

การศึกษาชั้นแอลฟาเคสและโครงสร้างเฉพาะบริเวณในโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยกระบวนการหล่อแบบซีพิงทายและเทคนิคการพิมพ์สามมิติ



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการและวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2561
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

An investigation of alpha-case layer and local structure in titanium alloy Ti-6Al-4V
produced by lost wax casting and 3D printing technique



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering in Metallurgical and Materials Engineering
Department of Metallurgical Engineering
Faculty of Engineering
Chulalongkorn University
Academic Year 2018
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาชั้นแอลฟาเคสและโครงสร้างเฉพาะบริเวณในโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยกระบวนการหล่อแบบขึ้นฝั่งหายและเทคนิคการพิมพ์สามมิติ
โดย	นายธนชัย บุญชูดวง
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการและวัสดุ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(อาจารย์ ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร)

..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร.จิราภรณ์ คำวรรณะ)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(อาจารย์ ดร.อทิพงศ์ บุตรชานนท์)

ธนชัย บุญชูดวง : การศึกษาชั้นแอลฟาเคสและโครงสร้างเฉพาะบริเวณในโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยกระบวนการหล่อแบบซีดีหยาบและเทคนิคการพิมพ์สามมิติ. (An investigation of alpha-case layer and local structure in titanium alloy Ti-6Al-4V produced by lost wax casting and 3D printing technique) อ.ที่ปรึกษาหลัก : ผศ. ดร.บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน, อ.ที่ปรึกษาร่วม : อ. ดร.เชษฐา พันธุ์เครือบุตร

โลหะไทเทเนียมผสม ถูกนำมาวิจัยพัฒนาการใช้งานในทางการแพทย์และทันตกรรมอย่างแพร่หลาย โดยนิยมใช้กระบวนการหล่อแบบซีดีหยาบในการขึ้นรูปเนื่องจากสามารถออกแบบได้ง่ายและได้ชิ้นงานใกล้เคียงกับที่ออกแบบไว้ แต่การผลิตชิ้นงานด้วยกระบวนการนี้มักมีโครงสร้างแบบหนึ่งที่เรียกว่า ชั้นของแอลฟาเคส ซึ่งมีความแข็งสูงและมีความเปราะ ไม่เหมาะกับการนำไปใช้งาน งานวิจัยนี้ได้อาศัยเทคนิคการดูกลิ้งของรังสีเอกซ์และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพิ่มเติมจากเทคนิคทั่วไปในการตรวจสอบชั้นของแอลฟาเคส ผลการศึกษาพบว่า จุดเริ่มต้นชั้นของแอลฟาเคสเกิดเมื่อโลหะไทเทเนียมหลอมเหลวสัมผัสกับแบบหล่อแล้วเกิดสารประกอบซบออกไซด์ที่ไม่เสถียร ซึ่งเกิดจากการที่ออกซิเจนละลายเข้าไปในโลหะไทเทเนียมเป็นจำนวนมากเกินสมดุล หลังจากเย็นตัว สารประกอบซบออกไซด์จะเปลี่ยนเป็นไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายอยู่ โดยความหนาของชั้นแอลฟาเคสจะขึ้นอยู่กับความหนาของชิ้นงาน สารประกอบที่ทำปฏิกิริยารวมถึงค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของออกซิเจนในแต่ละเฟสของไทเทเนียมที่ประกอบอยู่ในโครงสร้าง ผลการตรวจสอบพบว่าออกซิเจนจะไปละลายอยู่ในตำแหน่ง interstitial site ของโครงสร้างผลึกแบบ HCP ในส่วนของชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการขึ้นรูปแบบพิมพ์สามมิติไม่พบโครงสร้างชั้นของแอลฟาเคส แต่จะพบลักษณะการบิดเบี้ยวของโครงสร้างที่ทำให้ความแข็งสูงกว่าปกติ

สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการและวัสดุ
ปีการศึกษา 2561

ลายมือชื่อนิสิต
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5971416321 : MAJOR METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

KEYWORD: Titanium, X-ray diffraction, Extended X-ray absorption fine structure,
Crystal structure

Thanachai Boonchuduang : An investigation of alpha-case layer and local structure in titanium alloy Ti-6Al-4V produced by lost wax casting and 3D printing technique. Advisor: Asst. Prof. Boonrat Lohwongwatana, Ph.D. Co-advisor: Chedtha Puncreobutr, Ph.D.

Titanium alloys were researched and developed in dental and medical applications. The most attractive manufacturing technique for titanium is lost wax casting owing to two main advantages: economics and near net-shape capability. However, lost wax casting usually has reaction at the surface called alpha-case layer which could negatively contribute to the bulk mechanical properties of the cast such as high hardness and lower ductility. This research was used more conventional technique such as X-ray absorption spectroscopy and X-ray diffraction. Formation of alpha-case layer begins when molten titanium reacts with investment, forming a metastable suboxide (Ti_3O) which occurs from supersaturated dissolve of oxygen in titanium at high temperature. Subsequently, prior-formed Ti_3O phase is transformed into oxygen-rich- α -titanium phase (alpha-case layer). The thickness of alpha-case layer depends on thickness of casted sample, investment materials and oxygen diffusion coefficient in solid phase(s) of casted titanium. In 3D printed sample, alpha-case was not detected but it had heavy distortion in crystal structure which effect to hardness of sample.

Field of Study: Metallurgical and Materials Engineering Student's Signature

Academic Year: 2018

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จอย่างสมบูรณ์และเป็นเกียรติแก่ผู้วิจัย เนื่องจากได้รับความช่วยเหลืออย่างดีจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. บุญรัตน์ โล่ห์วงศ์วัฒน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ อาจารย์ ดร. เชษฐา พันธุ์เครือบุตร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ได้ให้คำแนะนำ คำปรึกษาจนงานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงมาได้ด้วยดี รวมถึงคำแนะนำที่เป็นประโยชน์จากคณะกรรมการสอบและคณาจารย์ประจำภาควิชา วิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่กรุณาสละเวลาให้ความรู้ คำแนะนำ ตลอดจนเอื้อเฟื้อเครื่องมือ ตลอดจนการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่สำนักงาน (ธุรการ) ที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการใช้งานสถานที่และ อุปกรณ์ต่าง ๆ ของภาควิชาฯ และช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานต่าง ๆ

งานวิจัยนี้ได้รับความช่วยเหลืออย่างดีจากศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี สำหรับเครื่องมือต่าง ๆ และสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (SLRI) ทั้ง สถานีระบบลำเลียงแสงที่ 5.3 XPS และ สถานีระบบลำเลียงแสงที่ 8 XAS รวมถึงเจ้าหน้าที่ทุก ๆ ท่าน ที่ช่วยให้คำแนะนำในการทดสอบและวิเคราะห์ผล

ขอขอบพระคุณ ดร. ณรงค์ จันทร์เล็ก ดร. วันทนา คล้ายสุบรรณ ดร. เพ็ญพิชชา อมรภัทรกิจ นายอดุลย์พันธ์ พิมพ์สวัสดิ์ และ อาจารย์ ดร. สุจิตตรา แดงสกุล ที่ได้ให้ความเอื้อเฟื้อเครื่องมือทดสอบ

ขอขอบพระคุณ บริษัท Meticuly Company Limited และ พนักงานทุกท่าน ที่เอื้อเฟื้อ ช่างงานและเครื่องมือในการทดสอบ

ขอขอบพระคุณ ดร. อัจฉรา คำกองแก้ว และ อาจารย์ ดร. อทิพงศ์ บุตรชานนท์ ที่กรุณาสละ เวลาให้ความรู้ คำปรึกษาในการแก้ปัญหา รวมถึงการช่วยเหลือในทุก ๆ ด้าน ตลอดจนการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ โครงการสร้างเสริมพลังจุฬาฯ ก้าวสู่ศตวรรษที่ 2 ที่ช่วยสนับสนุนเงินทุนวิจัย สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ คุณพ่อและคุณแม่ รวมถึงพี่ ๆ เพื่อน ๆ และน้อง ๆ นิสิตภาควิชา วิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับกำลังใจและช่วงเวลาดีดีที่สร้างร่วมกัน

ธนชัย บุญชูดวง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ	2
1.3 ขอบเขตโครงการ.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 วรรณกรรมปริทรรศน์.....	4
2.1 โลหะวิทยาของโลหะไทเทเนียม (Metallurgy of titanium).....	4
2.1.1 การจำแนกประเภทของโลหะผสมไทเทเนียม (Classification of titanium alloys) ..	5
2.1.2 โครงสร้างจุลภาคของโลหะผสมไทเทเนียม (Microstructure of titanium alloys)...	6
2.1.3 ปฏิกิริยาออกซิเดชันในโลหะไทเทเนียม (Oxidation of titanium)	10
2.1.4 คุณสมบัติทางกลของโลหะไทเทเนียม (Mechanical properties of titanium).....	11
2.2 กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหาย (lost wax casting).....	12
2.2.1 กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหายในโลหะไทเทเนียม.....	13
2.2.2 ปูนที่ใช้ในการหล่อโลหะไทเทเนียม (Investment for titanium casting)	15
2.3 การเกิดขึ้นแอลฟาเคสในโลหะไทเทเนียม (Alpha-case formation in titanium)	16

2.3.1 การป้องกันและกำจัดชั้นแอลฟาเคสในโลหะไทเทเนียม (Prevention and removal of alpha-case layer in titanium).....	18
2.4 เทคโนโลยีการพิมพ์สามมิติในโลหะผสมไทเทเนียม (3D printing of titanium alloys).....	18
2.5 เทคนิคการดูดกลืนของรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy : XAS) [42]	20
2.5.1 ช่วง Pre-edge.....	21
2.5.2 ช่วง X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES)	21
2.5.3 ช่วง Extended X-ray Absorption Fine Structure (EXAFS).....	22
บทที่ 3 ระเบียบวิธีการวิจัย	24
3.1 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย.....	24
3.2 การตรวจสอบส่วนผสมทางเคมี	25
3.3 การออกแบบชิ้นงานโลหะที่ใช้ในงานหล่อ	25
3.4 การเตรียมชิ้นงานโลหะ	26
3.5 การเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบต่าง ๆ	26
3.6 การทดสอบบอบอ่อนของโลหะไทเทเนียมผสม	27
3.7 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและการทดสอบความแข็งของชิ้นงานโลหะ.....	27
3.8 การวิเคราะห์ส่วนประกอบ โครงสร้างระดับอะตอม และ ธาตุองค์ประกอบระดับผิวชิ้นงาน	28
3.9 การวิเคราะห์และการคำนวณสเปกตรัมที่ได้จากเทคนิค EXAFS.....	28
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	32
4.1 ผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของวัสดุที่ใช้ในการวิจัย	32
4.1.1 ผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิกที่ใช้ในการหล่อ	32
4.2 ผลการเตรียมชิ้นงาน	32
4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและผลการทดสอบความแข็งของชิ้นงาน.....	35
4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของชิ้นงานและโครงสร้างเฉพาะบริเวณของอะตอม	43
4.4.1 ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบบริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS	43

4.4.2 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบของชิ้นงานด้วยเทคนิค XRD.....	48
4.4.3 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบของชิ้นงานด้วยเทคนิค EXAFS.....	51
4.4.3.1 ผลวิเคราะห์ข้อมูลสเปกตรัม EXAFS.....	51
4.4.3.2 ผลการคำนวณโครงสร้างอะตอมจากข้อมูล EXAFS.....	54
4.5 ผลการวิเคราะห์การบอบอ่อนของชิ้นงานไทเทเนียมผสม.....	58
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	64
5.1 สรุปผลการทดลองในชิ้นงานหล่อไทเทเนียมและชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสม.....	64
5.2 สรุปผลการทดสอบบอบอ่อนชิ้นงานของไทเทเนียมผสม.....	65
บรรณานุกรม.....	67
ภาคผนวก.....	73
ภาคผนวก ก.....	74
ภาคผนวก ข.....	75
ประวัติผู้เขียน.....	88

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียมแต่ละประเภท [23].....	11
ตารางที่ 2.2 อิทธิพลของชนิดโครงสร้างจุลภาคต่อคุณสมบัติทางกลของไทเทเนียมผสม [23].....	12
ตารางที่ 4.1 ผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิกที่ใช้ในงานหล่อ.....	32
ตารางที่ 4.2 ผลการคำนวณโครงสร้างอะตอมจากสเปกตรัม EXAFS ของชิ้นงานต่าง ๆ โดยกำหนดขอบเขตการ fitting ตั้งแต่ 1.2–3.8 Å.....	57



สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1 แสดงหน่วยเซลล์อะตอมของโครงสร้างผลึกแบบต่าง ๆ (ซ้าย) โครงสร้างผลึก HCP หรือ α -phase และ (ขวา) โครงสร้างผลึก BCC หรือ β -phase [23].....	4
ภาพที่ 2.2 แผนภาพของเฟสประเภทต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียมผสม [24].....	5
ภาพที่ 2.3 Thermo-mechanical treatment ของโลหะไทเทเนียมผสม [22]	6
ภาพที่ 2.4 – การเกิดโครงสร้างจุลภาค lamellar ในโลหะไทเทเนียมผสม [25]	7
ภาพที่ 2.5 โครงสร้างจุลภาค lamellar แบบต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียม, a) โครงสร้างจุลภาคแบบ Widmanstätten และ b)โครงสร้างจุลภาคแบบ Colony [25]	7
ภาพที่ 2.6 โครงสร้างจุลภาคแบบ equiaxed ใน Ti-6Al-4V หลังจาก recrystallization, a) equiaxed ละเอียด และ b) equiaxed หยาบ [23]	8
ภาพที่ 2.7 โครงสร้างจุลภาคแบบ bimodal ใน Ti-6Al-4V, a) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสง และ b) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope) [26].....	8
ภาพที่ 2.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo ที่ผ่านการชุบขึ้นรูปร้อนที่ 870 °C (a) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 870 °C ชุบแข็งด้วยน้ำ และ อบอ่อน 8 ชั่วโมง ที่ 595 °C, (b) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 915 °C, (c) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 930 °C และ (d) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 955 °C [27]	9
ภาพที่ 2.9 แสดงแผนภาพของเฟส Ti-O [30].....	10
ภาพที่ 2.10 แสดงขั้นตอนกระบวนการหล่อแบบซีพิงหาย [31].....	13
ภาพที่ 2.11 แสดงโครงสร้างจุลภาคและข้อมูลการทดสอบความแข็งของโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการหล่อ [12]	14
ภาพที่ 2.12 แสดงชั้นแอลฟาเคสของ Ti-6Al-4V ที่ผ่านการหล่อ [32]	14
ภาพที่ 2.13 การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระของสารประกอบออกไซด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ [12]	15

ภาพที่ 2.14 แสดงรูปภาพโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวของโลหะไทเทเนียมหล่อจากการใช้ปูนหล่อประเภทต่าง ๆ (ซ้ายบน) ปูน SiO ₂ , (ขวาบน) ปูน Al ₂ O ₃ , (ล่าง) ปูน MgO [15]	16
ภาพที่ 2.15 แผนภาพแสดงลักษณะความเข้มข้นของออกซิเจนในโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการออกซิไดซ์ตามโมเดลของ Wagner [28].....	17
ภาพที่ 2.16 ผลของความหนาชั้นงานหล่อต่อความลึก alpha-case layer [39].....	17
ภาพที่ 2.17 การปรับปรุงเซรามิกที่ใช้ในงานหล่อไทเทเนียมโดยทำการเคลือบด้วย Zirconite [16] 18	
ภาพที่ 2.18 แผนภาพของกระบวนการและตัวแปรต่าง ๆ ของเทคนิค selective laser melting [19]	19
ภาพที่ 2.19 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Ti-24Nb-4Zr-8Sn ที่ผ่านการผลิตแบบ SLM, แสดงรูพรุนและบริเวณที่ไม่หลอมเหลวเนื่องจากการใช้ตัวแปรต่าง ๆ ที่ไม่เหมาะสม [19].....	20
ภาพที่ 2.20 กลไกการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (a) การดูดกลืนรังสีเอกซ์, (b) การคายพลังงานในรูปโฟตอน, (c) การปลดปล่อยออเจอร์อิเล็กตรอน.....	21
ภาพที่ 2.21 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของ Fe K-edge ใน Fe ₃ O ₄ [43].....	22
ภาพที่ 3.1 ลักษณะของโลหะที่ใช้ในการหล่อ (ซ้าย) โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 2.....	24
ภาพที่ 3.2 ปูนที่ใช้ในการหล่อขึ้นงาน	25
ภาพที่ 3.3 ขนาดต้นแบบที่ใช้งานหล่อโลหะ	25
ภาพที่ 3.4 การผสมข้อมูลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS	29
ภาพที่ 3.5 การจัดการข้อมูลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS (a) ข้อมูลดิบ (b) การเลือก Pre-edge line และ Post-edge line (c) ข้อมูลหลังผ่าน Normalized.....	29
ภาพที่ 3.6 การแปลงข้อมูลให้อยู่ในรูปฟังก์ชันของเลขคลื่น (บน) การแปลงฟูเรียร์ของข้อมูล EXAFS ให้อยู่ในรูปของฟังก์ชันของระยะห่างระหว่างอะตอม (ล่าง)	30
ภาพที่ 3.7 การเลือก path จากแบบจำลองไทเทเนียมเฟสแอลฟาและ Ti ₃ O เปรียบเทียบกับสเปกตรัม EXAFS ที่ได้จากการทดลอง	31
ภาพที่ 4.1 ตัวอย่างต้นแบบเทียนที่ใช้ในการหล่อขึ้นงาน	33
ภาพที่ 4.2 ชิ้นงานโลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการหล่อ (บน) ไทเทเนียมบริสุทธิ์ (ล่าง) ไทเทเนียมผสม	33

ภาพที่ 4.3	ชิ้นงานโลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติ	34
ภาพที่ 4.4	ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค	34
ภาพที่ 4.5	ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบองค์ประกอบด้วยเทคนิคอื่น ๆ (ซ้าย) ชิ้นงานด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส (ขวา) ชิ้นงานด้านที่ไม่มีแอลฟาเคส	34
ภาพที่ 4.6	โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	35
ภาพที่ 4.7	โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	35
ภาพที่ 4.8	โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	36
ภาพที่ 4.9	โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	37
ภาพที่ 4.10	โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	37
ภาพที่ 4.11	โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	37
ภาพที่ 4.12	ลักษณะของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนาต่าง ๆ	38
ภาพที่ 4.13	โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	39
ภาพที่ 4.14	โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	39
ภาพที่ 4.15	โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	39
ภาพที่ 4.16	โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง	40

ภาพที่ 4.17 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง.....	41
ภาพที่ 4.18 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง.....	41
ภาพที่ 4.19 ลักษณะของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานไทเทเนียมผสม ที่ผ่านการหล่อที่ความหนาต่าง ๆ.....	41
ภาพที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติที่กำลังขยายสูง โดย (a) และ (b) เป็นบริเวณที่แตกต่างกัน.....	42
ภาพที่ 4.21 กราฟเปรียบเทียบความแข็งของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ (CP-Ti) จากการหล่อ และโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) จากการหล่อและจากการพิมพ์ 3 มิติ.....	42
ภาพที่ 4.22 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส ด้วยเทคนิค XPS.....	44
ภาพที่ 4.23 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส ด้วยเทคนิค XPS.....	45
ภาพที่ 4.24 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส ด้วยเทคนิค XPS.....	46
ภาพที่ 4.25 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส ด้วยเทคนิค XPS.....	47
ภาพที่ 4.26 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อทั้งด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส (CP-Ti alpha-case) และด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส (CP-Ti).....	48
ภาพที่ 4.27 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (a) ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อทั้งด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส (Ti-6Al-4V alpha-case) และด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส (Ti-6Al-4V) (b) รูปขยายกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ช่วงประมาณ 34-41 องศา.....	49
ภาพที่ 4.28 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงานไทเทเนียมผสม ที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติ (Ti-6Al-4V printed).....	50
ภาพที่ 4.29 การเปรียบเทียบกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระนาบ (100), (002), (101) ระหว่างด้านที่มีและไม่มีชั้นแอลฟาเคส (a) ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ (b) ชิ้นงานไทเทเนียมผสม.....	51

ภาพที่ 4.30 สเปกตรัม EXAFS ที่ผ่านการแปลงแบบฟูเรียร์ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ ที่ผ่านการหล่อและชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อและการพิมพ์สามมิติ	52
ภาพที่ 4.31 ระยะห่างระหว่างอะตอมในโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมเฟสแอลฟา และระยะห่างระหว่างอะตอมออกซิเจนกับอะตอมของไทเทเนียมในโครงสร้างผลึกของสารประกอบ Ti_3O	53
ภาพที่ 4.32 ตำแหน่งในโครงสร้างผลึกไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่อะตอมออกซิเจนสามารถละลาย แบบแทรกที่ได้ประกอบด้วย octahedral site (สีส้ม), hexahedral site (สีน้ำเงิน), crowdion site (สีดำ) [56]	53
ภาพที่ 4.33 การเปรียบเทียบสเปกตรัม EXAFS ระหว่างด้านที่มีและไม่มีชั้นแอลฟาเคส ชิ้นงานหล่อไทเทเนียมบริสุทธิ์ (บน) ชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสม (ล่าง)	54
ภาพที่ 4.34 ผลการคำนวณสเปกตรัม EXAFS ของชิ้นงานต่าง ๆ	56
ภาพที่ 4.35 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (a) ด้านที่ขัดผิว (b) ด้านที่ไม่ได้ขัดผิว	58
ภาพที่ 4.36 โครงสร้างจุลภาคบริเวณต่าง ๆ ของชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน (a) บริเวณผิว 2 ชั่วโมง, (d) บริเวณตรงกลาง 2 ชั่วโมง, (b) บริเวณผิว 5 ชั่วโมง, (e) บริเวณตรงกลาง 5 ชั่วโมง, (c) บริเวณผิว 10 ชั่วโมง, (f) บริเวณตรงกลาง 10 ชั่วโมง ...	59
ภาพที่ 4.37 ลักษณะของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน	60
ภาพที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคบริเวณขอบของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสม ที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน (a) 5 ชั่วโมง, (b) 10 ชั่วโมง	60
ภาพที่ 4.39 ลักษณะพื้นผิวชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมที่ผ่านการอบอ่อนที่ถ่ายด้วยเทคนิค SEM และธาตุประกอบที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS	61
ภาพที่ 4.40 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน (a) 2 ชั่วโมง กำลังขยายต่ำ, (d) 2 ชั่วโมง กำลังขยายสูง, (b) 5 ชั่วโมง กำลังขยายต่ำ, (e) 5 ชั่วโมง กำลังขยายสูง, (c) 10 ชั่วโมง กำลังขยายต่ำ, (f) บริเวณตรงกลาง 10 ชั่วโมง กำลังขยายสูง	62
ภาพที่ 4.41 ค่าเฉลี่ยของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสม ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน	63

ภาพที่ 5.1 กลไกการเกิดขึ้นของแอลฟาแคสในงานหล่อของงานวิจัยนี้..... 65



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงงาน

โลหะผสมไทเทเนียม (Titanium alloys) ถูกนำมาศึกษาวิจัยในการสร้างวัสดุทางการแพทย์เป็นเวลานาน ไม่ว่าจะเป็นเครื่องมือทางศัลยกรรม (surgical instrumental) จนถึงกระดูกปลูกฝังหรือกระดูกเทียม (orthopedic implants หรือ artificial bones) โดยในส่วนของกระดูกเทียม มีการศึกษาตั้งแต่ช่วงปี ค.ศ. 1980 [1-4] เนื่องจากสมบัติที่ดีในด้านต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียม อาทิ เช่น ความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance), มีน้ำหนักเบา (lightweight), มีความแข็งแรง (strength), ความสามารถในการขึ้นรูป (formability), ความเหนียว (toughness), ความต้านทานการเสียดสี (wear resistance), ความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) ซึ่งเหมาะสมสำหรับการนำมาทำเป็นกระดูกเทียม [5-7] มีงานวิจัยมากมายในอดีตที่พยายามพัฒนากระบวนการผลิตกระดูกเทียมจากโลหะไทเทเนียมไม่ว่าจะเป็น การฉีดเข้าแบบโลหะ (metal injection molding) [8-10] การหล่อแบบขี้ผึ้งหาย (investment casting หรือ lost-wax casting) โดยเฉพาะกระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหายเป็นที่นิยมเป็นอย่างมากเพราะมีความแม่นยำ สามารถออกแบบชิ้นงานได้สะดวกและสามารถออกแบบชิ้นงานที่ซับซ้อนได้ มีต้นทุนการผลิตที่ไม่สูงมาก อย่างไรก็ตาม การหล่อแบบขี้ผึ้งหายมีตัวแปรหลายอย่างที่ต่อควบคุมในการหล่อกระดูกเทียมไม่ว่าจะเป็น ส่วนผสมของโลหะที่ใช้ บรรยากาศในการหล่อเนื่องจากความไวในการเกิดปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมของโลหะไทเทเนียมขณะเหลว [11] ขั้นตอนต่าง ๆ ในการเตรียมแบบหล่อ สมบัติของปูนที่ใช้เป็นแบบหล่อในกระบวนการหล่อขี้ผึ้งหายซึ่งปูนแต่ละชนิดสามารถส่งผลต่อคุณภาพของกระดูกเทียม [12-16]

เนื่องจากโลหะไทเทเนียมเป็นโลหะที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับธาตุต่าง ๆ ได้ง่าย ทำให้เกิดโครงสร้างแบบหนึ่งขึ้นมาที่เรียกว่า ชั้นแอลฟาเคส (alpha-case layer) ซึ่งมีความแข็งสูงมากและยังมีความเปราะซึ่งไม่เหมาะกับการนำไปใช้งาน แม้จะสามารถทำการกลึงไสออกได้ แต่ก็มีความเสี่ยงของการเป็นจุดเริ่มของรอยแตกได้ด้วย นอกจากนี้การกลึงไสชั้นแอลฟาเคสยังทำให้ขนาดที่ออกแบบไว้เกิดความผิดพลาดอีกด้วย

ในปัจจุบันมีเทคโนโลยีสมัยใหม่สำหรับการผลิตชิ้นงานโลหะด้วยเทคนิคการพิมพ์สามมิติ (3D printing) [17-21] ที่ช่วยให้สามารถขึ้นรูปที่มีลักษณะซับซ้อนได้ง่ายขึ้นรวมทั้งลดค่าใช้จ่ายในเรื่องของการกลึงไส (machining) เพราะชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะใกล้เคียงกับสิ่งที่เราออกแบบไว้มากกว่าการหล่อ นอกจากนี้ยังมีเรื่องของการควบคุมการเกิดปฏิกิริยาขณะทำการขึ้นรูปที่ดีกว่าการหล่อ แต่เทคนิคการพิมพ์สามมิติก็มีข้อเสียในเรื่องของค่าใช้จ่ายที่สูงมาก รวมถึงยังมีปัจจัยในการใช้ชิ้นรูปโลหะอีกมากมายที่ยังต้องศึกษาเพิ่มเติม

จากปัญหาที่ได้กล่าวมาข้างต้นจึงเป็นที่มาของงานวิจัยนี้ เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค โครงสร้างเฉพาะบริเวณของชิ้นงานที่ได้จากการหล่อแบบซีพิ้งหาย รวมถึงศึกษาชิ้นงานที่ใช้เทคนิคการพิมพ์สามมิติในการขึ้นรูป และทำการศึกษารอบอ่อน (annealing) ของโลหะผสมไทเทเนียมเพื่อตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นบริเวณผิวว่าส่งผลต่อชั้นแอลฟาเคสอย่างไร ผลการศึกษานี้จะเป็นประโยชน์ในการผลิตชิ้นงานได้อย่างเหมาะสม ลดโอกาสที่จะเกิดปัญหา รวมทั้งสามารถเข้าใจปัญหาที่เกิดขึ้นและวิธีแก้ไขปัญหาได้อีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.2.1 เพื่อเปรียบเทียบและเข้าใจความสัมพันธ์ของโครงสร้างจุลภาค โครงสร้างเฉพาะบริเวณและความแข็ง ของชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยการหล่อแบบซีพิ้งหายและการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สามมิติ

1.2.2 เพื่อวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงความแข็งของวัสดุที่เกิดจากกระบวนการอบอ่อนในชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมที่ได้จากการขึ้นรูปทั้งสองแบบ

1.3 ขอบเขตโครงการ

1.3.1 ชิ้นงานที่ทำการศึกษา คือ โลหะผสมไทเทเนียมเกรด 5 ที่มีอะลูมิเนียมผสมประมาณร้อยละ 6 และมีวาเนเดียมผสมประมาณร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก (Ti-6Al-4V) ซึ่งผ่านการขึ้นรูปหล่อแบบซีพิ้งหายโดยใช้ปูนหล่อที่อยู่ในกลุ่ม spinel และโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สามมิติ

1.3.2 ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค โครงสร้างเฉพาะบริเวณและความแข็ง ของชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยการหล่อแบบซีพิ้งหายและการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สามมิติ

1.3.3 ศึกษาและวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของที่เกิดจากกระบวนการอบอ่อนในชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมที่ได้จากการขึ้นรูปทั้งสองแบบ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถอธิบายโครงสร้างเฉพาะบริเวณที่เป็นผลจากการหล่อแบบซีดีผงหายในโลหะผสมไทเทเนียมและการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สามมิติ

1.4.2 สามารถนำความรู้ที่ได้ไปปรับเปลี่ยนหรือปรับปรุงกระบวนการหล่อแบบซีดีผงหายสำหรับการหล่อโลหะไทเทเนียมให้มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น



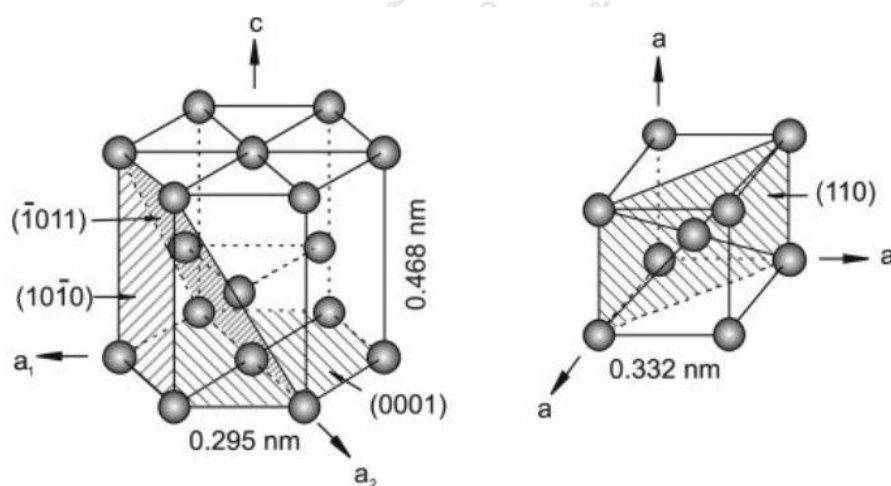
บทที่ 2

วรรณกรรมปริทรรศน์

2.1 โลหะวิทยาของโลหะไทเทเนียม (Metallurgy of titanium)

โลหะไทเทเนียมถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ.1791 โดย William Gregor ชาวอังกฤษ [22] หลังจากนั้น 4 ปี นักเคมีชาวเยอรมัน Martin Heinrich สามารถแยกไทเทเนียมออกไซด์จากรutile และได้ตั้งชื่อธาตุไทเทเนียมซึ่งมาจากคำว่า Titan จากภาษากรีก อย่างไรก็ตามผู้ที่สามารถริเริ่มการผลิตโลหะไทเทเนียมให้เป็นอุตสาหกรรมได้คือ Wilhelm Justin Kroll โดยการใช้การผสมระหว่างไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ ($TiCl_4$) กับ แมกนีเซียม (Mg) ซึ่ง ณ ปัจจุบันนี้ยังเป็นวิธีที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายจึงได้มีการยกย่อง Kroll เป็นบิดาแห่งอุตสาหกรรมไทเทเนียม

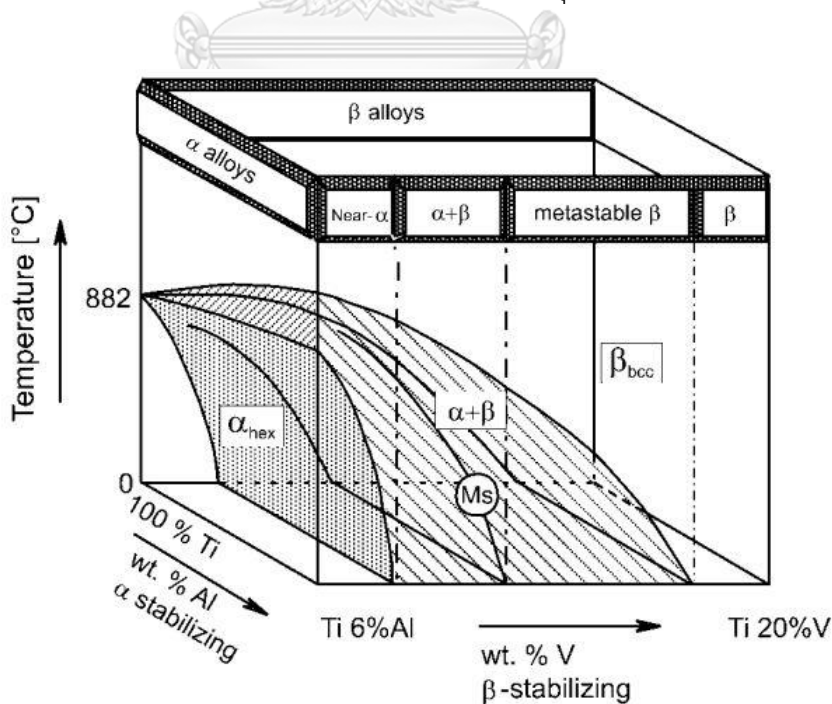
โลหะไทเทเนียมสามารถเปลี่ยนโครงสร้างผลึกได้หลายโครงสร้างขึ้นอยู่กับช่วงอุณหภูมิ โดยการเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างผลึกแบบหนึ่งไปเป็นอีกแบบหนึ่ง เรียกว่า การเปลี่ยนแปลงอัญรูป (allotropic transformation) โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP (hexagonal close packed structure) หรือ alpha phase (α -phase) ซึ่งเสถียรที่อุณหภูมิต่ำ ในขณะที่ช่วงอุณหภูมิสูง โลหะไทเทเนียมจะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแบบ BCC (body-centered cubic) หรือ beta phase (β -phase) โดยจะมีอุณหภูมิที่เป็นช่วงเปลี่ยนโครงสร้างผลึก เรียกว่า β -transus temperature อยู่ที่ 882 ± 2 องศาเซลเซียส [23] หน่วยเซลล์อะตอม (atomic unit cell) ของโครงสร้างทั้งสองแบบ แสดงในภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 แสดงหน่วยเซลล์อะตอมของโครงสร้างผลึกแบบต่าง ๆ (ซ้าย) โครงสร้างผลึก HCP หรือ α -phase และ (ขวา) โครงสร้างผลึก BCC หรือ β -phase [23]

2.1.1 การจำแนกประเภทของโลหะผสมไทเทเนียม (Classification of titanium alloys)

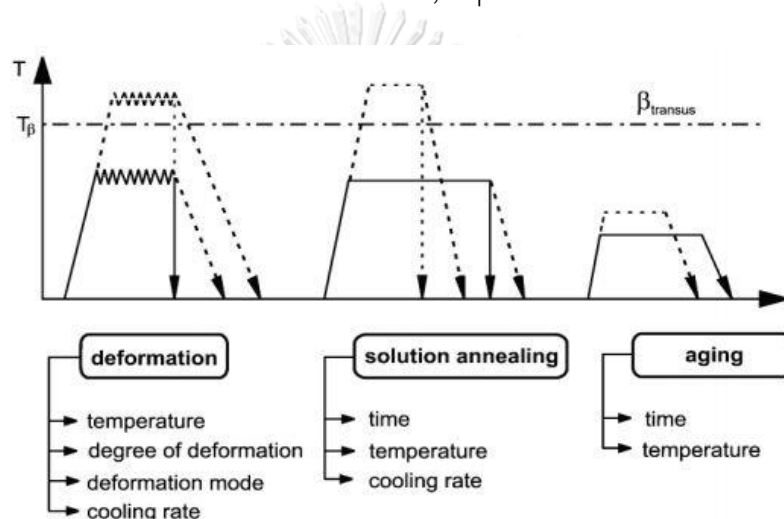
โดยทั่วไปจะจำแนกประเภทของโลหะผสมไทเทเนียมเป็น α , $\alpha+\beta$ และ β alloys ขึ้นอยู่กับปริมาณและชนิดของธาตุผสมที่ใส่เข้าไป ซึ่งชนิดของธาตุผสมในโลหะไทเทเนียมแบ่งเป็น 3 ประเภท คือ neutral, α -stabilizers และ β -stabilizers พิจารณาจากผลกระทบต่อของธาตุผสมต่อ β -transus temperature โดยประเภท α -stabilizers จะส่งผลให้บริเวณพื้นที่ของ α phase ขยายไปสู่ช่วงอุณหภูมิที่สูงขึ้น ธาตุที่จัดอยู่ในประเภทนี้ได้แก่ Al, O, N, C ส่วนประเภทของ β -stabilizers จะเลื่อนเส้นแบ่งระหว่างสองโครงสร้างให้อยู่ในช่วงอุณหภูมิต่ำลง ได้แก่ธาตุ Mo, V, Ta ในภาพที่ 2.2 แสดงแผนภาพของเฟส (phase diagram) แบบสามมิติ ซึ่งประกอบด้วย สองแผนภาพที่ได้จากการเติมธาตุผสมประเภท α -stabilizers และ β -stabilizers ตามลำดับ จากแผนภาพ α alloys ประกอบไปด้วย โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ หรือโลหะไทเทเนียมที่ใส่ธาตุผสมประเภท α -stabilizers แต่ถ้ามีธาตุผสมประเภท β -stabilizers ผสมอยู่ด้วยในสัดส่วนเล็กน้อย จะเรียกว่า near- α alloys ในประเภท $\alpha+\beta$ alloys ซึ่งเป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลาย จะมีอัตราส่วนปริมาตรของ β ระหว่าง 5 ถึง 40 เปอร์เซ็นต์ ถ้าสัดส่วนของ β -stabilizers เพิ่มขึ้น เฟส β จะไม่เปลี่ยนโครงสร้างเป็น martensite จากการเย็นตัวอย่างรวดเร็ว และประเภทสุดท้ายคือ β alloys ซึ่งอัตราส่วนปริมาตรมากกว่า 40 เปอร์เซ็นต์ ยังไม่เป็นที่นิยมนำไปใช้งานในประเทศไทยมากนัก เนื่องจากผลิตและควบคุมยากกว่า



ภาพที่ 2.2 แผนภาพของเฟสประเภทต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียมผสม [24]

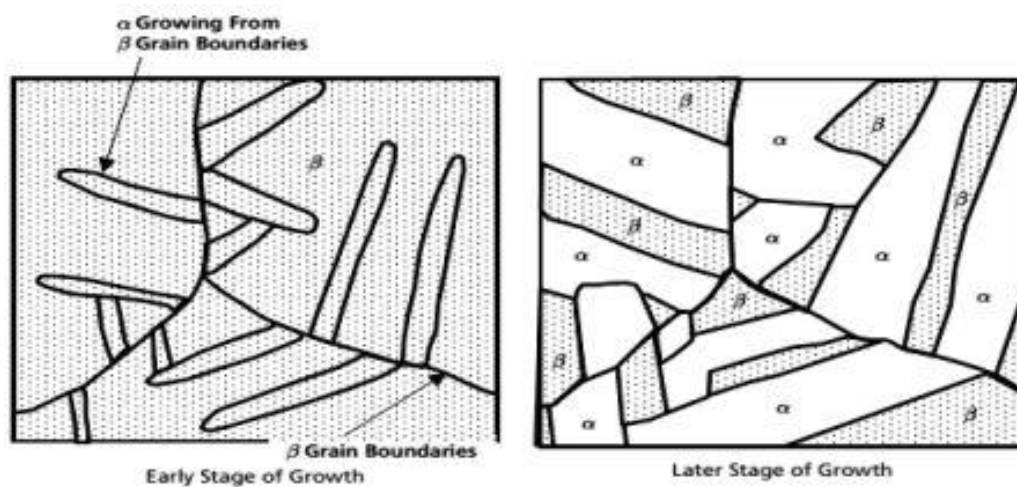
2.1.2 โครงสร้างจุลภาคของโลหะผสมไทเทเนียม (Microstructure of titanium alloys)

โครงสร้างจุลภาคสามารถเป็นสิ่งบ่งบอกถึงคุณสมบัติเชิงกลของโลหะผสมไทเทเนียมได้ ซึ่งขึ้นอยู่กับขนาดและการจัดเรียงตัวของ α และ β -phase ความแตกต่างของโครงสร้างจุลภาคเกิดจากกระบวนการที่เรียกว่า thermo-mechanical treatments (TMT) แสดงในภาพที่ 2.3 รวมถึง การอบชุบทางความร้อน (heat treatment), การตกผลึกซ้ำ (recrystallization), การบ่มเพิ่มความแข็ง (aging) และ การอบอ่อน (annealing) การแบ่งระหว่างบริเวณ β -phase กับ α + β -phase สามารถใช้ β -transus temperature เป็นตัวพิจารณา โดยทั่วไปโครงสร้างจุลภาคที่พบในโลหะผสมไทเทเนียมจะมีแบบ lamellar, equiaxed และ bimodal

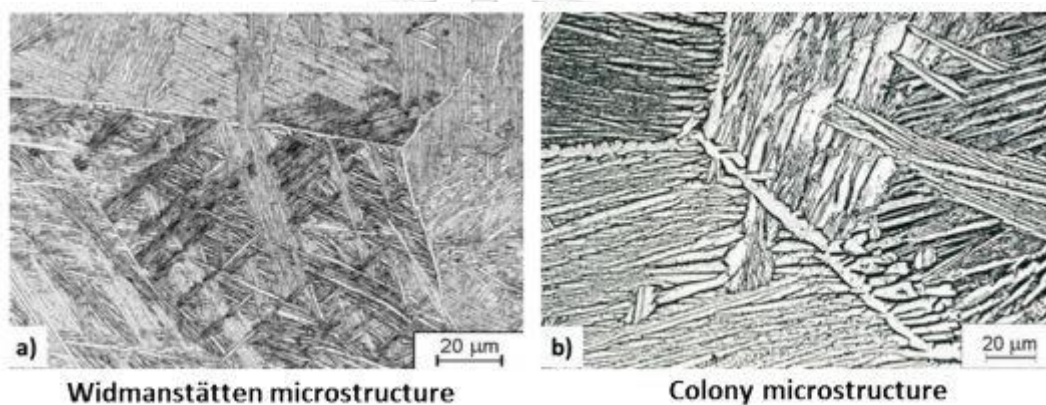


ภาพที่ 2.3 Thermo-mechanical treatment ของโลหะไทเทเนียมผสม [22]

โครงสร้างจุลภาคแบบ lamellar เกิดเนื่องจากการเย็นตัวจากบริเวณ β -phase เมื่ออุณหภูมิตกลงมาต่ำกว่า β -transus temperature เฟส α จะเริ่มก่อตัวขึ้นที่บริเวณขอบเกรน และโตเป็นลักษณะแผ่นบาง ๆ เข้าไปในเกรนของ β ที่เกิดขึ้นก่อนหน้าดังภาพที่ 2.4 ซึ่งโครงสร้างจุลภาคแบบ lamellar จะขึ้นอยู่กับอัตราการเย็นตัว (cooling rate) ถ้าอัตราการเย็นตัวสูงจะเกิดการก่อตัวที่ลักษณะคล้ายเข็ม มีความละเอียดสูงเรียกว่า basket weave หรือ Widmanstätten ดังภาพที่ 2.5 a) ในทางกลับกันถ้าอัตราการเย็นตัวต่ำ ชั้นแต่ละชั้นของ lamellar จะหยาบขึ้น (coarsening) ตามอัตราการเย็นตัวที่ลดลง โครงสร้างจุลภาคประเภทนี้เรียกว่า colony ดังภาพที่ 2.5 b)

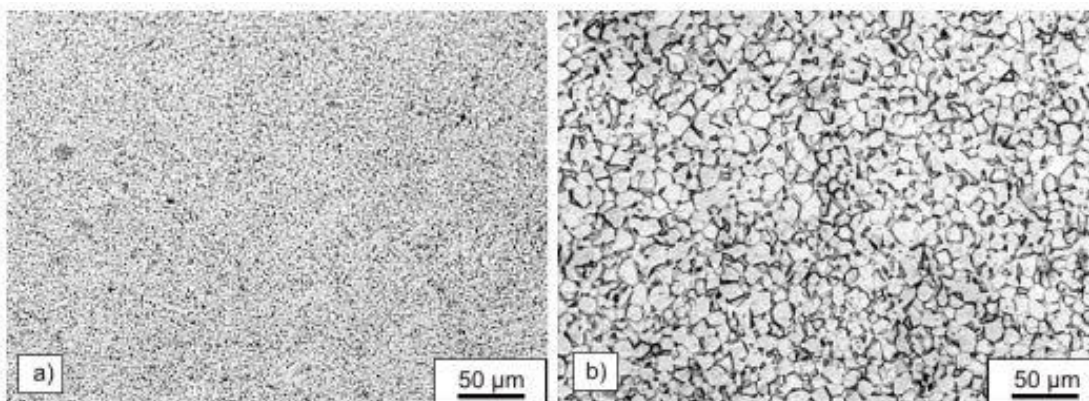


ภาพที่ 2.4 - การเกิดโครงสร้างจุลภาค lamellar ในโลหะไทเทเนียมผสม [25]



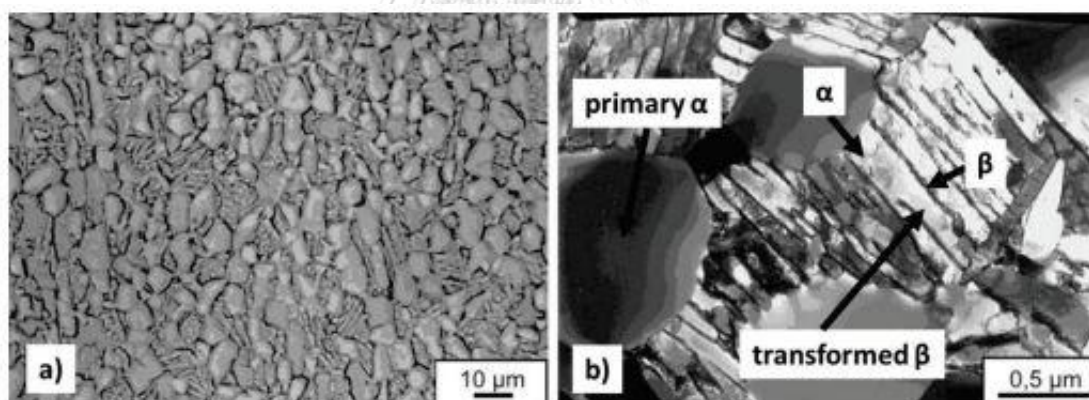
ภาพที่ 2.5 โครงสร้างจุลภาค lamellar แบบต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียม, a) โครงสร้างจุลภาคแบบ Widmanstätten และ b) โครงสร้างจุลภาคแบบ Colony [25]

โครงสร้างจุลภาคแบบ equiaxed เป็นผลมาจากกระบวนการ recrystallization หรือ การที่โลหะถูกเปลี่ยนรูปจากการขึ้นรูปเย็น (cold work) ซึ่งจะเกิดการเปลี่ยนแปลงในบริเวณ $\alpha+\beta$ -phase ลักษณะของโครงสร้างจุลภาคขึ้นอยู่กับความต่อเนื่องในการทำ solution treatment ยิ่งใช้เวลาในการให้ความร้อนนานโครงสร้างจะมีความหยาบเพิ่มขึ้น และอุณหภูมิที่ใช้ในการทำ solution treatment เป็นตัวกำหนดสัดส่วนโดยปริมาตรของ primary α โดยภาพโครงสร้างจุลภาคแบบ equiaxed ทั้งแบบหยาบและแบบละเอียดแสดงในภาพที่ 2.6



ภาพที่ 2.6 โครงสร้างจุลภาคแบบ equiaxed ใน Ti-6Al-4V หลังจาก recrystallization, a) equiaxed ละเอียด และ b) equiaxed หยาบ [23]

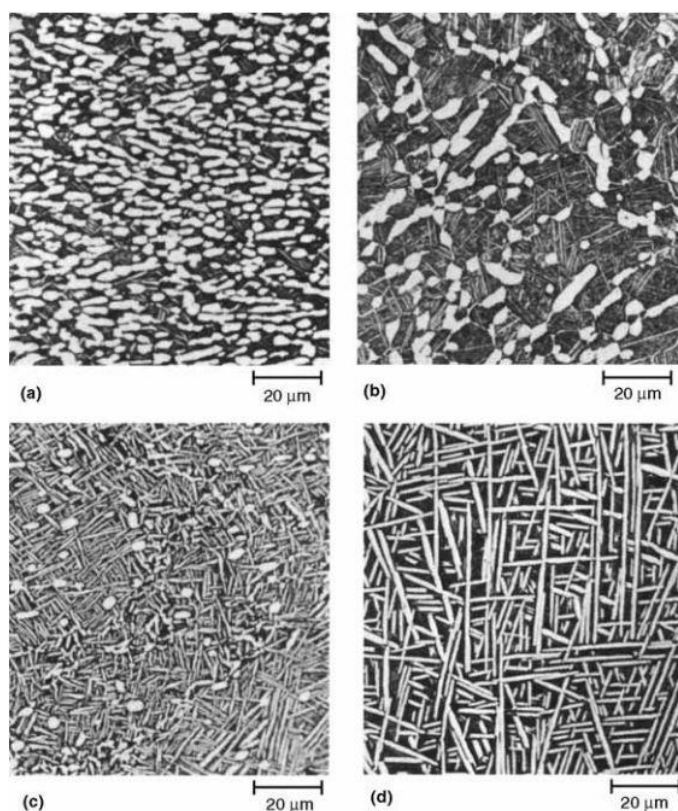
โครงสร้างจุลภาคแบบ bimodal จะเกิดขึ้นเมื่อมีการทำ solution treatment ที่อุณหภูมิต่ำกว่า β -transus temperature โครงสร้างจุลภาคแบบ bimodal จะประกอบด้วย equiaxed α ใน lamellar $\alpha+\beta$ matrix จึงสามารถเรียกโครงสร้างนี้ว่าเป็นการผสมระหว่าง lamellar และ equiaxed ได้ ดังภาพที่ 2.7



ภาพที่ 2.7 โครงสร้างจุลภาคแบบ bimodal ใน Ti-6Al-4V, a) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสง และ b) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope) [26]

การพิจารณาโครงสร้างเนื่องจากการเย็นตัวจากโลหะหลอมเหลว ทำให้เกิดโครงสร้างจุลภาคที่เป็นลักษณะเกรนของ β -phase ก่อน จากนั้นจึงเกิด α -phase ที่หลากหลายโครงสร้าง โดยทั่วไป จะแบ่งโครงสร้าง alpha ออกเป็น 2 ประเภท คือ primary α และ secondary α ในประเภทของ primary α นั้น เกิดขึ้นในระหว่างการขึ้นรูปร้อน (hot working) ส่วน secondary α เกิดจากการเปลี่ยนโครงสร้างจาก β -phase โดยอาจมาจากการเย็นตัวผ่าน β -transus temperature หรือ อาจเกิดจากการ aging จากภาพที่ 2.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ Ti-6Al-

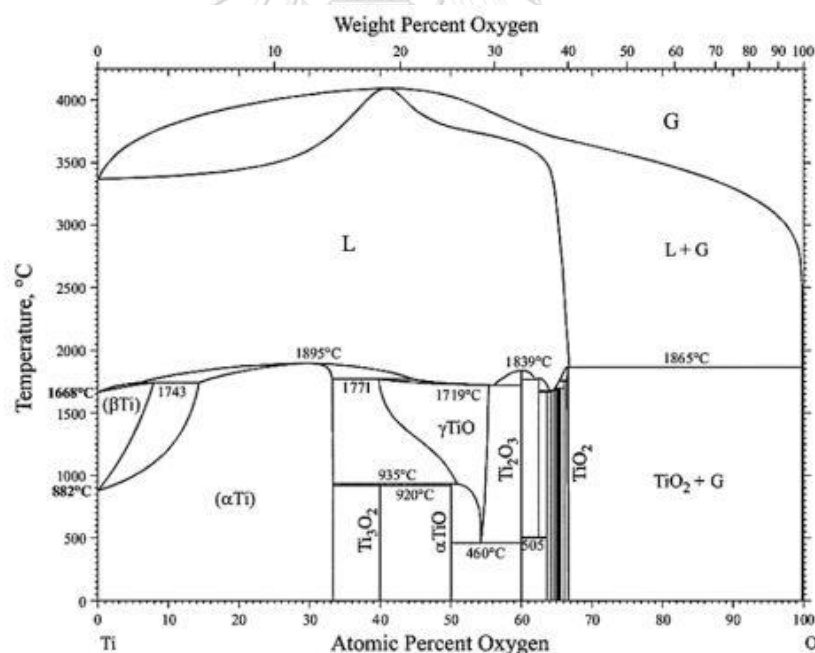
2Sn-4Zr-6Mo ที่ผ่านการทุบขึ้นรูป (forging) ที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียส ตามด้วยกระบวนการทางความร้อนต่างกัน ในภาพที่ 2.8(a) จะสังเกตเห็นเกรนของ primary α (สีขาว) ที่มีลักษณะยึดในเนื้อพื้น α - β มีโครงสร้าง α ลักษณะเข็ม (acicular) ประกอบอยู่ด้วย ขณะที่ภาพที่ 2.8(b) และ 2.8(c) ได้มีการเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้ในการ solution treated จาก 870 องศาเซลเซียส เป็น 915 และ 930 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ผลที่ได้จะพบว่า ปริมาณของ primary α ลดลง โครงสร้าง α เพิ่มขึ้น หยิบขึ้น ตามอุณหภูมิ solution treated ที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ โครงสร้างต่าง ๆ ที่ได้กล่าวมา ยังมีโครงสร้าง martensite มีลักษณะคล้ายกับ โครงสร้าง α แต่เป็นโครงสร้างที่ไม่ได้อยู่ในสมดุล (nonequilibrium) โดยโครงสร้างนี้แบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ α' ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ HCP สามารถเกิดได้จากการชุบแข็ง (quenching) เท่านั้น และ α'' มีโครงสร้างผลึกแบบ orthorhombic สามารถเกิดได้จากการให้ความเย็นจากภายนอก



ภาพที่ 2.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo ที่ผ่านการทุบขึ้นรูปร้อนที่ 870 °C (a) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 870 °C ชุบแข็งด้วยน้ำ และ อบอ่อน 8 ชั่วโมง ที่ 595 °C, (b) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 915 °C, (c) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 930 °C และ (d) Solution treated 2 ชั่วโมง ที่ 955 °C [27]

2.1.3 ปฏิกริยาออกซิเดชันในโลหะไทเทเนียม (Oxidation of titanium)

โลหะไทเทเนียมเป็นโลหะมี affinity กับออกซิเจนสูง เมื่อโลหะไทเทเนียมสัมผัสกับบรรยากาศ ที่อุณหภูมิห้องโลหะไทเทเนียมกับออกซิเจนจะเกิดปฏิกิริยาได้เป็น TiO_2 มีลักษณะเป็นชั้นฟิล์มบาง (thin film) ปกคลุมโลหะไทเทเนียม ทำให้โลหะไทเทเนียมสามารถทนการเกิด oxidation และการกัดกร่อน (corrosion) ได้ดี แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ชั้น TiO_2 จะสูญเสียความเสถียร ออกซิเจนจึงสามารถละลายเข้ามาในโลหะไทเทเนียมได้ ความสามารถในการละลาย (solubility) ของออกซิเจนใน α -titanium อยู่ที่ประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอม (at.%) เกือบทุกช่วงอุณหภูมิ ในขณะที่ β -titanium จะมีความสามารถในการละลายของออกซิเจนมากที่สุดประมาณ 8 เปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอม จากภาพที่ 2.9 แสดงแผนภาพของเฟส Ti-O จะพบว่าไทเทเนียมออกไซด์ที่สามารถเกิดขึ้นได้หลายรูปแบบ เช่น Ti_2O , TiO , Ti_2O_3 และ TiO_2 อย่างไรก็ตามสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1000 องศาเซลเซียส และที่ความดันใกล้เคียงความดันบรรยากาศ ชั้นออกไซด์ (oxide scales) จะพบแต่ Ti_2O rutile เป็นส่วนใหญ่ [28, 29]



ภาพที่ 2.9 แสดงแผนภาพของเฟส Ti-O [30]

2.1.4 คุณสมบัติทางกลของโลหะไทเทเนียม (Mechanical properties of titanium)

สมบัติทางกลของโลหะไทเทเนียมสามารถปรับเปลี่ยนได้ตามธาตุผสมและกระบวนการในการปรับโครงสร้าง การใส่ธาตุผสมเป็นวิธีปรับเปลี่ยนคุณสมบัติโดยการควบคุมส่วนผสมทางเคมี แต่ละธาตุที่ผสมสามารถปรับเปลี่ยนความแข็งแรงผ่านการตกตะกอน (precipitation) หรือการทำสารละลายแบบของแข็ง (solid solution) การปรับเปลี่ยนคุณสมบัติประเภทนี้สามารถเปลี่ยนคุณสมบัติทางกายภาพ เช่น ความหนาแน่น (density), โมดูลัสของยัง (Young's modulus) และค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (thermal expansion coefficient) นอกจากนี้การใส่ธาตุผสมยังสามารถเพิ่มความต้านทานทางเคมี (chemical resistance) ของโลหะผสม เช่น oxidation และ corrosion

กระบวนการในการปรับโครงสร้างเป็นอีกหนึ่งวิธีที่มีความสำคัญในการปรับคุณสมบัติทางกล เพราะการใช้งานในแต่ละประเภทจะต้องการคุณสมบัติทางกลที่แตกต่างกัน ตารางที่ 2.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพพื้นฐานของโลหะไทเทเนียมแต่ละประเภท

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติต่าง ๆ ของโลหะไทเทเนียมแต่ละประเภท [23]

Properties	Class of titanium alloys		
	α	$\alpha+\beta$	β
Density	+	+	-
Strength	-	+	++
Ductility	-/+	+	+/-
Fracture Toughness	+	-/+	+/-
Creep Resistance	+	+/-	-
Corrosion Resistance	++	+	+/-
Oxidation Resistance	++	+/-	-
Weldability	+	+/-	-
Cold Formability	--	-	+/-

นอกจากประเภทต่าง ๆ ของโลหะผสมไทเทเนียม โครงสร้างทางจุลภาคยังส่งผลต่อคุณสมบัติทางกลของโลหะผสมไทเทเนียมอีกด้วย โครงสร้างจุลภาคที่มีเกรนละเอียดมีแนวโน้มที่จะเพิ่มคุณสมบัติด้านความแข็งแรง ความเหนียว (ductility) ในขณะที่โครงสร้างที่มีเกรนหยาบจะเพิ่มความสามารถด้านการต้านทานความคืบ (creep resistance) ส่วนโครงสร้างจุลภาคแบบ lamellar มีคุณสมบัติด้านความทนทานการแตกหัก (fracture toughness) ความต้านทาน

ความคืบที่ดี เนื่องจากการเรียงตัวที่แตกต่างกันของ lamellar แต่ละชั้น ทำให้รอยแตกโตได้ยากขึ้น และสุดท้ายโครงสร้างจุลภาคแบบ bimodal มีการผสมข้อดีของทั้ง 2 โครงสร้าง คุณสมบัติต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 2.2

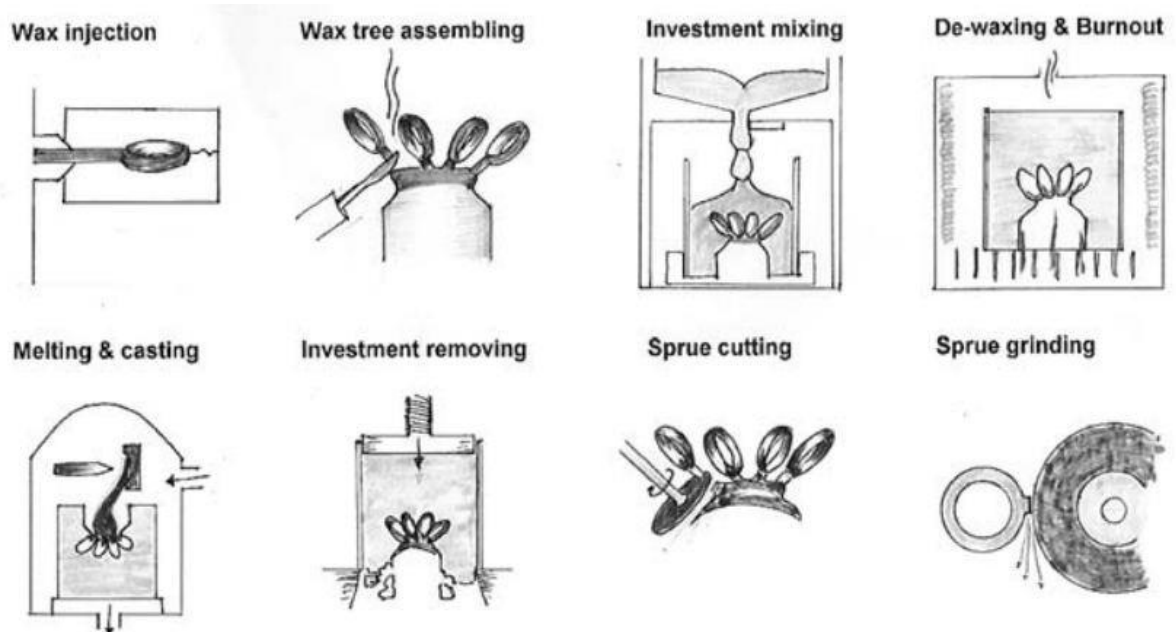
ตารางที่ 2.2 อิทธิพลของชนิดโครงสร้างจุลภาคต่อคุณสมบัติทางกลของไทเทเนียมผสม [23]

Property	Lamellar	Equiaxed	Fine	Coarse
Young's Modulus	No effect	Positive/Negative(texture)	No effect	No effect
Strength	Negative	Positive	Positive	Negative
Ductility	Negative	Positive	Positive	Negative
Fracture Toughness	Positive	Negative	Negative	Positive
Fracture Crack Initiation	Negative	Positive	Positive	Negative
Fracture Crack Propagation	Positive	Negative	Negative	Positive
Creep Strength	Positive	Negative	Negative	Positive
Super-plasticity	Negative	Positive	Positive	Negative
Oxidation rate	Positive	Negative	Positive	Negative

2.2 กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหาย (lost wax casting)

กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหายมีความเป็นไปได้ว่าเกิดขึ้นครั้งแรกตั้งแต่ 6000 ปีก่อน ตามประวัติศาสตร์จะพบเครื่องประดับของกษัตริย์ในยุคสมัยต่าง ๆ ล้วนแต่ผ่านกระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหาย แต่กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหายเริ่มเป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมหลังผ่านการค้นพบครั้งใหญ่ 2 ครั้ง ในครั้งแรกช่วงต้น ค.ศ. 1900 เมื่อ Philbrook D. และ William H. ได้พัฒนาและดัดแปลงกระบวนการมาใช้กับงานทางทันตกรรม และการค้นพบครั้งที่ 2 ช่วงปี ค.ศ. 1944 หลังจาก T.G. Jungersen ชาวแคนาดา ได้พัฒนานวัตกรรมการเกี่ยวกับแม่แบบยาง (rubber mold) สำหรับการสร้างต้นแบบขี้ผึ้ง (wax pattern) ทำให้ช่างหรือผู้ผลิตเครื่องประดับสามารถออกแบบได้อย่างสะดวกและไม่มีข้อจำกัด

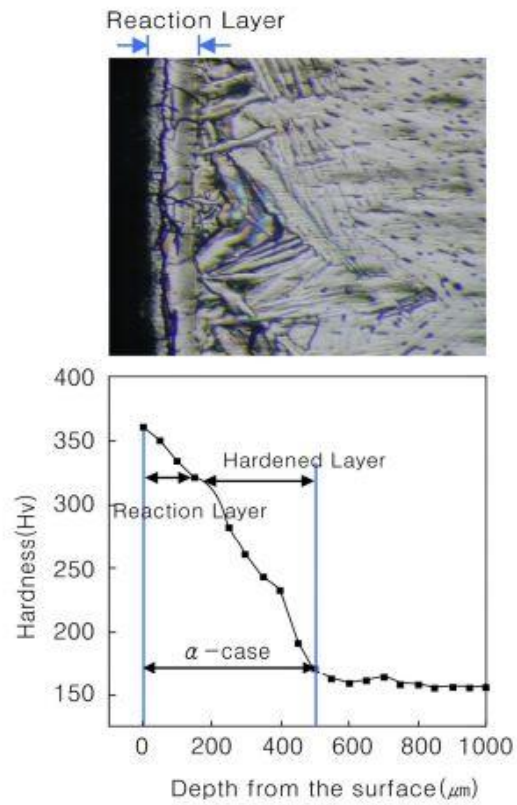
กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหายในกรณีที่มีแม่แบบยางเรียบร้อยแล้ว จะเริ่มจากการฉีดขี้ผึ้งเข้าไปในแม่แบบยางเพื่อสร้างต้นแบบขี้ผึ้ง เมื่อได้ต้นแบบขี้ผึ้งแล้วนำต้นแบบขี้ผึ้งมาติดเข้ากับแม่แบบยาง หลังจากนั้นผสมผงปูน (investment powder) กับตัวประสาน (binder) ตามประเภทปูนที่ใช้แล้ว เทลงในแก้ว (flask) ที่ติดแม่แบบยางไว้ เมื่อแบบปูนแข็งตัวแล้วนำแบบปูนไปอบให้ความร้อนเพื่อระเหยขี้ผึ้งออกพร้อมทั้งทำให้แบบปูนแข็งแรง จากนั้นจะเทโลหะหลอมเหลวลงในแบบแล้วทิ้งไว้จนโลหะเย็นตัว ทุบแบบปูนแล้วนำชิ้นงานออกมาตกแต่งดังภาพที่ 2.10



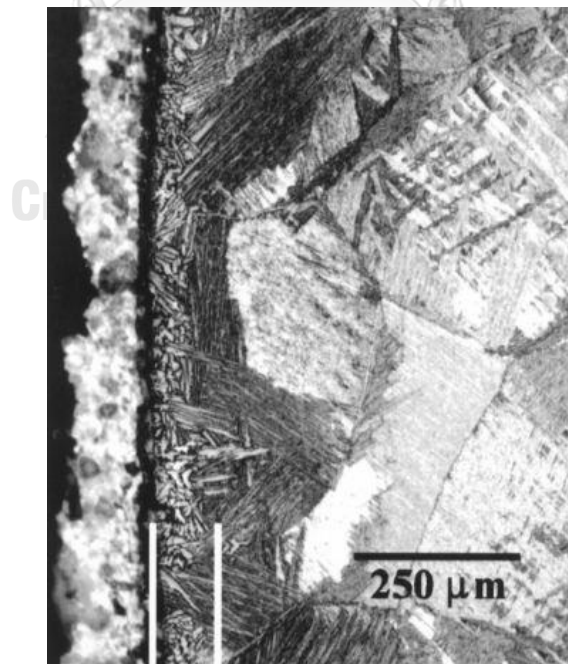
ภาพที่ 2.10 แสดงขั้นตอนกระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหาย [31]

2.2.1 กระบวนการหล่อแบบขี้ผึ้งหายในโลหะไทเทเนียม

ในกระบวนการหล่อของโลหะไทเทเนียมจะมีความแตกต่างกับโลหะอื่น เนื่องจากความไวในการเกิดปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมโดยเฉพาะออกซิเจนและไนโตรเจน ทำให้ขณะหลอมหรือเทโลหะไทเทเนียมต้องมีการควบคุมบรรยากาศมากเป็นพิเศษ ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้เตาที่สามารถทำสุญญากาศหรือใช้แก๊สเฉื่อยปกคลุมบรรยากาศในเตา จากภาพที่ 2.11 แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างจุลภาคและข้อมูลทดสอบความแข็งของโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการหล่อ จะพบชั้นที่แตกต่างกันบริเวณผิว 2 ชั้น คือ reaction layer และ harden layer โดยสองชั้นนี้รวมกันเรียกว่าชั้นแอลฟาเคส [12] ซึ่งเป็นชั้นที่มีความแข็งสูงและมีความเปราะกว่าเนื้อโลหะไทเทเนียมมาก การกลึงไสชั้นนี้ออกยังพบว่ามีความเสี่ยงในการเป็นจุดเริ่มต้นของรอยแตกได้อีก นอกจากนี้การกลึงไสชั้นแอลฟาเคสออกจะส่งผลทำให้ขนาดของชิ้นงานที่ออกแบบไว้ในตอนแรกเกิดความคลาดเคลื่อน ดังนั้นชั้นแอลฟาเคส จึงเป็นสิ่งที่ไม่ต้องการในการหล่อโลหะไทเทเนียม แม้ว่าจะควบคุมบรรยากาศในเตาที่ทำการหล่ออย่างดีแล้ว ก็ยังมีปัจจัยของปูนที่ใช้ในการหล่อที่ส่งผลต่อคุณภาพของชิ้นงานอีกด้วย ส่วนในภาพที่ 2.12 แสดงลักษณะชั้นแอลฟาเคสที่เกิดขึ้นในโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V



ภาพที่ 2.11 แสดงโครงสร้างจุลภาคและข้อมูลการทดสอบความแข็งของโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการหล่อ [12]

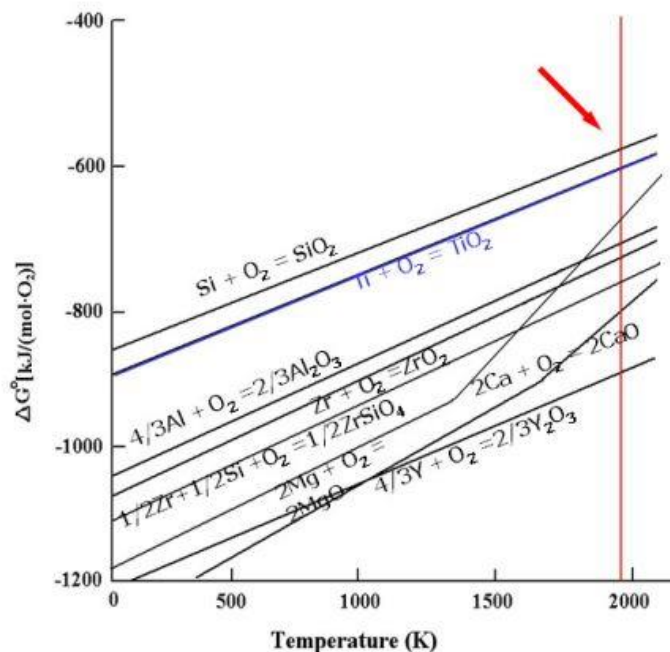


ภาพที่ 2.12 แสดงชั้นแอลฟาเคสของ Ti-6Al-4V ที่ผ่านการหล่อ [32]

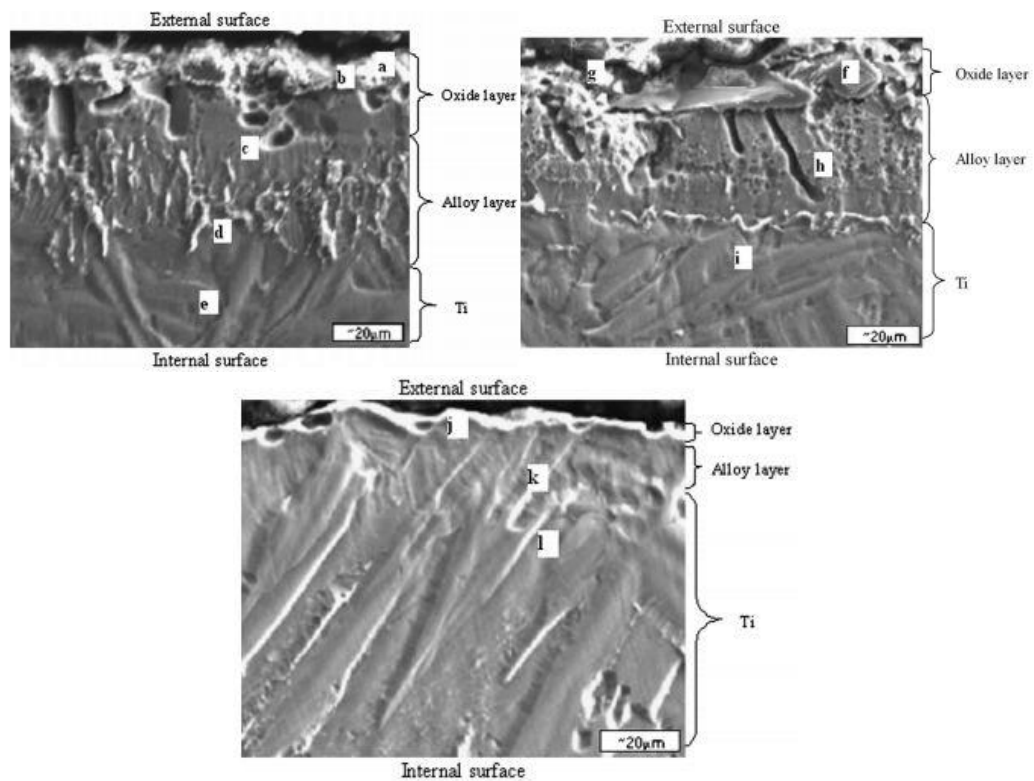
2.2.2 ปูนที่ใช้ในการหล่อโลหะไทเทเนียม (Investment for titanium casting)

ปูนที่ใช้ในงานหล่อโลหะไทเทเนียมมี 3 ประเภทหลัก ๆ ได้แก่ SiO_2 (silica) , Al_2O_3 (alumina) และ MgO (magnesia) จากคุณสมบัติด้านความไวในการเกิดปฏิกิริยาของโลหะไทเทเนียมต่อสิ่งแวดล้อมที่อุณหภูมิสูง เมื่อพิจารณาพลังงานอิสระ (free energy) ของสารประกอบในปูนเปรียบเทียบกับโลหะไทเทเนียมดังภาพที่ 2.13 พบว่าควรใช้ปูนที่มีส่วนประกอบหลักเป็น Al_2O_3 หรือ MgO แม้ว่าจากการเปรียบเทียบพลังงานอิสระ Y_2O_3 จะสารประกอบที่มีโอกาสเกิดปฏิกิริยากับโลหะไทเทเนียมต่ำที่สุด แต่ยังไม่เป็นที่นิยมใช้เพราะราคาสูง

จากงานวิจัยของ Guilin *et al.*[15] ได้มีการทดสอบปูนที่ใช้ในงานหล่อโลหะไทเทเนียมทั้ง 3 ประเภทต่อการเกิด alpha-case layer บนผิวของโลหะไทเทเนียม โดยโลหะไทเทเนียมหล่อที่ใช้ปูน SiO_2 จะมีความหนา reaction layer ประมาณ 80 ไมโครเมตร ในขณะที่ปูนหล่อประเภท Al_2O_3 และ MgO มีความหนา reaction layer ประมาณ 50 และ 14 ไมโครเมตร ตามลำดับ โดยข้อมูลดังกล่าวได้มาจากการวัดภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค ผลที่ได้จากงานวิจัยนี้สัมพันธ์กับภาพที่ 2.14 ดังนั้นจึงควรใช้ปูนประเภท MgO เพื่อให้ได้คุณภาพงานหล่อที่ดี



ภาพที่ 2.13 การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระของสารประกอบออกไซด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ [12]

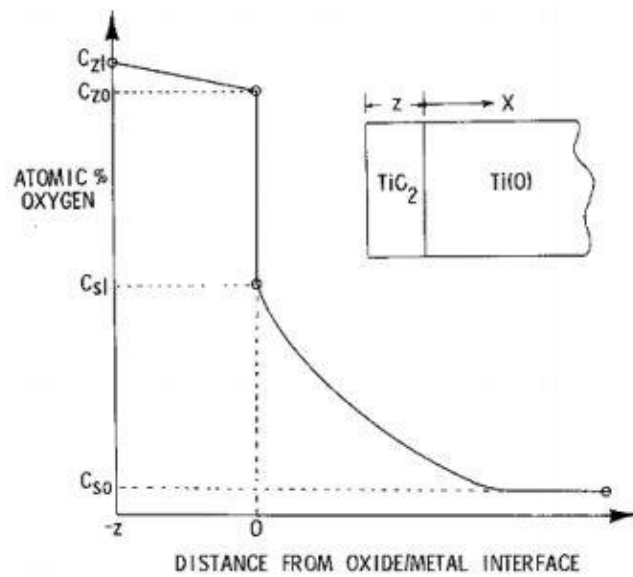


ภาพที่ 2.14 แสดงรูปภาพโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวของโลหะไทเทเนียมหล่อจากการใช้ปูนหล่อประเภทต่าง ๆ (ซ้ายบน) ปูน SiO_2 , (ขวาบน) ปูน Al_2O_3 , (ล่าง) ปูน MgO [15]

2.3 การเกิดขึ้นแอลฟาเคสในโลหะไทเทเนียม (Alpha-case formation in titanium)

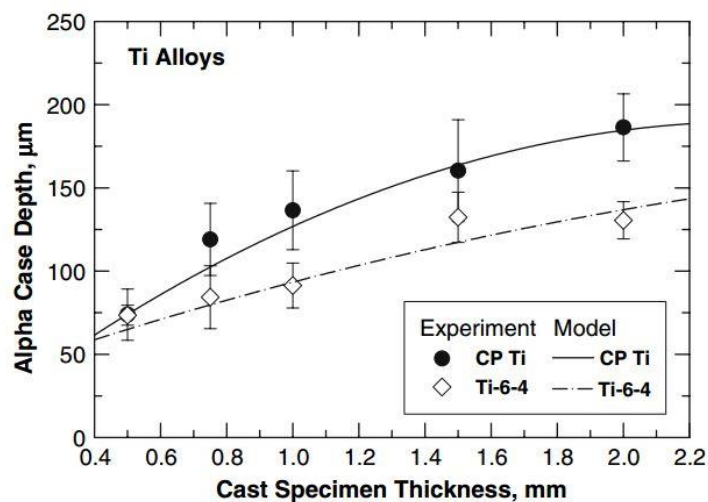
จากที่ได้กล่าวมาก่อนหน้านี้ว่าโลหะไทเทเนียมสามารถออกซิไดส์ได้ง่ายที่อุณหภูมิสูงในบรรยากาศที่มีออกซิเจน ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นทั้งหมดประกอบด้วย การก่อตัวของออกไซด์ และการแพร่ของออกซิเจนเข้ามาในโลหะไทเทเนียม [12, 28, 32-40] โดยการแพร่ของออกซิเจนนั้นทำให้เกิดชั้น oxygen enriched ใต้ชั้นออกไซด์ หรือที่เรียกโดยทั่วไปว่า alpha-case layer สาเหตุที่เกิดการแพร่ของออกซิเจนเข้ามาเนื่องจากความสามารถในการละลายของออกซิเจนที่สูงใน α -titanium

การเกิดขึ้นออกไซด์และ alpha-case layer สามารถอธิบายบางส่วนได้จากโมเดลของ Wagner [41] ตามภาพที่ 2.15 ลักษณะความเข้มข้นของออกซิเจนประกอบด้วยสองส่วนแยกจากกัน ช่วงแรกคือ ชั้นออกไซด์ (TiO_2) และอีกช่วงคือ ชั้นการแพร่ของออกซิเจน จากภาพที่ 2.15 ชั้น TiO_2 มีความหนา z ในขณะที่ alpha-case layer มีความหนา x โดย alpha-case layer มีช่วงการละลายของออกซิเจนที่กว้างเริ่มตั้งแต่จุด C_{s1} (จุดแบ่งระหว่างออกไซด์กับโลหะ) ถึงจุด C_{s0} (จุดที่มีออกซิเจนเท่าเนื้อพื้นโลหะ)



ภาพที่ 2.15 แผนภาพแสดงลักษณะความเข้มข้นของออกซิเจนในโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการออกซิไดซ์ตามโมเดลของ Wagner [28]

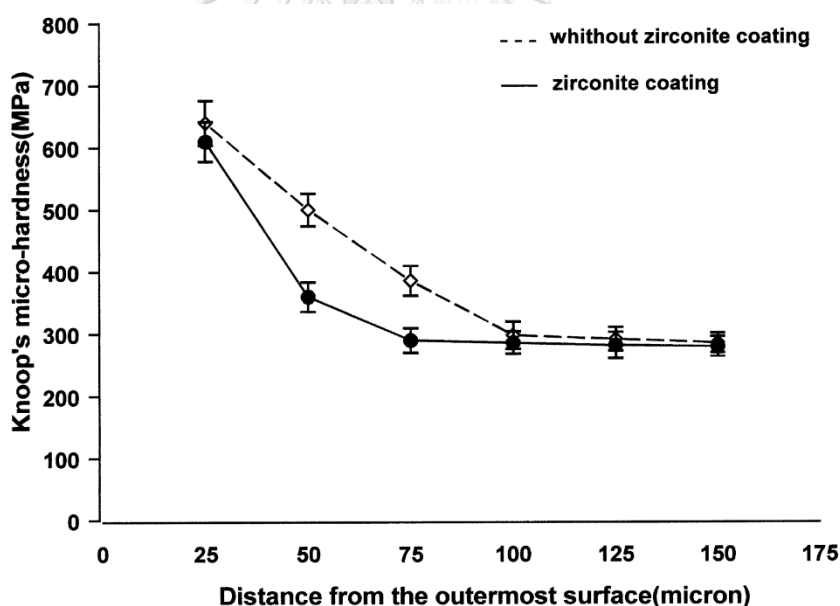
ในงานวิจัยของ K.S. Chan [39] ได้ทำการคำนวณและสร้างแบบจำลองเกี่ยวกับปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการเกิด alpha-case layer ในงานหล่อโลหะไทเทเนียม ซึ่งได้แก่ อัตราการเย็นตัว ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของออกซิเจน และความหนาของชิ้นงาน พบว่ายิ่งความหนามากทำให้อัตราการเย็นตัวช้าลง ออกซิเจนจึงมีเวลาในการแพร่มากขึ้น ดังนั้น alpha-case layer จึงหนาเพิ่มขึ้น ดังภาพที่ 2.16 ส่วนงานวิจัยของ H. Guleryuz และ H. Cimenoglu [38] ได้ทดลองทำให้โลหะไทเทเนียมผสมเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิช่วง 600 ถึง 800 องศาเซลเซียส เมื่อตรวจสอบเฟส พบว่าเฟส α -titanium เป็นหลัก ซึ่งสนับสนุนทฤษฎีที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น



ภาพที่ 2.16 ผลของความหนาชิ้นงานหล่อต่อความลึก alpha-case layer [39]

2.3.1 การป้องกันและกำจัดชั้นแอลฟาเคสในโลหะไทเทเนียม (Prevention and removal of alpha-case layer in titanium)

เนื่องจากชั้นแอลฟาเคสในโลหะไทเทเนียมส่งผลกระทบต่ออย่างมากกับคุณสมบัติเชิงกล จึงต้องมีการหาวิธีป้องกันให้เกิดน้อยที่สุด ในปัจจุบันมีวิธีต่าง ๆ ที่ช่วยลดการเกิดชั้นแอลฟาเคส ได้แก่ การควบคุมบรรยากาศ ไม่ว่าจะเป็นการใช้แก๊สอาร์กอนหรือการใช้สุญญากาศในการป้องกันไม่ให้ออกซิเจนมีโอกาสในการแพร่เข้าไปในโลหะไทเทเนียม การเลือกใช้วัสดุสำหรับการหล่อแบบซีดีึงหาย โดยเลือกชนิดของเซรามิกที่มีโอกาสเกิดปฏิกิริยากับโลหะไทเทเนียมได้น้อย หรือออกแบบส่วนผสมของเซรามิกใหม่ [12, 16] ดังภาพที่ 2.17 เพื่อปรับปรุงเซรามิกที่ใช้อยู่ในปัจจุบันให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น แต่ถ้าหากมีชั้นแอลฟาเคสเกิดขึ้นไปแล้วสามารถกำจัดได้โดยใช้สารเคมีช่วยในการกัดออก (chemical milling) โดยใช้สารละลายผสมระหว่าง กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) กับ กรดไนตริก (HNO_3) แต่จะต้องมีการควบคุมอุณหภูมิที่ใช้และความเข้มข้นของกรดที่ใช้ให้เหมาะสมเพื่อป้องกันการดูดซึมไนโตรเจนของไทเทเนียมจากกรดไนตริก



ภาพที่ 2.17 การปรับปรุงเซรามิกที่ใช้ในงานหล่อไทเทเนียมโดยทำการเคลือบด้วย Zirconite [16]

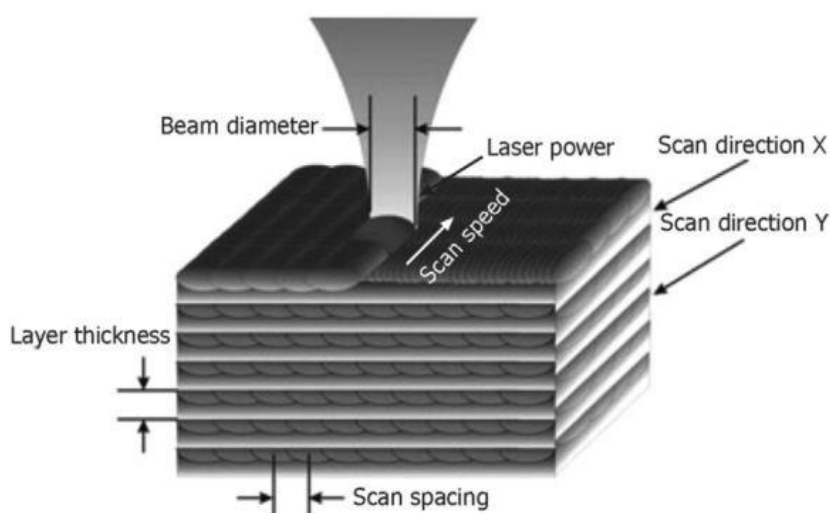
2.4 เทคโนโลยีการพิมพ์สามมิติในโลหะผสมไทเทเนียม (3D printing of titanium alloys)

การผลิตไทเทเนียมโดยทั่วไปจะต้องผ่านการตัดแต่งเพื่อให้ได้ชิ้นงานที่ต้องการ หรือที่เรียกว่า Subtractive Manufacturing จะมีการสูญเสียเนื้อวัสดุรวมถึงเครื่องที่ใช้และเวลา จึงมีการพัฒนากระบวนการผลิตอีกแบบที่เรียกว่า Additive Manufacturing (AM) ซึ่งมีลักษณะเป็นการเติมเนื้อ

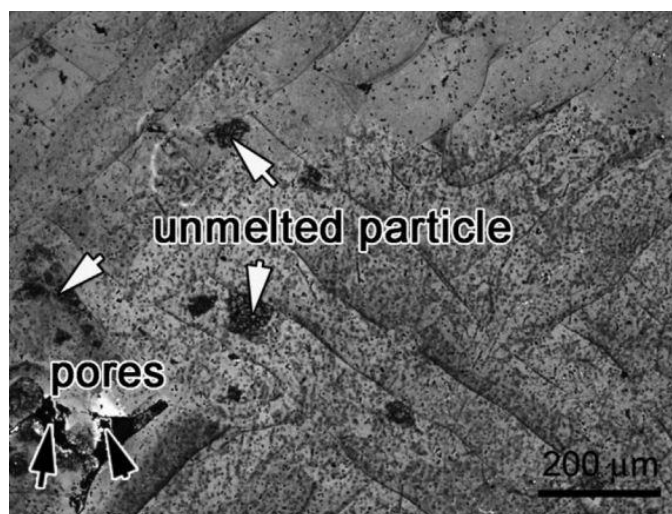
วัสดุที่อาจอยู่ในรูปของเหลว ผง หรือวัสดุบาง ๆ เพื่อสร้างเป็นชิ้นงานที่ต้องการโดยอาศัยต้นแบบสามมิติที่ได้จากการออกแบบในโปรแกรมคอมพิวเตอร์ (CAD) หรือ ต้นแบบที่ได้จากการสแกนสามมิติ เช่น CT scan เป็นต้น

ในปัจจุบันการผลิตโลหะไทเทเนียมแบบ AM เข้ามามีบทบาทมากขึ้น โดยเฉพาะเทคนิค Selective Laser Melting (SLM) [19, 20] ที่มีวิธีการผลิตแบบหลอมผงโลหะด้วยเลเซอร์ในบรรยากาศที่ควบคุมพิเศษ เทคนิค SLM จะแบ่งชิ้นงานเป็นชั้น ๆ แล้วทำการหลอมทีละชั้นปล่อยให้เย็นตัว แล้วหลอมชั้นถัดไปจนกระทั่งกลายเป็นชิ้นงาน เทคนิค SLM นี้สามารถผลิตชิ้นงานที่มีรูปร่างใกล้เคียงกับต้นแบบมากกว่าเมื่อเทียบกับการผลิตทั่วไป อีกทั้งยังใช้วัสดุอย่างคุ้มค่า, ลดเวลาการผลิต, ไม่มีข้อจำกัดทางรูปทรงของชิ้นงาน

แม้ว่าเทคนิค SLM จะมีข้อดีหลายประการ แต่ก็ยังมีข้อจำกัดหลายอย่างที่รอการปรับปรุง เช่น การผลิตวัสดุผง เพราะคุณสมบัติของผงล้วนส่งผลต่อการทำการผลิตไม่ว่าจะเป็นขนาด, รูปทรง, สัดส่วนทางเคมี คุณสมบัติต่าง ๆ ที่ได้กล่าวมาสัมพันธ์กับการเลือกใช้ตัวแปร (parameter) ของเครื่อง ดังภาพที่ 2.18 ถ้าเลือกใช้ตัวแปรการพิมพ์ที่ไม่เหมาะสม เช่น ความเร็วในการเคลื่อนที่ของเลเซอร์ (scan speed) กำลังของเลเซอร์ (laser power) เป็นต้น อาจเกิดการหลอมไม่หมด หรือ รูพรุนขนาดใหญ่ในชิ้นงานดังภาพที่ 2.19 ได้



ภาพที่ 2.18 แผนภาพของกระบวนการและตัวแปรต่าง ๆ ของเทคนิค selective laser melting

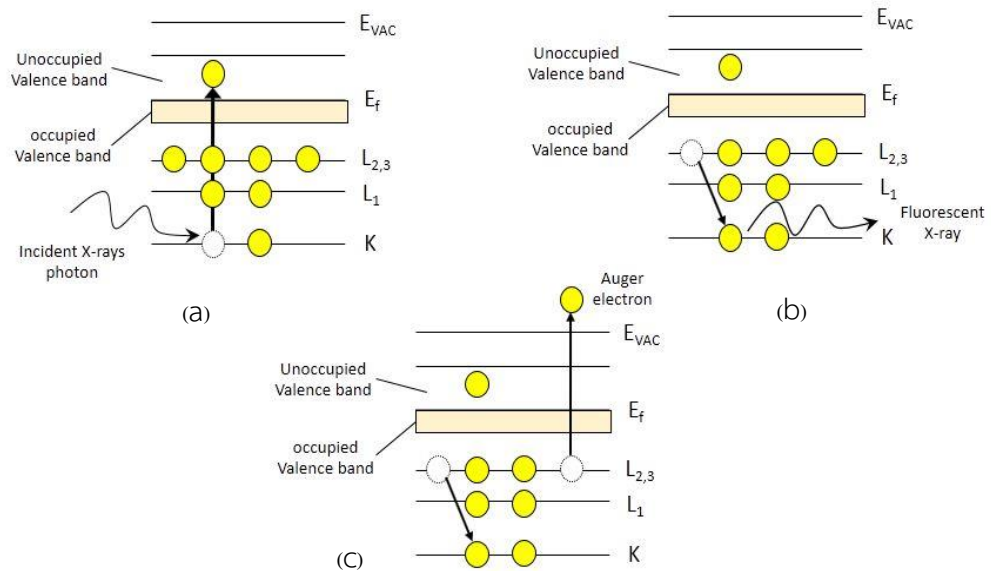


ภาพที่ 2.19 ภาพโครงสร้างจุลภาคของ Ti-24Nb-4Zr-8Sn ที่ผ่านการผลิตแบบ SLM, แสดงรูพรุน และบริเวณที่ไม่หลอมเหลวเนื่องจากการใช้ตัวแปรต่าง ๆ ที่ไม่เหมาะสม [19]

2.5 เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption Spectroscopy : XAS) [42]

เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่อาศัยการใช้รังสีเอกซ์ที่มีพลังงานมากกว่าหรือเท่ากับพลังงานผลต่างระหว่างชั้นพลังงานระดับลึก กับพลังงานสถานะที่ว่างของชั้นนอก (unoccupied valence band) ไปกระตุ้นอิเล็กตรอนของอะตอมที่ต้องการตรวจสอบหรืออะตอมกลาง ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในสุด (core electron) ดูดกลืนรังสีและเกิดการเปลี่ยนชั้นพลังงานไปชั้นนอก ดังภาพที่ 2.20(a) การดูดกลืนรังสีจะทำให้อะตอมอยู่ในสถานะถูกกระตุ้น ดังนั้นอิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นถัดไปจะย้ายชั้นพลังงานมาอยู่ในชั้นที่ว่างแทน ซึ่งการย้ายชั้นพลังงานนี้จะทำให้เกิดการคายพลังงานในรูปโฟตอน (fluorescent X-ray emission) ดังภาพที่ 2.20(b) แต่เมื่ออิเล็กตรอนเกิดการย้ายชั้นพลังงานจากชั้นที่สูงกว่า ชั้นพลังงานนั้นก็จะมีเสถียร ทำให้ต้องมีการปลดปล่อยอิเล็กตรอนตัวอื่นออกไป โดยอิเล็กตรอนตัวที่ถูกปลดปล่อยออกไปเรียกว่า ออเจอร์อิเล็กตรอน (Auger electron) ดังภาพที่ 2.20(c) เมื่ออิเล็กตรอนจะหลุดจากอะตอมจะเกิดคลื่นโฟโตอิเล็กตรอนที่มีลักษณะทรงกลม (spherical wave) แผ่กระจายไปชนกับอะตอมข้างเคียง (neighbor atom) ทำให้คลื่นเกิดการกระเจิงในทิศทางต่าง ๆ ในกรณีที่คลื่นโฟโตอิเล็กตรอนกระเจิงกลับมาที่อะตอมกลางจะเรียกว่า single scattering ส่วนกรณีที่คลื่นโฟโตอิเล็กตรอนที่กระเจิงไปชนอะตอมอื่นแล้วกลับมาแทรกสอดกับคลื่นโฟโตอิเล็กตรอนของอะตอมกลางจะเรียกว่า multiple scattering ทำให้สามารถเก็บสัญญาณจากลักษณะการกระเจิงและการแทรกสอดและนำมาวิเคราะห์ลักษณะของอะตอมบริเวณ

รอบ ๆ อะตอมกลางได้ เรียกว่าโครงสร้างเฉพาะบริเวณ (local structure) ลักษณะสเปกตรัมที่ได้จากเทคนิค XAS จะมีลักษณะดังภาพที่ 2.21 จะประกอบด้วย 3 ช่วง ได้แก่



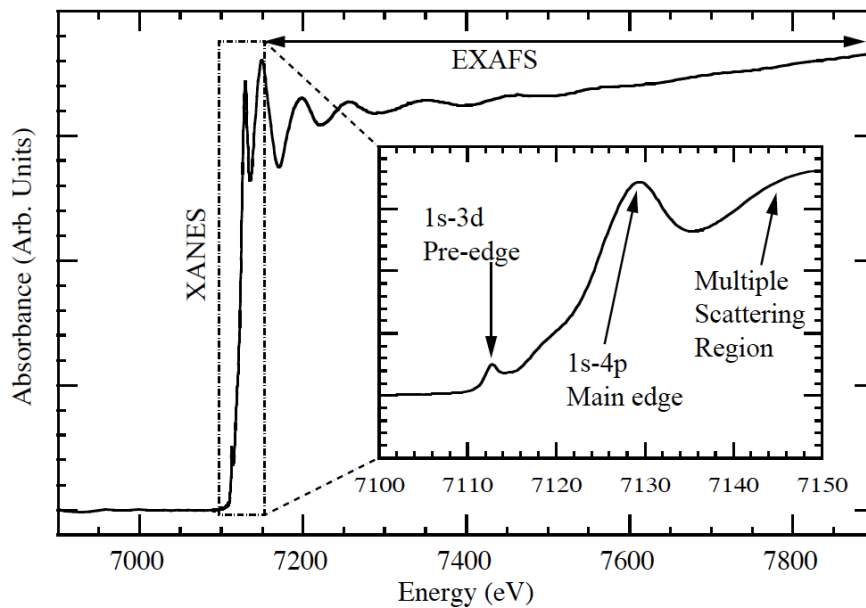
ภาพที่ 2.20 กลไกการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (a) การดูดกลืนรังสีเอกซ์, (b) การคายพลังงานในรูปแบบโฟตอน, (c) การปลดปล่อยออเจอร์อิเล็กตรอน

2.5.1 ช่วง Pre-edge

ลักษณะของช่วง Pre-edge จะพบบริเวณช่วงเริ่มต้นของสเปกตรัมไปจนถึงช่วงก่อนขอบการดูดกลืนรังสีประมาณ 10 eV ซึ่งจะเกิดลักษณะนี้เฉพาะบางธาตุ เช่น โลหะทรานซิชัน เนื่องจากอิเล็กตรอนในชั้น d ออบิทัลของโลหะทรานซิชันจะมีที่ว่าง ทำให้ก่อนที่อิเล็กตรอนชั้นในสุดจะกระโดดไปชั้นแถบนำไฟฟ้า สามารถกระโดดมาชั้น d ออบิทัลได้

2.5.2 ช่วง X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES)

ช่วง XANES คือช่วงสัญญาณหนึ่งของ XAS ที่อยู่ครอบคลุมขอบการดูดกลืนพลังงาน มีความกว้างประมาณ 10-50 eV โดยข้อมูลของ XANES สามารถนำไปวิเคราะห์สถานะออกซิเดชันและโครงสร้างลักษณะเฉพาะบริเวณของอะตอมนั้นได้



ภาพที่ 2.21 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของ Fe K-edge ใน Fe_3O_4 [43]

2.5.3 ช่วง Extended X-ray Absorption Fine Structure (EXAFS)

คือช่วงสัญญาณตั้งแต่ขอบการดูดกลืนแสงเป็นต้นไป มีความกว้างตั้งแต่ 50-1000 eV เมื่อเกิดการเปลี่ยนสถานะพลังงานจากการกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์จะเกิดคลื่นทรงกลมอิเล็กตรอนแผ่ออกรอบ ๆ อะตอมกลางที่ดูดกลืนรังสีเอกซ์ และเกิดการกระเจิงโดยอะตอมที่อยู่ข้างเคียง (neighbor atom) จากนั้นจึงกลับมาแทรกสอดกับคลื่นทรงกลมอิเล็กตรอน ซึ่งการแทรกสอดนั้นมีทั้งแบบเสริมกันและหักล้างกัน ทำให้สามารถเก็บค่าพลังงานรังสีเอกซ์ที่แตกต่างกันได้ ดังสมการที่ 2.1 [44]

$$\chi(E) = \frac{\mu(E) - \mu_0(E)}{\mu_0(E)} \quad (2.1)$$

$\chi(E)$ คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์

$\mu(E)$ คือ สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของตัวอย่าง

$\mu_0(E)$ คือ สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอะตอมเดี่ยว (isolate atom)

เมื่อพิจารณาผลของการแทรกสอดกันระหว่างคลื่นทรงกลมอิเล็กตรอนกับอิเล็กตรอนที่อยู่ข้างเคียงรวมถึงผลของการแทรกสอดของคลื่นและผลของการสั่นที่เกิดจากความ

ร่อน (thermal vibration) จะได้รูปสมการของ EXAFS ที่อยู่ในรูปฟังก์ชันของเลขคลื่น (k) ดังสมการ 2.2 [44]

$$\chi(k) = \sum_j \frac{N_j f_j(k) e^{-2k^2 \sigma_j^2}}{k R_j^2} \sin[2k R_j + \delta_j(k)] \quad (2.2)$$

โดย

$f(k)$ คือ แฟกเตอร์ของการกระเจิงจากอะตอมรอบข้าง (scattering factor)

$\delta(k)$ คือ ผลของเฟสที่เปลี่ยนไปจากการกระเจิง (phase shift)

N คือ จำนวนอะตอมที่อยู่ข้างเคียง

R คือ ระยะห่างระหว่างอะตอมกลางกับอะตอมข้างเคียง

σ คือ แฟกเตอร์ของ Debye-Waller

เนื่องจาก $f(k)$ และ $\delta(k)$ เป็นค่าเฉพาะตัวที่ขึ้นอยู่กับเลขอะตอม (atomic number) จึงสามารถศึกษาสภาพแวดล้อมของอะตอมและสามารถวิเคราะห์โครงสร้างเชิงคุณภาพได้

บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 โลหะที่ใช้ในการหล่อแบบซีพิงหาย

1. โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 2 เป็นเกรดที่นำไปใช้ในหลาย ๆ ด้าน เพราะความสามารถที่หลากหลาย เช่น ความเหนียวที่สูง และความสามารถขึ้นรูปที่ดี เป็นต้น โดยจะใช้โลหะในลักษณะแท่งกลมดังภาพที่ 3.1
2. โลหะไทเทเนียมผสมเกรด 5 (Ti-6Al-4V) เป็นเกรดที่นิยมนำไปใช้มากที่สุด เนื่องจากสามารถปรับโครงสร้างได้หลายรูปแบบให้เหมาะสมกับงานที่จะใช้ได้ โดยจะใช้โลหะในลักษณะแท่งกลมดังภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 ลักษณะของโลหะที่ใช้ในการหล่อ (ซ้าย) โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 2 (ขวา) โลหะผสมไทเทเนียมเกรด 5

3.1.2 โลหะผสมไทเทเนียมที่ใช้ในกระบวนการพิมพ์สามมิติ

1. โลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) ในรูปโลหะผง

3.1.3 ปูนเซรามิก

1. ปูนในกลุ่มสปินเนล (spinel-based investment) สำหรับหล่อโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 2 และโลหะผสมไทเทเนียมเกรด 5 ดังภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 ปูนที่ใช้ในการหล่อชิ้นงาน

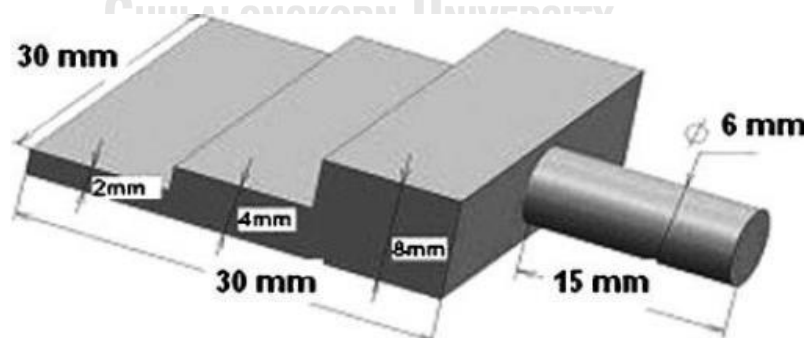
3.2 การตรวจสอบส่วนผสมทางเคมี

3.2.1 การตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิก

การทดสอบเพื่อหาส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิก จะใช้เทคนิค X-ray fluorescence (XRF) ซึ่งใช้หลักการกระตุ้นชิ้นงานด้วยรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานสูงพอ ชิ้นงานจะเกิดการปล่อยโฟตอนออกมา ซึ่งแต่ละธาตุจะมีความยาวคลื่นเฉพาะสำหรับธาตุนั้น ทำให้สามารถวิเคราะห์ธาตุที่อยู่ในชิ้นงานได้รวมถึงปริมาณเช่นกัน

3.3 การออกแบบชิ้นงานโลหะที่ใช้ในงานหล่อ

ชิ้นงานที่ออกแบบมีลักษณะคล้ายชิ้นบันไดที่มีความสูงแตกต่างกัน ได้แก่ 2 มิลลิเมตร 4 มิลลิเมตร และ 8 มิลลิเมตร ซึ่งมีความกว้างและความยาว 30 มิลลิเมตร ซึ่งแสดงดังภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.3 ขนาดต้นแบบที่ใช้งานหล่อโลหะ

3.4 การเตรียมชิ้นงานโลหะ

3.4.1 การหล่อชิ้นงานโลหะ

การหล่อโลหะไทเทเนียมและไทเทเนียมผสมด้วยกระบวนการหล่อแบบซีพิงค์หาย จะใช้เครื่องรุ่น Orotig - Speedcast 220MJ มีขั้นตอนดังนี้

1. ตัดต้นแบบเทียนเข้ากับฐานยาง
2. ผสมผงปูนกับสารละลายประสาน (binder) โดยใช้เครื่องตีผสมจนเป็นเนื้อเดียวกัน
3. เทปูนให้ท่วมต้นแบบเทียนที่เตรียมไว้
4. ดูดอากาศออก (vacuum) ออกจากแบบปูน
5. ทิ้งให้ปูนแข็งตัวประมาณ 1.30-2 ชั่วโมง
6. นำเข้าปูนที่แข็งแล้วเข้าเตาอบใช้รูปแบบการอบตามที่ผู้ผลิตแนะนำ
7. นำเข้าปูนที่อบแล้วเข้าเครื่องหล่อโลหะ
8. ทำการหลอมโลหะแล้วเทลงเข้าปูนภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน
9. ทิ้งแบบปูนไว้ 20 นาที จากนั้นกำจัดแบบปูนทิ้ง จะได้ชิ้นงานโลหะที่ต้องการ

การหล่อโลหะไทเทเนียมและโลหะไทเทเนียมผสมปฏิบัติตามขั้นตอน ณ

3.4.2 การพิมพ์ชิ้นงานสามมิติ

การพิมพ์ชิ้นงานสามมิติโลหะไทเทเนียมจะใช้เครื่อง Concept Laser Mlab cusingR ทั้งนี้การผลิตชิ้นงานได้ผ่านมาตรฐานการผลิตสำหรับใช้ในทางการแพทย์

3.5 การเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบต่าง ๆ

3.5.1 ชิ้นงานสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและทดสอบความแข็ง

ชิ้นงานจะถูกทำการตัดตามแนวขวาง (cross section) ด้วยเครื่องตัดละเอียด นำชิ้นงานที่ผ่านการตัดไปขึ้นรูปตัวเรือนแบบร้อน (hot mounting) แล้ว ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทราย ตั้งแต่เบอร์หยาบถึงเบอร์ละเอียด ตามด้วยการขัดละเอียดด้วย ผงเพชรขนาด 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จากนั้นกัดผิวงานด้วยสารเคมี Kroll's reagent

3.5.2 ชิ้นงานสำหรับการทดสอบเฟส โครงสร้างระดับอะตอม และ ทดสอบธาตุองค์ประกอบระดับผิวชิ้นงาน

ชิ้นงานที่ได้จากการหล่อจะถูกตัดเป็นลักษณะสี่เหลี่ยมผืนผ้าโดยมีความกว้างประมาณ 10 มิลลิเมตร ความยาวประมาณ 18 มิลลิเมตร และ มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร จากนั้น ทำการขัดชิ้นงานด้านเดียวในลักษณะคล้ายกับ 3.5.1 แต่ไม่กัดชิ้นงานด้วยสารเคมี ส่วนชิ้นงานพิมพ์สามมิติจะมีลักษณะเป็นทรงกระบอกมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร หนา 2 มิลลิเมตร และทำการขัดเช่นเดียวกัน

3.5.3 ชิ้นงานสำหรับการอบอ่อน

ชิ้นงานจากถูกตัดด้วยเครื่องตัดละเอียดให้มีความกว้างและยาวประมาณ 10 มิลลิเมตร หนา 5 มิลลิเมตร ส่วนชิ้นงานพิมพ์สามมิติจะออกแบบให้มีขนาดเช่นเดียวกัน

3.6 การทดสอบอบอ่อนของโลหะไทเทเนียมผสม

ใช้ชิ้นงานที่เตรียมจาก 3.5.3 เข้าไปอบในเตาที่บรรยากาศปกติ โดยจะใช้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 5 ชั่วโมง และ 10 ชั่วโมง

3.7 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและการทดสอบความแข็งของชิ้นงานโลหะ

เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบได้แก่

1. กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope) รุ่น Huvitz – HRM 300 เพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคทั้งบริเวณผิวและใต้ผิวของชิ้นงาน
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) รุ่น FEI – Quanta 250 ซึ่งมีความละเอียดและความคมชัดมากกว่า OM ในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่ผิว
3. Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) รุ่น OXFORD - x act 10 mm² SSD ใช้ในการตรวจสอบธาตุองค์ประกอบของโครงสร้างจุลภาคในชิ้นงานโลหะเพื่อยืนยันโครงสร้างและตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวชิ้นงาน
4. เครื่องทดสอบความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ส (Micro Vickers hardness tester) รุ่น Mitutoyo – MVK H2 เพื่อตรวจสอบความแข็งทั้งบริเวณผิวและเนื้อข้างในชิ้นงานของชิ้นงานโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์และไทเทเนียมผสม โดยใช้แรงกด 100 gf เป็นระยะเวลา 15 วินาที [35]

3.8 การวิเคราะห์ส่วนประกอบ โครงสร้างระดับอะตอม และ ธาตุองค์ประกอบระดับ ผิวชิ้นงาน

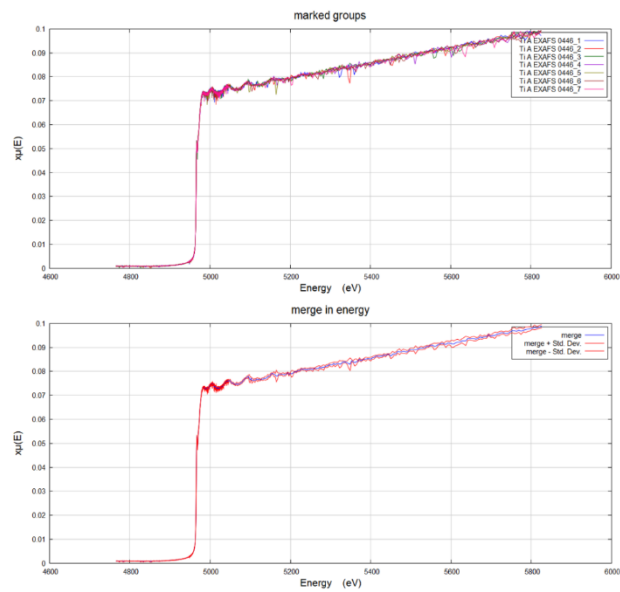
เครื่องมือที่ใช้ทดสอบได้แก่

1. X-ray diffractometer (XRD) รุ่น BRUKER – D8 ADVANCE ใช้ในการตรวจสอบส่วนประกอบของชิ้นงาน โดยเทคนิค XRD จะอาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่าง ๆ โดยมีหัววัดเก็บข้อมูล ข้อมูลที่ได้รับจะสามารถนำมาวิเคราะห์ชนิดของสารประกอบและโครงสร้างผลึกของชิ้นงานได้
2. X-ray absorption spectroscopy (XAS) ที่สถานีทดลอง 8 ของสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน ใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างระดับอะตอม ซึ่งเป็นเทคนิคที่อาศัยการกระตุ้นอะตอมด้วยรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นเหมาะสม ทำให้เกิดปฏิกิริยากับพันธะของอิเล็กตรอนภายในอะตอม ส่งผลให้อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น เคลื่อนย้ายตำแหน่งพร้อมกับปล่อยพลังงานออกมา
3. X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ที่สถานีทดลอง 5.2 ของสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน ใช้ในการตรวจสอบธาตุองค์ประกอบระดับชิ้นงาน โดยเทคนิค XPS จะใช้แสงในย่าน soft X-ray เพื่อกระตุ้นให้เกิดโฟโตอิเล็กตรอนและวิเคราะห์ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ของอิเล็กตรอนชั้นในสุด เพราะค่าพลังงานดังกล่าวมีค่าเฉพาะของอะตอมในแต่ละธาตุ

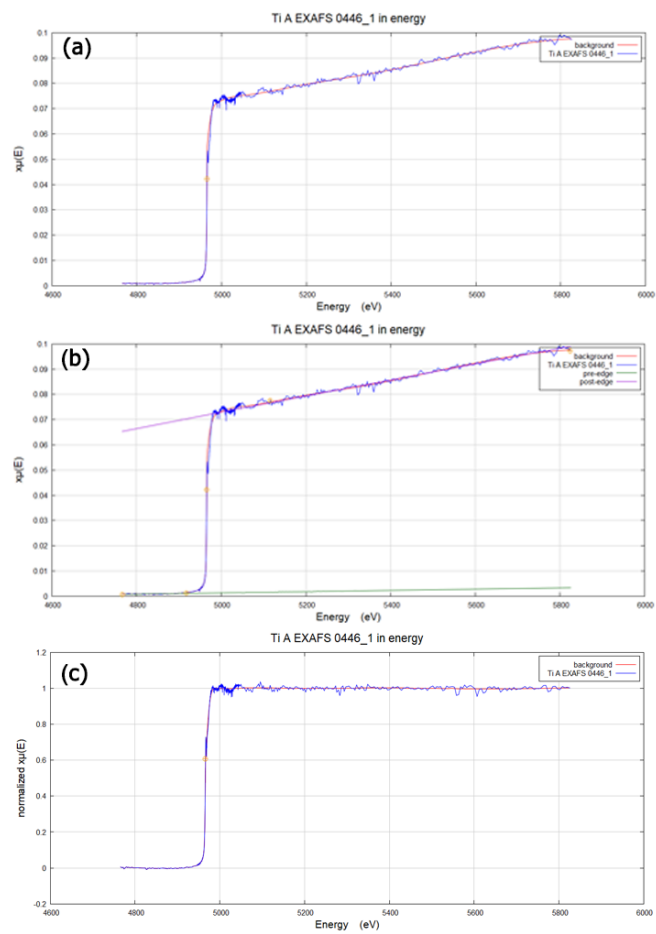
3.9 การวิเคราะห์และการคำนวณสเปกตรัมที่ได้จากเทคนิค EXAFS

3.9.1 การจัดการข้อมูลดิบที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS

ในการทดลองด้วยเทคนิค XAS จะได้ข้อมูลดิบที่อยู่ในรูปฟังก์ชันของพลังงานซึ่งจะต้องทำการแปลงฟังก์ชันหรือตัดแยกโครงสร้างของ EXAFS จากข้อมูลดิบ โดยใช้โปรแกรม Athena [45] ในการจัดการข้อมูล นอกจากนี้จะทำการทดลองแต่ละชิ้นงานเป็นจำนวน 7 ครั้ง เพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการวัดชิ้นงาน โดยเริ่มต้นจากการนำข้อมูลดิบที่ได้จากการวัดทั้ง 7 ครั้งมาทำการผสมผสานข้อมูล (merge) ดังภาพที่ 3.4 แล้วจึงทำการ Normalized data โดยทำการเลือก Pre-edge line และ Post-edge line ให้เหมาะสม ดังภาพที่ 3.5 ซึ่งแสดงลักษณะสเปกตรัมข้อมูลดิบที่ได้จากวัด (ภาพที่ 3.5(a)) ตามด้วยลักษณะ Pre-edge line และ Post-edge line (ภาพที่ 3.5(b)) และรูปสเปกตรัมหลังผ่านการ Normalized (ภาพที่ 3.5(c))

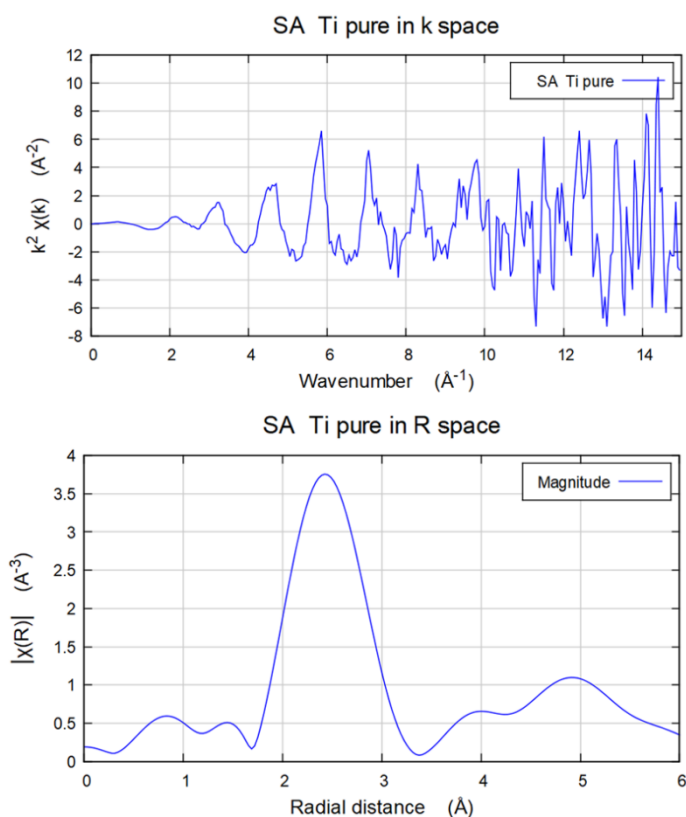


ภาพที่ 3.4 การผสมข้อมูลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS



ภาพที่ 3.5 การจัดการข้อมูลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XAS (a) ข้อมูลดิบ (b) การเลือก Pre-edge line และ Post-edge line (c) ข้อมูลหลังผ่าน Normalized

หลังจากผ่านการทำ Normalized เรียบร้อยแล้ว จะต้องแปลงข้อมูลจากฟังก์ชันของพลังงาน (E) ให้กลายเป็นฟังก์ชันของเลขคลื่น (k) แล้วตามด้วยการแปลงฟูรีเยร์ (Fourier Transform) ซึ่งกราฟ EXAFS ที่ผ่านการแปลงแล้วจะได้ข้อมูลอยู่ในรูปของฟังก์ชันของระยะห่างระหว่างอะตอม (R) แต่ก่อนที่จะทำการดำเนินการแปลงฟูรีเยร์ จะต้องพิจารณาความเหมาะสมในการเลือกช่วงเลขคลื่น เนื่องจากอาจมีสัญญาณแปลกปลอม (noise) ที่เกิดจากการวัดขึ้นงานได้ ดังภาพที่ 3.6 จะพบว่าเลขคลื่นที่เหมาะสมจะอยู่ในช่วงที่ไม่เกิน 8 \AA^{-1}

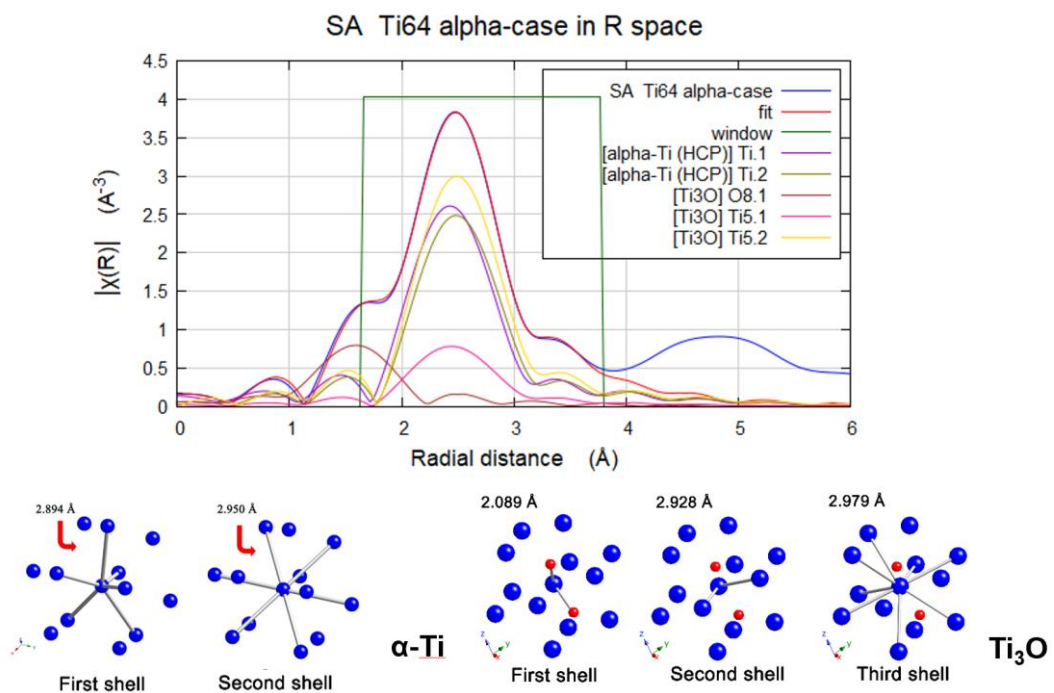


ภาพที่ 3.6 การแปลงข้อมูลให้อยู่ในรูปฟังก์ชันของเลขคลื่น (บน) การแปลงฟูรีเยร์ของข้อมูล EXAFS ให้อยู่ในรูปของฟังก์ชันของระยะห่างระหว่างอะตอม (ล่าง)

3.9.2 การคำนวณโครงสร้างอะตอมจากสเปกตรัม EXAFS

ในการคำนวณ (fitting) โครงสร้างอะตอมจากสเปกตรัม EXAFS จะใช้โปรแกรม Artemis [45] ในการคำนวณ โดยจะต้องทำการเลือกแบบจำลอง (model) และวิเคราะห์ parameter ที่ใช้ในการคำนวณอยู่ 5 ประเภท ได้แก่ 1) path หมายถึงเส้นทางที่คลื่นโฟโตอิเล็กตรอนเดินทางจากอะตอมกลางจนไปเกิดการกระเจิงกับอะตอมชั้นถัดไป 2) S_0^2 หมายถึงแฟกเตอร์การลดลงของแอมพลิจูด ซึ่งเกิดจากการผ่อนคลายของอิเล็กตรอนในอะตอม 3) N หมายถึงจำนวนอะตอมรอบข้างในแต่ละ shell จากแบบจำลองของโครงสร้างที่ใช้ ซึ่งอาจจะไม่ใช่จำนวนเต็ม

เสมอไป 4) R หมายถึงระยะห่างระหว่างอะตอมกลางกับอะตอมที่เกิดการกระเจิง 5) σ^2 หมายถึงแฟกเตอร์ของ Debye-Waller หรือค่าเฉลี่ยของการบิดเบี้ยวของพันธะอะตอมกลางกับอะตอมรอบข้าง นอกจากนี้ยังมีค่า Phase fraction หมายถึงอัตราส่วนระหว่างแบบจำลองที่ใช้ในการคำนวณ และ R -factor หมายถึงคุณภาพของผลที่ได้จากการคำนวณซึ่งควรมีค่าต่ำกว่า 0.02 โดยภาพที่ 3.7 จะแสดงตัวอย่างการเลือก path จากแบบจำลอง 2 ประเภท ได้แก่ ไทเทเนียมเฟสแอลฟาและ Ti_3O เพื่อเปรียบเทียบว่าเหมาะสมกับสเปกตรัมที่วัดได้หรือไม่



ภาพที่ 3.7 การเลือก path จากแบบจำลองไทเทเนียมเฟสแอลฟาและ Ti_3O เปรียบเทียบกับสเปกตรัม EXAFS ที่ได้จากการทดลอง

บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของวัสดุที่ใช้ในการวิจัย

4.1.1 ผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิกที่ใช้ในการหล่อ

ผลการตรวจสอบปริมาณส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิกที่ใช้ในการหล่อด้วยเทคนิค XRF โดยแสดงปริมาณธาตุที่ได้จากการวิเคราะห์ในตารางที่ 4.1 นอกจากนี้ยังมีการแสดงส่วนผสมของน้ำยาประสานที่ได้รับข้อมูลจากผู้ผลิตในตารางนี้ด้วย

ตารางที่ 4.1 ผลการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีของปูนเซรามิกที่ใช้ในงานหล่อ

	ปริมาณธาตุ (wt. %)						
	Mg	Al	Zr	Hf	Si	Ca	Mg(CH ₃ COO) ₂
ผงปูนหล่อ	46.69	39.34	10.55	1.58	1.12	0.73	
น้ำยาประสาน							50

ผงปูนหล่อนั้นมีธาตุที่เป็นส่วนประกอบหลักได้แก่ Mg, Al และ Zr ซึ่งความเป็นไปได้ว่ามาจากสารประกอบออกไซด์ได้แก่ MgO, Al₂O₃ และ ZrO₂ ตามลำดับ โดยทั้ง 3 สารประกอบนี้เป็นสารประกอบที่พัฒนาสูตรที่ใช้ในการหล่อไทเทเนียมดังที่กล่าวในบทที่ 2 นอกจากนี้ผงปูนหล่อยังมีธาตุ Hf, Si และ Ca ประกอบอยู่ในปริมาณเล็กน้อย ซึ่งอาจส่งผลช่วยเกี่ยวกับการเตรียมปูนหรือการหล่อได้ [46, 47]

ในส่วนของน้ำยาประสานมีส่วนประกอบเป็น Mg(CH₃COO)₂ และน้ำ ในอัตราส่วน 1:1 เมื่อทำการผสมและอบตามคู่มือ สารประกอบ Mg(CH₃COO)₂ จะเกิดการเปลี่ยนรูปแล้วเกิดสารประกอบใหม่ ซึ่งอาจเปลี่ยนเป็น MgAl₂O₄ (spinel) ได้ [46, 47]

4.2 ผลการเตรียมชิ้นงาน

จากรูปทรงชิ้นงานได้ออกแบบไว้ในหัวข้อ 3.3 นำไปทำการพิมพ์สามมิติด้วยวัสดุโพลีเมอร์ตามด้วยการแกะแม่พิมพ์สำหรับฉีดเทียนดังภาพที่ 4.1 เพื่อให้สามารถสร้างต้นแบบเทียนได้จำนวนมากสำหรับการทดลอง จากนั้นนำแม่พิมพ์ไปฉีดเทียนพบว่าต้นแบบเทียนมีลักษณะไม่สมบูรณ์ตามที่

ออกแบบไว้ โดยพบลักษณะบิดเบี้ยวของชิ้นบันไดขั้นที่หนา 2 มิลลิเมตร โดยในการหล่อชิ้นงานจริง จะเลือกใช้ต้นแบบเทียนที่มีตำหนิน้อยที่สุดเพื่อหลีกเลี่ยงการข้อผิดพลาดที่จะเกิดขึ้นในขั้นถัดไป

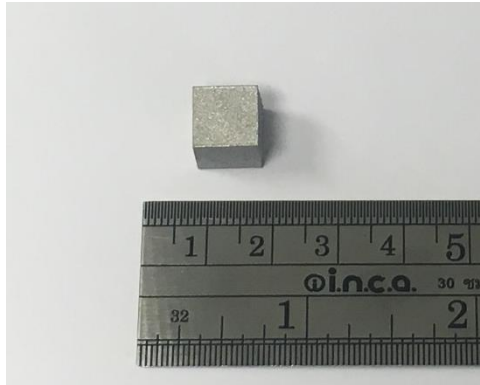


ภาพที่ 4.1 ตัวอย่างต้นแบบเทียนที่ใช้ในการหล่อชิ้นงาน

หลังจากได้ต้นแบบเทียนแล้ว ได้ทำการหล่อโลหะไทเทเนียมตามหัวข้อ 3.4 ได้เป็นชิ้นงาน ลักษณะดังภาพที่ 4.2 โดยจะสังเกตเห็นลักษณะที่แตกต่างกันระหว่างไทเทเนียมทั้ง 2 ประเภท โดยเฉพาะบริเวณผิวในชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่มีสีคล้ำ ซึ่งอาจบ่งบอกถึงการเกิดปฏิกิริยาที่รุนแรงกว่า ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ ส่วนชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการพิมพ์สามมิติจะแสดงดังภาพที่ 4.3



ภาพที่ 4.2 ชิ้นงานโลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการหล่อ
(บน) ไทเทเนียมบริสุทธิ์ (ล่าง) ไทเทเนียมผสม

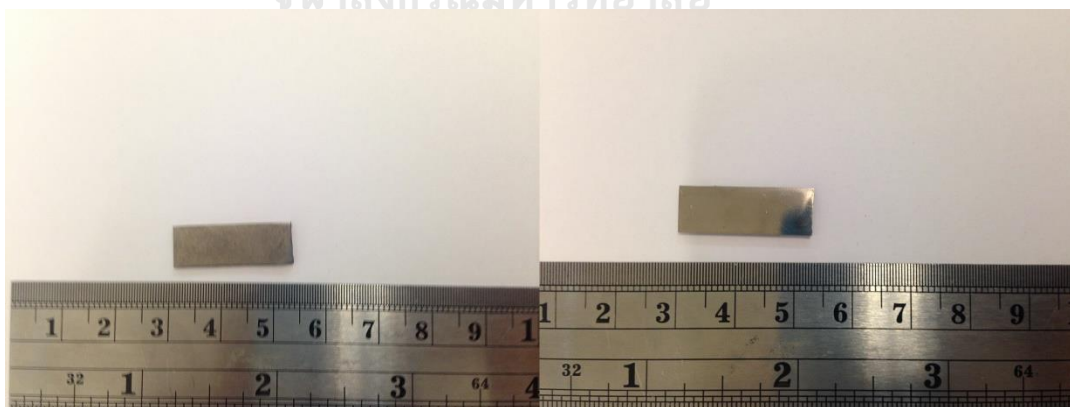


ภาพที่ 4.3 ชิ้นงานโลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติ

ในการเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและการตรวจสอบองค์ประกอบด้วยเทคนิคอื่น ๆ จะดำเนินการตามขั้นตอนที่ได้กล่าวไว้ในบทที่ 3 โดยแสดงดังภาพ 4.4-4.5



ภาพที่ 4.4 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

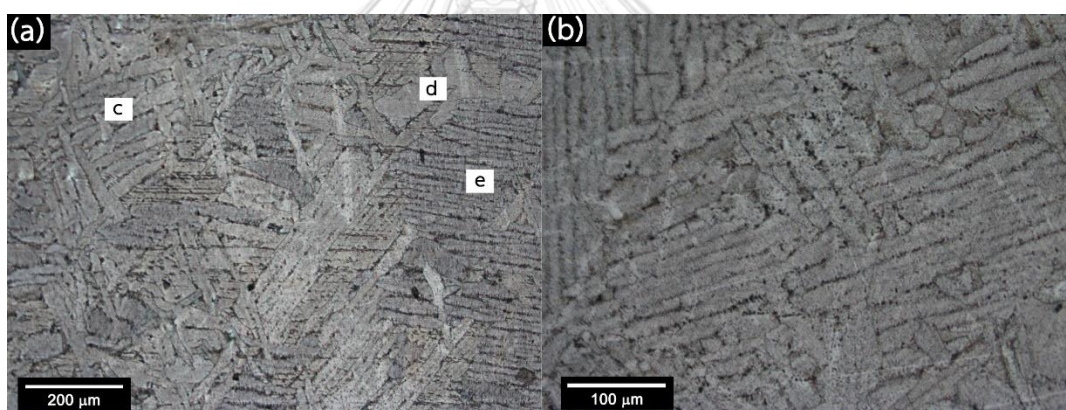


ภาพที่ 4.5 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบองค์ประกอบด้วยเทคนิคอื่น ๆ

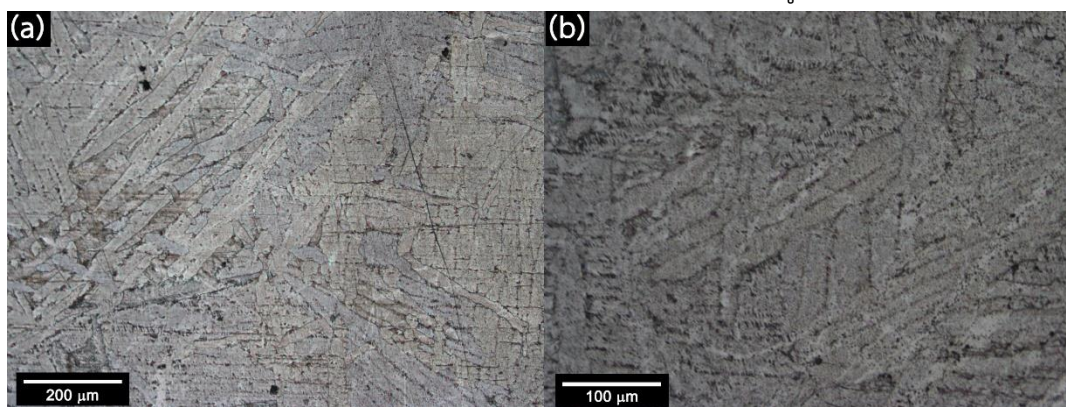
(ซ้าย) ชิ้นงานด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส (ขวา) ชิ้นงานด้านที่ไม่มีแอลฟาเคส

4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและผลการทดสอบความแข็งของชิ้นงาน

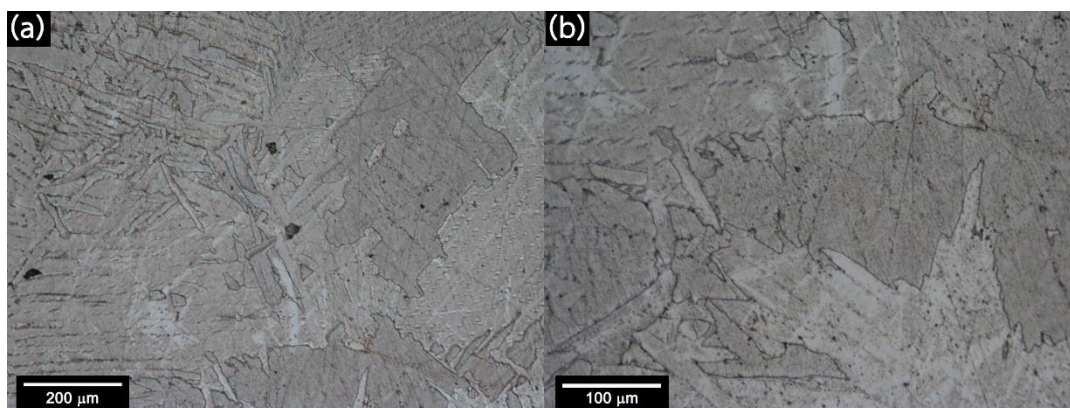
เมื่อนำชิ้นงานไปส่องกล้องจุลทรรศน์ทั้งบริเวณใกล้ผิวชิ้นงานและบริเวณตรงกลางชิ้นงานในแต่ละความหนาเพื่อวิเคราะห์ผล จะได้โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อบริเวณตรงกลางชิ้นงาน ดังแสดงในภาพที่ 4.6, ภาพที่ 4.7 และ ภาพที่ 4.8 โดยเรียงลำดับจากความหนาของชิ้นงานมากไปน้อย ในภาพที่ 4.6(a) แสดงโครงสร้างจุลภาคของไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่กำลังขยายต่ำ จะสังเกตเห็นรูปแบบต่าง ๆ ของไทเทเนียมเฟสแอลฟา โดย c จะเป็นลักษณะแบบ acicular α , d จะเป็นลักษณะแบบ plate-like α , e จะเป็นลักษณะแบบ fine acicular α จากความหนาของชิ้นงานที่แตกต่างกัน จะส่งผลให้ลักษณะของความชัดของ acicular α เปลี่ยนไป โดยชิ้นที่มีความหนา 8 มิลลิเมตร จะประกอบด้วยโครงสร้างแบบ acicular α เป็นจำนวนมาก ในขณะที่ชิ้นที่มีความหนา 2 มิลลิเมตร จะประกอบด้วยโครงสร้างแบบ plate-like α เป็นหลัก ซึ่งอ้างอิงตามความเร็วในการเย็นตัวของชิ้นงาน ในชิ้นงานที่มีความหนามากกว่าจะสามารถเย็นตัวได้ช้ากว่าชิ้นงานที่มีความหนาน้อยกว่า มีโอกาสให้สามารถเกิด acicular α ได้มากกว่า



ภาพที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง



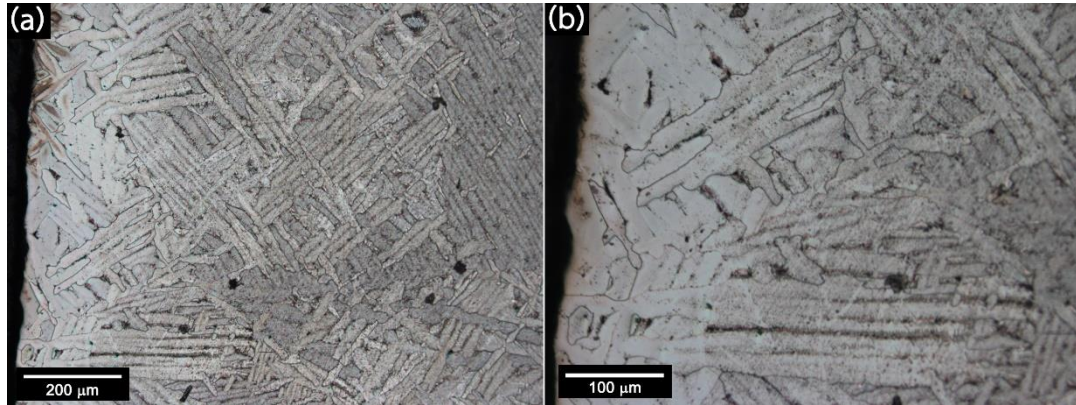
ภาพที่ 4.7 โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง



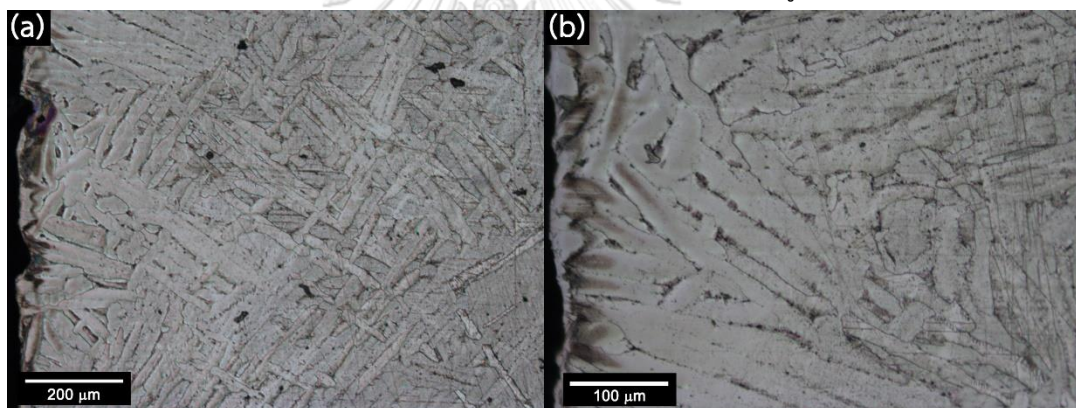
ภาพที่ 4.8 โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

ในส่วนของบริเวณผิวของชิ้นงานด้านที่ติดกับปูนหล่อจะแสดงดังภาพที่ 4.9, ภาพที่ 4.10 และ ภาพที่ 4.11 โดยเรียงความหนาของชิ้นงานจากมากไปน้อย โดยจะพบว่าทางซ้ายของรูป โครงสร้างจุลภาคแต่ละรูปจะมีลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างจากบริเวณตรงกลางชิ้นงาน ซึ่งเป็น บริเวณที่เกิดปฏิกิริยาจากกระบวนการหล่อหรือชั้นแอลฟาเคส ซึ่งมีลักษณะเป็นโครงข่ายใหญ่มากกว่า โครงสร้างแบบ acicular α โดยจะมีความหนาแตกต่างกันตามความหนาชิ้นงาน ในชิ้นงานที่มีความ หนา 8 มิลลิเมตรจะมีความหนาของชั้นแอลฟาเคสอยู่ในช่วง 200-300 ไมโครเมตร ส่วนในชิ้นงานที่มี ความหนา 2 และ 4 มิลลิเมตร จะมีความหนาของชั้นแอลฟาเคสอยู่ในช่วง 100-200 ไมโครเมตร โดย การวัดนี้เป็นการวัดโดยการประมาณจากรูปภาพโครงสร้างจุลภาคเท่านั้น เมื่อนำชิ้นงานไปทดสอบ ความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์สเพื่อตรวจสอบลักษณะของความแข็งของชั้นแอลฟาเคสเทียบกับ ชิ้นงาน โดยแสดงลักษณะของความแข็งของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธ์ที่ความหนาต่าง ๆ ดังภาพที่ 4.12 ความแข็งของเนื้อพื้นไทเทเนียมบริสุทธ์ที่ผ่านการหล่อจะอยู่ที่ประมาณ 202.3 ± 6.2 HV ซึ่งมีค่า ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Rocha *et al.* [48] ในการทดสอบความแข็งจะพบว่าความแข็งสูงสุดอยู่ที่ ประมาณ 600 HV ซึ่งเป็นความแข็งของชั้นแอลฟาเคส จากบริเวณผิวเข้ามาด้านในชิ้นงาน ความแข็ง จะเริ่มมีค่าลดลงเรื่อย ๆ ตามปริมาณของออกซิเจนที่ละลายในโครงสร้างดังที่ได้กล่าวไว้ในบทที่ 2 จะ สังเกตเห็นว่าความแข็งที่ลดลงของชิ้นงานแต่ละความหนาจะไม่ได้มีค่าคงที่เพราะการเย็นตัวที่รวดเร็ว บริเวณผิวนั้นไม่ได้สม่ำเสมอ บริเวณที่เย็นตัวช้ากว่าก็จะมีโอกาสให้ออกซิเจนเข้ามาได้มากขึ้น การวัด ความหนาของชั้นแอลฟาเคสจากการตรวจสอบความแข็งจะสังเกตจากการลดลงของความแข็งจนอยู่ ในระดับใกล้เคียงกับความแข็งเนื้อพื้นของโลหะ โดยวัดความหนาของชั้นแอลฟาเคสได้ค่าอยู่ที่ ประมาณ 350, 285 และ 180 ไมโครเมตรเรียงตามความหนาจากมากไปน้อย จะพบข้อสังเกตว่า ความหนาของชั้นแอลฟาเคสที่ได้จากการทดสอบความแข็งจะมีค่ามากกว่าความหนาที่สังเกตได้จาก รูปโครงสร้างจุลภาคเป็นเพราะปริมาณออกซิเจนที่แพร่เข้ามาในโครงไทเทเนียมเฟสแอลฟานั้นหาก

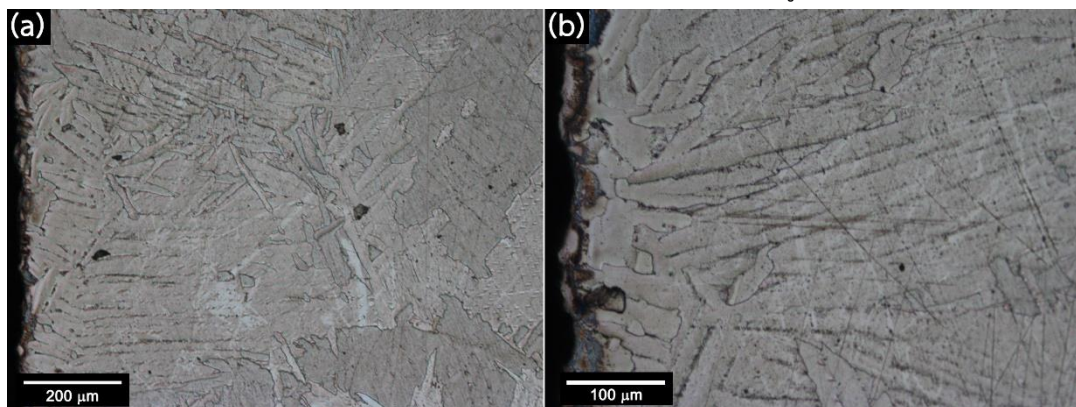
ไม่ได้มีปริมาณสูงมากโครงสร้างจุลภาคก็จะยังไม่เปลี่ยนแปลงแต่ความแข็งจะเพิ่มขึ้น ดังตามที่งานวิจัยของ Gaddam *et al.* [36] ได้กล่าวไว้ว่าการทดสอบความแข็งระดับจุลภาคเป็นวิธีที่เหมาะสมในการวัดความหนาของชั้นแอลฟาเคส



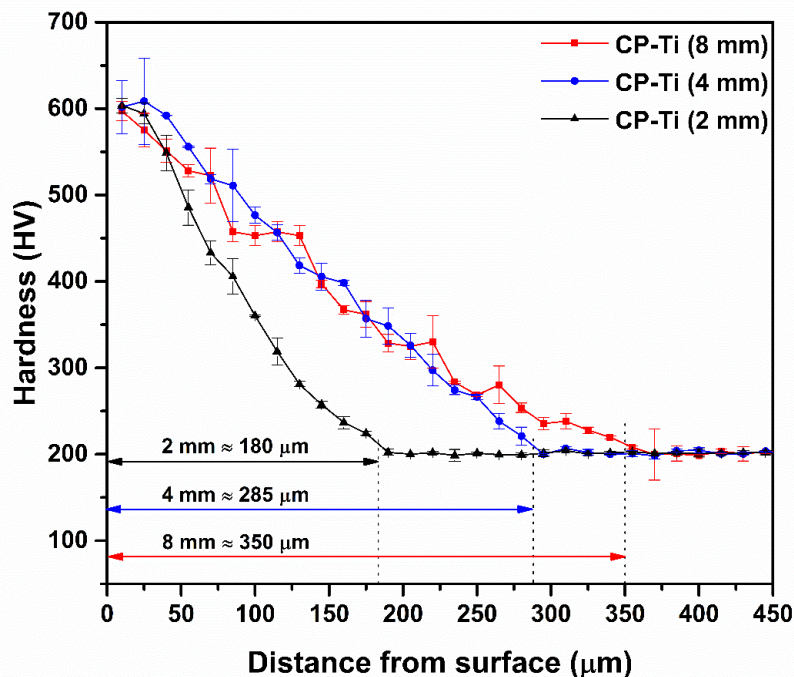
ภาพที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง



ภาพที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

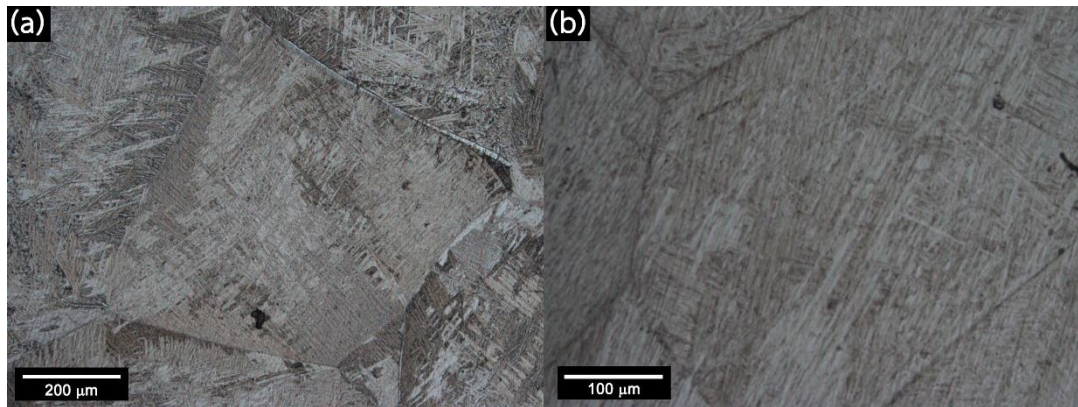


ภาพที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

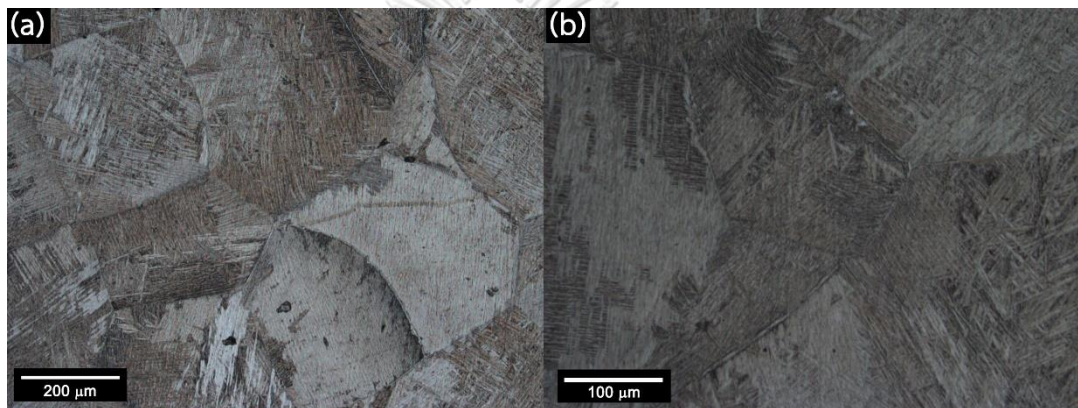


ภาพที่ 4.12 ลักษณะของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อที่ความหนาต่าง ๆ

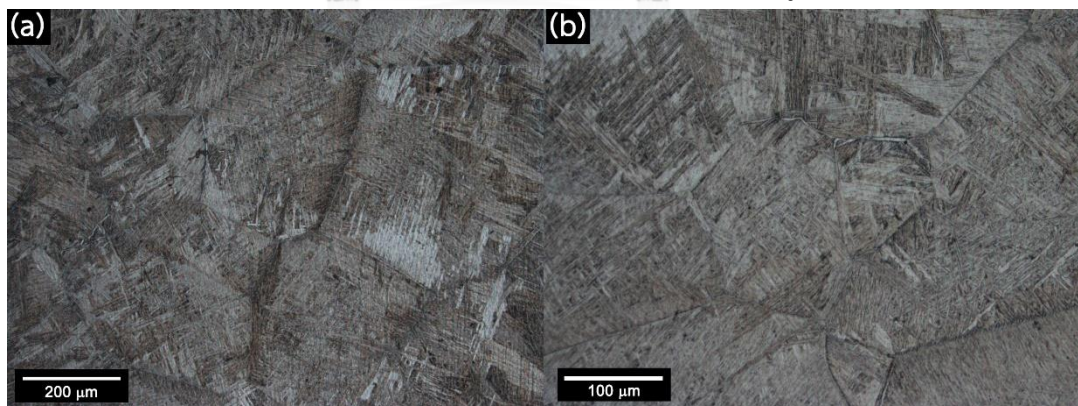
โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อจะแสดงดังภาพที่ 4.13, ภาพที่ 4.14 และ ภาพที่ 4.15 ในชิ้นงานไทเทเนียมผสมจะสังเกตเห็นขอบเกรน (grain boundary) ได้ง่ายกว่าเนื่องจากไทเทเนียมผสมจะประกอบด้วย 2 เฟส คือเฟสแอลฟา และเฟสเบต้า เนื่องจากมีการใส่ธาตุวานาเดียม ทำให้สามารถเกิดเฟสเบต้าที่อุณหภูมิห้องได้ โดยในชิ้นงานที่มีความหนา 2 มิลลิเมตร จะสังเกตเห็นว่าขนาดเกรนมีขนาดเล็กกว่าชิ้นงานอื่น ๆ ตามการเย็นตัวของชิ้นงาน ในโครงสร้างจุลภาคจะตรวจพบลักษณะโครงสร้างส่วนใหญ่จะเป็นแบบ lamellar ในลักษณะของ Widmanstätten ซึ่งจะมีความแตกต่างในแต่ละความหนาของชิ้นงานคือ ชิ้นงานที่มีความหนา 8 มิลลิเมตร จะมีขนาดของกลุ่ม α -Widmanstätten ที่มีทิศทางไปในทางเดียวกันใหญ่กว่าชิ้นงานที่มีความหนาน้อยกว่า ซึ่งผลที่ได้นี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Gil และคณะ [49] ที่ทำการทดสอบไทเทเนียมผสมโดยมีการใช้อัตราการเย็นตัวที่แตกต่างกันซึ่งเปรียบเทียบกับความหนาที่แตกต่างกันในงานวิจัยนี้ นอกจากนี้ในชิ้นงานที่มีความหนา 8 มิลลิเมตร ยังเริ่มพบลักษณะการโตของเฟสแอลฟาตามขอบเกรน



ภาพที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

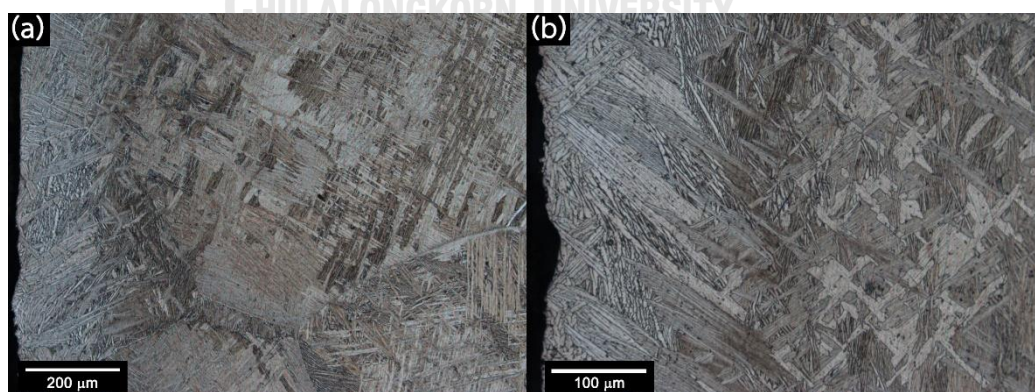


ภาพที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

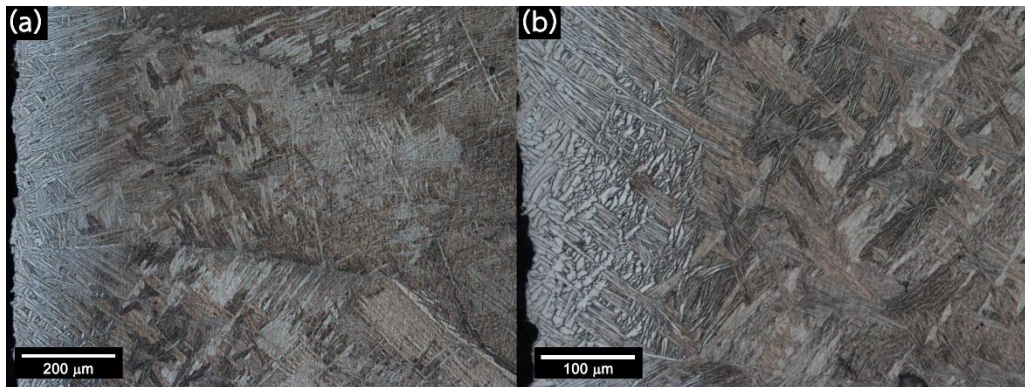


ภาพที่ 4.15 โครงสร้างจุลภาคบริเวณกลางชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

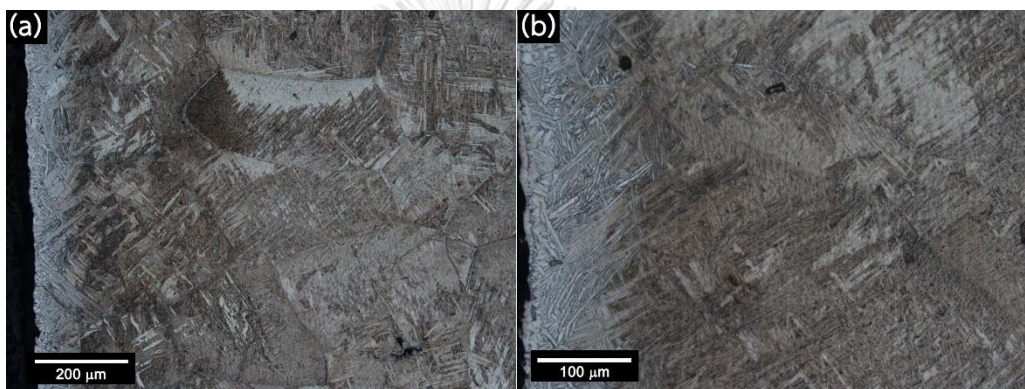
ในส่วนของบริษัทของชิ้นงานไทเทเนียมผสมด้านที่ติดกับปูนหล่อจะแสดงดังภาพที่ 4.16, ภาพที่ 4.17 และ ภาพที่ 4.18 โดยเรียงความหนาของชิ้นงานจากมากไปน้อย โดยจะพบว่าทางซ้ายของรูปจะมีความแตกต่างกับบริเวณตรงกลางชิ้นงานในลักษณะเดียวกับชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ แต่ในชิ้นงานของไทเทเนียมผสม ชั้นแอลฟาเคสจะเป็นลักษณะเข็มยาวสีขาวและมักจะมีทิศทางพุ่งเข้าไปในชิ้นงาน โดยสามารถสังเกตเห็นความหนาของชั้นแอลฟาเคสได้ง่ายกว่าชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ โดยความหนาของแอลฟาเคสจากการสังเกตด้วยรูปโครงสร้างจุลภาค ในชิ้นงานที่มีความหนา 8 มิลลิเมตร จะมีความหนาของชั้นแอลฟาเคสประมาณ 200 ไมโครเมตร ส่วนในชิ้นงานที่มีความหนา 2 และ 4 มิลลิเมตร จะมีความหนาของชั้นแอลฟาเคสอยู่ในช่วง 100-200 ไมโครเมตร เมื่อนำชิ้นงานไปทดสอบความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์สเพื่อตรวจสอบลักษณะความแข็งชิ้นงานบริเวณผิวกับตรงกลางชิ้นงานดังภาพที่ 4.19 ความแข็งของเนื้อพื้นไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อจะมีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 333.5 ± 8.3 HV ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยอื่น [48] ซึ่งมีค่าความแข็งสูงกว่าไทเทเนียมบริสุทธิ์เนื่องจากการมีเฟสเบต้าผสมในโครงสร้างจุลภาค ในการวัดความหนาของชั้นแอลฟาเคสของชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อจะได้ความหนาประมาณ 200, 170 และ 150 ไมโครเมตรเรียงตามความหนาจากมากไปน้อย จะพบว่าความหนาของชั้นแอลฟาเคสในไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อนั้นจะมีค่ามากกว่าความหนาของชั้นแอลฟาเคสในไทเทเนียมผสมอยู่ 1.5 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่มีความหนา 8 มิลลิเมตร เนื่องจากไทเทเนียมเฟสแอลฟามีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของออกซิเจนที่สูงกว่าไทเทเนียมเฟสเบต้ามาก [39] ทำให้ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ซึ่งประกอบไปด้วยไทเทเนียมเฟสแอลฟาเป็นส่วนใหญ่ มีออกซิเจนเข้ามาในชิ้นงานได้เยอะกว่า นอกจากนี้ในการทดสอบความแข็งของชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อพบว่าความแข็งสูงสุดบริเวณผิวอยู่ที่ประมาณ 800 HV ซึ่งเป็นค่าที่สูงกว่าในงานวิจัยอื่น ๆ



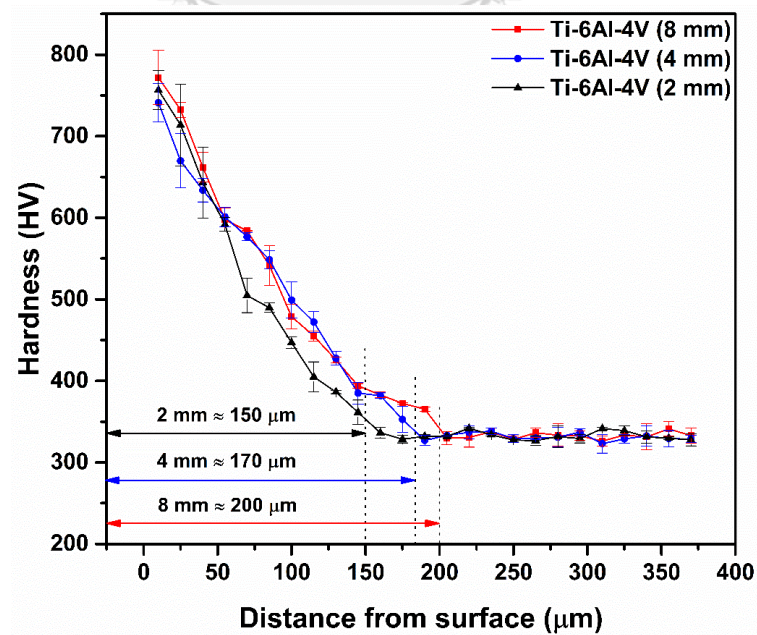
ภาพที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่มีความหนา 8 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง



ภาพที่ 4.17 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 4 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

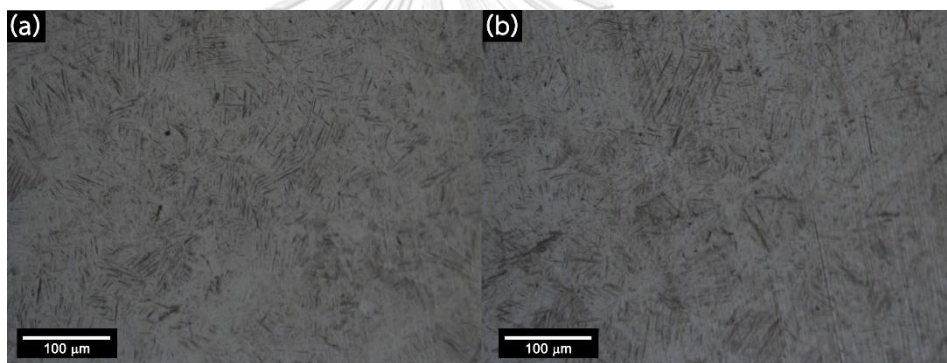


ภาพที่ 4.18 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนา 2 มิลลิเมตร (a) กำลังขยายต่ำ (b) กำลังขยายสูง

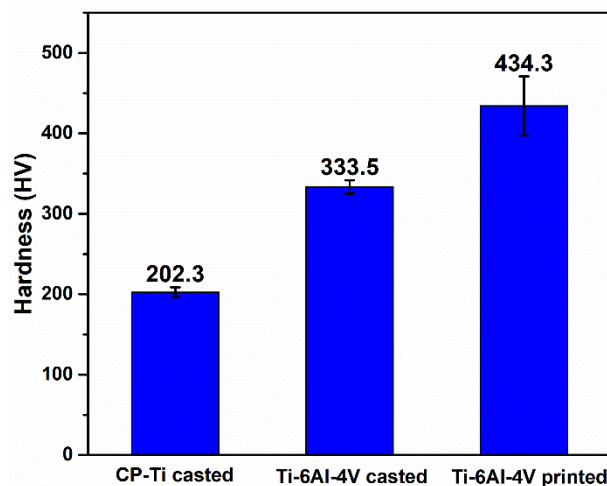


ภาพที่ 4.19 ลักษณะของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อที่ความหนาต่าง ๆ

โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติจะแสดงดังภาพที่ 4.20 จะพบว่าโครงสร้างจุลภาคส่วนใหญ่จะเป็นแบบ martensite ซึ่งมีลักษณะเป็นเข็มเล็ก ๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นที่เนื่องจากการเย็นตัวที่รวดเร็วมากของกระบวนการพิมพ์สามมิติ และจะพบว่าเนื้อพื้นมีสีที่แตกต่างกันซึ่งเกิดจากความร้อนของเลเซอร์ที่วิ่งผ่านผงโลหะผสมไทเทเนียมในแต่ละจุดไม่เท่ากัน ทำให้มีความเค้นตกค้าง (residual stress) ในเนื้อพื้นแต่ละจุดไม่เท่ากันส่งผลให้ค่าความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานมีค่าตั้งแต่ 392.2-503.7 HV โดยได้ค่าเฉลี่ยของความแข็งระดับจุลภาคในชิ้นงานอยู่ที่ 434.30 ± 36.78 HV นอกจากนี้ในชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิตินั้น จะไม่พบลักษณะการเกิดปฏิกิริยาบริเวณผิวชิ้นงานแบบชิ้นงานที่ผ่านการหล่อเนื่องจากเครื่องพิมพ์สามมิตินั้นได้มีการควบคุมบรรยากาศให้มีปริมาณออกซิเจนต่ำมาก รวมถึงตัวเนื้อโลหะไม่ได้มีการสัมผัสกับสารประกอบอื่นอีกด้วย เมื่อเปรียบเทียบความแข็งของไทเทเนียมผสมที่ผ่านการขึ้นรูปต่างกันพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการพิมพ์สามมิติมีความแข็งสูงกว่าชิ้นงานที่ผ่านการหล่อมก (ภาพที่ 4.21)



ภาพที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติที่กำลังขยายสูง โดย (a) และ (b) เป็นบริเวณที่แตกต่างกัน



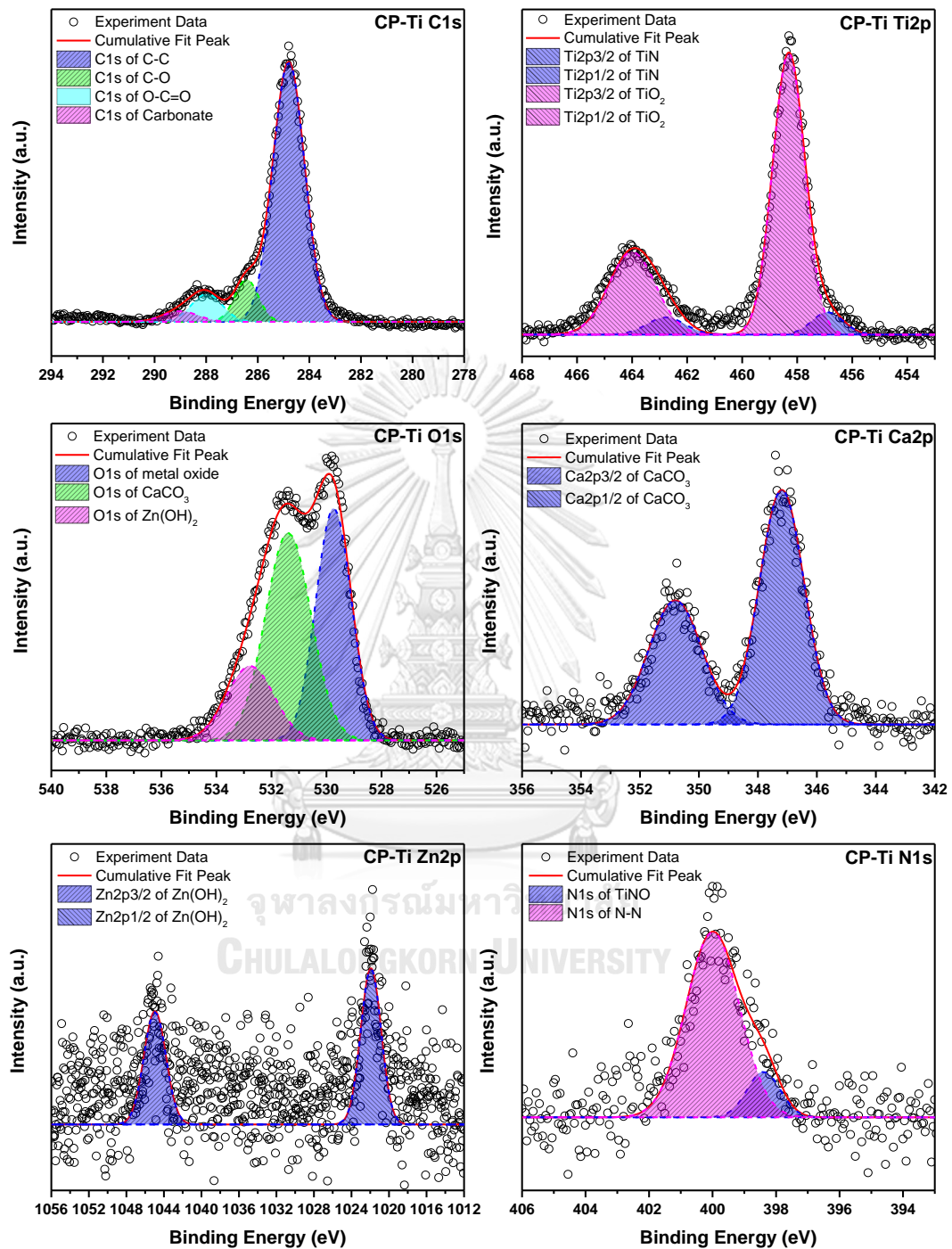
ภาพที่ 4.21 กราฟเปรียบเทียบความแข็งของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ (CP-Ti) จากการหล่อ และโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) จากการหล่อและจากการพิมพ์ 3 มิติ

4.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของชิ้นงานและโครงสร้างเฉพาะบริเวณของอะตอม

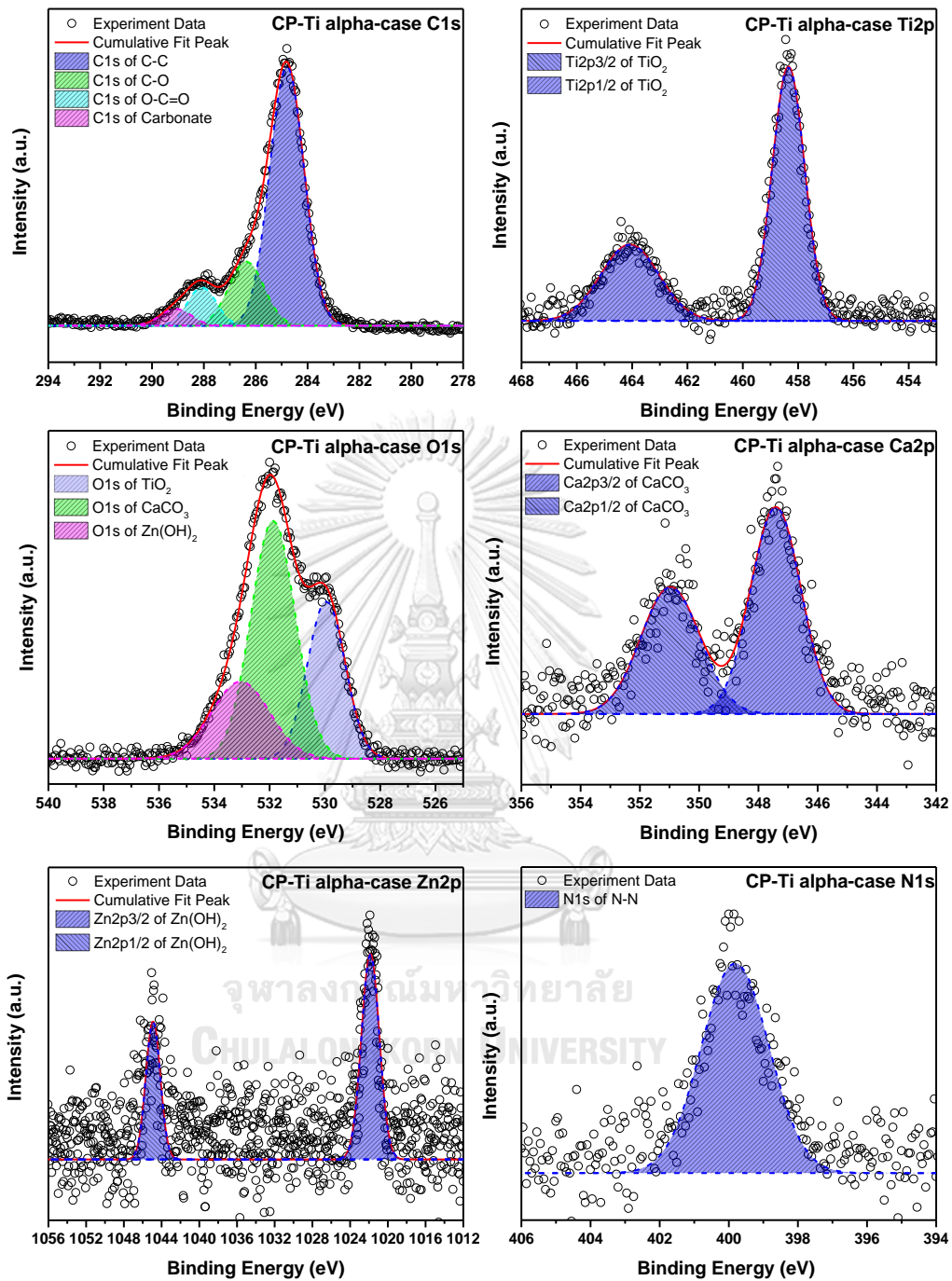
การวิเคราะห์องค์ประกอบของชิ้นงานโลหะไทเทเนียมในเทคนิคต่าง ๆ จะแบ่งชิ้นงานออกเป็น 2 ด้าน ตามที่กล่าวไว้ในบทที่ 3.5.2 โดยจะมีด้านที่ไม่ได้ขัดชิ้นงานหรือด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส และด้านที่ขัดชิ้นงานหรือด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส นอกจากนี้จะใช้ชื่อชิ้นงานแต่ละประเภทดังนี้ ไทเทเนียมบริสุทธิ์ (CP-Ti), ไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปด้วยวิธีการหล่อ (Ti-6Al-4V), ไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปด้วยวิธีการพิมพ์สามมิติ (Ti-6Al-4V printed)

4.4.1 ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบบริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS

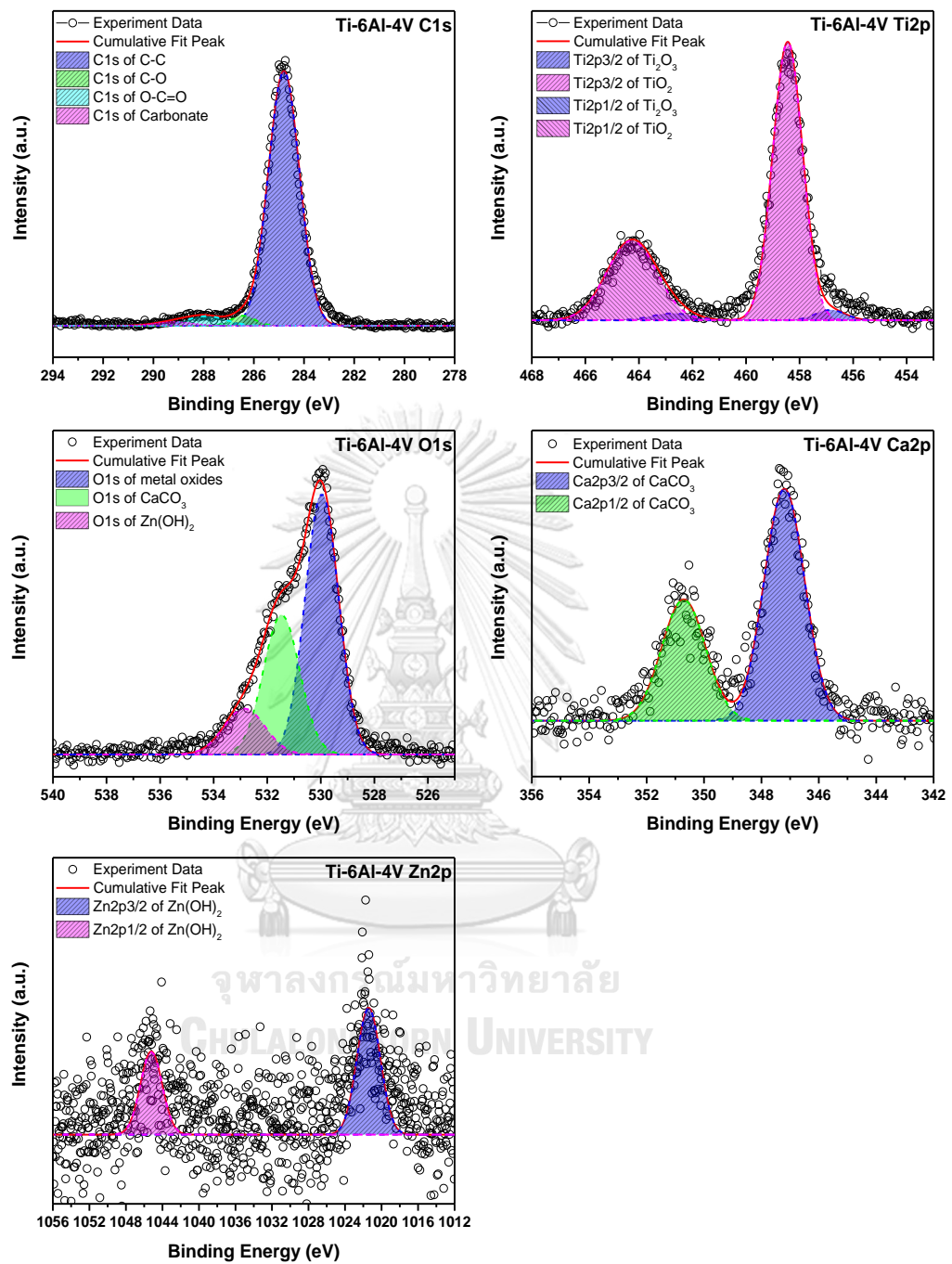
เนื่องจากเทคนิค XPS เป็นการวัดระดับผิวชิ้นงานที่มีความลึกประมาณ 10 นาโนเมตร ดังนั้นจึงใช้เทคนิคนี้ในการตรวจสอบเฉพาะชิ้นงานที่ผ่านการหล่อขึ้นรูปทั้งชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ และชิ้นงานไทเทเนียมผสม จากการตรวจสอบชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์พบพันธะของไทเทเนียมกับออกซิเจนในช่วงสแกนละเอียดของพลังงานยึดเหนี่ยวของไทเทเนียม เป็นหลัก เนื่องจากความสามารถในการเกิดออกไซด์ของไทเทเนียมในธรรมชาติ ดังภาพที่ 4.22 และ 4.23 แต่ในด้านที่ไม่มี alpha-case layer (ภาพที่ 4.22) ตรวจพบพันธะของไทเทเนียมไนไตรด์ออกไซด์ (TiNO) ซึ่งการเกิดไทเทเนียมไนไตรด์นั้นอาจเกิดจากไนโตรเจนที่อยู่ภายในแก๊สอาร์กอนที่ใช้ในกระบวนการหล่อ นอกจากนี้ยังมีการตรวจพบพันธะของสารประกอบในช่วงสแกนละเอียดของพลังงานยึดเหนี่ยวของแคลเซียมและสังกะสี ได้แก่ แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) และสังกะสีไฮดรอกไซด์ (Zn(OH)_2) ที่มีความเป็นไปได้ที่จะเกิดจากปูนหล่อชิ้นงานและน้ำที่ใช้ทำความสะอาดชิ้นงาน โดยเมื่อเปรียบเทียบชิ้นงานทั้ง 2 ด้านแล้วไม่พบความแตกต่างที่เห็นได้ชัดจากเทคนิคนี้ ส่วนของชิ้นงานโลหะไทเทเนียมผสม ตรวจพบพันธะของไทเทเนียมกับออกซิเจนมากกว่าหนึ่งพันธะในช่วงสแกนละเอียดของพลังงานยึดเหนี่ยวของไทเทเนียม ได้แก่ ไทเทเนียม (IV) ออกไซด์ (TiO_2) และ ไทเทเนียม (III) ออกไซด์ (Ti_2O_3) ทั้ง 2 ด้านของชิ้นงาน (ภาพที่ 4.24 และ ภาพที่ 4.25) ส่วนในธาตุประกอบอื่น ๆ มีลักษณะคล้ายกับชิ้นงานโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ คือพบ สารประกอบของแคลเซียมและสังกะสี แต่ไม่พบสารประกอบของไนโตรเจนในชิ้นงานโลหะไทเทเนียมผสม จากการตรวจสอบชิ้นงานด้วยเทคนิค XPS จะยังไม่สามารถอธิบายลักษณะต่าง ๆ ของตัว alpha-case layer นอกจากจะทำการสปัตเตอร์ริง (sputtering) เป็นลักษณะคล้ายกับการลอกชั้นผิวทีละชั้นเพื่อตรวจสอบสิ่งที่อยู่ภายในผิวชิ้นงาน แต่การทำ sputtering จะต้องทำการทดลองเพื่อหา parameter ที่เหมาะสมในการทำ ซึ่งจะต้องผ่านการทดลองหลายรอบ โดยจะเสียค่าใช้จ่ายและเวลาในการทำการทดลองเป็นจำนวนมาก ผู้ทำการวิจัยจึงเปลี่ยนไปวิเคราะห์เทคนิคอื่นแทน



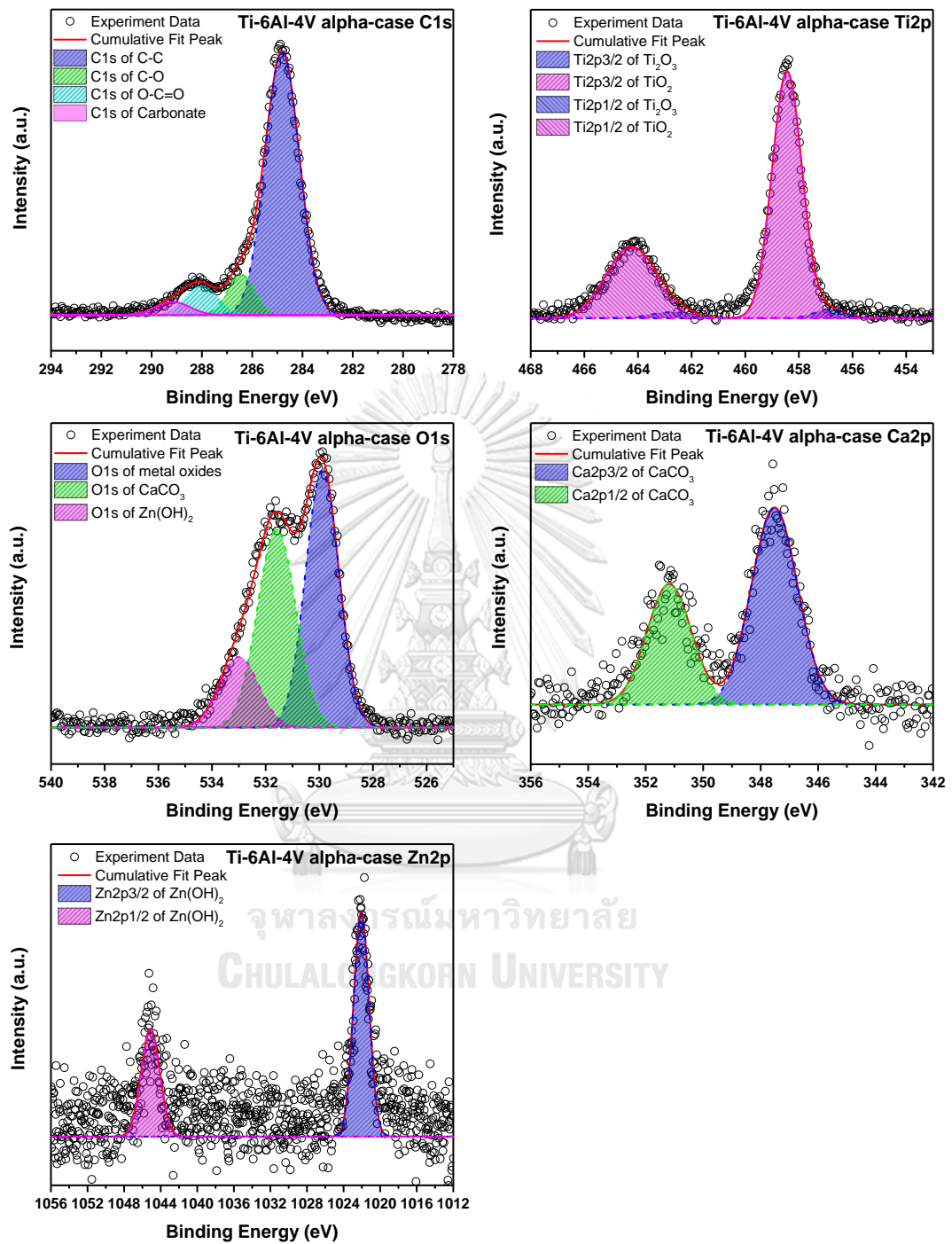
ภาพที่ 4.22 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาแคสด้วยเทคนิค XPS



ภาพที่ 4.23 ผลวิเคราะห์ห้ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส
ด้วยเทคนิค XPS



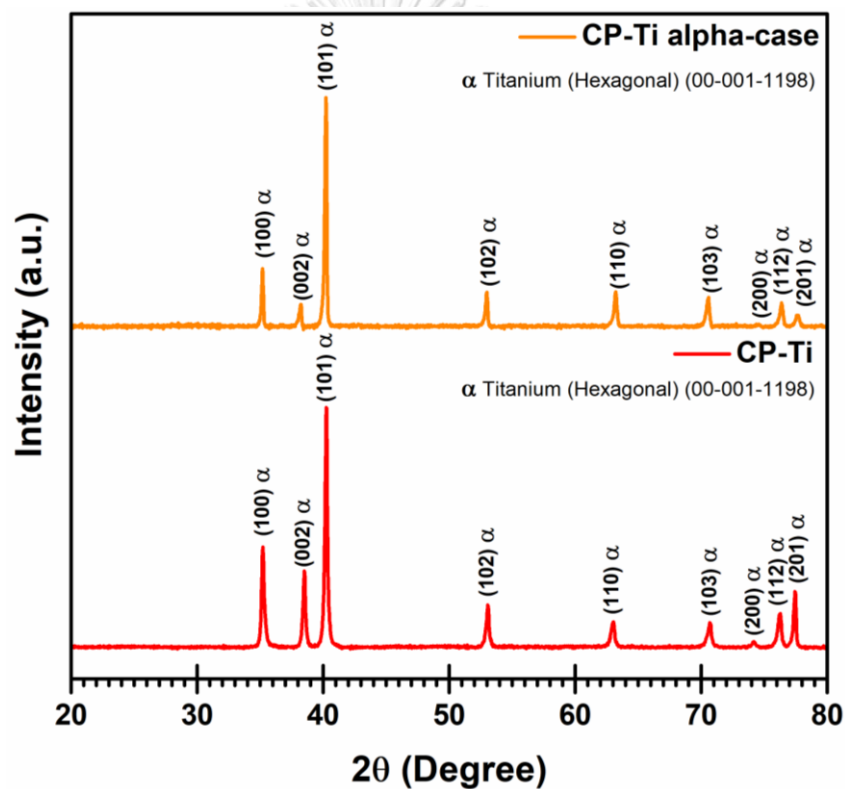
ภาพที่ 4.24 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส ด้วยเทคนิค XPS



ภาพที่ 4.25 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส
ด้วยเทคนิค XPS

4.4.2 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบของชิ้นงานด้วยเทคนิค XRD

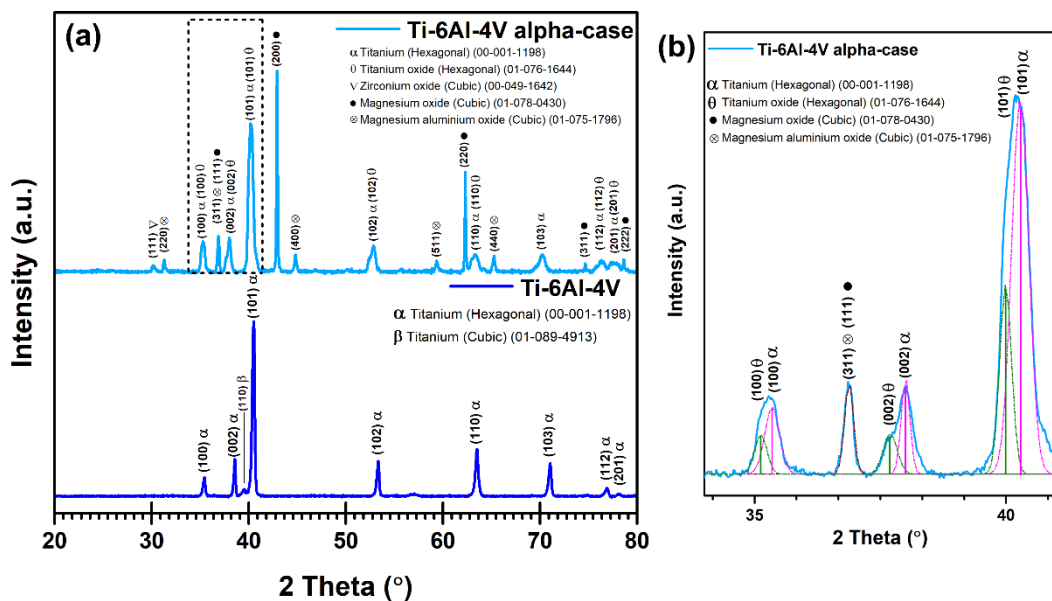
จากการตรวจสอบส่วนประกอบด้วยเทคนิค XRD ของชิ้นงานโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ทั้ง 2 ด้าน แสดงดังภาพที่ 4.26 พบไทเทเนียมเฟสแอลฟา ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP ทั้ง 2 ด้าน แต่จะมีลักษณะที่ต่างกันในช่วง 37-39 องศา หรือระนาบ (002) ซึ่งมีความเข้มของสัญญาณ (intensity) แตกต่างกัน เนื่องจากทฤษฎีของ alpha-case layer กล่าวว่าการที่ออกซิเจนเข้าไปละลายแบบแทรกที่ (interstitial solution) ในอยู่โครงสร้างผลึกแบบ HCP [28, 36, 38, 39, 50] การละลายแบบแทรกที่นั้นจะอาจส่งผลให้ระนาบ (002) มีลักษณะแตกต่างกันในแต่ละผลึกขึ้นอยู่กับตำแหน่งที่ออกซิเจนเข้าไปละลายแทรกที่ ทำให้ได้ intensity ของระนาบนี้ต่ำกว่าปกติ



ภาพที่ 4.26 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อทั้งด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส (CP-Ti alpha-case) และด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส (CP-Ti)

ในการตรวจสอบชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้วยเทคนิค XRD (ภาพที่ 4.27) ตรวจสอบว่าด้านที่ผ่านการขัดชิ้นงาน จะพบไทเทเนียมเฟสแอลฟา ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP เป็นส่วนประกอบหลัก และตรวจพบไทเทเนียมเฟสเบต้าที่มีโครงสร้างผลึกแบบ BCC ผสมอยู่เล็กน้อย ซึ่งสามารถเกิดขึ้นได้จากการใส่ธาตุผสมเช่น วานาเดียม โดยผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Silva *et al.* [51] แต่ในชิ้นงานด้านที่มี alpha-case layer ตรวจพบสารประกอบนอกจากไทเทเนียม ได้แก่

MgO, $MgAl_2O_4$ (spinel), ZrO_2 ซึ่งเป็นสารประกอบที่ผสมอยู่ในปูนหล่อ จึงมีความเป็นไปได้ว่าในการหล่อชิ้นงานไทเทเนียมผสมนี้ อาจมีเศษปูนแตกเข้าไปละลายในชิ้นงาน นอกจากนี้ยังตรวจพบไทเทเนียมซัลไฟด์ (Ti_3S_2) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP ซึ่งเป็นสารประกอบออกไซด์ที่ไม่เสถียรตาม phase diagram แต่สามารถเกิดได้ในสภาวะที่ปริมาณออกซิเจนมากพอและมีการเย็นตัวที่รวดเร็ว นอกจากนี้สารประกอบซัลไฟด์ของไทเทเนียมที่ไม่เสถียรเช่น Ti_2O , Ti_3O , Ti_6O ยังสามารถเปลี่ยนเป็นไทเทเนียมเพสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายอยู่ในโครงสร้าง ($\alpha-Ti(O)$) [52, 53] จึงมีความเป็นไปได้ว่าสารประกอบไทเทเนียมซัลไฟด์เป็นตัวตั้งต้นก่อนจะเปลี่ยนรูปเป็นชั้นแอลฟาเคส สำหรับกรณีของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อนั้นไม่พบสารประกอบไทเทเนียมซัลไฟด์ อาจเกิดจากปริมาณของไทเทเนียมเพสแอลฟาซึ่งมีปริมาณมากกว่าไทเทเนียมผสม ทำให้สามารถดูดกลืนออกซิเจนเข้าไปละลายได้มากกว่าซึ่งสอดคล้องกับผลเรื่องความแข็งและโครงสร้างจุลภาค

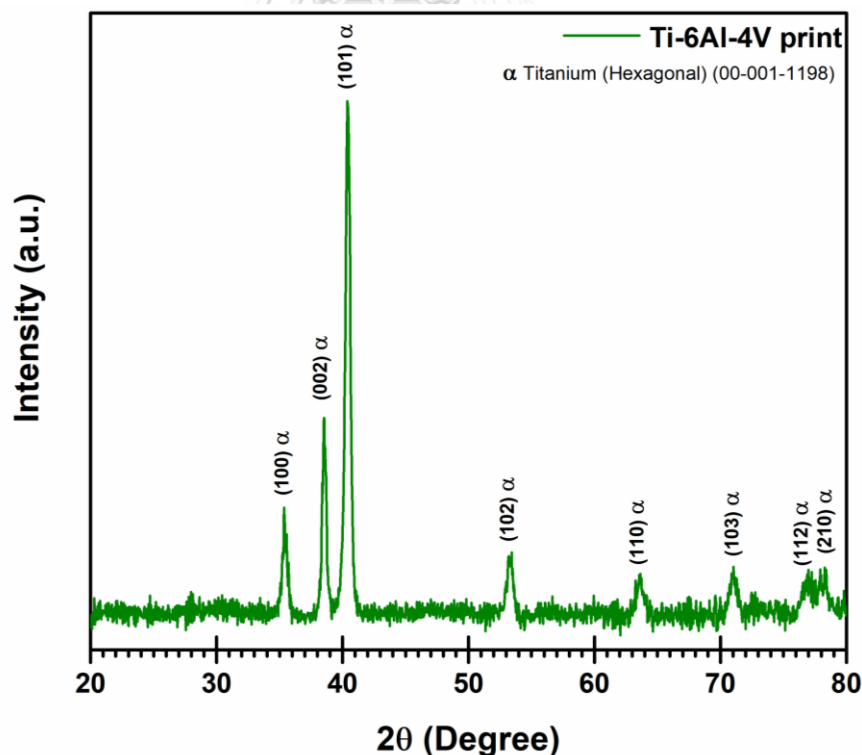


ภาพที่ 4.27 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (a) ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อทั้งด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส (Ti-6Al-4V alpha-case) และด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส (Ti-6Al-4V)

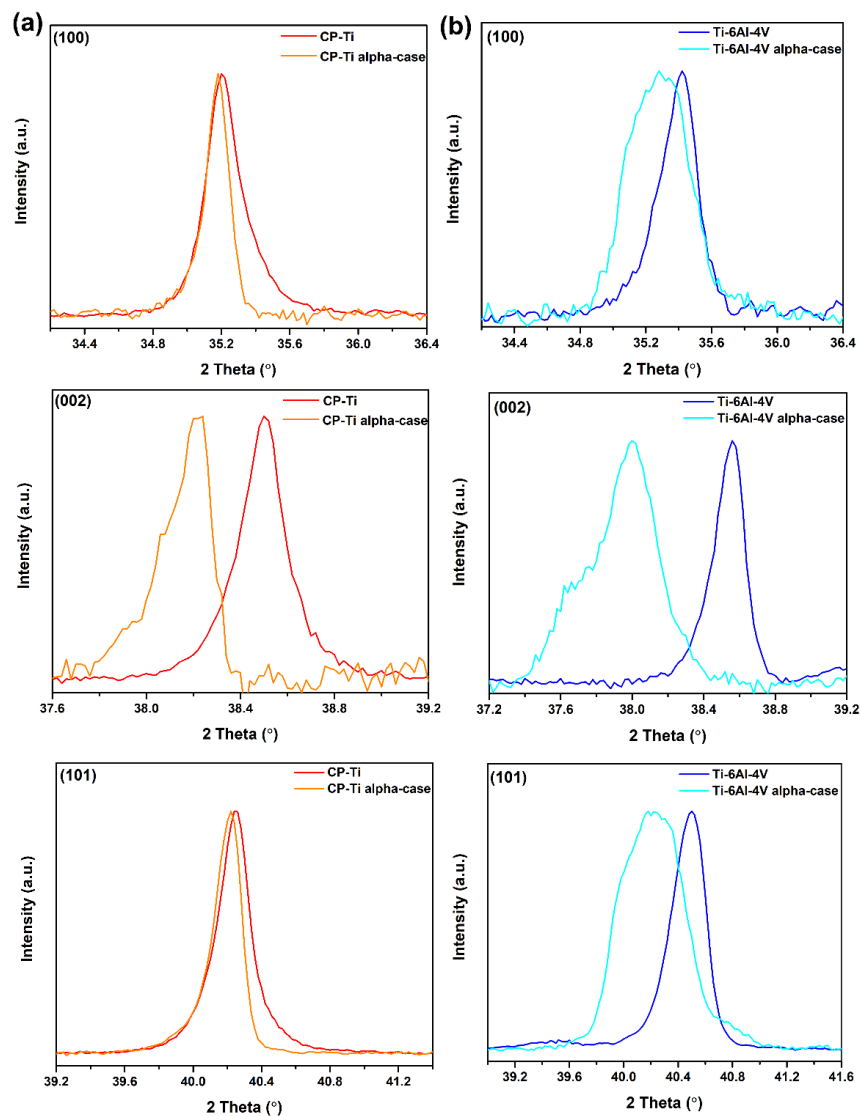
(b) รูปขยายกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ช่วงประมาณ 34-41 องศา

จากการตรวจสอบชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติตรวจพบไทเทเนียมเพสแอลฟา ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal เป็นหลัก ดังภาพที่ 4.28

อย่างไรก็ตาม จากงานวิจัยของ Montanari *et al.* [54] ได้ทำการทดลองวัดชิ้นงานไทเทเนียมผสมด้วยเทคนิค XRD ที่อุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศที่ไนโตรเจนและออกซิเจน พบว่าหลังจากปล่อยชิ้นงานเย็นตัวแล้ว โครงสร้างผลึกไม่ได้ลดขนาดกลับมาเท่าเดิม แต่มีการขยายโดยเฉพาะในแนวแกน Z จากเดิมอัตราส่วนระหว่าง lattice parameter $c/a = 1.5954$ กลายเป็น 1.5989 เนื่องจากผลของออกซิเจนและไนโตรเจนที่เข้าไปละลายที่ octahedral site ของโครงสร้างผลึกส่งผลให้เกิดการขยายตัวในแกน Z และผลจากการขยายของโครงสร้างผลึกในแกน Z นั้น จะทำให้เกิดการเลื่อนในกราฟ XRD ที่ระนาบ (002) ไปทางด้านซ้าย (มุม 2θ ลดลง) ดังนั้นหากละเว้นผลของ residual stress ในชิ้นงาน แล้วทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบชิ้นงานแต่ละประเภทในงานวิจัยนี้ โดยการปรับ intensity ให้ตรงกันเพื่อให้ง่ายต่อการเปรียบเทียบ ดังแสดงในภาพที่ 4.29 พบว่าชิ้นงานด้านที่มี alpha-case layer ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์และไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหลอมมีการเลื่อนไปทางซ้ายของระนาบ (002) มากกว่าระนาบอื่น ๆ แสดงว่ามีความเป็นไปได้ที่ออกซิเจนเข้าไปละลายแบบแทรกที่ในตำแหน่ง octahedral site ของโครงสร้างผลึกไทเทเนียมเฟสแอลฟา แต่ในชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติไม่พบการเลื่อนของระนาบ (002)



ภาพที่ 4.28 กราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติ (Ti-6Al-4V printed)



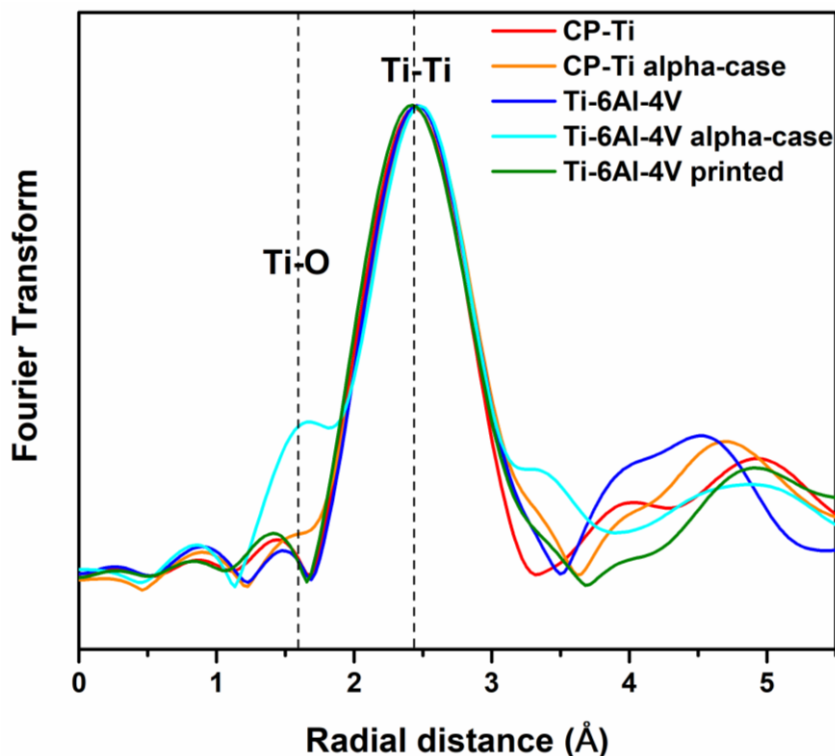
ภาพที่ 4.29 การเปรียบเทียบกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระนาบ (100), (002), (101) ระหว่างด้านที่มีและไม่มีชั้นแอลฟาเคส (a) ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ (b) ชิ้นงานไทเทเนียมผสม

4.4.3 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบของชิ้นงานด้วยเทคนิค EXAFS

4.4.3.1 ผลวิเคราะห์ข้อมูลสเปกตรัม EXAFS

หลังจากทำการจัดการข้อมูลสเปกตรัม EXAFS ในแต่ละชิ้นงานที่ตรวจวัดแล้วนำมาพล็อตเปรียบเทียบกันดังภาพที่ 4.30 โดยสเปกตรัม EXAFS ที่แสดงนั้นจะถูกเลื่อนจากค่าจริงไปทางซ้าย $0.3-0.5 \text{ \AA}^{-1}$ จากข้อมูลที่ได้จะสังเกตเห็นว่าในชิ้นงานไทเทเนียมทั้งบริสุทธิ์และผสมที่ผ่านการหล่อรวมถึงชิ้นงานไทเทเนียมที่ผ่านการพิมพ์สามมิติจะมีสัญญาณการกระเจิงหลักบริเวณ $2.7-3.1 \text{ \AA}^{-1}$ เมื่อตรวจสอบระยะห่างระหว่างอะตอมไทเทเนียมกับอะตอมไทเทเนียม (Ti-Ti) ใน

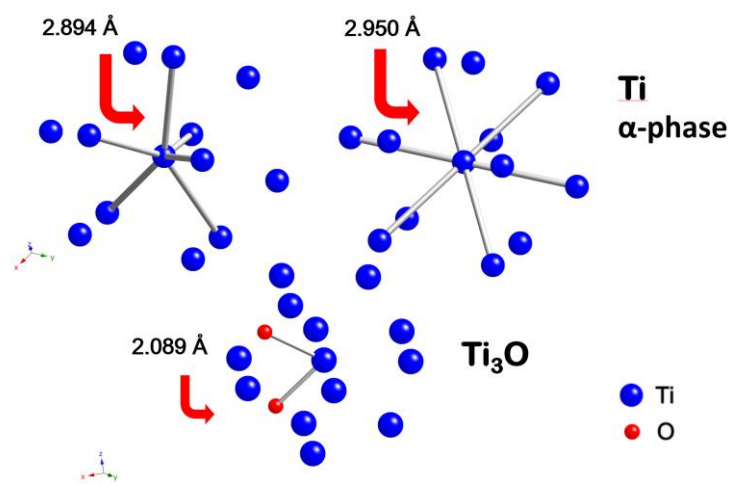
โครงสร้างผลึกไทเทเนียมเฟสแอลฟา ดังภาพที่ 4.31 จะพบว่า มีระยะห่างอยู่ที่ 2.894 \AA^{-1} และ 2.950 \AA^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับสัญญาณการกระเจิงหลัก



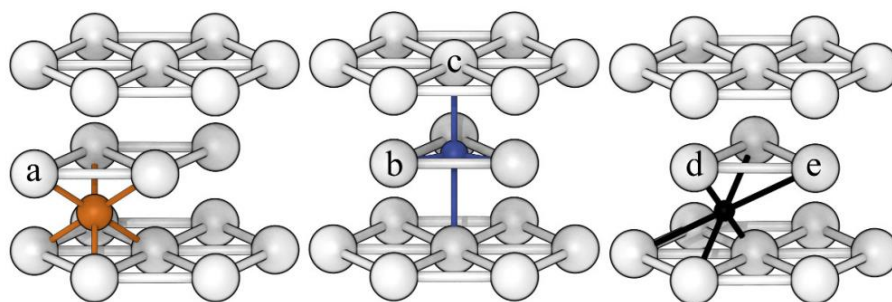
ภาพที่ 4.30 สเปกตรัม EXAFS ที่ผ่านการแปลงแบบฟูเรียร์ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ ที่ผ่านการหล่อและชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อและการพิมพ์สามมิติ

แต่จะสังเกตพบว่าชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส มีสัญญาณการกระเจิงที่สูงกว่าชิ้นงานอื่นในช่วงบริเวณ $1.8-2.2 \text{ \AA}^{-1}$ เมื่อตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึกของสารประกอบ Ti_3O พบว่าระยะห่างระหว่างอะตอมไทเทเนียมกับอะตอมออกซิเจนอยู่ที่ 2.089 \AA^{-1} และตรวจสอบตำแหน่งที่ออกซิเจนสามารถละลายแบบแทรกที่ในโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมเฟสแอลฟาพบว่าออกซิเจนสามารถเข้าไปอยู่ในโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมเฟสแอลฟาได้ทั้งหมด 3 ตำแหน่ง ได้แก่ octahedral site, hexahedral site, crowdion site ดังภาพที่ 4.32 โดยจากงานวิจัยของ Henry Wu [55, 56] และ Yan *et al.* [57] พบว่าออกซิเจนจะเข้าไปอยู่ตำแหน่ง octahedral site มากที่สุด ซึ่งพบว่าระยะห่างระหว่างอะตอมออกซิเจนที่แทรกที่อยู่ในตำแหน่ง octahedral site กับอะตอมไทเทเนียมจะอยู่ที่ประมาณ 2.09 \AA^{-1} ดังนั้นชั้นแอลฟาเคสของไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อประกอบไปด้วยสารประกอบ Ti_3O และไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายแบบแทรกที่ แต่จะประกอบด้วย Ti_3O มากกว่าอ้างอิงจากผลการวิเคราะห์เทคนิค XRD เนื่องจากการตรวจพบสารประกอบ Ti_3O ในการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD นั้น แสดงว่ามี

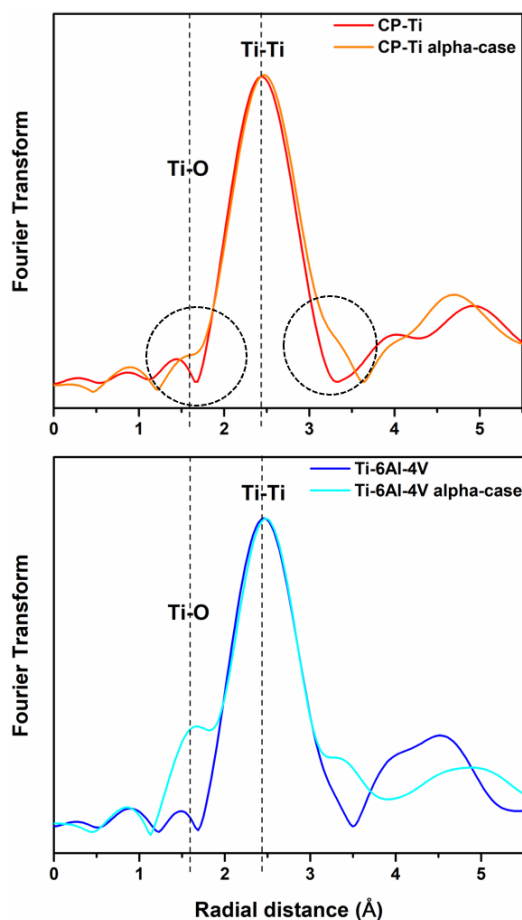
ปริมาณของสารประกอบนั้น ๆ มากกว่า 5 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งถือว่าผลที่ได้จากเทคนิค EXAFS มีความสอดคล้องกับเทคนิค XRD นอกจากนี้เมื่อพิจารณาสเปกตรัม EXAFS ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ ด้านที่มีชั้นแอลฟาเคสพบว่าการกระเจิงบริเวณ $1.8-2.2 \text{ \AA}^{-1}$ และบริเวณ $3.5-3.9 \text{ \AA}^{-1}$ ในลักษณะที่คล้ายคลึงกับกรณีของไทเทเนียมผสมด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส โดยจะมีปริมาณที่น้อยกว่า แสดงการเปรียบเทียบดังภาพที่ 4.33 แต่ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ไม่เจอสารประกอบ Ti_3O จึงมีความเป็นไปได้ว่าชั้นแอลฟาเคสของไทเทเนียมบริสุทธิ์ประกอบไปด้วยไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายแบบแทรกที่อยู่ในตำแหน่ง octahedral site เป็นหลัก



ภาพที่ 4.31 ระยะห่างระหว่างอะตอมในโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมเฟสแอลฟา และระยะห่างระหว่างอะตอมออกซิเจนกับอะตอมของไทเทเนียมในโครงสร้างผลึกของสารประกอบ Ti_3O



ภาพที่ 4.32 ตำแหน่งในโครงสร้างผลึกไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่อะตอมออกซิเจนสามารถละลายแบบแทรกที่ได้ประกอบด้วย octahedral site (สีส้ม), hexahedral site (สีน้ำเงิน), crowdion site (สีดำ) [56]



ภาพที่ 4.33 การเปรียบเทียบสเปกตรัม EXAFS ระหว่างด้านที่มีและไม่มีชั้นแอลฟาเคส
ชิ้นงานหล่อไทเทเนียมบริสุทธิ์ (บน) ชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสม (ล่าง)

4.4.3.2 ผลการคำนวณโครงสร้างอะตอมจากข้อมูล EXAFS

ในการคำนวณ (fitting) โครงสร้างอะตอมจากข้อมูล EXAFS จะใช้โปรแกรม Artemis [45] ในการคำนวณ โดยผลของการคำนวณด้วยโปรแกรม Artemis แสดงดังภาพที่ 4.34 และ ตารางที่ 4.2

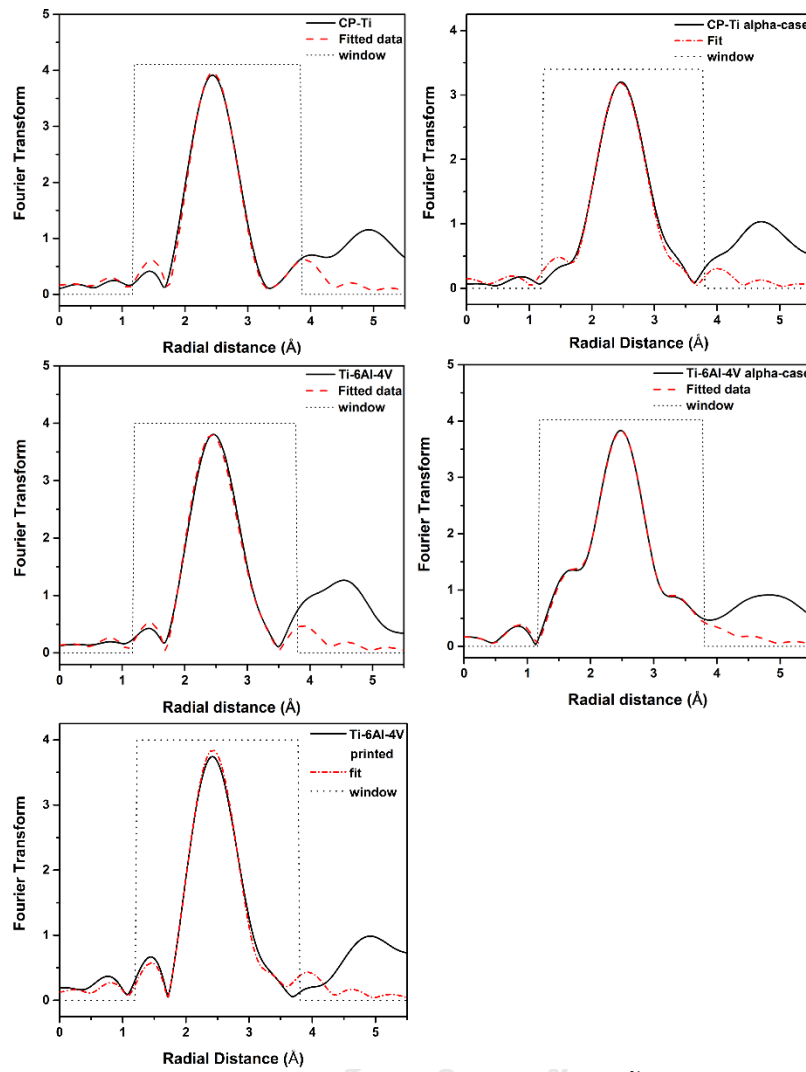
การคำนวณโครงสร้างอะตอมจากข้อมูล EXAFS ของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส จะใช้ ไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP เป็นแบบจำลองในการคำนวณ โดยอ้างอิงจากผลของโครงสร้างจุลภาคและผลวิเคราะห์จากเทคนิค XRD ผลที่ได้พบว่าระยะห่างระหว่างอะตอมกลางกับอะตอมข้างเคียงมีขนาดลดลงจาก 2.894 \AA^{-1} เป็น 2.844 \AA^{-1} และ 2.950 \AA^{-1} เป็น 2.899 \AA^{-1} ซึ่งการลดลงของระยะห่างระหว่างอะตอมนี้เกิดจากกระบวนการหล่อชิ้นงานที่มีการเย็นตัวอย่างรวดเร็วทำให้โครงสร้างเกิดการบิดเบี้ยว

ชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส จะมีความซับซ้อนกว่า โดยมีการใช้แบบจำลอง 2 แบบจำลองได้แก่ ไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายแบบแทรกที่อยู่ในตำแหน่ง octahedral site และใช้แบบจำลองไทเทเนียมเฟสแอลฟา อ้างอิงตามลักษณะกายภาพของชั้นแอลฟาเคส ที่มีลักษณะเป็นเกรเดียนต์ (gradient) ของปริมาณออกซิเจน โดยได้อัตราส่วนระหว่าง ไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายแบบแทรกที่อยู่ในตำแหน่ง octahedral site กับไทเทเนียมเฟสแอลฟาอยู่ที่ 0.320 : 0.680 ในส่วนของพารามิเตอร์เรื่องระยะห่างระหว่างอะตอมจะพบว่าโครงสร้างไทเทเนียมเฟสแอลฟาจะมีการบิดเบี้ยวที่สูงมากกว่าด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส

ในชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่ไม่มีชั้นแอลฟาเคส จะใช้ไทเทเนียมเฟสแอลฟาและไทเทเนียมเฟสเบต้าที่มีโครงสร้างแบบ BCC เป็นแบบจำลองในการคำนวณ โดยผลการคำนวณได้อัตราส่วนระหว่างไทเทเนียมเฟสแอลฟา กับไทเทเนียมเฟสเบต้าเท่ากับ 0.756 : 0.244 ซึ่งไม่สอดคล้องกับผลจากเทคนิค XRD ที่พบปริมาณไทเทเนียมเฟสเบต้าน้อยมาก ซึ่งเกิดจากบริเวณที่ใช้ตรวจสอบของเทคนิค XAS ที่มีพื้นที่น้อยกว่า XRD มาก นอกจากนี้ยังพบการบิดเบี้ยวของแบบจำลองทั้ง 2 โครงสร้าง ในลักษณะเดียวกับชิ้นงานบริสุทธิ์ที่ผ่านการหล่ออีกด้วย

การวิเคราะห์ชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านการหล่อด้านที่มีชั้นแอลฟาเคส จะใช้แบบจำลอง 2 ประเภท คือ ไทเทเนียมเฟสแอลฟา และ Ti_3O ผลที่ได้คือได้อัตราส่วนระหว่าง Ti_3O กับ ไทเทเนียมเฟสแอลฟา เท่ากับ 0.667 : 0.333 โดยจะได้อัตราส่วนของ Ti_3O มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ ซึ่งสอดคล้องกับผลวิเคราะห์จากเทคนิค XRD นอกจากนี้การตรวจสอบพบ Ti_3O ยังเป็นการยืนยันถึงความบริเวณผิวของชิ้นงานหล่อที่มีความแข็งสูงมากกว่ารายงานอื่น ๆ อีกด้วย โดยสารประกอบจำพวกไทเทเนียมออกไซด์จะมีความแข็งได้ตั้งแต่ 700-1200 HV [58]

ในชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ผ่านกระบวนการพิมพ์สามมิติจะใช้ไทเทเนียมเฟสแอลฟาเป็นแบบจำลองในการคำนวณ โดยอ้างอิงจากเทคนิค XRD จากการวิเคราะห์พบว่าโครงสร้างมีระยะห่างระหว่างอะตอมกลางและอะตอมข้างเคียงลดลง นอกจากนี้จะพบว่าระยะห่างระหว่าง shell ที่หนึ่ง กับระยะห่างระหว่าง shell ที่สอง มีค่าลดลงกว่าชิ้นงานที่ผ่านการหล่อ แสดงถึงลักษณะของผลึกที่มีการหดตัวหรือบิดเบี้ยวสูงกว่า



ภาพที่ 4.34 ผลการคำนวณสเปกตรัม EXAFS ของชิ้นงานต่าง ๆ

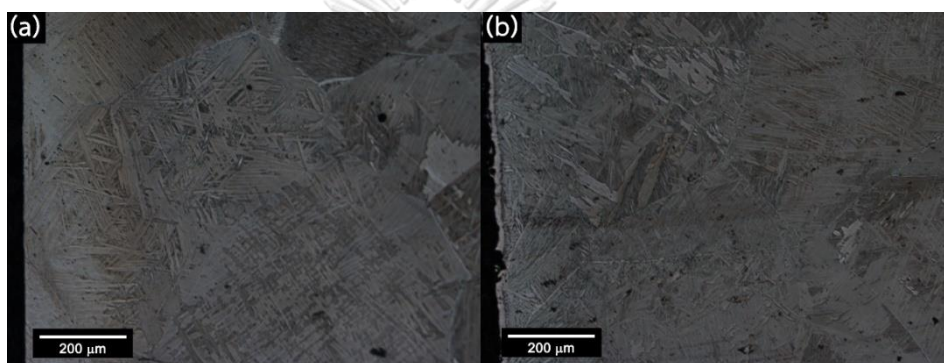
ตารางที่ 4.2 ผลการคำนวณโครงสร้างอะตอมจากสเปกตรัม EXAFS ของชิ้นงานต่าง ๆ โดยกำหนดขอบเขตการ fitting ตั้งแต่ 1.2–3.8 Å

Sample	Model	Path	S_0^2	Phase fraction	N	R	σ^2	R-factor
CP-Ti	Ti	Ti-Ti.1	0.805	-	6	2.844±0.002	0.0003±0.0001	0.0010
	(hexagonal)	Ti-Ti.2			6	2.899±0.002	0.0005±0.0007	
CP-Ti	Oxygen interstitial	Ti-O		0.320	2	2.199±0.065	0.0033±0.0018	0.0023
	atoms in Ti	Ti-Ti.1			3	2.909±0.004	0.0002±0.0001	
alpha-case	Ti	Ti-Ti.2	1		6	2.915±0.018	0.0060±0.0027	
		Ti-Ti.1		0.680	6	2.774±0.021	0.0342±0.0045	
	(hexagonal)	Ti-Ti.2			6	2.875±0.003	0.0003±0.0002	
	Ti	Ti-Ti.1		0.756	6	2.798±0.004	0.0030±0.0007	0.0043
Ti-6Al-4V	(hexagonal)	Ti-Ti.2	1		6	2.887±0.003	0.0001±0.0001	
	Ti	Ti-Ti.1		0.244	8	2.586±0.064	0.0431±0.0145	
Ti-6Al-4V	(cubic)	Ti-Ti.2			6	3.378±0.017	0.0003±0.0001	
	Ti ₃ O	Ti-O		0.677	2	1.889±0.025	0.0029±0.0007	0.0002
alpha-case	Ti	Ti-Ti.1			3	2.903±0.012	0.0002±0.0001	
		Ti-Ti.2	1		6	2.973±0.005	0.0003±0.0001	
	(hexagonal)	Ti-Ti.1		0.333	6	2.654±0.004	0.0115±0.0008	
	Ti	Ti-Ti.2			6	2.835±0.002	0.0006±0.0004	
Ti-6Al-4V printed	Ti	Ti-Ti.1	0.834		6	2.822±0.004	0.0020±0.0007	0.0040
	(hexagonal)	Ti-Ti.2			6	2.884±0.004	0.0007±0.0005	

4.5 ผลการวิเคราะห์การอบอ่อนของชิ้นงานไทเทเนียมผสม

ในการทดสอบอบอ่อนนั้นจะใช้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ที่เวลาแตกต่างกัน มีการควบคุมบรรยากาศโดยใช้แก๊สอาร์กอนเพื่อลดปริมาณออกซิเจนที่อยู่ในเตาอบ และมีการขัดชิ้นงานหนึ่งด้านเพื่อตรวจสอบว่ามีชั้นของออกไซด์เกิดขึ้นจากการอบหรือไม่

ในชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่ขึ้นรูปด้วยการหล่อผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าด้านที่ผ่านการขัด (ภาพที่ 4.35 (a)) ไม่เกิดชั้นของออกไซด์ที่สังเกตเห็นได้ชัด แต่มีลักษณะสีบริเวณขอบที่ต่างไป แสดงว่ามีผลจากออกซิเจนในบรรยากาศแพร่เข้าไปในชิ้นงาน ส่วนด้านที่ไม่ได้ผ่านการขัดก็ยังมีลักษณะใกล้เคียงกับชิ้นงานก่อนผ่านการอบอ่อน (ภาพที่ 4.35 (b))

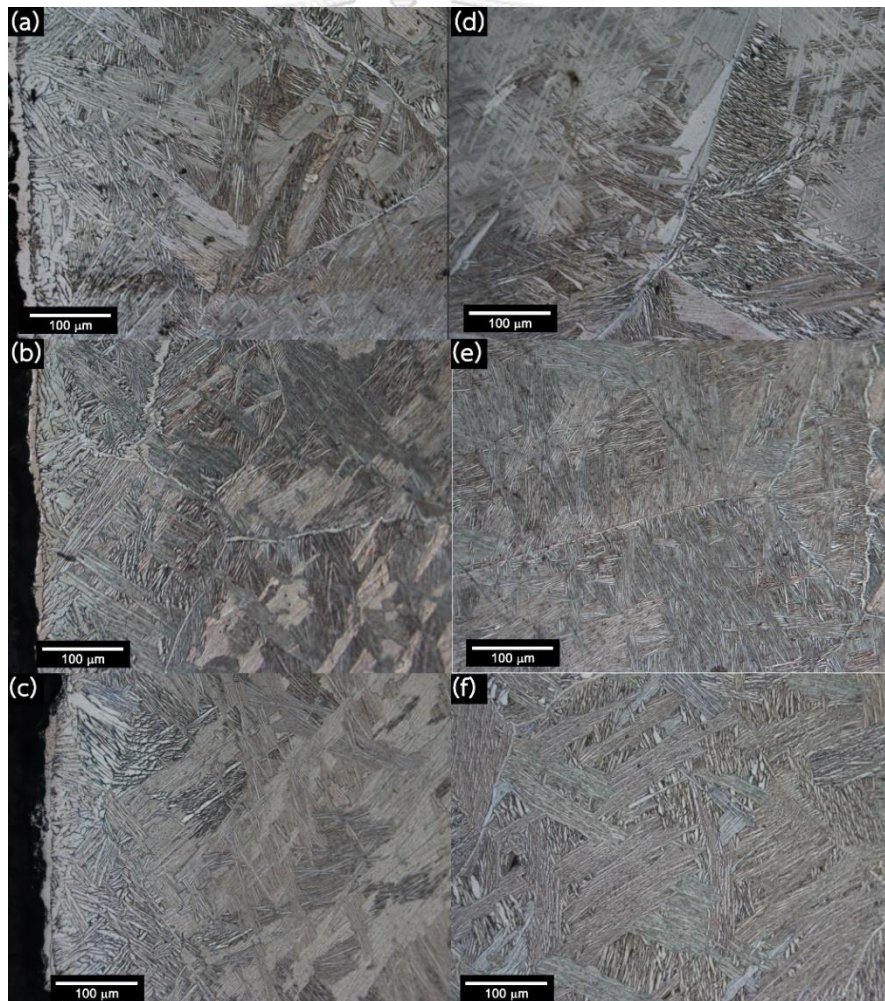


ภาพที่ 4.35 โครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (a) ด้านที่ขัดผิว (b) ด้านที่ไม่ได้ขัดผิว

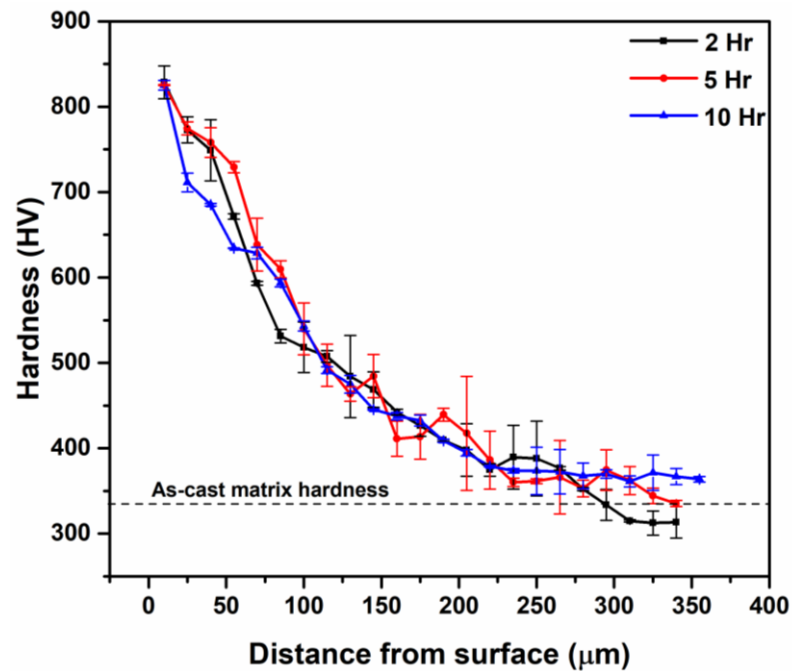
เมื่อเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลา 2,5 และ 10 ชั่วโมง (ภาพที่ 4.36) พบว่า บริเวณผิวไม่ได้มีการเปลี่ยนแปลงที่เห็นได้ชัดเจนนัก แต่ในบริเวณกลางชิ้นงานจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับชิ้นงานก่อนอบอ่อน ในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อน 2 ชั่วโมง จะสังเกตเห็นการโตของเฟสแอลฟาที่มีขนาดใหญ่ขึ้น และมีลักษณะการแยกกันของโครงสร้างแบบ Widmanstätten กับโครงสร้างแบบ acicular ได้ชัด แต่ในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อน 5 ชั่วโมงเป็นต้นไป โครงสร้างจุลภาคแบบ Widmanstätten จะมีความหยาบมากขึ้นจนกลายเป็นลักษณะแบบที่เรียกว่า colony รวมถึงขนาดที่ใหญ่ขึ้นจากเดิมมากในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อน 10 ชั่วโมง

เมื่อนำชิ้นงานไทเทเนียมหล่อที่ผ่านการอบอ่อนไปทดสอบความแข็งระดับจุลภาค (ภาพที่ 4.37) พบว่าชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนจะมีความแข็งที่ผิวชิ้นงานสูงกว่า 800 HV ซึ่งมีความมากกว่าชิ้นงานที่ผ่านการหล่อซึ่งแสดงถึงการที่ออกซิเจนจะเข้าไปทำปฏิกิริยาบริเวณที่ผิวเพิ่ม จึงทำให้ความแข็งที่ผิวแข็งเพิ่มขึ้น และยังพบว่าความหนาของชั้นแอลฟาเคสเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับชิ้นงานก่อนอบ

อ่อน แต่การเพิ่มความหนาของชั้นแอลฟาเคสนี้ไม่ได้มีความสัมพันธ์กับเวลาที่ใช้ในการอบอ่อน นอกจากนี้ในการอบอ่อนไม่ได้ทำให้ความแข็งบริเวณตรงกลางชิ้นงานลดลงตามที่ตั้งสมมุติฐานไว้ในตอนแรก เมื่อชิ้นงานผ่านการอบอ่อน 5 ชั่วโมงขึ้นไป โดยจากการทดสอบได้ความแข็งบริเวณกลางชิ้นงานประมาณ 314.43 ± 25.74 HV, 340.57 ± 22.96 HV และ 363.65 ± 21.43 HV ตามลำดับเวลาการอบอ่อน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการอบอ่อนที่ 2 ชั่วโมงนั้นสามารถลดความเค้นตกค้างในชิ้นงานได้ แต่เมื่ออบระยะเวลาเวลานานเกินไปจะทำให้เกิดการตกตะกอน (precipitation) ของ Ti_3Al ที่สามารถเกิดขึ้นได้จากเงื่อนไข 2 เงื่อนไข คือ อุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 500-600 องศาเซลเซียส ในระยะเวลาที่นาน [59] และมีออกซิเจนละลายในไทเทเนียม [60] อย่างไรก็ตามขนาดของ Ti_3Al ที่ตกตะกอนนั้นมีขนาดอยู่ในหลัก 10 นาโนเมตร จึงยากต่อการสังเกตเห็นด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงหรือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

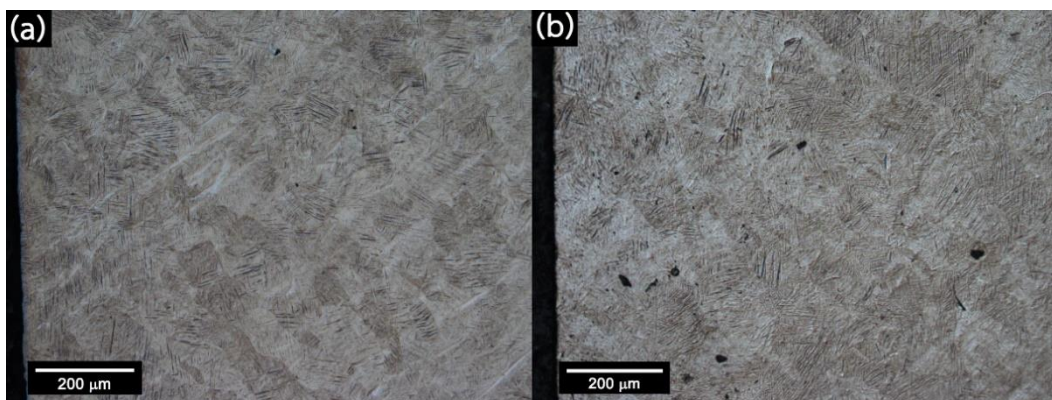


ภาพที่ 4.36 โครงสร้างจุลภาคบริเวณต่าง ๆ ของชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน (a) บริเวณผิว 2 ชั่วโมง, (d) บริเวณตรงกลาง 2 ชั่วโมง, (b) บริเวณผิว 5 ชั่วโมง, (e) บริเวณตรงกลาง 5 ชั่วโมง, (c) บริเวณผิว 10 ชั่วโมง, (f) บริเวณตรงกลาง 10 ชั่วโมง

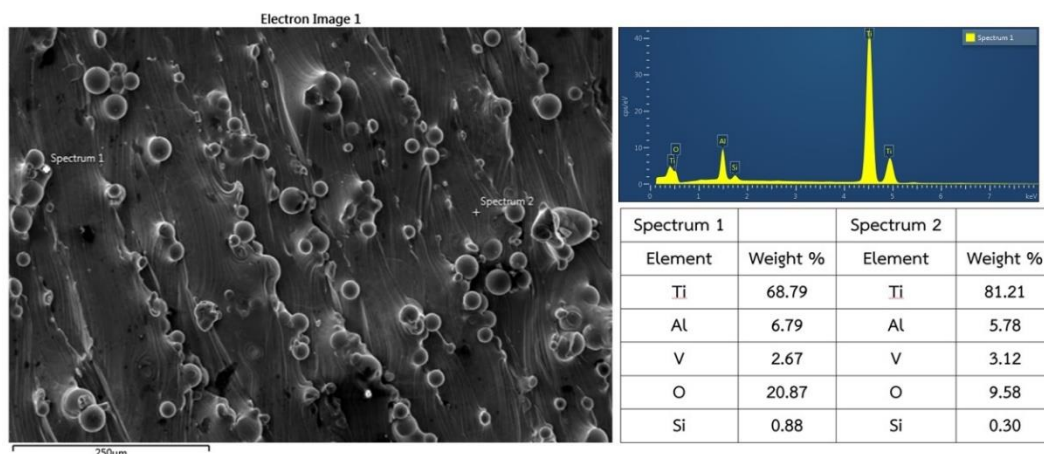


ภาพที่ 4.37 ลักษณะของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน

เมื่อเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลา 5 และ 10 ชั่วโมง บริเวณขอบชิ้นงาน (ภาพที่ 4.38) พบว่ามีลักษณะการเปลี่ยนแปลงบริเวณผิวที่อาจเป็นลักษณะการเกิดปฏิกิริยาจากออกซิเจน เมื่อนำชิ้นงานบริเวณผิวไปวิเคราะห์ธาตุประกอบด้วยเทคนิค EDS (ภาพที่ 4.39) ตรวจพบปริมาณออกซิเจนมีมากถึง 20.87 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในขณะที่บริเวณผิวที่อยู่ในระดับลึกลงมาตรวจพบปริมาณออกซิเจน 9.58 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แสดงว่าการทดสอบอบอ่อนนี้มีผลของออกซิเจนเข้าไปละลายบางส่วนด้วย



ภาพที่ 4.38 โครงสร้างจุลภาคบริเวณขอบของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน (a) 5 ชั่วโมง, (b) 10 ชั่วโมง

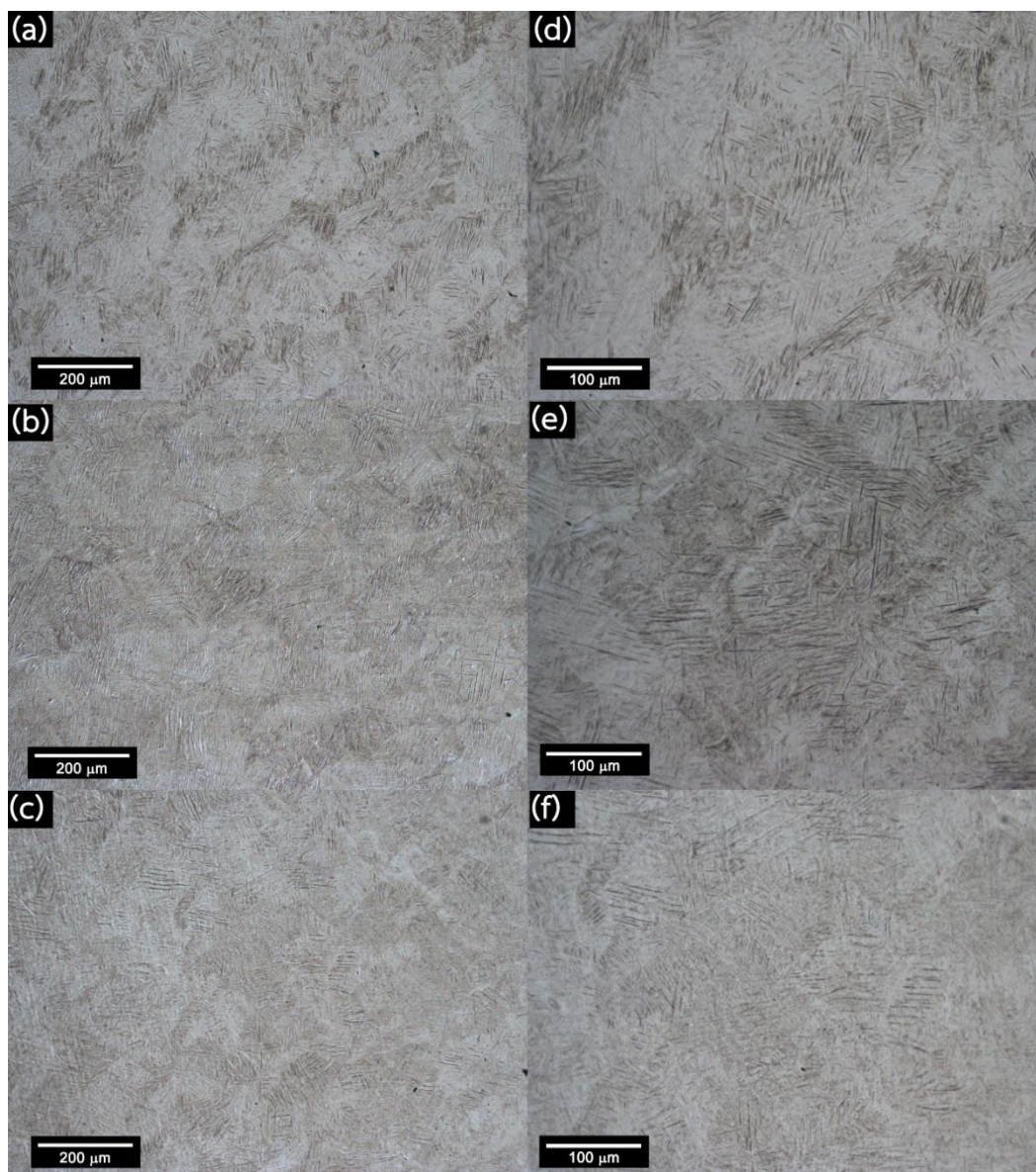


ภาพที่ 4.39 ลักษณะพื้นผิวชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมที่ผ่านการอบอ่อนที่ถ่ายด้วยเทคนิค SEM และธาตุประกอบที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

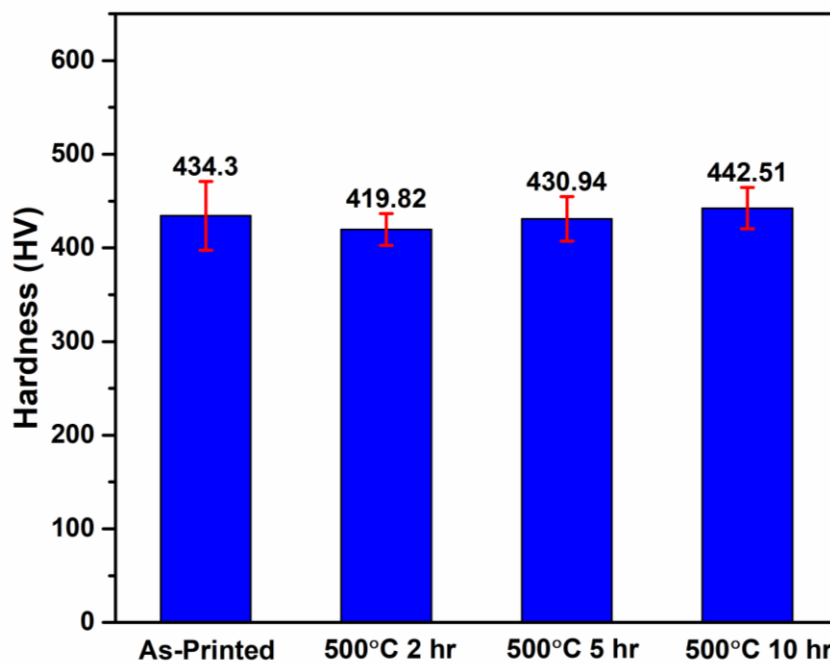
จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลา 2,5 และ 10 ชั่วโมง (ภาพที่ 4.40) พบว่าในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนไปเป็นระยะเวลา 5 และ 10 ชั่วโมง จะมีความชัดของโครงสร้างคล้ายเข็มของ martensite มากขึ้น ในขณะที่ชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อนำชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนไปทดสอบความแข็งจุลภาค (ภาพที่ 4.41) พบว่าในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนระยะเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าเฉลี่ยของความแข็งลดลงจากชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อน จาก 434.30 ± 36.78 HV กลายเป็น 419.82 ± 16.95 HV แม้ว่าค่าเฉลี่ยของความแข็งจะมีค่าลดลง แต่ด้วยความคลาดเคลื่อนที่มีค่ามากของชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อน เมื่อทำการวิเคราะห์ทางสถิติจะพบว่าการลดลงของค่าเฉลี่ยนี้ไม่สามารถสรุปได้ทางสถิติ อย่างไรก็ตามเมื่อวิเคราะห์ค่าความคลาดเคลื่อนในการวัดชิ้นงานพบว่าชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนระยะเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าต่ำกว่าถึง 2 เท่า แสดงว่าชิ้นงานมีความสม่ำเสมอมากขึ้น แสดงว่าการอบอ่อนระยะเวลา 2 ชั่วโมงสามารถลดความผันผวนจากกระบวนการผลิตได้

ในขณะที่ชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนระยะเวลา 5 และ 10 ชั่วโมง จะเริ่มมีแนวโน้มค่าเฉลี่ยของความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนระยะเวลา 2 ชั่วโมง จาก 419.82 ± 16.95 HV เป็น 430.94 ± 23.72 และ 442.51 ± 22.08 HV ตามลำดับ ซึ่งเกิดจากการที่ไทเทเนียมเฟสเบต้าสามารถก่อตัว (nucleate) ออกมาระหว่างขอบของเข็ม martensite หรือบริเวณ dislocation [61, 62] ในขณะที่ทำการอบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน นอกจากนี้ยังมีผลจากการตกตะกอนของ Ti_3Al ตามที่ได้กล่าวไปในกรณีของชิ้นงานหล่อร่วมด้วย



ภาพที่ 4.40 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมที่ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน (a) 2 ชั่วโมง กำลังขยายต่ำ, (d) 2 ชั่วโมง กำลังขยายสูง, (b) 5 ชั่วโมง กำลังขยายต่ำ, (e) 5 ชั่วโมง กำลังขยายสูง, (c) 10 ชั่วโมง กำลังขยายต่ำ, (f) บริเวณตรงกลาง 10 ชั่วโมง กำลังขยายสูง



ภาพที่ 4.41 ค่าเฉลี่ยของความแข็งระดับจุลภาคของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสม
ผ่านการอบอ่อนที่ระยะเวลาแตกต่างกัน

บทที่ 5

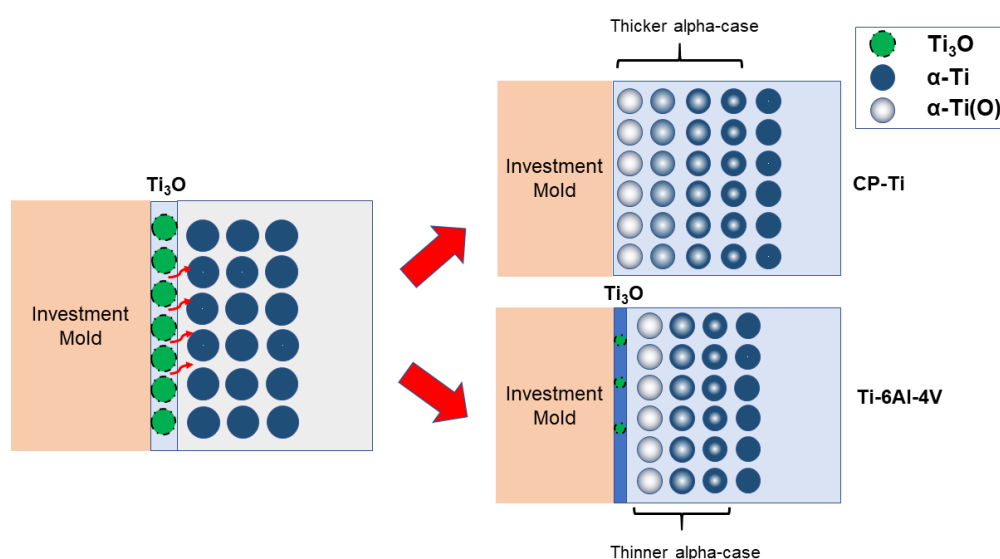
สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลองในชิ้นงานหล่อไทเทเนียมและชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสม

ในกระบวนการหล่อชิ้นงาน โลหะไทเทเนียมหลอมเหลวที่อุณหภูมิสูงลงมาสัมผัสกับเบ้าหล่อที่ประกอบไปด้วยสารประกอบออกไซด์ ได้แก่ MgO , ZrO_2 , และ Al_2O_3 ทำให้สารประกอบออกไซด์บางส่วนแตกออกจากกันแล้วเข้าไปผสมในตัวโลหะ ดังผลที่ได้จากเทคนิค XRD ในชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสม แม้จะทำการควบคุมบรรยากาศขณะทำการหล่อด้วยอาร์กอนแล้วก็ตาม แต่การแตกตัวของสารประกอบออกไซด์ผสมกับรุกรานของเบ้าหล่อทำให้มีออกซิเจนเข้าไปในชิ้นงานแล้วทำให้เกิดชั้นแอลฟาเคสตามที่ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์และการทดสอบความแข็ง จากชิ้นงานหล่อไทเทเนียมบริสุทธิ์จะพบว่าโครงสร้างส่วนใหญ่จะเป็นไทเทเนียมเฟสแอลฟา ส่วนชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมจะพบว่ามีการเกิดไทเทเนียมเฟสแอลฟาผสมกับไทเทเนียมเฟสเบต้า ซึ่งไทเทเนียมเฟสเบตานั้นมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของออกซิเจนที่ต่ำกว่าไทเทเนียมเฟสแอลฟาส่งผลให้ชิ้นงานไทเทเนียมผสมนั้นมีความหนาของชั้นแอลฟาเคสที่น้อยกว่าไทเทเนียมบริสุทธิ์ นอกจากปัจจัยเรื่องโครงสร้างแล้วยังมีผลเรื่องความหนาของชิ้นงานที่ส่งผลต่อความหนาชั้นแอลฟาเคสอีกด้วย หากชิ้นงานมีความหนามากชิ้นงานจะเย็นตัวช้า ทำให้ออกซิเจนมีเวลาในการแพร่เข้ามาในชิ้นงานมากขึ้นหรืออีกชั้นส่งผลให้ความหนาของชั้นแอลฟาเคสเพิ่มขึ้น

ไทเทเนียมเฟสแอลฟามีโครงสร้างผลึกแบบ HCP ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกที่มีช่องว่างตรงตำแหน่ง octahedral, hexahedral และ crowdion ในโครงสร้างผลึก โดยเฉพาะตำแหน่ง octahedral เป็นตำแหน่งที่ออกซิเจนสามารถเข้าไปละลายแบบแทรกที่ โดยโครงสร้างของชั้นแอลฟาเคสถูกกล่าวว่าเป็นไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายอยู่ เมื่อตรวจสอบชิ้นงานหล่อไทเทเนียมบริสุทธิ์พบหลักฐานของการมีอยู่ของออกซิเจนในตำแหน่งของการแทรกที่จากการเลื่อนของกราฟสเปกตรัม XRD เช่นเดียวกับชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสม แต่ในกรณีของชิ้นงานหล่อไทเทเนียมผสมพบว่าในชั้นแอลฟาเคสมีสารประกอบจากปูนหลุดเข้ามาในชิ้นงานและตรวจพบสารประกอบซัลไฟด์ (Ti_3O) ซึ่งเป็นสารประกอบที่เกิดจากการมีออกซิเจนละลายอยู่ปริมาณมากในไทเทเนียมเฟสแอลฟาและเป็นสารประกอบที่ไม่เสถียรหรือไม่เป็นไปตามแผนภูมิของเฟส จึงมีสรุปได้ว่าจุดเริ่มต้นของชั้นแอลฟาเคสคือสารประกอบซัลไฟด์แล้วค่อยเปลี่ยนรูปเป็นไทเทเนียมเฟสแอลฟาที่มีออกซิเจนละลายอยู่ ($\alpha-Ti(O)$) ในกรณีของไทเทเนียมบริสุทธิ์ สารประกอบ Ti_3O ได้ทำการ

เปลี่ยนรูปจนสมบูรณ์ เพราะเนื้อพื้นของชิ้นงานเป็นไทเทเนียมแอลฟาทั้งหมดจึงทำให้สามารถละลายออกซิเจนเข้ามาในเนื้อพื้นได้มากกว่า โดยภาพที่ 5.1 เป็นการแสดงถึงกลไกการเกิดขึ้นของแอลฟาเคสในงานหล่อของงานวิจัยนี้ จากการตรวจสอบและวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ทำให้สามารถสรุปแนวทางการลดขนาดและป้องกันการเกิดขึ้นแอลฟาเคสได้โดยการเคลือบผิวเข้าหล่อด้วยสารประกอบที่มีความเสถียรเช่น Ti_3O แต่อย่างไรก็ตามหากมีการเคลือบผิวด้วย TiO_2 นอกจากจะต้องควบคุมบรรยากาศการหล่อด้วยอาร์กอนแล้ว จะต้องทำการควบคุมอุณหภูมิของไทเทเนียมขณะหล่อด้วย โดยควรใช้อุณหภูมิไม่เกิน 1842 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 5.1 กลไกการเกิดขึ้นของแอลฟาเคสในงานหล่อของงานวิจัยนี้

ในกรณีของชิ้นงานพิมพ์สามมิติไทเทเนียมผสมไม่พบชั้นของแอลฟาเคสเนื่องจากการควบคุมบรรยากาศและไม่มีสารประกอบอื่นเข้าไปทำปฏิกิริยากับโลหะไทเทเนียม แต่จะพบถึงลักษณะโครงสร้างแบบ martensite ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ HCP จากการเย็นตัวที่รวดเร็วมาก ส่งผลต่อความแข็งที่มีค่าสูงกว่างานหล่อ นอกจากนี้ชิ้นงานพิมพ์สามมิตียังพบการบิดเบี้ยวที่รุนแรงกว่าชิ้นงานที่ผ่านการหล่อจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EXAFS

5.2 สรุปผลการทดสอบอบอ่อนชิ้นงานของไทเทเนียมผสม

การอบอ่อนชิ้นงานไทเทเนียมผสมที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงสามารถลดความเค้นตกค้างได้ทั้งชิ้นงานหล่อและชิ้นงานพิมพ์สามมิติและทำให้ชิ้นงานมีความแข็งสม่ำเสมอ แต่อย่างไรก็ตามหากทำการอบอ่อนเกิน 2 ชั่วโมง จะเกิดกลไกต่าง ๆ เช่น การตกตะกอนของ Ti_3Al หรือ การก่อตัวของไทเทเนียมเฟสเบต้า ซึ่งส่งผลให้ความแข็งเพิ่มขึ้นได้ ในกรณีของงาน

หล่อจะเริ่มสังเกตเห็นว่าขนาดเข็มของ Widmanstätten จะมีความหนามากขึ้นจนกลายเป็นลักษณะแบบที่เรียกว่า colony รวมถึงขนาดที่ใหญ่ขึ้นจากเดิมมากในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อน 10 ชั่วโมง ส่วนกรณีชิ้นงานพิมพ์สามมิติจะมีการเปลี่ยนแปลงเรื่องความชัดของเข็ม martensite เล็กน้อย ในชิ้นงานที่ผ่านการอบอ่อนระยะเวลา 5 และ 10 ชั่วโมง



บรรณานุกรม

- [1] B. Kasemo, Biocompatibility of titanium implants: Surface science aspects, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 49 (1983) 832-837.
- [2] H.A. Hansson, T. Albrektsson, P.I. Brånemark, Structural aspects of the interface between tissue and titanium implants, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 50 (1983) 108-113.
- [3] M. Taira, J.B. Moser, E.H. Greener, Studies of Ti alloys for dental castings, *Dental Materials*, 5 (1989) 45-50.
- [4] G.R. Parr, L.K. Gardner, R.W. Toth, Titanium: The mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 54 (1985) 410-414.
- [5] J. Breme, E. Eisenbarth, V. Biehl, Titanium and its Alloys for Medical Applications, in: *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005, pp. 423-451.
- [6] H.J. Rack, J.I. Qazi, Titanium alloys for biomedical applications, *Materials Science and Engineering: C*, 26 (2006) 1269-1277.
- [7] C. Oldani, A. Dominguez, Titanium as a Biomaterial for Implants, *Recent Advances in Arthroplasty*, (2012) 149-162.
- [8] M. Peters, C. Leyens, Fabrication of Titanium Alloys, in: *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005, pp. 245-261.
- [9] A.Ł. P. Smolarczyk, M. Szota, M. Napiątek, A. Bukowska, Comparison of mechanical properties of Ti-6Al-4V titanium alloy produced by the conventional method and the injection, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Vol. 61, nr 2 (2013) 281-288.
- [10] A. Dehghan-Manshadi, M.J. Bermingham, M.S. Dargusch, D.H. StJohn, M. Qian, Metal injection moulding of titanium and titanium alloys: Challenges and recent development, *Powder Technology*, 319 (2017) 289-301.
- [11] C.-C. Hung, G.-L. Hou, C.-C. Tsai, C.-C. Huang, Pure titanium casting into zirconia-modified magnesia-based investment molds, *Dental Materials*, 20 (2004) 846-851.
- [12] S.-Y. Sung, Y.-J. Kim, Alpha-case formation mechanism on titanium investment castings, *Materials Science and Engineering: A*, 405 (2005) 173-177.

- [13] R.C.S. Rodrigues, E.P.d. Almeida, A.C.L. Faria, A.P. Macedo, M.d.G.C.d. Mattos, R.F. Ribeiro, Effect of different investments and mold temperatures on titanium mechanical properties, *Journal of Prosthodontic Research*, 56 (2012) 58-64.
- [14] M.B. Leal, V.O. Pagnano, O.L. Bezzon, Effect of investment type and mold temperature on casting accuracy and titanium-ceramic bond, *Brazilian Dental Journal*, 24 (2013) 40-46.
- [15] Y. Guilin, L. Nan, L. Yousheng, W. Yining, The effects of different types of investments on the alpha-case layer of titanium castings, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 97 (2007) 157-164.
- [16] X.P. Luo, T.W. Guo, Y.G. Ou, Q. Liu, Titanium casting into phosphate bonded investment with zirconite, *Dental Materials*, 18 (2002) 512-515.
- [17] T.A. Sidambe, Biocompatibility of Advanced Manufactured Titanium Implants—A Review, *Materials*, 7 (2014).
- [18] G. Kasperovich, J. Hausmann, Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting, *Journal of Materials Processing Technology*, 220 (2015) 202-214.
- [19] L.-C. Zhang, H. Attar, Selective Laser Melting of Titanium Alloys and Titanium Matrix Composites for Biomedical Applications: A Review *Advanced Engineering Materials*, 18 (2016) 463-475.
- [20] L.C. Zhang, H. Attar, M. Calin, J. Eckert, Review on manufacture by selective laser melting and properties of titanium based materials for biomedical applications, *Materials Technology*, 31 (2016) 66-76.
- [21] T. Vilaro, C. Colin, J.D. Bartout, As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42 (2011) 3190-3199.
- [22] M. Peters, J. Kumpfert, C.H. Ward, C. Leyens, Titanium Alloys for Aerospace Applications, *Advanced Engineering Materials*, 5 (2003) 419-427.
- [23] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens, Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys, in: *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005, pp. 1-36.

- [24] D. Eylon, S. Fujishiro, P.J. Postans, F.H. Froes, High-Temperature Titanium Alloys—A Review, *JOM*, 36 (1984) 55-62.
- [25] F.C. Campbell, Chapter 4 - Titanium, in: *Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials*, Elsevier Science, Oxford, 2006, pp. 119-174.
- [26] M. Peters, J. Kumpfert, C.H. Ward, C. Leyens, Titanium Alloys for Aerospace Applications, in: *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005, pp. 333-350.
- [27] U. Tffner, V. Carle, U. Schfer, M. Hoffmann, {ASM Handbook Volume 9: Metallography and Microstructures}, in: V. Voort (Ed.), ASM International, 2004, pp. 1057-1066.
- [28] J. Unnam, R.N. Shenoy, R.K. Clark, Oxidation of commercial purity titanium, *Oxidation of Metals*, 26 (1986) 231-252.
- [29] C. Leyens, Oxidation and Protection of Titanium Alloys and Titanium Aluminides, in: *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005, pp. 187-230.
- [30] H. Okamoto, O-Ti (Oxygen-Titanium), *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 32 (2011) 473.
- [31] H. Schuster, Titanium Casting And Working Process, the Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology, (2006) 421-433.
- [32] W.J. Boettinger, M.E. Williams, S.R. Coriell, U.R. Kattner, B.A. Mueller, Alpha case thickness modeling in investment castings, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 31 (2000) 1419-1427.
- [33] W.R. Tyson, Solution hardening of titanium by oxygen, *Scripta Metallurgica*, 3 (1969) 917-921.
- [34] R.C. Atwood, P.D. Lee, R.V. Curtis, Modeling the surface contamination of dental titanium investment castings, *Dental Materials*, 21 (2005) 178-186.
- [35] R. Gaddam, B. Sefer, R. Pederson, M.L. Antti, Study of alpha-case depth in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo and Ti-6Al-4V, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 48 (2013) 012002.
- [36] R. Gaddam, B. Sefer, R. Pederson, M.-L. Antti, Oxidation and alpha-case formation in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo alloy, *Materials Characterization*, 99 (2015) 166-174.

- [37] K.S. McReynolds, S. Tamirisakandala, A study on alpha-case depth in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 42 (2011) 1732-1736.
- [38] H. Guleryuz, H. Cimenoglu, Oxidation of Ti-6Al-4V alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 472 (2009) 241-246.
- [39] K.S. Chan, M. Koike, B.W. Johnson, T. Okabe, Modeling of alpha-case formation and its effects on the mechanical properties of titanium alloy castings, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 39 (2008) 171-180.
- [40] R. Dobeson, N. Petrazoller, M. Dargusch, S. McDonald, Effect of thermal exposure on the room temperature tensile properties of Grade 2 titanium, *Materials Science and Engineering: A*, 528 (2011) 3925-3929.
- [41] L. Wagner, J.K. Bigoney, Fatigue of Titanium Alloys, in: *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005, pp. 153-185.
- [42] V. Briois, C. Giorgetti, F. Baudelet, A.M. Flank, M.S. Tokumoto, S.H. Pulcinelli, C.V. Santilli, Applications of X-Ray Absorption Spectroscopy in Materials Science, in: E.C. Faulques, D.L. Perry, A.V. Yermenko (Eds.) *Spectroscopy of Emerging Materials*, Springer Netherlands, Dordrecht, 2005, pp. 15-30.
- [43] M.H. Carpenter, Helium Atmosphere Chamber for Soft X-ray Spectroscopy of Biomolecules, MS Thesis, University of California, Davis, (2010).
- [44] M. Newville, *Fundamentals of X-ray Absorption Fine Structure*, (2005).
- [45] B. Ravel, M. Newville, ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT, *Journal of Synchrotron Radiation*, 12 (2005) 537-541.
- [46] W.J. Yuan, C.J. Deng, H.X. Zhu, Effects of TiO₂ addition on the expansion behavior of alumina–magnesia refractory castables, *Materials Chemistry and Physics*, 162 (2015) 724-733.
- [47] T.M. Souza, A.P. Luz, V.C. Pandolfelli, Magnesium fluoride role on alumina–magnesia cement-bonded castables, *Ceramics International*, 40 (2014) 14947-14956.
- [48] S.S.d. Rocha, G.L. Adabo, G.E.P. Henriques, M.A.d.A. Nóbilo, Vickers hardness of cast commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy submitted to heat treatments, *Brazilian Dental Journal*, 17 (2006) 126-129.

- [49] F.J. Gil, M.P. Ginebra, J.M. Manero, J.A. Planell, Formation of α -Widmanstätten structure: effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 329 (2001) 142-152.
- [50] R.I. Jaffee, The physical metallurgy of titanium alloys, *Progress in Metal Physics*, 7 (1958) 65-163.
- [51] S.L.R. da Silva, L.O. Kerber, L. Amaral, C.A. dos Santos, X-ray diffraction measurements of plasma-nitrided Ti-6Al-4V, *Surface and Coatings Technology*, 116-119 (1999) 342-346.
- [52] L. Seul, B.-J. Choi, J.-I.L. Youn, Y.-J. Kim, Characterization of the Interfacial Reaction between Titanium Castings and Alumina Mold Containing the Alpha-Case Compounds, in: M.J.M. Krane, A. Jardy, R.L. Williamson, J.J. Beaman (Eds.) *Proceedings of the 2013 International Symposium on Liquid Metal Processing & Casting*, Springer International Publishing, Cham, 2016, pp. 341-345.
- [53] K.-F. Lin, C.-C. Lin, Interfacial reactions between Ti-6Al-4V alloy and zirconia mold during casting, *Journal of Materials Science*, 34 (1999) 5899-5906.
- [54] R. Montanari, G. Costanza, M.E. Tata, C. Testani, Lattice expansion of Ti-6Al-4V by nitrogen and oxygen absorption, *Materials Characterization*, 59 (2008) 334-337.
- [55] H.H. Wu, P. Wisesa, D.R. Trinkle, Oxygen diffusion in hcp metals from first principles, *Physical Review B*, 94 (2016) 014307.
- [56] H.H. Wu, D.R. Trinkle, Direct Diffusion through Interpenetrating Networks: Oxygen in Titanium, *Physical Review Letters*, 107 (2011) 045504.
- [57] M. Yan, W. Xu, M.S. Dargusch, H.P. Tang, M. Brandt, M. Qian, Review of effect of oxygen on room temperature ductility of titanium and titanium alloys, *Powder Metallurgy*, 57 (2014) 251-257.
- [58] S. Wang, Z. Liao, Y. Liu, W. Liu, Influence of thermal oxidation temperature on the microstructural and tribological behavior of Ti6Al4V alloy, *Surface and Coatings Technology*, 240 (2014) 470-477.
- [59] H. Carreon, A. Ruiz, B. Santoveña, Study of aging effects in a Ti-6AL-4V alloy with Widmanstätten and equiaxed microstructures by non-destructive means, *AIP*

Conference Proceedings, 1581 (2014) 739-745.

[60] G. Welsch, W. Bunk, Deformation modes of the α -phase of ti-6al-4v as a function of oxygen concentration and aging temperature, Metallurgical Transactions A, 13 (1982) 889-899.

[61] S. Banerjee, P. Mukhopadhyay, Phase Transformations, in: S. Banerjee, P. Mukhopadhyay (Eds.) Pergamon Materials Series, Pergamon, 2007, pp. 555-716.

[62] G. Kasperovich, J. Haubrich, J. Gussone, G. Requena, Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting, Materials & Design, 105 (2016) 160-170.

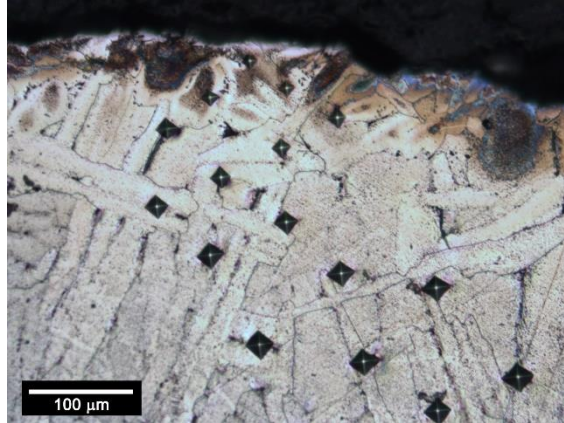




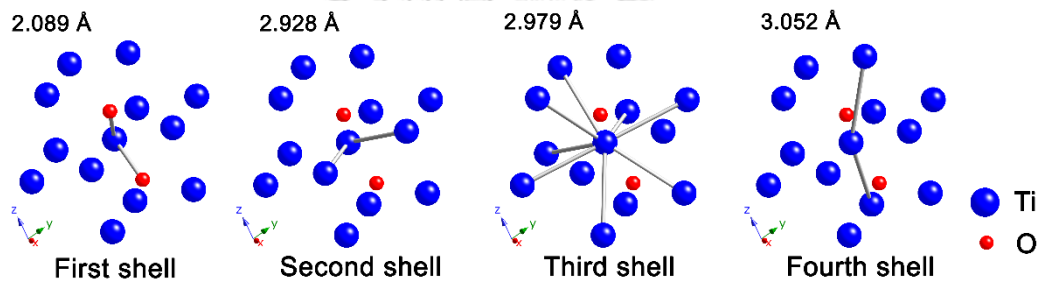
ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

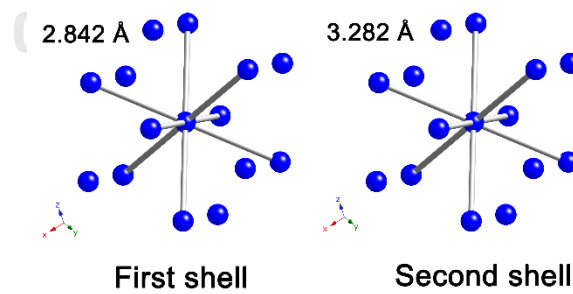
ภาคผนวก ก



ภาพที่ ก - 1 ตัวอย่างชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความแข็งระดับจุลภาค



ภาพที่ ก - 2 ระยะห่างระหว่างอะตอมของโครงสร้าง Ti_3O



ภาพที่ ก - 3 ระยะห่างระหว่างอะตอมของโครงสร้างไทเทเนียมเฟสเบต้า

ภาคผนวก ข

Name and formula

Reference code: 00-001-1198
 PDF index name: Titanium
 Empirical formula: Ti
 Chemical formula: Ti

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
 Space group: P63/mmc
 Space group number: 194
 a (?): 2.9200
 b (?): 2.9200
 c (?): 4.6700
 Alpha (?): 90.0000
 Beta (?): 90.0000
 Gamma (?): 120.0000
 Measured density (g/cm³): 4.50
 Volume of cell (10⁶ pm³): 34.48
 Z: 2.00
 RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS.
 Color: White
 Melting point: 1820

References

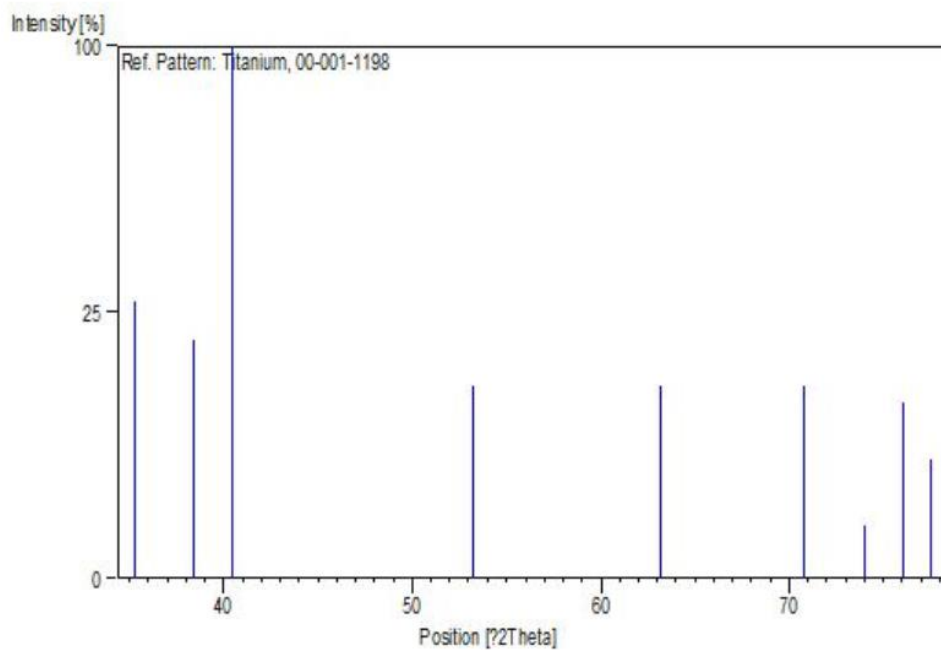
Primary reference: Hanawalt et al., *Anal. Chem.*, **10**, 475, (1938)
 Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*
 Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	2.54000	35.308	27.0
2	0	0	2	2.34000	38.439	20.0
3	1	0	1	2.23000	40.416	100.0
4	1	0	2	1.72000	53.212	13.0
5	1	1	0	1.47000	63.204	13.0
6	1	0	3	1.33000	70.785	13.0
7	2	0	0	1.28000	73.997	1.0

8	1	1	2	1.25000	76.084	11.0
9				1.23000	77.549	5.0

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 00-049-1642
 PDF index name: Zirconium Oxide
 Empirical formula: O_2Zr
 Chemical formula: ZrO_2

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fm-3m
 Space group number: 225

a (?): 5.1280
 b (?): 5.1280
 c (?): 5.1280
 Alpha (?): 90.0000
 Beta (?): 90.0000
 Gamma (?): 90.0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 134.85
 Z: 4.00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Corrosion
 Common Phase
 Forensic
 Superconducting Material
 Indexed (I)

Quality:

Comments

General comments: Oxygen deficient structure (in range of ZrO 1.688-ZrO 1.740).
 Sample preparation: Prepared by sintering 10 wt.% ZrO_2 in Al_2O_3 at 1973 K for 90 minutes at a pressure of 0.133 MPa. The oxygen deficient phase was synthesized by annealing in vacuum at pressures below 2.8×10^{-2} MPa.
 Additional pattern: See 22-540.
 To replace 27-997.

References

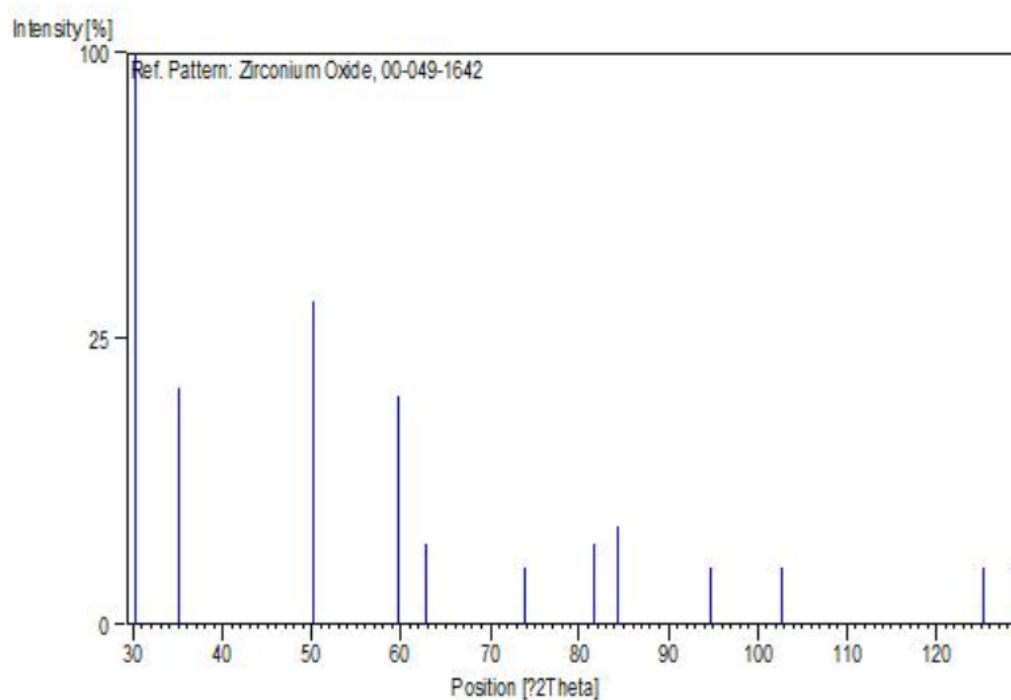
Primary reference: Tomaszewski, H., Godwod, K., *J. Eur. Ceram. Soc.*, **15**, 17, (1995)
 Unit cell: Duwez, Odell., *J. Am. Ceram. Soc.*, **33**, 274, (1950)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2.96463	30.120	100.0

2	2	0	0	2.56448	34.960	17.0
3	2	2	0	1.81521	50.220	32.0
4	3	1	1	1.54668	59.740	16.0
5	2	2	2	1.48102	62.680	2.0
6	4	0	0	1.28085	73.940	1.0
7	3	3	1	1.17697	81.760	2.0
8	4	2	0	1.14676	84.400	3.0
9	4	2	2	1.04697	94.740	1.0
10	3	3	3	0.98647	102.680	1.0
11	5	3	1	0.86685	125.400	1.0
12	6	0	0	0.85472	128.640	1.0

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 01-075-1796

Mineral name: Spinel, syn
ICSD name: Magnesium Aluminum Oxide

Empirical formula: Al_2MgO_4
Chemical formula: MgAl_2O_4

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fd-3m
Space group number: 227

a (?): 8.0788
b (?): 8.0788
c (?): 8.0788
Alpha (?): 90.0000
Beta (?): 90.0000
Gamma (?): 90.0000

Calculated density (g/cm³): 3.58
Volume of cell (10⁶ pm³): 527.28
Z: 8.00

RIR: 1.74

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Corrosion
ICSD Pattern
Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 031374

References

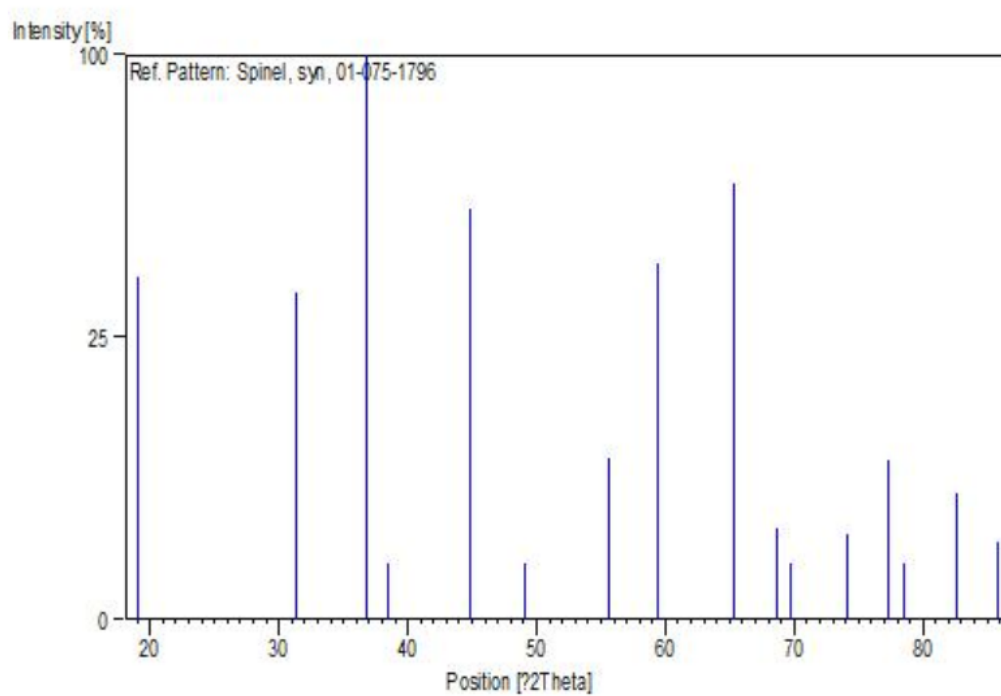
Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)*
Structure: Yamanaka, T., Takeuchi, Y., *Z. Kristallogr.*, **165**, 65, (1983)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	4.66430	19.012	37.0
2	2	2	0	2.85629	31.291	33.4
3	3	1	1	2.43585	36.871	100.0
4	2	2	2	2.33215	38.573	0.9
5	4	0	0	2.01970	44.840	52.9
6	3	3	1	1.85340	49.116	0.1

7	4	2	2	1.64908	55.694	8.2
8	5	1	1	1.55477	59.398	39.7
9	4	4	0	1.42814	65.282	59.7
10	5	3	1	1.36557	68.678	2.6
11	4	4	2	1.34647	69.792	0.1
12	6	2	0	1.27737	74.175	2.3
13	5	3	3	1.23201	77.399	7.9
14	6	2	2	1.21792	78.465	0.8
15	4	4	4	1.16607	82.691	5.0
16	5	5	1	1.13126	85.831	1.9

Stick Pattern



CHULALONGKORN UNIVERSITY

Name and formula

Reference code: 01-076-1644
 ICSD name: Titanium Oxide
 Empirical formula: OTi_3
 Chemical formula: Ti_3O

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
 Space group: P312
 Space group number: 149

a (?): 5.1418
 b (?): 5.1418
 c (?): 14.3080
 Alpha (?): 90.0000
 Beta (?): 90.0000
 Gamma (?): 120.0000

Calculated density (g/cm³): 4.86
 Volume of cell (10⁶ pm³): 327.60
 Z: 6.00

RIR: 3.99

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Corrosion
 ICSD Pattern

Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 036055
 Test from ICSD: No R value given.
 At least one TF missing.

References

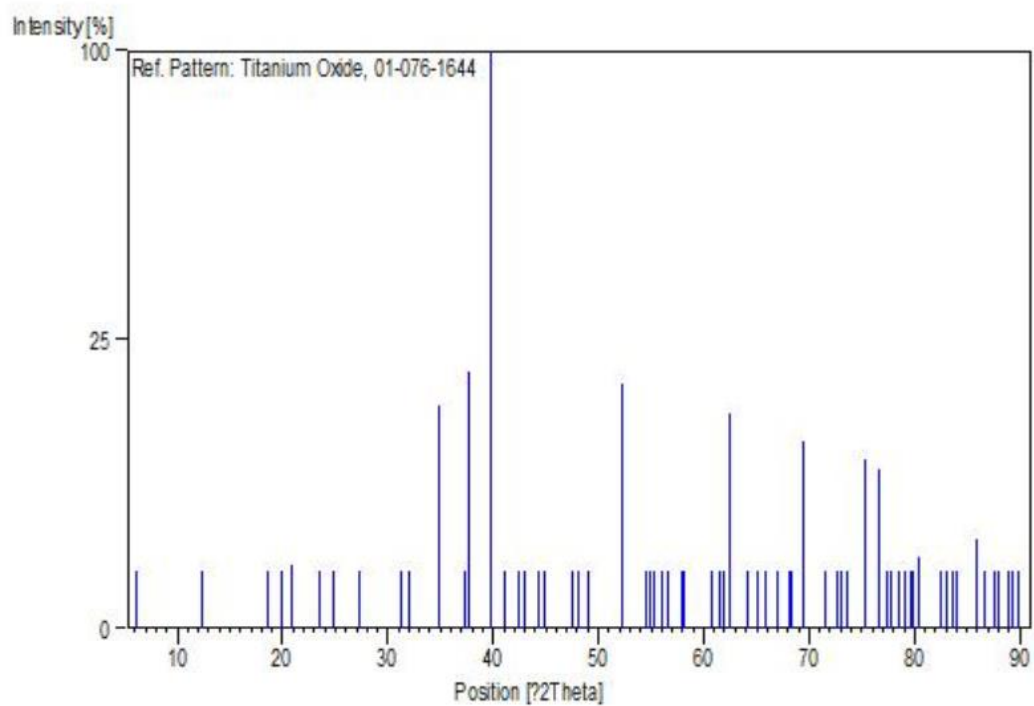
Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*, (1997)
 Structure: Jostons, A., Malin, S., *Acta Crystallogr., Sec. B*, **24**, 211, (1968)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	1	14.30800	6.172	0.1
2	0	0	2	7.15400	12.363	0.1
3	0	0	3	4.76933	18.589	0.4
4	1	0	0	4.45293	19.923	0.7
5	1	0	1	4.25178	20.876	1.2

6	1	0	2	3.78042	23.514	0.8
7	0	0	4	3.57700	24.872	0.1
8	1	0	3	3.25481	27.380	0.5
9	0	0	5	2.86160	31.232	0.1
10	1	0	4	2.78868	32.070	0.3
11	1	1	0	2.57090	34.870	14.9
12	1	0	5	2.40736	37.323	0.4
13	0	0	6	2.38467	37.692	19.8
14	-1	-1	3	2.26305	39.800	100.0
15	2	0	1	2.19999	40.992	0.2
16	2	0	2	2.12589	42.488	0.1
17	1	0	6	2.10220	42.991	0.1
18	0	0	7	2.04400	44.279	0.1
19	2	0	3	2.01746	44.893	0.1
20	-1	-1	5	1.91244	47.505	0.1
21	2	0	4	1.89021	48.098	0.1
22	1	0	7	1.85764	48.997	0.1
23	-1	-1	6	1.74835	52.283	17.9
24	2	1	0	1.68305	54.475	0.1
25	-2	-1	1	1.67152	54.882	0.1
26	1	0	8	1.65964	55.309	0.1
27	-2	-1	2	1.63832	56.092	0.1
28	2	0	6	1.62740	56.502	0.1
29	0	0	9	1.58978	57.964	0.6
30	-2	-1	3	1.58712	58.070	0.4
31	-2	-1	4	1.52289	60.771	0.1
32	2	0	7	1.50571	61.539	0.1
33	1	0	9	1.49722	61.926	0.1
34	3	0	0	1.48431	62.525	13.8
35	-2	-1	5	1.45073	64.143	0.1
36	0	0	10	1.43080	65.146	0.1
37	3	0	3	1.41726	65.846	0.1
38	2	0	8	1.39434	67.070	0.1
39	-2	-1	6	1.37506	68.138	0.1
40	3	0	4	1.37096	68.370	0.1
41	-1	-1	9	1.35214	69.457	10.6
42	3	0	5	1.31761	71.552	0.1
43	-2	-1	7	1.29927	72.722	0.1
44	2	0	9	1.29381	73.079	0.1
45	2	2	0	1.28545	73.632	1.0
46	3	0	6	1.26014	75.364	8.6
47	2	2	3	1.24116	76.724	7.6
48	-3	-1	1	1.23045	77.516	0.1
49	-2	-1	8	1.22568	77.874	0.1
50	3	1	2	1.21702	78.535	0.1
51	-2	-2	4	1.20971	79.102	0.1
52	2	0	10	1.20368	79.577	0.1
53	3	0	7	1.20104	79.787	0.1
54	0	0	12	1.19233	80.488	1.5
55	-3	-1	4	1.16740	82.576	0.1
56	-1	-1	11	1.16063	83.164	0.1
57	-2	-1	9	1.15571	83.598	0.1
58	1	0	12	1.15176	83.949	0.1
59	-2	-2	6	1.13152	85.807	2.4
60	2	0	11	1.12311	86.607	0.1
61	4	0	0	1.11323	87.569	0.1
62	4	0	1	1.10988	87.901	0.1
63	0	0	13	1.09999	88.899	0.1
64	-3	-1	6	1.09667	89.240	0.1
65	-2	-1	10	1.09012	89.921	0.1

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 01-078-0430

Mineral name: Periclase, syn
ICSD name: Magnesium Oxide

Empirical formula: MgO
Chemical formula: MgO

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fm-3m
Space group number: 225

a (?): 4.2123
b (?): 4.2123
c (?): 4.2123
Alpha (?): 90.0000
Beta (?): 90.0000
Gamma (?): 90.0000

Calculated density (g/cm³): 3.58
Measured density (g/cm³): 4.21
Volume of cell (10⁶ pm³): 74.74
Z: 4.00

RIR: 3.04

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Alloy, metal or intermetallic
Corrosion
Pharmaceutical
ICSD Pattern

Quality: Calculated (C)

Comments

Additional pattern: See PDF 71-1176, PDF 75-447, PDF 75-1525, PDF 77-2179, PDF 77-2364, PDF 87-651, PDF 87-652, PDF 87-653 and PDF 45-946.

ICSD collection code: 061325

Test from ICSD: No R value given.
At least one TF missing.
Calc. density unusual but tolerable.

References

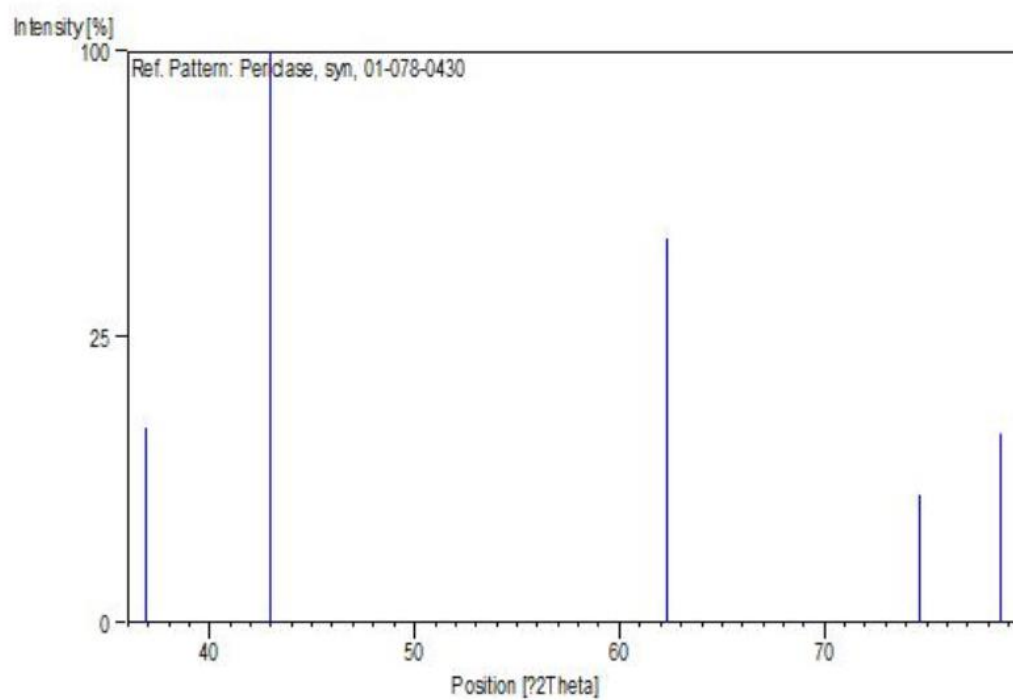
Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*, (1997)

Structure: Schmahl, N.G., Eikerling, G.F., *Z. Phys. Chem. Neue Folge. (Wiesbaden)*, **62**, 268, (1968)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2.43197	36.932	11.6
2	2	0	0	2.10615	42.906	100.0
3	2	2	0	1.48927	62.294	45.1
4	3	1	1	1.27006	74.675	5.0
5	2	2	2	1.21599	78.614	11.0

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 01-089-4913
 ICSD name: Titanium
 Empirical formula: Ti
 Chemical formula: Ti

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Im-3m
 Space group number: 229

a (?): 3.2830
 b (?): 3.2830
 c (?): 3.2830
 Alpha (?): 90.0000
 Beta (?): 90.0000
 Gamma (?): 90.0000

Calculated density (g/cm³): 4.49
 Volume of cell (10⁶ pm³): 35.38
 Z: 2.00

RIR: 9.61

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 ICSD Pattern

Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 076165
 Test from ICSD: No R value given.
 At least one TF missing.

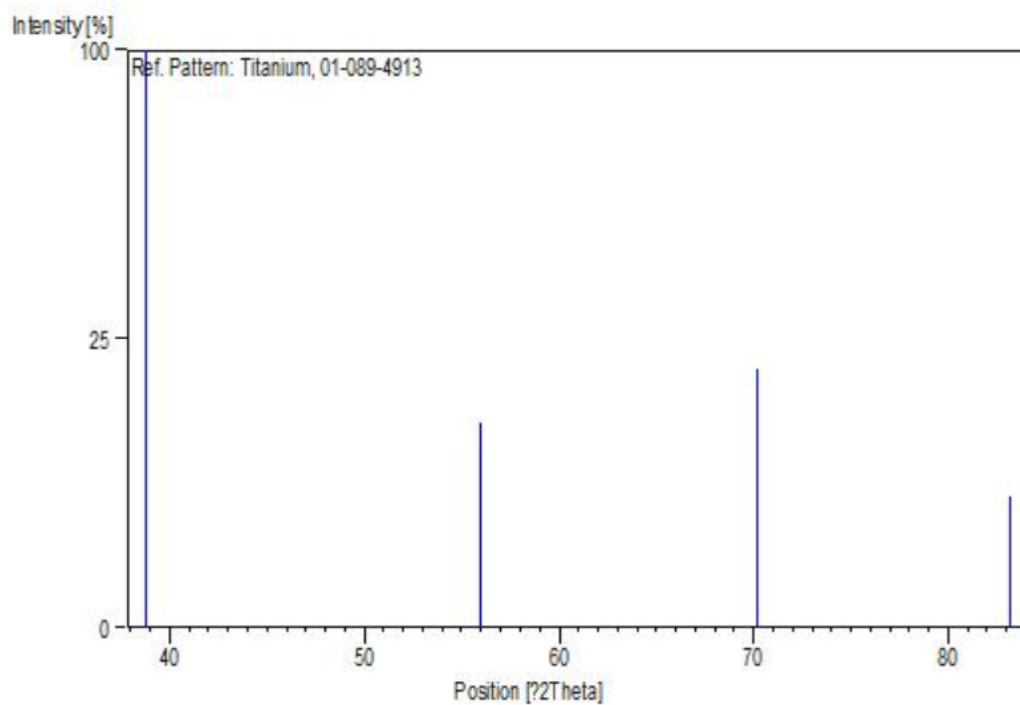
References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*
 Structure: Levinger, B.W., *J. Met.*, **5**, 195, (1953)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	0	2.32143	38.759	100.0
2	2	0	0	1.64150	55.973	12.7
3	2	1	1	1.34028	70.162	20.2
4	2	2	0	1.16072	83.156	5.2

Stick Pattern



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายธนชัย บุญชูดวง
วัน เดือน ปี เกิด	17 สิงหาคม 2536
วุฒิการศึกษา	จบการศึกษามัธยมปลายจากโรงเรียนพิบูลวิทยาลัย จังหวัดลพบุรี สำเร็จ การศึกษาระดับปริญญาตรีในภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะ วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และได้รับเข้าศึกษาต่อใน หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต ที่ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะ วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปี 2559



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY