิด TiO แทน สำหรับตัวอย่างหลังจากการกระทำทางความร้อนจะเกิดเฟส NiTi₂O₃ ขึ้น เนื่องจากในขั้นตอนนี้ได้ ชุบแข็งด้วยน้ำจึงทำให้เกิดเฟส NiTi₂O₃ เกิดขึ้นเนื่องจากออกซิเจนที่อยู่ในน้ำแพร่เข้าไป แต่เมื่อนำ ชิ้นงานไปทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าชิ้นงานมีความแข็งแรงเปอร์เซ็นต์การยึดเพิ่มขึ้น โดยมีค่าความแข็งแรง และเปอร์เซ็นต์การยึดเท่ากับ 86 MPa และ 4% ตามลำดับ ดังรูปที่ 3.18 และผลการหาอุณหภูมิการ เปลี่ยนแปลงโครงสร้างด้วย DSC (รูปที่ 3.14 และ 3.15) ปรากฏว่าค่า A_p , A_r , M_r และ M_p ซึ่งจะมีอุณหภูมิ

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าหากมีเฟสอื่น เช่น TiC หรือ TiO อยู่มากจะทำให้คุณสมบัติการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างลดลง โดยเฉพาะ TiC



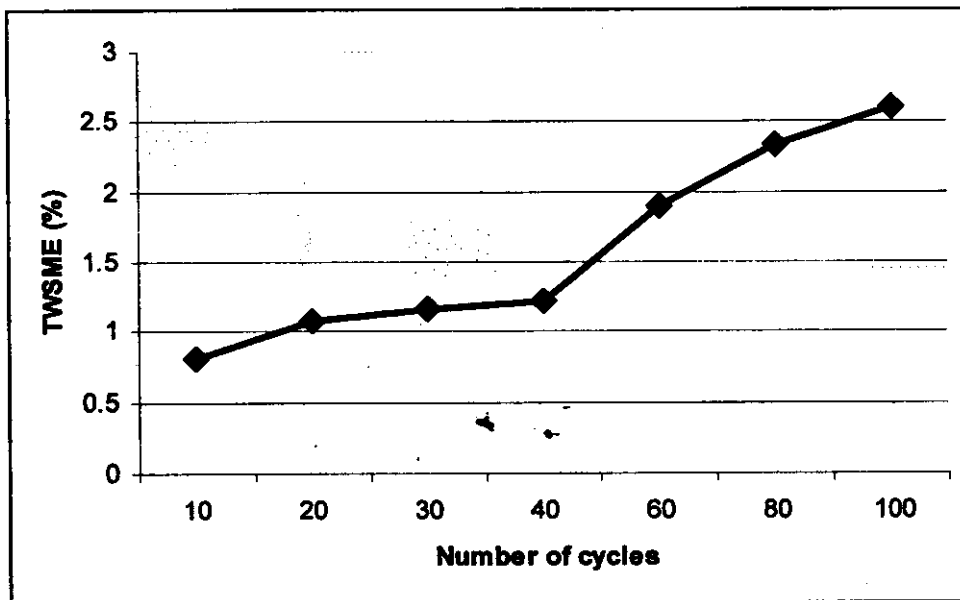
รูปที่ 3.17 ผลวิเคราะห์ XRD ของตัวอย่างที่เวลาบด 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ อบผง 1200° C เวลาอบผง 1.5 ชั่วโมง



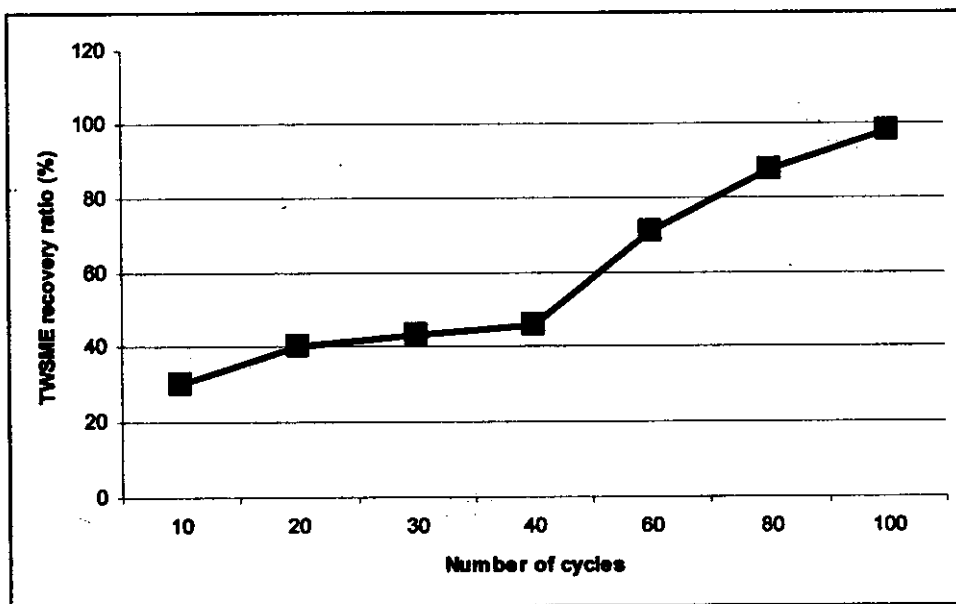
รูปที่ 3.18 กราฟความเค้น-ความเครียด ของตัวอย่างที่บดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผง 1200° C เป็น เวลา 1.5 ชั่วโมง (1) หลังการอบผง (2) หลังการกระทำทางความร้อน

3.5 ผลการฝึกสอนวัสดุจำรูป (Thermo mechanical training)

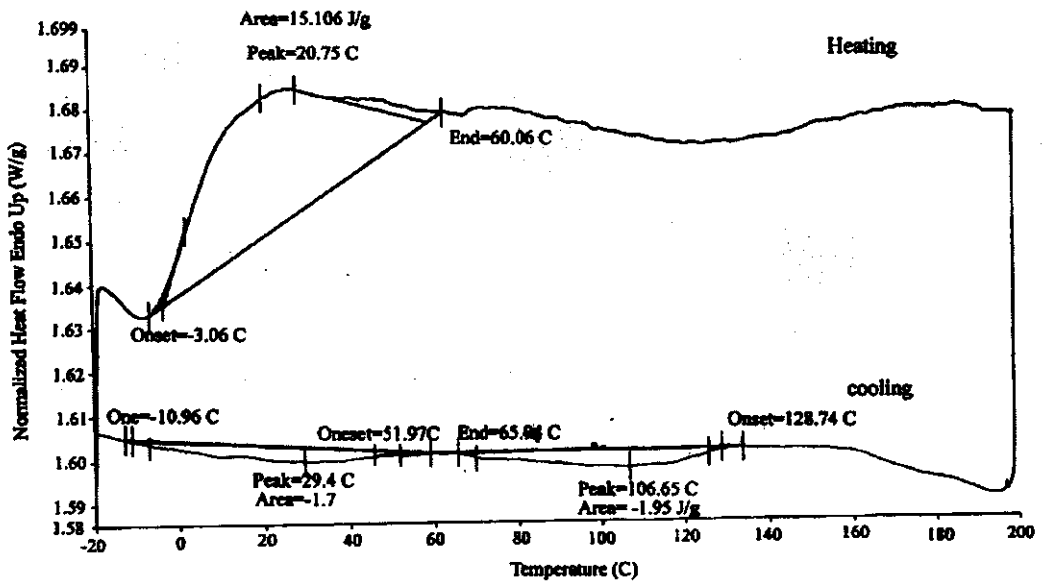
หลังจากการทดสอบแรงดึง (Tensile testing) รูปที่ 3.18 และวิเคราะห์ผลอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเวลาอบ 6 ชั่วโมง เวลาอบผืนึก 1.5 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผืนึก 1200°C ต่อจากนี้เป็นขั้นตอนต่อเนื่องโดยนำชิ้นงานดังกล่าวข้างต้น (After heat treatment) ไปฝึกสอน (Training) เพื่อให้เกิดการจำรูปในขั้นตอนนี้ได้ทดลองทั้งหมด 100 รอบ (Cycles) เริ่มตั้งแต่ 10, 20, 30, 40, 60, 80 และ 100 รอบ ตามลำดับ จะใช้วิธี Thermo mechanical training โดยใช้อุณหภูมิตามข้อมูลที่ทดสอบได้จากเครื่อง DSC ซึ่งพบว่า $M_g = 36.8^{\circ}\text{C}$ (ตารางที่ 3.4) ที่อุณหภูมินี้ดึงด้วยแรง 400 N (40 MPa) โดยวัดค่าความเครียด (Strain, %) แล้วปลดแรงหรือค่าความเค้นให้เหลือ = 0 จากนั้นให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง $A_g = 82^{\circ}\text{C}$ (ตารางที่ 3.4) แล้วลดอุณหภูมิลงทันทีต่ำกว่า 36.8°C ทำอย่างนี้ 1 ครั้งเรียกว่าฝึกสอน 1 รอบ จากนั้นก็เริ่มดึงด้วยแรง 400 N วัดค่าความเครียดไว้ ปลดแรงเป็นศูนย์และเพิ่มอุณหภูมิเป็น 82°C แล้วลดอุณหภูมิลงทันทีต่ำกว่า 36.8°C เรียกว่าเป็นการฝึกสอนรอบที่ 2 ในการทดลองครั้งนี้ฝึกสอนถึง 100 รอบ จากรูปที่ 3.19 แสดงค่า TWSME (Two way shape memory effect) ซึ่งคือค่าความเครียดที่การฝึกสอนตามจำนวนรอบที่กำหนด พบว่าเมื่อจำนวนรอบของการฝึกสอนเพิ่มขึ้น (10-100 รอบ) ค่า TWSME มีค่าเพิ่มขึ้น และเมื่อจำนวนรอบการฝึกสอนเพิ่มขึ้นทำให้ อัตราส่วนของ TWSME (Two way shape memory effect) (คืออัตราส่วนระหว่างค่าความเครียดที่จำนวนรอบการฝึกสอนใดๆ เทียบกับค่าความเครียดเริ่มต้น) หลังจากผ่านการฝึกสอน เพิ่มขึ้นด้วย (รูปที่ 3.19) ซึ่งหมายถึงสมบัติการจำรูปที่ดีขึ้น และจะเห็นว่าที่การฝึก 100 รอบ ทำให้คืนกลับรูปร่างเดิมได้ 100 % (รูปที่ 3.20) จะทำให้เกิดค่าความเครียดมีแนวโน้มสูงขึ้นจนถึงจุดอึดตัว อย่างไรก็ตามเมื่อมีการใช้วัสดุจำรูปไปนานๆ จะทำให้สมบัติการจำรูปเสื่อมลงได้ โดยที่รอบการฝึกสอนมาก ๆ (>1000 รอบ) อาจทำให้ค่า TWSME ค่อยๆ ลดลงเนื่องจากอาจเกิดคิสโตเคชั่นขึ้นในโครงสร้างจุลภาค รอยตำหนิเหล่านี้ไปขัดขวางกระบวนการเปลี่ยนรูปของมาร์เทนไซต์ซึ่งจะทำให้สมบัติการจำรูปเสื่อมลง (Johansen et al., 1999 and Scherngell and Kneissl, 1999)



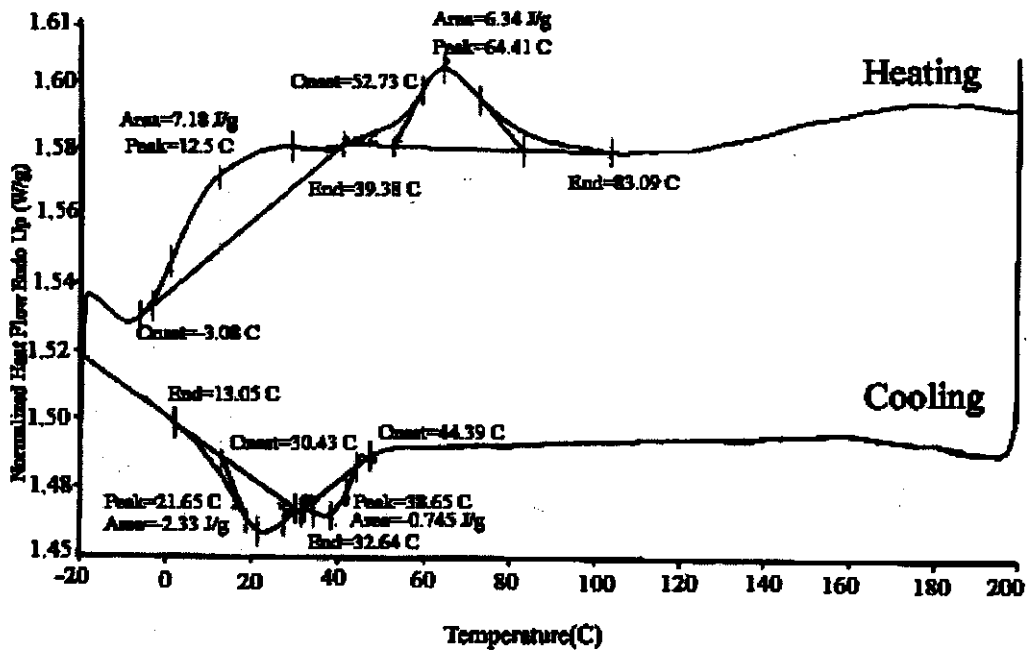
รูปที่ 3.19 ผลของ TWSME (Two way shape memory effect) ต่อจำนวนการฝึกสอน (Number of cycles)



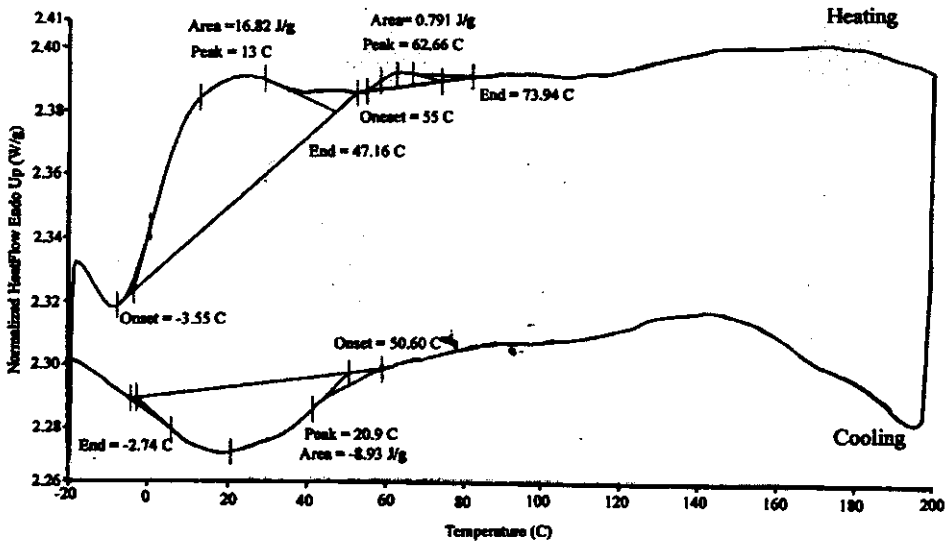
รูปที่ 3.20 อัตราส่วนของ TWSME (Two way shape memory effect) หลังจากผ่านการฝึกสอน (Number of cycles)



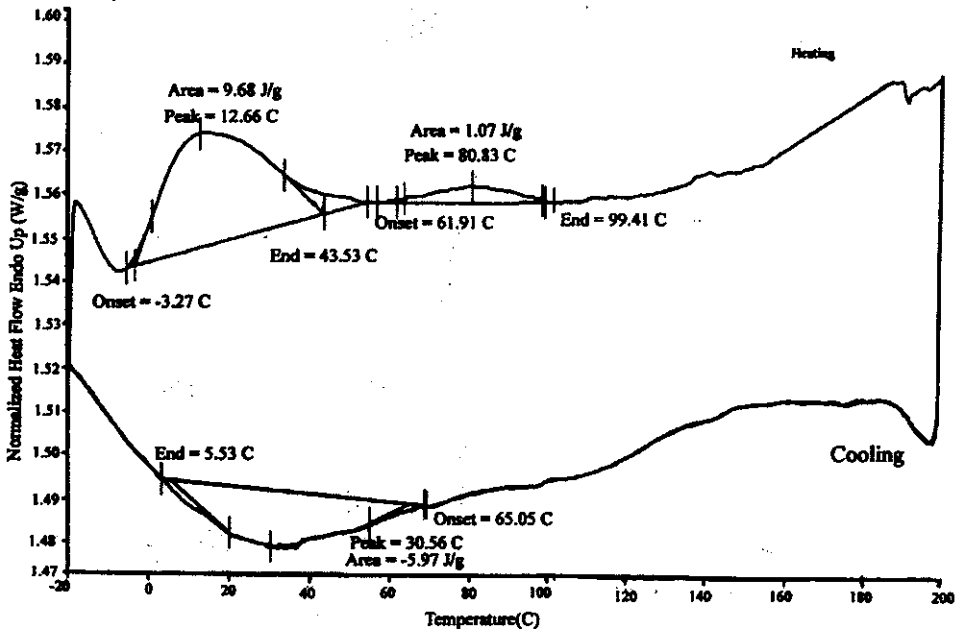
รูปที่ 3.21 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 1200°C ณ เวลาอบ 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 10 รอบ



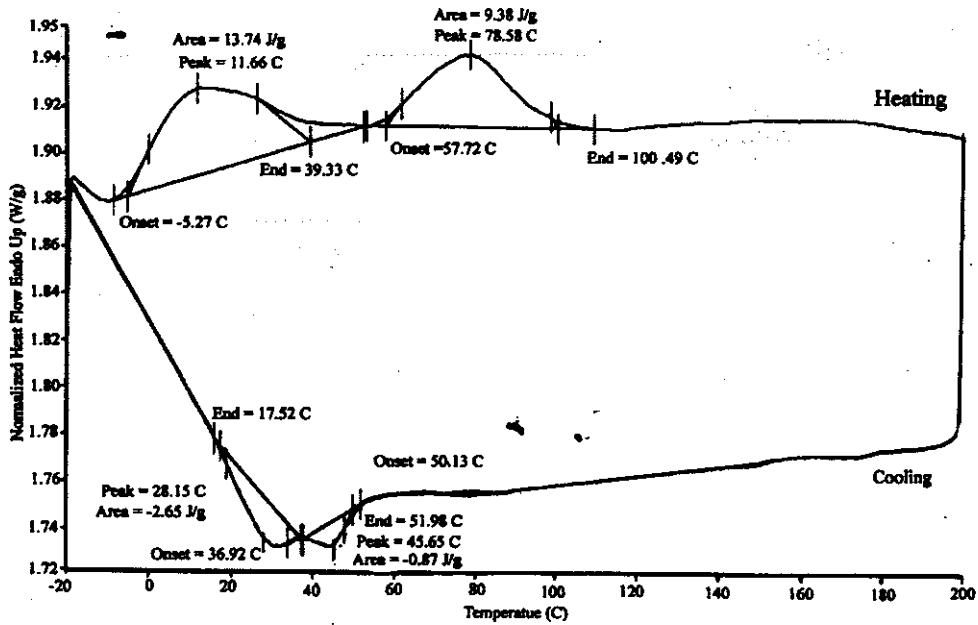
รูปที่ 3.22 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 1200°C ณ เวลาอบ 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 20 รอบ



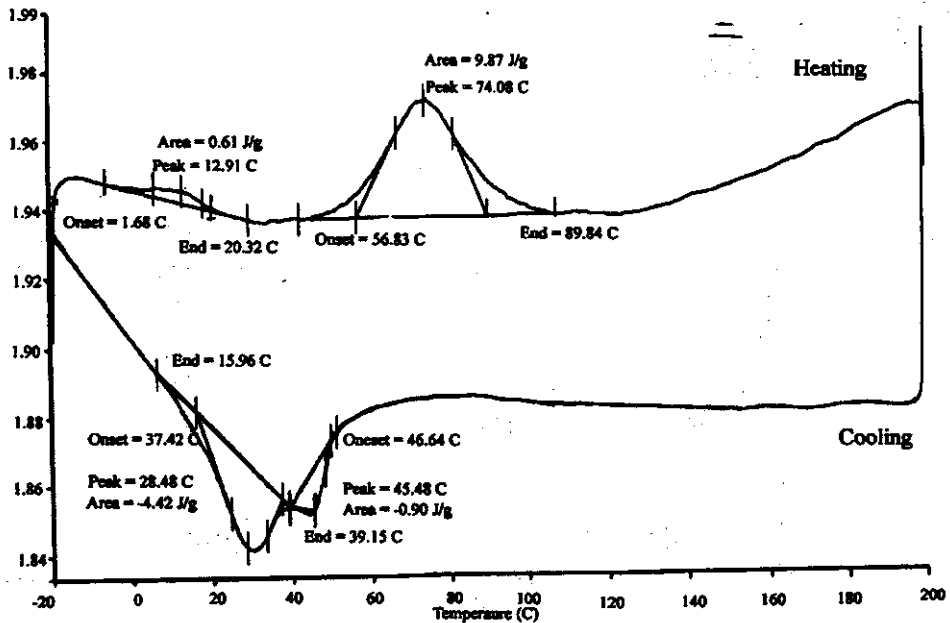
รูปที่ 3.23 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 1200°C ณ เวลาอบ 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 30 รอบ



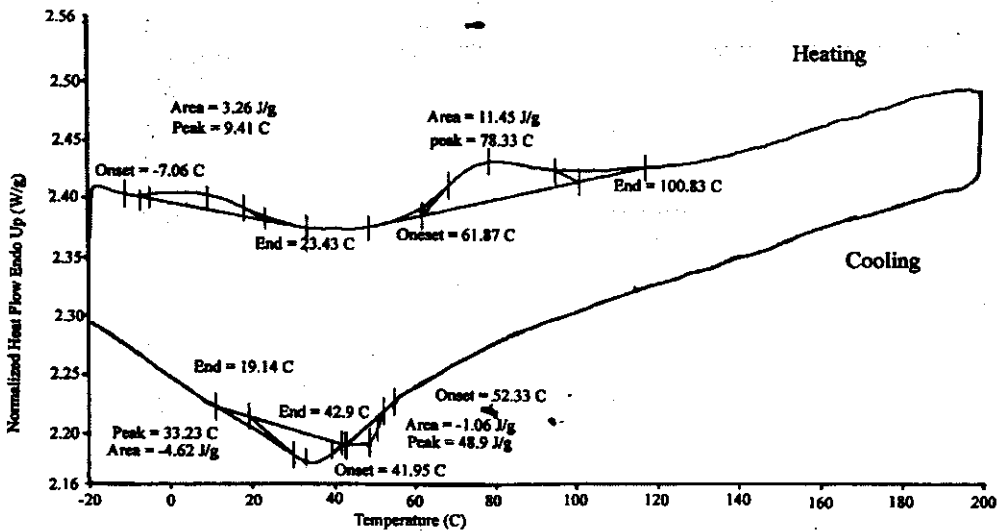
รูปที่ 3.24 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 1200°C ณ เวลาอบ 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 40 รอบ



รูปที่ 3.25 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาบด 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผงนึ่ง 1200°C ณ เวลาอบผงนึ่ง 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 60 รอบ



รูปที่ 3.26 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาบด 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบผงนึ่ง 1200°C ณ เวลาอบผงนึ่ง 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 80 รอบ



รูปที่ 3.27 ผลวิเคราะห์ด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 1200°C ณ เวลาอบ 1.5 ชั่วโมง ผ่านการฝึกสอน 100 รอบ

ตารางที่ 3.7 ผลวิเคราะห์อุณหภูมิการเกิดโครงสร้างด้วย DSC ของเวลาอบ 6 ชั่วโมง อุณหภูมิอบ 1200°C ณ เวลาอบ 1.5 ชั่วโมง ของตัวอย่างหลังผ่านการฝึกสอน

Condition	Cooling			Heating		
	M_s (°C)	M_r (°C)	ΔH (J/g)	A_s (°C)	A_r (°C)	ΔH (J/g)
ผ่านการฝึกสอน 10รอบ	51.97	-10.96	-1.70	-3.06	60.06	15.10
ผ่านการฝึกสอน 20รอบ	30.43	13.05	-2.33	52.73	83.09	64.41
ผ่านการฝึกสอน 30รอบ	50.6	-2.74	-8.93	55	73.94	0.79
ผ่านการฝึกสอน 40รอบ	65.05	5.53	-5.97	61.91	99.41	1.07
ผ่านการฝึกสอน 60รอบ	36.92	17.52	-2.65	57.72	100.43	9.38
ผ่านการฝึกสอน 80รอบ	32.42	15.96	-4.92	56.83	89.94	8.87
ผ่านการฝึกสอน 100รอบ	41.95	19.19	-4.62	61.87	100.83	11.45

จากรูปที่ 3.21-3.27 และตารางที่ 3.5 จะพบว่า ค่าของอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง เปลี่ยนไปเมื่อจำนวนรอบการฝึกสอนเพิ่มขึ้น และค่า A_r มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ที่รอบการฝึกสอนต่ำๆ ค่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสยังไม่คงที่ แต่หลังจากฝึกสอน 60 รอบขึ้นไป อุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสระหว่าง มาร์เทน ไซต์-ออสติไนต์เริ่มมีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้นการฝึกสอนที่จำนวนรอบมากขึ้นเช่น 1000 รอบ หรือบางครั้งถึง 3000 รอบ ซึ่งเป็นการฝึกสอนโดยทั่วไป ก็จะทำให้วัสดุจำอุณหภูมิเปลี่ยนเฟสได้แม่นยำ และสามารถใช้ประโยชน์จากการจำรูปได้ของวัสดุ