

ผลของกระบวนการกำจัดตัวประสานต่อองค์ประกอบทางเคมีและความแข็งของ
ไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูปโลหะผง
Effect of debinding on composition and hardness of
metal injection molded titanium

สุภรัตน์ บุตรไชย^{1*}, นิพนธ์ ทวีจันทร์², อัญชลี มโนนกุล³, และ ชาวสวน กาญจนมัย¹

¹ ศูนย์แห่งความเป็นเลิศทางวิชาการด้านวิศวกรรมและสมรรถนะของวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ อำเภอกองหลวง จังหวัดปทุมธานี 12120

² บริษัท ไทยโตเคน เทอร์โม จำกัด อำเภอมือง จังหวัดชลบุรี 20160

³ ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ อุทยานวิทยาศาสตร์ประเทศไทย ถนนพหลโยธิน อำเภอกองหลวง ปทุมธานี 12120

*ติดต่อ: suparat.bct@gmail.com, เบอร์โทรศัพท์ 0868691312

บทคัดย่อ

การฉีดขึ้นรูปโลหะผง เป็นกระบวนการที่ประยุกต์ใช้เทคโนโลยีทางโลหะผงร่วมกับเทคโนโลยีการฉีดพลาสติก โดยการฉีดขึ้นรูปโลหะผงแบ่งเป็น 4 ขั้นตอนหลัก ๆ ได้แก่ (1) การผสมโลหะผงกับตัวประสานโพลีเมอร์ให้เป็นวัตถุดิบตั้งต้น, (2) กระบวนการฉีดวัตถุดิบตั้งต้นเข้าสู่แม่พิมพ์, (3) กระบวนการกำจัดตัวประสาน และ (4) กระบวนการเผาผืนึก เนื่องจากอุณหภูมิและระยะเวลาในกระบวนการกำจัดตัวประสานอาจมีค่าสูงมากพอที่จะทำให้ธาตุต่าง ๆ ในตัวประสานทำปฏิกิริยากับผงโลหะ ทำให้ธาตุเหล่านั้นแทรกตัวอยู่ในช่องว่างของโครงสร้างผลึก จึงส่งผลกระทบต่อสมบัติทางกลของชิ้นงานสุดท้าย ในงานวิจัยนี้ ใช้วัตถุดิบตั้งต้นของไทเทเนียมบริสุทธิ์ทางการค้ามาผลิตเป็นชิ้นงานไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผง โดยทดสอบหาปริมาณธาตุของผงโลหะตั้งต้น ผงโลหะที่ผ่านกระบวนการกำจัดตัวประสาน และชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผง ด้วยการสแกนเป็นเส้นในเทคนิคการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุจากพลังงานของรังสีเอกซ์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รวมทั้งวัดสมบัติทางกลด้วยการกดระดับนาโน เพื่อศึกษาผลของธาตุแทรกตัวที่เกิดจากกระบวนการกำจัดตัวประสาน ผลปรากฏว่า พบการละลายของธาตุจากตัวประสานไปสู่ผงโลหะ ในระหว่างการกำจัดตัวประสาน ซึ่งทำให้ค่าความแข็งและสมบัติการดึงของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผงดีขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ

คำหลัก: การฉีดขึ้นรูปโลหะผง, การวัดสมบัติทางกลด้วยการกดระดับนาโน, ไทเทเนียมบริสุทธิ์ทางการค้า, ธาตุแทรกตัว

Abstract

Metal injection molding (MIM) is a manufacturing process that combines powder metallurgy with plastic injection molding technology. MIM has four basic steps, which are (i) combining metal powder with polymer binder to produce feedstock, (ii) injection of feedstock into a mold, (iii) debinding, and (iv) sintering. Since the temperature and time of debinding may be high enough for binder to react with powder, which can form the interstitial elements. This can influence the mechanical properties of MIM products. In the present work, the MIM titanium (MIM-Ti) was produced by using the commercially pure titanium (CP Ti) feedstock. SEM/EDX line scan and nanoindentation technique was performed on as-received, debinded CP Ti powder, and MIM-Ti to investigate the effect of interstitial elements from debinding process. It was found that the marginal amount of elements from binder could be dissolved into the Ti powder during debinding, which significantly improved the hardness and tensile properties of MIM-Ti.

Keywords: Metal injection molding, Nanoindentation, Commercially pure titanium, Interstitial elements.

1. บทนำ

การฉีดขึ้นรูปโลหะผง เป็นกระบวนการที่ประยุกต์ใช้เทคโนโลยีทางโลหะผงร่วมกับเทคโนโลยีการฉีดพลาสติก โดยการฉีดขึ้นรูปโลหะผงแบ่งเป็น 4 ขั้นตอนหลัก ๆ ได้แก่ (1) การผสมโลหะผงกับตัวประสานโพลีเมอร์ให้เป็นวัตถุดิบตั้งต้น (feedstock), (2) ฉีดวัตถุดิบตั้งต้นเข้าสู่แม่พิมพ์, (3) กระบวนการกำจัดตัวประสาน และ (4) กระบวนการเผาผนึก [1] ลักษณะเด่นของการฉีดขึ้นรูปโลหะผงคือสามารถผลิตชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนและขนาดเล็กได้ความเที่ยงตรงสูง โดยใช้ค่าใช้จ่ายในการขึ้นรูปต่ำ ปัจจุบันได้มีการประยุกต์ใช้การฉีดขึ้นรูปโลหะผงกับอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น อุตสาหกรรมยานยนต์ อากาศยานและการแพทย์ โดยโลหะที่นิยมใช้ ได้แก่ ไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม เนื่องจากไทเทเนียมมีความแข็งแรงสูง น้ำหนักเบาและมีความต้านทานการเกิดการกัดกร่อน [2]

ในกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผง ขั้นตอนการกำจัดตัวประสานถือว่าเป็นขั้นตอนที่สำคัญ เพราะมีอิทธิพลต่อสมบัติของชิ้นงานสุดท้าย โดยปกติขั้นตอนการกำจัดตัวประสานแบ่งออกเป็น 3 ประเภท ได้แก่ (1) การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน (2) การกำจัดตัวประสานด้วยของเหลวเหนือวิกฤติ (supercritical fluid) และ (3) การกำจัดตัวประสานด้วยตัวทำละลาย (solvent) [3] สำหรับไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม นิยมใช้วิธีกำจัดตัวประสานด้วยความร้อน เนื่องจากเป็นวิธีที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และยังสามารถกำจัดตัวประสานต่อเนื่องด้วยการเผาผนึกได้ในเตาเดียวกัน แต่เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนนี้มีค่ามากกว่า 400°C ทำให้อาจเกิดปฏิกิริยาระหว่างตัวประสานกับผงไทเทเนียม ธาตุบางตัวในตัวประสานอาจละลายเข้าสู่ผงไทเทเนียม ก่อให้เกิดธาตุแทรกตัว (interstitial elements) และส่งผลต่อสมบัติทางกลของไทเทเนียม [1]

มีหลายงานวิจัยที่สนใจทำการศึกษาผลจากกระบวนการกำจัดตัวประสาน [1, 4-7] โดย Einhorn และคณะ [6] ศึกษาการใช้ตัวประสานโพลีเมอร์ร่วมกับน้ำในการขึ้นรูปไทเทเนียมด้วยการฉีดขึ้นรูปโลหะผง ซึ่งพบว่าชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกมีปริมาณ

ออกซิเจนสูงขึ้น นอกจากนี้ Wang และคณะ [7] ศึกษากระบวนการกำจัดตัวประสานและกระบวนการเผาผนึกของไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยการฉีดขึ้นรูปโลหะผง ซึ่งพบชั้นผิวแข็งของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกมีส่วนประกอบเป็น α -Ti, TiC and TiO₂

แม้ว่าจะมีงานวิจัยที่ศึกษากระบวนการกำจัดตัวประสานของไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยการฉีดขึ้นรูปโลหะผงเพิ่มมากขึ้น แต่งานวิจัยทั้งหมดเป็นการศึกษาเฉพาะชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกเท่านั้น โดยยังไม่มีการศึกษาอย่างเป็นระบบกับชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการกำจัดตัวประสาน เพื่อทำความเข้าใจผลขององค์ประกอบทางเคมีในตัวประสานต่อผงไทเทเนียม ตลอดจนผลกระทบต่อชิ้นงานสุดท้าย งานวิจัยนี้จึงเป็นงานวิจัยแรกที่ได้ใช้ไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการกำจัดตัวประสานเพื่อศึกษาการเกิดธาตุแทรกตัวจากกระบวนการกำจัดตัวประสาน และศึกษาผลของธาตุแทรกตัวต่อสมบัติทางกลเฉพาะจุดด้วยการวัดความแข็งระดับนาโน นอกจากนี้ ยังศึกษาสมบัติทางกลโดยรวมของไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการเผาผนึก ความรู้ที่ได้จะนำไปประยุกต์ใช้ในการออกแบบกระบวนการผลิตและพัฒนาไทเทเนียมและโลหะอื่น ๆ ที่ขึ้นรูปด้วยการฉีดขึ้นรูปโลหะผงต่อไป

2. วัสดุและวิธีดำเนินงานวิจัย

2.1 การเตรียมวัสดุ

ชิ้นงานที่ใช้ในการศึกษา แบ่งออกเป็น 4 กลุ่ม ได้แก่

(1) ผงไทเทเนียมตั้งต้น ก่อนการผสมกับตัวประสาน เรียกว่า ผงไทเทเนียม AR (As-received powder)

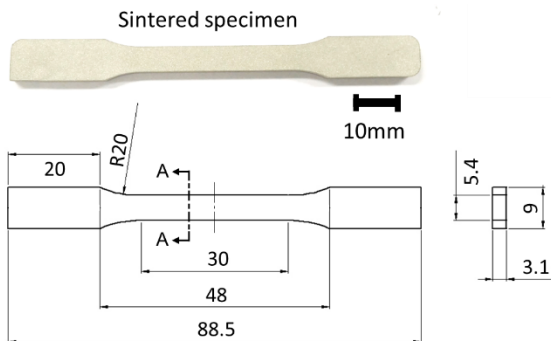
(2) ผงไทเทเนียมที่ผสมตัวประสานและนำไปผ่านความร้อนในกระบวนการกำจัดตัวประสาน เรียกว่า ผงไทเทเนียม DB (Debinded powder)

(3) ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการเผาผนึกแล้ว เรียกว่า MIM-Ti

(4) ไทเทเนียมที่ผ่านการรีดร้อน ซึ่งใช้เป็นชิ้นงานอ้างอิง เรียกว่า w-Ti

การขึ้นรูปไทเทเนียมด้วยวิธีฉีดขึ้นรูปโลหะผง จะใช้ผงไทเทเนียมบริสุทธิ์ทางการค้า (commercially pure titanium) หรือผงไทเทเนียม AR ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 26.5 μm มาผสมกับตัวประสานเทอร์โม

พลาสติกชนิดโพลีอะซีทัล (polyacetal-based thermoplastic) ที่มีธาตุคาร์บอน ออกซิเจน และไฮโดรเจนเป็นส่วนประกอบ ที่อุณหภูมิ 160°C เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นจะถูกฉีดเข้าสู่แม่พิมพ์ด้วยแรงดัน 50 MPa อุณหภูมิการฉีด 165°C และนำไปให้ความร้อนเพื่อกำจัดตัวประสาน ด้วยอุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผงไทเทเนียมที่ได้หลังจากกระบวนการกำจัดตัวประสานคือผงไทเทเนียม DB จากนั้นต่อด้วยกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ระบบสุญญากาศ (น้อยกว่า 10^{-4} Pa) ชิ้นงาน MIM-Ti มีขนาดหน้าตัดรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า 3.1x5.4 mm ความยาวแกน 30 mm (รูปที่ 1) ความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน วัดด้วยวิธีการแทนที่ในน้ำ ตามมาตรฐาน MPIF (Metal Powder Industries Federation) [8] ซึ่งมีค่า 4.23 g/cm^3 และ 6.0% สำหรับความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุนตามลำดับ



รูปที่ 1 ขนาดและรูปร่างของชิ้นงาน MIM-Ti

ชิ้นงาน w-Ti ได้จากแผ่นไทเทเนียมที่ผ่านการรีดร้อน (บริษัท โปรร็อก ไทเทเนียม คอร์ปอเรชั่น จำกัด ประเทศไทย) ความหนา 10 mm ถูกนำมาใช้เป็นชิ้นงานเปรียบเทียบ โดยก่อนการทดสอบ แผ่นไทเทเนียมนี้จะไปผ่านกระบวนการอบอ่อน ที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อลดผลกระทบจากการเพิ่มความแข็งแรงจากการแปรรูป (work hardening) [9] จากนั้นแผ่นไทเทเนียมจะถูกตัดให้มีขนาด 5x5 mm ด้วยเครื่องตัดไฟฟ้าด้วยลวด (wire-cut electrical discharge machining)

2.2. องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างจุลภาค

วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเฉพาะจุด ของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB ด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่งร่วมกับเอเนอร์จิดิสเพอร์ซีฟสเปกโทรเมตรี (SEM-EDX; Hitachi S-3400N) โดยทดสอบบริเวณพื้นผิวของผงไทเทเนียม เพื่อดูผลของกระบวนการกำจัดตัวประสาน ส่วนการทดสอบวัดองค์ประกอบทางเคมีโดยรวมของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti ใช้เครื่อง infrared absorption carbon-sulfur analyzer (Leco: CS600) วัดปริมาณคาร์บอน และเครื่อง nitrogen-hydrogen-oxygen analyzer (Leco: TCH600) วัดปริมาณออกซิเจนและไนโตรเจน

โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti วิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Keyence: VHX-6000) และวัดขนาดเกรนตามมาตรฐาน ASTM E112 [10]

2.3 การทดสอบความแข็ง

การทดสอบความแข็ง จะทำการทดสอบลงบนบริเวณความยาวแกนของชิ้นงาน (หน้าตัด A-A ในรูปที่ 1) โดยทุกการทดลองจะทำที่อุณหภูมิสิ่งแวดล้อม $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ความชื้นสัมพัทธ์ $60 \pm 5\%$ การทดสอบแบ่งเป็นการทดสอบระดับมหภาค จุลภาคและนาโน

(1) การวัดความแข็งระดับมหภาค ใช้เครื่องวัดความแข็งแบบร็อกเวลล์ (Rockwell hardness test method) ตามมาตรฐาน ASTM E18 [11] ใช้แรงกด 980 N เป็นเวลา 10 วินาที

(2) การวัดความแข็งระดับจุลภาค ใช้วิธีวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ส ด้วยเครื่องวัดความแข็งระดับจุลภาค (microhardness machine: Future tech FM-800) ตามมาตรฐาน ASTM E384 [12] ใช้แรงกด 2 N เป็นเวลา 11 วินาที

(3) เนื่องจากผงไทเทเนียมที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย $26.5 \mu\text{m}$ ทำให้ไม่สามารถวัดความแข็งด้วยการวัดความแข็งระดับมหภาคและจุลภาคได้ ดังนั้น การวัดความแข็งของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB จะใช้วิธีวัดความแข็งระดับนาโน และวัดที่บริเวณขอบและตรงกลางของผง เพื่อดูผลของธาตุแทรกตัวที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการกำจัดตัวประสาน สำหรับชิ้นงาน MIM-Ti จะวัดค่าความแข็งบริเวณใกล้และไกลจากรูพรุน เพื่อดูผลของธาตุแทรกตัวภายหลังการเผาผนึก รวมทั้งวัดค่าความแข็งของชิ้นงาน w-Ti เพื่อใช้

เป็นชิ้นงานอ้างอิง โดยการวัดความแข็งระดับนาโน จะแสดงด้วยค่าความแข็งการกด (indentation hardness: H_{it}) ใช้เครื่องวัดความแข็งระดับอัลตราไมโครแบบพลวัต (dynamic ultra-micro hardness tester: Shimadzu DUH-211) โดยใช้แรงกด 5 mN อัตราเร็วการกด 0.3 mN/s

2.4 การทดสอบแรงดึง

การทดสอบแรงดึงของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti ใช้เครื่อง universal testing machine (Instron: 5969) ตามมาตรฐาน ASTM E8M [13] โดยทุกชิ้นงานรับแรงดึงภายใต้อัตราการเสียรูปที่ 10 mm/min ความเครียดวัดโดยอุปกรณ์วัดระยะยืด (Extensometer) อุณหภูมิสิ่งแวดล้อม $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ความชื้นสัมพัทธ์ $60 \pm 5\%$ ภายหลังจากทดสอบ ค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (Ultimate tensile strength: UTS) ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก (Yield strength) ค่ามอดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus of elastic) และค่าการยืดตัว (Elongation) จะถูกคำนวณจากกราฟความสัมพันธ์ของความเค้นและความเครียด

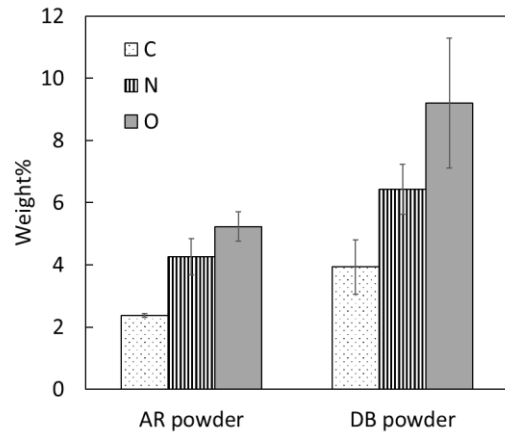
3. ผลการทดลอง

ผลการทดลองแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ได้แก่ ผลของการศึกษาผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB และผลการศึกษาชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti

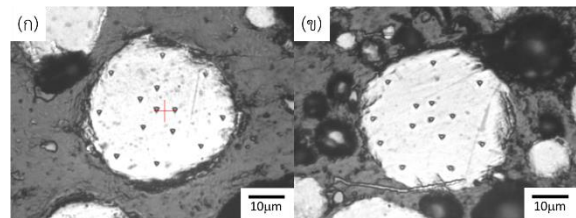
3.1 ผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB

การหาลักษณะประกอบทางเคมีบนผิวของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB แสดงดังรูปที่ 2 ซึ่งพบว่า ผงไทเทเนียม DB มีปริมาณคาร์บอน ไนโตรเจนและออกซิเจนที่ผิวสูงกว่าผงไทเทเนียมตั้งต้น (AR powder) อย่างมีนัยสำคัญ

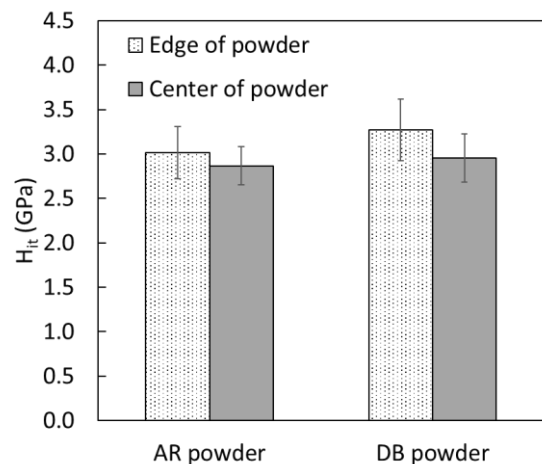
รอยกดของการวัดค่าความแข็งระดับนาโนของผงไทเทเนียมทั้งสอง แสดงดังรูปที่ 3 ค่าความแข็งการกดของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB จากการวัดความแข็งระดับนาโน แสดงดังรูปที่ 4 ซึ่งพบว่า บริเวณตรงกลางของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB มีค่าความแข็งการกดใกล้เคียงกัน แต่ค่าความแข็งที่ขอบของผงไทเทเนียม DB มีค่าสูงกว่าผงไทเทเนียม AR



รูปที่ 2 องค์ประกอบทางเคมีบนผิวของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB



รูปที่ 3 รอยกดของการวัดค่าความแข็งระดับนาโนของ (ก) ผงไทเทเนียม AR และ (ข) ผงไทเทเนียม DB



รูปที่ 4 ค่าความแข็งการกดของผงไทเทเนียม AR และผงไทเทเนียม DB จากการวัดความแข็งระดับนาโน

3.2 ชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti

องค์ประกอบทางเคมีโดยรวมของผงไทเทเนียมตั้งต้น ชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti แสดงในตารางที่ 1 โดยเปรียบเทียบกับไทเทเนียมบริสุทธิ์ทางการค้าเกรด 2 ของมาตรฐาน ASTM B265 [14] พบว่า ปริมาณคาร์บอน ออกซิเจนและไนโตรเจนของชิ้นงาน w-Ti สอดคล้องกับ

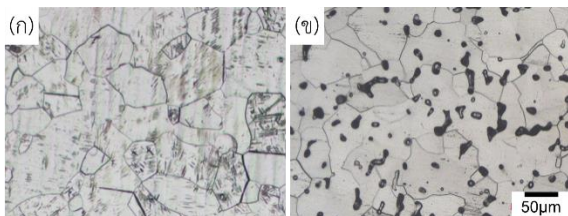
มาตรฐาน ASTM B265 [14] ส่วนปริมาณคาร์บอน และ ออกซิเจนของชิ้นงาน MIM-Ti มีค่าเพิ่มขึ้นจากผง ไทเทเนียมตั้งต้น โดยเฉพาะปริมาณคาร์บอน และมีค่ามากกว่ามาตรฐานเล็กน้อย ส่วนไนโตรเจนยังอยู่ในเกณฑ์ ที่มาตรฐานกำหนด และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti พบว่า ปริมาณคาร์บอน และ ออกซิเจนของชิ้นงาน MIM-Ti มีค่ามากกว่าชิ้นงาน w-Ti อย่างมีนัยสำคัญ โดยเฉพาะปริมาณคาร์บอน ที่ชิ้นงาน MIM-Ti มีมากกว่าชิ้นงาน w-Ti ถึง 15 เท่า นอกจากนี้ ผล XRD ที่ได้ (ไม่แสดงในที่นี้) แสดงสัญญาณของเฟสแอลฟา (α phase) เท่านั้น

ตารางที่ 1 องค์ประกอบเคมีโดยรวมของ MIM-Ti และ w-Ti

Samples	C ⁽ⁱ⁾	O ⁽ⁱⁱ⁾	N ⁽ⁱⁱ⁾	Ti
ASTM B265[14]	<0.08	<0.25	<0.03	Balance
w-Ti	0.008	0.13	0.016	Balance
CP Ti powder	0.005	0.113	0.009	Balance
MIM-Ti	0.12	0.28	0.017	Balance

(i) - Infrared Absorption Carbon-Sulfur Analyzer (Leco: CS600)
(ii) - Nitrogen-Hydrogen-Oxygen Analyzer (Leco: TCH600)

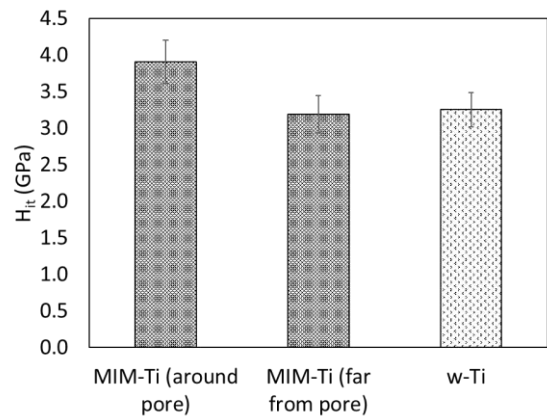
โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti แสดงดังรูปที่ 5 ซึ่งพบเฟสแอลฟา ที่มีขนาดเท่ากันทุกทิศทาง (equiaxed α phases) โดย w-Ti มีขนาดเกรนเฉลี่ย $76 \pm 3 \mu\text{m}$ และ MIM-Ti มีขนาดเกรนเฉลี่ย $81 \pm 1 \mu\text{m}$ โดย MIM-Ti มีรูพรุนขนาดเฉลี่ย $10.3 \mu\text{m}$ กระจายทั่วทั้งชิ้นงาน



รูปที่ 5 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน (ก) MIM-Ti และ (ข) w-Ti

การวัดความแข็งของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti จะทำทั้ง 3 ระดับ ได้แก่ การทดสอบระดับมหภาค จุลภาค และนาโน โดยค่าความแข็งระดับมหภาคที่ทดสอบด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบบร็อกเวลล์ของชิ้นงาน

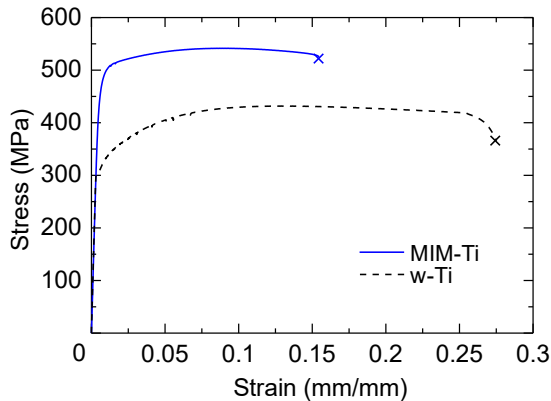
MIM-Ti และ w-Ti มีค่า 80.6 ± 1 HRB และ 80.5 ± 0.3 HRB ตามลำดับ ส่วนค่าความแข็งระดับจุลภาคที่ใช้วิธีวัดความแข็งแบบ วิกเกอร์สของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti มีค่า 176 ± 14 Hv และ 175 ± 7 Hv ตามลำดับ แต่การวัดความแข็งทั้งสองวิธีนี้ มีรอยกดที่มีขนาดใหญ่เมื่อเทียบกับระยะห่างระหว่างรูพรุนของชิ้นงาน MIM-Ti ดังนั้น เพื่อศึกษาผลของธาตุแทรกตัวภายหลังการเผาผนึก จึงใช้การวัดความแข็งระดับนาโน วัดค่าที่บริเวณใกล้รูพรุนและไกลจากรูพรุน โดยผลการวัดค่าความแข็งการกดบริเวณใกล้รูพรุนและไกลจากรูพรุนของชิ้นงาน MIM-Ti เปรียบเทียบกับค่าความแข็งการกดของชิ้นงาน w-Ti แสดงดังรูปที่ 6 ซึ่งพบว่า บริเวณใกล้รูพรุนของชิ้นงาน MIM-Ti มีค่าความแข็งการกดสูงกว่าบริเวณไกลจากรูพรุน อย่างมีนัยสำคัญ โดยค่าความแข็งการกดบริเวณไกลจากรูพรุนของชิ้นงาน MIM-Ti มีค่าใกล้เคียงกับค่าความแข็งการกดของชิ้นงาน w-Ti



รูปที่ 6 ค่าความแข็งการกดบริเวณใกล้และไกลจากรูพรุนของชิ้นงาน MIM-Ti เปรียบเทียบกับชิ้นงาน w-Ti

ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti และสมบัติทางกลแสดงดังรูปที่ 7 และตารางที่ 2 ตามลำดับ ซึ่งพบว่า ชิ้นงาน MIM-Ti มีค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด และค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก สูงกว่าชิ้นงาน w-Ti อย่างมีนัยสำคัญ แต่ชิ้นงาน MIM-Ti มีค่าการยืดตัวต่ำกว่าชิ้นงาน w-Ti อย่างชัดเจน ส่วนค่ามอดุลัสของความยืดหยุ่นของทั้งสองชิ้นงานมีค่าใกล้เคียงกัน

AMM – 010



รูปที่ 7 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti

ตารางที่ 2 สมบัติทางกลของชิ้นงาน MIM-Ti และ w-Ti

Samples	Yield strength (MPa)	UTS (MPa)	Modulus of elastic (GPa)	Elongation (%)
MIM-Ti	468	542	99	15
W-Ti	307	432	102	28

4. วิเคราะห์ผลการทดลอง

ในกระบวนการฉีดขึ้นรูปโลหะผง กระบวนการกำจัดตัวประสานถือเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญ เพราะเป็นตัวกำหนดคุณภาพของชิ้นงานสุดท้าย โดยปกติ การกำจัดตัวประสานด้วยความร้อนของชิ้นงานไทเทเนียมนั้น จะใช้อุณหภูมิมากกว่า 400°C ซึ่งหมายความว่า อาจเกิดปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) และออกซิเดชันขึ้น (oxidation) ได้ ดังนั้น อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการกำจัดตัวประสานควรจะมีค่าต่ำที่สุดเท่าที่จะทำได้ เพราะยิ่งอุณหภูมิสูงมากเท่าไร ก็มีโอกาสดเกิดการปนเปื้อนของคาร์บอนและออกซิเจน ซึ่งมีงานวิจัยหลายชิ้นที่ทำการศึกษาระบบการกำจัดตัวประสาน [4-7] ซึ่งพบการปนเปื้อนของชิ้นงานภายหลังการเผาผนึก โดยได้รับผลกระทบจากกระบวนการกำจัดตัวประสาน

งานวิจัยนี้ ใช้อุณหภูมิในการกำจัดตัวประสานที่ 450°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หมายความว่าผงไทเทเนียมและตัวประสานอาจทำปฏิกิริยากัน เพื่อศึกษาผลกระทบของอุณหภูมินี้ จึงได้ศึกษาผงไทเทเนียมในแต่ละขั้นตอน

ของกระบวนการกำจัดตัวประสาน ซึ่งแสดงในรูปที่ 2 พบว่าผงไทเทเนียม DB มีปริมาณคาร์บอน ไนโตรเจนและออกซิเจนที่ผิวสูงกว่าผงไทเทเนียม AR อย่างมีนัยสำคัญ แสดงให้เห็นว่าคาร์บอนและออกซิเจนจากตัวประสานสามารถละลายเข้าไปในผงไทเทเนียมได้ และเกิดเป็นธาตุแทรกตัว (interstitial element) ไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน (dislocation) ทำให้ชิ้นงานมีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับรูปที่ 4 ที่ค่าความแข็งที่บริเวณขอบของผงไทเทเนียม DB มีค่าสูงกว่าผงไทเทเนียม AR

หลังจากกำจัดตัวประสาน ชิ้นงานจะถูกนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความร้อนที่สูงมากขึ้นนี้ ทำให้ผงไทเทเนียมเชื่อมติดกัน โดยช่องว่างระหว่างผงไทเทเนียมที่เหลืออยู่จะกลายเป็นรูพรุน ทำให้คาร์บอนและออกซิเจนที่อยู่บริเวณขอบของผงไทเทเนียมที่เพิ่มมากขึ้นจากกระบวนการกำจัดตัวประสาน ละลายและกระจายไปในบริเวณใกล้ ๆ กับรูพรุน เกิดเป็นธาตุแทรกตัวขึ้น ซึ่งธาตุแทรกตัวนี้ ทำหน้าที่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันเช่นเดียวกับที่เกิดขึ้นกับขอบของผงไทเทเนียม DB ส่งผลต่อความแข็งแรงของชิ้นงานกลไกที่เกิดขึ้นนี้ สอดคล้องกับค่าความแข็งแรงการกดที่แสดงในรูปที่ 6 ซึ่งพบว่า บริเวณใกล้รูพรุนมีค่าความแข็งแรงสูงกว่าบริเวณไกลจากรูพรุน และยิ่งสอดคล้องกับองค์ประกอบทางเคมีโดยรวมของชิ้นงาน MIM-Ti ที่มีคาร์บอนและออกซิเจนมากกว่าชิ้นงาน w-Ti อย่างมีนัยสำคัญ (ตารางที่ 2) แต่ทั้งนี้ ถ้าปริมาณคาร์บอนมีค่าสูงหรือความสามารถในการละลายของคาร์บอนในชิ้นงานมีค่าต่ำ อาจทำให้เกิดสารประกอบคาร์ไบด์ขึ้นในชิ้นงานไทเทเนียมได้ โดยทั่วไป ค่าความสามารถในการละลายของคาร์บอนสูงสุดในชิ้นงานไทเทเนียมมีค่าประมาณ 0.08% ในงานวิจัยนี้ ปริมาณคาร์บอนในชิ้นงาน MIM-Ti มีค่า 0.12% หมายความว่าอาจเกิดสารประกอบคาร์ไบด์ขึ้น แต่ชิ้นงานนี้มีปริมาณออกซิเจนสูง ซึ่งออกซิเจนจัดเป็นธาตุที่ทำให้เฟสอัลฟาคงตัว (α -stabilizer) ส่งผลให้คาร์บอนสามารถละลายในชิ้นงานไทเทเนียมมากขึ้น หมายความว่า แม้ว่าชิ้นงานนี้มีปริมาณคาร์บอนสูง แต่คาร์บอนเหล่านั้นสามารถละลาย และกลายเป็นธาตุแทรกตัวมากกว่าเกิดเป็นสารประกอบคาร์ไบด์ ซึ่งสอดคล้องกับผลของการวิเคราะห์ด้วย XRD ของชิ้นงาน MIM-Ti ที่

พบสัญญาณของเฟสเอลฟาและไม่พบสัญญาณของสารประกอบคาร์ไบด์

โดยปกติ ชิ้นงานทางวิศวกรรมทั่วไป ผู้ใช้งานต้องการชิ้นงานที่มีค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุดและค่าความแข็งแรง ณ จุดครากที่สูง ในขณะที่เดียวกัน ต้องการค่าความยืดหยุ่นสูงด้วย แต่สำหรับชิ้นงาน MIM รูพรุนที่เกิดขึ้นจะส่งผลต่อสมบัติทางกล ทำให้ค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก และค่าการยืดตัวมีแนวโน้มลดลง [15] แต่สำหรับงานวิจัยนี้ ความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นจากการเพิ่มขึ้นของธาตุแทรกตัวของออกซิเจนและคาร์บอน ที่เกิดระหว่างกระบวนการกำจัดตัวประสานนั้น มีผลเพิ่มความแข็งแรงให้กับชิ้นงาน MIM-Ti ได้มากกว่าการลดความแข็งแรงจากรูพรุนที่มีอยู่ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบแรงดึงของงานวิจัยนี้ ที่แสดงในรูปที่ 7 และตารางที่ 2 ที่พบว่า แม้ว่าชิ้นงาน MIM-Ti จะมีรูพรุนกระจายอยู่ทั่วชิ้นงาน แต่ก็ยังคงมีค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด และค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ที่สูงกว่าชิ้นงาน w-Ti ที่ไม่มีรูพรุน แต่ทั้งนี้ การเพิ่มขึ้นของธาตุแทรกตัว มีผลให้ชิ้นงาน MIM-Ti มีค่าการยืดตัวต่ำกว่าชิ้นงาน w-Ti ซึ่งมีงานหลายวิจัยที่แสดงผลไปในทางเดียวกัน โดยพบว่า การเพิ่มขึ้นของออกซิเจนและคาร์บอน ช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับชิ้นงาน แต่ลดค่าการยืดตัว [1, 9, 16-18]

แต่อย่างไรก็ตาม ปริมาณธาตุที่เพิ่มขึ้นก็ไม่มีผลต่อการนำไปใช้ในทางการแพทย์ เพราะยังอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานของไทเทเนียมบริสุทธิ์สำหรับการแพทย์ ASTM F67 [19] แต่ผลของธาตุแทรกตัวน่าจะมีส่วนต่อความแข็งแรงการล้าของชิ้นงานไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยการฉีดขึ้นรูปโลหะผง ซึ่งจะเป็นการวิจัยต่อไป

5. สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ ศึกษาผลของกระบวนการกำจัดตัวประสานต่อองค์ประกอบทางเคมีและความแข็งแรงของผงไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการกำจัดตัวประสาน รวมถึงชิ้นงานภายหลังการเผาผืนิก ซึ่งพบว่าในระหว่างการกำจัดตัวประสาน เกิดการละลายของคาร์บอนและออกซิเจนจากตัวประสานไปสู่ผงไทเทเนียม ทำให้เกิดธาตุแทรกตัวขึ้นที่ขอบของผง ซึ่งทำให้ค่าความแข็งแรงที่ขอบของผงไทเทเนียมสูงขึ้น และเมื่อนำไปผ่านกระบวนการเผา

ผืนิก ธาตุเหล่านั้นจะกระจายอยู่รอบ ๆ รูพรุน ส่งผลให้บริเวณรอบรูพรุนมีค่าความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น แม้ว่าชิ้นงานไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูปโลหะผงนี้ จะมีรูพรุนซึ่งปกติจะส่งผลให้ความแข็งแรงลดลง แต่การมีอยู่ของธาตุแทรกตัว ส่งผลให้ชิ้นงานไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูปโลหะผงนี้ มีค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด และค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ที่สูงกว่าชิ้นงานไทเทเนียมที่ไม่มีรูพรุน แต่ทั้งนี้ การเพิ่มขึ้นของธาตุแทรกตัวทำให้ค่าการยืดตัวลดลง โดยความรู้ที่ได้จากงานวิจัยนี้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการออกแบบกระบวนการผลิตและพัฒนาไทเทเนียมที่ขึ้นรูปด้วยการฉีดขึ้นรูปโลหะผงต่อไป

6. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์

7. เอกสารอ้างอิง

- [1] Ebel, T., Metal injection molding (MIM) of titanium and titanium alloys, in Handbook of metal injection molding, D.F. Heaney, Editor. 2012, Woodhead Publishing Limited: USA. p. 415-445.
- [2] Hamidi, M.F.F.A., et al., A review of biocompatible metal injection moulding process parameters for biomedical applications. Materials Science and Engineering C, 2017. 78: p. 1263-1276.
- [3] Heaney, D.F., Handbook of metal injection molding, ed. D.F. Heaney. 2012, Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited.
- [4] Sidambe, A.T., et al., Metal injection moulding of CP-Ti components for biomedical applications. Journal of Materials Processing Technology, 2012. 212: p. 1591-1597.
- [5] Chalermkamnon, P., et al., Minimizing Contamination in Commercial Mass Production of Metal Injection Molded Pure Titanium. Journal of



- Manufacturing Science and Engineering, 2011. 133: p. 054502-1 - 6.
- [6] Einhorn, R.A., N.J. Amoroso, and L.E. Bogan, Novel Feedstocks for Powder Injection Molding. Ceramic Engineering and Science Proceedings, 1997. 18(2): p. 127-138.
- [7] Wang, R., et al., Debinding and sintering processes for injection molded pure titanium. Powder Metallurgy Technology, 2006. 24(2): p. 83-93.
- [8] Standard 4 2 Determination of Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products, in Standard Test Methods for Metal Powders Metallurgy Products, 2016 edition. 2016, Metal Powder Industries Federation.
- [9] Matthew J. Donachie, J., Titanium: A Technical Guide. Second edition ed. 2000, USA: ASM International. 381.
- [10] ASTM E1 1 2 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 03.01. 2013.
- [11] ASTM E1 8 Standard Test Methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 03.01. 2003.
- [12] ASTM E3 8 4 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 03.01. 2016.
- [13] ASTM E8 M Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 03.01. 2016.
- [14] ASTM B2 6 5 Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Strip, Sheet, and Plate. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 02.04. 2015.
- [15] Obasi, G.C., et al., Influence of processing parameters on mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated by MIM. Materials Science and Engineering A, 2010. 527: p. 3929-3935.
- [16] Dehghan-Manshadi, A., et al., Metal injection moulding of titanium and titanium alloys: Challenges and recent development. Powder Technology, 2017. 319(289-301).
- [17] Ouchi, C., H. Iizumi, and S. Mitao, Effects of ultra-high purification and addition of interstitial elements on properties of pure titanium and titanium alloy. Materials Science and Engineering A, 1998. 243: p. 186-195.
- [18] Baril, E., Titanium and titanium alloy Powder Injection Moulding: Matching application requirements. Powder Injection Moulding International, 2010. 4(4): p. 22-32.
- [19] ASTM F67 Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 13.01. 2000.