

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L
ภายใต้การดึงในแนวแกนเดียว



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2567

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF 316L STAINLESS STEEL
UNDER UNIAXIAL TENSION

KANOKWAN ANTANAM



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Materials Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2024

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L
ภายใต้การดึงในแนวแกนเดียว

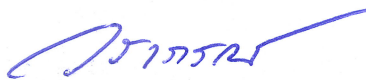
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักศึกษานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



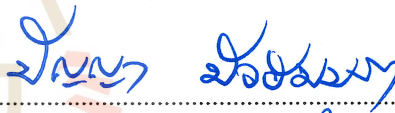
(ผศ. ดร.สงบ คำค้อ)

ประธานกรรมการ



(ผศ. ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)



(ผศ. ดร.ปัญญา บัวสมบูรณ์)

กรรมการ



(ผศ. ดร.สุรศักดิ์ กุยมาลี)

กรรมการ



(รศ. ดร.ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและประกันคุณภาพ



(รศ. ดร.พรศิริ จงกล)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

กนกวรรณ อันทะนาม : การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ภายใต้การดึงในแนวแกนเดียว (MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF 316L STAINLESS STEEL UNDER UNIAXIAL TENSION)

อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์, 63 หน้า.

คำสำคัญ: เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L/การแปรรูปถาวร/ลักษณะพื้นผิว/มุมสัมผัส/พลังงานพื้นผิวอิสระ

เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L เป็นเหล็กกล้าที่มีองค์ประกอบหลักคือ โครเมียม และนิกเกิลในปริมาณสูง มีสมบัติเด่นคือมีความแข็งแรง มีความสามารถในการขึ้นรูปด้วยวิธีทางกลได้ และมีสมบัติต้านทานการกัดกร่อนได้ดี ทำให้วัสดุนี้เหมาะสมกับการใช้งานในอุตสาหกรรมหลากหลายประเภททั้งอุตสาหกรรมเคมี อากาศยาน ยานยนต์ รวมถึงการใช้งานทางการแพทย์ เช่น การผลิตเป็นวัสดุชีวภาพทางการแพทย์ออร์โธปิดิกส์ วัสดุฝังทางทันตกรรม ล้นหัวใจเทียมและสแตนต์ในการรักษาโรคหัวใจและหลอดเลือด เป็นต้น เพราะโลหะสามารถทนต่อการกัดกร่อนได้ดี และมีความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพระหว่างผิวของวัสดุและผิวสัมผัสของเนื้อเยื่อดี แต่ในขณะที่ใช้งานเป็นวัสดุฝังในร่างกายของมนุษย์ นอกเหนือจากการเกิดการกัดกร่อนจากของเหลวในร่างกายแล้ว ยังมีการรับแรงกระทำที่เกิดขึ้นจากร่างกาย ทั้งการรับน้ำหนักตัวและการเคลื่อนไหวจากการใช้ชีวิตประจำวัน ทำให้วัสดุฝังนั้นได้รับแรงกระทำอย่างต่อเนื่อง อาจส่งผลให้เกิดการแปรรูปถาวรและการเปลี่ยนแปลงสัณฐานพื้นผิว (surface morphology) ของวัสดุฝัง ซึ่งมีผลโดยตรงต่อปรากฏการณ์การยึดเกาะของเซลล์กับพื้นผิวของวัสดุ ทั้งนี้แรงกระทำต่อวัสดุฝังในแต่ละบริเวณของร่างกายไม่เท่ากัน

เหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีโครงสร้างจุลภาคเป็นเฟสออสเทนไนต์ที่มีโครงผลึกแบบ FCC เมื่อถูกแรงทางกลกระทำต่อวัสดุทั้งแรงดึงหรือแรงอัดทำให้วัสดุเกิดการแปรรูปถาวรไป การแปรรูปถาวรที่เกิดขึ้นนี้อาจเกิดจากกลไกหลายประการ เช่น การเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน (dislocation gliding), การเลื่อน (slip), การเคลื่อนที่ขอบเกรน (grain boundary sliding) และการเกิดระนาบแฝด (deformation twins) เป็นต้น ทั้งนี้ ยังส่งผลถึงการเปลี่ยนเฟสจากออสเทนไนต์เป็นเฟสมาเทนไซต์ได้อีกด้วย ส่งผลให้สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของวัสดุเปลี่ยนแปลงไป การแปรรูปถาวรที่เกิดกับวัสดุทำให้เกิดลักษณะพื้นผิว (surface relief) ที่เป็นร่องรอยของการแปรรูป รวมถึงการเปลี่ยนแปลงความหยาบผิวเนื่องจากการเกิดการเลื่อนหรือระนาบแฝด หากสามารถอธิบายปรากฏการณ์หรือจำแนกลักษณะสัณฐานที่เกิดขึ้นได้ จะนำไปสู่ความเข้าใจการเปลี่ยนแปลงสัณฐานพื้นผิวของวัสดุฝังในร่างกายมนุษย์ที่สัมพันธ์กับปริมาณการแปรรูปถาวรได้ งานวิจัยนี้จะศึกษาเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคและการเปลี่ยนเฟสของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L เมื่อได้รับแรงดึงในแนวแกนเดียวขนาดโหลดเซลล์ 50 กิโลนิวตัน ที่ปริมาณความเครียดแตกต่างกัน คือ 2, 5, 10 และ

25 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์ศาสตร์เป็นเครื่องมือในการจำแนกโครงสร้างจุลภาค รวมถึง
 สันฐานพื้นผิวเชิงจุลภาคและเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เพื่อวิเคราะห์การเปลี่ยนเฟสที่เกิดขึ้น

สรุปได้ว่าระดับความเครียดที่สูงขึ้นจะทำให้ความหนาของพื้นผิวและจำนวนเส้นการเลื้อน
 เพิ่มขึ้น จากผลการวัดมุมสัมผัสและการคำนวณพลังงานพื้นผิวอิสระแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความ
 หนาพื้นผิวและจำนวนเส้นการเลื้อนให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงเหล่านี้ทำให้เหล็กกล้าไร้สนิม 316L มี
 ความสามารถในการเปียกผิวที่ดีขึ้น โดยที่พลังงานพื้นผิวอิสระมีบทบาทสำคัญในการควบคุม
 พฤติกรรมของวัสดุ ซึ่งเป็นข้อมูลที่สำคัญในการพัฒนาและการออกแบบวัสดุในใช้งานทางการแพทย์



สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ

ปีการศึกษา 2567

ลายมือชื่อนักศึกษา ทนทศนันท์ อินทวงม

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ดร.ดร.

KANOKWAN ANTANAM : MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF 316L STAINLESS
STEEL UNDER UNIAXIAL TENSION.

THESIS ADVISOR : ASST. PROF. WARAPORN PIYAWIT, Ph.D., 63 PP.

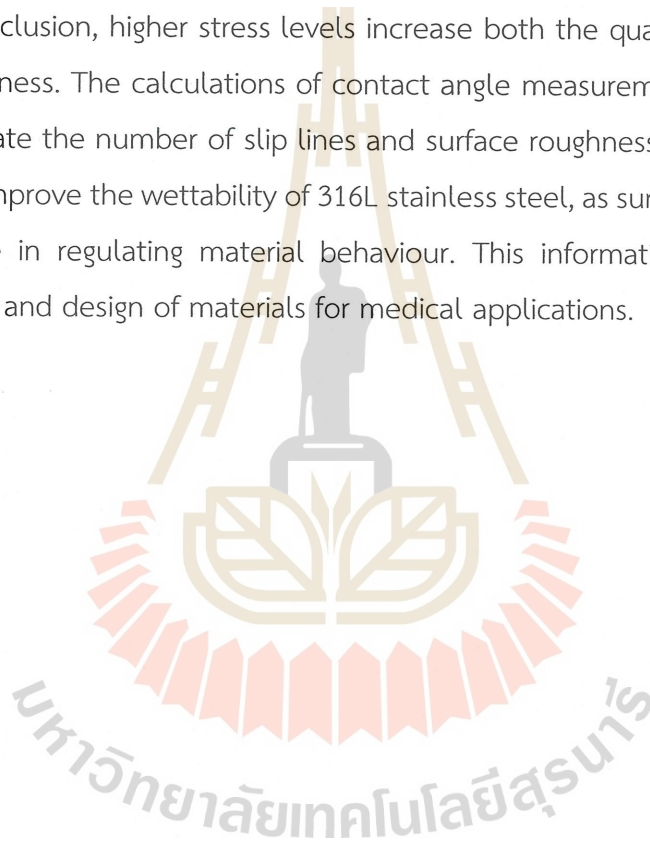
Keywords: 316L Stainless Steel/Plastic Deformation/Surface Relief/Contact Angle/
Surface Free Energy

316L austenitic stainless steel is a type of steel with high amounts of chromium and nickel. Its notable properties include high strength, favorable formability through mechanical processes, and excellent corrosion resistance. This makes the material suitable for use in various industries, including chemical, aerospace, and automotive, as well as in medical applications such as the production of orthopedic biomaterials, dental implants, and stents. Artificial heart valves and stents are used for the treatment of heart and blood vessel disease, among others. This is because 316L has excellent corrosion resistance and excellent biocompatibility between the material's surface and the tissue it contacts, making it suitable for use as an implantable material in the human body. Bodily fluids cause corrosion, but the material also undergoes forces from the body, such as body weight and movement from daily activities. This results in continuous stress on the implant, which may lead to permanent deformation and changes in the surface morphology of the material. These changes directly affect the cell adhesion process to the surface of the material. Furthermore, the forces acting on the implant vary in different areas of the body.

Stainless steel 316L's microstructure consists of an austenitic phase with a face-centred cubic (FCC) crystal structure. When subjected to mechanical forces, such as tensile or compressive stress, the material undergoes deformation. The resulting permanent deformation may occur through various mechanisms, such as dislocation gliding, twinning, grain boundary sliding, and the formation of deformation twins, among others. This can also result in a phase transformation from austenite to martensite, leading to changes in the material's physical and mechanical properties. The plastic deformation of the material causes surface relief that are signs of deformation, including alterations in surface roughness due to slip or twinning occurring. If the phenomenon or morphological characteristics that occur can be explained and

classified, it will lead to a better understanding of the changes in the surface morphology of implant materials in the human body in relation to the amount of plastic deformation. This research will study the microstructural changes and phase transformation of stainless steel 316L when subjected to uniaxial tensile stress. We will conduct load cell tests with a capacity of 50 kN using different strain levels of 2%, 5%, 10%, and 25%. The study will use microscopy techniques to classify the microstructure, including microscopic surface morphology, and X-ray diffraction to analyze the phase transformation that occurs.

In conclusion, higher stress levels increase both the quantity of slip lines and surface roughness. The calculations of contact angle measurements and surface free energy correlate the number of slip lines and surface roughness. These modifications significantly improve the wettability of 316L stainless steel, as surface free energy plays a crucial role in regulating material behaviour. This information is crucial for the development and design of materials for medical applications.



School of Metallurgical Engineering

Academic Year 2024

Student's Signature.....นางสาวศุภากร คุ้มภัย

Advisor's Signature.....ดร.กรรณ

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดีได้ ต้องขอขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราภรณ์ ปิยวิทย์ อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้โอกาสทางการศึกษา ให้คำแนะนำ สละเวลาช่วยแก้ปัญหาและให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด รวมทั้งช่วยตรวจทานและแก้ไขวิทยานิพนธ์เล่มนี้จนสมบูรณ์

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (อาคารเครื่องมือ 6, 10 และ 11) สำหรับการให้คำแนะนำการใช้เครื่องมือต่าง ๆ และให้การช่วยเหลือเรื่องอุปกรณ์และเครื่องมือระหว่างการดำเนินงานวิจัย ขอขอบคุณพี่ ๆ สาขาพอลิเมอร์ ที่เป็นกำลังใจ ให้คำปรึกษา ช่วยแก้ปัญหาในเรื่องต่าง ๆ และดูแลห่วงใยตลอดระยะเวลาที่อยู่ในรั้วมหาวิทยาลัย และพี่หยกที่ช่วยสอนการทำวิจัยและช่วยสอนการใช้โปรแกรมวิเคราะห์ต่าง ๆ และพี่ ๆ น้อง ๆ บัณฑิตโลหการที่คอยเป็นเพื่อนทำวิจัยที่อาคารเครื่องมือ 6

สำหรับคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ผู้วิจัยขอมอบให้กับบิดาและมารดา ที่มอบความรัก การดูแล ให้การเลี้ยงดูอบรม สนับสนุนให้เลือกการดำเนินชีวิตตามความต้องการด้วยตนเองและส่งเสริมทางด้านการศึกษาเป็นอย่างดีตั้งแต่เด็กจนปัจจุบัน และพี่ชายทั้งสองคนที่คอยดูแลเอาใจใส่ ทั้งหมดนี้ทำให้ผู้วิจัยมีชีวิตที่มั่นคง มีความสุขและสดใสรุ่งเรือง และเป็นส่วนสำคัญที่ทำให้การทำวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

กนกวรรณ อันทะนาม

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ซ
สารบัญรูป.....	ณ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
2 ปรัชญารวบรวมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L	4
2.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสมาร์เทนไซต์ (martensitic transformation).....	4
2.3 การแปรรูปพลาสติกในวัสดุพหุผลึก (plastic deformation in polycrystals)	6
2.3.1 กลไกการเลื่อน (slip mechanism).....	6
2.3.2 ระบายแฝด (twinning).....	11
2.3.3 การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ (martensitic transformation).....	18
2.4 การหามุมสัมผัสและการคำนวณพลังงานพื้นผิวอิสระ (contact angle and surface free energy).....	20
3 วิธีดำเนินการวิจัย	25
3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	25
3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง	25
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	26
3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	26

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.2	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	26
3.3	วิธีการทดลอง	27
3.3.1	การเตรียมชิ้นงานทดสอบ	27
3.3.2	การทดสอบแรงดึง	27
3.3.3	การวิเคราะห์ลักษณะจำเพาะของวัสดุ	29
4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล	31
4.1	วิวัฒนาการสัญญาณและลักษณะพื้นผิว	31
4.2	การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	36
4.3	การวัดมุมสัมผัสและการคำนวณพลังงานอิสระบนพื้นผิว	38
5	สรุปและข้อเสนอแนะ	42
	รายการอ้างอิง	43
	ภาคผนวก ก รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา	47
	ประวัติผู้เขียน	63

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	ระบบสลีปในโครงสร้างผลึกของโลหะ 7
3.1	ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L25
3.2	สมบัติของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L.....25



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและอุณหภูมิในการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟส มาร์เทนไซต์	6
2.2 ภาพภาพถ่ายอิเล็กตรอนทุติยภูมิและแผนภาพการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนกระเจิงกลับของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการแปรรูปถาวรที่มีลักษณะเด่นคือเกิดการเลื่อนแบบผสม.....	8
2.3 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนกระเจิงกลับแสดงแถบการเลี้ยวที่ชัดเจนในเกรนหนึ่ง	9
2.4 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่แสดงลักษณะการเลื่อนระหว่างเกรนของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการแปรรูปผ่านการให้แรงดึง	10
2.5 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนกระเจิงกลับของแถบการเลี้ยวที่สัมพันธ์กันที่ขอบเกรน	10
2.6 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคจากการแปรรูปถาวรของเหล็กกล้าไร้สนิม 304.....	12
2.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	13
2.8 การวิวัฒนาการของสมบัติเชิงกลของชิ้นงานก่อนเปรียบเทียบกับหลังการทดสอบแรงดึง.....	14
2.9 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมแสดงลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน	15
2.10 ความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัส (contact angle), ความหยาบพื้นผิวเฉลี่ย (average surface roughness) และความเครียดทางวิศวกรรม (engineering strain)	15
2.11 ชิ้นงานทดสอบแรงดึงแบบแผ่นและทดสอบแรงดึงในแนวแกนเดียว.....	17
2.12 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นจริงและความเครียดจริง เมื่อปริมาณการการแปรรูปถาวรต่างกัน	17
2.13 โครงสร้างผ่านการแปรรูปที่ 10 เปอร์เซ็นต์ของการลดขนาดในการรีดเย็น.....	19
2.14 โครงสร้างผ่านการแปรรูปที่ 10 เปอร์เซ็นต์ของการลดขนาดในการรีดเย็น.....	20
2.15 แผนผังแสดงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างที่ผ่านการแปรรูปและพลังงานที่มีค่าพลังงานสแต็กกิ้งฟอลท์ในโลหะผสมเหล็กโครเมียมและนิกเกิล (Fe-Cr-Ni).....	20
2.16 สัณฐานพื้นผิวของชิ้นงาน.....	22
2.17 แผนภาพ Owens-Wendt สำหรับ polydimethylsiloxane (PDMS) โดยใช้ของเหลวบริสุทธิ์หลายชนิด	23

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.1	เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในการทดลอง.....25
3.2	การต่อเซลล์ไฟฟ้าเคมี.....27
3.3	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดที่เปอร์เซ็นต์ความเครียดต่าง ๆ28
3.4	การทดสอบการวัดมุมสัมผัส.....29
3.5	แสดงแผนผังการทดลองโดยสรุป30
4.1	ภาพกล้องจุลทรรศน์แบบสแกนด้วยเลเซอร์และภาพของลักษณะสามมิติของพื้นผิว เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ.....34
4.2	ภาพกล้องจุลทรรศน์แสงของพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ...35
4.3	วิวัฒนาการในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ.....36
4.4	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สำหรับการระบุเฟสบนตัวอย่างทั้งที่ไม่ได้รับการแปรรูป และได้รับการแปรรูปปริมาณความเครียดต่าง ๆ.....38
4.5	ค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยของน้ำ (วงกลม) และกลีเซอรอล (สามเหลี่ยม) 40
4.6	กราฟ Owens-Wendt จากค่ามุมสัมผัสของน้ำและกลีเซอรอล.....41
4.7	พลังงานอิสระของพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ.....41

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

เหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) จัดเป็นเหล็กกล้าที่มีส่วนผสมหลักที่ประกอบด้วยธาตุโครเมียมและนิกเกิล นิยมนำมาใช้งานทั้งในอุตสาหกรรมเคมี อากาศยาน ยานยนต์ และทางการแพทย์ เนื่องจากสมบัติเด่นที่มีความทนทานต่อการกัดกร่อน ซึ่งเป็นผลของธาตุองค์ประกอบที่ทำให้เกิดชั้นออกไซด์ของโครเมียมชนิด Cr_2O_3 ทำหน้าที่ป้องกันการเกิดออกซิเดชันของเหล็ก เมื่อกล่าวถึงเหล็กกล้าไร้สนิมที่ใช้งานทางการแพทย์ โดยเฉพาะกลุ่มที่ใช้งานเป็นวัสดุชีวภาพทางการแพทย์ออร์โธปิดิกส์ (orthopedic biomaterials) จะหมายถึงกลุ่มเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L ที่มีโครงสร้างจุลภาคประกอบด้วยเฟสออสเทนไนต์ มีลักษณะโครงผลึกแบบ face centered cubic (FCC) สามารถขึ้นรูปเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดนี้ด้วยวิธีทางกล เพราะเหล็กกล้าไร้สนิมนี้มีความเหนียว (ductility) ดี จึงสามารถขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่เหมาะสมกับการนำไปใช้ได้ หลากหลายรูปแบบโลหะที่นำมาใช้งานเป็นวัสดุชีวภาพ (biomaterials) ทางทางการแพทย์ออร์โธปิดิกส์ (orthopedics) โดยมากใช้งานเป็นกระดูกเทียม (orthopedic Implant) เพื่อใช้ทดแทนอวัยวะ เช่น การซ่อมแซมกระดูก (bone fixation) และข้อต่อเทียม (artificial joint) ซึ่งสามารถผลิตจากเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L เนื่องจากมีความต้านทานต่อการกัดกร่อน (corrosion resistance) สูง จากส่วนผสมทางเคมีที่มีโครเมียมมากถึง 18 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักและนิกเกิล 8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ประกอบกับบทบาทของการเติมธาตุผสมคือโมลิบดีนัม เพื่อช่วยเพิ่มสมบัติด้านการต้านทานการกัดกร่อน นอกจากนี้การมีปริมาณคาร์บอนต่ำกว่าเหล็กกล้าไร้สนิมโดยทั่วไป ทำให้เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L ทนต่อการกัดกร่อนของสารละลายคลอไรด์และมีความเหนียวเพิ่มขึ้น แต่การใช้งานทางการแพทย์นั้นมีความต้องพิจารณาสมบัติต่าง ๆ เพื่อความปลอดภัย และประสิทธิภาพในการใช้งาน ซึ่งต้องศึกษาเรื่องความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) และปรากฏการณ์ที่เกิดระหว่างผิวของวัสดุที่ใช้กับอวัยวะหรือผิวสัมผัสของเนื้อเยื่อ นอกจากนี้ วัสดุต้องมีความคงทน ต้องมีการเข้ากันได้ของเนื้อเยื่อและกระดูกโลหะ แม้ว่าเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L มีความต้านทานการกัดกร่อนสูง แต่ก็ไม่สามารถหลีกเลี่ยงการปลดปล่อยไอออนของโลหะออกมาได้ ทำให้เกิดการกัดกร่อนขึ้นได้แม้ในสภาวะอับออกซิเจน ภายใต้สภาวะของเหลวในร่างกาย นำไปสู่การสูญเสียเนื้อโลหะ จึงต้องทำการปรับปรุงพื้นผิว (surface modification) [1] เพื่อให้วัสดุฝังทางการแพทย์นี้มีความสามารถในการใช้งานได้ วิธีการที่

นิยมใช้ในการปรับปรุงผิวเพื่อเพิ่มสมบัติให้กับวัสดุผิวด้านการแพทย์นี้ โดยมากใช้วิธีการยิงเม็ดโลหะ (shot peening) เพื่อเพิ่มความหยาบของพื้นผิว (surface roughness) และความสามารถของการเปียก (surface wettability) ของวัสดุ ภายหลังการปรับแต่งผิวสัมผัสด้วยวิธีการยิงเม็ดโลหะมีส่วนช่วยในการปรับปรุงการเกิดปฏิกิริยาของวัสดุต่อสิ่งแวดล้อมทางชีวภาพลดความเสี่ยงการติดเชื้อแบคทีเรีย รวมถึงเกิดการลดขนาดของเกรน และการเปลี่ยนโครงสร้างเป็นเฟสมาร์เทนไซต์ (martensitic phase transformation) ที่เกิดจากการแปรรูปถาวร ส่งผลต่อการเพิ่มความแข็งที่ผิว ซึ่งเป็นการช่วยเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อน [2]

การปรับปรุงพัฒนาวัสดุชีวภาพทางการแพทย์ออร์โธปิดิกส์ก็มีมาอย่างยาวนานและต่อเนื่อง ซึ่งในประเทศไทยที่กำลังก้าวเข้าสู่สังคมสูงวัยอย่างสมบูรณ์ (complete-aged society) ภายในปี พ.ศ. 2566 เนื่องจากมีประชากรสูงวัยประมาณร้อยละ 20.1 ข้อมูลจากกรอบแผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ ฉบับที่ 13 (พ.ศ. 2566 - 2570) โดยเอกสารประกอบการระดมความเห็นกรอบแผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติฉบับที่ 13 กุมภาพันธ์ 2564 ในรายงานส่วนที่ 2 บริบท การพัฒนาประเทศ หัวข้อ 2.1 แนวโน้มการเปลี่ยนแปลงระดับโลก (global megatrends) ระบุไว้ว่าการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างประชากร ในระยะ 5-10 ปีข้างหน้า โครงสร้างประชากรของโลกจะมีสัดส่วนผู้สูงอายุเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ประเทศไทยนั้นได้เข้าสู่สังคมสูงวัยมาตั้งแต่ปี 2548 [3] และเป็นที่ทราบกันว่าผู้สูงอายุมีโอกาสป่วย มีปัญหาด้านสุขภาพต่าง ๆ โดยที่ปัญหาหนึ่งคือปัญหาที่เกี่ยวข้องกับโรคกระดูก ดังนั้นหากเราพัฒนาองค์ความรู้ หรือพื้นฐานทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับการผลิตวัสดุทางการแพทย์ เพื่อให้สามารถออกแบบกระบวนการผลิตให้เหมาะสมกับการใช้งาน และทราบอายุการใช้งานการใช้งาน ส่งผลให้คุณภาพชีวิตดีขึ้นของผู้ป่วย

วัสดุโลหะสำหรับการใช้งานวัสดุชีวภาพทางออร์โธปิดิกส์ต้องมีสมบัติเชิงกลที่สำคัญสำหรับการใช้งานวัสดุชีวภาพทางออร์โธปิดิกส์ คือ ความแข็งแรง (strength) และความยืดหยุ่น (Young's Modulus, E) เพราะเมื่อมีแรงทางกลกระทำต่ออวัยวะเทียมที่ทำหน้าที่รับแรง จากการกระทำของร่างกาย จากการรับน้ำหนักร่างกาย หรือจากการเคลื่อนไหวของร่างกายในชีวิตประจำวันด้วยลักษณะแรงกระทำทั้งแรงดึงและแรงอัด ทำให้วัสดุเกิดการแปรรูปถาวร (plastic deformation) ของชิ้นงานได้ในเวลาต่อมา ดังนั้นแล้วการนำเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกมาใช้เป็นอวัยวะเทียมจึงต้องพัฒนาสมบัติเชิงกลให้เหมาะสมต่อการรับแรงกระทำในรูปแบบทำต่าง ๆ นอกจากนั้นต้องคำนึงถึงการรับแรงกระทำอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้วัสดุนั้นคงสภาพและคงประสิทธิภาพการใช้งานได้ในระยะยาว เนื่องจากกระดูกเทียมที่เป็นวัสดุฝังในร่างกายในบริเวณต่าง ๆ จะได้รับแรงกระทำต่อวัสดุไม่เท่ากัน ส่งผลให้เกิดการแปรรูปถาวรแตกต่างกัน ระหว่างการแปรรูปถาวรมีการเกิดการเลื่อน (slip), การเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน (dislocation), สแต็กกิ้งฟอลท์ (stacking faults) และการเกิดระนาบแฝด (twining) รวมถึงการเปลี่ยนเฟส (phase transformation) เพื่อศึกษากลไกการแปรรูปถาวรที่

เกิดขึ้นเหล่านี้ งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลง
 สันฐาน และความสัมพันธ์ของปริมาณความเครียดที่ส่งผลต่อโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม
 ออสเทนนิติกเกรด 316L เพื่อให้เกิดความเข้าใจต่อกลไกการแปรรูปถาวร รวมถึงการเปลี่ยนแปลง
 โครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกล หากสามารถเข้าใจการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น
 ก็อาจนำไปสู่การประเมินความเหมาะสมต่อการนำไปใช้งานเป็นวัสดุฝังทางออร์โธปิดิกส์ของเหล็กกล้า
 ไร้สนิมในส่วนต่าง ๆ ของร่างกายในภายหน้าได้

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงสันฐานพื้นผิวเชิงจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม
 ออสเทนนิติกเกรด 316L ด้วยการให้แรงดึงในแนวแกนเดียวที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ

1.2.2 เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเครียดและโครงสร้าง
 จุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 แปรรูปถาวรเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L แผ่นหนา 2 มิลลิเมตร ผ่าน
 กระบวนการรีดเย็นและกระบวนการทางความร้อน ด้วยวิธีการทดสอบแรงดึงโดยตัดชิ้นงานตาม
 มาตรฐาน ASTM E8 โดยที่ปริมาณความเครียดแตกต่างกัน คือ 2, 5, 10 และ 25 เปอร์เซ็นต์

1.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์สแกนด้วยเลเซอร์ (laser
 scanning microscopy) เพื่อวิเคราะห์ความหยาบของชิ้นงานภายหลังการแปรรูปถาวร

1.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction,
 XRD)

1.3.4 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force
 microscope, AFM) และกล้องจุลทรรศน์สแกนด้วยเลเซอร์ เพื่อศึกษาลักษณะสันฐานพื้นผิว

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 จำแนกชนิดของสันฐานพื้นผิวเชิงจุลภาคด้วยเทคนิคทางจุลทรรศน์ศาสตร์ได้

1.4.2 ทราบถึงความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเครียดและโครงสร้าง
 จุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L ได้

บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L

เหล็กกล้าไร้สนิมโดยทั่วไปจะหมายถึงเหล็กกล้าที่ใช้ในงานที่ต้องมีความทนทานต่อเหล็กกล้าไร้สนิมโดยทั่วไปจะหมายถึงเหล็กกล้าที่ใช้ในงานที่ต้องมีความทนทานต่อการกัดกร่อนในสิ่งแวดล้อมที่มีสภาวะออกซิไดซ์ เหล็กกล้าไร้สนิมที่ใช้กันเป็นวงกว้างมี 4 ประเภท ได้แก่ กลุ่มเหล็กกล้าไร้สนิมเฟอร์ริติก (ferritic stainless steel) กลุ่มเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิติก (martensitic stainless steel) กลุ่มเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ (duplex stainless steel) และกลุ่มเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก (austenitic stainless steel) [4] ซึ่งการแบ่งเกรดของเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติกที่มีโครงสร้างจุลภาคออสเทนไนต์โครงสร้างผลึกแบบ FCC นั้นสามารถแบ่งตามธาตุองค์ประกอบ และสมบัติเชิงกล รวมถึงความสามารถในการทนทานต่อการกัดกร่อนที่ต่างกัน โดยเกรดที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ เกรด 316L ที่ประกอบไปด้วย โครเมียม 16 - 18 เปอร์เซ็นต์โดยมวล นิกเกิล 10 - 14 เปอร์เซ็นต์โดยมวล มีคาร์บอน 0.03 เปอร์เซ็นต์โดยมวล และธาตุผสมอื่น ๆ ในด้านการนำไปใช้งานมีความหลากหลาย เนื่องจากสมบัติเชิงกลและความต้านทานต่อการกัดกร่อนที่ดี ซึ่งสมบัติเชิงกล เช่น ความแข็งแรง ความแข็งแรงดึง ความล้า ความคืบ เป็นต้น ขึ้นอยู่กับตัวแปรต่าง ๆ คือ อุณหภูมิ ธาตุองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างจุลภาค ส่วนความแข็งแรง ณ จุดคราก สามารถปรับปรุงจากกระบวนการ เช่น กระบวนการทางความร้อนเชิงกล (thermomechanical treatment) การเพิ่มความแข็งแรงโดยการตกผลึก (precipitation hardening) และการเพิ่มความแข็งแรงเนื่องจากการแปรรูปถาวร (strain hardening) เป็นต้น อย่างไรก็ตามเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L มีความต้านทานต่อการสึกหรอแบบกัดเซาะโดยการระเบิดของฟองอากาศ (cavitation erosion resistance) ต่ำ ดังนั้นในการใช้งานที่ต้องการความต้านทานการสึกหรอที่ดีขึ้นต้องอาศัยวิธีการปรับปรุงพื้นผิว เช่น ส่วนประกอบปั๊มในทางทะเล เพราะต้องมีความต้านทานการกัดกร่อนการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (pitting corrosion) ได้ดีในสภาพสิ่งแวดล้อมที่คลอไรด์สูง [5]

2.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสมาร์เทนไซต์ (Martensitic Transformation)

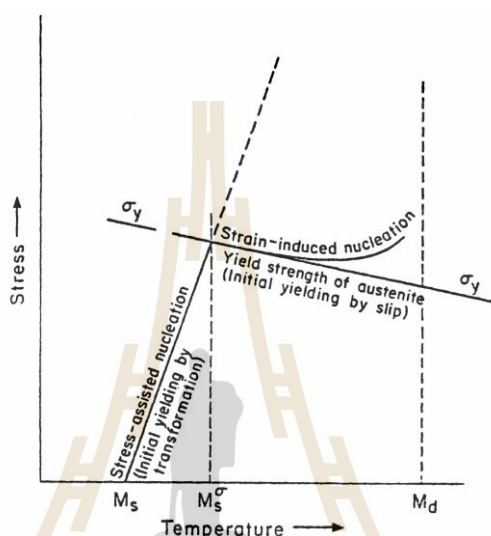
การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคจากเฟสออสเทนไนต์เป็นเฟสมาร์เทนไซต์ในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L นั้นขึ้นกับส่วนประกอบทางเคมี (composition) ความเค้นที่กระทำกับโลหะ (applied stress) การแปรรูปถาวร (plastic strain) และอุณหภูมิ โดยการเปลี่ยนแปลงที่

เกิดขึ้นนี้สามารถปรับปรุงสมบัติความแข็งแรงในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L ที่มีโครงสร้างจุลภาคเป็นออสเทนไนต์ มีปริมาณคาร์บอนประมาณ 0.03 %โดยมวล ซึ่งปริมาณคาร์บอนต่ำนี้มีบทบาทต่อการเพิ่มอุณหภูมิเริ่มต้น (Ms) และสิ้นสุด (Mf) การเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์ ดังรูปที่ 2.1 รวมถึงการมีนิคเกิลเป็นส่วนผสมอยู่ถึง 10-14 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ยิ่งช่วยเพิ่มให้ออสเทนไนต์เสถียร ดังนั้นแล้วการอบชุบทางความร้อนจึงไม่สามารถเพื่อเพิ่มความแข็งแรง และไม่ใช่วิธีที่สามารถทำได้ [6]

งานวิจัยโดย Taloned การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากการแปรรูปมีความสำคัญอย่างมากสำหรับพฤติกรรมทางกลเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกด้วยการเหนี่ยวนำของการแปรรูปที่อุณหภูมิสูงขึ้น แรงที่กระทำกับโลหะส่งผลในเชิงบวกต่อแรงขับเคลื่อนสำหรับการเปลี่ยนแปลงเฟสออสเทนไนต์เป็นเฟสมาร์เทนไซต์และทำให้การแปรรูปแบบอีลาสติก (elastic deformation) สร้างการเกิดเฟสมาร์เทนไซต์โดยใช้ความเค้นหรือแรงที่กระทำต่อโลหะที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิเริ่มต้นเกิดเฟสมาร์เทนไซต์ (Ms) แต่ต่ำกว่าอุณหภูมิ M_s^0 โดยทั่วไปแล้วการเปลี่ยนแปลงเฟสมาร์เทนไซต์ด้วยความเค้นหรือแรง จะเริ่มต้นที่ตำแหน่งเดียวกันกับการเกิดนิวคลีโอชันของมาร์เทนไซต์ที่เกิดขึ้นเอง เช่น นิวคลีโอชันที่เกิดบริเวณขอบเกรน (grain boundaries) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคจากเฟสออสเทนไนต์เป็นเฟสมาร์เทนไซต์ที่สามารถเกิดขึ้นได้เหนืออุณหภูมิ M_s^0 เรียกว่า การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากความเครียด (strain-induced martensite) ปัจจัยการเปลี่ยนเฟสมาร์เทนไซต์วิธีนี้คือต้องเริ่มจากการแปรรูปถาวรและด้วยเหตุนี้จึงเกิดนิวคลีโอชัน α' -martensite มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ body-centered tetragonal (BCT) จากการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากความเครียด ณ ตำแหน่งที่เกิดจากการแปรรูปถาวร, ระบายแผด, ค่าสแต็กกิ้งฟอลท์ และ ϵ -martensite ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ hexagonal closed packed (HCP) ซึ่ง nucleation sites เหล่านี้รวมเรียก shear-bands และการเกิด α' -martensite จะเกิดขึ้นที่จุดตัดของ shear bands [7]

การเปลี่ยนแปลงเฟสมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากการแปรรูปถาวร (deformation-induced martensitic) สามารถแบ่งการเกิดเปลี่ยนแปลงเฟสมาร์เทนไซต์ ออกเป็นสามกรณี แสดงดังรูปที่ 2.1 ได้แก่ กรณีแรกที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเริ่มต้นการเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์ (Ms) การเกิดของมาร์เทนไซต์จะเกิดได้เองโดยไม่อาศัยความเค้น กรณีต่อมาที่อุณหภูมิระหว่างเริ่มต้นการเปลี่ยนเฟสเป็นมาร์เทนไซต์ (Ms) และ M_s^0 การเกิดเฟสมาร์เทนไซต์จะเกิดขึ้นโดยอาศัยความเค้นหรือแรงกระทำต่อโลหะ (stress-assisted nucleation) ความเค้นที่จำเป็นต้องใช้ในการเริ่มต้นการเปลี่ยนแปลงจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ซึ่งหมายความว่าเกิดการคราก (yielding) ได้ง่ายขึ้นเมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่าอุณหภูมิ M_s^0 และกรณีสุดท้ายที่อุณหภูมิสูงกว่า M_s^0 การครากเกิดขึ้นก่อนจากการเลื่อน (initial yielding by slip) และจากนั้นมาร์เทนไซต์ก็สามารถก่อตัวขึ้นที่ nucleation

sites ที่มีศักยภาพ ซึ่งสร้างขึ้นใหม่โดยการเลื่อน ความเค้น ณ จุดคราก (yield stress) จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเหนือ M_s^σ และความเครียดที่จำเป็นในการเริ่มเกิดมาร์เทนไซต์มีค่าใกล้เคียงกับค่าความเค้น ณ จุดคราก ที่อุณหภูมิสูงกว่า M_s^σ แต่จะสูงกว่าความเค้น ณ จุดคราก ที่อุณหภูมิสูงกว่าอย่างมีนัยสำคัญ ขอบเขตบนของการเปลี่ยนแปลงเฟสมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากความเครียดคืออุณหภูมิ M_d ดังนั้นจึงไม่มีมาร์เทนไซต์เกิดขึ้นเหล็กล้ำไร้สนิมออสเทนนิติกที่อุณหภูมิสูงกว่านี้ [8]



รูปที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและอุณหภูมิในการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสมาร์เทนไซต์ของเหล็กล้ำไร้สนิมออสเทนนิติก [8]

ในโลหะผสม ผลกระทบของอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากความเครียดในระหว่างการรับแรงดึง พบว่าปริมาณของการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนไซต์ลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และขนาดเกรนของออสเทนไนต์เป็นอีกปัจจัยสำคัญที่จะต้องพิจารณา โดยที่ผลการศึกษาส่วนใหญ่พบว่าขนาดของเกรนที่ลดลงจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสมาร์เทนไซต์ด้วยความเค้นน้อยลงจากการที่ขอบเกรนทำหน้าที่เป็นอุปสรรคต่อการโตของมาร์เทนไซต์เข็ม (martensite laths) [8]

2.3 การแปรรูปถาวรในวัสดุพหุผลึก (plastic deformation in polycrystals)

2.3.1 กลไกการเลื่อน (slip mechanism)

กลไกการเลื่อนของวัสดุพหุผลึก ส่งผลต่อพฤติกรรมความเค้นและความเครียดการตอบสนองการแปรรูปของเกรนภายในพหุผลึกจะเปลี่ยนแปลงไปเมื่อเปรียบเทียบกับ การตอบสนองที่จะพบหากวัสดุที่ทดสอบเป็นผลึกเดี่ยว โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเปลี่ยนแปลงตำแหน่ง (displacement)

ข้ามขอบเกรนต้องตรงกัน เพื่อให้เกรนแปรรูปไปพร้อมกัน ในกรณีที่การเปลี่ยนตำแหน่งไม่พร้อมกัน ช่องว่าง (voids) หรือรอยร้าว (cracks) จะปรากฏขึ้นบนขอบเกรน ดังนั้น ในทางกายภาพ เกรนข้างเคียง (neighboring grains) จะยับยั้งการไหลแบบพลาสติก (plastic flow) ซึ่งกันและกัน ทำให้วัสดุพหุผลึกมีความต้านทานต่อความเค้นไหล (flow stress) มากกว่าผลึกเดี่ยว

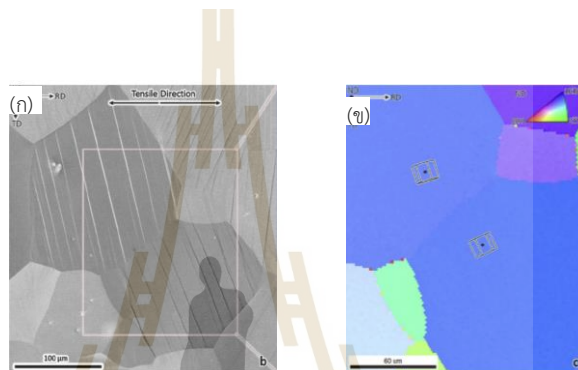
การเคลื่อนจะเกิดขึ้นในทิศทางการจัดตัวของอะตอมหนาแน่นที่สุด (close-packed atomic directions) ซึ่งสามารถสังเกตได้จากการเสียรูปแบบถาวรของโลหะ ระนาบสลิป (slip planes) ซึ่งมีการจัดตัวของอะตอมหนาแน่นที่สุดมีลักษณะจำเพาะโดยการแยกระหว่างระนาบผลึกที่ขนานกัน โลหะที่มีโครงสร้างผลึก FCC จะเกิดการเลื่อนบนระนาบ {111} ที่มีทิศทาง $\langle 110 \rangle$ ซึ่งเป็นระนาบที่มีการจัดตัวของอะตอมหนาแน่นที่สุดมีเลขโคออดิเนชันหรือจำนวนอะตอมข้างเคียงของแต่ละอะตอมเท่ากับ 12 โดยระบบสลิปในโครงสร้างผลึกของโลหะดังแสดงดังตารางที่ 2.1 [9]

ตารางที่ 2.1 ระบบสลิปในโครงสร้างผลึกของโลหะ [9]

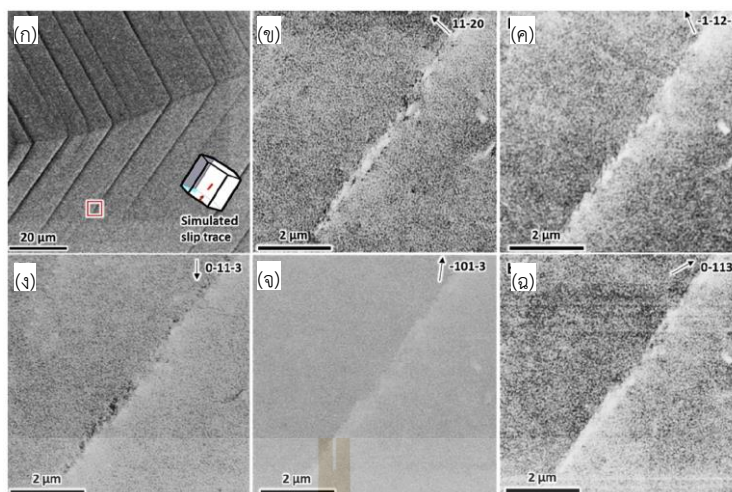
โครงสร้างผลึก (crystal structure)	ระนาบเลื่อน (slip planes)	ทิศทางระนาบเลื่อน (slip direction)	จำนวนระนาบที่ไม่ขนานกัน (number of nonparallel planes)	ทิศทางเลื่อนแต่ละระนาบ (slip directions per plane)	จำนวนของระบบเลื่อน (number of slip systems)
Face-centered cubic	{111}	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	4	3	$12 = (4 \times 3)$
Body-centered cubic	{110}	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	6	2	$12 = (4 \times 3)$
	{112}	$\langle 11\bar{1} \rangle$	12	1	$12 = (12 \times 1)$
	{113}	$\langle 11\bar{1} \rangle$	24	1	$24 = (24 \times 1)$
Hexagonal close-packed	{0001}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	1	3	$3 = (1 \times 3)$
	{101\bar{1}0}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	1	$3 = (3 \times 1)$
	{10\bar{1}1}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	1	$6 = (6 \times 1)$

การศึกษาโดยใช้ถ่ายภาพความเปรียบต่างของแชนเนลลิงอิเล็กตรอน (Electron Channeling Contrast Imaging, ECCI) ร่วมกับการเตรียมผิวด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้าเพื่อศึกษาปฏิสัมพันธ์ระหว่างระบบการเลื่อนและขอบเกรน โดยการประเมินระนาบการเลื่อนและรูปทรงของ

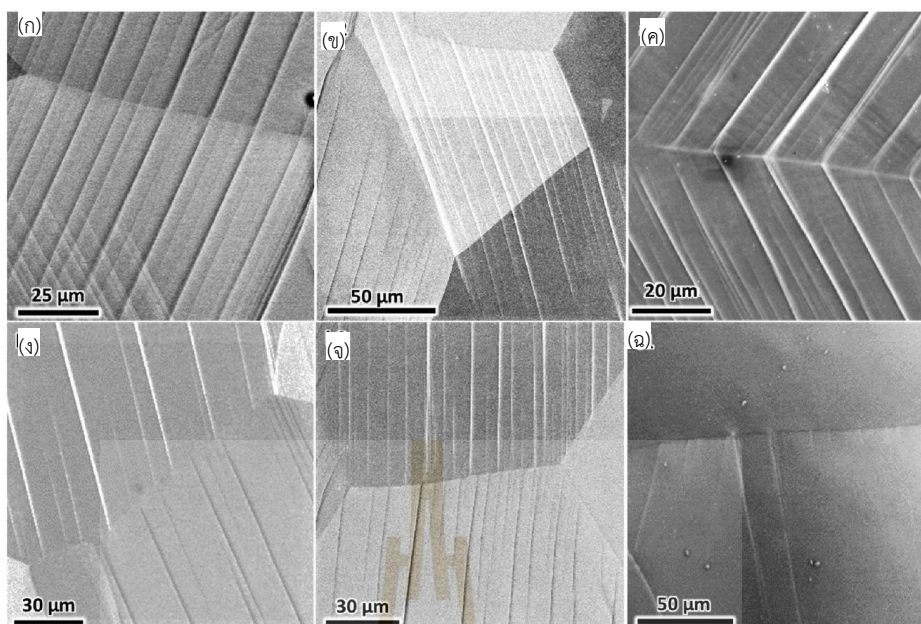
ขอบเกรนตามความลึก การเปรียบเทียบระยะห่างของแถบการเลื่อน การกระจายสัมพัทธ์ และความสัมพันธ์ข้ามขอบเกรนได้นั้นถึงผลกระทบของการเบี่ยงเบนที่ผิวต่อพฤติกรรมของแถบการเลื่อน ใกล้เคียงกับบริเวณขอบเกรนและมุม (θ) ระหว่างระนาบการเลื่อน ดังรูปที่ 2.2 ทำให้เข้าใจกลไกการถ่ายเทความเค้น (strain transfer) และกระบวนการแปรรูปแบบผสม (heterogeneous deformation) การไม่สอดคล้องกันของระบบการเลื่อนหลัก (primary slip system) บนระนาบขอบเกรนทำให้ระบบการเลื่อนรอง (secondary slip system) ทำงานที่ขอบเกรน ดังรูปที่ 2.3 แสดงถึงการมีอยู่ของระบบการเลื่อนรองที่มีเบอร์เกอร์เวกเตอร์ที่คล้ายกันแต่บนระนาบการเลื่อนที่มีความเคลื่อนตัวต่ำ [10]



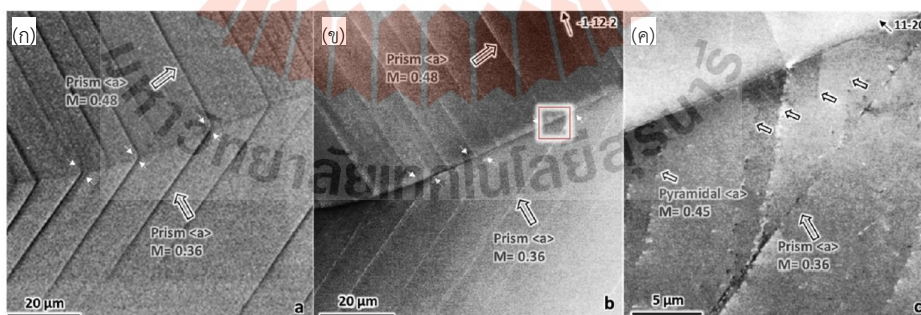
รูปที่ 2.2 ภาพภาพถ่ายอิเล็กตรอนทุติยภูมิและแผนที่การเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนกระเจิงกลับของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการแปรรูปถาวรที่มีลักษณะเด่น คือ เกิดการเลื่อนแบบผสม (ก) ภาพถ่ายอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (SE) แถบของการเลื่อนมองเห็นได้ชัดเจนภายในเกรน ส่วนใหญ่ทิศทางการรีดขนานกับทิศทางการดึงของตัวอย่างและแผนที่การเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (EBSD) ของพื้นที่สีเหลี่ยมในรูป (ข) แสดงให้เห็นถึง การกระจายทิศทางของพื้นที่เป้าหมาย โดยข้อมูลจากภาพถ่าย EBSD ทิศทาง ND เซลล์หกเหลี่ยมในทั้งสองของเกรน "สีน้ำเงิน" บ่งบอกถึงทิศทางของเกรน [10]



รูปที่ 2.3 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนกระเจิงกลับแสดงแถบการเลื่อนที่ชัดเจนในเกรนหนึ่ง โดยเซลล์หกเหลี่ยมแสดงทิศทางของเกรนนี้ ระบายที่มีเงาสีเทาแสดงระนาบการเลื่อน เส้นสีน้ำเงินแทนทิศทางการเลื่อน และเส้นประสีแดงคือรอยระนาบบนพื้นผิวของตัวอย่าง (ข-ฉ) ภาพขยายของภาพถ่ายแซนแนลลิงอิเล็กตรอน (ต่อ) จากสี่เหลี่ยมสีแดงในรูป (ก) แสดงการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันในความเปรียบต่างที่แตกต่างกันภายใต้เงื่อนไขการส่องสัญญาณที่แตกต่างกัน [10]



รูปที่ 2.4 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่แสดงลักษณะการเลื่อนระหว่างเกรนของชิ้นงานไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการแปรรูปผ่านการให้แรงดึง (ก-ค) ภาพถ่ายอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (SE) แสดงให้เห็นแถบการเลื่อนในสองเกรน (หรือมากกว่า) ที่มีความสัมพันธ์กันและพบกันที่จุดเดียวกันบนขอบเกรน (ง-จ) แสดงให้เห็นถึงแสดงแถบการเลื่อนที่ไม่สัมพันธ์กัน ซึ่งไม่ตัดกันที่จุดเดียวกันบนขอบเกรน (ฉ) แสดงให้เห็นการมีอยู่ของแถบการเลื่อนเพียงด้านเดียวของเกรน ในบางกรณีชุดของแถบการเลื่อนอีกชุดหนึ่งอาจยึดไปยังเกรนที่ถูกล็อก [10]



รูปที่ 2.5 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนกระเจิงกลับของแถบการเลื่อนที่สัมพันธ์กันที่ขอบเกรน (ก) แสดงให้เห็นถึงประเภทแถบเลื่อนปริซึม สองประเภทที่สัมพันธ์กันที่ตัดกันที่จุดเดียวกันบนขอบเกรน แม้จะมีขนาดใหญ่มุมระหว่างรอยเลื่อน (ข) ภาพถ่ายแซนเนลลิ่งอิเล็กตรอนของพื้นที่เดียวกัน แต่สเกลลง 5 ไมครอน แสดงให้เห็นว่าแถบการเลื่อนไม่ตรงกันในชั้นใต้พื้นผิว ซึ่งระบุโดยการเปลี่ยนตำแหน่งของลูกศรสีขาว อย่างไรก็ตามระยะห่างและการกระจายตัวของแถบการเลื่อนยังคงไม่เปลี่ยนแปลง (ค) ภาพถ่าย

แผนผังอิเล็กทรอนิกส์ของพื้นที่ในสี่เหลี่ยมสีแดงในรูป (ข) แสดงการเปิดใช้งานระบบการเลื่อนพีระมิตรอน <a> ที่แพร่กระจายระยะทางสั้นและดูเหมือนจะรวมเข้ากับระบบการเลื่อนหลัก ลูกศรเล็ก ๆ แสดงถึงการเปิดใช้งานหลายครั้งของระบบการเลื่อนรองตามขอบเขตของเกรน [10]

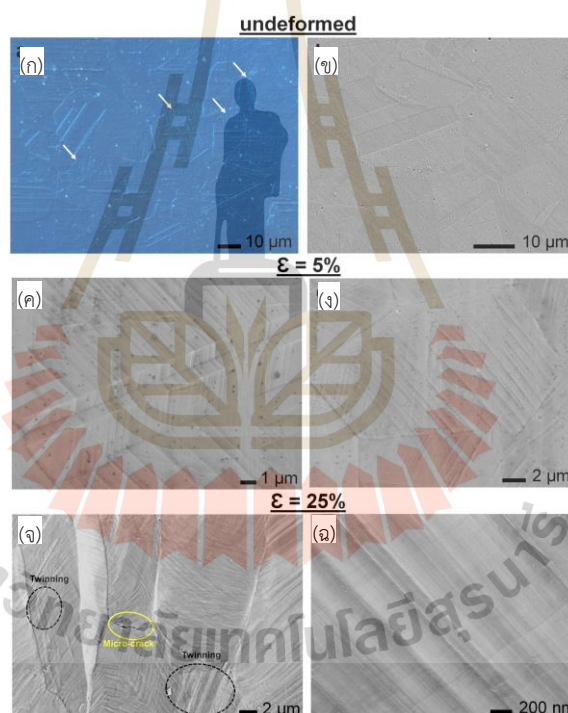
จากรูปที่ 2.4 และ 2.5 แสดงบทบาทของจุดตัดของระบบการเลื่อน (slip intersection) มีงานวิจัยที่อธิบายถึงบทบาทเหล่านี้ว่าทำหน้าที่เป็นจุดเริ่มต้นสำหรับการเกิดมาร์เทนไซต์ [10] การใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวในระดับนาโนเมตรได้เป็นอย่างดี ช่วยในการระบุเส้นการเลื่อน ซึ่งเป็นรอยที่มองเห็นได้ที่ทิ้งไว้บนพื้นผิวของวัสดุเมื่อการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันเกิดขึ้นระหว่างการแปรรูป เส้นการเลื่อนเหล่านี้ให้ข้อมูลเชิงลึกเกี่ยวกับพฤติกรรมของดิสโลเคชันภายใต้ความเครียด และเมื่อความเครียดจากการแปรรูปถาวรเพิ่มขึ้นจำนวนดิสโลเคชันภายในเกรนก็จะเพิ่มขึ้นเช่นกัน สาเหตุเป็นเพราะปริมาณการแปรรูปมากขึ้น ทำให้มีความหนาแน่นของดิสโลเคชันเพิ่มมากขึ้น โดยที่การเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นเพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดปฏิสัมพันธ์ระหว่างดิสโลเคชันของผลึกในระดับต่าง ๆ โดยเฉพาะที่บริเวณขอบเกรน (intergranular interactions) ซึ่งสามารถส่งผลต่อสมบัติเชิงกลโดยรวมของวัสดุ การเลื่อนของดิสโลเคชันแบบยืดขยายบนระบบการเลื่อนที่แตกต่างกันเป็นกระบวนการสำคัญในปฏิสัมพันธ์เหล่านี้ เนื่องจากดิสโลเคชันสามารถเคลื่อนที่ไปตามระนาบผลึกที่เฉพาะเจาะจงภายใต้ความเครียดที่กระทำ [11]

2.3.2 ระบายแฝด (twinning)

ความเค้นที่จำเป็นสำหรับการไหลตัวเนื่องจากการเกิดการเลื่อนจะมีค่าน้อยกว่าในโลหะที่มีโครงสร้างผลึกแบบ FCC การเกิดระบายแฝด เนื่องจากความแข็งแรง ณ จุดคราก ที่เกี่ยวข้องกับเกิดการเลื่อนขึ้นอยู่กับอุณหภูมิเป็นสำคัญ ดังนั้นแล้วเมื่ออุณหภูมิลดลง ระบายแฝดมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นแม้ว่าการไหลของดิสโลเคชัน (dislocation gliding) เป็นกลไกสำคัญของการแปรรูปถาวรในโครงสร้างผลึก การเกิดระบายแฝดก็เป็นอีกวิธีที่ทำให้เกิดการแปรรูปถาวร ดังนั้นการศึกษาวิจัยที่เกี่ยวกับการเกิดการเลื่อน ระบายแฝด หรือกลไกอื่น ๆ ที่เกิดระหว่างการแปรรูปถาวรมีความสำคัญเพื่อควบคุมการเกิดของกลไกเหล่านี้ที่ส่งผลต่อการแปรรูปถาวร ซึ่งส่งผลต่อการออกแบบวัสดุชีวภาพได้ หากสามารถควบคุมสมบัติเชิงกลจากการแปรรูปถาวรที่เหมาะสมกับการใช้ของวัสดุฝังทางการแพทย์ [9]

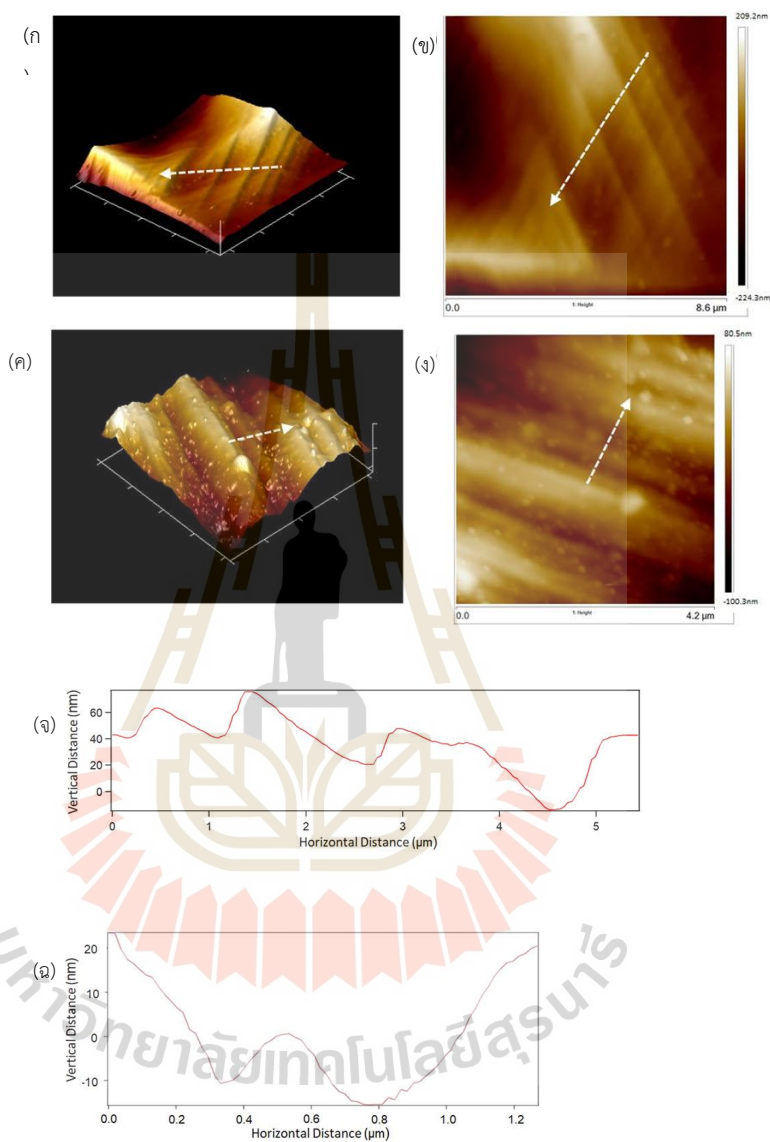
ในปี ค.ศ. 2021 B. Uzer-Yilmaz ศึกษาการเจริญเติบโตระหว่างเซลล์ (contact guidance) ของเซลล์มะเร็งสมองชนิดไกลิโอเบลาสโตมา (GBM) และวิวัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคและคุณสมบัติเชิงกลของวัสดุฝังใน ชิ้นงานทดสอบจากวัสดุเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 304 มีความหนาชิ้นงาน 1 มิลลิเมตร ทดสอบแรงดึงที่อุณหภูมิห้อง ด้วยอัตราความเครียด 10^{-4} s^{-1} โดย

ทดสอบที่ปริมาณความเครียดต่างกัน คือ 5 และ 25 เปอร์เซ็นต์ เตรียมผิวก่อนทำการทดสอบแรงดึง ด้วยวิธีขัดขึ้นเงาและกัดขึ้นรอยด้วยสารละลายที่ประกอบไปด้วย กรดไนตริก (nitric acid) 10 มิลลิลิตร กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) 30 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคจากการแปรรูปถาวร แสดงดังรูปที่ 2.6 ซึ่ง (ค) แสดง slip bands ในแต่ละเกรน และอยู่บนระนาบเดียวกับ annealing twins, ส่วนรูป (ง) แสดงกลไกการเลื่อนบนระนาบ การเลื่อน และเมื่อสัดส่วนปริมาตรของ deformation markings เพิ่มขึ้นตามรูป (จ) จากการที่ต้องใช้แรงกระทำเพิ่มมากขึ้นเพื่อให้ชิ้นงานแปรรูปถาวร ซึ่งก็คือกลไกการเพิ่มความแข็งแรงในโลหะ (strengthening mechanisms) และวงกลมสีดำที่บนรูป (จ) แสดงถึง deformation markings จากการที่เกรนได้รับความเครียดไม่เท่ากัน แสดงถึงความแตกต่างทางผลึก ซึ่งจะไปขัดขวางหรือยับยั้งการแปรรูปจากการเกิดระนาบแฝด รวมทั้งส่งผลต่อความแข็งแรงของโลหะ [12]



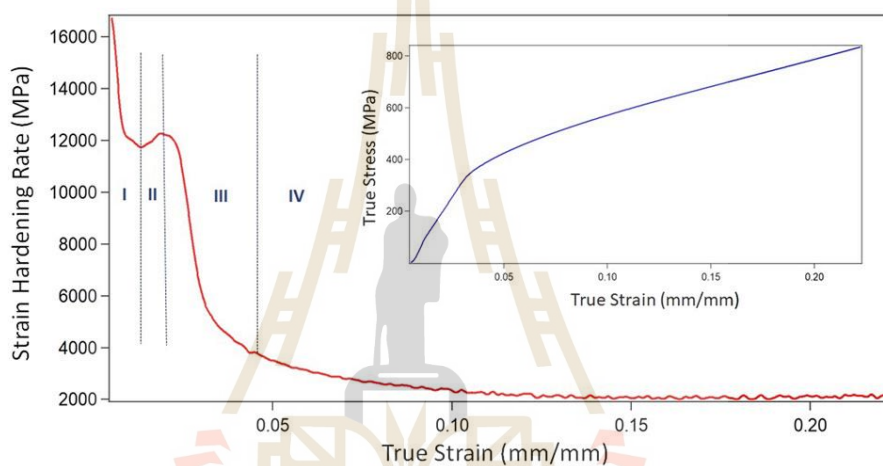
รูปที่ 2.6 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคจากการแปรรูปถาวรของเหล็กกล้าไร้สนิม 304 (ก) ภาพถ่ายจุลทรรศน์แสง (ข) ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงาน (ต่อ) ก่อนการแปรรูปถาวร แสดงโครงสร้าง annealing twins (ค) และ (ง) ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของชิ้นงานภายหลังการแปรรูปถาวร ที่ปริมาณความเครียด 5 และ 25 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดง annealing twin และ deformation markings, (จ) ลักษณะพื้นผิวบิดเบี้ยว, micro-crack และ twin ของชิ้นงานหลังการแปรรูปถาวร ที่

ปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ และ (ฉ) deformation markings ของชิ้นงานหลังการแปรรูปถาวรที่ปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ [12]



รูปที่ 2.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม เกิดการไม่เสมอกันของพื้นผิว (surface relief) แปรรูป (ก) 3D (ข) height images และ (จ) Line profile แสดงระยะทางแนวตั้งตาม (ต่อ) พื้นที่ที่มีลูกศรประของชิ้นงานภายหลังการแปรรูปถาวรที่ปริมาณความเครียด 5 เปอร์เซ็นต์ (ค) 3D (ง) height images และ (ฉ) Line profile แสดงระยะทางแนวตั้งตามพื้นที่ที่มีลูกศรประของชิ้นงานภายหลังการแปรรูปถาวรที่ปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ [12]

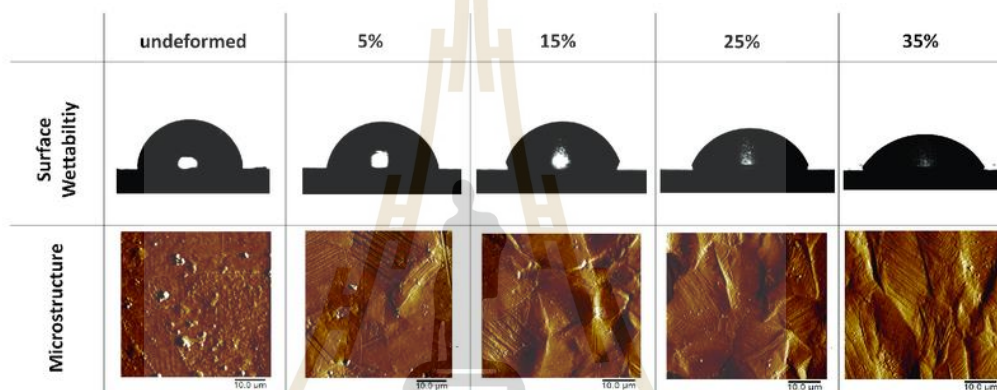
จากรูปที่ 2.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียด (strain hardening rate, SHR) และความเครียดของชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปถาวร ที่ปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ ส่วนกราฟด้านในแสดงพฤติกรรมความเครียดจริง (true strain) และความเค้นจริง (true stress) ของชิ้นงานทดสอบใน ระยะที่ 2 การเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียด เพิ่มขึ้น จากการเกิดระนาบแฝด และระยะถัดมา (ระยะที่ 3) การเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียด ลดลงอาจเพราะเกิดระนาบแฝดใหม่ได้ยาก และระยะสุดท้าย ระยะที่ 4 อันตรกิริยาของระนาบแฝด การเลื่อนและมาร์เทนไซต์เกิดอย่างต่อเนื่องทำให้การเพิ่มความแข็งแรงด้วยความเครียดค่อนข้างคงที่ [12]



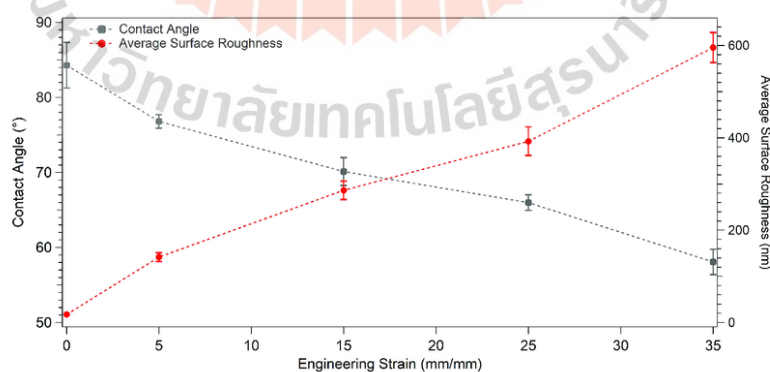
รูปที่ 2.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการแข็งตัวที่เกิดจากความเครียดกับความเครียดจริงของชิ้นงานอสเทนนิติก 304 ชิ้นที่อยู่ภายใต้ความเครียดพลาสติก 25% [12]

ทั้งนี้ B. Uzer-Yilmaz ได้ศึกษาและนำเสนอ การไม่เสมอกันของพื้นผิว (surface relief) ต่อสมบัติพื้นผิวของวัสดุฝังในและการเกาะติดเซลล์ (cell adhesion) ทำการทดลองโดยการทดสอบแรงดึงที่ปริมาณความเครียด 5, 15, 25 และ 35 เปอร์เซ็นต์ ของช่วงการแปรรูปถาวร ด้วยอัตราความเครียด (strain rate) 10^{-4} s^{-1} ค่าความเครียดที่แตกต่างกันเพื่อกลไกการเพิ่มความแข็งแรงในสัดส่วนปริมาตรต่าง ๆ ทั้งชิ้นวัสดุ ซึ่งยังช่วยให้วัสดุมีโครงสร้างจุลภาคและสมบัติพื้นผิวที่แตกต่างกัน พบการเกิดอันตรกิริยาที่ของกลไกต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น คือ ระนาบแฝดจากแรงทางกล (mechanical twinning) การเลื่อน หรือมาร์เทนไซต์ ผลของการแปรรูปถาวรแสดงให้เห็นเฉพาะชิ้นงานทดสอบที่เกิดการแปรรูปถาวรด้วยปริมาณความเครียด และเกิดการยืดตัวของเกรน (grain elongation)

การวัดค่าความหยาบพื้นผิวเฉลี่ย (average surface roughness, Ra) ของชิ้นงานทดสอบและหาค่าความสามารถของการเปียกของของเหลวที่อยู่บนพื้นผิวโดยการวัดมุมสัมผัสของของเหลวที่อยู่บนพื้นผิววัสดุ ดังรูปที่ 2.9 แสดงให้เห็นว่าค่ามุมสัมผัสนั้นลดลง เมื่อมีปริมาณการแปรรูปถาวรมากขึ้นหยดนํ้าจะกระจายไปบนพื้นผิวกว้างขึ้น แสดงค่าความสามารถของการเปียกของพื้นผิว เปรียบเทียบกับโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการเปลี่ยนเปอร์เซ็นต์ความเครียดของการแปรรูปถาวร และจะได้ความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัส (contact angle) ความหยาบพื้นผิวเฉลี่ย (average surface roughness) และความเครียดทางวิศวกรรม (engineering strain) แสดงในรูปที่ 2.10 แสดงให้เห็นการลดลงอย่างค่อยเป็นค่อยไปอย่างชัดเจน [13]



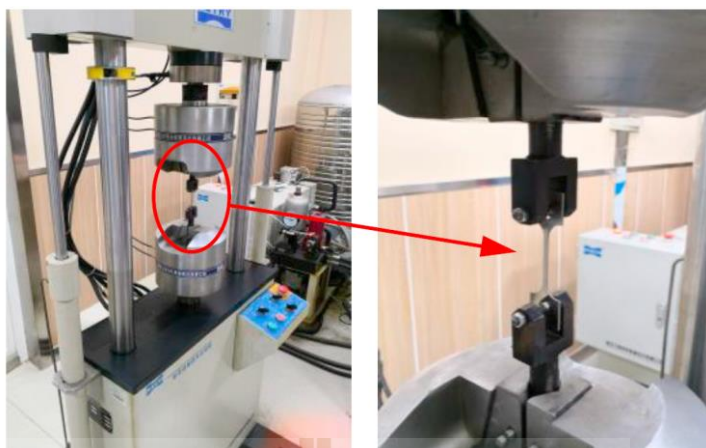
รูปที่ 2.9 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมแสดงลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน (topography) ของชิ้นงานทดสอบ ซึ่งค่อย ๆ บิดเบี้ยว (distorted) ไปพร้อมกับการแปรรูปถาวร [13]



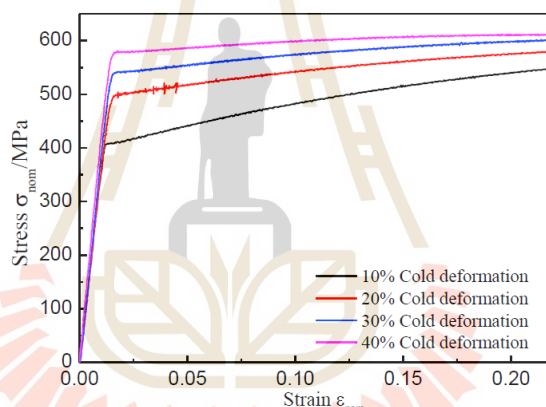
รูปที่ 2.10 ความสัมพันธ์ระหว่างมุมสัมผัส (contact angle), ความหยาบพื้นผิวเฉลี่ย (average surface roughness) และความเครียดทางวิศวกรรม (engineering strain) [13]

จากผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่า เมื่อระดับการแปรรูปถาวรเท่ากับ 35 เปอร์เซ็นต์ จากชิ้นงานเริ่มต้นพบว่าความหยาบพื้นผิวเฉลี่ย (average surface roughness, Ra) เพิ่มขึ้นจาก 17.58 เป็น 595.29 นาโนเมตร มุมสัมผัสของหยดน้ำ (water contact angle) ลดลงจาก 84.28 เป็น 58.07 องศา ส่วนค่าพลังงานพื้นผิวอิสระเพิ่มขึ้นจาก 36.06 ไปเป็น 48.89 เมกกะจูลต่อตารางเมตร และความหยาบพื้นผิวที่เพิ่มขึ้นบ่งบอกถึงลักษณะพื้นผิวที่บิดเบี้ยวจากการไม่เสมอกันของพื้นผิว และนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของการเพิ่มขึ้นของค่าพลังงานพื้นผิวอิสระเกี่ยวข้องกับบริเวณที่มีพลังงานสูงจากกลไกการเพิ่มความแข็งแรง ซึ่งเพิ่มขึ้นเป็นสัดส่วนกับปริมาณความเครียด ผลการทดลองจากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าลักษณะพื้นผิวที่เกิดจากกระบวนการแปรรูปถาวรสามารถใช้ในการออกแบบวัสดุฝังในเพื่อวัตถุประสงค์ในการรักษาหรือวินิจฉัยผ่านการจับเซลล์มะเร็งเต้านมบนพื้นผิววัสดุ จึงนำไปสู่ข้อสรุปว่าการเพิ่มปริมาณของระนาบแฝด การเลื่อน และมาร์เทนไซด์ที่ถูกกระตุ้นบนชิ้นงานทดสอบ โดยใช้เทคนิคการแปรรูปถาวรอาจเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการทำให้เกิดพื้นผิวในระดับไมโครเมตร หรือนาโนเมตร และปรับปรุงสมบัติของพื้นผิว ค่าพลังงานอิสระที่เพิ่มขึ้นอาจเกิดจากบริเวณที่มีพลังงานสูงที่สร้างขึ้นจากกลไกการเพิ่มความแข็งแรงและเพิ่มพื้นผิวของขอบเกรนที่มีพลังงานสูง (energy-rich boundaries) หรือระนาบแฝดและเกรน จำนวนเซลล์มีปริมาณมากที่ติดอยู่กับชิ้นงานทดสอบที่แปรรูปถาวร เปอร์เซ็นต์ สามารถบ่งชี้ว่าการปลูกถ่ายที่มีพื้นผิวที่ถูกปรับปรุง โดยกระบวนการแปรรูปถาวรสามารถนำไปใช้เพื่อวัตถุประสงค์ของการลุกลามของโรคได้ เทคนิคการแปรรูปถาวรของทั้งชิ้นงานและพื้นผิว แต่ละแบบสามารถส่งผลกับสมบัติของพื้นผิวที่แตกต่างกัน ซึ่งอาจส่งผลต่อการตอบสนองของเซลล์เช่นกัน [13]

Shuai Wang และคณะ [14] ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลที่ต่างกันด้วยการรูปแบบเย็น โดยการทดสอบแรงดึงในแนวแกนเดียว ในงานวิจัยมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของการแปรรูปจากการขึ้นรูปเย็นต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของเหล็กกล้าไร้สนิม ออสเทนนิติกเกรด 316L ใช้ชิ้นงานทดสอบแรงดึงแบบแผ่นและทดสอบแรงดึงในแนวแกนเดียวแสดงดังรูปที่ 2.11 ชิ้นงานทดสอบมีขนาด 2, 4, 6 และ 8 มิลลิเมตร ถูกยึดด้วยเครื่องทดสอบแรงดึงแบบไมโครคอมพิวเตอร์ยึดชิ้นงาน คิดเป็นปริมาณก่อนการเสียรูป (preformation) 10, 20, 30 และ 40 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งทดสอบแรงดึงที่มีปริมาณของการขึ้นรูปต่างกัน ทดสอบแรงดึง จนกระทั่งชิ้นงานแตกหัก จากผลการวิจัยพบว่าเมื่อปริมาณการขึ้นรูปเย็นเพิ่มขึ้น ความเค้น ณ จุดคราก ของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก 316L จะเพิ่มขึ้นอย่างมาก สามารถอธิบายถึงการเปลี่ยนแปลงพื้นที่หน้าตัดระหว่างการแปรรูป โดยที่ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นจริงและความเครียดจริง แสดงดังรูปที่ 2.12 [14]



รูปที่ 2.11 ชิ้นงานทดสอบแรงดึงแบบแผ่นและทดสอบแรงดึงในแนวแกนเดียว [14]

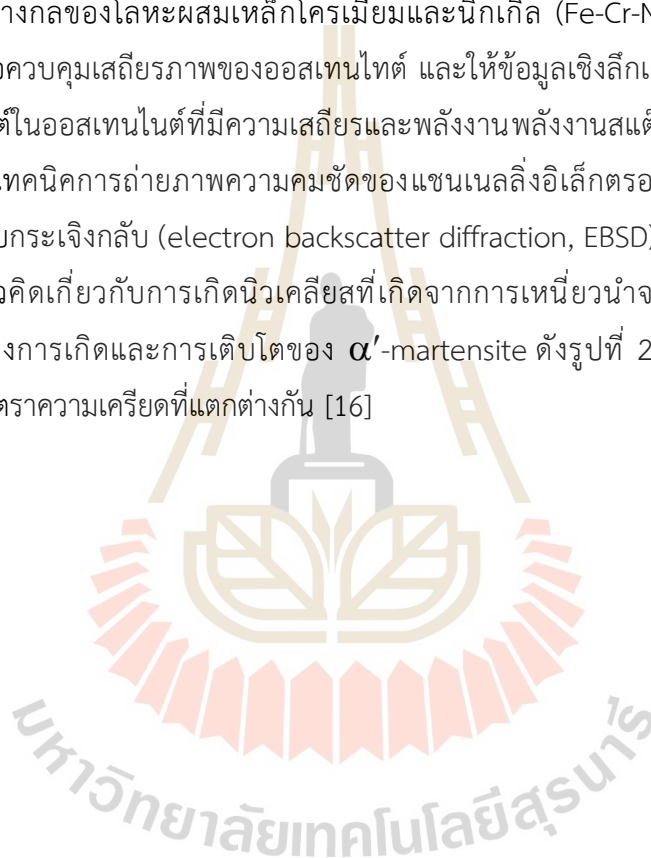


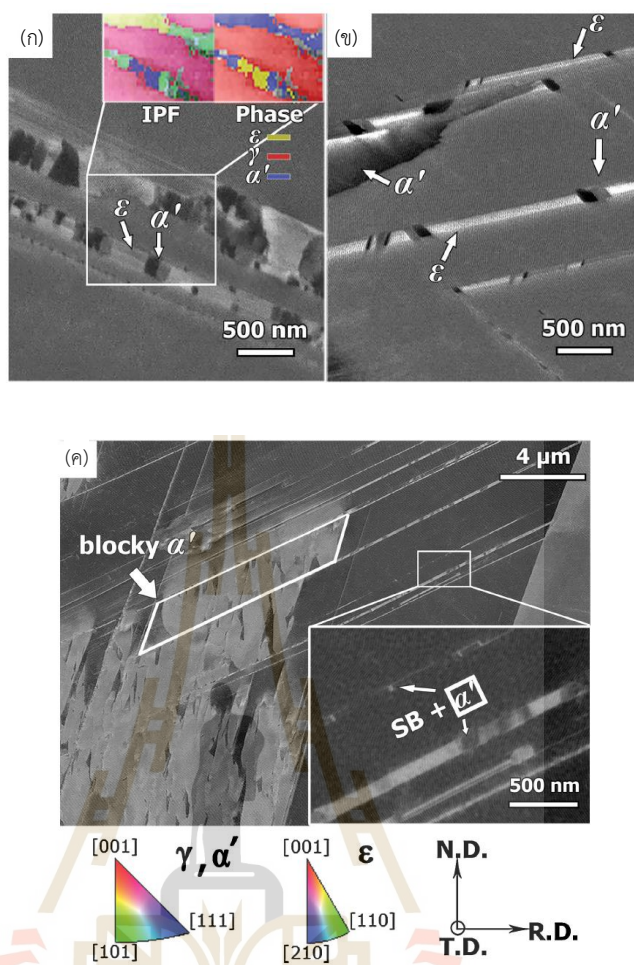
รูปที่ 2.12 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นจริงและความเครียดจริง เมื่อปริมาณการการแปรรูปถาวรต่างกัน [14]

Mishra และคณะ [15] ได้เสนอว่าระนาบแฝดเชิงกลในโครงสร้างจุลภาคผ่านการแปรรูปสามารถมีต้นกำเนิดได้สองแบบคือ การสลายของระนาบแฝดที่เกิดจากความร้อน และเกิดจากการแปรรูป กระบวนการดัดแปลงของ 316L ที่ปริมาณการแปรรูปต่าง ๆ ช่วยให้สามารถระบุความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะพื้นผิวที่เปลี่ยนแปลงไปและปริมาณการแปรรูปได้ และจากการวิจัยได้เสนอว่าขอบเขตของระนาบแฝดการทวิสต์ในโครงสร้างที่ผ่านการแปรรูปสามารถเกิดขึ้นได้สองลักษณะ คือ การสลายตัวของระนาบแฝดที่เกิดจากกระบวนการทางความร้อน (annealing twins) และการก่อตัวของระนาบแฝดเชิงกล (deformation twins)

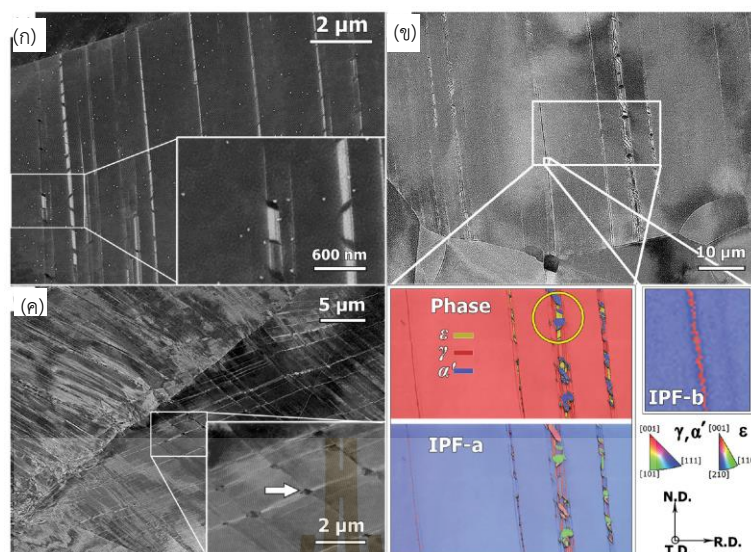
2.3.3 การเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติค (martensitic transformation)

การศึกษาเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคที่เกิดจากการแปรรูปโดยการอภิปรายความแตกต่างระหว่างการเกิดนิวเคลียสที่เกิดจากการเหนี่ยวนำจากความเครียดและการเกิดนิวเคลียสที่เกิดจากความเค้น ซึ่งช่วยให้เข้าใจยิ่งขึ้นเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติคในเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก Fe-18Cr-(10-12) Ni ที่ไม่เสถียร ที่มีค่าพลังงานสแต็กกิ้งฟอลท์ (stacking fault energy) ต่ำ โดยเน้นบทบาทของ ϵ -martensite ในการเริ่มต้นการเกิด α' -martensite โดยช่วยให้เกิดการนิวเคลียสที่แถบเฉือนแต่ละแถบ การศึกษานี้สำรวจพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงทางกลของโลหะผสมเหล็กโครเมียมและนิกเกิล (Fe-Cr-Ni Alloy) มีปริมาณนิกเกิลแตกต่างกันเพื่อควบคุมเสถียรภาพของออสเทนไนต์ และให้ข้อมูลเชิงลึกเกี่ยวกับการเกิดนิวเคลียสของมาร์เทนไซต์ในออสเทนไนต์ที่มีความเสถียรและพลังงานสแต็กกิ้งฟอลท์ที่ต่างกัน การศึกษานี้ใช้เทคนิคการถ่ายภาพความคมชัดของแซนเนลลิ่งอิเล็กตรอน และการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (electron backscatter diffraction, EBSD) ดังรูปที่ 2.13 และ 2.14 เพื่อพัฒนาแนวคิดเกี่ยวกับการเกิดนิวเคลียสที่เกิดจากการเหนี่ยวนำจากความเครียด โดยเน้นความสำคัญของการเกิดและการเติบโตของ α' -martensite ดังรูปที่ 2.15 ในองค์ประกอบเคมี อุณหภูมิ และอัตราความเครียดที่แตกต่างกัน [16]

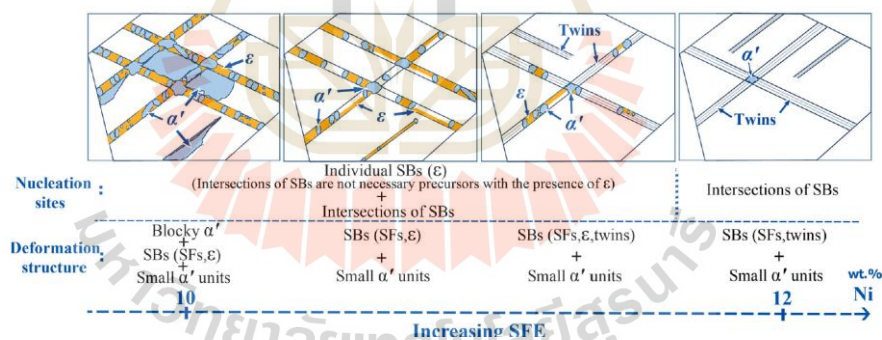




รูปที่ 2.13 โครงสร้างผ่านการแปรรูปที่ 10 เปอร์เซ็นต์ของการลดขนาดในการรีดเย็น (ก) ความสัมพันธ์ระหว่างภาพถ่าย ECCI และ EBSD มาร์เทไนต์แบบบล็อกถูกระบุและแผน ที่สี่ (IPF//R.D.) แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงผลึก (ข) รายละเอียดของแต่ละเฟสของภาพ ECCI และ (ค) ภาพรวม ECCI [16]



รูปที่ 2.14 โครงสร้างผ่านการแปรรูปที่ 10 เปอร์เซ็นต์ของการลดขนาดในการรีดเย็น (ก) โลหะผสม 18Cr-10.5Ni (ข) โลหะผสม 18Cr-11Ni (IPF-b: ระนาบแผดเชิงกล) และ (ค) โครงสร้างผ่านการแปรรูปที่ 30 เปอร์เซ็นต์การลดขนาดในการรีดเย็นของโลหะผสม 18Cr-11.5Ni [16]



รูปที่ 2.15 แผนผังแสดงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างที่ผ่านการแปรรูปและพลังงานที่มีค่าค่าพลังงานสแต็กกิ้งฟอลท์ในโลหะผสมเหล็กโครเมียมและนิกเกิล (Fe-Cr-Ni) ที่มีการเปลี่ยนแปลงของปริมาณนิกเกิล [16]

2.4 การหามุมสัมผัสและการคำนวณพลังงานพื้นผิวอิสระ (Contact Angle and Surface Free Energy)

การศึกษาผลของลักษณะพื้นผิวของพื้นผิวหลักกล้าไร้สนิมต่อการยึดเกาะของแบคทีเรีย [10] มีความสำคัญต่อความเข้ากันได้ทางชีวภาพของวัสดุทางการแพทย์ เนื่องจากเหล็กกล้าไร้สนิมที่มี

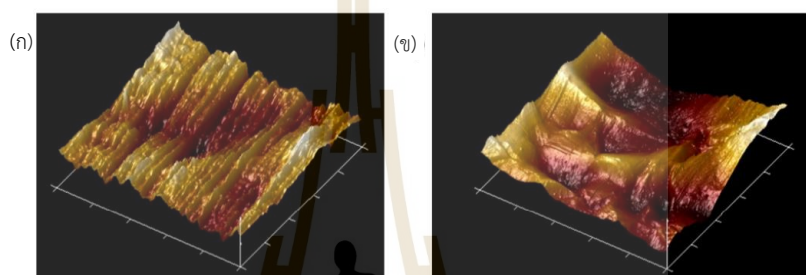
โครเมียมอย่างน้อย 10.5 เปอร์เซ็นต์ ที่ใช้ในงานทางการแพทย์ การยึดเกาะของแบคทีเรียและการสร้างไบโอฟิล์มสามารถนำไปสู่ปัญหาการติดเชื้อ พื้นผิวที่มีลักษณะไมโครหรือนาโนสามารถช่วยพัฒนาพื้นผิวด้านต้านจุลินทรีย์ได้ [17] ความหยาบของพื้นผิวมีผลต่อการยึดเกาะของแบคทีเรีย พื้นผิวที่ผ่านการขัดด้วยไฟฟ้าเคมีแสดงจำนวนเซลล์แบคทีเรียมากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และพบว่าพื้นผิวในระดับนาโนสามารถยับยั้งการยึดเกาะของแบคทีเรียและการก่อตัวของไบโโคโคโลนี โดยลักษณะจำเพาะของพื้นผิวจำแนกโดยการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม และโฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรมิเตอร์ (X-ray Photoelectron spectroscopy, XPS) การประเมินความสามารถในการเปียกผิวของพื้นผิวได้ทำโดยการวัดมุมสัมผัส และการวัดปริมาณรูปร่าง และการยึดเกาะของแบคทีเรียภายหลังจากการเพาะเลี้ยงบนพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิมสามารถทำได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์ฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence Microscope)

การศึกษาความสัมพันธ์ของความหยาบของพื้นผิวต่อการใช้งานทางการแพทย์ได้รับความสนใจอย่างต่อเนื่องโดยเฉพาะงานวิจัยที่กล่าวถึงการปรับเปลี่ยนพื้นผิวต่าง ๆ ของรากฟันเทียม โดยเน้นว่าการเปลี่ยนแปลงเหล่านี้สามารถเพิ่มการยึดเกาะกระดูก ซึ่งเป็นสิ่งสำคัญต่อความสำเร็จของการปลูกรากฟันเทียม [17] ความหยาบของพื้นผิวและและองค์ประกอบทางเคมีของพื้นผิวของการปลูกถ่ายมีบทบาทสำคัญในการกำหนดปฏิกิริยาทางชีวภาพ ความหยาบของพื้นผิวที่เพิ่มขึ้นสามารถเพิ่มความสามารถในการนำกระดูก ซึ่งเป็นความสามารถของพื้นผิวของการปลูกถ่ายในการสนับสนุนการเจริญเติบโตของกระดูก สิ่งนี้เกี่ยวข้องกับการยึดเกาะที่ดีขึ้นของเซลล์สร้างกระดูก (osteoblasts) ไปจนถึงการแสดงออกของยีนและกระบวนการปรับโครงสร้างใหม่

การประเมินความสามารถในการเปียกผิวและพลังงานพื้นผิว [18] สำหรับเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับค่ามุมสัมผัสที่เป็นปัจจัยสำคัญ โดยวัดมุมสัมผัสโดยใช้การทดสอบหยดแบบนิ่งติดพื้นผิว โดยบันทึกมุมของหยดน้ำบนพื้นผิว โดยที่ตัวอย่างชิ้นงานเกิดการแปรรูปการที่ความเครียดต่าง ๆ และมีคำอธิบายว่าการลดลงของมุมสัมผัสนี้บ่งบอกถึงการเพิ่มขึ้นของความชอบน้ำและความสามารถในการเปียก ซึ่งจำเป็นสำหรับการเพิ่มการยึดเกาะของเซลล์บนพื้นผิววัสดุชีวภาพทางการแพทย์ การลดลงของมุมสัมผัสอาจเกิดจากความหยาบของพื้นผิวและพลังงานที่เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากกลไกการเลื่อนและระนาบแฝดที่เกิดขึ้นระหว่างการแปรรูปการ

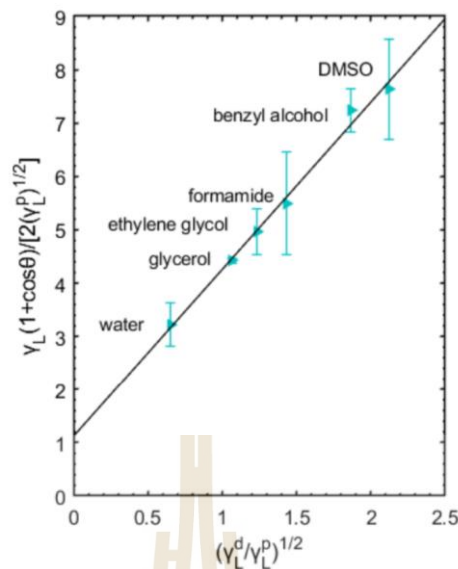
ความสัมพันธ์ระหว่างความหยาบของพื้นผิวและความสามารถในการเปียกของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L โดยเน้นที่ผลของกลไกการแปรรูปการต่อสมบัติเหล่านี้ จากรูปที่ 2.16 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมแสดงให้เห็นว่าความเครียด 15 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานจะบิดเบี้ยว แสดงการเกิดปฏิกิริยาของการเกิดการเลื่อนและระนาบแฝด (slip-twin interaction) ซึ่งการเกิดปฏิกิริยานี้มีความสำคัญต่อการตอบสนองของเซลล์บนพื้นผิวของรากเทียม เนื่องจากจะเพิ่มพลังงานบนพื้นผิวและเร่งการสะสมของโปรตีนที่จำเป็นสำหรับการยึดเกาะของเซลล์บนพื้นผิวของ

วัสดุชีวภาพทางการแพทย์ และสามารถสรุปได้ว่าการแปรรูปถาวรเพิ่มขึ้น บ่งชี้ถึงความสามารถในการเปื่อยที่มากขึ้น โดยกลไกการแปรรูปพลาสติกนำไปสู่ความหยาบและพลังงานของพื้นผิวที่สูงขึ้น [19] ซึ่งความหยาบผิวแต่ละช่วงขนาดทางกายภาพ รวมถึงอนุภาคขนาดเล็กกว่าระดับไมครอน เป็นช่วงขนาดที่พบในเนื้อกระดูกธรรมชาติ ซึ่งเป็นความสำคัญทางชีวภาพของพื้นผิวการปลูกถ่ายที่แตกต่างกันในแต่ละขนาด การเข้าใจถึงบทบาทของลักษณะผิวของวัสดุชีวภาพในช่วงขนาดต่าง ๆ เป็นสิ่งสำคัญในการประเมินความสำคัญของลักษณะเหล่านี้ในการส่งเสริมการยึดติดของกระดูกและความเสถียรของชั้นระหว่างกัน [20]



รูปที่ 2.16 สันฐานพื้นผิวของชิ้นงาน (ก) ชิ้นงานก่อนการแปรรูปถาวร (ข) ชิ้นงานที่ผ่านการแปรรูปถาวรที่ความเครียด 15 เปอร์เซ็นต์ [19]

การศึกษาการวัดพลังงานผิว (surface free energy) ช่วยให้เข้าใจวิธีที่ของเหลวมีปฏิสัมพันธ์กับของแข็ง โดยใช้มุมสัมผัสจากการผสมระหว่างน้ำและของเหลวอื่น ๆ เช่น water-dimethyl sulfoxide (DMSO) ได้มีการพัฒนาวิธีใหม่ในการคำนวณแรงตึงผิว (surface tension) สำหรับการผสมเหล่านี้ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า การใช้การผสมหลาย ๆ ชนิดสามารถลดความไม่แน่นอนในการวัดได้อย่างมีนัยสำคัญ ทำให้การกำหนดพลังงานผิวเป็นเรื่องที่ง่ายขึ้น โดยงานวิจัยนี้ได้แนะนำเทคนิคใหม่ในการแยกพลังงานผิวของสารผสมออกเป็นสองส่วน คือ ของเหลวส่วนที่มีขั้ว (Polar) และส่วนกระจาย (dispersive) ซึ่งเหมาะสำหรับการประยุกต์ใช้ในรูปแบบที่ปรับปรุงของโมเดล Owens-Wendt ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.17 [21]



รูปที่ 2.17 แผนภาพ Owens-Wendt สำหรับ polydimethylsiloxane (PDMS) โดยใช้ของเหลวบริสุทธิ์หลายชนิด [21]

ความสัมพันธ์ค่าเฉลี่ยเชิงเรขาคณิตต่อไปนี้สำหรับแรงตึงผิวระหว่างของแข็งและของเหลวที่ได้จากสมการ (1) ได้รับการพิจารณาจากพลังงานระหว่างผิวที่เกิดจากส่วนประกอบเชิงขั้วและเชิงกระจาย (γ_{SL})

$$\gamma_{SL} = \gamma_S + \gamma_L + 2\sqrt{g_S^D g_L^D} - 2\sqrt{g_S^P g_L^P} \quad (2.1)$$

โดยที่ γ_L คือ แรงตึงผิวของของเหลว (g_L^P) คือ ส่วนประกอบมีขั้วของของเหลว (g_L^D) คือ ส่วนประกอบกระจายตัวของของเหลว และ γ_S คือ แรงตึงผิวของของแข็ง (g_S^P) คือ ส่วนประกอบมีขั้วของของแข็ง และ (g_S^D) คือ ส่วนประกอบกระจายตัวของของแข็ง

สมมูลที่จุดสัมผัสสามเฟสของของแข็ง-ของเหลว-ของเหลว ถูกควบคุมโดยสมการของยัง (Young's equation) สมการที่ 2.2 ซึ่ง γ_{SG} และ γ_{LG} แทนแรงตึงผิวระหว่างของแข็ง-แก๊ส และของเหลว-แก๊ส ตามลำดับ มุมสัมผัสของยัง (θ) อ้างอิงจากสมมติฐานของพื้นผิวที่เรียบและเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมี ซึ่งได้รับอิทธิพลจากของเหลวทดสอบ การแทนค่าพลังงานอิสระของพื้นผิวที่ได้จากสมการ (2.1) ลงในสมการของยังก็จะนำไปสู่โมเดลมุมสัมผัสของ Owens-Wendt ตามที่แสดงในสมการ (2.3)

$$g_{SG} = g_{SL} + g_{LG} \cos \theta \quad (2.2)$$

$$\frac{g_L(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{g_L^P}} = \sqrt{\frac{g_L^d}{g_L}} \sqrt{g_S^d} + \sqrt{g_S^P} \quad (2.3)$$

สมการที่ 3 สามารถปรับรูปใหม่เป็นสมการเชิงเส้นเพื่อประเมินพลังงานผิวโดยตรง โดยใช้ $\frac{g_L(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{g_L^P}}$ เป็นตัวแปรตามและ $\sqrt{\frac{g_L^d}{g_L}}$ เป็นตัวแปรอิสระ กำลังสองของความชันในกราฟ Owens-Wendt ที่เป็นเชิงเส้นคือ g_S^d และกำลังสองของจุดตัด คือ g_S^P



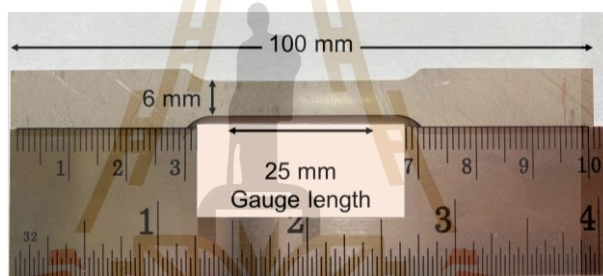
บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1) เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L แผ่นหนา 2 มิลลิเมตร ผ่านกระบวนการรีดเย็นและกระบวนการทางความร้อน ถูกนำมาใช้ในการทดสอบแรงดึงโดยตัดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM E8 [13] ลักษณะชิ้นงานทดสอบแรงดึงแสดงดังรูปที่ 3.1 วัสดุเริ่มต้นมีส่วนผสมทางเคมี และสมบัติแสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ



รูปที่ 3.1 เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L

	ธาตุ (ผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์)								
ปริมาณ โดย น้ำหนัก	Cr	Mn	Ni	Mo	S	Si	C	N	P
	18.00	2.00	14.00	3.00	0.03	0.75	0.03	0.10	0.045

ตารางที่ 3.2 สมบัติของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L

สมบัติของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L			
Cold drawn and annealed	Yield strength	Tensile strength	Density
	310 MPa	620 MPa	8000 kg/m ³

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 1) เครื่องมือขัดชิ้นงานอัตโนมัติ
- 2) กระดาษทรายซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) และ ผงขัดอะลูมินา (alumina powder)
- 3) แผ่นทองแดงสำหรับเป็นขั้วแคโทด
- 4) ชุดอุปกรณ์เครื่องแก้วทดลองที่ใช้กับสารละลายอิเล็กโทรไลต์
- 5) เครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) และชุดให้ความร้อน (heating plate)
- 6) ตู้ดูดควัน
- 7) แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงและชุดสายไฟ
- 8) มัลติมิเตอร์แบบดิจิตอล และแอมป์มิเตอร์แบบดิจิตอล
- 9) เทอร์โมมิเตอร์
- 10) อุปกรณ์สำหรับความปลอดภัยต่าง ๆ ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 1) กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid, H_2SO_4) 85% เกรดวิเคราะห์
- 2) กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid, H_3PO_4) 98% เกรดวิเคราะห์
- 3) กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl) 37% เกรดวิเคราะห์
- 4) กรดไนตริก (nitric acid, HNO_3) 65% เกรดวิเคราะห์
- 5) กลีเซอรอล (glycerol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) เกรดวิเคราะห์

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1) เครื่องตัดด้วยลวดไฟฟ้า (EDM wire cut machine) ยี่ห้อ MITSUBISHI ELECTRIC รุ่น MV 1200R
- 2) เครื่องขัดชิ้นงานแบบจานหมุน ยี่ห้อ LAIZHOU HUAYIN รุ่น MOPAO2DE
- 3) เครื่องทดสอบแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบเนกประสงค์ (Universal Material Testing) ยี่ห้อ Instron รุ่น 5569
- 4) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer) ยี่ห้อ BRUKER รุ่น D8 ADVANCE
- 5) กล้องจุลทรรศน์สแกนด้วยเลเซอร์ (laser scanning microscopy, LSM) ยี่ห้อ Olympus รุ่น LEXT OLS5100
- 6) กล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope, OM) ยี่ห้อ Zeiss รุ่น AXIO Scope A1
- 7) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM) ยี่ห้อ PARK SYSTEMS รุ่น XE-120

8) กล้องบันทึกภาพแบบดิจิทัล (USB digital microscope) ยี่ห้อ IZOXIS รุ่น 1600x 23762

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมชิ้นงานทดสอบ

1) การตัดชิ้นงานทดสอบ ตัดชิ้นงานทดสอบตามแนวรีด (rolling direction) ด้วยขนาดและรูปร่างตาม มาตรฐาน ASTM E8 ดังรูปที่ 3.1 [13] โดยการตัดชิ้นงานด้วยเครื่องตัดเลเซอร์ (laser cutting machine)

2) การขัดผิวชิ้นงานทดสอบด้วยวิธีเชิงกล (mechanical grinding) ขัดหยาบ (grinding) ขัดกระดาษทรายซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) จากกระดาษ ทรายหยาบไปละเอียด (ตั้งแต่เบอร์กระดาษทราย 600 800 1000 และ 1200 ตามลำดับ) ให้ผิวชิ้นงานเรียบ และขัดชิ้นงาน (polishing) ขัดด้วยผงขัดอลูมินา (alumina powder) ขนาด 0.3 และ 0.05 ไมโครเมตร ตามลำดับ

3) การขัดผิวชิ้นงานทดสอบด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า (electropolishing) กำหนดให้ชิ้นงานทดสอบที่ผ่านการเตรียมผิวเชิงกลเป็นขั้วบวก (anode) และแผ่นทองเป็นขั้วลบ (cathode) สารละลายอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) ประกอบด้วยกรดซัลฟิวริก (sulfuric acid, H_2SO_4) และกรดฟอสฟอริก (phosphoric acid, H_3PO_4) ในอัตราส่วน 40 เปอร์เซ็นต์และ 60 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ใช้แรงดันไฟฟ้า 3 โวลต์ เวลา 10 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส แสดงการต่อเซลล์ไฟฟ้าเคมีดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 การต่อเซลล์ไฟฟ้าเคมีสำหรับการขัดผิวชิ้นงานทดสอบด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า

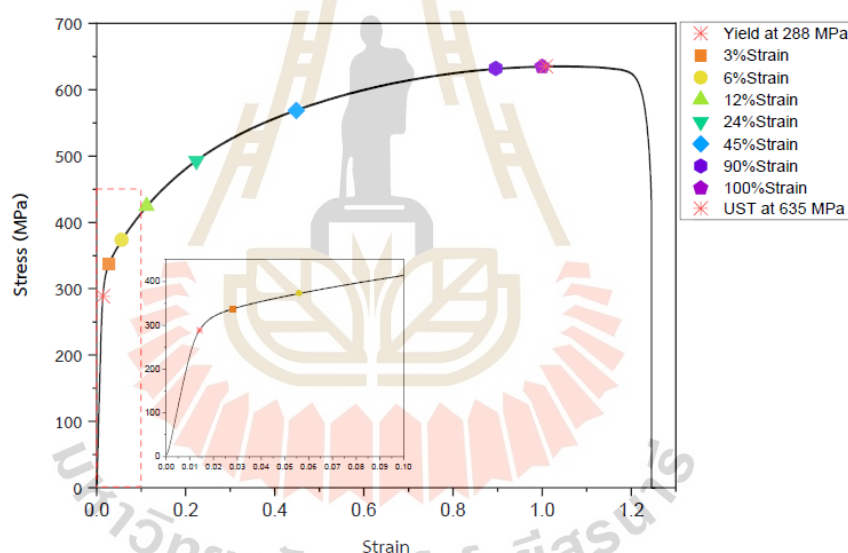
3.3.2 การทดสอบแรงดึง

งานวิจัยนี้มีแนวทางในการกำหนดปริมาณความเครียดจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดจากการทดสอบแรงดึงจนกระทั่งชิ้นงานทดสอบแตกหัก ดัง

รูปที่ 3.3 กำหนดให้ความเร็วในการทดสอบหรือความเร็วในการเคลื่อนที่ของครอสเฮด (crosshead speed) มีค่าคงที่ คือ 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที เป็นค่าที่อยู่ในช่วงมาตรฐานของการทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E8 [13] ทดสอบแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Universal Material Testing) ของบริษัท Instron รุ่น 5569 ในแนวแกนเดียวกับชิ้นงานทดสอบ ขนาดโหลดเซลล์ 50 กิโลนิวตัน

กำหนดเงื่อนไขในการทดสอบ ได้แก่ ความหนาชิ้นงาน 2 มิลลิเมตร ความยาวเริ่มต้น (Gauge length) 25 มิลลิเมตร และระยะห่างระหว่างที่จับยึด (Distance between grips) 40 มิลลิเมตร

1) ให้แรง (load) กับชิ้นงานทดสอบด้วยความเร็วของครอสเฮดคงที่ 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที และหยุดการทดสอบเมื่อค่าความเครียดถึงปริมาณที่กำหนดไว้ (0.03, 0.06, 0.12, 0.24, 0.45, 0.9 และ 1 มิลลิเมตร/มิลลิเมตร)



รูปที่ 3.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดที่เปอร์เซ็นต์ความเครียดต่าง ๆ

2) การวัดระยะยืดตัวที่เกิดขึ้นในชิ้นงานทดสอบภายใต้แรงดึง ทำโดยการวัดระยะห่างระหว่างอุปกรณ์จับยึดชิ้นงาน เมื่ออุปกรณ์จับยึดเคลื่อนที่จะเป็นระยะการยืดตัวของชิ้นงาน [24]

3) วัดแรง (load) ด้วยเซลล์วัดแรง (load cell) ที่ใช้ตัวแปลงสัญญาณ (transducer) จากแรงที่กระทำไปเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า

3.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะจำเพาะของวัสดุ

1) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง พร้อมการสลับแบบแทรกแซงความแปรปรวนต่าง (differential interference contrast, DIC) และกล้องแรงอะตอม โดยเตรียมชิ้นงานด้วยกระบวนการทางโลหวิทยา (metallography) และสารละลายกัดขึ้นรอยชนิด V2A ที่มีส่วนผสมของกรดไฮโดรคลอริก 10 มิลลิลิตร, น้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร และกรดไนตริก 1 มิลลิลิตร โดยการจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายกรดเป็นเวลา 25 - 30 นาที ที่อุณหภูมิห้องอุณหภูมิ

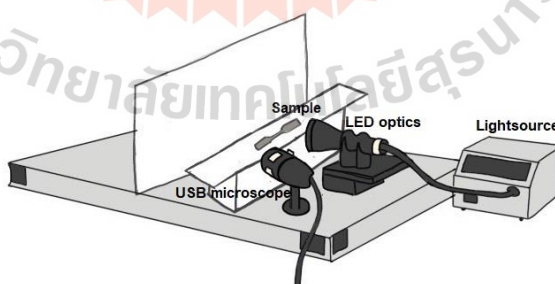
2) ตรวจสอบโครงสร้างผลึกและการเปลี่ยนเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ โดยใช้มุมเลี้ยวเบน (diffraction angle, 2θ) เท่ากับ 20 ถึง 100 องศา, increment angle 0.02 องศา

3) ตรวจสอบลักษณะสันฐานพื้นผิวเชิงจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมขนาดสแกน 5×5 ไมครอน, 10×10 ไมครอน และ 50×50 ไมครอน โดยใช้โหมด Tapping scan

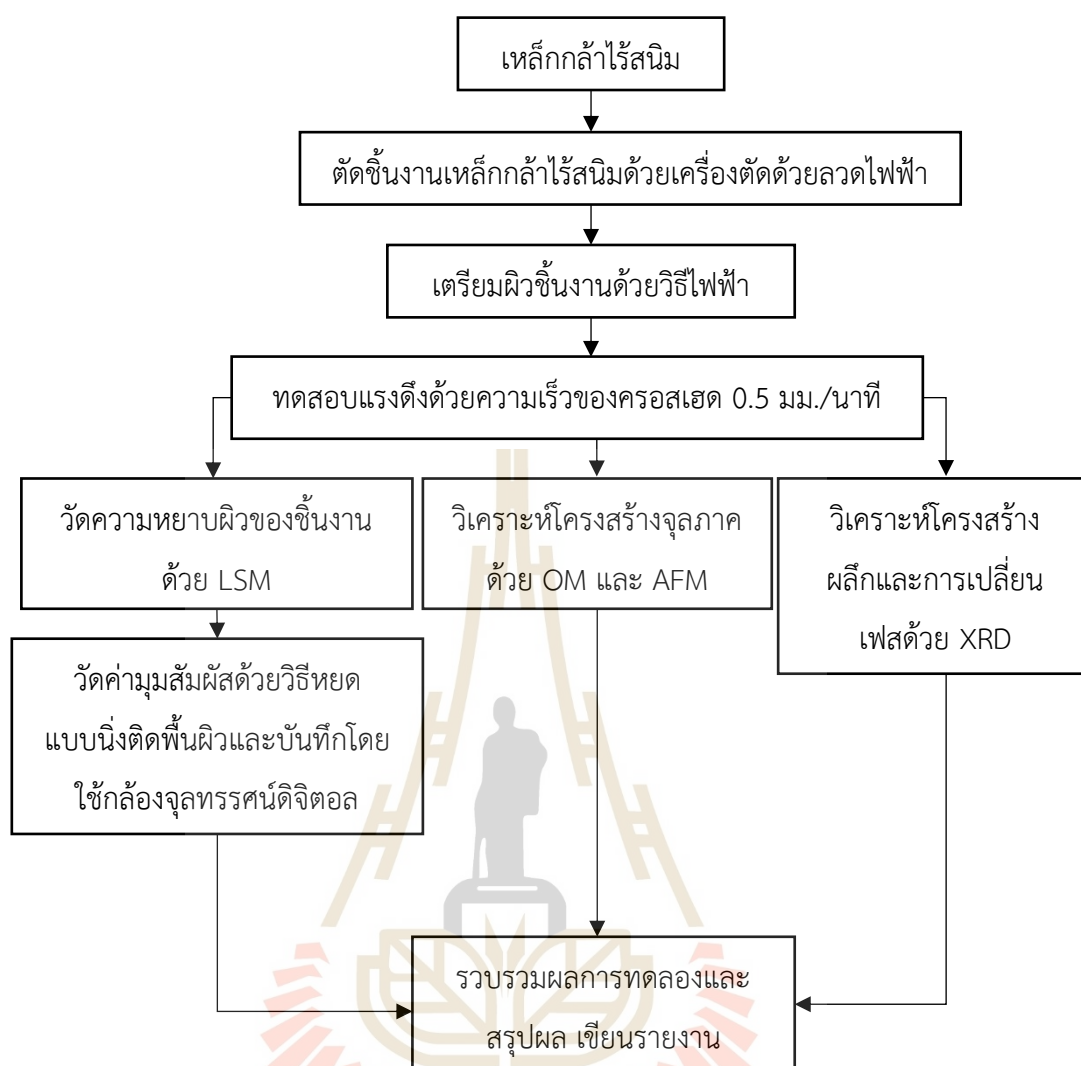
4) ตรวจสอบความหยาบผิวด้วยสแกนด้วยเลเซอร์ ด้วยลำแสงเลเซอร์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.4 ไมครอน

5) การวัดค่ามุมสัมผัส ใช้วิธีการหยดแบบนั่งติดพื้นผิว (sessile drop) วัดมุมสัมผัสคงที่ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ของเหลวทดสอบสองชนิด ได้แก่ น้ำ และกลีเซอรอล วัดที่ตำแหน่งกึ่งกลางของความยาวของชิ้นงานตัวอย่างที่ทดสอบ ของเหลวทดสอบปริมาตร 10 มิลลิลิตร สัมผัสกับพื้นผิวเป็นเวลา 60 วินาที รูปร่างของหยดของเหลวบนพื้นผิวจะถูกบันทึกโดยใช้กล้องจุลทรรศน์ดิจิทัล แสดงการตั้งค่าการวัดมุมสัมผัสบนพื้นผิวของตัวอย่าง ดังรูปที่ 3.4

โดยรูปที่ 3.5 แสดงแผนผังการทดลองโดยสรุปของงานวิจัยนี้



รูปที่ 3.4 การทดสอบการวัดมุมสัมผัส



รูปที่ 3.5 แสดงแผนผังการทดลองโดยสรุป

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 วิวัฒนาการสัญญาณและลักษณะพื้นผิว

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์สแกนด้วยเลเซอร์ แสดงให้เห็นความหยาบของพื้นผิวและการสร้างภาพสามมิติของลักษณะพื้นผิวในระดับไมโครเมตรของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ผ่านการแปรรูป แสดงดังรูปที่ 4.1 (ก) แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านการแปรรูป โดยแสดงพื้นผิวเกือบแบนราบพร้อมไม่เสมอกันเล็กน้อย วิวัฒนาการของความไม่เสมอกันของพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ผ่านการแปรรูปแสดงดังรูปที่ 4.1 (ข-จ) ภายหลังแปรรูปที่ความเครียด 2 เปอร์เซ็นต์ (รูปที่ 4.1 (ข) พื้นผิวที่แปรรูปจะแสดงการระนาบแฝดเชิงกล และการไม่เสมอกันของพื้นผิวที่เกิดจากเส้นการเลื่อน (slip lines) เมื่อมีปริมาณความเครียดเพิ่มขึ้น เส้นการเลื่อนใกล้ขอบเกรนจะพัฒนาขึ้นในเกรนทั้งหมด ร่วมกับเส้นการเลื่อนที่ทำงานอยู่บนระบบการเลื่อนที่แตกต่างกัน รูปที่ 4.1 (จ) แสดงเส้นเลื่อนหลายเส้นบนพื้นผิวที่แปรรูปหลังจากผ่านความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ ความชัดเจนของเส้นการเลื่อนเหล่านี้ขึ้นอยู่กับปริมาณของการแปรรูปจากความเครียด ขนาดหลุมลึก หรือระยะทางจากจุดต่ำสุด ถึงจุดสูงสุด และเส้นการเลื่อนที่เพิ่มมากขึ้นทำให้เกิดการบิดเบี้ยวทางสัญญาณวิทยาของพื้นผิว

ค่าความหยาบเฉลี่ยของพื้นผิวตามอนุกรมเลขคณิต (S_a) กล้องจุลทรรศน์สแกนด้วยเลเซอร์ 3 มิติ ซึ่งให้ค่า S_a ที่ 0.062 ไมโครเมตร สำหรับตัวอย่างที่ไม่มีแปรรูป และ 0.350, 0.695, 1.017 และ 1.667 ไมโครเมตร สำหรับปริมาณความเครียด 2 เปอร์เซ็นต์ 5 เปอร์เซ็นต์ 10 เปอร์เซ็นต์ และ 25 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ตามที่ระบุไว้ ค่า S_a แสดงถึงความหยาบของพื้นผิวในระดับเล็กกว่าไมครอน จากลักษณะพื้นผิว 3 มิติ พื้นผิวที่ปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ จะมีความหยาบกว่าพื้นผิวที่ปริมาณความเครียดต่ำกว่า เมื่อพิจารณาค่าความหยาบ (S_a) แล้ววัสดุชีวภาพทางการแพทย์ที่โดยทั่วไปสามารถจำแนกได้เป็น 4 กลุ่ม ได้แก่ เรียบ ($S_a = 0.5$ มม.) หยาบเล็กน้อย ($S_a = 0.5$ มม. ถึง 1.0 มม.) หยาบปานกลาง ($S_a = 1.0$ มม. ถึง 2.0 มม.) และหยาบ ($S_a > 2.0$ มม.) [25] สำหรับแผ่นโลหะตามกระดูกเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ก่อนและหลังการแปรรูป ตัวอย่างทั้งหมดที่ตรวจสอบในการศึกษานี้จะอยู่ในประเภทเรียบหรือหยาบเล็กน้อย ความหยาบของพื้นผิวเป็นตัวบ่งชี้เชิงปริมาณที่สำคัญของลักษณะพื้นผิว โดยการเปลี่ยนแปลงจะส่งผลต่อลักษณะจำเพาะโครงสร้างของพื้นผิว [26] ลักษณะของพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L

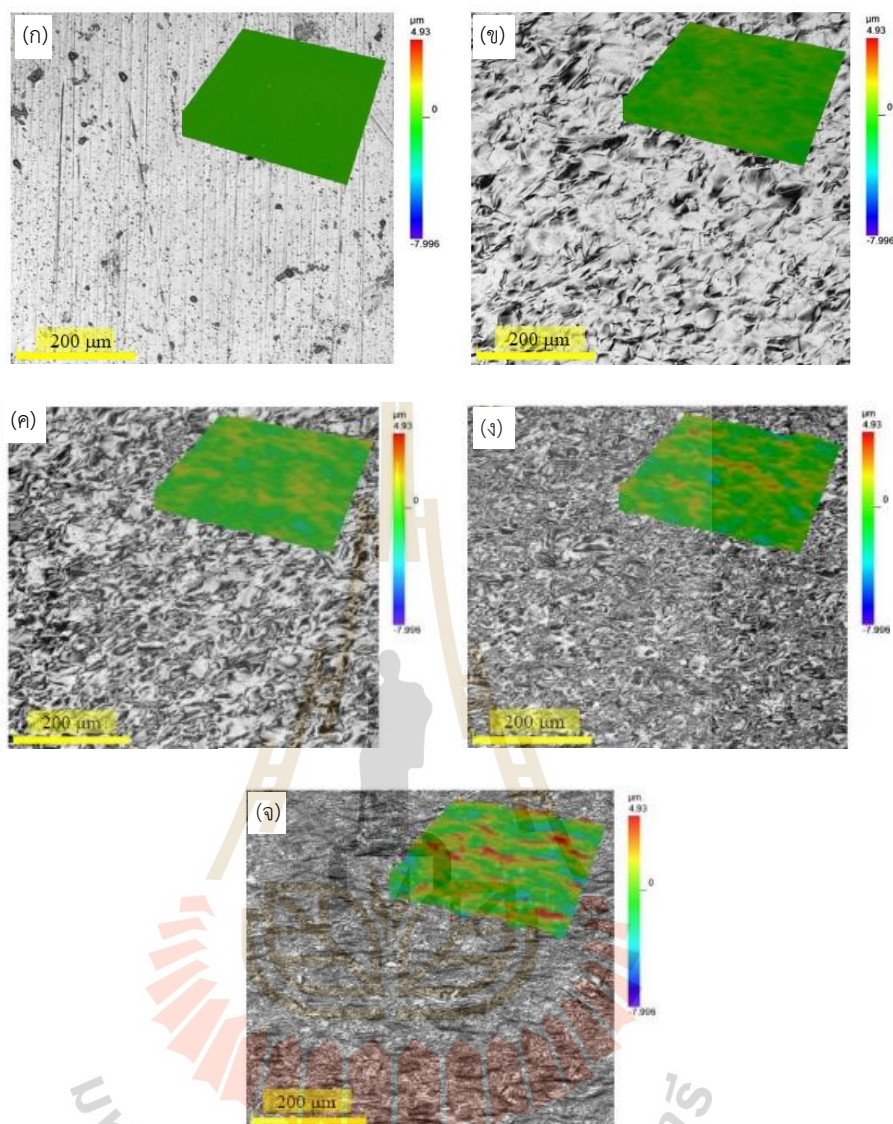
เมื่อเปรียบเทียบกับเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ไม่มีการแปรรูป ตัวอย่างที่แปรรูปจะมีขนาดเกรนเฉลี่ยเล็กกว่าอย่างมีนัยสำคัญ โดยโครงสร้างจุลภาคของของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ไม่ผ่านการแปรรูป 316L ในรูปที่ 4.2 (ก) ประกอบด้วยโครงสร้างอสเทนไนต์มีขนาดเท่ากันในทุก ๆ ทิศทางและระนาบแผ่จากการอบอ่อน ตัวอย่างความเครียด 2 เปอร์เซ็นต์ ในรูปที่ 4.2 (ข) เส้นการเลื่อนแบบขนานเริ่มปรากฏภายในเกรนและระนาบแผ่จากการอบอ่อนก็ปรากฏเช่นกัน เมื่อการปริมาณการแปรรูปเพิ่มขึ้น จำนวนเส้นการเลื่อนเพิ่มขึ้นและระนาบแผ่จากการอบอ่อนยังคงสังเกตได้ สำหรับโครงสร้างของตัวอย่างที่มีปริมาณความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ 25 เปอร์เซ็นต์ แสดงในรูปที่ 4.2 (ง) และรูปที่ 4.2 (จ) ตามลำดับ โดยตัวอย่างที่มีปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ การเลื่อนและรอยจุดตัดของการเลื่อนเริ่มปรากฏ เส้นการเลื่อนมีการจัดเรียงตัวในทิศทางต่าง ๆ เนื่องจากระบบการเลื่อนทำงานพร้อมกัน

ภายหลังจากการแปรรูปและผ่านการตรวจสอบได้ใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ดังแสดงในรูปที่ 4.3 รูปที่ 15 (ก-ข) แสดงพื้นที่การสแกน 10 ไมโครเมตร $\times$ 10 ไมโครเมตร ของตัวอย่างที่แปรรูปโดยมีความเครียด 2 เปอร์เซ็นต์ และ 5 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ การสร้างภาพสามมิติของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมแสดงให้เห็นลักษณะของพื้นผิวที่มีระดับความเรียบต่างที่แตกต่างกัน ซึ่งบ่งชี้ถึงการเพิ่มขึ้นของจำนวนเส้นการเลื่อนเมื่อความเครียดเพิ่มขึ้น ในรูปที่ 4.3 (ค) ตัวอย่างความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ เผยให้เห็นความเข้มข้นของเส้นการเลื่อนที่สูงกว่าในตัวอย่างความเครียด 2 เปอร์เซ็นต์ และ 5 เปอร์เซ็นต์ การตัดกันของการเลื่อนที่ขอบเกรน ซึ่งสังเกตได้ในรูปที่ 4.3 (ง) ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานความเครียด 5 เปอร์เซ็นต์ ถือเป็นเหตุการณ์ที่เกิดขึ้นทั่วไป อย่างไรก็ตามลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ ไม่แสดงเส้นการเลื่อนที่ตัดกับขอบเกรน ผลการค้นพบเหล่านี้บ่งชี้ถึงการเปลี่ยนผ่านการเลื่อน (การเปลี่ยนผ่านแรงเฉือน) ระหว่างการแปรรูปถาวร [17] โดยสรุป ที่ปริมาตรความเครียด 5 เปอร์เซ็นต์ เส้นการเลื่อนจะบรรจบกันที่ขอบเกรน ในขณะที่ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ แสดงเส้นการเลื่อนที่ไม่ตัดกัน (รูปที่ 4.3 (ง-จ)) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม เป็นเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคเพื่อระบุและตรวจสอบจุดตัดของการเลื่อนที่ขอบเกรนภายใต้ปริมาณความเครียดต่าง ๆ การสังเกตโดยละเอียดที่ความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ เผยให้เห็นการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญในโครงสร้างการแปรรูปเส้นการเลื่อน ซึ่งอาจปรากฏเป็นเส้นตรงหรือโค้งบนพื้นผิว แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงในทิศทางที่เห็นได้ชัด รูปที่ 4.3 (ก) แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงที่ได้รับผลกระทบเหล่านี้ โดยเน้นที่จุดตัดของเส้นการเลื่อนและให้ข้อมูลเชิงลึกเกี่ยวกับกลไกการแปรรูปที่ซับซ้อนที่เกิดขึ้น

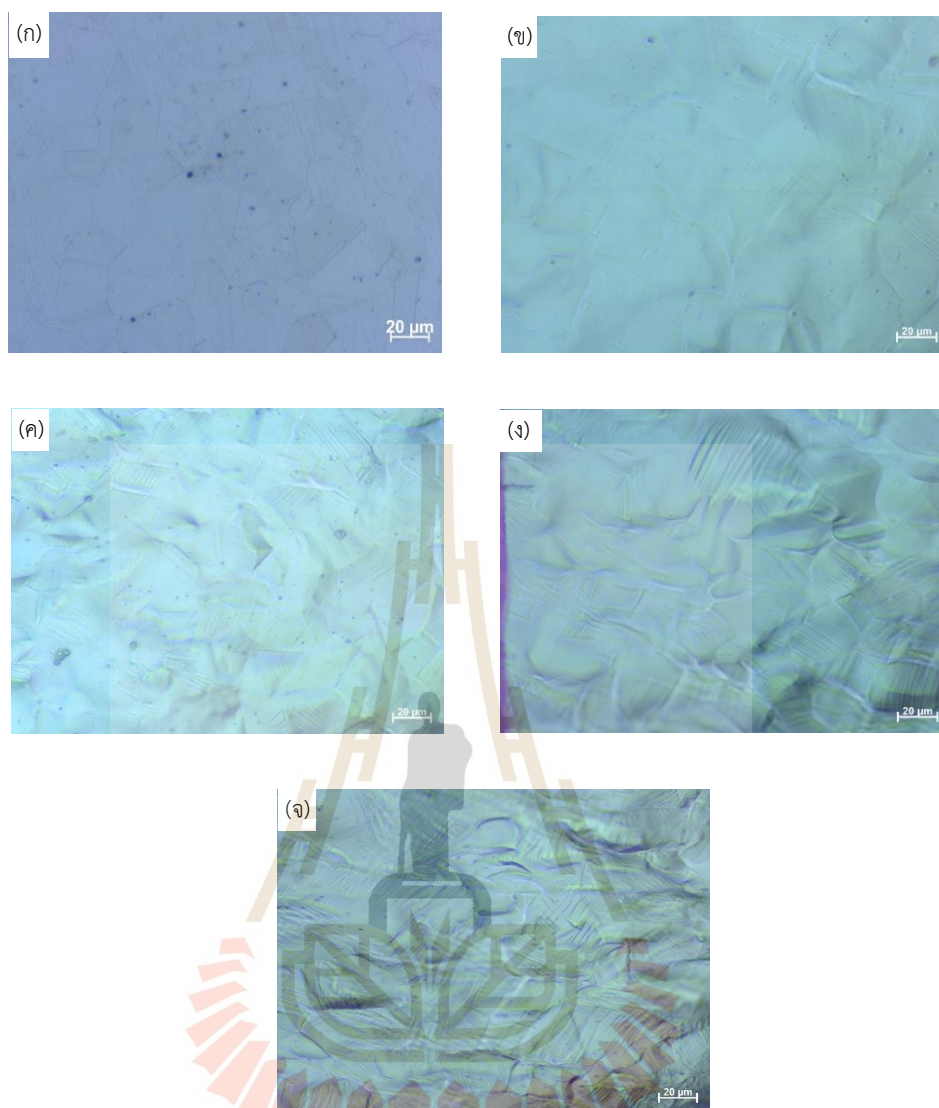
ความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญในความแตกต่างของความสูงของลักษณะสันฐานพื้นผิว ซึ่งสูงถึง 400 นาโนเมตรที่ขอบเกรนนั้นเห็นได้ชัดในรูปที่ 4.3 (ฉ) ภาพกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (ขนาดสแกน 20 ไมโครเมตร $\times$ 20 ไมโครเมตร) แสดงรูปแบบเส้นตัดขวางและการวัดความสูงที่สอดคล้อง

กัน สำหรับการใช้งานกับวัสดุชีวภาพทางการแพทย์ ลักษณะสัณฐานพื้นผิวแบบเล็กกว่าไมครอนมีบทบาทสำคัญในการเชื่อมกระดูก ในขณะที่ลักษณะสัณฐานพื้นผิวแบบไมครอนหรือไมครอนแบบหยาบกว่ามีความจำเป็นต่อเสถียรภาพของส่วนต่อประสานระหว่างหน้าสัมผัสในระยะยาวของวัสดุชีวภาพทางการแพทย์ [21]

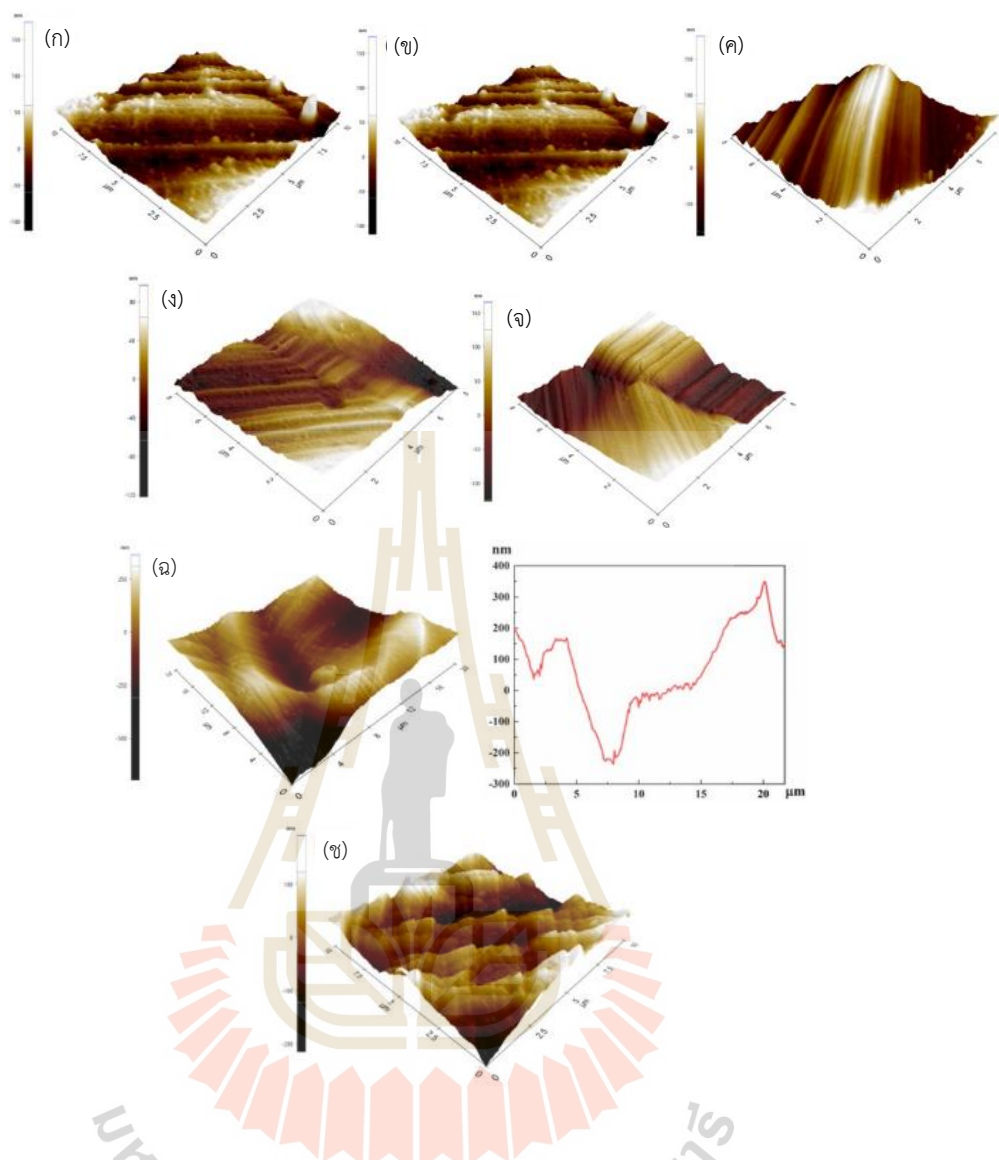
การตรวจสอบพื้นผิวที่ทำโดยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม มักใช้เส้นการเลื่อนเพื่อให้เข้าใจถึงการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน เมื่อปริมาณความเครียดทางกลเพิ่มขึ้น พบว่ามีการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของดิสโลเคชัน (dislocations) ภายในเกรนอย่างพร้อมเพรียงกัน นำไปสู่กระบวนการปฏิสัมพันธ์ระหว่างดิสโลเคชันภายในเกรนที่หลากหลาย ซึ่งเกี่ยวข้องกับการเคลื่อนที่ (glide) ของดิสโลเคชันที่มีลักษณะขยายตัวบนระบบการเคลื่อนที่แบบต่าง ๆ [27] การตรวจสอบจากกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม สามารถสังเกตลักษณะจำเพาะของพื้นผิวเหล่านี้ได้ รูปที่ 4.3 (ฉ) แสดงการเกิดการเลื่อน บนพื้นผิวของตัวอย่างที่มีความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์ จุดตัดกันของการเลื่อน (slip intersections) ทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นต่อการเกิดมาร์เทนไซต์ตามที่ Olsen และ Cohen [26] ได้เสนอไว้ การเปลี่ยนแปลงของมาร์เทนไซต์ที่เกิดจากความเครียดนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งบ่งชี้ว่ามาร์เทนไซต์ก่อตัวที่ตำแหน่งนิวเคลียสที่เกิดจากการแปรรูปถาวร เช่น จุดตัดของแถบเฉือน (shear band intersections) เพื่อยืนยันการเกิดการเปลี่ยนแปลงของมาร์เทนไซต์ การเปลี่ยนแปลงเฟสของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L สามารถตรวจสอบได้จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานในระดับจุลภาคและผ่านการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งให้ข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก ของมาร์เทนไซต์ ในขณะที่การตรวจสอบพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม [28] จะทำให้เห็นการพัฒนาของแถบการเลื่อนซึ่งให้ข้อมูลเกี่ยวกับกลไกการแปรรูปถาวร และแสดงถึงแนวโน้มของการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน ที่อาจเคลื่อนที่แบบร่วมมือกันเป็นกลุ่มบนพื้นผิวการเลื่อนที่อยู่ติดกัน หรือเคลื่อนที่แบบอิสระและแยกตัวออกจากกัน การสังเกตการเลื่อนของพื้นผิว [27, 29] เป็นเครื่องมือเพื่อทำความเข้าใจการเคลื่อนที่แบบร่วมมือกันของดิสโลเคชัน ข้อมูลที่เก็บรวบรวมจากการสังเกตบนพื้นผิวจะเป็นตัวแทนของการแปรรูปภายในชิ้นงาน ซึ่งสอดคล้องกับการสังเกตจากการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาพื้นผิวของทองแดงที่แปรรูป [29] การเกิดระนาบแฝดภายใต้ความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ ดังที่แสดงใน รูปที่ 4.3 (จ) แสดงให้เห็นระนาบแฝดเชิงกลซึ่งมีลักษณะเฉพาะของขอบเขตระนาบแฝด (twin boundary) ริบบอนทวิน (twin ribbon) แสดงลักษณะของรูปแบบการเลื่อนข้ามขอบเขตระนาบแฝด S. Mishra และคณะ [30] เสนอว่าขอบเขตระนาบแฝดในโครงสร้างที่ผ่านการแปรรูปอาจมีจุดกำเนิดได้ 2 แบบ คือ การสลายตัวของระนาบแฝดจากการอบอ่อนดั้งเดิมและการเกิดระนาบแฝดจากการแปรรูป กระบวนการแปรรูปของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดที่แตกต่างกันทำให้สามารถระบุความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะสัณฐานที่เกิดจากความไม่เสมอกันของพื้นผิวและปริมาณของการเสียรูปได้ง่าย และทำนายระดับการแปรรูปที่นำไปสู่การเกิดลักษณะสัณฐานดังกล่าว



รูปที่ 4.1 ภาพกล้องจุลทรรศน์แบบสแกนด้วยเลเซอร์และภาพของลักษณะสามมิติของพื้นผิว เหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ (ก) ไม่แปรรูป (ข) 2 เปอร์เซ็นต์ (ค) 5 เปอร์เซ็นต์ (ง) 10 เปอร์เซ็นต์ และ (จ) 25 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 4.2 ภาพกล้องจุลทรรศน์แสงของพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ (ก) ไม่แปรรูป (ข) 2 เปอร์เซ็นต์ (ค) 5 เปอร์เซ็นต์ (ง) 10 เปอร์เซ็นต์ และ (จ) 25 เปอร์เซ็นต์



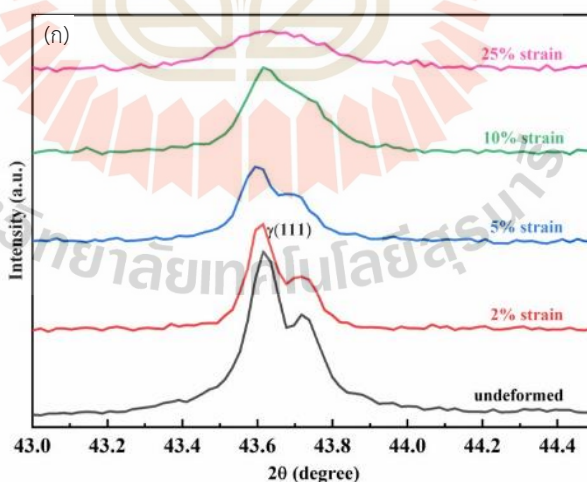
รูปที่ 4.3 วิวัฒนาการในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ (ก) 2 เปอร์เซ็นต์ (ข) 5 เปอร์เซ็นต์ (ค) 10 เปอร์เซ็นต์ (ง) แสดงจุดที่เส้นการเลื่อนตัดกันที่ขอบเกรน เมื่อปริมาณความเครียด 5 เปอร์เซ็นต์ (จ) แสดงกรณีที่เส้นการเลื่อนไม่ตัดกันที่ขอบเกรน เมื่อปริมาณความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ (ด) การแสดงการเปลี่ยนแปลงความสูงของพื้นผิวที่ปริมาณความเครียด 10% และ (ข) แสดงจุดตัดกันของเส้นการเลื่อนภายใต้ปริมาณความเครียด 25 เปอร์เซ็นต์

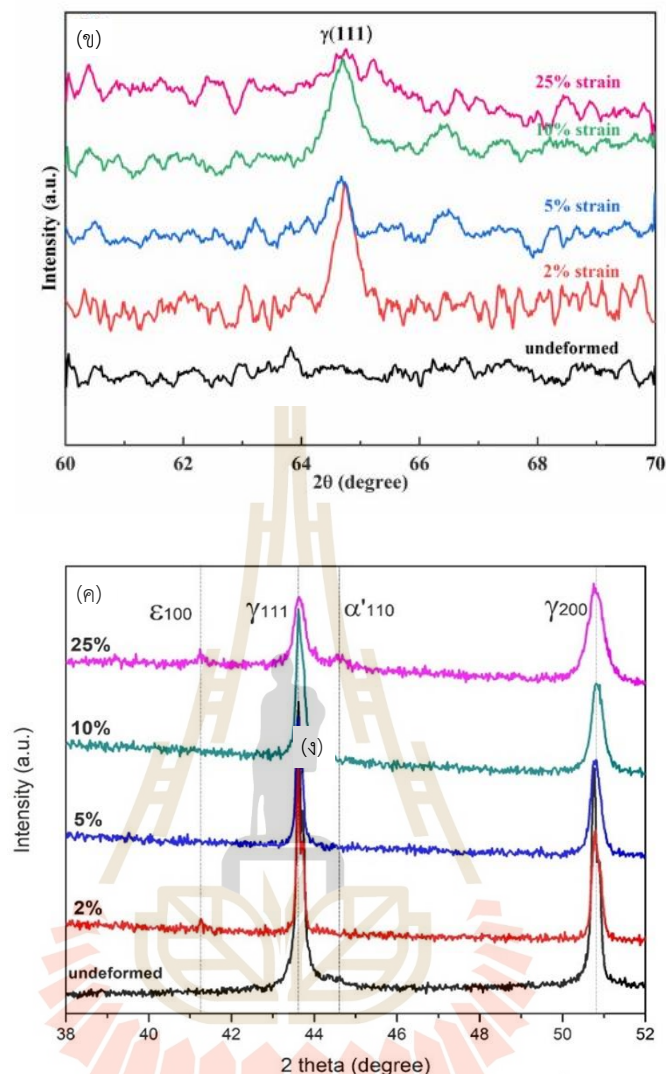
4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เผยให้เห็นการมีอยู่ของเฟสออสเทนไนต์และมาร์เทนไซต์ในเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ก่อนและหลังแปรรูปถาวร โดยรูปที่ 4.4 (ก) แสดงให้เห็นพีคหลักปรากฏที่

2 θ โดยประมาณ ซึ่งสอดคล้องกับเฟสออสเทนไนต์ ได้แก่ $\gamma(111)$ $\gamma(200)$ $\gamma(220)$ และ $\gamma(311)$ โดยรูปที่ 4.4 (ข) ยังแสดงให้เห็น จะมีลักษณะเป็น broad peak แบบไม่สมมาตร ที่มุมการเลี้ยวเบนประมาณ 43° ของชิ้นงานที่หลังการแปรรูปถาวร 2 เปอร์เซ็นต์ ส่วนชิ้นงานหลังการแปรรูปถาวร 25 เปอร์เซ็นต์ จะมีลักษณะเป็น broad peak และรูปที่ 4.4 (ค) α' -martensite แสดงการสะท้อนฟิครองที่มุมเลี้ยวเบน 65° และความเข้มฟิครองของการเลี้ยวเบนจะลดลงเมื่อระดับการแปรรูปถาวรเพิ่มขึ้น

ผลกระทบของความหนาแน่นผิวต่อประสิทธิภาพการทำงานในร่างกายของวัสดุโลหะชีวภาพเผยให้เห็นทั้งข้อดีและข้อเสีย สมบัติการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มีความสำคัญและต้องได้รับการพิจารณาอย่างรอบคอบในการเลือกวัสดุและกระบวนการผลิต การแปรรูปถาวรสามารถทำลายฟิล์มป้องกันบนพื้นผิวได้ เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคระหว่างการแปรรูปถาวรมักเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก การเกิดรนาบแฝด การจับคู่ การเลื่อนในกรณีของวัสดุโลหะชีวภาพทางการแพทย์ที่ชั้นอะตอมที่อยู่ด้านบนสุดของพื้นผิวจะสัมผัสกับของเหลว และชั้นฟิล์มป้องกันจะทำหน้าที่ป้องกันการกัดกร่อน อย่างไรก็ตามเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ไม่สามารถทนทานต่อการแปรรูปถาวรได้ ซึ่งอาจทำให้เกิดอาการแพ้ได้ ปริมาณนิเกิลเหล็กกล้าไร้สนิม 316L อาจทำหน้าที่เป็นองค์ประกอบที่ก่อให้เกิดมะเร็งซึ่งอาจถูกปล่อยออกมาในร่างกายระหว่างการกัดกร่อน [23,24]





รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สำหรับการระบุเฟสบนตัวอย่างทั้งที่ไม่ได้รับการแปรรูป และได้รับการแปรรูปปริมาณความเครียดต่าง ๆ (ก) การเปลี่ยนแปลงของความเข้มพีคของ ออสเทนไนต์ (ข) ที่มุมประมาณ 65 องศา แสดงความเข้มของพีค α' (200) โดยมีปริมาณ ความเครียดที่แตกต่างกันของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L และ (ค) แสดงถึงการตรวจพบของ ϵ -martensite

4.3 การวัดมุมสัมผัสและการคำนวณพลังงานอิสระบนพื้นผิว

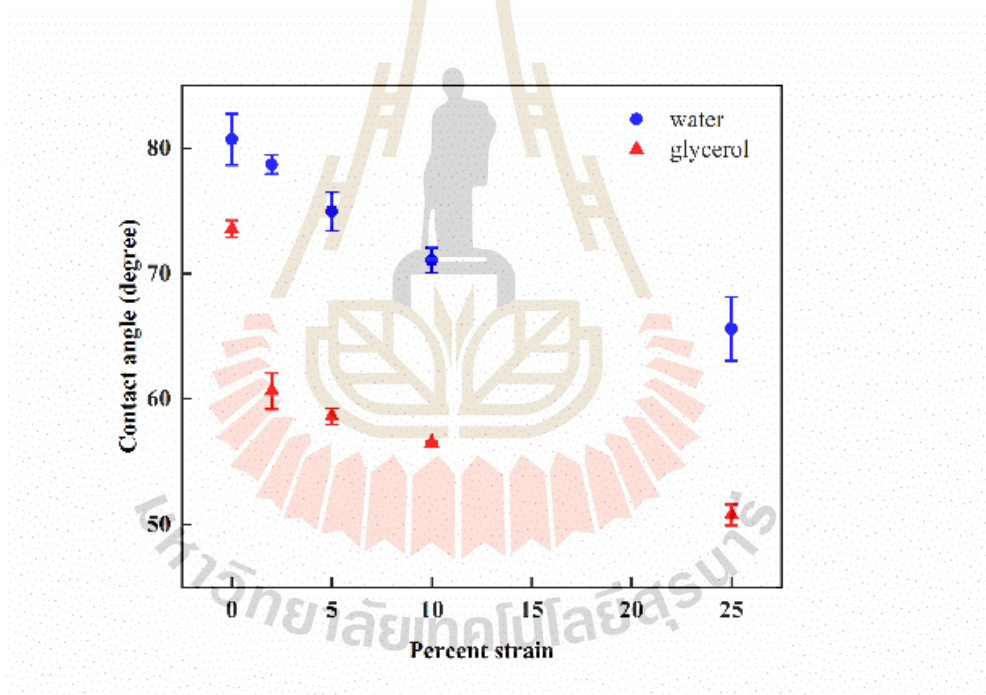
การวัดมุมสัมผัสของหยดของเหลวหลายหยดบนพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L เผยให้เห็น สมบัติในการเปียกที่แตกต่างกัน ปริมาณของการแปรรูปส่งผลต่อความสามารถในการเปียกของพื้นผิว เหล็กกล้าไร้สนิม 316L รูปที่ 4.5 แสดงแนวโน้มที่คล้ายกันสำหรับของเหลวสองชนิด โดยค่าของมุม

สัมผัสจะลดลงเมื่อเปอร์เซ็นต์ความเครียดเพิ่มขึ้น ผลการค้นพบเหล่านี้สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงทางภูมิประเทศที่สังเกตได้ในภาพจุลภาค LSM (รูปที่ 4.1) ซึ่งบ่งชี้ถึงผลกระทบที่สำคัญของลักษณะพื้นผิว เช่น ลักษณะทางภูมิประเทศและความหยาบของพื้นผิว ต่อความสามารถในการเปียกของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L มุมสัมผัสจะเพิ่มขึ้นตามความหยาบของพื้นผิวโดยเฉลี่ย (S_a) พลังงานอิสระของพื้นผิวที่คำนวณได้ถูกกำหนดจากความสัมพันธ์ Owens–Wendt โดยการเปรียบเทียบมุมสัมผัสของน้ำและกลีเซอรอลบนพื้นผิว โดยรูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ Owens–Wendt ระหว่างน้ำและกลีเซอรอลบนพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ผ่านการประมวลผลในระดับการเสีรูปต่าง ๆ เมื่อระดับการเสีรูปเพิ่มขึ้น ความหยาบของพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ก็เพิ่มขึ้นด้วย ทำให้ค่าพลังงานอิสระของพื้นผิวเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามพลังงานอิสระของพื้นผิวของตัวอย่างที่เสีรูปหลังจากความเครียด 2% (รูปที่ 4.6) ต่ำกว่าของตัวอย่างที่ไม่ได้รับการแปรรูป บ่งชี้ถึงการมีอยู่ของปัจจัยสำคัญที่มีอิทธิพลต่อพลังงานอิสระของพื้นผิว Ye Tian และคณะ [29] อธิบายว่า ϵ -martensite ทำให้เกิดนิเวศของ α' -martensite และส่งผลช่วยในการสร้างที่แถบเลื่อนแต่ละแถบ เมื่อพลังงานอิสระบนพื้นผิวเพิ่มขึ้นและการเกิดการแปรรูปเป็นระนาบแผดมากขึ้น จุดตัดของแถบเลื่อนจึงกลายเป็นจุดนิเวศหลักของ α' -martensite

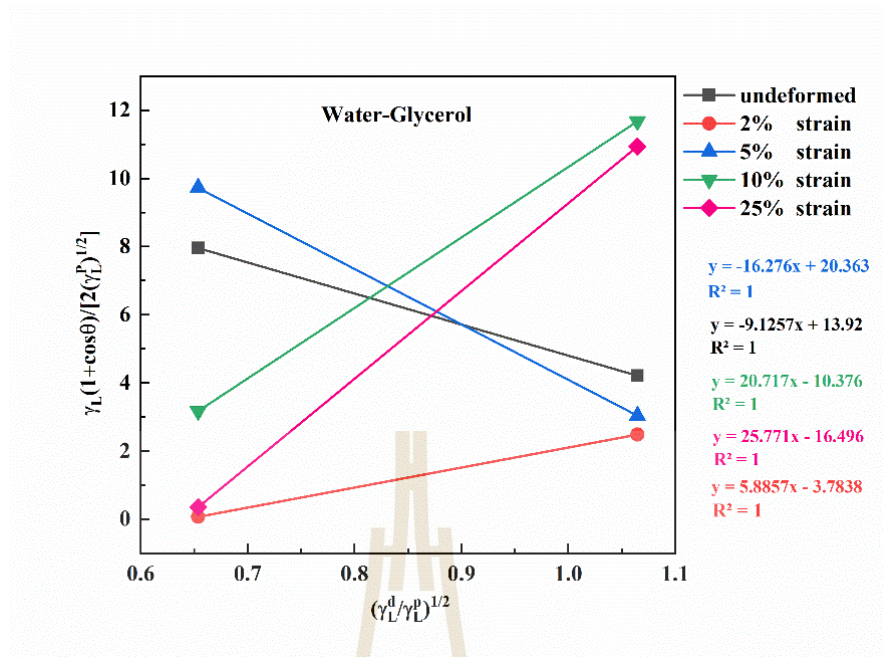
ในการศึกษาของเราพลังงานอิสระบนพื้นผิวลดลงจาก 6.75 mN/m เป็น 4.37 mN/m สำหรับตัวอย่างที่ไม่ได้รับการผิกรูปร่างและตัวอย่างที่ผ่านแปรรูปเนื่องจากความเครียด 2 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสอดคล้องกับผลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ระบุเฟสของ α' -martensite ในตัวอย่างที่ผ่านการแปรรูปถาวร ผลการค้นพบของงานวิจัยนี้สอดคล้องกับการศึกษาการการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับในวิวัฒนาการโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิม SUS321 ภายใต้ความเครียดที่แตกต่างกันในระหว่างการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติกที่เกิดจากการแปรรูปถาวร (DIM) การศึกษาพบว่า ϵ -martensite น่าจะเริ่มต้นขึ้นภายในแถบการเลื่อน ซึ่งทำทฤษฎีเกี่ยวกับระยะเริ่มแรกที่สันนิษฐานไว้ก่อนหน้านี้ที่จุดตัดของแถบการเลื่อน แถบการเลื่อนได้รับการระบุว่าเป็นตำแหน่งนิเวศของ ϵ -martensite [30] และเกิดการขยายตัวเชิงเนื่องจากการเปลี่ยนทิศทางอย่างกะทันหันของอะตอมคาร์บอนและเหล็กในระหว่างการเปลี่ยนแปลงมาร์เทนซิติก [31] พลังงานอิสระบนพื้นผิวที่ลดลงจะขับเคลื่อนการจัดเรียงตัวของโครงสร้างของผลึกในระดับนาโน [29,32] การแปรรูปถาวรมีอิทธิพลต่อการก่อตัวของชั้นฟิล์มป้องกันเนื่องจากมีออกไซด์ชั้นนอกประกอบด้วยเหล็กออกไซด์ ในขณะที่ชั้นในประกอบด้วยโครเมียมออกไซด์บนพื้นผิวเหล็ก [33] การศึกษาเกี่ยวกับอิทธิพลของการแปรรูปถาวรบนฟิล์มป้องกันของเหล็กกล้าไร้สนิม 304 พบการเปลี่ยนแปลงในปริมาณธาตุองค์ประกอบของเนื่องมาจากฟิล์มป้องกันและการเหนี่ยวนำให้เกิดมาร์เทนไซด์ที่เกิดจากการแปรรูปผ่านกระบวนการรีดเย็น [34] และผลจากการทดลองแสดงให้เห็นว่าปริมาณออกไซด์จะลดลงหากเฟสของ α' -martensite น้อยกว่า 6 เปอร์เซ็นต์ ยิ่งไปกว่านั้นหลังการแปรรูปด้วย

ความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ ส่วนประกอบเชิงชั่วและเชิงกระจายของค่าพลังงานอิสระของพื้นผิวที่ประมาณไว้จะลดลง ซึ่งบ่งบอกถึงการลดลงของพลังงานอิสระของพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ดังรูป 4.7

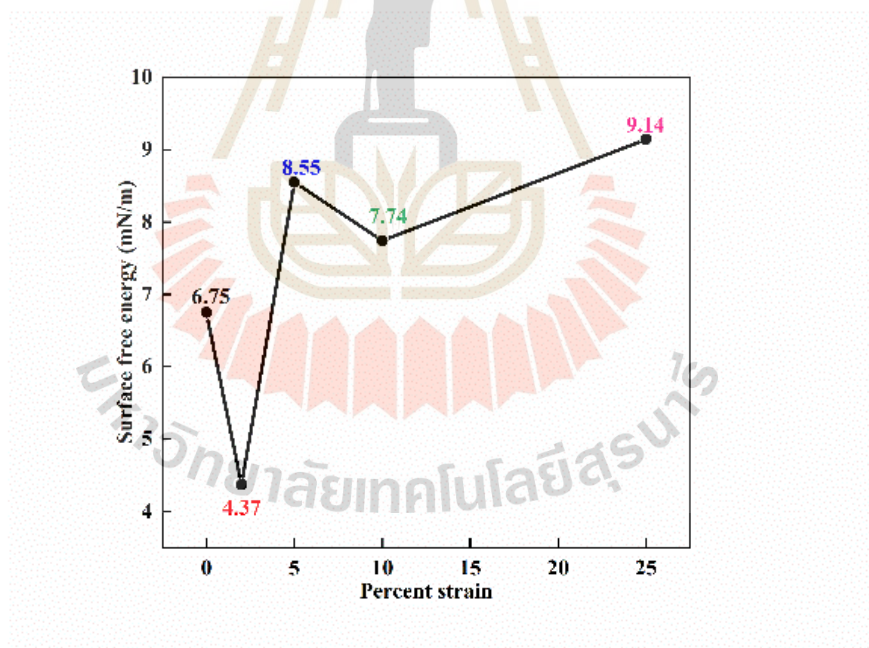
การเพิ่มขึ้นของพลังงานอิสระบนพื้นผิวเกิดจากพฤติกรรมของการแปรรูปถาวร ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่นักวิจัยจำนวนมากศึกษา โดย Henry Bueno [35] อธิบายว่าแรงดึงผิวของของแข็งได้รับอิทธิพลจากลักษณะจำเพาะของพื้นผิว เช่น การไม่เสมอกันของพื้นผิวและการจัดเรียงตัวในโครงผลึก (crystallographic orientation) โดยจุดสูงสุดและจุดต่ำสุดบนพื้นผิวมีส่วนทำให้พื้นผิวมีความหยาบผิวเพิ่มขึ้น การศึกษาที่คล้ายคลึงกันเน้นย้ำว่าลักษณะพ่นผิวการแปรรูปทำให้ลักษณะทางของพื้นผิวเปลี่ยนแปลงไปอย่างมีนัยสำคัญและเพิ่มความหยาบของพื้นผิว การเพิ่มขึ้นของพลังงานอิสระบนพื้นผิวนี้นี้เชื่อมโยงกับพฤติกรรมของการแปรรูปถาวร ที่ปริมาณความเครียดที่สูงขึ้น โดยเฉพาะที่ระดับที่สูงขึ้น ความเข้มข้นของฟิค γ -austenite จะลดลง



รูปที่ 4.5 ค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยของน้ำ (วงกลม) และกลีเซอรอล (สามเหลี่ยม)



รูปที่ 4.6 กราฟ Owens-Wendt จากค่ามุมสัมผัสของน้ำและกลีเซอรอล



รูปที่ 4.7 พลังงานอิสระของพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

สัณฐานพื้นผิวเชิงจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L เกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อให้แรงดึงในแนวแกนเดียวที่ปริมาณความเครียดต่าง ๆ กัน พบการเลื่อนที่ขอบเกรน โดยการตรวจสอบด้วยเทคนิคทางจุลทรรศน์ ซึ่งสามารถจำแนกได้ว่ามีทั้งแบบที่เส้นการเลื่อนตัดกันที่ขอบเกรน ส่งผลให้เกิดการถ่ายเทเส้นการเลื่อนผ่านขอบเกรน และพบเส้นการเลื่อนไม่ตัดกันที่ขอบเกรน สำหรับเส้นการเลื่อนที่ตัดกันที่ขอบเกรน พบว่ามีมุมที่ตัดกันบริเวณขอบเกรนที่มุม 45 องศา โดยประมาณ โดยใช้ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม และประการที่สองของการค้นพบนี้คือพบระนาบแผดเชิงกลที่เกิดจากการแปรรูปถาวร โดยแสดงลักษณะสะท้อนกันของเส้นการเลื่อนบนระนาบแผด

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคเหล่านี้เป็นการทำนายผ่านลักษณะสัณฐานที่เกิดจากการไม่เสมอกันของพื้นผิวที่เกิดขึ้นภายหลังการได้รับปริมาณความเครียดที่ต่างกัน ซึ่งเป็นการวิเคราะห์โดยง่ายอาจไม่ให้ข้อมูลเชิงลึกเมื่อเทียบกับการใช้การวิเคราะห์จากภาพถ่ายที่ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แต่หากใช้การวิเคราะห์พื้นผิวระดับนาโนเมตรของชิ้นงานตัวอย่างด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมร่วมกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถช่วยให้ระบุกลไกการแปรรูปและลำดับของการเปลี่ยนแปลงแบบมาร์เทนซิติกได้ โดยความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเครียดและโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกเกรด 316L จะเปลี่ยนผ่านลำดับจาก γ -austenite เป็นโครงสร้าง α' -martensite และจากผลการศึกษาผลของมุมสัมผัสและพลังงานพื้นผิวอิสระบ่งชี้ถึงระดับการเปื่อยผิวน้ำที่สูงขึ้นหลังจากการแปรรูปถาวร แต่ในตัวอย่างชิ้นงาน ความเครียด 10 เปอร์เซ็นต์ แสดงให้เห็นว่าพลังงานอิสระของพื้นผิวลดลง

สรุปได้ว่าปริมาณการแปรรูปที่สูงขึ้นจะทำให้ความหยาบของพื้นผิวและจำนวนเส้นการเลื่อนเพิ่มขึ้นและจากการคำนวณผลการวัดมุมสัมผัสและพลังงานพื้นผิวอิสระจากการคำนวณแสดงสัมพันธ์กับความหยาบของพื้นผิวและจำนวนเส้นการเลื่อน นอกจากนี้การเปลี่ยนสัณฐานพื้นผิวเหล่านี้แล้ว ยังรวมถึงเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาคที่มีบทบาทสำคัญในการควบคุมพฤติกรรมของวัสดุ โดยการจำลองให้แรงดึงในแนวแกนเดียวที่ปริมาณความเครียดที่ต่างกัน

รายการอ้างอิง

- [1] T. Tajapongvorachai, Somsak Kuptniratsaikul, and P. Itiravivong., Metallic implants in orthopaedics, Chulalongkorn Medical Journal. 46.2 (2002) 109-119. DOI: <https://doi.org/10.58837/CHULA.CMJ.46.2.2>
- [2] S. Bagherifard, et al., Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. Materials & Design. 102 (2016) 68-77. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.162>
- [3] กรอบแผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ ฉบับที่ 13. 2564: หน้า. 6-11.
- [4] R. Sinnott and G. Towler, Chapter 7 - Materials of construction, in Chemical Engineering Design (Sixth Edition), R. Sinnott and G. Towler, Editors. (2020) 400-412.
- [5] H. Khatak, Corrosion of austenitic stainless steels: mechanism, mitigation and monitoring. Woodhead publishing, (2002).
- [6] P. Hedström, Deformation and martensitic phase transformation in stainless steels. Diss. Luleå tekniska universitet, (2007).
- [7] J. Talonen, Effect of strain-induced α -martensite transformation on mechanical properties of metastable austenitic stainless steels. PhD thesis. (2007).
- [8] G.B. Olson, and M. Cohen, A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. Journal of the Less-Common Metals. 28.1 (1972) 107-118. [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(72\)90173-7](https://doi.org/10.1016/0022-5088(72)90173-7).
- [9] T.H. Courtney, Mechanical Behavior of Materials. (2000) 116-392.
- [10] S. Han and M. A. Crimp, ECCI analysis of shear accommodations at grain boundaries in commercially pure alpha titanium. International Journal of Plasticity. 131 (2020) 102731. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2020.102731>.
- [11] A. M, O. Omar, W. Xia and A. Palmquist, Dental Implant Surfaces – Physicochemical Properties, Biological Performance and Trends Implant Dentistry, Implant Dentistry-A Rapidly Evolving Practice. 1 (2011) 19-56. DOI: 10.4103/0974-6781.131009.

- [12] B. Uzer-Yilmaz, In vitro contact guidance of glioblastoma cells on metallic Biomaterials, *J Mater Sci Mater Med.* 32.4 (2021) 35. <https://doi.org/10.1007/s10856021-06503-z>.
- [13] B. Uzer, Modulating the Surface Properties of Metallic Implants and the Response of Breast Cancer Cells by Surface Relief Induced via Bulk Plastic Deformation. *Frontiers in Materials*, 7 (2020) 99. <https://doi.org/10.3389/fmats.2020.00099>.
- [14] S. Wang, H. Xue, Y., Cui, W. Tang and X. Gong, Effect of Different Cold Working Plastic Hardening on Mechanical Properties of 316L Austenitic Stainless Steel, *Procedia Structural Integrity.* 13 (2018) 1940-1946. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2018.12.267>.
- [15] S. Mishra, K. Narasimhan, and I. Samajdar, Deformation twinning in AISI 316L austenitic stainless steel: role of strain and strain path, *Materials Science and Technology.* 23.9 (2007)1118-1126. <https://doi.org/10.1179/174328407X213242>.
- [16] Y. Tian, O. I. Gorbato, A. Borgenstam, A. V. Ruban and P. Hedström, Deformation microstructure and deformation induced martensite in austenitic Fe-Cr-Ni alloys depending on stacking fault energy, *Metallurgical and materials transactions A.* 48.1 (2017) 1-7. DOI:10.1007/s11661-016-3839-2.
- [17] I.B. Anwar, E. Saputra, J. Jamari, Preliminary Study on the Biocompatibility of Stainless Steel 316L and UHMWPE Material, *Adv. Mater.Res.* 1123 (2015) 160-163. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1123.160>.
- [18] L. SUSANNA, Surface free energy – what is it and how to measure it?, *Biolin Scientific.com.* <https://www.biolinscientific.com/blog/how-to-measure-surface-free-energy> (accessed Apr. 6, 2020).
- [19] S. Cicek, A. Karaca, I. Torun, M.S. Onses and B. Uzer, The relationship of surface roughness and wettability of 316L stainless steel implants with plastic deformation mechanisms, in *Proc. Materials Today.* 7 (2019) 389-393. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.11.100>.

- [20] J.E. Davies, E. Ajami, R. Moineddin and V.C. Mendes, The roles of different scale ranges of surface implant topography on the stability of the bone/implant interface, *Biomaterials*. 34.14 (2013) 3535-3546. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.11.018>.
- [21] Z. Zhang et al., Binary liquid mixture contact-angle measurements for precise estimation of surface free energy, *Langmuir*. 35.38 (2019) 12317-12325. DOI:10.1021/acs.langmuir.9b01252.
- [22] N. Eliaz, Corrosion of metallic biomaterials: A review, *Materials*. 12.3 (2019), 407. DOI:10.24247/ijmmsejun20203.
- [23] A. Nouri and C. Wen, Introduction to surface coating and modification for metallic biomaterials, *Surface Coating and Modification of Metallic Biomaterials*. (2015) 3-60. <https://doi.org/10.1016/B978-1-78242-303-4.00001-6>.
- [24] A. Shenoy, The effect of surface roughness on the fretting corrosion of 316L stainless steel biomaterial surfaces, PhD diss., Syracuse University. (2014). DOI:10.1016/j.matpr.2020.12.323.
- [25] J.P. Hirth and L. Kubin, Cross-slip, in *Handbook of Dislocations in solids*. (2009). 15-17.
- [26] P Hedström, Deformation and martensitic phase transformation in stainless steels, Ph.D. dissertation, Luleå tekniska universitet, (2007). <http://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:991464/FULLTEXT01.pdf>.
- [27] M. Montagnat et al., The heterogeneous nature of slip in ice single crystals deformed under torsion, *Philosophical Magazine*. 86.279 (2006). 4259-4270. DOI:10.1080/14786430500452602.
- [28] Y. Yang, L. Wang, T. R. Bieler, P. Eisenlohr, M. A. Crimp, Quantitative AFM characterization and crystal plasticity finite element modeling of heterogeneous deformation in commercial purity titanium, *Metall. Mater. Trans. A*. 42.3 (2011) 636-644. DOI:10.1007/s11661-010-0475-0.
- [29] F. Ma, K. W. Xu, and P. K. Chu, Surface-induced structural transformation in nanowires, *Materials Science and Engineering*. 74.6 (2013) 173-209. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mser.2013.05.001>.

- [30] J.L. Wang, M.H. Huang, X.H. Xi, C.C. Wang and W. Xu, Characteristics of nucleation and transformation sequence in deformation-induced martensitic transformation, *Materials Characterization*. 163 (2020) 110234. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110234>.
- [31] N. Solomon and I. Solomon, Phase transformation influence on corrosion resistance of AISI 316 austenitic stainless steel, *UPB Sci Bull*. 72 (2010), 197-207.
- [32] Q. Zu, Y. F. Guo and X. Yao, Surface and orientation effects on stress-induced hcp-fcc phase transformation in Ti nanopillars, *Applied Surface Science*. 509 (2020) 145234. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.145234>.
- [33] Z. Wang, F. Di-Franco, A. Seyeux, S. Zanna, V. Maurice and P. Marcus, Passivation-induced physicochemical alterations of the native surface oxide film on 316L austenitic stainless steel, *Journal of The Electrochemical Society*. 166.11 (2019) 3376-3388. <https://doi.org/10.1149/2.0321911jes>.
- [34] S. He, D. Jiang and Z. Sun, Effect of deformation-induced martensite on protective performance of passive film on 304 stainless steel, *International Journal of Electrochemical Science*. 13.5 (2018) 4700-4719. <https://doi.org/10.20964/2018.05.11>.
- [35] H. Bueno, The critical surface tension of 316L stainless steel, M.S. Thesis San Jose State University. (2005). <https://www.proquest.com/openview/c09581ad7d5a7898c80a27d790a5dfe2/?pq-origsite=gscholar&cbl=18750&diss=y>.

ภาคผนวก

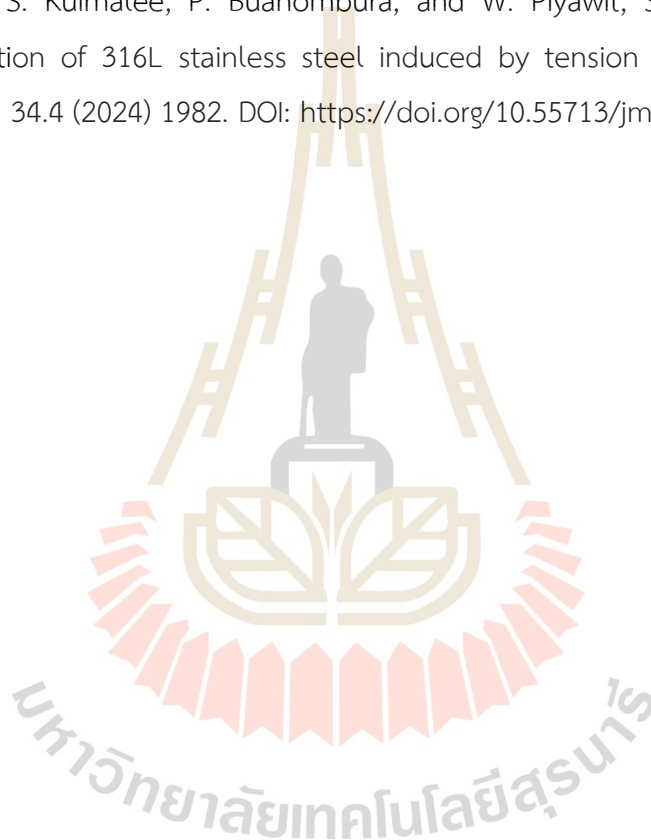
รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา



รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา

Kanokwan Antanam, Kittamet Srattaklung, Wannachai Deekhunthod, Sanhanat Nenchoo, Surasak Kuimalee, Panya Buahombura and Waraporn Piyawit, Surface Relief on 316L Stainless Steel Induced by Plastic Deformation Under Uniaxial Tension Loading, The 39th MST International Conference Proceedings, (2022).

K. Antanam, S. Kuimalee, P. Buahombura, and W. Piyawit, Surface characteristics evolution of 316L stainless steel induced by tension loading, J Met Mater Miner, 34.4 (2024) 1982. DOI: <https://doi.org/10.55713/jmmm.v34i4.1982>.



Surface Relief on 316L Stainless Steel Induced by Plastic Deformation under Uniaxial Tension Loading

Kanokwan Antanani¹, Kittamet Srattaklung¹, Wannachai Deekhunthod¹, Sanhanat Nenchoo¹,

Surasak Kuimalee², Panya Buahombura¹, Waraporn Piyawit^{1*}

¹ School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand

² Industrial Chemistry Innovation Program, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai, 50290, Thailand

*Corresponding Author e-mail address: wpiyawit@sut.ac.th

Abstract

316L is one of the well-known austenitic stainless steels with exceptionally low carbon content. This alloy has good combination properties of excellent corrosion resistance and good toughness. The plastic deformation mechanism of the face centered cubic (FCC) austenite can be determined by its stacking fault energy (SFE), which mainly depends on the chemical compositions. For the typical 316L stainless steel, deformation behavior of the low SFE austenitic phase materials occurs through dislocation slip. Deformation induced martensitic transformation (DIM) also involves during the deformation process. Both plastic deformation features and martensitic transformation would be visible as a surface relief. In order to elucidate the relationship between the surface relief features of 316L and the amount of deformation, the surface relief features were investigated by atomic force microscopy (AFM) and phase transformation was studied using x-ray diffractometer. Prior tensile deformation, 316L surface was electrochemically polished to eliminate the deformed layers resulting from the mechanical grinding. Uniaxial tension was performed with a constant speed of 0.5 mm/min, to 2% to 25% of strain levels. From AFM investigation, it could be suggested that the deformation degrees had not only affected deformation features but also the martensitic phase transformation. The AFM topographical micrographs demonstrated slip lines, deformation twins, and intersection of slip lines. After 10 % of strain level, the slip intersection was introduced. Deformation induced martensitic phase transformation occurred at these slip intersections with topographic height difference shown in the AFM measurements. Morphology of slip lines and groove patterns evolved with increasing percent strain from 2% to 25%. Surface roughness (Ra) was increased as the deformation degree increased. Besides, martensitic transformation can be indicated by XRD profiles.

Keywords: 316L stainless steel; plastic deformation; atomic force microscopy; surface roughness

Background

Stainless steel is one of the most general used iron-based alloys in various applications because of its good mechanical properties and formability. Stainless steel can be categorized into four different types according to the microstructures: ferritic, austenitic, duplex, and martensitic steel. Austenitic stainless steel has been utilized in a variety of applications including chemical processes, medical devices, food packaging, automotive components, and orthopedic implants. 316L is the austenitic stainless steel that contains chromium, nickel, and molybdenum with very low carbon content, which can promote corrosion resistance due to the existing of Cr₂O₃ protective layer on the steel surface [1].

316L does not only have excellent corrosion resistant but also have good formability and excellent biocompatibility because of the FCC-austenitic phase [2,3]. With this combination of formability and biocompatibility, 316L has been a suitable candidate for medical implant materials. It can be mechanically formed into various complex

shapes and sizes. Surface condition of the implant is one of the crucial parameters that affects the implant osseointegration. Topographic and microstructural alteration would be taken place not only during the installation but also during in use due to the applied stress on the device. The advances in the field of dental implantology are related to surface roughness in microscopic design that affects cell responses and osteogenesis process [4]. Therefore, it is important to make a better understanding of the deformation behaviors and surface topography development of the materials used in these applications. Microstructural changes caused by plastic deformation in austenitic stainless steel is mainly occurred through slip and deformation twinning mechanisms. Additionally, formation of strain induced martensite could be also observed [5].

Deformation induced martensitic transformation (DIM) in the 316L would deteriorate the continuous protective film resulted in decreased corrosion resistance in more oxidizing environment. The protective film could also be continuously shattered due to the loading conditions of the devices [6].

Microstructural and topographical evolution of 316L surfaces would be employed through deformation strain hardening and strain induced martensitic transformation. Under tension loading circumstances, deformation features including slip lines and deformation twins are gradually generated. Whilst increasing strain, deformation twins and their twin intersection also serve as nucleation sites for martensitic transformation [7]. There have been explanations about the relationship of surface topography and deformation amount from previous work on 304L stainless steel, which is a variant of austenitic stainless steel with lower Cr and Ni contents than in the 316L. Uzer suggested that the deformed 304L under varied plastic strain tension loading with resulted in different surface relief features. The more strain was applied, the more surface roughness was increased because surface morphology was directly influenced and distorted by crystallographic changes. Therefore, surface morphology is one of the key parameters affecting the design of the implants and cell adhesion [8]. The surface relief due to deformation features including slip lines and martensitic transformations had been investigated and categorized by using the topographical differences [9]. In case of the low stacking fault energy (SFE) materials, the nucleation of α' -martensite could be observed near ε -martensite within the individual shear band, shear band junction, and the deformation twins. These deformation features can be found at different strain levels. Consequently, we can conclude that α' variant associated with the transformation strain energy [10].

In this study, we proposed a new approach to identify the phase transformation from austenite to martensite at microscopic level by using microscopy techniques. Optical microscope (OM) and atomic force microscope (AFM) were coherently used to investigate the deformation features at the 316L surface. X-ray diffraction (XRD) has been a traditional technique to identify phase compositions and the phase transformation in crystalline materials. The surface morphology evolutions as a function of the degree of deformation was examined. AFM measurements made considerably findings to classify the twin boundaries from the phase boundaries.

Materials and Methods

Sample preparation

The commercial-grade 316L stainless steel was used in this uniaxial tension loading experiment. The two mm-thick sheet with the chemical composition (wt%) shown in Table 1 were prepared according to ASTM E8 by laser cutting into the sub-size dog bone shape. The dimension of the test sample was detailed in Figure 1. The specimens were mechanically ground and polished using silicon carbide abrasive papers and aluminium oxide powder, respectively. Electrolytic polishing was employed in order to remove the mechanically deformed layer, and to obtain a smooth and residual stress-free surface. A sample was placed vertically in a polishing bath as an anode (Figure 2). A copper cathode plate was placed 30 mm apart from the anode. Electrolytic solution was a mixture of sulfuric acid (H_2SO_4) 40%

v/v and phosphoric acid (H_3PO_4) 60% v/v. Electrolytic polishing process parameters were listed in Table 2.

Table 1 Chemical composition of commercial grade 316L stainless steel.

Element	wt.%	Element	Wt.%
C	0.02	Mo	2.02
Ni	10.09	P	0.029
Cr	16.76	N	0.06
Si	0.46	S	0.027
Mn	1.77	Fe	balance

Table 2 Process parameters of electrolytic polishing.

Process parameters	
current (A)	0.20
voltage (V)	3
current density (A/mm ²)	0.02
temperature (°C)	15
time (minutes)	15

Quasi-static tensile tests were performed using Instron 5569 universal testing machine with maximum testing force of 50kN. The constant crosshead speed was fixed at 0.5 mm/min. The traveling crosshead was interrupted at a tensile strain of 12 mm/mm, 25 mm/mm, 45 mm/mm, and 100 mm/mm, which made the samples deformed by 2%, 5%, 10%, and 25% strain, respectively. The tension tests were all conducted at ambient temperature. Strain value was calculated by dividing the elongated gauge length by the initial gauge length.

Characterization

Surface morphology investigation was carried out using microscopy techniques. Optical microscope (Zeiss Axio Scope A1) utilized with Differential Interference Contrast (DIC) mode was used to observe the microstructure on the sample surface. Atomic force microscopy (AFM) investigation was carried out using Park Systems AFM XE-120. AFM measurements were obtained by using a Cr-Co coated single silicon crystal probe with non-contact mode utilizing scan rate of 0.22 Hz. Different scan areas and scan sizes were employed across the tested samples. Surface quality was analyzed using the average surface roughness (R_a (μm , nm))—mean arithmetic deviation of surface profile from the average line measured along the measurement or elementary section. Phase identification was carried out using X-ray diffraction (XRD) technique (Bruker, D8 Advance) with Cu-K α radiation. XRD profiles were obtained from diffraction angle between 30-

100 degree operating at room temperature with scan step size and step time of 0.02° and 0.5 s, respectively.

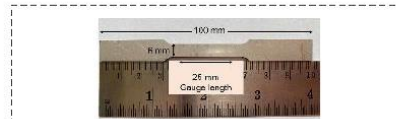


Figure 1 Dimension of tensile specimen.



Figure 2 Electrolytic polishing experimental setup.

Results and Discussion

Surface morphology investigation

The optical micrographs of undeformed and deformed 316L subjected to different strain levels are shown Figure 3. Microstructure of undeformed 316L (Figure 3 (a)) contained equiaxed austenitic grains and annealing twins. After 2% strain deformation (Figure 3 (b)), the parallel slip lines started to appear in the grains and annealing twins were also observed. With increasing deformation, the number of slip lines increased. Microstructures of 10% strain and 25% strain are shown in Figure 3 (c) and Figure 3 (d), respectively. At 25% strain, the deformation slips and slip intersections were revealed. Slip lines were oriented in different directions because multi-slip systems were simultaneously activated.

AFM micrographs in Figures 4 exhibited topographical morphology of undeformed and deformed 316L. The undeformed sample had noticeably flat surface, Figure 4 (a). AFM scanning showed the topographic surface at microscopic locations. Slip lines and multiple slip lines were obviously observed. The higher deformation degree, the more deformation features were revealed. Surface roughness measurements were performed at various scan areas across the center of gauge length. Deformation features on the sample gauges were examined by measuring the height and the width of groove patterns. Each sample was statistically evaluated with at least 50 measurements. Surface roughness (Ra) values are listed in Table 3. The average groove width and Ra were increased with

increasing strain level. The surface roughness was maximized at 25% strain. Therefore, the increasing surface roughness could directly indicate the increasing deformation degree.

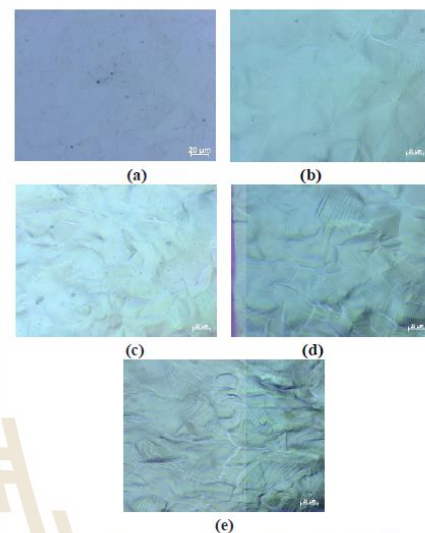
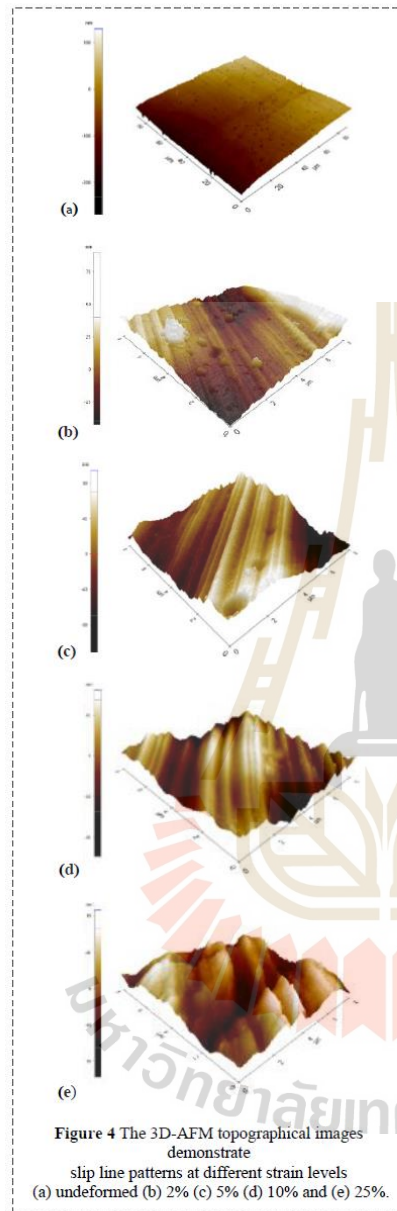


Figure 3 Optical micrographs of 316L surface at different strain levels (a) undeformed (b) 2% (c) 5% (d) 10% and (e) 25%.

Table 3 Average surface roughness and average groove width measured from the AFM micrographs.

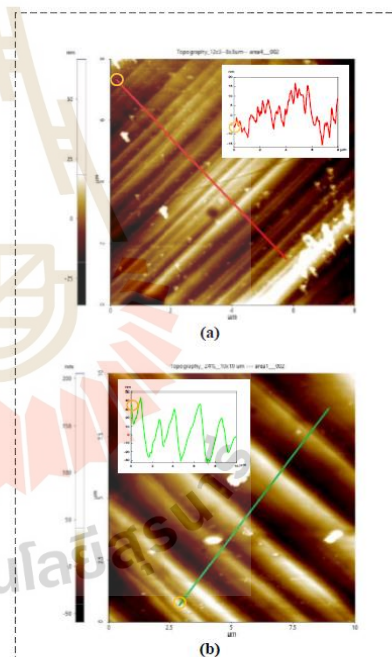
Strain%	0%	2%	5%	10%	25%
Average surface roughness (Ra),(nm)	9.28	23.10	33.03	50.36	62.78
Average groove width(μm)	-	0.46	0.59	1.04	1.32

From Figure 5, deformation features appeared on the deformed 316L surfaces such as slip and twin can be identified. The line profile in Figure 5 shows the cross-sectional height along the line perpendicular to the deformation features. The unit of the x-axis is μm, and the y-axis is in nm. The surface topography of slip lines in the 2% strain 316L suggested that a variety of slip systems had been activated (typical slip systems of FCC lattice are {111}<110>) associated with surface height line. After 5% strain sample (Figure 5b), the surface height had changed. There were comparatively smoother and groove patterns were more uniform comparing to the 2% strain sample. This could be indicated that the deformation features shown here was mainly deformation twins [11].



Topography images of deformed 316L surface after 2% strain and 10% strain are shown in Figure 6. Figure 6 (A) indicates annealing twin due to characteristic of a twin boundary. The twin ribbon

shows mirror characteristics of slip patterns across the twin boundary. However, at higher deformation degree, Figure 6 (b), slip lines (marked as yellow lines) are continuing arranged across the boundary plane (marked as blue line). Surface relief measurements across the twin boundaries showed the zigzag profile, Figure 6(a). On the other hand, after 10% strain, Figure 6 (b), the height profile has changed from zigzag (triangular) to rectangular grooves. This could be suggested that the topographical changes resulted not only from deformation features but also from phase transformation. Surface morphology of the deformed sample at 25% strain is shown in Figure 7. There were many activated slip systems on the grain surface. The slip intersections were well observed. The angle between the primary plane and the cross-slip plane is approximately 78° . The crossing slip occurred when two different slip systems were simultaneously activated in the same grain. The intersection of the slip lines within highly stressed grains can possibly be the martensitic nucleation sites in plastically deformed austenitic stainless steel [12].



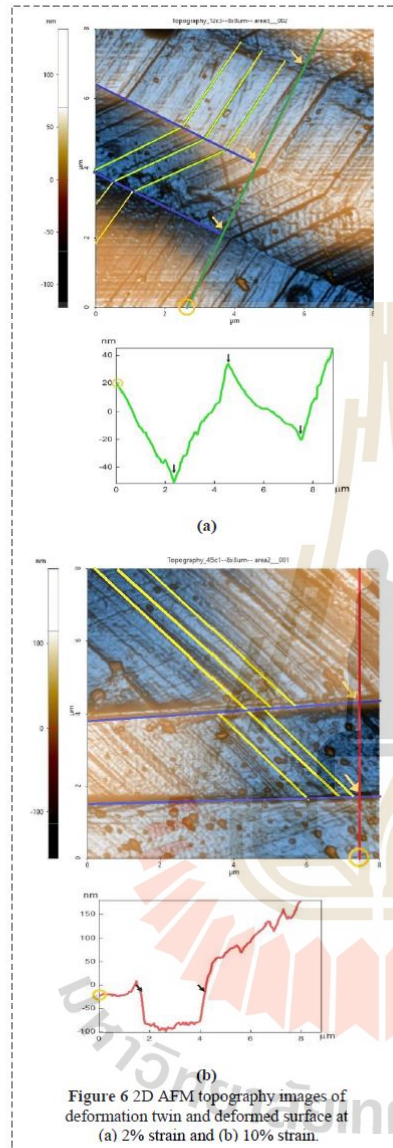


Figure 6 2D AFM topography images of deformation twin and deformed surface at (a) 2% strain and (b) 10% strain.

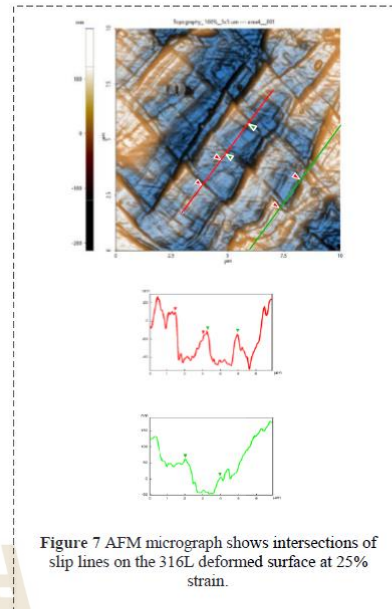


Figure 7 AFM micrograph shows intersections of slip lines on the 316L deformed surface at 25% strain.

Phase transformation

The martensitic phase transformation during the tensile loading was analyzed by X-ray diffractometer. The XRD profiles of undeformed and deformed samples are shown in Figure 8. The γ -austenitic with face-centered cubic (FCC) structure was solely observed in the undeformed sample. After tensile testing, a mixture of γ -austenitic and α' -martensitic phases were identified. After deformation, the body-centered tetragonal (BCT) α' phase (220) can be seen from Figure 8 at the diffraction angle of 65° . There were significant structural changes indicated by XRD profile in Figure 9 (a). The doublet structure caused by the $K_{\alpha 1}$ and $K_{\alpha 2}$ radiation were noticeably seen in undeformed sample. This could be indicated that the original grain sizes were quite large. After deformation, asymmetric broadening at diffraction angle approximately of 43° were found. The peak broadening increased with increasing deformation strain [13].

From Figure 9 (b), the diffraction peak located at approx. 65° was attributed to the α' (220). The intensity of the α' (220) diffraction peak decreased while deformation degree increased. The intensity of diffraction peak would refer to the amount of phase presented in the sample. However, during tension loading, the α' -BCT transformation grew in the new orientation and could be aligned with the other preferred planes. That would lead to the decreasing

of diffraction intensity. At 25% strain, surface morphology of this sample showed completely different from the others by means of slip

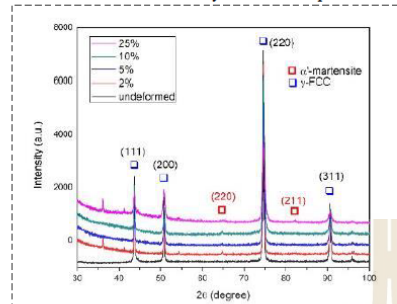


Figure 8 XRD profiles of 316L before and after deformation.

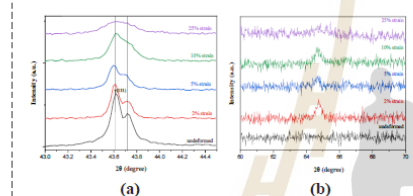


Figure 9 XRD profiles of 316L before and after stained at diffraction angle between (a) 43-44.5 degree (b) 60-70 degree.

Conclusion

The relationship between the surface relief features and the amount of deformation induced by uniaxial tension loading in 316L stainless steel was investigated. The evolution of surface relief features would indicate the deformation mechanisms. At 25% strain level, the slip intersection occurred. DIM occurred at these slip intersections. AFM topographical micrographs showed an increasing number of slip lines and average surface roughness increasing with strain levels. The increasing of surface roughness was directly related to the topographic of deformed features such as slip, twins, cross slip, and martensitic phase transformation. Utilizing of AFM measurements and XRD analysis can determine martensitic transformation (from γ to α') at microscopic level. Twin boundaries and martensitic phase boundaries could be differentiated by surface relief topographical changes.

Acknowledgements

K. Antanam acknowledges Suranaree University of Technology for financial support through the Honorary Graduate Scholarship Program.

References

1. J.B. Park, Biomaterials science and engineering, Springer Sci. Rev., 193-194 (2012).
2. I.B. Anwar, et al., Preliminary Study on the Biocompatibility of Stainless Steel 316L and UHMWPE Material, Adv. Mater. Res., Vol. 1123, 160-163 (2015).
3. T.M. Sridhar, S. Rajeswari, Biomaterials Corrosion, Corros. Rev., Vol. 27, 287-332 (2009).
4. S. Vijintanawan, et al., Topography alteration of different implant surfaces after an installation, M. Dent. J., Vol. 40(2), 95-106 (2020).
5. J. M. Djouda, Investigation of nanoscale strains at the austenitic stainless steel 316L surface: Coupling between nanogauges gratings and EBSD technique during in situ tensile test, Mater. Sci. Eng. C., Vol. 740, 315-335(2019).
6. N. Solomon, I. Solomon, Effect of deformation-induced phase transformation on AISI 316 stainless steel corrosion resistance, Eng. Fail. Anal., Vol. 79, 865-875 (2017).
7. G.R. Lehnhoff, K.O. Findley, The Martensitic Transformation and Strain-Hardening Behavior of Austenitic Steels During Fatigue and Tensile Loading, Jom., Vol. 66(5), 756-764 (2014).
8. B. Uzer, Modulating the Surface Properties of Metallic Implants and the Response of Breast Cancer Cells by Surface Relief Induced via Bulk Plastic Deformation, Front. Mater., Vol. 7, 2020
9. Y. Wang, Investigation on the habit plane of martensitic transformation in zirconia coatings, J. Aust. Ceram., Vol. 56(1), 257-264 (2020).
10. Y. Tian, Martensitic Transformation in Stainless Steels, Ph. D. Thesis. KTH Royal Institute of Technology, (2018).
11. Y. Yang, et al., Quantitative AFM characterization and crystal plasticity finite element modeling of heterogeneous deformation in commercial purity titanium.
12. Y. B. Das, et al., In situ observation of strain and phase transformation in plastically deformed 301 austenitic stainless steel, Mater. Des., Vol. 112, 107-116 (2016).
13. Y. Nakamura, et al., X-ray diffraction peak broadening and lattice strain in LaNi5-based alloys. J. Alloys Compd., Vol. 298(1-2), 138-145. (2000).



Surface characteristics evolution of 316L stainless steel induced by tension loading

Kanokwan ANTANAM¹, Surasak KUIMALEE², Panya BUAHOMBURA¹, and Waraporn PIYAWIT^{1,*}

¹Suranaree University of Technology, School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand

²Maejo University, Industrial Chemistry Innovation Programme, Faculty of Science, Chiang Mai, 50290, Thailand

*Corresponding author e-mail: wpiyawit@sut.ac.th

Received date:

2 March 2024

Revised date:

7 July 2024

Accepted date:

27 September 2024

Keywords:

316L stainless steel;
Plastic deformation;
Surface relief;
Contact angle;
Surface free energy

Abstract

316L stainless steel has been employed as a medical implant material owing to its advantageous biocompatibility and durability. The microstructure and surface characteristics of 316L play a crucial role in implant application. Diverse processing methods were utilized to modify the surface properties of 316L to customize the characteristics of medical devices. Mechanical deformation induces changes in the microstructure and causes changes in surface topography. In this study, we introduced deformation to 316L by applying uniaxial tension at strain values ranging from 2% to 25%. During sample preparation, electrochemical polishing was employed to eliminate the deformed layers generated by mechanical grinding. After the tensile test, a contact angle test was conducted. The surface relief of 316L was examined using three-dimensional (3D) laser scanning microscopy and atomic force microscopy. X-ray diffraction with CuK radiation in the Bragg–Brentano (θ – θ) mode was also employed to identify the phase transformation. It can be concluded that higher strain levels increased surface roughness and the number of slip lines. At higher strain levels, samples exhibited a martensitic transformation, affecting topography changes and the surface free energy. The contact angle measurement results and surface free energy determination showed improved wettability following plastic deformation. Determining the factors that affect surface wettability requires an understanding of the relationship between surface free energy, topography, and surface roughness. Deformation-induced martensite can significantly increase the surface free energy and wettability of 316L stainless steel (SS) by altering strain levels. It is important to consider surface characteristics to understand slip mechanisms at grain boundaries, particularly in cases where surfaces have been electropolished. Nevertheless, the surface also manifested deformation-induced martensitic (DIM) transformation, potentially posing a risk to the passive film and contributing to corrosion, consequently reducing the implant's lifespan.

1. Introduction

316L stainless steel is an austenitic alloy with a chromium content of 16% to 18%, nickel content of 10% to 12%, a maximum carbon level of 0.03%, and a molybdenum value of 2% to 3%. Possessing superior properties such as biocompatibility, mechanical strength, toughness, formability, and corrosion resistance across diverse environments (including chemical, pitting, crevice corrosion, and oxidation resistance), 316L is well-suited for applications in temporary orthopedic devices and bone fixation implants. Fixation devices stabilize fractured bones and other tissues during the natural healing process.

The surface characteristics of 316L stainless steel significantly influence its performance as an implant, with surface roughness being a key determinant. Surface roughness typically ranges from below 0.1 μm to several micrometers for fixation implants. Variances in surface topography at different roughness levels impact cell attachment, growth, bacterial adhesion, and biofilm formation. The surface roughness of implants plays a pivotal role in bone tissue anchoring, wherein rougher surfaces improve cell adhesion and tissue development, albeit potentially compromising implant stability [1].

In orthopedic implants, the study of biomaterial–cell interactions has focused on evaluating surface wettability through contact angle differentiation. The contact angle between a substrate and a liquid can be used to determine wettability. Interpreting the solid's surface free energy is one of the most significant applications of contact angle measurement. This energy can be calculated using Owen and Wendt's continued Fowkes (OWRK) techniques, equating it to the surface tension of a liquid measured in the same unit ($\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$) [2]. The 316L stainless steel implant wettability enhancement can be achieved through surface chemistry, surface roughness, or surface topography modifications.

Hence, surface topography and roughness characteristics are crucial parameters in material selection. Diverse manufacturing techniques exist to augment implant surface roughness, with surface and bulk modification methods employed to enhance stainless steel implants' biointegration and mechanical strength. However, mechanical treatments such as tension and compression may induce modifications in the material's microstructure and mechanical properties, resulting in plastic deformation. While these alterations can impact implant performance, their interaction with the environment is controlled by the properties of their surface layers.

Plastic deformation significantly enhances surface wettability, improves cell responsiveness, and facilitates tissue–implant integration [3]. Various plastic deformation schemes can effectively modify the surface roughness, surface free energy, and wettability of 316L stainless steel. However, a comprehensive understanding of microstructural changes during plastic deformation and specific insights into surface topography evolution through deformation remain elusive.

The 316L austenitic stainless steel, characterized by low stacking fault energy, undergoes deformation through twinning and slip mechanisms. Additionally, the deformation process can induce martensite formation or deformation-induced martensitic transformation (DIM), with DIM increasing proportionally to the degree of deformation. Amplification of DIM phases may destroy the 316L passive film, which is crucial for the material's biocompatibility and corrosion resistance. Damage to the passive film could expose the metal underneath to corrosive conditions, potentially impacting the implant's performance and shortening its longevity.

In our recent study, we aim to elucidate the relationship between surface conditions and the wettability of 316L stainless steel. To investigate this phenomenon, tested samples underwent varying degrees of elongation under uniaxial force. The evolution of surface topography in relation to the degree of deformation will be presented through various microscopy techniques, including atomic force microscopy (AFM), 3D laser scanning microscopy, and optical microscopy. Phase transformation was investigated using an X-ray diffractometer and nanoindentation. Contact angle measurements were also performed to assess wettability characteristics and measure surface free energy. This information is vital for gaining deeper insights into the role of surface characteristics in the biocompatibility of implants. This research expands upon previous studies that emphasize the importance of plastic deformation in influencing surface properties. At different strain levels, plastic deformation can lead to varying results in the surface topography of a material, along with its surface free energy.

2. Experimental procedures

2.1 Materials

A sheet of austenitic 316L stainless steel is 2 mm thick, characterized by a chemical composition of 0.02 C, 2.02 Mo, 10.09 Ni, 0.029 P, 16.76 Cr, 0.06 N, 0.46 Si, 0.027 S, 1.77 Mn, and balanced Fe, was employed in this uniaxial tension loading experiment. The tensile samples, prepared according to ASTM E8, were laser-cut into sub-sized dog bone shapes. Figure 1 shows a schematic representation of the tested sample.

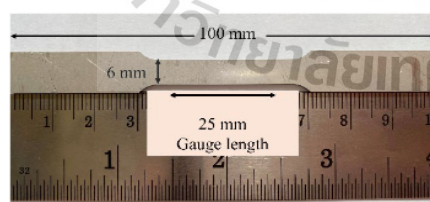


Figure 1. Schematic of the tensile testing sample according to ASTM E8.



Figure 2. Electrolytic polishing experimental setup with a cooling bath.

Table 1. Electrolytic polishing parameters.

Current (A)	Voltage (V)	Current density (A·mm ⁻²)	Temperature (°C)	Time (min)
0.20	3	0.02	15	15

2.2. Sample preparation

The tested samples underwent mechanical grinding and polishing, followed by electrolytic polishing to remove the deformed layer from the surface. The electrolytic polishing solution comprised 40% v/v sulfuric acid (H₂SO₄) and 60% v/v phosphoric acid (H₃PO₄). A copper cathode plate was positioned 30 mm from the anode. The parameters for the electrolytic polishing process are listed in Table 1. To maintain the electrolyte temperature at 15°C, the electrochemical cell was placed in a cooling bath filled with ice, as shown in Figure 2. After electrolytic polishing, the samples underwent a 15 min ultrasonic cleaning in ethanol, followed by drying in an ambient environment.

2.3 Mechanical deformation under uniaxial tension

The universal testing machine (Instron 5569 Model, Norwood, MA, USA) equipped with a maximum testing force of 50 kN, was employed for the tension loading of dog bone-shaped samples at room temperature. The testing was conducted at a constant crosshead speed of 0.5 mm·min⁻¹. Following ASTM E8 guidelines, each sample was evaluated with a traveling crosshead interrupted at 12, 25, 45, and 100 mm·mm⁻¹ tensile strains, inducing deformations at 2%, 5%, 10%, and 25% strains, respectively. The strain value for each deformed sample was determined by comparing the elongated gauge length with the initial gauge length.

2.4 Surface characterization

The area roughness (Ra) measurement was conducted using Laser scanning microscopy (LSM) with a 0.4 μm diameter laser beam, employing an Olympus LEXT OLS5100. AFM was carried out using a Park Systems AFM XE-1 equipped with a single silicon crystal probe and Cr–Co coating, operating in a non-contact mode at a scan rate of 0.22 Hz. X-ray diffraction (XRD) profiles of the 316L sample were obtained using a Bruker D8 Advance instrument with Cu Kα radiation (wavelength of 1.5406 Å), and the investigations were performed at room temperature. The diffraction angles were scanned between 30° and 100° with a scan step size of 0.02° and step time of 0.5 s.

2.5 Contact angle measurement

Contact angle measurement is a technique for evaluating wettability. The sessile drop method was employed to measure the static contact angle at room temperature, utilizing two different testing liquids, water and glycerol. Measurements were taken at the center of the gauge length. To perform contact angle measurements, 316L samples were positioned in the focal point, and a micropipette approached the sample surface until a 10 μL droplet of the test liquid touched the surface. After 60 s, the shape of the liquid droplet on the surface was recorded using a USB digital microscope. The average contact angles and standard deviation for each sample were determined through statistical data analysis based on at least five measurements. Figure 3 shows the contact angle measurement setup on the sample surface.

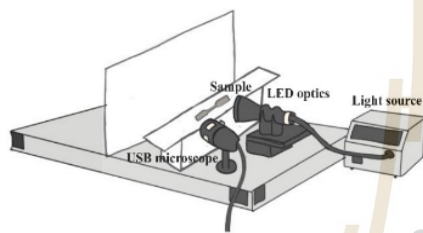


Figure 3. Schematic of the experimental setup for contact angle measurements.



Figure 4. Contact angle of (a) 5% strain and (b) 25% strain samples obtained using the Drop Analysis (LB-ADSA).

2.6 Surface free energy determination

The surface free energy is crucial in determining the wettability of liquid testing on a 316L surface [4]. Surface free energy calculations were performed using the indirect surface tension measurement method. The assessment of surface free energy at different strain levels utilized the Owens–Wendt method modified by Zhang *et al.* [5]. However, water and glycerol were employed for this study instead of diiodomethane owing to its toxicity. The following geometric mean relationship for solid–liquid interfacial surface tension, derived from Equation (1), is obtained by considering the interfacial energy contributed by the polar and dispersive components (γ_{SL}).

$$\gamma_{SL} = \gamma_S + \gamma_L + 2\sqrt{g_S^d g_L^d} - 2\sqrt{g_S^p g_L^p} \quad (1)$$

Where γ_L is the surface tension of the liquid, liquid polar component (g_L^p), liquid dispersive component (g_L^d), and γ_S is the surface tension of the solid, solid polar component (g_S^p), and solid dispersive component (g_S^d).

The balance at the three-phase contact of solid–fluid–fluid is governed by Young's equation (Equation (2)), where γ_{SG} and γ_{LG} represent the interfacial surface tensions of the solid–gas and liquid–gas interfaces. Young's contact angle (θ) is based on the assumption of a smooth and chemically homogeneous surface, which is influenced by the test liquid [6]. Substituting the surface free energy obtained from Equation (1) into Young's Equation leads to the Owens–Wendt contact angle model, as shown in Equation (3).

$$g_{SG} = g_{SL} + g_{LG} \cos \theta \quad (2)$$

$$\frac{g_L(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{g_L^d}} = \sqrt{\frac{g_S^d}{g_L^d}} + \sqrt{\frac{g_S^p}{g_L^p}} \quad (3)$$

Equation (3) can be reformulated into a linear expression for directly assessing surface energy using $\frac{g_L(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{g_L^d}}$ as the dependent variable and $\sqrt{\frac{g_S^d}{g_L^d}}$ as the independent variable. The square of the slope in the linearized Owens–Wendt plot is $\sqrt{g_S^d}$, and the square of the intercept is equal to $\sqrt{g_S^p}$. The contact angles were determined using the Drop Analysis (LB-ADSA) plugin in ImageJ software (Figure 4).

3. Results and discussion

3.1 Surface morphology and topography evolution

The surface relief of 316L was examined using LSM with differential interference contrast imaging, showcasing surface roughness and 3D construction of the submicron-level surface topography in deformed 316L (Figure 5). Figure 5(a) shows the microstructure of the undeformed sample, presenting an almost flat surface with a slight relief, likely resulting from mechanical grinding. The evolution of surface relief in deformed 316L is shown in Figure 5(b-e) using DIC images. At 2%

strain (Figure 5(b)), the deformed surface exhibits annealing twins and relief morphology originating from slip lines. With increased strain, slip lines near grain boundaries develop in all grains, along with active slip lines on different slip systems. Figure 5(e) depicts multiple slip lines on the deformed surface after 25% strain. The visibility of these slip lines depends on the level of strain deformation, surface valleys, and peak heights. Compared to the undeformed 316L, the deformed sample shows a significantly smaller average grain size, and the increased presence of slip lines leads to surface morphological distortion. The area roughness parameter (S_a) was obtained from 3D laser microscopy, yielding S_a values of 0.062 μm for the undeformed sample and 0.350, 0.695, 1.017, and 1.667 μm for strains of 2%, 5%, 10%, and 25%, respectively. As noted, the S_a value characterizes the surface roughness at the submicron level. Based on the 3D surface topography, the surface at 25% strain is rougher than those at lower strain levels. Considering the roughness value (S_a), commercially available implants are classified into four groups: smooth ($S_a = 0.5 \text{ mm}$), marginally rough ($S_a = 0.5 \text{ mm}$ to 1.0 mm), moderately rough ($S_a = 1.0 \text{ mm}$ to 2.0 mm), and rough ($S_a > 2.0 \text{ mm}$) [6]. For 316L stainless steel bone plates, before and after deformation, all the samples investigated in this study fall into smooth or marginally rough categories. Surface roughness is an essential quantitative descriptor of topography, with alterations influencing the structural characteristics of the surface [7]. The surface topography of deformed 316L stainless steel was assessed using AFM, as illustrated in Figure 6. Figures 6(a-b) represent $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ scanning areas of the deformed samples with 2% and 5% strain, respectively. The 3D reconstructions of the atomic force micrographs exhibit topographic features with varying contrast levels, indicating an increase in the number of slip lines with rising strain. In Figure 6(c), the 10% strain sample reveals a higher concentration of slip lines than in the 2% and 5% strain samples. Slip intersections at grain boundaries, observed in Figure 6(d) corresponding to the 5% strain topography, are common occurrences. However, the topography of the 10% strain does not show slip lines intersecting grain boundaries. These findings suggest slip transfer (transfer of shear) during plastic deformation [4]. In summary, at 5% strain, slip lines converge at grain boundaries, while the topography at 10% strain indicates nonintersecting slip lines (Figures 6(d-e)). Atomic force microscopy (AFM) is a powerful tool for examining the microstructure to identify and investigate slip intersections at grain boundaries under various strain levels. Detailed observations at 10% strain reveal significant changes in the deformation structure. Slip lines, which can appear linear or curved on the surface, exhibit notable alterations in orientation. Figure 6(a) illustrates these affected changes, highlighting the intersections of slip lines and providing insights into the complex deformation mechanisms at play.

Significant disparities in topographic height variations, reaching up to 400 nm at the grain boundary, are evident in Figure 6(f). The AFM image ($20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$ scan size) shows a cross-sectional line profile and the corresponding height measurements. For medical implant applications, submicron topography plays a crucial role in bone bonding, while micron or coarse-micron topography is essential for the long-term interfacial stability of endosseous implants [8]. Surface observations made by AFM commonly use slip lines to gain insights

into the motion of dislocations. With an increase in plastic strain, there is a concurrent increase in the concentration of dislocations within the grain interior. This leads to various intergranular dislocation-dislocation interaction processes associated with the glide of extended dislocations on different slip systems [9]. AFM observations can observe these characteristic features. Figure 6(g) shows slips activated across the surface of the 25% strained sample. Slip intersections act as precursors to martensite formation, as proposed by Olsen and Cohen [10]. This strain-induced martensitic transformation occurs at ambient temperature, signifying that martensite is formed at nucleation sites generated by plastic deformation, such as shear band intersections. To confirm the occurrence of martensitic transformation, the phase transformation of 316L can be evaluated morphologically at a microscopic level and through XRD analysis. XRD provides information about the crystallographic structure of martensite. In the context of surface observations by AFM, the development of slip bands provides information about plastic mechanisms, revealing the tendency of dislocations to move cooperatively in clusters on closely spaced slip planes or individually and independently. Observing slip steps at the surface [9,11] has been a valuable tool for understanding the cooperative motion of dislocations. The information collected at the surface is representative of the deformation within the bulk, aligning with observations from surface morphology analyses of deformed Cu [11]. A deformation twin at 10% strain, as shown in Figure 6(e), indicates an annealing twin characterized by the features of a twin boundary. The twin ribbon exhibits mirror characteristics of slip patterns across the twin boundary. S. Mishra *et al.* [12] have proposed that twin boundaries in deformed microstructures can have two possible origins: (1) the decay of original annealing twins and (2) the formation of deformation twins. The deformation process of 316L at different strain levels facilitates the identification of the relationship between relief morphology and the amount of deformation, predicting the degree of deformation that leads to relief features.

3.2 Phase identification

XRD profiles revealed the presence of austenitic and martensitic phases in 316L before and after deformation. Figure 7 shows the XRD profiles, with the primary phases appearing at 2θ approximately corresponding to the austenite, including $\gamma(111)$, $\gamma(200)$, $\gamma(220)$, and $\gamma(311)$. Figure 7(a) demonstrates asymmetric broadening at a diffraction angle of approximately 43° , with the deformed sample at 25% strain displaying the broadest peak width. In Figure 7(b), the α' -martensite (200) exhibits a weak reflection at a diffraction angle of 65° , and the intensities of diffraction peaks decrease with increasing deformation degree. Figure 7(c) confirmed the existence of ϵ -martensite which is in good agreement with previous study [4,15]. The XRD profile exhibits a broadening diffraction peak of α' -martensite (110) with increasing deformation. The broadening diffraction peaks indicate a decrease in average grain sizes, as observed in the LSM images. This slight increase in peak broadening and peak shifting can be attributed to the types of deformation mechanisms compared to the topographic characteristics.

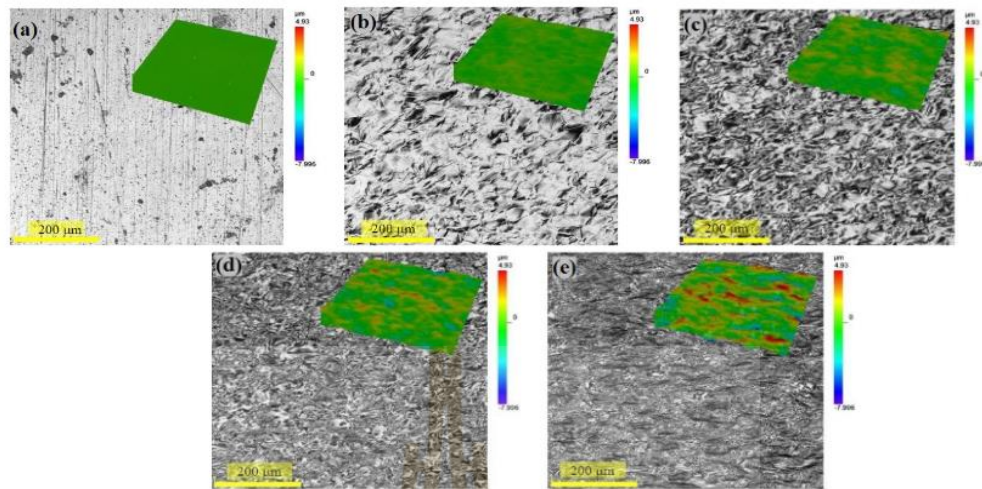


Figure 5. Laser scanning microscopy images and the inset of 3D surface topography of the 316L surface at various strain levels, (a) undeformed, (b) 2%, (c) 5%, (d) 10%, and (e) 25% strain.

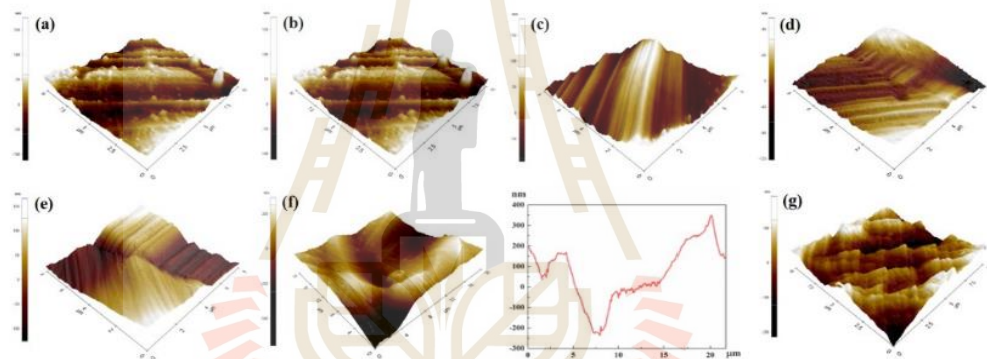


Figure 6. Evolution of surface relief in deformed samples at different strain levels, (a) 2%, (b) 5%, (c) 10%, (d) slip lines meet at grain boundary at 5%, (e) slip lines do not meet at grain boundary at 10%, (f) topographic height variations at 10%, and (g) slip intersections at 25% strain.

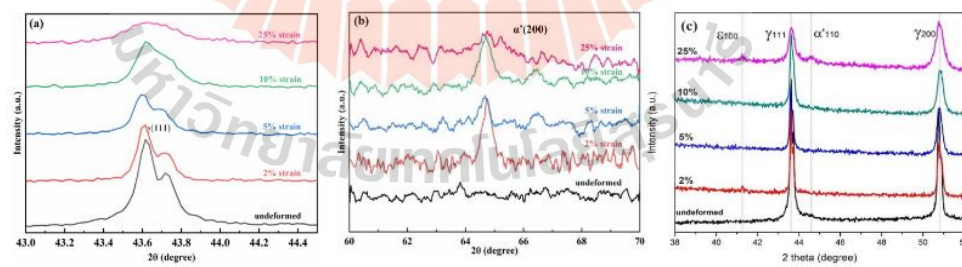


Figure 7. XRD profile utilized for phase identification on both the undeformed and deformed samples, (a) changes of austenite intensity, (b) at approximately of 65 degree shows $\alpha'(200)$ intensity with varying strain levels in 316L, and (c) the presence of ϵ -martensite.

The effect of roughness on the in vivo performance of metal implants has revealed both advantages and disadvantages. The corrosion properties of 316L are important and require careful consideration in material selection and the manufacturing process. Plastic deformation can damage the passive film on the surface because microstructural changes during plastic deformation typically involve martensitic transformation, twinning, and slip. In the case of metallic medical implants, the topmost atomic layer of the surface comes into contact with fluids, and the passive layer provides corrosion protection. However, it is not impervious to plastic deformation, potentially leading to allergenicity. The nickel content in stainless steel may serve as the cancer-causing element that could be released into the body during corrosion [13,14].

3.3 Contact angle measurements and surface free energy calculation

The contact angle measurements of multiple liquid droplets on 316L surfaces revealed different wetting properties. The level of deformation affected the functional wettability of the 316L surface. Figure 8 shows similar trends for two different liquids, with contact angle values decreasing as the percent strain increased. These findings align well with the observed topographical changes in the LSM micrographs (Figure 5), indicating a significant effect of surface characteristics, such as surface topography and roughness, on the wettability of 316L. The contact angle increases with the average surface roughness (Sa).

The calculated surface free energy was determined from the Owens–Wendt relationship by comparing the contact angles of water and glycerol on the surfaces. Figure 9 shows the Owens–Wendt relationship between water and glycerol on 316L surfaces processed at various degrees of deformation. As the degree of deformation increases, the surface roughness of 316L also rises, leading to enhanced surface free energy values. However, the surface free energy of the deformed sample after 2% strain (Figure 10) was lower than that of the undeformed sample. This suggests the presence of key factors influencing surface free energy. Ye Tian *et al.* [4] described that ϵ -martensite introduces the nucleation of α' -martensite and facilitates its formation at individual shear bands. With increasing surface free energy and the prevalence of deformation twins, slip intersections become dominant nucleation sites for α' -martensite. In our study, the surface free energy decreased from $6.75 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ to $4.37 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ for the undeformed and 2% strain-deformed samples, aligning with the XRD results that identified α' martensite phases in the deformed sample. Our findings align with an electron backscatter diffraction study on SUS321 stainless steel microstructural evolution under different strains during deformation-induced martensitic transformation (DIM). The study observed that ϵ -martensite was likely initiated within the slip band, challenging the previously assumed classical initiation theory at slip band intersections. Slip bands were identified as the preferred nucleation sites [15]. Volume expansion occurred owing to the sudden reorientation of C and Fe atoms during martensitic transformation [16]. Decreased surface free energy drives the nanoscale lattice reorientation [17,18]. The plastic deformation influences the formation of the passive layer owing to the presence of oxide. The outer layer comprises Fe(III) oxide, while the inner layer comprises Cr(III) oxide on the steel surface [19]. A study on the influence of plastic deformation on 304 stainless steel passive film reported changes in elemental composition content

owing to the oxide passive surface film and deformation-induced martensite introduction through cold rolling [20]. Results revealed that the oxide content decreased if the α' phase was less than 6%. Furthermore, after deformation under 10% strain, the polar and dispersive components of the estimated surface free energy values decreased, indicating a reduction in the surface free energy of the 316L surface.

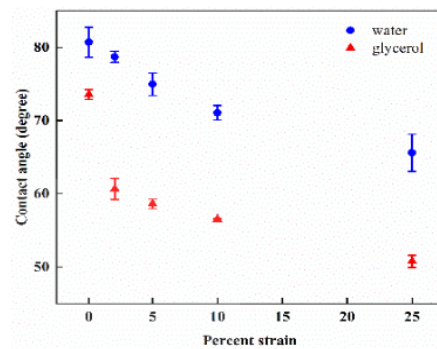


Figure 8. Average contact angles of water (blue circles) and glycerol (red triangles).

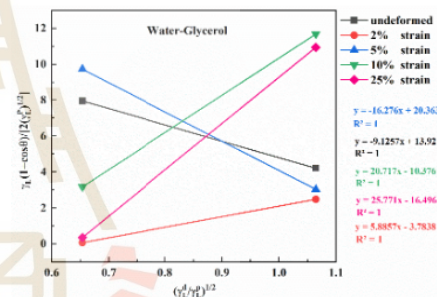


Figure 9. Owens–Wendt profile based on the contact angles of water and glycerol.

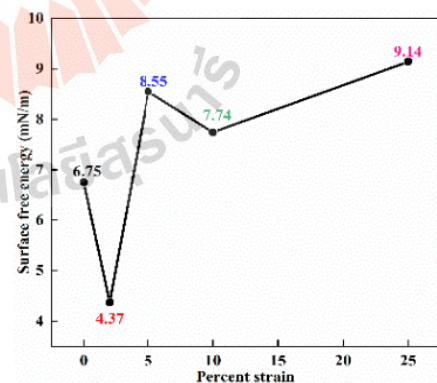


Figure 10. Surface free energy of the 316L surface at various strain levels.

The rise in surface free energy was ascribed to the plastic deformation behavior, a phenomenon explored by numerous researchers. Henry Bueno [21] clarified that the total surface tension of the solid was influenced by surface characteristics such as relief and crystallographic orientation. Peaks and valleys on a surface contribute to an increased surface area as roughness increases. A similar study highlighted that deformation features significantly change surface topography and increase surface roughness [22]. This increase in surface free energy was linked to plastic deformation behavior. At elevated levels of strain, particularly at higher degrees, the intensity of the γ -austenite peak decreases.

4. Conclusions

The evolution of the deformed surfaces in 316L stainless steel correlates with the strain variation. Comparing the topographical features observed in AFM with the phases detected by XRD measurement enables the identification of deformation mechanisms and the sequence of the DIM transformation, $\gamma \rightarrow$ slip lines $\rightarrow \alpha'$, during tensile deformation. Results from contact angle measurement and surface free energy determination indicate a higher degree of wettability after plastic deformation. However, the observed DIM transformation on the surface may damage the passive film, resulting in corrosion and a reduced implant lifespan. Notably, the 10% strain sample showed a decrease in surface free energy. In bioimplant applications, deformed surfaces are found characterized by a mean roughness falls falling within the 0.062 μm to 1.667 μm range.

Acknowledgment

K. Antanam acknowledges Suranaree University of Technology for financial support through the Honorary Graduate Scholarship Program.

References

- [1] S. Wu, S. Altenried, A. Zogg, F. Zuber, K. Maniura-Weber, and Q. Ren, "Role of the surface nanoscale roughness of stainless steel on bacterial adhesion and microcolony formation," *ACS omega*, vol. 3, no. 6, pp. 6456-6464, 2018.
- [2] L. Susanna, "Surface free energy – what is it and how to measure it?," Biolin Scientific.com. <https://www.biolinscientific.com/blog/how-to-measure-surface-free-energy> (accessed Apr. 6, 2020).
- [3] S. Cicek, A. Karaca, I. Torun, M. S. Onses, and B. Uzer, "The relationship of surface roughness and wettability of 316L stainless steel implants with plastic deformation mechanisms," *Materials Today: Proceedings*, vol. 7, pp. 389-393, 2019.
- [4] Y. Tian, O. I. Gorbato, A. Borgenstam, A. V. Ruban, and P. Hedström, "Deformation microstructure and deformation induced martensite in austenitic Fe-Cr-Ni alloys depending on stacking fault energy," *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 48, no. 1, pp. 1-7, 2017.
- [5] Z. Zhang, W. Wang, A. N. Korpacz, C. Dufour, Z. J. Weiland, C. R. Lambert, and M. Timko, "Binary liquid mixture contact-angle measurements for precise estimation of surface free energy," *Langmuir*, vol. 35, no. 38, pp. 12317-12325, 2019.
- [6] A. M. O. Omar, W. Xia, and A. Palmquist, "Dental Implant surfaces – physicochemical properties, biological performance and trends implant dentistry," *Implant Dentistry-A Rapidly Evolving Practice*, vol. 1, pp. 19-56, 2011.
- [7] A. Shenoy, "The effect of surface roughness on the fretting corrosion of 316L stainless steel biomaterial surfaces," PhD diss., Syracuse University, 2014.
- [8] J. E. Davies, E. Ajami, R. Moineddin, and V. C. Mendes, "The roles of different scale ranges of surface implant topography on the stability of the bone/implant interface," *Biomaterials*, vol. 34, no. 14, pp. 3535-3546, 2013.
- [9] J. P. Hirth, and L. Kubin, "Cross-slip," in *Handbook of Dislocations in solids*, 2009, pp. 15-17.
- [10] P. Hedström, "Deformation and martensitic phase transformation in stainless steels," PhD. dissertation, Luleå tekniska universitet, 2007.
- [11] M. Montagnat, J. Weiss, J. Chevy, P. Dubal, H. Brunjail, P. Bastie, and J. G. Sevillano, "The heterogeneous nature of slip in ice single crystals deformed under torsion," *Philosophical Magazine*, vol. 86, no. 27, pp. 4259-4270, 2006.
- [12] S. Mishra, K. Narasimhan, and I. Samajdar, "Deformation twinning in AISI 316L austenitic stainless steel: role of strain and strain path," *Materials Science and Technology*, vol. 23, no. 9, pp. 1118-1126, 2007.
- [13] N. Eliaz, "Corrosion of metallic biomaterials: A review," *Materials*, vol. 12, no. 3, p. 407, 2019.
- [14] A. Nouri, and C. Wen, "Introduction to surface coating and modification for metallic biomaterials," *Surface Coating and Modification of Metallic Biomaterials*, pp. 3-60, 2015.
- [15] J. L. Wang, M. H. Huang, X. H. Xi, C. C. Wang, and W. Xu, "Characteristics of nucleation and transformation sequence in deformation-induced martensitic transformation," *Materials Characterization*, vol. 163, p. 110234, 2020.
- [16] N. Solomon, and I. Solomon, "Phase transformation influence on corrosion resistance of AISI 316 austenitic stainless steel," *UPB Scientific Bulletin*, vol. 72, pp. 197-207, 2010.
- [17] F. Ma, K. W. Xu, and P. K. Chu, "Surface-induced structural transformation in nanowires," *Materials Science and Engineering*, vol. 74, no. 6, pp. 173-209, 2013.
- [18] Q. Zu, Y. F. Guo, and X. Yao, "Surface and orientation effects on stress-induced hcp-fcc phase transformation in Ti nanopillars," *Applied Surface Science*, vol. 509, p. 145234, 2020.
- [19] Z. Wang, F. Di-Franco, A. Seyeux, S. Zanna, V. Maurice, and P. Marcus, "Passivation-induced physicochemical alterations of the native surface oxide film on 316L austenitic stainless steel," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 166, no. 11, pp. C3376-C3388, 2019.
- [20] S. He, D. Jiang, and Z. Sun, "Effect of deformation-induced martensite on protective performance of passive film on 304 stainless steel," *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 13, no. 5, pp. 4700-4719, 2018.
- [21] H. Bueno, "The critical surface tension of 316L stainless steel," M.S. Thesis, San Jose State University, 2005.

- [22] B. Uzer, "Modulating the surface properties of metallic implants and the response of breast cancer cells by surface relief induced via bulk plastic deformation," *Frontiers in Materials*, vol. 7, p. 99, 2020.



ประวัติผู้เขียน

นางสาวกนกวรรณ อ้นทะนาม เกิดเมื่อวันที่ 26 มกราคม พ.ศ. 2541 จบการศึกษาระดับมัธยมจากโรงเรียนผดุงนารี จังหวัดมหาสารคาม และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา ปีการศึกษา 2562 จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ (วิศวกรรมโลหการ) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีการศึกษา 2562 โดยได้รับทุนการศึกษากิตติบัณฑิตแก่นักศึกษากิตติมศักดิ์เพื่อเข้าศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา

