บทที่ 4
ผลการทดลองและอภิปรายผลการสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิต

ในบทนี้กล่าวถึงผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค และองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ และผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิตที่เตรียมขึ้น 2 ชนิด คือ (1) เหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน และ (2) เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ โดยศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ และเวลาในการสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิตทั้งสองชนิดที่มีผลต่อโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกราด และองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และรามานสเปกโตรสโกปี

4.1 ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์

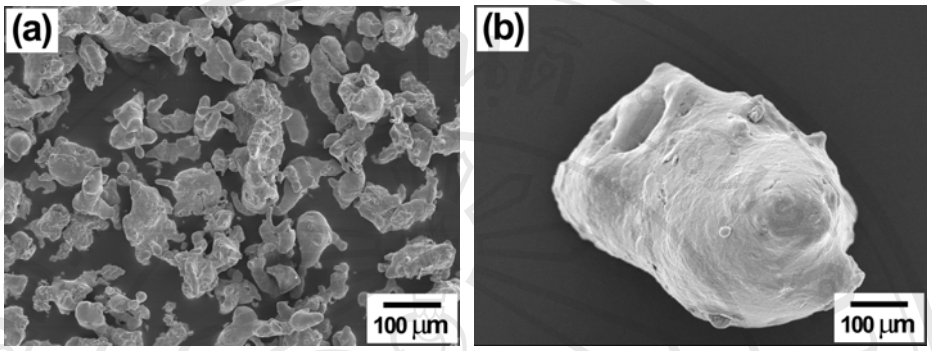
ในหัวข้อนี้กล่าวถึงการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนคอมโพสิต โดยผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ผลิตโดยบริษัทผู้ผลิต SULZER METCO ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์

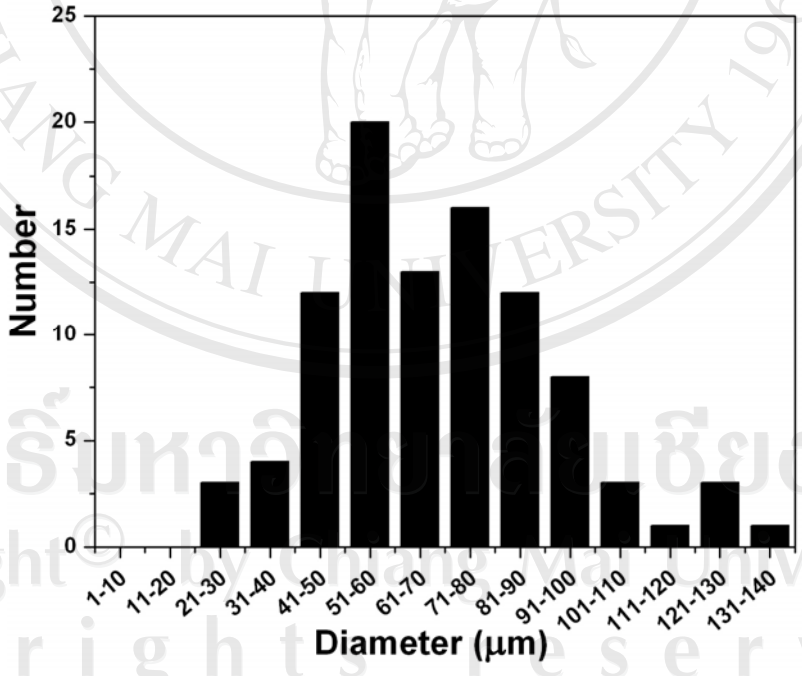
ลักษณะของผงพ่นเคลือบด้วยความร้อนเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ตั้งต้น ซึ่งศึกษาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคผงมีรูปร่างไม่แน่นอน แสดงดังรูป 4.1(a) ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากผงเตรียมจากกระบวนการพ่นละอองฝอยในน้ำ (water atomization) ลักษณะพื้นผิวของอนุภาคผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ค่อนข้างเรียบ ดังรูป 4.1(b) เมื่อวัดขนาดอนุภาคผงจากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วง 21–140 ไมครอน ดังกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาครูป 4.2 โดยอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดประมาณ 73 ไมครอน เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (particle size analyzer) ด้วยแสงเลเซอร์ พบว่า อนุภาคมีขนาดอยู่ในช่วง 30–115 ไมครอน โดยอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดเฉลี่ย 96 ไมครอน ดังรูป 4.3 จะเห็นได้ว่าขนาดของผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่วัดจากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

และเครื่องวัดขนาดอนุภาคมีขนาดใกล้เคียงกัน ซึ่งขนาดอนุภาคในช่วงดังกล่าวถือได้ว่าเป็นขนาดที่เหมาะสมสำหรับการพ่นเคลือบด้วยความร้อนเพื่อเตรียมเป็นผิวเคลือบต่อไป

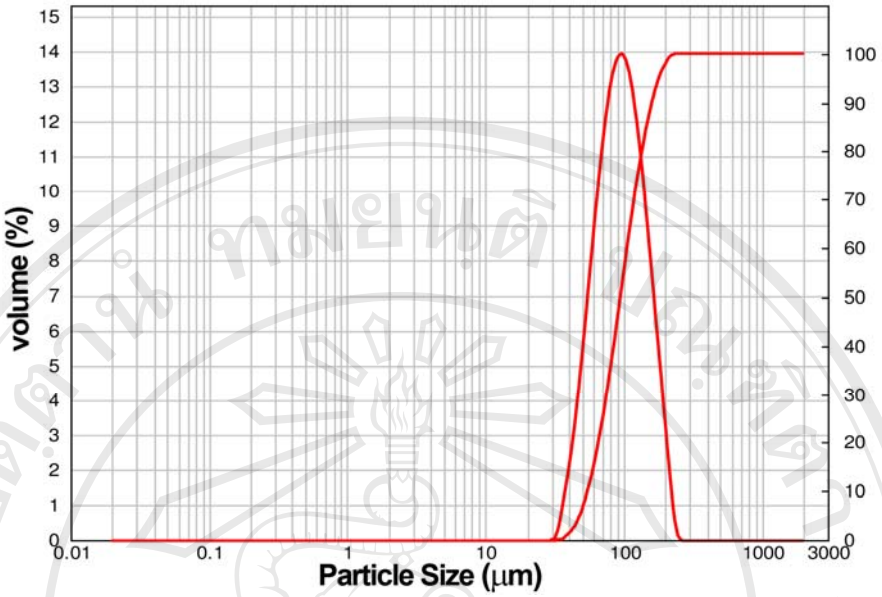


รูป 4.1 ภาพถ่าย SEM (a) ผงเหล็กกล้าไร้สนิม และ (b) พื้นผิวของผงเหล็กกล้าไร้สนิม ที่กำลังขยาย 150 และ 1000 เท่า ตามลำดับ



รูป 4.2 กราฟการกระจายขนาดของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์จากภาพถ่าย SEM

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.3 กราฟการกระจายขนาดของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์วัดด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

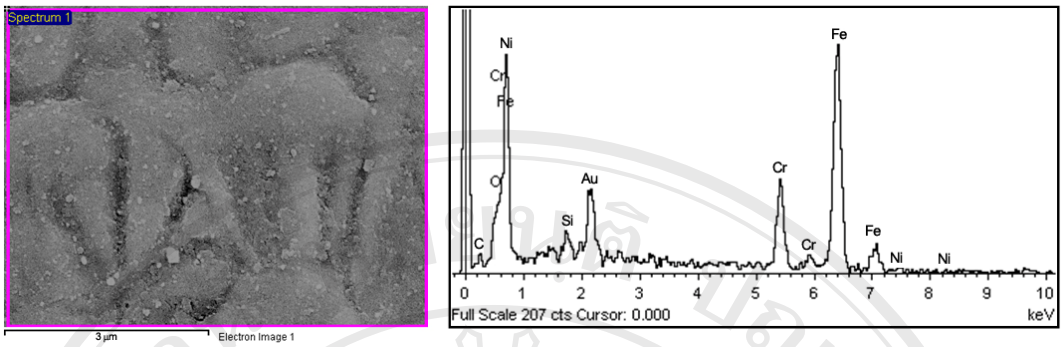
4.1.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์

องค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ศึกษาด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDS–SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ประกอบด้วยธาตุและสารประกอบต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

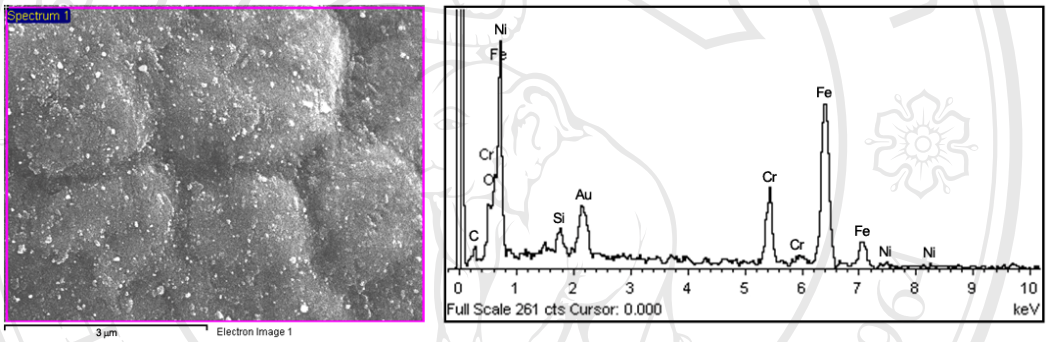
4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ที่ระบุจากบริษัทผู้ผลิต SULZER METCO ประกอบด้วยธาตุเหล็ก (Fe) โครเมียม (Cr) นิกเกิล (Ni) และคาร์บอน (C) ในปริมาณ 81.8 16.0 2.0 และ 0.2 ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์โดยใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์แบบพื้นที่ 2 บริเวณ ดังรูป 4.4 และ 4.5 เพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีของผงก่อนนำไปทำการสังเคราะห์เป็นผงนาโนคอมโพสิต 2 บริเวณ พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ประกอบด้วยธาตุเหล็กมากที่สุด รองลงมา คือ โครเมียม คาร์บอน ออกซิเจน และนิกเกิล ตามลำดับ ดังตาราง 4.1 ซึ่งพบว่าองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ที่ระบุจากบริษัทผู้ผลิตกับผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้มีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกัน กล่าวคือ ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ประกอบด้วยธาตุเหล็กเป็นหลัก รองลงมา คือ โครเมียม คาร์บอน และนิกเกิล ตามลำดับ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.4 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ และสเปกตรัม 1 ของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่



รูป 4.5 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ และสเปกตรัม 2 ของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

ตาราง 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

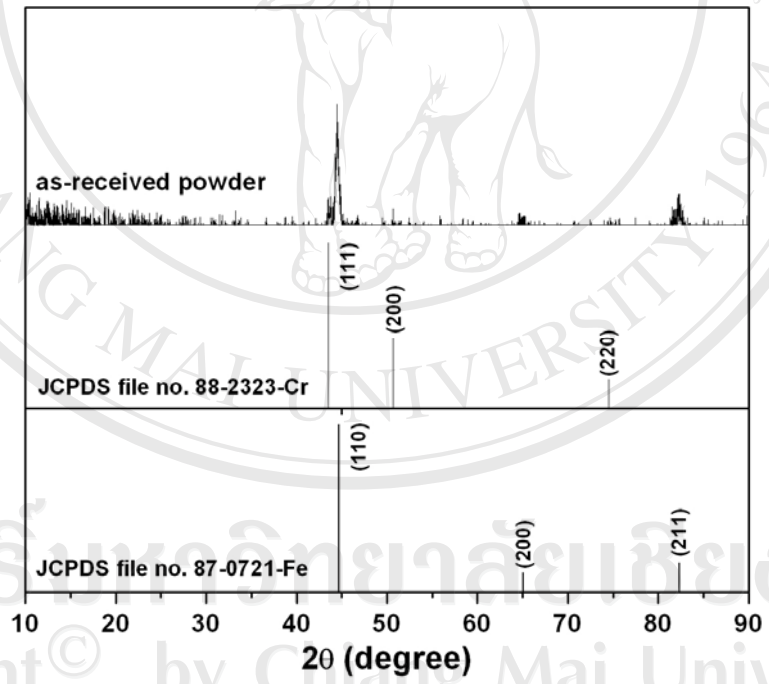
Element (wt%)	SULZER METCO powder	Spectrum 1	Spectrum 2	Average*
Fe	81.80	78.61	76.43	77.52
C	2.00	2.97	3.88	3.42
Cr	16.00	17.49	17.15	17.32
Ni	1.22	0.92	2.54	1.73
Total	100.00	100.00	100.00	100.00

* ค่าเฉลี่ยที่ได้จาก Spectrum 1 และ Spectrum 2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ประกอบด้วยธาตุเหล็ก (Fe) ที่มีโครงสร้างอยู่ในระบบคิวบิก (cubic) แสดงดังรูป 4.6 ซึ่งเปรียบเทียบจากสเปกตรัมมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 87–0721 และธาตุโครเมียม (Cr) ที่มีโครงสร้างอยู่ในระบบคิวบิก (เปรียบเทียบสเปกตรัมมาตรฐานหมายเลข 88–2323) ซึ่งแสดงในภาคผนวก ญ จะเห็นได้ว่าจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคนี้ พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมประกอบด้วยธาตุเหล็กและโครเมียมที่เป็นองค์ประกอบหลัก ที่เป็นเช่นนี้คาดว่าเนื่องจากการวิเคราะห์ธาตุ หรือ สารประกอบด้วยเทคนิคนี้จะสามารถตรวจพบเมื่อธาตุหรือสารประกอบนั้นมีปริมาณมากกว่า 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักขึ้นไป จึงทำไม่สามารถตรวจพบธาตุอื่นๆ ดังที่พบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ในหัวข้อที่ผ่านมา



รูป 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์เปรียบเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.2 ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาตัวแปร 2 ตัว ที่มีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน กล่าวคือ (1) อุณหภูมิ และ (2) เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยทำศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และรามานสเปกโตรสโกปี โดยผลการศึกษาผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

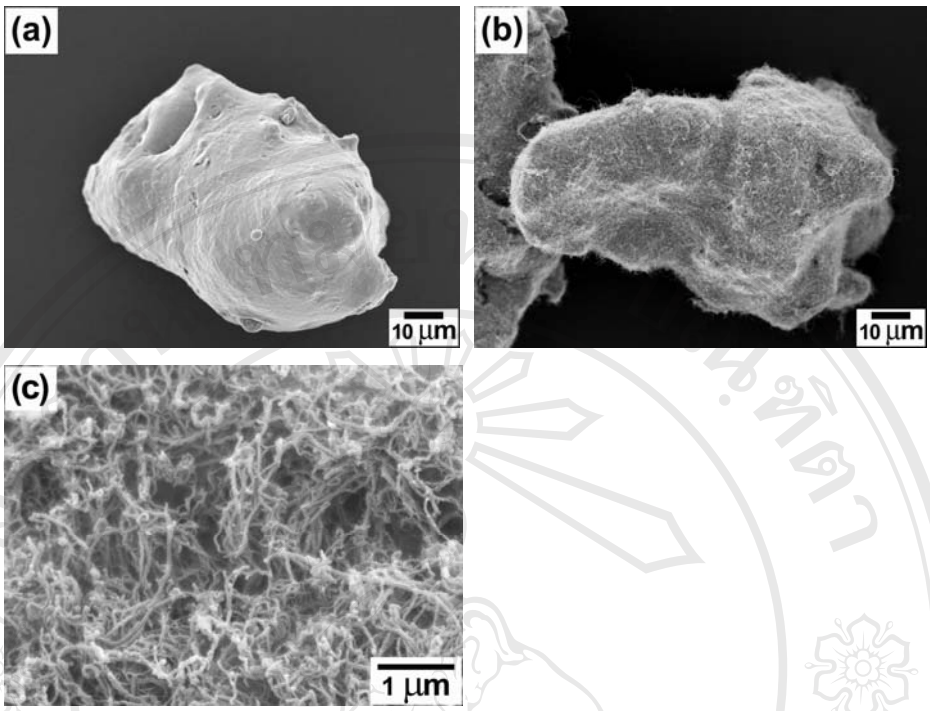
4.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

ในการทดลองนี้สังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 500, 550, 600, 650, 700, 750, 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที โดยศึกษาอิทธิพลของตัวแปรนี้ที่มีต่อโครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของผงพ่น ได้ผลการทดลองดังต่อไปนี้

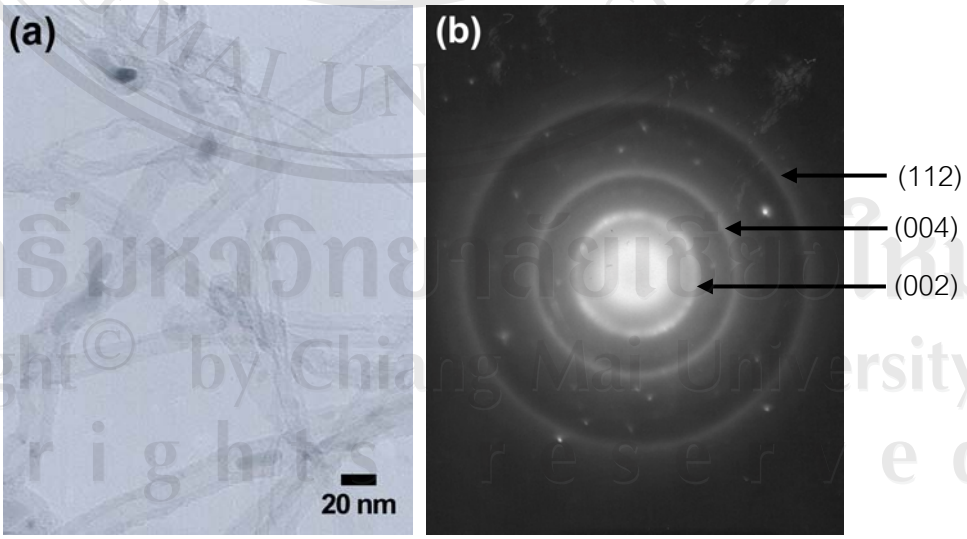
4.2.1.1 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

เมื่อสังเกตลักษณะทางกายภาพด้วยตาเปล่า พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกสะสมของไอเคมีก่อนและหลังการสังเคราะห์มีสีแตกต่างกัน กล่าวคือ ผงเหล็กกล้าไร้สนิมหลังการสังเคราะห์จะเปลี่ยนจากผงสีเทาเป็นผงสีดำ เมื่อศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า มีโครงสร้างนาโนงอกปกคลุมทั่วพื้นผิวของอนุภาคเหล็กกล้าไร้สนิม ดังรูป 4.7 และผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่า โครงสร้างนาโนที่งอกออกมามีลักษณะเป็นท่อกลวงยาว โดยท่อมีจำนวนผนังหลายชั้น ดังรูป 4.8(a) เพราะฉะนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าโครงสร้างนาโนที่งอกออกมา คือ ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น (multiwall carbon nanotubes; MWCNTs) โดยกลไกการงอกของท่อนาโนคาร์บอนมีรายละเอียดดังนำเสนอไปแล้วในบทที่ 2 หัวข้อ 2.3.3

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.7 ลักษณะ (a) ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ (b) ผงเหล็กกล้าไร้สนิมสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที และ (c) ผงเหล็กกล้าไร้สนิม (b) ที่กำลังขยาย 20000 เท่า



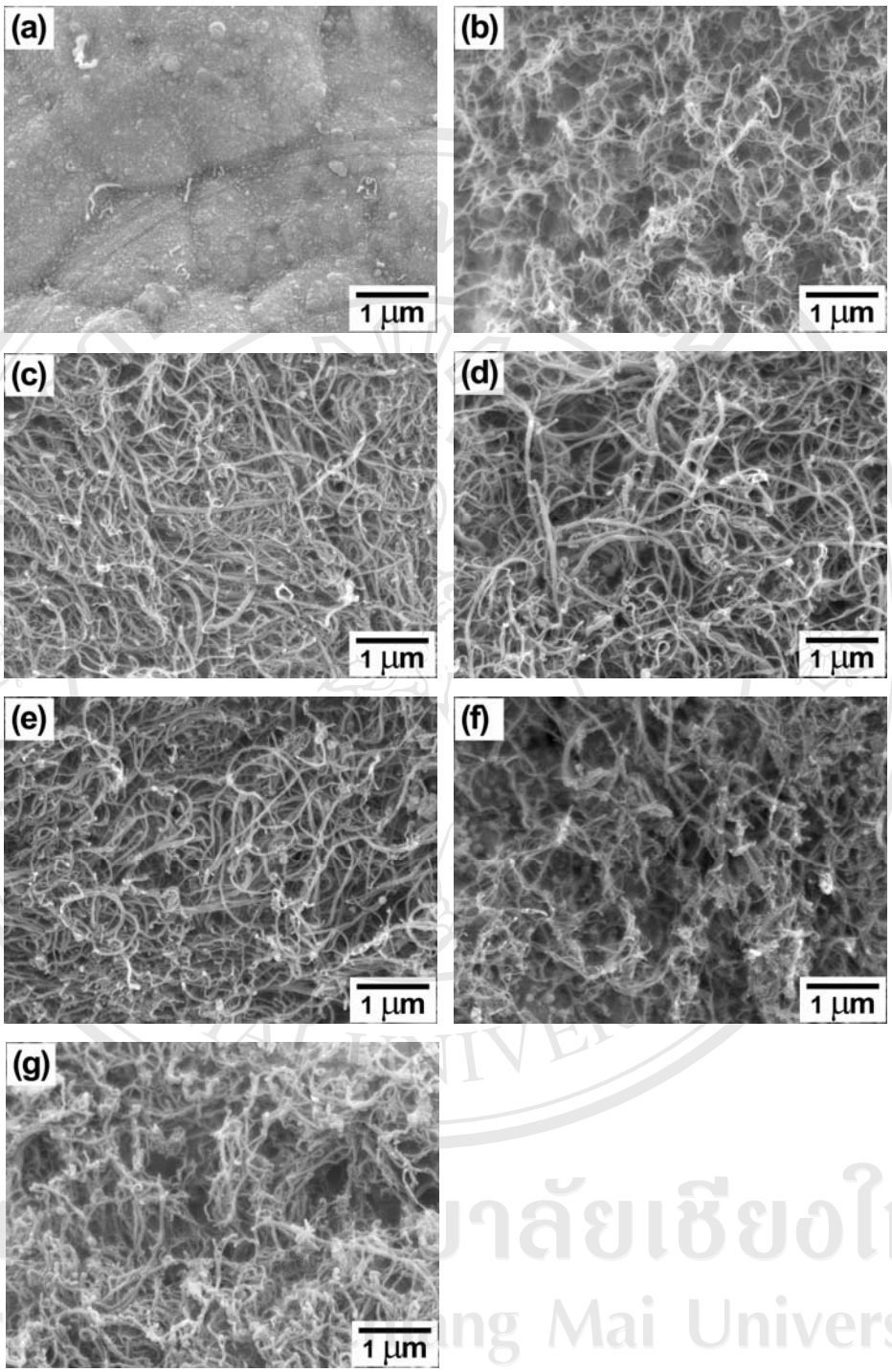
รูป 4.8 (a) ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยาย 20000 เท่า และ (b) รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของท่อนาโนคาร์บอน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เมื่อทำการสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่อุณหภูมิ 500–800 องศาเซลเซียส พบว่าโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่สังเคราะห์ที่ 500 องศาเซลเซียส มีท่อนาโนคาร์บอนงอกบนพื้นผิวของผงพ่นเหล็กกล้าไร้สนิมในปริมาณน้อยมาก และท่อนาโนคาร์บอนที่งอกออกมาเป็นเพียงเส้นสั้นๆ (<1 ไมโครเมตร) และมีอนุภาคเล็กอยู่บริเวณพื้นผิวของผงเหล็กกล้าไร้สนิม ซึ่งคาดว่าเป็นอนุภาคของเหล็กและนิกเกิล ซึ่งเป็นธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงเริ่มต้นอยู่แล้ว งานวิจัยที่ผ่านมาได้นำเสนอว่าเหล็กและนิกเกิลเป็นตัวคะตะลิสต์ [52, 53] ซึ่งจะช่วยเหนี่ยวนำให้เกิดการงอกของท่อนาโนคาร์บอนได้ดี สาเหตุที่ท่อนาโนคาร์บอนงอกในปริมาณที่น้อยบนพื้นผิวของผงเริ่มต้นที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ดังกล่าว คาดว่าเนื่องมาจากอุณหภูมิที่ใช้ต่ำเกินไป ส่วนที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 550–800 องศาเซลเซียส พบว่า มีท่อนาโนคาร์บอนงอกปกคลุมบริเวณพื้นผิวของผงเหล็กกล้าไร้สนิมมากขึ้น ดังรูป 4.9 โดยท่อนาโนคาร์บอนมีความยาวค่อนข้างมากจึงไม่สามารถวัดขนาดได้เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนพันกันไปมา แต่อย่างไรก็ตามท่อนาโนคาร์บอนมีความยาวมากกว่า 1 ไมโครเมตร อย่างแน่นอน ส่วนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนจะแปรผันตามอุณหภูมิการสังเคราะห์ กล่าวคือ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ ดังรูป 4.10 ซึ่งสาเหตุที่เมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์สูงขึ้นทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นนั้น คาดว่าเนื่องจากอุณหภูมิที่สูงจะมีการเพิ่มขึ้นของตำแหน่งคะตะลิสต์ที่มีอยู่เป็นองค์ประกอบของผงเหล็กกล้าไร้สนิมเริ่มต้นจึงทำให้อะตอมของคาร์บอนเข้าไป และแพร่ผ่านเหล็กได้เร็ว ขึ้น [54]

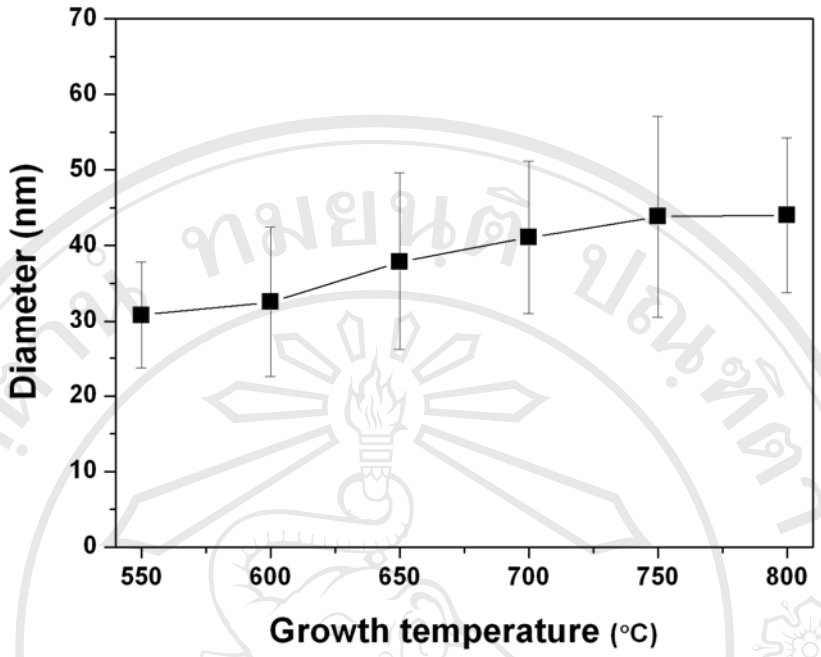
เมื่อศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของท่อนาโนคาร์บอนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน จะได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน (selected area electron diffraction; SAED) บริเวณท่อนาโนคาร์บอนมีลักษณะเป็นวงแหวน (ring diffraction patterns) ดังรูป 4.8(b) เมื่อทำการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนดังกล่าว (ดังตาราง ข(1) ในภาคผนวก ข) โดยเปรียบเทียบจากสเปกตรัมมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 75–1621 ซึ่งแสดงในภาคผนวก ญ พบว่า ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นชั้นของแกรไฟต์ที่มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบเฮกซะโกนอล

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูป 4.9 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (a) 500, (b) 550, (c) 600, (d) 650, (e) 700, (f) 750 และ (g) 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 20000 เท่า



รูป 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส

4.2.1.2 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

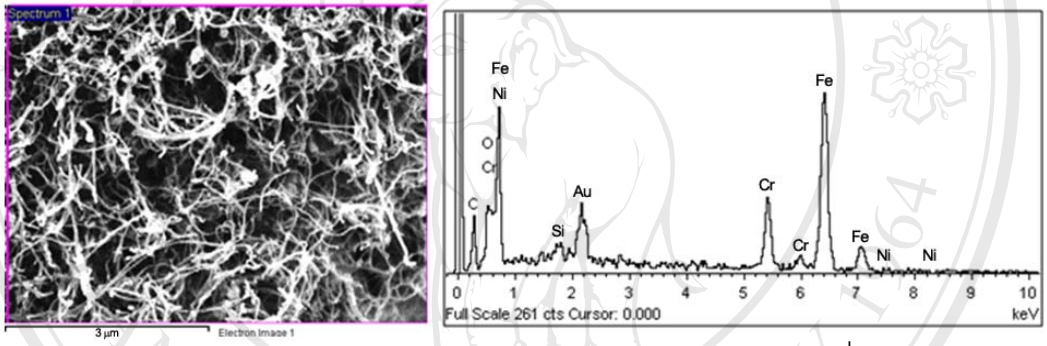
หลังจากศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมี เพื่อตรวจสอบว่าผงนาโนคอมโพสิตประกอบด้วยธาตุหรือสารประกอบของผงนาโนคอมโพสิตก่อน และหลังการสังเคราะห์มีความแตกต่างขององค์ประกอบทางเคมีอย่างไร โดยใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และรามานสเปกโตรสโกปีในการวิเคราะห์ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1) ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

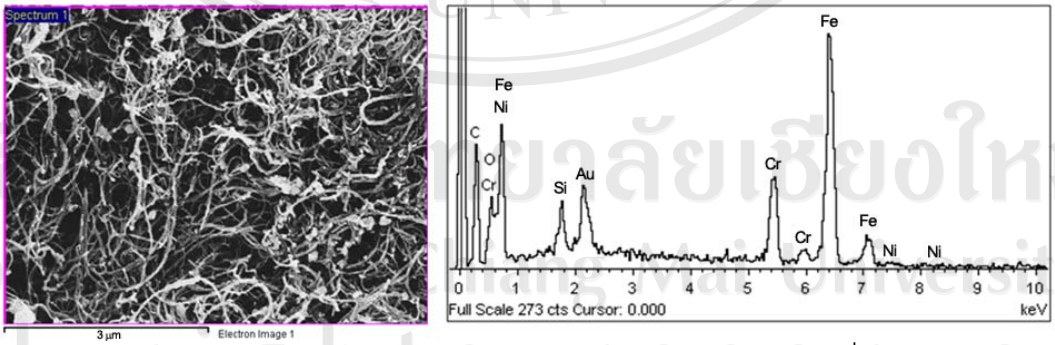
เมื่อวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์แบบพื้นที่ พบว่า ผงนาโนคอมโพสิตประกอบด้วยธาตุเหล็กมากที่สุด รองลงมา คือ โครเมียม คาร์บอน ออกซิเจน นิกเกิล ตามลำดับ ดังรูป 4.5–4.6 และองค์ประกอบทางเคมีหรือปริมาณธาตุของผงหลังทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส พบว่า มีเหล็กและคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก ดังรูป 4.11–4.16

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

พบว่า ปริมาณของคาร์บอนของผงนาโนคอมโพสิตเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่างๆ เพิ่มขึ้นจากผงเหล็กกล้าไร้สนิมเริ่มต้นอย่างเห็นได้ชัด แสดงดังตาราง 4.2 โดยเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นปริมาณของคาร์บอนมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้น คาดว่าเนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเอทานอลสามารถสลายตัวได้มากขึ้น จึงทำให้คาร์บอนตกสะสมบนผงเหล็กกล้าไร้สนิมได้มากขึ้น จากนั้นคาร์บอนสามารถแพร่ผ่านคะตะลิสต์ (เหล็ก และนิกเกิล) เข้าไปในผงเหล็กกล้าไร้สนิมได้มากขึ้นด้วย และจากสเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์พบสเปกตรัมของทอง เนื่องจากการเตรียมชิ้นงานก่อนนำมาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อให้ชิ้นงานนำอิเล็กตรอนได้ นอกจากนี้ยังพบว่าสเปกตรัมของธาตุซิลิกอนเป็นสเปกตรัมรบกวนที่เกิดขึ้นในสเปกตรัม ที่เรียกว่า escape peak

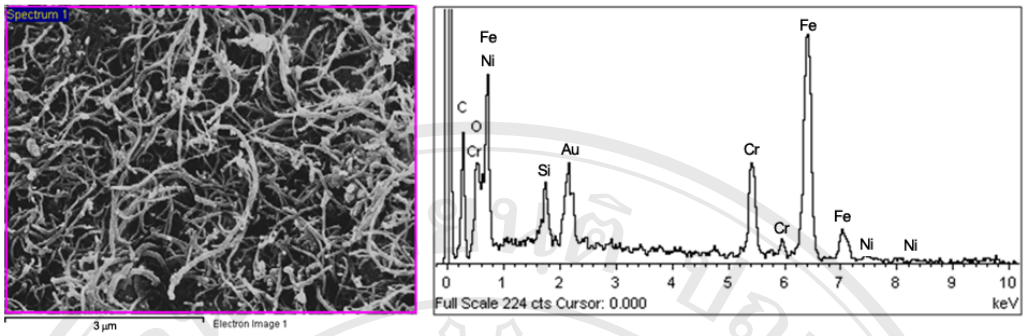


รูป 4.11 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

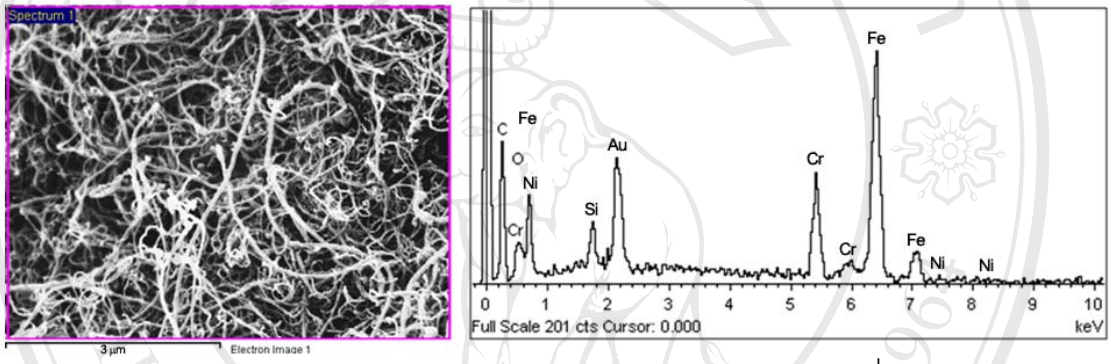


รูป 4.12 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

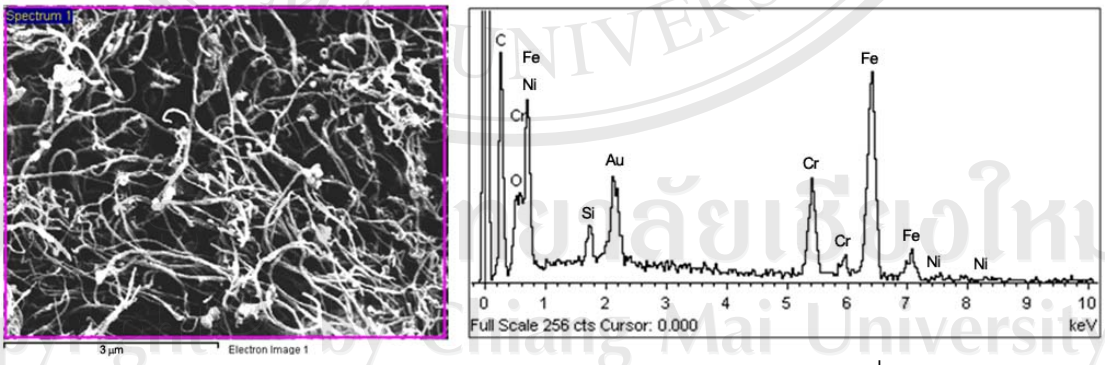
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.13 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

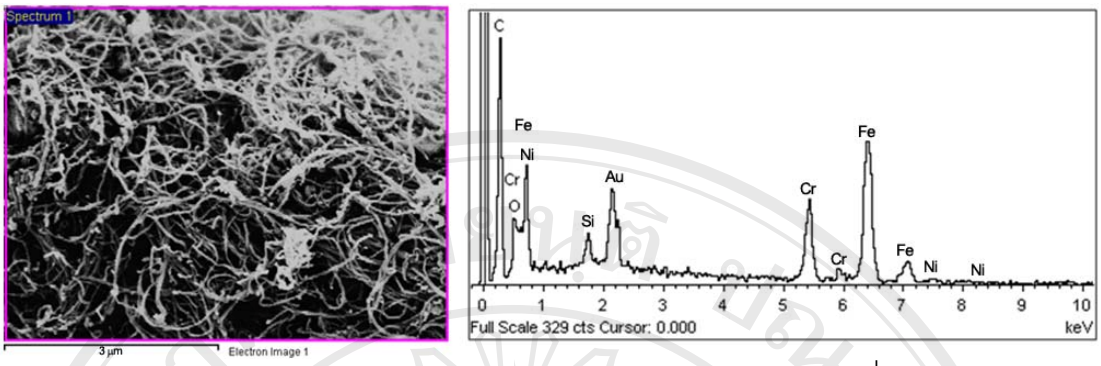


รูป 4.14 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่



รูป 4.15 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.16 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

ตาราง 4.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

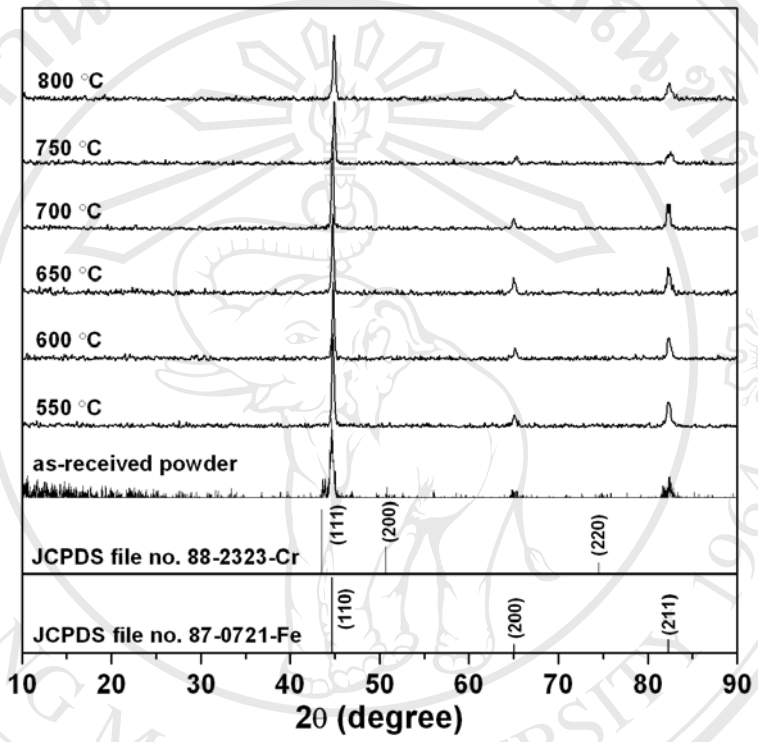
Element (wt%)	Synthesis temperature (°C)						
	As–received	550	600	650	700	750	800
Fe	75.19	65.54	60.99	58.12	59.44	51.70	43.64
C	3.27	14.13	19.84	21.12	21.55	30.02	37.66
Cr	16.82	13.96	14.62	14.21	15.23	13.64	12.47
O	3.05	4.54	3.71	4.92	2.61	3.38	4.81
Ni	1.67	1.84	0.79	1.64	1.17	1.25	1.41
Total	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

2) ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส (ดังรูป 4.17) ประกอบด้วยธาตุเหล็กเพียงธาตุเดียว สาเหตุที่การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคนี้จึงไม่ตรวจพบธาตุคาร์บอนในผงนาโนคอมโพสิตดังที่พบในการทดสอบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ คาดว่าเนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบของสารโดยองค์รวม แต่ท่อนาโนคาร์บอนที่งอกขึ้นมานั้นงอกเฉพาะบริเวณพื้นผิวของอนุภาคเหล็ก ซึ่งเป็นปริมาณน้อยมากเมื่อเทียบกับธาตุเหล็กในสารตัว

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

อย่าง เพราะฉะนั้นเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จึงไม่ตรวจพบธาตุคาร์บอน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงใช้เทคนิครามานสเปกโตรสโกปีมาช่วยศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิม (ดังรายละเอียดในหัวข้อต่อไป) เพื่อยืนยันว่าผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยธาตุคาร์บอน

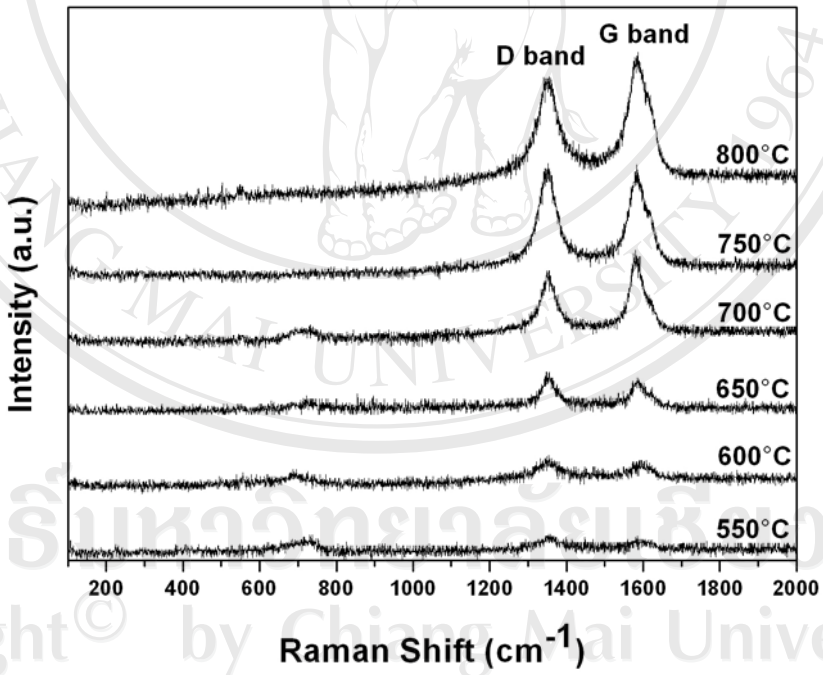


รูป 4.17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมเริ่มต้นและเหล็กกล้าไร้สนิมที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส เทียบกับ JCPDS

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3) ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยรามานสเปกโตรสโกปี

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปีของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส พบว่า ผงนาโนคอมโพสิตเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนเกิดรามานสเปกตรัมที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ 1350 cm^{-1} และที่ตำแหน่ง 1585 cm^{-1} ทุกอุณหภูมิการสังเคราะห์ ซึ่งเป็นตำแหน่ง D band (disorder band) และตำแหน่ง G band (graphite band) ตามลำดับ จากรูป 4.18 จะเห็นได้ว่าเมื่ออุณหภูมิการสูงขึ้น ความเข้มของเส้นรามานสเปกตรัมจะสูงขึ้นด้วย คาดว่าเนื่องจากที่อุณหภูมิการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิมสูงขึ้น ปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนที่เคลือบบริเวณผงเหล็กกล้าไร้สนิมมากขึ้น โดยค่าอัตราส่วนระหว่างความเข้มของ D band ต่อ G band แสดงดังตาราง 4.3 โดยค่าอัตราส่วนนี้ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่แต่ละอุณหภูมิการสังเคราะห์ (550–800 องศาเซลเซียส) มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก



รูป 4.18 รามานสเปกตรัมของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 4.3 อัตราส่วนระหว่างความเข้มของ D band และ G band ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส

Synthesis temperature (°C)	I_D/ I_G
550	1.01
600	1.01
650	1.00
700	0.97
750	1.00
800	0.98

จากการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อท่อนาโนคาร์บอน อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่เลือกเพื่อนำไปศึกษาอิทธิพลของเวลาที่มีผลต่อการสังเคราะห์ คือ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนประมาณ 44 นาโนเมตร ถึงแม้ว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสนี้จะมีขนาดใหญ่กว่าที่อุณหภูมิ 550–750 องศาเซลเซียส ดังตาราง ก(1) ในภาคผนวก ก แต่เนื่องจากผงนาโนคอมโพสิตที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส มีธาตุคาร์บอนในปริมาณมากซึ่งสามารถยืนยันได้จากผลการวิเคราะห์ด้วยรามานสเปกโตรสโกปี จึงคาดว่าน่าจะมีปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนมากตามไปด้วย

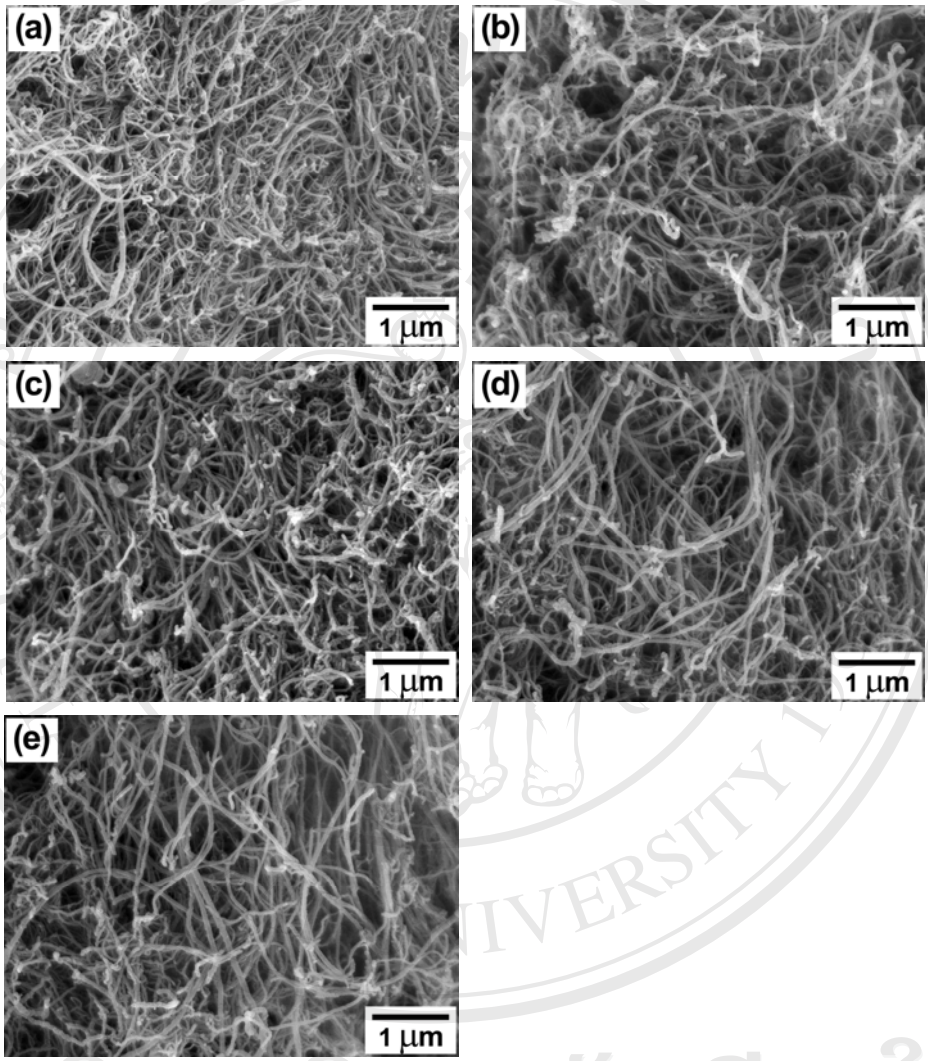
4.2.2 อิทธิพลของเวลาในการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

4.2.2.1 โครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิม โดยทำการสังเคราะห์สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที ตามลำดับ จะพบท่อนาโนคาร์บอนงอกบนพื้นผิวของผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่ทุกสภาวะเวลาที่ใช้สังเคราะห์ ดังรูป 4.19 แต่ที่เวลาการสังเคราะห์ 180 นาที เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมเกิดการหลอม มีลักษณะเป็นแผ่น ซึ่งลักษณะเช่นนี้ไม่เหมาะสำหรับนำไปทำการพ่นเคลือบ เมื่อพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนกับเวลาต่างๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ ผลแสดงดังรูป 4.20 ซึ่งจะเห็นได้ว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นน้อยมากเมื่อเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มมากขึ้น ซึ่งนับ

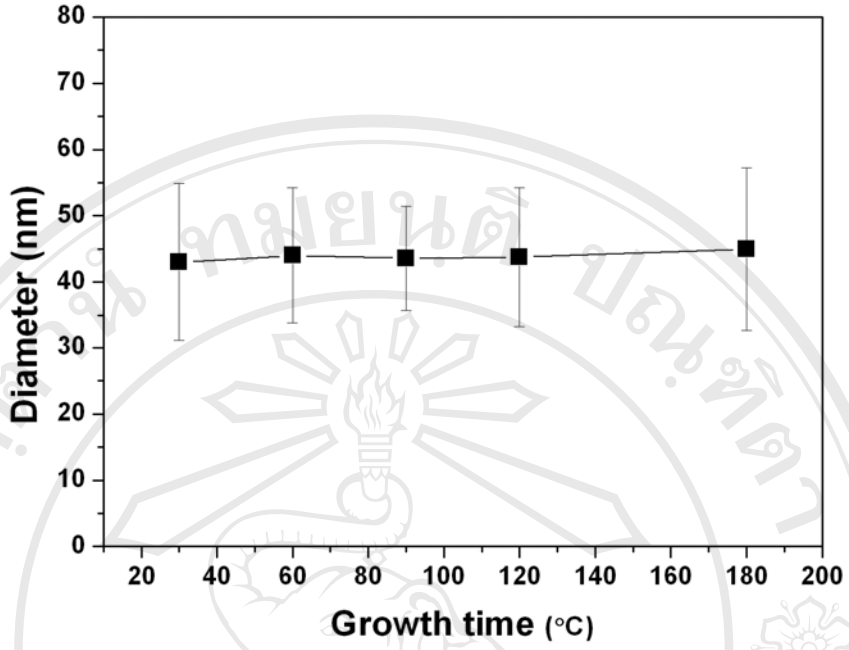
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ได้ว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ ไม่แตกต่างกัน ผลการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอน แสดงดังตาราง ก(2) ในภาคผนวก ก



รูป 4.19 ผงพ่นเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ โดยที่ (a) 30, (b) 60, (c) 90, (d) 120 และ (e) 180 นาที ที่กำลังขยาย 20000 เท่า

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved



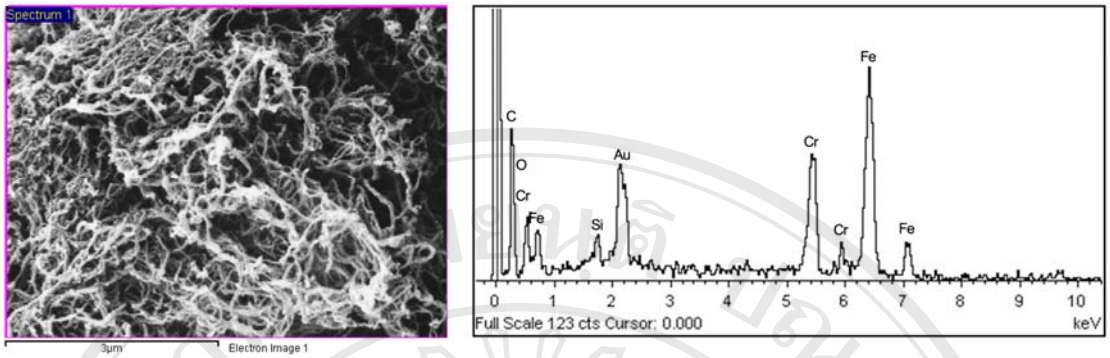
รูป 4.20 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้สังเคราะห์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่เวลา 30–180 นาที

4.2.2.2 อิทธิพลของเวลาต่อองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน

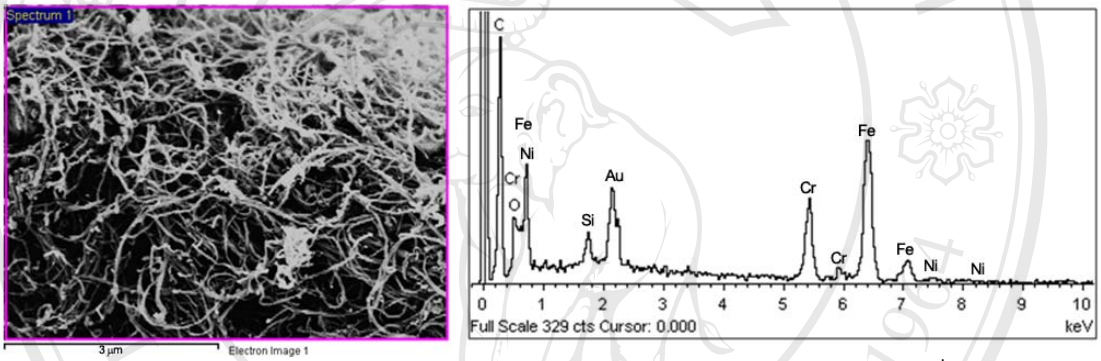
1) ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30–180 นาที ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์แบบพื้นที่ พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนประกอบด้วยธาตุเหล็กมากที่สุด รองลงมา คือ โครเมียม คาร์บอน ออกซิเจน นิกเกิล ตามลำดับ ดังรูป 4.21–4.25 โดยผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุแสดงดังตาราง 4.4

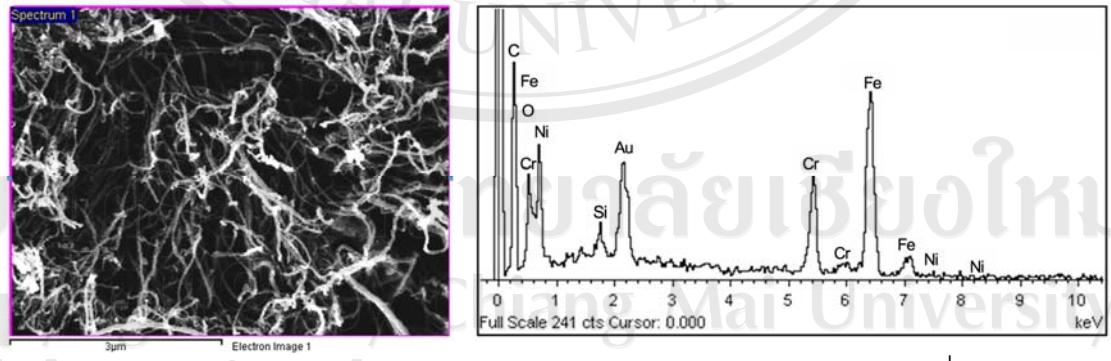
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.21 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

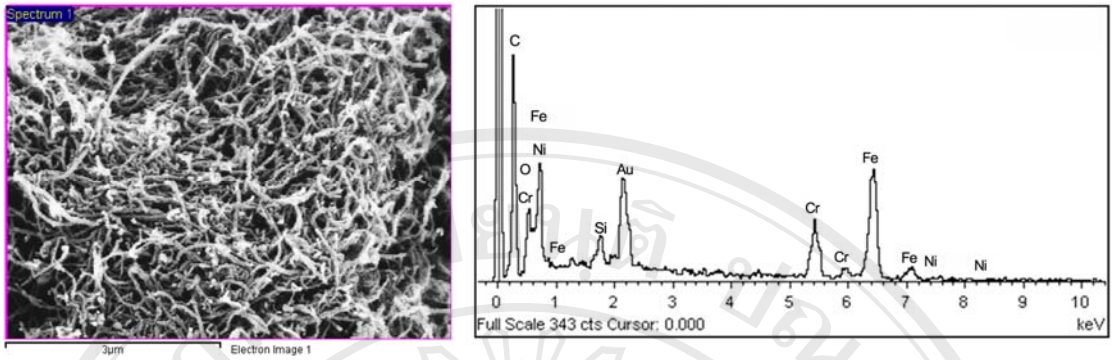


รูป 4.22 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

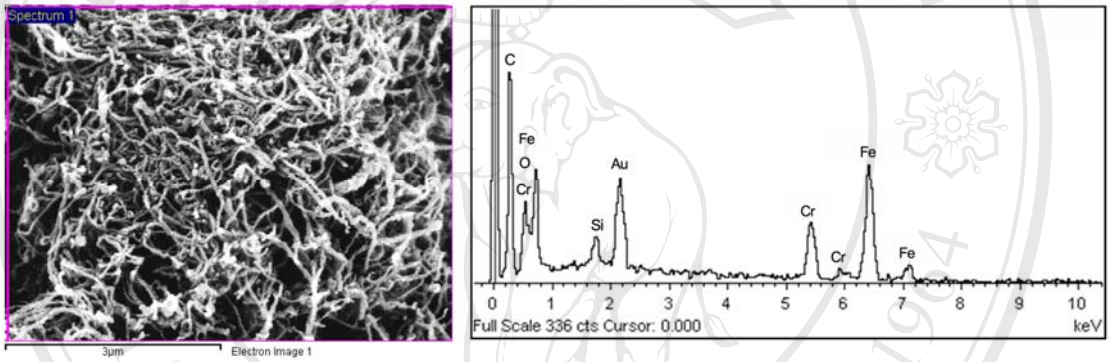


รูป 4.23 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.24 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่



รูป 4.25 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 นาที และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

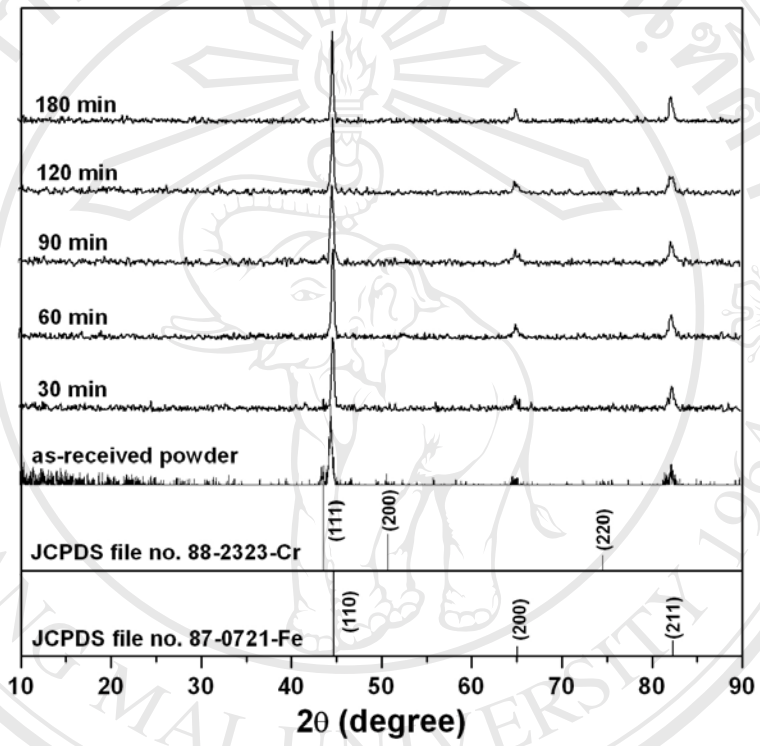
ตาราง 4.4 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

Element (wt%)	Synthesis time (min)					
	As–received	30	60	90	120	180
Fe	73.95	53.52	43.64	49.27	41.14	41.92
C	3.69	23.88	37.66	29.39	39.12	37.59
Cr	16.62	18.12	12.47	13.49	11.94	13.06
O	3.29	4.48	4.81	6.96	7.41	7.46
Ni	2.45	–	1.41	0.89	0.99	–
Total	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2) ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

องค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30–180 นาที ประกอบด้วยธาตุเหล็กเพียงธาตุเดียว ซึ่งเหมือนกับผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนซึ่งสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส ดังรูป 4.26



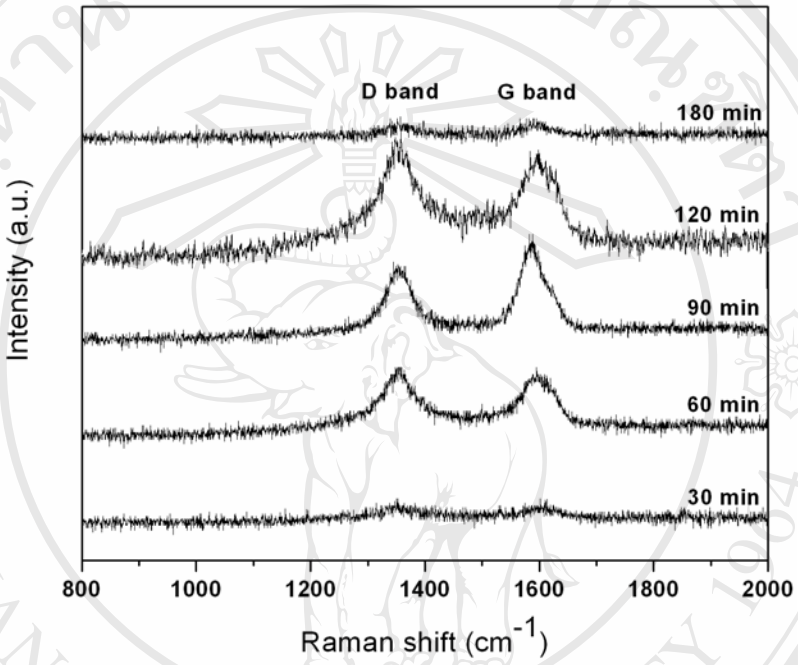
รูป 4.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์และเหล็กกล้าไร้สนิมที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส เทียบกับ JCPDS

3) ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยรามานสเปกโตรสโกปี

จากรูป 4.27 พบว่า เกิดสเปกตรัมรามาน 2 ตำแหน่ง คือ ที่ตำแหน่ง 1350 cm^{-1} และ 1580 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของ D band (disorder band) และ G band (graphite band) เมื่อวัดอัตราส่วนระหว่างความเข้มของ D band และ G band (I_D/ I_G) พบว่า I_D/ I_G ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส มีค่าใกล้เคียงกัน กล่าวคือมีค่าประมาณ 0.97–1.10 แสดงดังตาราง 4.5 แต่พบว่าความเข้มของสเปกตรัมมีความแตกต่างกัน กล่าวคือ เมื่อพิจารณาเวลาการสังเคราะห์ 30–120 นาที ที่เวลาการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นความของ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

สเปกตรัมเพิ่มมากขึ้น ส่วนเวลาการสังเคราะห์ 180 นาที ความเข้มของสเปกตรัมมีค่าต่ำมาก คาดว่าเนื่องจากที่อุณหภูมิการสังเคราะห์นี้ผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่สังเคราะห์ได้เกิดการหลอม อนุภาคผงที่จับกันเป็นก้อน เมื่อนำสารไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้อาจจะสามารถตรวจอนุภาคที่จับกันเป็นก้อนซึ่งอนุภาคนี้อาจมีท่อนาโนคาร์บอนปรากฏปะปนอยู่ในปริมาณน้อยมาก



รูป 4.27 รามานสเปกตรัมของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ที่เวลา 30–180 นาที

ตาราง 4.5 แสดงอัตราส่วนระหว่างความเข้มของ D band และ G band ของผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์เป็นเวลา 30–180 นาที

Synthesis time (min)	I_D/ I_G
30	1.00
60	1.00
90	0.98
120	0.99
180	1.00

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

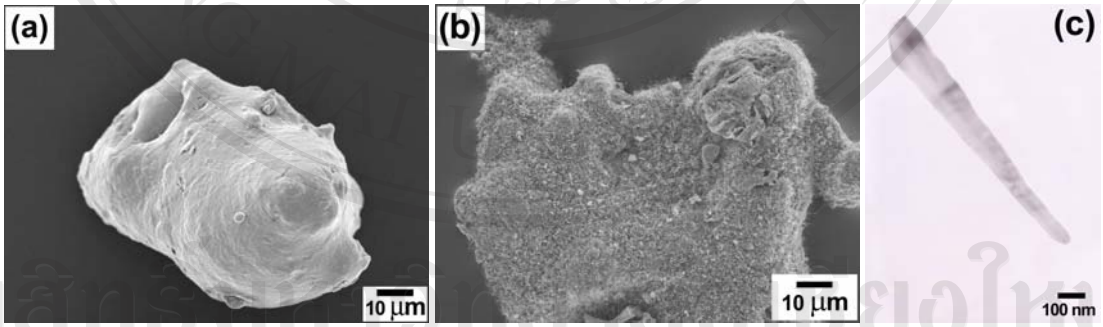
4.3 ผลการวิเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

ในหัวข้อนี้จะกล่าวถึงอิทธิพลของ (1) อุณหภูมิ (550–800 องศาเซลเซียส) และ (2) เวลา (30–360 นาที) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ ด้วยวิธีปฏิกิริยาออกซิเดชันภายใต้บรรยากาศปกติ โดยผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.3.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

4.3.1.1 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

จากผลศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิการสังเคราะห์ตั้งแต่ 550–800 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 180 นาทีเท่ากันทุกสภาวะอุณหภูมิ ที่มีต่อโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า มีนาโนวิสเกอร์งอกออกมาจากอนุภาคเหล็กกล้าไร้สนิม (ดังรูป 4.28(b)) เมื่อศึกษาลักษณะสัณฐานของนาโนวิสเกอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะเห็นได้ว่ามีลักษณะปลาย (top) ค่อนข้างแหลมและโคน (bottom) ค่อนข้างใหญ่ ดังรูป 4.28(c)

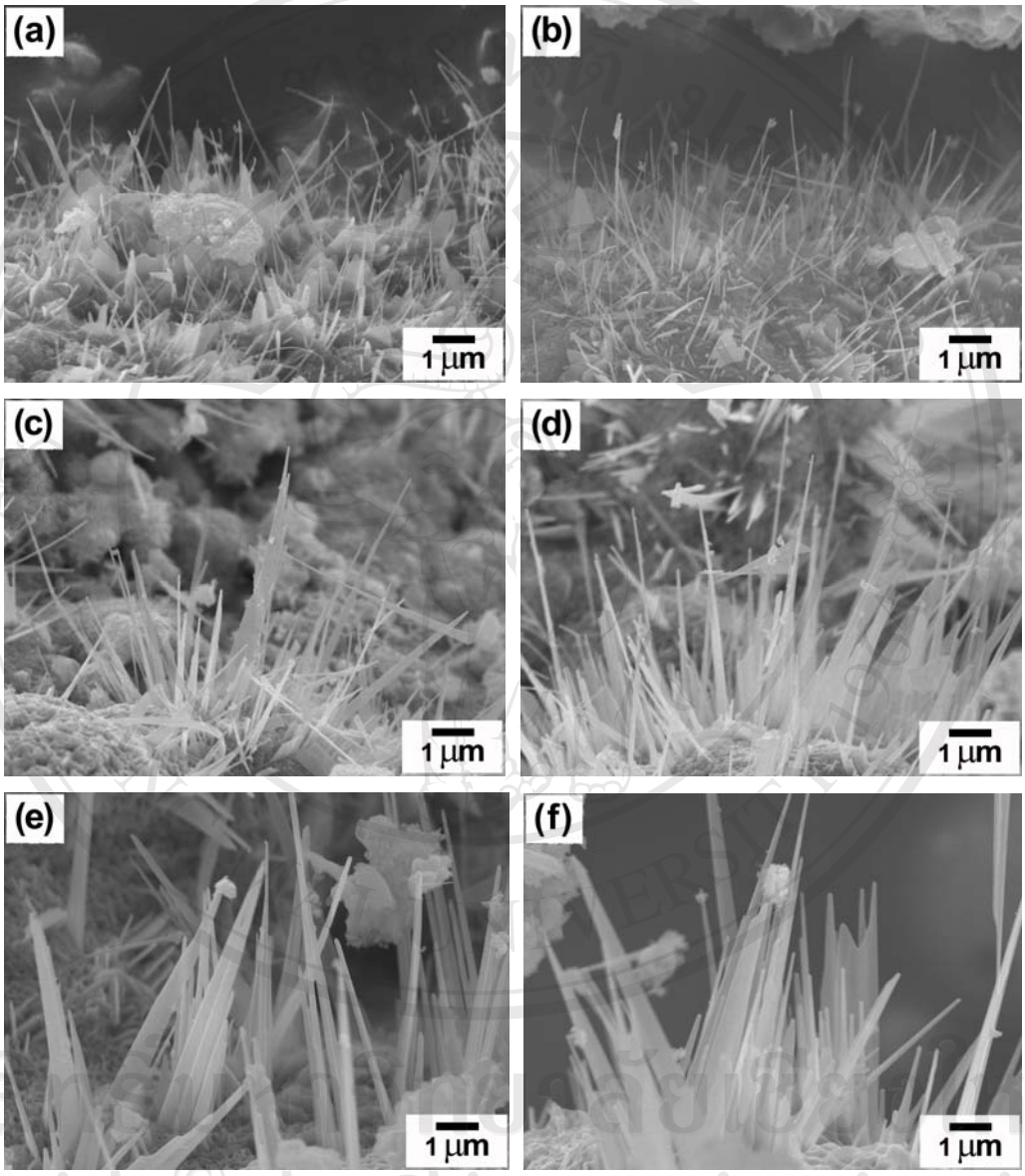


รูป 4.28 ภาพถ่าย SEM (a) ผงเหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ (b) ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ และ (c) ภาพถ่าย TEM เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เมื่อศึกษาโครงสร้างของแต่ละอุณหภูมิการสังเคราะห์ ดังรูป 4.29(a–f) พบว่า อุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์อย่างชัดเจน คือ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น คาดว่าสาเหตุที่ทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์มีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากที่อุณหภูมิสูงพลังงาน

หรือ พลังงานจลน์ในการทำให้เกิดออกไซด์เพิ่มมากขึ้น [55] โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นนาโนวิสเกอร์ แสดงดังตาราง ก(3) ในภาคผนวก ก

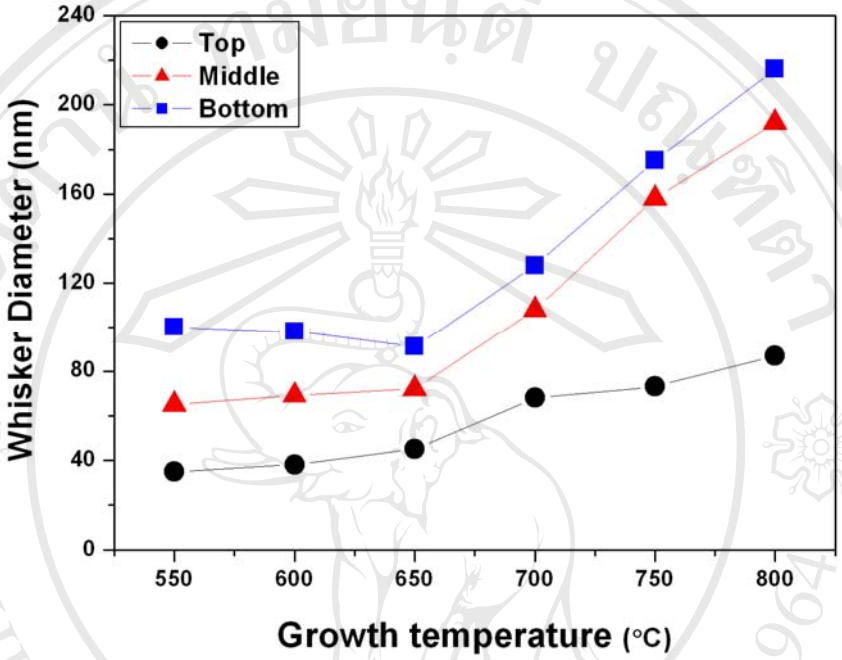


รูป 4.29 ผงพ่นเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (a) 550, (b) 600, (c) 650, (d) 700, (e) 750 และ (f) 800 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10000 เท่า

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เมื่อพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์กับเวลาที่ใช้สังเคราะห์ต่างๆ ได้ผลแสดง ดังรูป 4.30 จะเห็นได้ว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ มีขนาดแตกต่างกันไม่มากนัก แต่เมื่อเวลาที่ใช้สังเคราะห์นานขึ้นจะพบ

ปริมาณของนาโนวิสเกอร์โดยรวมมากกว่าเล็กน้อย ดังรูป 4.29(a–f) ดังนั้นเวลาที่ถูกเลือกสำหรับใช้สังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ คือ เวลา 360 นาที เนื่องจากปริมาณของนาโนวิสเกอร์โดยรวมมีปริมาณมากที่สุด



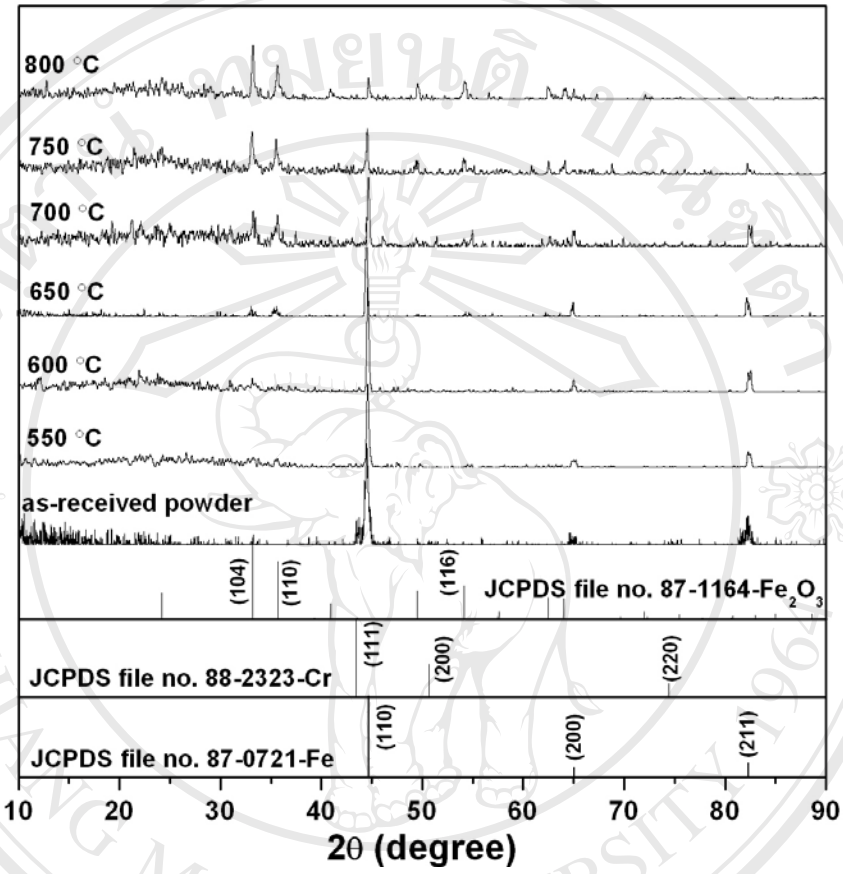
รูป 4.30 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้สังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์

4.3.1.2 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงพ่นนาโนวิสเกอร์คอมโพสิตที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส พบว่า ผงพ่นนาโนคอมโพสิตประกอบด้วยธาตุเหล็กที่มีโครงสร้างอยู่ในระบบคิวบิก และเหล็กออกไซด์ที่มีโครงสร้างอยู่ในระบบรอมโบฮีดรอล แสดงดังรูป 4.31 เมื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงพ่นนาโนคอมโพสิต พบว่า ที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ตั้งแต่ 700–800 องศาเซลเซียส จะเห็นสเปกตรัมของเหล็กลดลง และสเปกตรัมของเหล็กออกไซด์ชัดเจนมากกว่าที่อุณหภูมิ 550–650 องศาเซลเซียส ที่เป็นเช่นนี้อาจจะเป็นเพราะว่าที่อุณหภูมิสูง พลังงานหรือพลังงานจลน์ในการทำให้เกิดออกไซด์เพิ่มมากขึ้น ซึ่งผลการทดลองสอดคล้องกับผลจากการทดสอบโครงสร้างจุลภาค

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล่าวคือ ที่อุณหภูมิสูงเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์มีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งคาดว่าเกิดจากที่มีปริมาณของออกไซด์มากขึ้นนั่นเอง

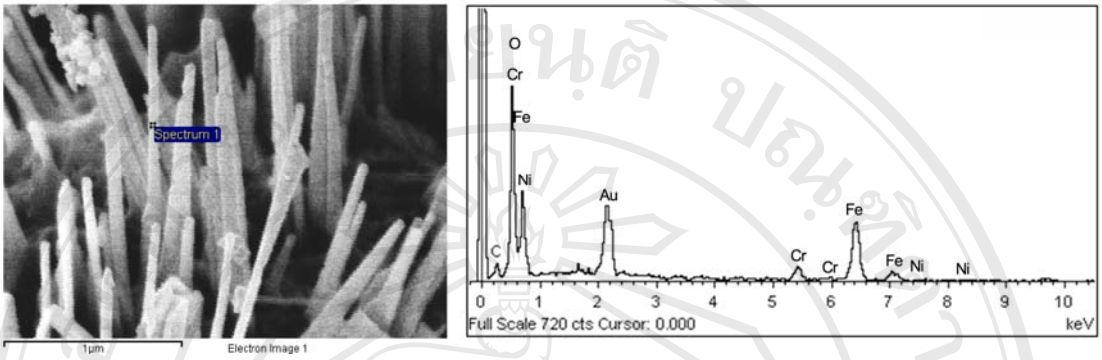


รูป 4.31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 550–800 องศาเซลเซียส

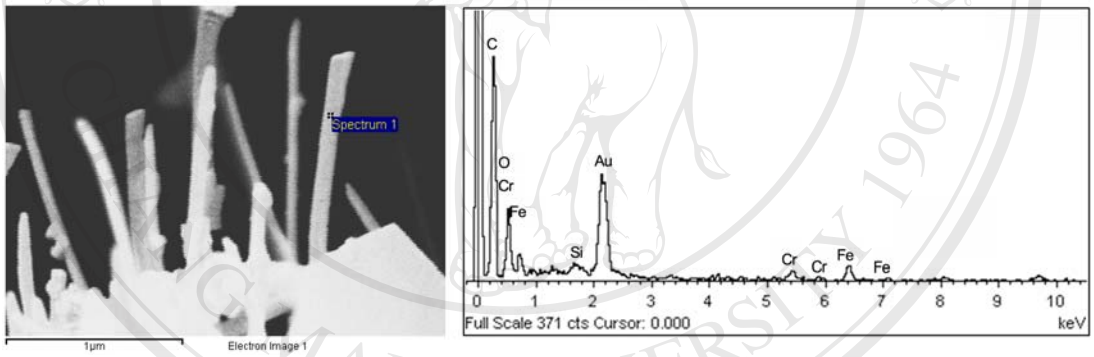
นอกจากนี้องค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ถูกศึกษาด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์แบบจุด 2 ตำแหน่ง ตำแหน่งที่ 1 ดังรูป 4.32 ผงแหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ประกอบด้วยเหล็กมากที่สุด รองลงมา คือ ออกซิเจน โครเมียม และคาร์บอน ตามลำดับ ส่วนการวิเคราะห์แบบจุดอีกตำแหน่งหนึ่ง (ดังรูป 4.33) จะพบปริมาณของเหล็กมากที่สุดเช่น เดียวกัน รองลงมา คือ ออกซิเจน โครเมียม และนิกเกิล เมื่อเปรียบเทียบผงเหล็กกล้าไร้สนิมที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ (ในหัวข้อ 4.1.2.1) กับผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ ดังตาราง 4.6 พบว่า ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์มีปริมาณของธาตุเหล็ก โครเมียม นิกเกิล ลดลง ซึ่งอาจจะเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้พบว่าปริมาณของคาร์บอนเพิ่มขึ้น และมีปริมาณ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ออกซิเจนเพิ่มขึ้นสูงมาก ซึ่งเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งสามารถช่วยยืนยันได้ว่านาโนวิสเกอร์สังเคราะห์ได้น่าจะประกอบด้วยสารประกอบของเหล็กออกไซด์เป็นหลัก



รูป 4.32 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์และสเปกตรัม 1 ของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบจุด



รูป 4.33 ภาพถ่าย SEM ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์และสเปกตรัม 2 ของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบจุด

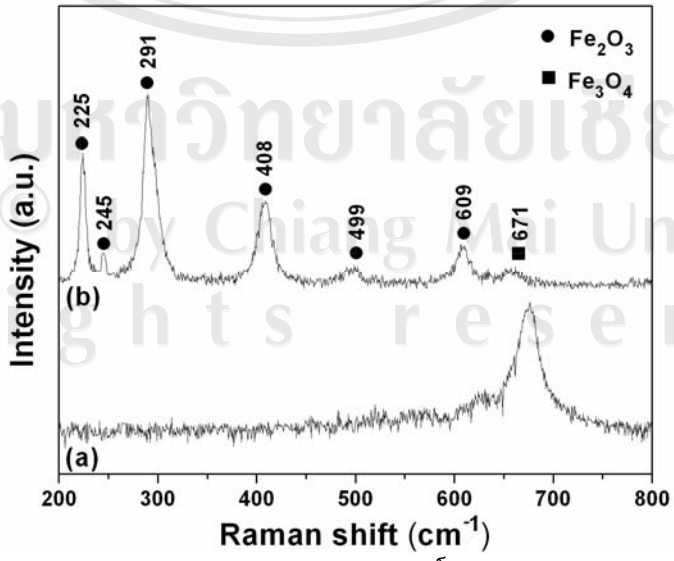
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 4.6 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

Element (wt%)	As-received	Spectrum 1	Spectrum 2	Average*
Fe	75.19	50.81	40.85	45.83
C	3.27	6.38	15.48	10.93
Cr	16.82	6.63	2.54	4.58
O	3.05	34.96	40.14	37.55
Ni	1.67	1.22	0.98	1.10
Total	100.00	100.00	100.00	100.00

* ค่าเฉลี่ยที่ได้จาก Spectrum 1 และ Spectrum 2

วิธีการหนึ่งที่สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคเหล็กกล้าไร้สนิม คือ รามานสเปกโตรสโกปี ซึ่งเป็นการวิเคราะห์เฉพาะบริเวณพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม ผลการวิเคราะห์ด้วยรามานสเปกโตรสโกปี พบว่า เหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยวิธีออกซิเดชันประกอบด้วยสารประกอบของเหล็กออกไซด์ 2 ชนิด คือ Fe_2O_3 สเปกตรัมเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 225, 245, 291, 408, 499 and 609 cm^{-1} ในช่วงระหว่าง 150–800 cm^{-1} [58] และ Fe_3O_4 [59] แสดงดังรูป 4.34 จะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สามารถตรวจพบ Fe_2O_3 ได้เช่นเดียวกับรามานสเปกโตรสโกปี ส่วน Fe_3O_4 ที่ตรวจพบด้วยรามานสเปกโตรสโกปีมีปริมาณน้อยมากจึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 4.34 รามานสเปกตรัมของ (a) เหล็กกล้าไร้สนิมบริสุทธิ์ และ (b) เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

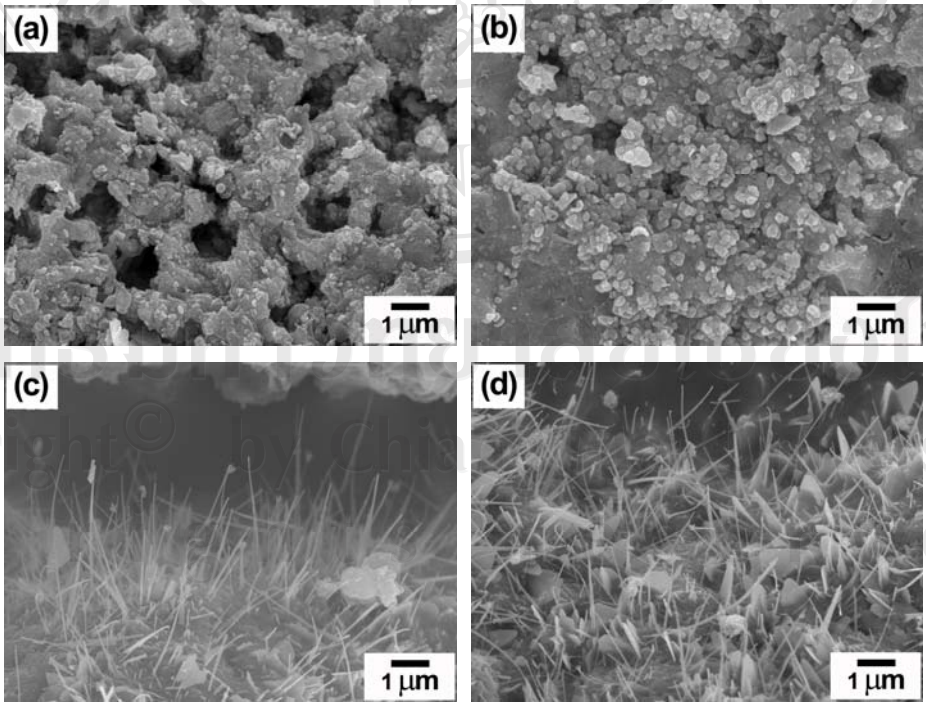
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ และรามานสเปกโตรสโกปีสามารถยืนยันได้ว่าเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยธาตุเหล็ก (Fe) และสารประกอบของเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3)

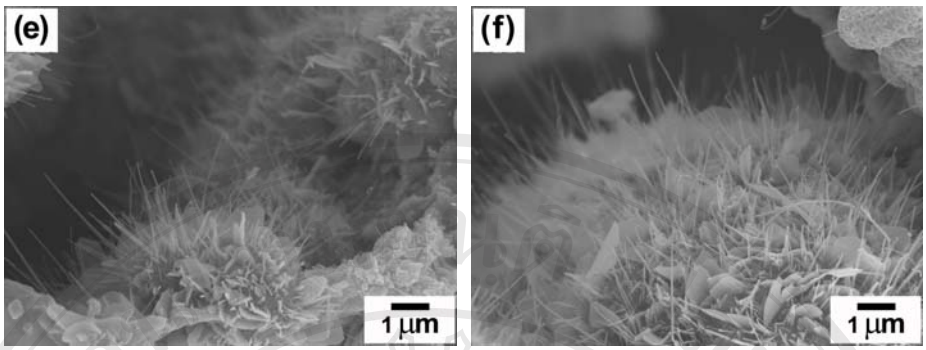
4.3.2 อิทธิพลของเวลาในการสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

4.3.2.1 อิทธิพลของเวลาต่อโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

จากผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60, 120, 180, 240, 300 และ 360 นาที พบว่าที่เวลาสังเคราะห์ผงพ่นที่เวลา 60 และ 120 นาที ไม่พบนาโนวิสเกอร์งอกบนผิวของอนุภาคผงพ่น ส่วนเมื่อเพิ่มเวลาเป็น 180, 240, 300 และ 360 นาที พบนาโนวิสเกอร์งอกบนผิวของผงพ่น ดังรูป 4.35 จากรูปพบว่าเมื่อเวลาที่ใช้สังเคราะห์เป็น 60 และ 120 นาที จะไม่พบนาโนวิสเกอร์ ซึ่งคาดว่าอาจเกิดจากเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์น้อยเกินไปส่งผลให้นิวคลีไอของเหล็กไม่มีเวลาพอที่ จะเติบโตและงอกออกมาจากอนุภาคผงพ่น แต่เมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้สังเคราะห์เป็น 180, 240, 300 และ 360 นาที พบว่า นาโนวิสเกอร์งอกออกมาจากอนุภาคผงพ่น โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์ที่ตำแหน่งปลายเส้น โคนเส้น และตรงกลาง แสดงดังตาราง ก(4) ในภาคผนวก ก

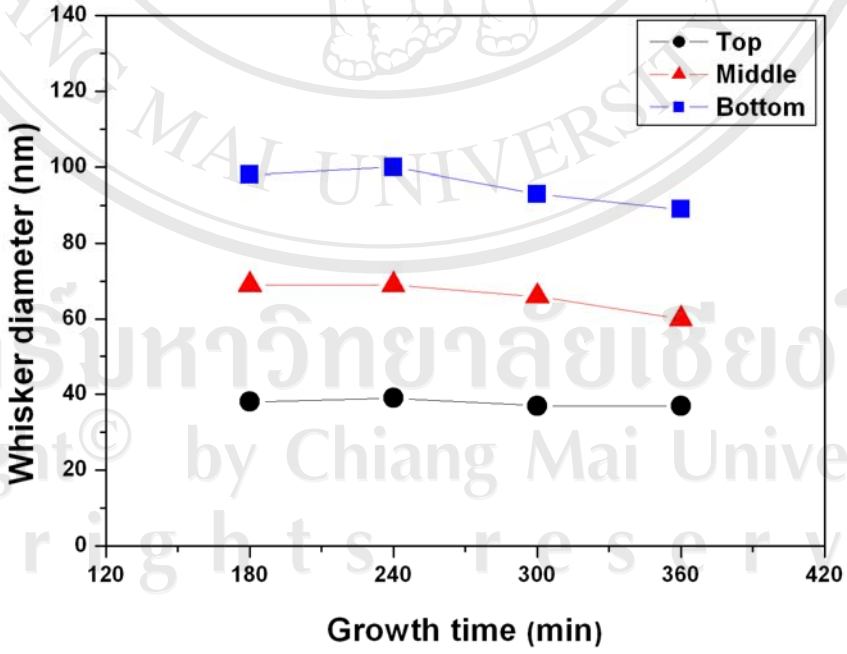


ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.35 ผงพ่นเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (a) 60, (b) 120, (c) 180, (d) 240, (e) 300 และ (f) 360 นาที ที่กำลังขยาย 10000 เท่า

เมื่อพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์กับเวลาที่ใช้สังเคราะห์ต่างๆ ได้ผลแสดง ดังรูป 4.36 จากรูปจะเห็นได้ว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ มีขนาดแตกต่างกันไม่มากนัก แต่เมื่อเวลาที่ใช้สังเคราะห์นานขึ้นจะพบปริมาณของนาโนวิสเกอร์โดยรวมมากกว่าเล็กน้อย ดังรูป 4.35(a–f) ดังนั้นเวลาที่เลือก คือ สังเคราะห์ผงพ่นที่เวลา 360 นาที เนื่องจากปริมาณของนาโนวิสเกอร์โดยรวมมีปริมาณมากที่สุด

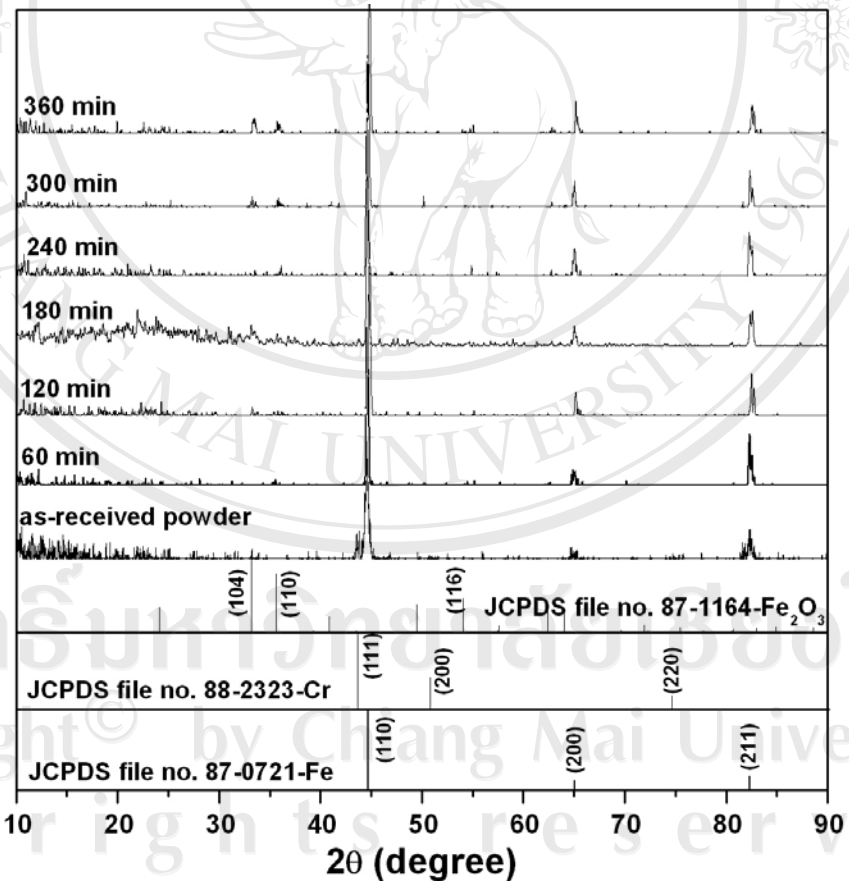


รูป 4.36 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้สังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนวิสเกอร์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

4.3.2.2 อิทธิพลของเวลาต่อองค์ประกอบทางเคมีของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ที่สังเคราะห์เป็นเวลา 60–360 นาที พบว่า ผงนาโนคอมโพสิตที่สังเคราะห์ที่เวลา 60 นาที ประกอบด้วยธาตุเหล็กเป็นหลัก และเมื่อสังเคราะห์ที่เวลาตั้งแต่ 120–360 นาที ผงพ่นนาโนคอมโพสิตประกอบด้วยธาตุเหล็กและเหล็กออกไซด์ แสดงดังรูป 4.37 เมื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงพ่นนาโนคอมโพสิต พบว่า เมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มมากขึ้นเป็น 300 และ 360 นาที จะเห็นสเปกตรัมของเหล็กออกไซด์ชัดเจนกว่าการสังเคราะห์ที่เวลาอื่นๆ ซึ่งอาจจะเป็นเพราะผงพ่นมีเวลามากพอที่จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศและจะเห็นว่าที่เวลาการสังเคราะห์ 180 นาที มีลักษณะของสเปกตรัมแตกต่างจากการสังเคราะห์ที่เวลาอื่นๆ ทั้งนี้คาดว่าเป็นเพียงสัญญาณรบกวน



รูป 4.37 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์คอมโพสิตที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60–360 นาที

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ให้ได้ปริมาณมากสำหรับนำไปพ่นเคลือบด้วยความร้อนแบบเปลวไฟ โดยใช้สภาวะการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 360 นาที โดยสภาวะนี้จะให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ตำแหน่งปลายเส้น ตรงกลาง และโคนเส้นของนาโนวิสเกอร์ เท่ากับ 37, 60 และ 89 นาโนเมตร ตามลำดับ

จากผลการสังเคราะห์ผงเหล็กกล้าไร้สนิม/ท่อนาโนคาร์บอน และผงเหล็กกล้าไร้สนิมนาโนวิสเกอร์ พบว่า สามารถสังเคราะห์เหล็กกล้าไร้สนิมให้มีโครงสร้างนาโนต่างชนิด กล่าวคือ ท่อนาโนคาร์บอน และเหล็กออกไซด์นาโนวิสเกอร์ให้งอกปกคลุมผงเหล็กกล้าไร้สนิมได้ด้วยวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน กล่าวคือ ใช้เทคนิคการตกสะสมด้วยไอเคมีโดยมีเอทานอลเป็นแหล่งของคาร์บอนสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน และใช้เทคนิคปฏิกิริยาออกซิเดชันภายใต้บรรยากาศปกติสำหรับการสังเคราะห์เหล็กออกไซด์นาโนวิสเกอร์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved