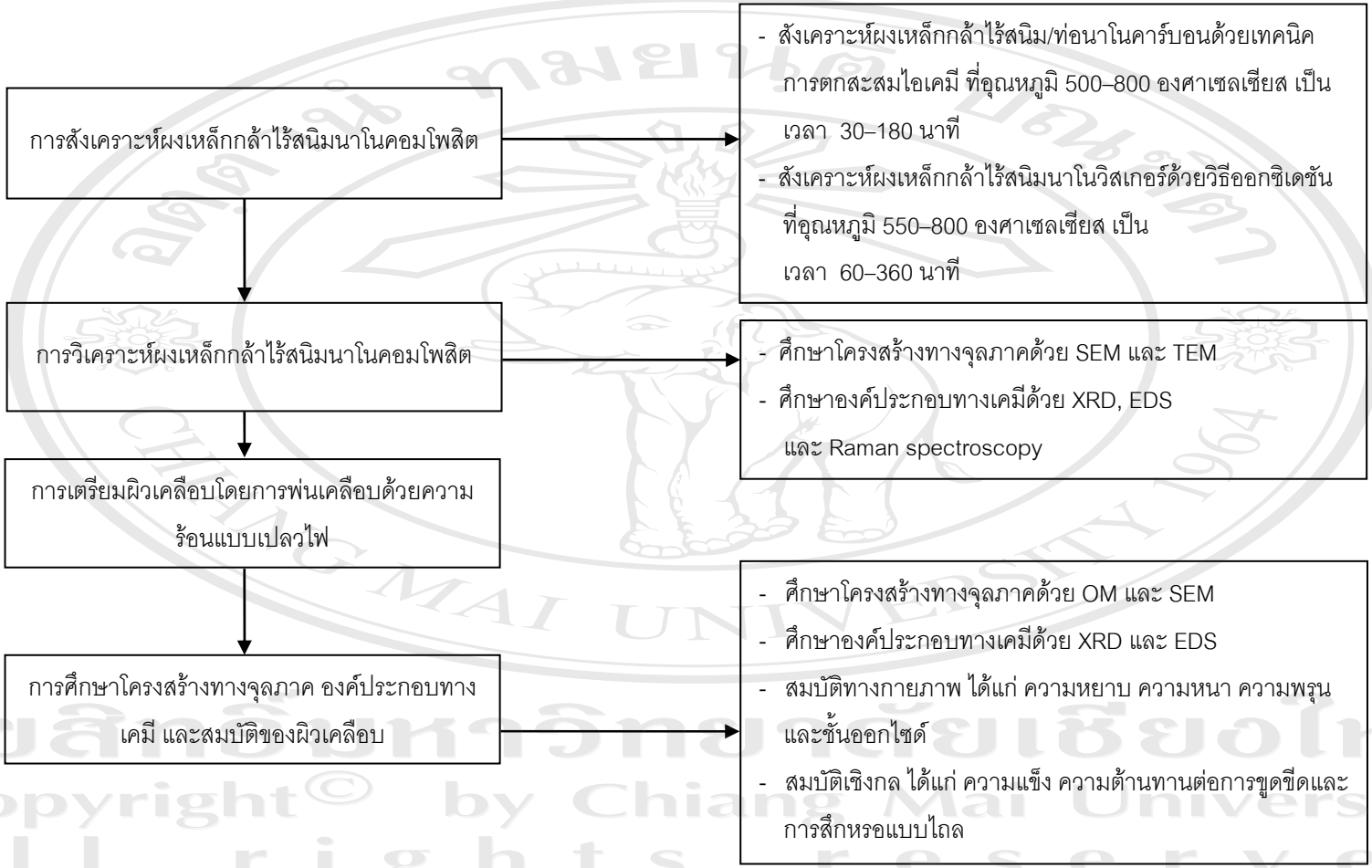
บทที่ 3
วิธีการทดลอง

งานวิจัยจะแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนหลัก คือ

(1) การสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิต ซึ่งทำการเตรียมผงพ่นที่มีโครงสร้างนาโนปกคลุมบริเวณพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม 2 ชนิด คือ ท่อนาโนคาร์บอน และนาโนวิสเกอร์ โดยผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาคาร์บอนเตรียมด้วยวิธีการตกสะสมด้วยไอเคมีใช้เอทานอลเป็นแหล่งคาร์บอน (carbon source) และผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์เตรียมด้วยวิธีการออกซิเดชัน ในขั้นตอนของการสังเคราะห์ผงนาโคอมโพสิตทั้งสองชนิดตัวแปรสองตัวแปรที่สนใจศึกษา คือ อุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ ในงานวิจัยนี้หาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ผงนาโนคอมโพสิต จากนั้นนำผงที่สังเคราะห์ได้ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค ได้แก่ สัณฐานวิทยาและขนาดของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดผ่าน (transmission electron microscopy; TEM) ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (energy dispersive X–ray spectroscopy; EDS) การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X–ray diffractometer) และรามานสเปกโตรสโกปี (Raman spectroscopy)

(2) การเตรียมผิวเคลือบเหล็กกล้าไร้สนิมและผิวเคลือบนาโนคอมโพสิตจากผงที่ทำการสังเคราะห์ได้ในส่วนที่ (1) แล้วศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscopy; OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องมือเช่นเดียวกับการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของผงพ่นเคลือบ ศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของผิวเคลือบทั้ง 2 เช่น ความหยาบผิว ความหนา ความพรุน ชั้นออกไซด์ ศึกษาความแข็งแบบวิกเกอร์ส ความต้านทานต่อการขูดขีด และทดสอบการสึกหรอแบบไถลของผิวเคลือบ เป็นต้น โดยมีขอบเขตการทดลองโดยรวมดังรูป 3.1

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการดำเนินงานโดยรวม

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.1 สารเคมี วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 สารเคมี

1) ผงเหล็กกล้าไร้สนิม 431ชื่อทางการค้า 42C ผลิตโดยบริษัท SULZER METCO ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ ประกอบด้วยธาตุต่างๆ ดังรายละเอียดในตาราง 3.1

ตาราง 3.1 องค์ประกอบทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิม 431 ผลิตโดยบริษัท SULZER METCO

Element	Wt%
Fe	81.80
Cr	16.00
Ni	2.00
C	0.20

2) เอทานอล (C_2H_5OH)

3) แก๊สอาร์กอน (Ar gas)

4) แก๊สไฮโดรเจน (H_2 gas)

5) กรดไฮโดรคลอลิก (HCl) โดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมนี

6) น้ำกลั่น

7) เรซิน (multifast green resin) โดยบริษัท struers ประเทศเยอรมนี

3.1.2 วัสดุอุปกรณ์

1) แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม สำหรับเป็นแผ่นรองสารในการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

2) ถ้วยอะลูมินา สำหรับเป็นแผ่นรองสารในการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

3) กระดาษกรอง

4) บีกเกอร์

5) ขวดรูปชมพู่

6) ปิเปตขนาด 5 มิลลิลิตร

7) กรวยแก้ว

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

8) กระดาษทรายน้ำเบอร์ 100, 240, 360, 400, 600, 800, 1000 และ 1200

9) ผงขัดอะลูมินาขนาด 1 และ 0.3 ไมครอน

3.1.3 เครื่องมือ

1) เตาเผาแบบท่อควอตซ์ (tube furnace) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 38 มิลลิเมตร

2) เตาอบสาร (oven)

3) ปั๊มโรตารี (rotary pump)

4) เครื่องวัดอัตราการไหล (flow meter)

5) เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller)

6) เกจสำหรับวัดความดัน

7) เครื่องชั่งแบบดิจิตอล ความละเอียด 0.0001 มิลลิกรัม รุ่น ABB2.04 (Mattler Toledo) ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

8) เครื่องทำความสะอาดความถี่สูง (ultra sonic baht) รุ่น transonic T310 ผลิตโดยบริษัท Elma ประเทศเยอรมนี

9) เครื่องพ่นทราย

10) ชุดป้อนผงเคลือบรุ่น Praxair 1264 ประเทศสหรัฐอเมริกา (รูป 3.2(ก))

11) ปืนพ่นเคลือบโดยบริษัท Metallizing Equipment รุ่น MEC powderjet-86 ประเทศอินเดีย (รูป 3.2(ข))

12) เครื่องตัดชิ้นงาน รุ่น Q–2 โดยบริษัท MEGA ประเทศจีน (รูป 3.3)

13) เครื่องขัด รุ่น MoPao160E โดยบริษัท MEGA ประเทศจีน (รูป 3.4)

14) เครื่องขึ้นเรือนแบบร้อน (hot mounting) รุ่น CitoPress–1 โดยบริษัท struers ประเทศเยอรมนี (รูป 3.5)

15) เครื่องวัดความหยาบ รุ่น Surtronic 3+ ผลิตโดยบริษัท Taylor Hobson ประเทศอังกฤษ (รูป 3.6)

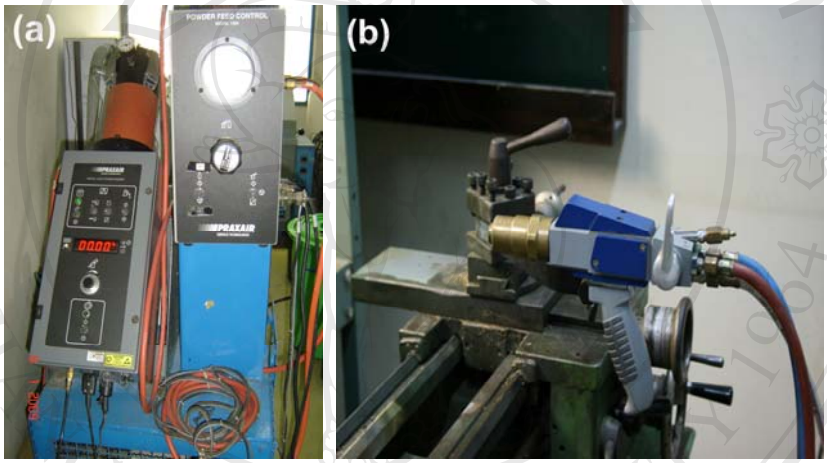
16) กล้องจุลทรรศน์แบบแสง รุ่น XJL–101 บริษัท MEGA ประเทศจีน (รูป 3.12)

17) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM–6335F ชนิด FE บริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น (รูป 3.8)

18) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM–5910LV ชนิด LV บริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น (รูป 3.13)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

19) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) รุ่น JSM–2010 บริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น (รูป 3.9)
20) เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ประเทศเยอรมนี
21) รามานสเปกโตรสโกปี รุ่น Jobin Yvon, T64000 ประเทศเยอรมนี
22) เครื่องวัดความแข็ง (micro hardness) รุ่น Wolpert W Group ประเทศอังกฤษ
23) เครื่องทดสอบความต้านทานต่อการขูดขีด (รูป 3.16)
24) เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบไถล (pin–on–disk) ตามมาตรฐาน ASTM G99–90 รุ่น ISC–200 TRIBIMETER



รูป 3.2 ชุดเครื่องพ่นเคลือบด้วยความร้อนแบบเปลวไฟ (a) ชุดป้อนผง และ (b) ปืนพ่น

รูป 3.3 เครื่องตัดชิ้นงาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูป 3.4 เครื่องขัดชิ้นงาน

รูป 3.5 เครื่องขึ้นเรือนแบบร้อน

รูป 3.6 เครื่องวัดความหยาบ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2 วิธีการดำเนินการทดลอง

3.2.1 การสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

1) นำผงเหล็กกล้าไร้สนิม 431 ปริมาณ 10 กรัม วางบนแผ่นรองเหล็กกล้าไร้สนิม จากนั้นนำไปวางในตำแหน่งกึ่งกลางของท่อควอตซ์ รูป 3.7 แสดงระบบสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกสะสมด้วยไอเคมี

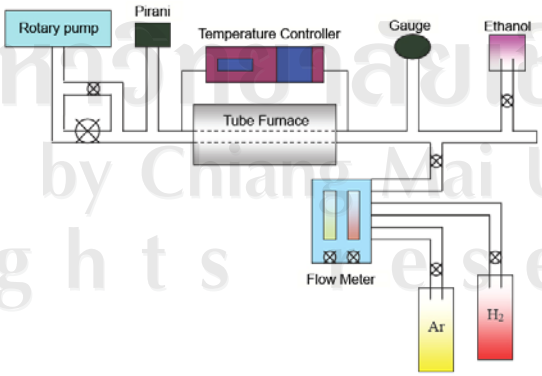
2) เปิดระบบเตา ตั้งอุณหภูมิไปที่ 450 องศาเซลเซียส และเปิดปั๊มโรตารี เพื่อให้ได้ความดัน 0.01 Torr

3) ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เปิดวาล์วและเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (Ar) ไปที่ 300 sccm (standard cubic per minute) และแก๊สไฮโดรเจน (H_2) ที่ 50 sccm ที่ความดัน 300 Tor เป็นเวลา 30 นาที เมื่อครบเวลาที่กำหนดทำการปิดวาล์วและเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สทั้งสองชนิด

4) ตั้งอุณหภูมิไปที่อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ 550, 600, 650, 700, 750, 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการทำการเปิดวาล์วเอทานอล (C_2H_5OH) ที่ความดัน 10 Torr เป็นเวลา 60 นาที

5) ปิดระบบปั๊ม ลดอุณหภูมิลงมาจนถึงอุณหภูมิห้อง ปิดเตาและนำชิ้นงานออกจากเตา

(a)



(b)

รูป 3.7 (a) ระบบการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกสะสมด้วยไอเคมี และ (b) แผนภาพแสดงส่วนประกอบต่างๆ ของระบบ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.2 การสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

1) นำผงเหล็กกล้าไร้สนิมปริมาณ 10 กรัม แช่ลงในบีกเกอร์ที่มีกรด HCl ความเข้มข้น 2 โมลาร์ เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นล้างออกด้วยน้ำกลั่น แล้วกรองน้ำออก

2) นำผงที่ผ่านการกัดกรดไปอบไล่ความชื้นด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

3) นำผงที่แห้งแล้วไปโรยบนถ้วยอะลูมินาและเกลี่ยให้สม่ำเสมอ แล้วนำไปเผาในเตาท่อในบรรยากาศปกติ โดยเริ่มเผา 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 360 นาที และเมื่อเผาครบเวลาที่กำหนด จึงทำการปิดเตาแล้วปล่อยให้อนุภาคผงพ่นเย็นตัวอย่างช้าๆ จนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำอนุภาคผงพ่นออกจากเตา

4) การทดลองนี้จะกำหนดสัญลักษณ์ของแต่ละสภาวะการสังเคราะห์ผงพ่น ดังนี้

สัญลักษณ์ Fe–A–B–C–D

เมื่อ A คือ ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอลิก (โมลาร์)

B คือ เวลาที่ใช้กัดกรด (นาที)

C คือ อุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ (องศาเซลเซียส)

D คือ เวลาที่ใช้สังเคราะห์ (นาที)

รูป 3.8 ระบบการสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.3 การวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมและผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

3.2.3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของผงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น JSM 6335F (รูป 3.9) เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาขนาด ลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างภายนอกของผงสารตัวอย่างและมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ cold cathode field emission มีความแยกชัดเจนสูงในระดับ 1.5 นาโนเมตร ที่ 15 kV มีการควบคุมการทำงานด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์ สามารถบันทึกรูปที่ถ่ายไมโครกราฟ ติดตั้งพร้อม secondary electron detector, backscattered electron detector และ energy dispersive X–ray (EDX)

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

1) ติดผงพ่นนาโนคอมโพสิตกับแท่งทองเหลืองด้วยเทปทองแดง
2) นำชิ้นงานมาเคลือบทองเพื่อให้ชิ้นงานสามารถนำอิเล็กตรอนได้
3) นำชิ้นงานมาถ่ายภาพโครงสร้างทางจุลภาค

รูป 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของผงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM) รุ่น JEM–2010 (รูป 3.10) ใช้ศึกษาองค์ประกอบและลักษณะภายในของตัวอย่างโดยใช้หลักการให้แสงอิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างที่บางมาก โดยทำงานในรูปที่แบบ Transmission mode และ Scanning tranmission mode เหมาะสำหรับการศึกษา Energy–Dispersive X–ray Spectro–

scopy และ Electron diffraction ติดตั้งพร้อม Energy–Dispersive X–ray Microanalyser และ Wide angle TV camera เพื่อช่วยในการโฟกัสภาพที่กำลังขยายสูง

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

1) นำชิ้นงานมาใส่ในหลอดทดลอง
2) ใส่เอทานอลในหลอดทดลอง
3) ทำการสั่นสารละลายด้วยเครื่องทำความสะอาดความถี่สูง เพื่อให้ท่อนาโนคาร์บอนหลุดออกจากผงเหล็กกล้าไร้สนิมและกระจายตัวได้ดี

รูป 3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

3.2.3.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ในงานวิจัยนี้ได้ตรวจสอบหาชนิด และปริมาณของเฟสด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ หลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระจาย และเลี้ยวเบนโดยมีมุมการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึก และระนาบที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุนั้นๆ ดังรูป 3.11 โดยวิธีการตรวจสอบเริ่มจากการนำผงชิ้นงานใส่ฐานรอง (holder) ก่อนนำเข้าเครื่อง XRD โดยใช้ทองแดง (CuK_{α}) เป็นเป้า และรังสีเอกซ์ความยาวคลื่น 1.54 อังสตรอม เวลาที่ใช้วิเคราะห์เป็น 5 องศาต่อนาที และมุม 2θ ที่ใช้วิเคราะห์ คือ 10–90 องศา ซึ่งภายในเครื่องจะมีเครื่องตรวจวัด (detector) รังสีที่กระจายออกมาจากวัสดุ ณ ตำแหน่งต่างๆ ดังนั้นจึงสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (I) แล้วนำข้อมูลที่ได้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ไปพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง I กับ 2θ และนำข้อมูลที่ได้ไปตรวจสอบเฟสกับค่าของ JCPDS ว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนที่ตรวจวัดได้นั้นตรงกับสารชนิดใด

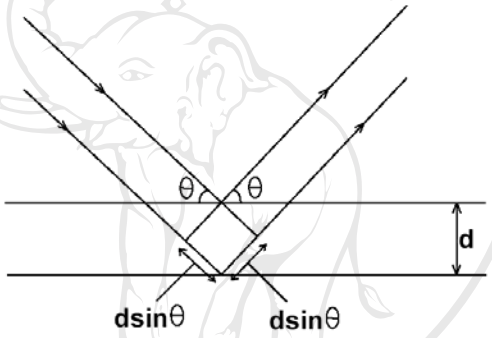
จากสมการของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \qquad (3.1)$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่น, n คือ ลำดับของการสะท้อน

d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (hkl)

θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อน เมื่อวัดเทียบกับระนาบที่พิจารณา



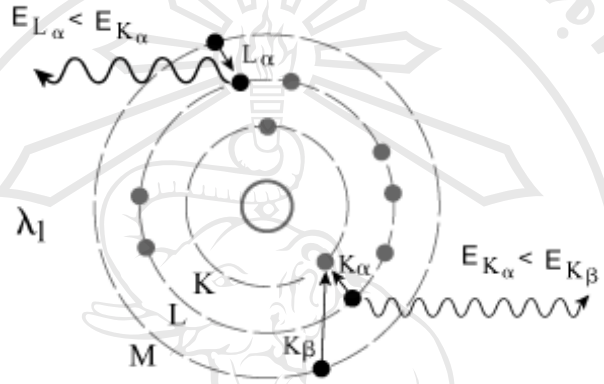
รูป 3.11 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [50]

3.2.3.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (energy dispersive spectroscopy; EDX) เป็นของบริษัท Oxford Instrument ติดตั้งคู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM 6335F ของบริษัท JEOL โดยเครื่องเอกซเรย์แบบกระจายพลังงานจะใช้ศึกษาองค์ประกอบธาตุของสารตัวอย่าง โดยเป็นเทคนิคในโครงสร้างระดับจุลภาคที่มีพื้นฐานมาจากลักษณะเฉพาะของรังสีเอกซ์ ซึ่งก่อให้เกิดยอดคลื่นเมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงกระทบกับตัวอย่าง เนื่องจากธาตุแต่ละชนิดจะให้ลายพิมพ์ของสเปกตรัมที่มีลักษณะเฉพาะ จึงใช้ระบุชนิดของธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ สัญญาณรังสีเอกซ์ จะถูกตรวจจับโดยหัววัดซิลิกอน–ลิเทียม ในการสร้างให้มีประสิทธิภาพต้องตั้งค่าหัววัดในระดับต่ำกว่าเลขอะตอมของธาตุที่จะนำมาวัดโดยทั่วไปธาตุที่หนักกว่าคาร์บอน (Z=5)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

หลักการทำงานของเครื่องเอกซเรย์แบบกระจายพลังงาน คือ เมื่ออิเล็กตรอนชนกับสารตัวอย่างจะเกิดการถ่ายเทพลังงานทำให้อิเล็กตรอนมีระดับพลังงานสูงขึ้น หากพลังงานนั้นมากพอจนสา มารถเอาชนะแรงยึดเหนี่ยวของนิวเคลียสได้ อิเล็กตรอนจะหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระ อิเล็กตรอนในระดับพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่ละปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าเรียกว่า รังสีเอกซ์ ดังรูป 3.12



รูป 3.12 การเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานอิเล็กตรอนภายในอะตอมส่งผลให้เกิดรังสีเอกซ์ [51]

3.2.3.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงด้วยรามานสเปกโตรสโกปี

รามานสเปกโตรสโกปีเป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัสดุ โดยอาศัยหลักการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic scattering) ของแสงโดยผลึกหรือโมเลกุลที่ย่านความถี่ตั้งแต่ UV (ultraviolet) ถึง NIR (near infared) ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงความถี่อันเนื่องมาจากการที่ผลึกหรือโมเลกุลได้รับหรือสูญเสียพลังงานอย่างใดอย่างหนึ่ง จากการทรานสิชันระหว่างชั้นพลังงานของการสั่นหรือการหมุน (photon–phonon scattering) ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ Raman mapping, microscopy และสเปกโตรสโกปี โดยบอกรายละเอียดต่างๆ ของวัสดุได้แก่ องค์ประกอบ (composition) พันธะเคมี (bonding) โครงสร้าง (structure) เฟส (phase) การบอกตำแหน่ง (localization) ขนาด(size) ความเครียดเหนี่ยวนำ (induced stress) และกลไกของปฏิกิริยา (reaction mechanism) เป็นต้น

สำหรับการศึกษาโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนด้วยเครื่องรามานนั้น จะสามารถหาค่าอัตราส่วนระหว่างความเข้ม (intensity) ของพีค D–band (disorder) และ G–band (Graphite) ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกถึงความเป็นระเบียบของโครงสร้างผลึกและความบริสุทธิ์ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ว่ามีสารปนเปื้อน (impurities) มากน้อยเพียงใด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

1) นำสารตัวอย่างวางบนแผ่นสไลด์

2) ใช้แสงเลเซอร์จากอาร์กอนเลเซอร์ ซึ่งมีค่าความยาวคลื่น 514.5 nm และมีค่ากำลัง 7.5 W โฟกัสลงบนพื้นที่ที่ต้องการวิเคราะห์ โดยใช้ Microscope เป็นตัวปรับโฟกัส

3) คอมพิวเตอร์แสดงผล Raman peaks โดยเป็นกราฟระหว่าง wave number (cm^{-1}) กับ intensity (a.u.)

3.2.4 การเตรียมผิวเคลือบด้วยวิธีการพ่นเคลือบด้วยความร้อนแบบเปลวไฟ

1) เตรียมซับสเตรท โดยการตัดชิ้นงานเหล็กอ่อน ให้เป็นสี่เหลี่ยมขนาด 2.54 X 3.00 เซนติเมตร

2) ทำให้ผิวชิ้นงานมีความหยาบ เพื่อเพิ่มแรงยึดเกาะทางกายภาพให้ดีขึ้น โดยการพ่นอนุภาคทราย Al_2O_3 ขนาด 500 ไมครอน

3) นำชิ้นงานที่พ่นทรายแล้วมาติดตั้งบนอุปกรณ์จับยึดชิ้นงาน จากนั้นทำการพ่นเคลือบด้วยผงเหล็กกล้าไร้สนิม และเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้จาก 3.2.1 และ 3.2.2 ด้วยการพ่นแบบเปลวไฟ โดยใช้สภาวะที่ใช้ในการพ่นดังตาราง 3.2 และนำผิวเคลือบที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี ความแข็ง ความต้านทานต่อการขูดขีด และการสึกหรอต่อไป

ตาราง 3.2 สภาวะในการพ่นเคลือบระบบเปลวไฟของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์และเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิต

Parameters		
Acetylene (C_2H_2)	pressure (bar)	1
	flow rate (ft^3/h)	55
Oxygen (O_2)	pressure (bar)	2.2
	flow rate (ft^3/h)	45
Nitrogen (N_2)	pressure (bar)	7
	flow rate (ft^3/h)	3.5
Feed rate (g/min)		75
Distance (mm.)		205
Time (min)		150

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.5 การวิเคราะห์ผิวเคลือบ

3.2.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของผิวเคลือบ

ในงานวิจัยนี้ใช้กล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope; OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (low vacuum scanning electron microscope; LV SEM) สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบ โดยมีรายละเอียดดังนี้

กล้องจุลทรรศน์แบบแสง

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่มีระบบเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพ 2 ชุดด้วยกัน คือ เลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) และเลนส์ใกล้ตา (ocular lens) หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้ คือ เมื่อแสงไฟจากหลอดไฟเป็นแหล่งกำเนิดแสงถูกรวบรวมแสงโดยเลนส์คอนเดนเซอร์ (condenser lens) ไปตกที่วัตถุที่วางบนแท่นวางวัตถุ (specimen stage) จากนั้นเลนส์ใกล้วัตถุจะเป็นตัวขยายวัตถุให้ได้ภาพที่ใหญ่ขึ้น แล้วส่งต่อไปยัง (ocular lens) เพื่อขยายภาพสุดท้าย

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

1) ตัดผิวเคลือบนาโนคอมโพสิตด้วยเครื่องตัด
2) นำชิ้นงานมาขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นเรือนแบบร้อน
3) ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายน้ำเบอร์ 100, 240, 360, 400, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ
4) ขัดเงาชิ้นงานด้วยผงอะลูมินา ขนาด 1 และ 0.3 ไมโครเมตร
5) นำชิ้นงานมาถ่ายภาพโครงสร้างทางจุลภาค

รูป 3.13 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น JSM 5910LV (รูป 3.14) สามารถทำงานในภาวะสุญญากาศต่ำในช่วง 1–270 ปาสคาล ความแยกชัดในสภาวะสุญญากาศต่ำจะมีค่าเท่ากับ 4.5 มิลลิเมตร ศักย์เร่งอิเล็กตรอนปรับเปลี่ยนได้ในช่วง 0.330 กิโลโวลต์ ชิ้นงานขนาดใหญ่ที่สุดที่สามารถบรรจุได้ คือ 20 เซนติเมตร มีระบบคอมพิวเตอร์ควบคุมให้ง่ายต่อการใช้งาน ติดตั้งพร้อม secondary electron detector, backscattered electron detector และ energy–dispersive X–ray microanalyser

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

1) เตรียมชิ้นงานเหมือนกับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง
2) นำชิ้นงานมาเคลือบทองเพื่อให้ชิ้นงานสามารถนำอิเล็กตรอนได้
3) นำชิ้นงานมาถ่ายภาพโครงสร้างทางจุลภาคและวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

สำหรับการศึกษารอยหักของผิวเคลือบมีขึ้นตอนการเตรียมชิ้นงานดังนี้

1) กะเทาะผิวเคลือบออกจากซับเสตรท
2) หักผิวเคลือบให้เป็นชิ้นเล็กๆ สูงประมาณ 2 มิลลิเมตร
3) ติดผิวเคลือบกับแท่งทองเหลืองด้วยเทปคาร์บอน
4) นำชิ้นงานมาเคลือบทองเพื่อให้ชิ้นงานสามารถนำอิเล็กตรอนได้
5) นำชิ้นงานมาถ่ายภาพรอยหักของผิวเคลือบ

รูป 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ชนิด LV

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.5.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์เป็นของบริษัท Oxford Instrument ติดตั้งคู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM 5910LV ของบริษัท JEOL โดยเครื่องรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน โดยจะใช้ศึกษาองค์ประกอบธาตุของสารตัวอย่าง โดยมีหลักการดังข้อ 3.2.2.4 ที่ได้กล่าวมาข้างต้น โดยในกรณีผิวเคลือบศึกษาโดยใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์แบบจุดและแบบพื้นที่ ส่วนการเตรียมชิ้นงานก็มีขั้นตอนเหมือนกับการศึกษาโครงสร้างจุลภาค

3.2.5.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบใช้หลักการและเครื่องมือการวิเคราะห์เช่นเดียวกับผงพ่นดังหัวข้อ 3.2.2.3

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

1) ตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 1 × 1 เซนติเมตร และมีความสูง 3 มิลลิเมตร
2) นำชิ้นงานมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้ running step = 0.02 องศา/นาที และ time/step = 0.5 ที่มุมการวิเคราะห์ 20–90 องศา

3.2.6 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของผิวเคลือบ

ความหยาบของผิวเคลือบ

เมื่อทำการเตรียมผิวเคลือบเหล็กกล้าไร้สนิม และเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิตเสร็จแล้ว นำผิวเคลือบทั้งสองวัดความหยาบผิวด้วยเครื่องวัดความหยาบ จำนวน 10 ครั้ง พร้อมทั้งหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

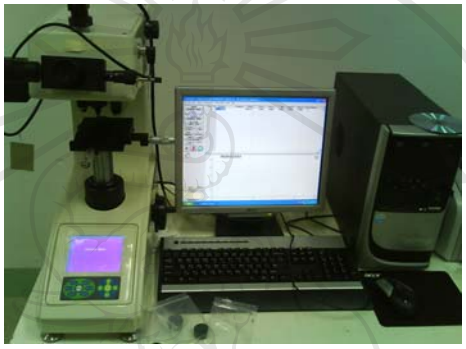
ความพรุนของผิวเคลือบและชั้นออกไซด์

นำชิ้นงานที่ผ่านขั้นตอนการทดสอบโครงสร้างทางจุลภาค มาหาค่าร้อยละความพรุนและชั้นออกไซด์ของผิวเคลือบ จากกล้องจุลทรรศน์แบบแสงที่เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ โดยใช้โปรแกรม ImageJ โดยถ่ายภาพของผิวเคลือบที่กำลังขยาย 400 เท่า 10 ตำแหน่ง และหาค่าร้อยละความพรุนและชั้นออกไซด์ของผิวเคลือบ นำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.7 การทดสอบความแข็งของผิวเคลือบ

นำชิ้นงานที่ทดสอบโครงสร้างทางจุลภาคแล้วมาทดสอบวัดค่าความแข็งต่อ โดยใช้เครื่องวัดความแข็งแบบ Vickers microhardness รุ่น Wolpert W Group ประเทศอังกฤษ โดยใช้น้ำหนัก 300 กรัม ตามลำดับ และใช้เวลา 15 วินาที ต่อการกดชิ้นงานในแต่ละจุด โดยทำการกดทั้งหมด 10 จุด แต่ละจุดห่างกันประมาณ 5 มิลลิเมตร บันทึกผลค่าความแข็งแต่ละจุดพร้อมทั้งหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน



รูป 3.15 เครื่องวัดค่าความแข็งแบบวิกเกอร์สติดตั้งร่วมกับระบบวิเคราะห์และคอมพิวเตอร์

3.2.8 การทดสอบความต้านทานต่อการขูดขีดของผิวเคลือบ

1) นำชิ้นงานที่มาทดสอบวัดค่าความแข็งด้วยเครื่องทดสอบความต้านทานต่อการขูดขีด โดยนำชิ้นงานไปขูดด้วยหัวขูดแบบมาตรฐาน ร็อคเวลล์ ซี โดยหัวกดมีมุม 120 องศา ด้วยน้ำหนัก 2, 3, 4, 10 และ 15 นิวตัน ตามลำดับ โดยใช้ความเร็ว 6.7 cm/min

2) วัดความกว้างของรอยขูดขีดที่เกิดขึ้นบนผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง

3) หาค่าความแข็งของผิวเคลือบจากสมการ (2.4)

4) พล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่ใช้กดกับกำลังสองของรอยขูดขีดของชิ้นงาน

รูป 3.16 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อการขูดขีด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.9 การทดสอบการสึกหรอของผิวเคลือบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการทดสอบการสึกหรอของผิวเคลือบเหล็กกล้าไร้สนิม และผิวเคลือบเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิตโดยใช้การทดสอบแบบไถล (sliding wear) ขั้นตอนการทดสอบมีรายละเอียดดังต่อ ไปนี้

1) นำชิ้นงานที่ต้องการทดสอบไปทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่อง pin–on–disk โดยใช้ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) รัศมี 3.15 มิลลิเมตร เป็นหัวกด (pin) โดยทำการทดสอบในบรรยากาศปกติ สภาวะการทดสอบการสึกหรอ ดังตาราง 3.3

2) วัดความกว้างของรอยสึกของชิ้นงานทุกระยะการทดสอบ โดยแต่ละระยะการทดสอบวัดรอยสึก 4 ตำแหน่งเพื่อหาค่าเฉลี่ย โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง

3) คำนวณหาปริมาตรที่สูญเสีย (volume loss) ดังสมการ (3.2)

$$volume\ \ loss = \frac{\pi(r_t)(w_t)^3}{6r_p} \qquad (3.2)$$

เมื่อ $volume\ loss$ คือ ปริมาตรของชิ้นงานที่สูญเสียหลังการทดสอบ (mm^3)

r_t คือ รัศมีของรอยสึก (mm)

w_t คือ ความกว้างของรอยสึก (mm)

r_p คือ รัศมีของรอยกด (mm)

ตาราง 3.3 สภาวะในการทดสอบการสึกหรอของผิวเคลือบแบบไถล

Load	75, 150 and 250 g
Sliding distance	(1) 50 m (2) 70 m (3) 100 m (4) 150 m
Linear speed	7.5 cm/s
Friction limit	4.56 for load 75 g 2.02 for load 150 g 1.22 for load 250 g

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4) พล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรที่สูญเสียกับระยะทางการทดสอบ เพื่อหาค่าความชันของกราฟ ซึ่งเท่ากับอัตราการสึกหรอของชิ้นงาน โดยอัตราการสึกหรอสามารถคำนวณได้ดังสมการ (3.3)

$$Q = \frac{V}{L} \tag{3.3}$$

เมื่อ Q คือ รัศมีของรอยกด (mm)

V คือ ปริมาตรของชิ้นงานที่สูญเสียหลังการทดสอบ (mm^3)

L คือ ระยะทดสอบ (m)

รูป 3.17 เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบไถล

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved