

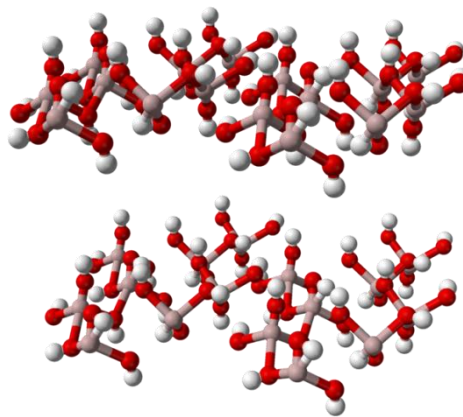
บทที่ 2

ทฤษฎี

สารประกอบที่ใช้ในงานวิจัยนี้ มี 3 ชนิดด้วยกัน คือ แกรไฟต์ กรดฟอสฟอริก และ อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งสมบัติทั่วไปแสดงได้ดังนี้

2.1 อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

เป็นโครงสร้างที่เสถียรที่สุดของอลูมิเนียมในสภาวะปกติ ในธรรมชาติรู้จักกันในชื่อ กิบบ์ไซต์ มีความสัมพันธ์ใกล้ชิดกับอะลูมิเนียมออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ ($\text{AlO}(\text{OH})$) และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) สารประกอบดังกล่าวทั้งหมดจะเป็นส่วนประกอบหลักของแร่บอกไซต์ มีชื่ออื่นว่า ไฮเดรตอลูมินา โดยมีสูตรเคมี คือ $\text{Al}(\text{OH})_3$ ลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีขาวขุ่น น้ำหนักต่อหนึ่งโมลคือ 78 กรัม มีความหนาแน่น ณ สถานะของแข็ง 2.42 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวที่ 300 องศาเซลเซียส ไม่สามารถละลายในน้ำ และความสามารถละลายในกรด ต่าง มีค่ามากกว่า 7

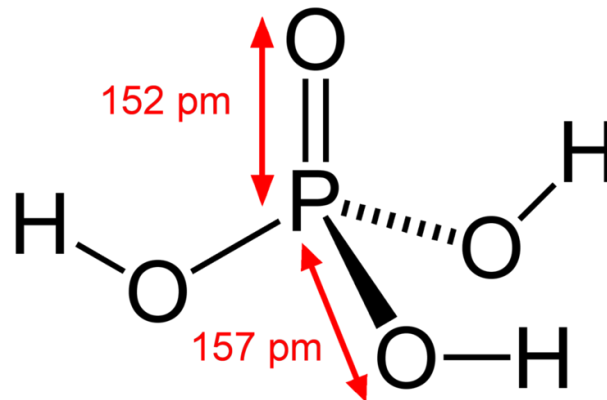


ภาพ 2.1 การจับยึดโมเลกุลของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์แบบ 3D [9]

2.2 กรดฟอสฟอริก

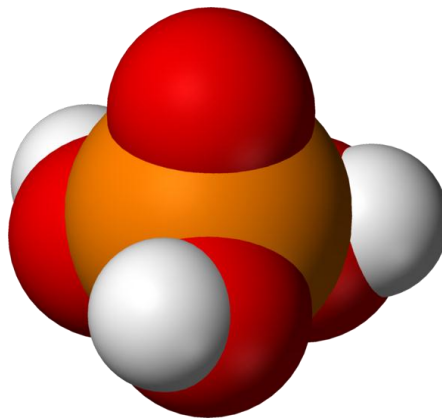
กรดฟอสฟอริก เป็นกรดแร่ มีสูตรเคมี H_3PO_4 กรดฟอสฟอริกบริสุทธิ์จะอยู่ในรูปผลึกใส มีจุดหลอมละลายที่ 42.35 องศาเซลเซียส แต่กรดฟอสฟอริกที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิอื่นๆ อาจพบในรูปของเหลวใส ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น สามารถละลายน้ำและแอลกอฮอล์ได้ [10]

กรดฟอสฟอริกถูกใช้อย่างแพร่หลาย ทั้งในการผลิตสารพวกฟอสเฟต เช่น ผงซักฟอก สบู่ ปุ๋ย รวมถึงใช้ผสมเป็นวัสดุอุดฟัน จนถึง ถูกใช้เป็นส่วนผสมของน้ำอัดลม



ภาพ 2.2 การจับยึดโมเลกุลของกรดฟอสฟอริก [10]

และมีชื่ออื่นๆว่า ออโรโทรฟอสฟอริกแอซิด ลักษณะทางกายภาพเป็นของแข็งสีขาวใสไม่มีสี และเป็นของเหลวที่อุณหภูมิมากกว่า 42 องศาเซลเซียส น้ำหนักต่อหนึ่งโมลคือ 98 กรัม มีความหนาแน่น ณ สถานะของเหลว 1.885 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และ ในสถานะสารละลายความเข้มข้น 85 เปอร์เซ็นต์ 1.685 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวที่ 42.35 องศาเซลเซียส จุดเดือดที่ 175 องศาเซลเซียส สามารถละลายในน้ำ 5.48 กรัมต่อมิลลิลิตร และความหนืดมีค่า 147 CP หรือ 2.4 – 9.4 CP ในรูปของสารละลายความเข้มข้น 85 เปอร์เซ็นต์

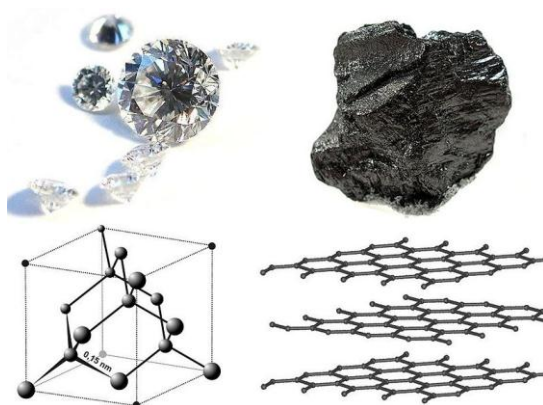


ภาพ 2.3 การจับยึดโมเลกุลของกรดฟอสฟอริก แบบ 3D [10]

2.3 คาร์บอน

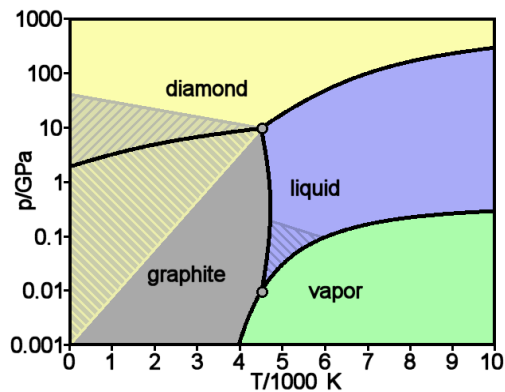
คาร์บอน เป็นธาตุในตารางธาตุที่มีสัญลักษณ์ C และเลขอะตอม 6 เป็นธาตุอโลหะ มีวาเลนซ์ 4 และมีหลายอัญรูป เช่น

- เพชร (แร่ธาตุที่แข็งที่สุด) โครงสร้างยึดเหนี่ยว: 4 อิเล็กตรอนในแบบ 3 มิติ มีผลึกโปร่งใสของอะตอมคาร์บอนที่จับยึดกับแบบรูปพีระมิด ตกผลึกกลายเป็นโครงข่ายเพชรที่เป็นการแปรผันของโครงสร้างลูกบาศก์แบบเฟซเซ็นเตอร์
- แกรไฟต์ (หนึ่งในสารที่อ่อนที่สุด) โครงสร้างยึดเหนี่ยว: 3 อิเล็กตรอนในแบบ 2 มิติ และ 1 อิเล็กตรอน
- ฟูลเลอไรต์ (หรือ ฟูลเลอร์ริน) คือโมเลกุลขนาดนาโนเมตร ในรูปแบบที่เรียบง่าย คาร์บอน 60 อะตอมจะเรียงตัวคล้ายกับชั้นแกรไฟต์ ซึ่งจอตัวจนเป็นโครงสร้างสามมิติที่คล้ายกับลูกฟุตบอล
- Lamp black ประกอบด้วยพื้นที่ที่เป็นแกรไฟต์ขนาดเล็กๆ ซึ่งพื้นที่เหล่านี้จะกระจายสุ่ม จึงมีโครงสร้างไอโซทรอปิก
- Glassy carbon มีโครงสร้างไอโซทรอปิกและความแข็งพอๆ กับกระจก ซึ่งต่างจากแกรไฟต์ที่ชั้นแกรไฟต์ไม่ได้เรียงซ้อนกันเหมือนกระดาษเรียบๆ แต่เรียงเหมือนกับกระดาษที่ขยำแล้ว
- คาร์บอนไฟเบอร์มีลักษณะคล้ายกับ Glassy carbon ภายใต้การผลิตแบบพิเศษ ทำให้สามารถจัดระนาบคาร์บอนในทิศทางของไฟเบอร์ได้ ในทิศตั้งฉากกับแกนไฟเบอร์ ไม่มีการตั้งระนาบของคาร์บอน ทำให้ไฟเบอร์ที่ได้มีความแข็งแรงมากกว่าเหล็กกล้า



ภาพ 2.4 เพชรและแกรไฟต์เป็นสองอัญรูปของคาร์บอนที่แตกต่างกันทางโครงสร้าง [11]

ดั่งภาพ 2.4 แสดงให้เห็นถึงความแตกต่างของ อัญรูปและโครงสร้างของเพชรและแกรไฟต์ และในการเกิดอัญรูปและโครงสร้างของคาร์บอนตามหลักทฤษฎีได้แสดงในรูปของ Phase diagram ดั่งภาพ 2.5



ภาพ 2.5 Phase diagram การพยากรณ์ตามหลักทฤษฎีของคาร์บอน [11]

คาร์บอนปรากฏในสิ่งมีชีวิตทุกชนิด และเป็นพื้นฐานของอินทรีย์เคมี นอกจากนี้ อโลหะนี้มีคุณสมบัติทางเคมีที่น่าสนใจ คือ สามารถทำพันธะกับตัวเอง และธาตุอื่นๆ เป็นจำนวนมาก เกิดได้เป็นสารประกอบเกือบ 10 ล้านชนิด เมื่อรวมกับออกซิเจน จะเกิดเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งจำเป็นอย่างยิ่งต่อการเจริญเติบโตของพืช เมื่อรวมกับไฮโดรเจน จะเกิดเป็นสารประกอบต่างๆ ที่เรียกรวมๆ ว่าไฮโดรคาร์บอน ซึ่งจำเป็นต่ออุตสาหกรรมในรูปแบบของเชื้อเพลิงฟอสซิล เมื่อรวมกับทั้งไฮโดรเจนและออกซิเจน สามารถจะเกิดเป็นสารประกอบได้หลายประเภท เช่น กรดไขมัน ซึ่งจำเป็นต่อชีวิต และเอสเทอร์ ซึ่งให้รสชาติแก่ผลไม้หลายชนิด ไอโซโทป คาร์บอน-14 ใช้ในการวัดอายุโดยใช้กัมมันตภาพรังสี

ลักษณะทางกายภาพเป็นของแข็งสีขาวใสไม่มีสี(เพชร)และเป็นของแข็งสีดำ(แกรไฟต์) น้ำหนักต่อหนึ่งโมลคือ 12 กรัม มีความหนาแน่น 2.267 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวที่ 3550 องศาเซลเซียส จุดระเหิดที่ 3367 องศาเซลเซียส ความร้อนของการหลอมเหลวคือ 100 กิโลจูลต่อโมลเคลวิน ความร้อนของการกลายเป็นไอ มีค่า 355.8 กิโลจูลต่อโมลเคลวิน ความร้อนจำเพาะที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส มีค่า 8.517 จูลต่อโมลเคลวิน ความดันไอมีก่าดังตารางที่ 2.1

ตาราง 2.1 ความดันไอของ แกรไฟต์ ที่อุณหภูมิ ต่างๆ[11]

ความดัน (Pa)	1	10	100	1 k	10 k	100 k
อุณหภูมิ (K)		2839	3048	3289	3572	3908



ภาพ 2.6 ลักษณะของ แกรไฟต์ [12]



ภาพ 2.7 สีนแร่แกรไฟต์ [12]

แกรไฟต์ เป็นอัญรูปหนึ่งของธาตุคาร์บอน ชื่อสามัญเรียกว่า พลัมเบโก หรือแร่ดินสอดำ มีลักษณะเป็นของแข็ง มีรูปผลึกเป็นแผ่นบางๆ ทึบแสง อ่อนนุ่ม สีเทาเข้มถึงดำ เนื้ออ่อน เป็นตัวนำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี มักใช้ทำไส้ดินสอดำ เบ้าหลอมโลหะ น้ำมันหล่อลื่นบางชนิด ไส้

ถ่านไฟฉาย ไส้ฟลูออไรด์ ใช้เป็นตัวลดความเร็ว ช่วยควบคุมจำนวนอนุภาคนิวตรอนในเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์

ชื่อ แกรไฟต์ หรือ Graphite ในภาษาอังกฤษนั้น ตั้งโดย Abraham Gottlob Werner ในปี ค.ศ. 1789 โดยมาจากภาษากรีกว่า γραφειν หมายถึง "เพื่อวาด/เขียน" ซึ่งตั้งตามการใช้แกรไฟต์ในดินสอ แร่แกรไฟต์เป็นการจัดเรียงตัวรูปแบบหนึ่งของคาร์บอน ในภาษากรีกแปลว่า ใช้ขีดเขียน วาดภาพ มีคุณสมบัติเป็นตัวนำไฟฟ้า หรือ กึ่งตัวนำไฟฟ้า แกรไฟต์มีการจัดเรียงตัวแบบเสถียรที่สภาวะมาตรฐาน แต่บางครั้งแร่แกรไฟต์เกิดจากถ่านหินเมื่อมีความร้อน ความดันสูงขึ้นระดับหนึ่งซึ่งพบอยู่บนแอนทราไซต์ และเมตา-แอนทราไซต์ ซึ่งโดยปกติแล้ว มักไม่นำมาใช้เป็นเชื้อเพลิง เพราะคิดไปยาก แร่แกรไฟต์ที่เกิดในแหล่งสะสม มี 3 ประเภท ได้แก่:

1. แร่แกรไฟต์ที่มีลักษณะเป็นแผ่นบาง สั้นๆ หน้าแผ่นเป็นรูป 6 เหลี่ยม เมื่อแตกจะเป็นมุมๆที่ขอบ หรือมีลักษณะไม่สม่ำเสมอ;
2. แกรไฟต์ที่มีลักษณะอสัณฐาน มีลักษณะเม็ดละเอียด เกิดในกระบวนการแปรสภาพของหินแปรของถ่านโดยความร้อนสูง เป็นขั้นสุดท้ายของการเกิดถ่านหิน บางครั้งเรียกว่าแอนทราไซต์
3. แกรไฟต์ที่มีลักษณะเป็นก้อนๆ บางครั้งอาจเรียกว่า สายแร่แกรไฟต์ เกิดขึ้นในช่องหรือ รอยแตกของสายแร่เป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะกลุ่มผลึกเส้นใยหรือรูปเส้นยาว มักเกิดในสายแร่ที่มีน้ำร้อน

นักวิทยาศาสตร์สามารถสร้างแกรไฟต์ที่คุณภาพสูงคือ เส้นใยแกรไฟต์ อาจหมายถึงเส้นใยคาร์บอน หรือ เส้นใยคาร์บอนที่เสริมความแข็งแรง

แร่ที่เกิดร่วมกับแกรไฟต์ ได้แก่ ควอร์ซต์ แคลไซต์ ไมกา เหล็ก และทัวร์มาลีน แร่แกรไฟต์มีหลายลักษณะ แผ่นแกรไฟต์ที่บางสามารถงอได้แต่ไม่มีความยืดหยุ่น แร่จะให้สีดำที่มือและกระดาษ สามารถนำไฟฟ้าและแสดงลักษณะการจัดเรียงอะตอมที่ลดแรงเสียดทานเป็นตัวบ่งบอกถึง ความอ่อนนุ่ม ความมันวาว ความหนาแน่น และลักษณะของผงแร่

สมาคมสำรวจธรณีวิทยาแห่งสหรัฐอเมริการายงานว่า อัตราการผลิตแร่แกรไฟต์ในปี ค.ศ. 2008 เป็นจำนวน 1,110 กิโลตัน โดยมาจาก ประเทศจีน 800 กิโลตัน ประเทศอินเดีย 130 กิโลตัน ประเทศบราซิล 76 กิโลตัน ประเทศเกาหลีเหนือ 30 กิโลตัน และประเทศแคนาดา 28 กิโลตัน โดยแร่แกรไฟต์ได้ขุดที่ประเทศสหรัฐอเมริกา แต่มีการสังเคราะห์ขึ้น โดยในปี ค.ศ. 2007 ได้มีการผลิตขึ้นเป็นจำนวน 198 กิโลตัน คิดเป็นจำนวนเงินทั้งสิ้น 1.18 พันล้าน ดอลลาร์สหรัฐ อัตราการใช้แร่แกรไฟต์คิดเป็น 42 กิโลตันสำหรับแร่แกรไฟต์ที่มีอยู่ตามธรรมชาติ และ 200 กิโลตัน สำหรับแร่แกรไฟต์ที่สังเคราะห์ขึ้น

แร่แกรไฟต์ประกอบแร่เรียงตัวเป็นชั้นๆ คาร์บอนมีการจัดเรียงตัวแบบแอลฟา หรือเป็นรูปผลึก 6 หน้า และจัดเรียงตัวแบบเบตาหรือรูปผลึกขนมเปียกปูน โดยมีลักษณะทางกายภาพเหมือนกัน แผ่นแร่รูปผลึก 6 หน้า มีลักษณะบางและไม่แข็ง ผลึกแบบแอลฟาสามารถเปลี่ยนกลับไปเป็นเบตาได้เมื่อรับแรงกด และผลึกแบบเบตาสามารถเปลี่ยนกลับเป็นผลึกแบบแอลฟาเมื่อได้รับความร้อน มากกว่า 1300 องศาเซลเซียส แผ่นแร่แต่ละแผ่นมีความหนาแน่นน้อย

แร่แกรไฟต์มีการนำไฟฟ้าเพราะการจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอนแต่ละระนาบโดยอิเล็กตรอนวงนอกสุดสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระ จึงสามารถนำไฟฟ้าได้ แต่อย่างไรก็ตามแร่แกรไฟต์นำไฟฟ้าได้ระนาบเดียวเท่านั้น

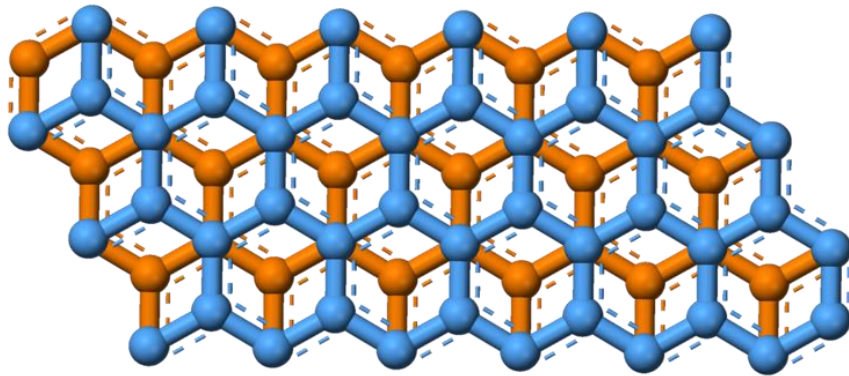
แร่แกรไฟต์ถูกนำมาใช้เมื่อ 4 พันปีก่อนคริสตกาล ในงานทาสีตกแต่งเครื่องเซรามิก ในทางตะวันออกเฉียงใต้ของยุโรป ได้มีการค้นพบแหล่งสะสมตัวของแร่แกรไฟต์ขนาดใหญ่มากที่รัฐคัมเบรีย ประเทศอังกฤษ แร่ที่พบมีลักษณะบริสุทธิ์ ไม่แข็ง แตกหักง่าย และมีรูปแบบการสะสมตัวอัดแน่นกัน

การใช้ประโยชน์จากแร่แกรไฟต์ในธรรมชาติ

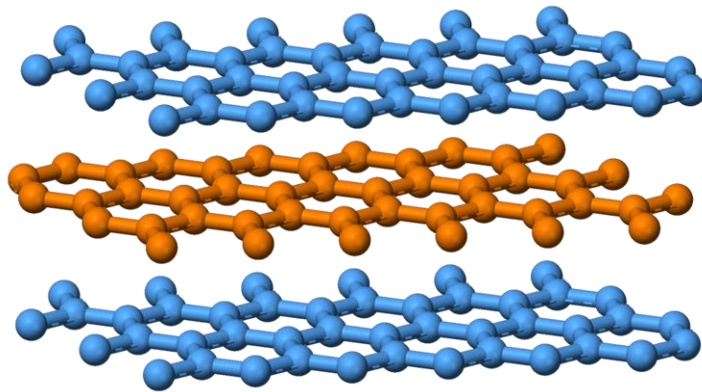
แร่แกรไฟต์ในธรรมชาติมีการใช้ประโยชน์ในเรื่อง การผลิตเหล็กกล้า อุตสาหกรรมเครื่องเขียน การผลิตอุปกรณ์ที่ช่วยลดการสูญเสียความร้อน การผลิตอุปกรณ์เบรกรถยนต์ อุตสาหกรรมผลิตแบตเตอรี่ และ ทำสารหล่อลื่น แกร์ฟีน ซึ่งเป็นแร่แกรไฟต์ที่พบตามธรรมชาติมีลักษณะเด่นคือ มีความแข็งแรงมาก จึงใช้สมบัตินี้แยกแกร์ฟีนออกจากแร่แกรไฟต์ทั่วไปเพื่อนำไปใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม

การใช้ประโยชน์จากแร่แกรไฟต์สังเคราะห์

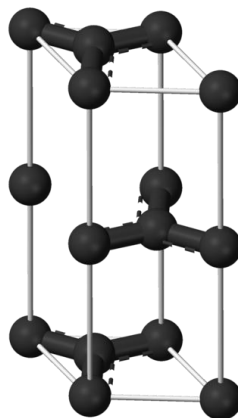
แร่แกรไฟต์สังเคราะห์ใช้ประโยชน์ใน การทำเป็นขั้วไฟฟ้า การทำเป็นผงๆเพื่อใช้ในงานอุตสาหกรรมผลิตแบตเตอรี่และอุตสาหกรรมผลิตอุปกรณ์เบรกรถยนต์ โดยทำจากเชื้อเพลิงถ่านหินที่เผาจนหมดควัน เส้นใยแกรไฟต์หรือเส้นใยคาร์บอนเป็นเส้นใยที่มีความแข็งแรงทนทานสูง ใช้ในการผลิตอุปกรณ์ตกปลา อุปกรณ์กีฬาออลฟ์ อุตสาหกรรมรถจักรยาน และแท่นกระโดดที่สระน้ำ นอกจากนี้แกรไฟต์สังเคราะห์ใช้เป็นสารลดความเร็วของนิวตรอนในปฏิกิริยานิวเคลียร์ โดยแกรไฟต์เป็นตัวดูดกลืนนิวตรอนอิสระในแร่บางชนิด เช่น โบรอน และใช้ในการผลิตอุปกรณ์ดูดจับเรดาร์



ภาพ 2.8 ภาพด้านบนของชั้นผลึกแกรไฟต์ [12]



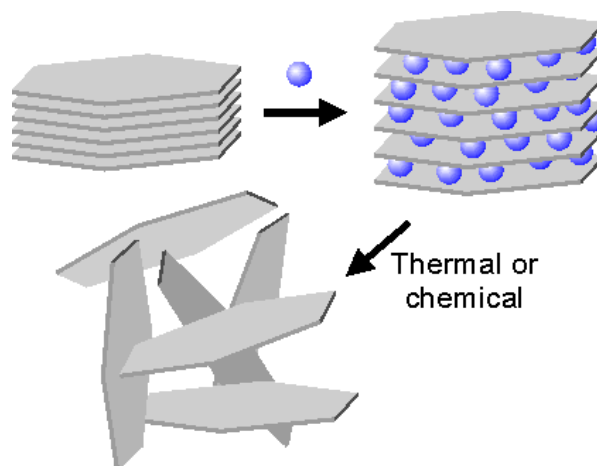
ภาพ 2.9 ภาพด้านข้างของชั้นผลึกแกรไฟต์ [12]



ภาพ 2.10 ภาพผลึกแกรไฟต์ [12]

การเกิดออกซิเดชันในแกรไฟต์

เนื่องจาก แกรไฟต์ มีรูปผลึกเป็นแผ่นบางๆ ทึบแสง เรียงซ้อนกันเป็นชั้นๆ ในสภาวะบรรยากาศเมื่อแกรไฟต์ได้รับปฏิกิริยาทางเคมีหรือปฏิกิริยาทางความร้อน อะตอมของออกซิเจนจะเข้าไปแทรกตัวในชั้นของผลึกแกรไฟต์ ทำให้แรงยึดตัวระหว่างชั้นผลึกแกรไฟต์เสียสมดุล และชั้นผลึกแกรไฟต์หลุดแยกออกจากกัน ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่า การเกิดออกซิเดชันในแกรไฟต์ ดังภาพ 2.11



ภาพ 2.11 การเกิดออกซิเดชันในแกรไฟต์ [13]

ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับวัสดุทนความร้อน เช่นผนังเตาเผา เบ้าหลอมโลหะ เปลือกของยานอวกาศ แต่การเกิดออกซิเดชันในแกรไฟต์ถือเป็นจุดด้อยของวัสดุชนิดนี้ โดยจะส่งผลให้ สมบัติทั้งหมด เช่น สมบัติเชิงกลและการนำไฟฟ้าแกรไฟต์ลดลง ดังนั้นจึงมีนักวิจัยศึกษาเป็นจำนวนมาก ดังบทความวิจัยที่เกี่ยวข้องได้ค้นคว้า การป้องกันการเกิดออกซิเดชันในแกรไฟต์เพื่อปรับปรุงสมบัติของวัสดุ ชนิดนี้ให้ดีขึ้น เช่น วิธีการเคลือบผิวแบบเคมีคอลเวปอร์เดพโพสิชัน โดยสามารถแบ่งเป็น ขบวนการย่อยได้อีกเช่น กระบวนการ พลาสมาแอซซิสเคมีคอลเวปอร์เดพโพสิชัน และขบวนการเมทัลออกานิกเคมีคอลเวปอร์เดพโพสิชัน โดยวัสดุที่ใช้เคลือบมีหลายชนิด ได้แก่ SiC TiC TiN TiO₂ Si₃N₄ B₄C SiO₂ ZrSiO₄ ZrO₂ SiHf-Cr Al₂O₃ Al₂O₃-SiO₂ SiC/C BN Si-B LaB₆ MoSi₂ Y₂SiO₅ และ แก้วเป็นต้น [2] และวิธีการจุ่มสารละลายแบบของเหลวโดยวิธีนี้ ใช้วัสดุจำพวกสารประกอบออกซิฟลูออโรฟอสเฟต POCl₃ และกรดบอริก โดยการจุ่มแกรไฟต์ ลงในสารละลาย แล้วให้ความร้อน เพื่อให้แห้งและทำให้สารละลายเปลี่ยนรูปเป็นผลึก วิธีการนี้เมื่อเทียบกับวิธีแรกนั้นง่ายและประหยัดในด้านเครื่องมือและใช้อุณหภูมิในการทำงานต่ำ [6] กรดออร์โธมูนิเนียมฟอสเฟต คือสารละลาย

ของเหลวที่ประกอบไปด้วยกรดฟอสฟอริก และเกลืออลูมิเนียม เช่น อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ การเกิดอลูมิเนียมฟอสเฟตในรูปของแข็งเช่น อลูมิเนียมเมตาฟอสเฟต และอลูมิเนียมออร์โทฟอสเฟต ขึ้นอยู่กับสัดส่วนของอัตราส่วนผสมระหว่างฟอสเฟตกับอลูมิเนียม และความร้อนที่ให้ตอนอบ

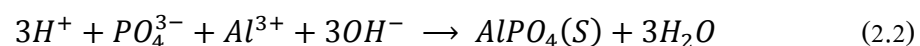
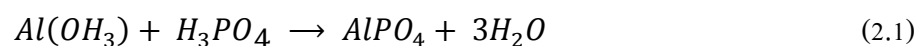
กรดฟอสฟอริกสามารถยึดประสานวัสดุและแก้ไขผิวของวัสดุได้เช่น การยึดประสานวัสดุในงานเซรามิก ในการเพิ่มอลูมิเนียมเข้าไปจะทำให้แรงในการจับยึดประสานวัสดุเพิ่มมากขึ้น กรดอลูมิเนียมฟอสเฟตที่สำคัญคือ โมโนอลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งจะอยู่ในสถานะของแข็งหรือสารแขวนลอยในของเหลว ในขบวนการจับยึดทางเซรามิก ความหนืดของสารแขวนลอยมีผลต่อการเคลือบผิวและการจับยึดอนุภาคปกติจะต้องมี ความหนืดต่ำ การอบด้วยความร้อนคือสิ่งจำเป็นในการเคลือบผิวหรือการจับยึดอนุภาคโดยกรดอลูมิเนียมฟอสเฟต สาเหตุที่ต้องมีการอบคือ อบเพื่อให้ชิ้นงานแห้งและอบเพื่อให้กรดอลูมิเนียมฟอสเฟตเปลี่ยนรูปเป็นผลึกของแข็ง ซึ่งชนิดของผลึกขึ้นอยู่กับความร้อนที่ให้ตอนอบและปฏิกิริยาระหว่างตัวกรดฟอสเฟตกับวัสดุที่นำมาเคลือบผิวหรือนำมาจับยึดอนุภาค [7]

การเกิดออกซิเจนคอนเทนนิ่งฟังก์ชันนอลกรุปนั้น จะทำให้ ผิวแกรไฟต์เปลี่ยนจาก C-O เป็น C=O จึงสามารถรับออกซิเจนได้มากขึ้น ทำให้ของเหลวสามารถซึมผ่านผิวของแกรไฟต์ได้ ซึ่งการทำให้เกิดออกซิเจนคอนเทนนิ่งฟังก์ชันนอลกรุป ที่ผิวของแกรไฟต์นั้นทำได้โดยการให้ความร้อนในอากาศ ออกซิเจน หรือ ในโอโซน [3]

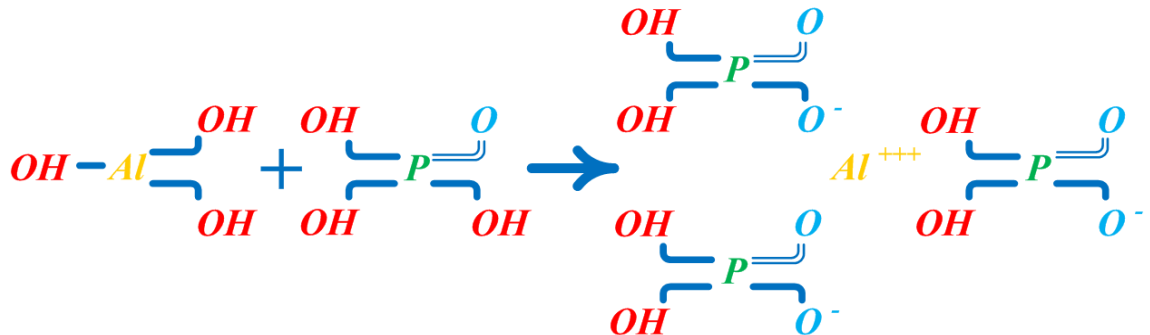
2.4 อลูมิเนียมฟอสเฟต

อลูมิเนียมฟอสเฟต เป็นสารประกอบเคมีทางอุตสาหกรรมอาหารใช้เป็นผงฟูในการทำขนมเค้กเพื่อช่วยให้เนื้อขนมอบเพิ่มขึ้น อุตสาหกรรมยาที่จะใช้เป็นตัวดูดซับสารพิษ นอกจากนี้ยังใช้เป็นตัวคายน้ำในอุตสาหกรรมการผลิตที่ใช้อุณหภูมิสูง อลูมิเนียมฟอสเฟตแยกองค์ประกอบออกเป็นอลูมิเนียมออกไซด์และฟอสฟอรัส เพ็นไทไซด์ อลูมิเนียมฟอสเฟตเป็นผงผลึกสีขาวที่มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 121.95 กรัมต่อโมล

ในการที่จะสังเคราะห์สารละลายอลูมิเนียมฟอสเฟตประกอบไปด้วยกรดฟอสฟอริก และเกลืออลูมิเนียม เช่น อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ดังสมการที่ 2.1 และ 2.2



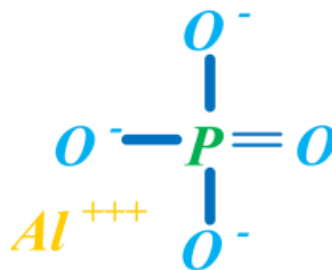
ซึ่งโครงสร้างของสารละลายดังภาพ 2.12



ภาพ 2.12 โครงสร้างของสารละลายอลูมิเนียมฟอสเฟต

หลังจากที่ให้ความร้อนจะเกิดโครงสร้างผลึกเป็น อลูมิเนียมออร์โทฟอสเฟต (AlPO_4) ดัง

ภาพ 2.13



ภาพ 2.13 โครงสร้างผลึก อลูมิเนียมออร์โทฟอสเฟต (AlPO_4)

สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง

มีการศึกษาเกี่ยวกับการป้องกันการเกิดออกซิเดชันในแกรไฟต์ ด้วยกระบวนการต่างๆ
ดังนี้

Christopher และคณะ (1994) ได้ศึกษา เรื่องการต้านทานออกซิเดชันบนคาร์บอนไฟเบอร์ ด้วยการปิดผิวรูพรุนโดย วิธีเมทาลอแกนิกเคมีคอลเวปเปอร์เคพโพซิชั่น และใช้ฟิล์มบางอสัณฐาน อลูมินา – ซิลิกา พบว่า การปล่อยแก๊สคอมโพซิชั่นระหว่าง อาร์กอนและออกซิเจน มีผลต่อความ

ยึดหยุ่นของฟิล์มและการยึดเกาะระหว่างฟิล์มอลูมินากับคาร์บอนไฟเบอร์ และเกิดอลูมินาเมทริกซ์-คาร์บอนไฟเบอร์คอมโพสิตขึ้น การปิดผิวรูพรุนโดยฟิล์มบางอสัณฐานอลูมินา-ซิลิกาสามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันระหว่างชั้นคาร์บอนไฟเบอร์กับอลูมินาเมทริกซ์และตัวคาร์บอนไฟเบอร์ [1]

Tsou และคณะ (1996) ได้ออกแบบการป้องกันการเกิดออกซิเดชันด้วยวิธีเคลือบผิวหลายชั้นบนคาร์บอนคอมโพสิต โดยพลาสมาแอตทิฟเคมีคอลเวปเปอร์เดฟโพซิชั่น ด้วยการเคลือบวัสดุโบรอนคาร์ไบด์และโบรอนไนไตรด์ชั้นเดียวบนชั้นคาร์บอน และเคลือบวัสดุโบรอนคาร์ไบด์และโบรอนไนไตรด์หลายชั้นบนชั้นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ใช้ XRD ศึกษาองค์ประกอบทางแร่และ การวิเคราะห์ฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ศึกษาฟังก์ชันนัลกรุป และทดสอบการเกิดออกซิเดชันด้วย TGA การเคลือบวัสดุโบรอนคาร์ไบด์ และโบรอนไนไตรด์หลายชั้นบนชั้นคาร์บอนที่อุณหภูมิถึง 900 องศาเซลเซียส นั้นสามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันได้ดี [2]

Fu และคณะ (1998) ได้ทำการอบโอโซนของคาร์บอนไฟเบอร์สำหรับ ซีเมนต์เสริมแรง พบว่าการอบโอโซนในคาร์บอนไฟเบอร์ทำให้ Surface oxygen concentration สูงขึ้น และ เปลี่ยน Surface oxygen จาก C – O เป็น C = O สิ่งที่เกิดขึ้นคือ มุมสัมผัสระหว่าง ไฟเบอร์กับน้ำลดลงเป็นศูนย์ ทำให้น้ำสามารถซึมเข้าไปในเนื้อไฟเบอร์ได้ [3]

Stuecker และคณะ (1999) ได้ศึกษาเรื่องการป้องกันการเกิดออกซิเดชันของคาร์บอนคอมโพสิต ด้วยวิธีการเคลือบ โซล-เจลเซรามิก พบว่า คาร์บอนคอมโพสิตที่ถูกจุ่มด้วยแคลเซียมแมกนีเซียมซิงค์โครเนียมฟอสเฟต และให้ความร้อน สามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสได้ดีและไม่มีรอยแตกที่พื้นผิว ส่วนคาร์บอนคอมโพสิตที่ถูกเคลือบด้วย Mg-doped Al_2TiO_5 Sol-Gel ไม่สามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันได้ [4]

Bahlawane (2001) ได้ปรับปรุงสมบัติการต้านทานการเกิดออกซิเดชันของแกรไฟต์ด้วยกระบวนการโซล-เจล เดฟโพซิทีง ด้วย อัลฟาอลูมิเนียมไดรอกไซด์ วิธีเตรียมวัสดุแอนไฮดไรด์อลูมิเนียมไดรอกไซด์ คือ นำอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ไปละลายในกรดอะซิติก จะได้กลอลอยด์ของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ไปผสมกับสารละลาย Diethylene glycol monoethyl

ภายใน 30 นาที แอนไฮดรอกไซด์อลูมิเนียมไดรอกไซด์ ที่ได้จะใสและคงตัว มีการเปลี่ยนรูปผลึกเป็น γ - Al_2O_3 ก่อนและเปลี่ยนเป็น α - Al_2O_3 ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส ผลที่ได้จากกระบวนการเคลือบผิววิธีนี้คือ ผิวของชิ้นแกรไฟต์ที่นำมาทดสอบไม่มีรอยแตก และเรียบ สามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันได้ดี [5]

Lu และคณะ (2002) ได้ทำการปิดผิวรูพรุนของคาร์บอน โดยใช้วิธี จุ่มลงในกรดฟอสเฟต เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชัน โดยนำ โพลีคริสตอลไลน์แกรไฟต์ และ คาร์บอนไฟเบอร์ไปจุ่มลงในสารละลาย กรดฟอสฟอริกและอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แล้วนำไปอบให้แห้งในอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปเผาในเตาอบที่บรรจุแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และได้ศึกษาเปรียบเทียบถึงความแตกต่างในการอบโอโซน ที่ 175 องศาเซลเซียส เพื่อเปิดผิวรูพรุน พบว่า น้ำหนักของแกรไฟต์และคาร์บอนไฟเบอร์เพิ่มขึ้น โดยเปรียบเทียบกับน้ำหนักของแกรไฟต์และคาร์บอนไฟเบอร์ก่อนทำการทดลอง ในการอบโอโซนมีผลทำให้การเพิ่มขึ้นของน้ำหนักของแกรไฟต์เพิ่มมากกว่าคาร์บอนไฟเบอร์และลักษณะของผิวจะเรียบกว่า ในขณะที่ตัวอย่างที่ไม่ได้ทำการอบโอโซนจะมีผลทำให้การเพิ่มขึ้นของน้ำหนักของแกรไฟต์เพิ่มน้อยกว่าคาร์บอนไฟเบอร์ และในการวิเคราะห์ด้วย TGA พบว่า การสูญเสีย น้ำหนักในอุณหภูมิสูง ของชิ้นทดสอบที่ทำการอบโอโซนและปิดผิวรูพรุน สูญเสียน้อยกว่า ที่ไม่ได้ทำการอบโอโซนและปิดผิวรูพรุน จากงานวิจัยนี้ ทำให้ทราบได้ว่าการปิดผิวรูพรุนของคาร์บอน โดยใช้วิธี จุ่มลงในกรดฟอสเฟตเพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชันนั้น สามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันได้ และสามารถนำมาขยายผลในการศึกษาสมบัติด้านอื่นๆ ต่อไปได้ [6]

Chung (2003) ได้ศึกษาเรื่องกรดอลูมิเนียมฟอสเฟตสำหรับการเคลือบผิวและการจับยึดอนุภาคของวัสดุ โดยกรดอลูมิเนียมฟอสเฟตที่ศึกษาประกอบไปด้วย กรดฟอสฟอริก กับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนผสมระหว่างกรดฟอสฟอริกกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 23 ให้ผลดีขึ้นสำหรับการจับยึดอนุภาคของวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นเส้นใยและวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นอนุภาค โดยทดลองกับคาร์บอนไฟเบอร์ จุ่มที่ความดัน 1 บาร์ ทำให้แห้งที่ 200 องศาเซลเซียส และเผาที่ 800 องศาเซลเซียสในแก๊สอาร์กอน ผลที่ได้คือ คาร์บอนไฟเบอร์ มีรูพรุนลดลง 40-50 เปอร์เซ็นต์ และทดลองในแกรไฟต์แบบอนุภาค ให้ผลดีสำหรับการป้องกันการเกิดออกซิเดชันในวัสดุแกรไฟต์ แต่วัสดุแกรไฟต์ต้องได้รับการอบโอโซนก่อนการเคลือบผิว การที่ไม่ได้อบโอโซน

ก่อนการเคลือบผิว ทำให้ไม่สามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันได้ จากงานวิจัยนี้ ทำให้ทราบถึงคุณลักษณะของกรดอลูมิเนียมฟอสเฟต ที่จะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และส่งผลต่อการปิดผิวรูพรุนของแกรไฟต์เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชันนั้น [7]

Etter และคณะ (2003) ศึกษา สมบัติทางกายภาพของแกรไฟต์/อลูมิเนียมคอมโพสิตโดยวิธีซึมผ่านแก๊สความดัน โดยนำชิ้นทดสอบแกรไฟต์ที่มีรูพรุน 10 และ 13 เปอร์เซ็นต์ ไปผ่านกระบวนการซึมผ่านแก๊ส โดยแก๊สที่ใช้คือ แก๊สอลูมิเนียมที่มีความบริสุทธิ์ 99.85 และ แก๊สอลูมิเนียมซิลิกอนแมกนีเซียมอัลลอยด์ ไปทดสอบหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนจากเครื่องทดสอบ Dilatometer ที่อุณหภูมิระหว่าง 25 กับ 300 องศาเซลเซียส อัตราการเย็นตัว 2.5 องศาเซลเซียสต่อนาที ค่าสัมประสิทธิ์การนำไฟฟ้า ค่าความแข็งแรงแรงยึดหยุ่น และทดสอบวงรอบการให้ความร้อน ที่อุณหภูมิระหว่าง 60 กับ 300 องศาเซลเซียสเป็นจำนวน 1,020 รอบเพื่อพิสูจน์ความเสียหายจากความร้อน พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนต่ำลง, ค่าสัมประสิทธิ์การนำไฟฟ้าสูงขึ้น ($0.34 - 0.51 \text{ m} / \Omega \text{ mm}^2$) การทำวงรอบการให้ความร้อนไม่มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์การนำไฟฟ้า และค่าความแข็งแรงแรงยึดหยุ่นสูงขึ้น [8]

2.5 การวิเคราะห์พื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (Optical Light Microscope)

กล้องจุลทรรศน์ (Microscope)

กล้องจุลทรรศน์คือเครื่องมือที่ขยายภาพ สิ่งที่มีขนาดเล็กที่ไม่สามารถเห็นด้วยตาเปล่าได้ ทำให้เห็นรายละเอียดมากขึ้นกว่าที่ตาเปล่าจะมองเห็นได้ กล้องจุลทรรศน์แบ่งเป็น Simple (One lens) เป็นชนิดง่ายที่สุด ใช้เลนส์ 1 อัน คือแว่นขยาย และ Compound (Multiple lenses) ใช้เลนส์หลายอันเป็นเครื่องมือที่ใช้ขยายวัตถุที่มีขนาดเล็ก เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างภายในให้ละเอียดมากยิ่งขึ้น กล้องจุลทรรศน์มีความสามารถขยายได้มากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสิ่งต่อไปนี้

- Resolution (Resolving power) คือความสามารถของเลนส์ของกล้องจุลทรรศน์ในการแยกจุดสองจุด ซึ่งอยู่ใกล้กันที่สุดให้เห็นแยกออกเป็นสองจุด เรียกความสามารถนี้ว่า Two points of discrimination ของคนมีค่า 0.2 มิลลิเมตร ซึ่ง คำนวณโดยระยะของ photoreceptor cells ใน retina

Resolution ขึ้นอยู่กับ

- ระบบของแสง
- ความยาวของคลื่นแสงที่ผ่านเลนส์
- Numerical aperture (NA) ของเลนส์ที่อยู่ใกล้วัตถุ

นอกจากนี้ยังมีตัวแปรอื่นอีก เช่น ความหนาของชั้นทดสอบ และความเข้มของการย้อมสี การหาค่าความสามารถของเลนส์ของกล้องแสดงดังสมการ (2.3)

$$\text{Limit of Resolution} = \frac{0.61\lambda}{NA} \quad (2.3)$$

เมื่อ λ = ความยาวของคลื่นแสงที่ผ่านเลนส์
 NA = numerical aperture

• Numerical aperture (NA) คือความสามารถของเลนส์ที่อยู่ใกล้วัตถุที่มีประสิทธิภาพในการเก็บรวบรวมแสงที่หักเหจากภายในวัตถุได้ละเอียด ดังสูตร (2.4)

$$NA = n \sin \alpha \quad (2.4)$$

เมื่อ n = refractive index ของ medium
 $\sin \alpha$ = sin ของ semi-angle ของ aperture

Limit of resolution ให้ค่าเป็นตัวเลขและมีค่าเป็นส่วนกลับกับ resolving power เช่น เมื่อกล้องจุลทรรศน์มี resolving power ดี ค่าตัวเลขของ limit of resolution จะต้องต่ำคือ limit of resolution ยิ่งมีค่าน้อยก็จะยิ่งทำให้เห็นภาพชัดเจนขึ้น

กล้องจุลทรรศน์โดยทั่วไป ประกอบด้วย 3 ระบบ คือ

• Illuminating system เป็นระบบผลิตลำแสงให้พุ่งตรงไปตกยังผิววัตถุ ประกอบด้วย

- แหล่งผลิตลำแสง ได้แก่ หลอดไฟฟ้าและดวงอาทิตย์ แหล่งผลิตลำอิเล็กตรอน (คือเส้นทังสเตนที่ใช้กำลังไฟฟ้าแรงสูงผ่าน)
- Condenser lens คือ lens ที่ช่วยรวบรวมลำแสงที่กระจายออกจากแหล่งผลิต ให้เป็นลำพุ่งตรงไปตกที่ผิววัตถุ เพื่อให้เกิดความเข้มของแสงมากที่สุด
- Iris Diaphragm เพื่อควบคุมคุณภาพของแสงที่ผ่านทะลุชั้นทดสอบ

- Imaging system คือระบบที่ประกอบด้วยเลนส์ชนิดต่าง ๆ มาประกอบกันเพื่อรวบรวมลำแสงที่ผ่านออกจากผิววัตถุ นั้น เกิดเป็นภาพขยายใหญ่มากขึ้นตามลำดับ ได้แก่

- Objective lens เป็นเลนส์ที่อยู่ใกล้ผิววัตถุ รวบรวมแสงที่ผ่านออกจากผิววัตถุ แล้วให้ภาพขยายขึ้นมีขนาดกลาง

- Projector lens (ocular lens หรือ eyepiece lens) เป็นเลนส์ที่อยู่ใกล้ตา และสามารถขยายภาพขนาดกลาง เพื่อให้ภาพสุดท้ายขยายใหญ่ขึ้น

- Image recording system คือระบบที่บันทึกภาพที่ขยายสุดท้ายที่เกิดขึ้น เพื่อนำมาศึกษาดังนี้

- VDO กล้อง ฟิล์มถ่ายภาพ และ computer software

- Fluorescence screen

- Cathode ray tube

กล้องจุลทรรศน์ แบ่งออกเป็น 2 ชนิด

- กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้แสงอาทิตย์หรือแสงไฟฟ้าเป็นแหล่งกำเนิดลำแสง ได้แก่

- Light (optical หรือ bright field) microscope

Microscope ประกอบด้วย 3 ระบบดังกล่าวข้างต้น แสงไฟฟ้าให้กำเนิดแสงเป็นลำแสงที่มี wavelength ประมาณ 540 nm (เป็นแสงสีเขียวที่ตา sensitive มากที่สุด) ลำแสงนั้นรวบรวมโดย condenser lens ไปตกที่ผิววัตถุซึ่งวางอยู่บน stage ส่วน objective lens รับแสงที่ผ่านออกจากผิววัตถุ ขยายออกเป็นภาพส่งต่อไปที่ ocular lens เพื่อขยายภาพสุดท้ายขนาดใหญ่ไปตกบนจอ หรือ retina ของตาคนดูกล้อง ดังนั้นกำลังขยายของผิววัตถุ ได้มาจากผลคูณของความสามารถของกำลังขยายของ objective lens และ ocular lens (eyepiece) โดยทั่วไป limit of resolution ของกล้องชนิดนี้ประมาณ 0.2 μm . และมีกำลังขยายประมาณ 2,000 เท่า, resolving power ของกล้องส่วนใหญ่ขึ้นกับคุณภาพของ objective lens ส่วน ocular lens ไม่สามารถเพิ่ม resolution ได้ เป็นแต่เพียงขยายภาพที่เกิดขึ้นจาก objective lens เท่านั้น.



ภาพ 2.14 กล้อง Light microscope เชื่อมต่อด้วย USB [14]

ตัวอย่างที่ต้องการศึกษาด้วย Light microscope ควรมีความบางพอที่จะให้ลำแสงผ่านทะลุได้ แสงบางส่วนถูกดูดซับโดยองค์ประกอบที่แตกต่างกันของตัวอย่าง ผลของความแตกต่างของการดูดซับแสงทำให้เกิด contrast ขึ้น เป็นผลให้เห็นลักษณะโครงสร้างของตัวอย่างนั้น

■ Polarizing microscope

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ศึกษา Biological materials โดยคำนึงถึงความแตกต่างของ Refractive index ที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่างว่ามีทิศทางเรียงตัวเป็นระเบียบกับแนวแกนยาวของกล้องหรือไม่ ถ้าองค์ประกอบของตัวอย่างสามารถเบี่ยงเบนทิศทางของ Linear polarized light ให้เป็น Elliptical polarized light และ analyzer จับภาพได้ แสดงว่าตัวนั้นเป็นชนิด anisotropic แต่ในทางตรงข้ามแสดงว่าตัวนั้นเป็น isotropic

■ Phase contrast microscope

กล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้ ใช้ศึกษา cells และเนื้อเยื่อที่มีชีวิต เช่น cells ใน tissue culture พวก unstained biologic specimen ซึ่งมักจะใสและยากที่จะศึกษารายละเอียดได้เพราะทุกส่วนของ specimen จะมี optical density เกือบเป็นอันเดียวกัน กล้อง phase contrast จะใช้ lens system สร้างภาพที่เห็นจาก transparent objects ได้ หลักการของกล้อง phase contrast คือให้แสงเปลี่ยน speed และ direction เมื่อส่องผ่าน cellular และ extracellular structure ด้วยความแตกต่างของ refractive index จากการเปลี่ยนแปลงนี้เป็นสาเหตุให้ structure ปรากฏ lighter หรือ darker กว่าข้างเคียง นอกจากนี้ Differential interference (Nomarski) optics ยังทำให้เกิดเป็นภาพสามมิติของ living cell หรือ tissue ได้.

■ Dark field microscope (ultra-microscope)

อาศัยลำแสงกระจายผ่านผิววัตถุ ที่มีความแตกต่างของ refractive index กล้องชนิดนี้มี dark field condenser ชนิดที่ทำให้ลำแสงผ่านเฉียงไปยังวัตถุ ลำแสงนั้นไม่ผ่านตรงเข้า objective lens ดังนั้นวัตถุเห็นสว่าง เนื่องจากการกระจายของแสงท่ามกลางพื้นล้อมสีดำ กล้องชนิดนี้ใช้ศึกษาแบคทีเรียที่กำลังเคลื่อนไหวในสิ่งแวดล้อมที่เป็นของเหลว (ได้ดีกว่ากล้องจุลทรรศน์ธรรมดาแต่ไม่สามารถบอกลักษณะโครงสร้างภายในของวัตถุนั้นได้) นอกจากนั้นยังใช้ศึกษา autoradiograph ทางคลินิกมีประโยชน์ในการทำ crystal ใน urine เช่น uric acid และ oxalate crystal นอกจากนี้ยังใช้ในการ demonstrate spirochete

■ Fluorescence microscope

กล้องชนิดนี้ภาพที่เห็นเป็นผลเนื่องจากลำแสงธรรมดากระตุ้นผิววัตถุ ที่เรืองแสงให้ปล่อย Ultra-violet light ออกมา สิ่งที่เรืองแสงซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ด้วยกล้องชนิดนี้มี 2 ชนิด

- Natural fluorescence (auto fluorescence) เป็นสารที่เรืองแสงเองได้ เช่น vitamin A, thiamine, riboflavin, some neurotransmitters และส่วนประกอบของเซลล์บางชนิด เช่น mitochondria, lipofuscin.
- Secondary fluorescence เป็นสารที่เรืองแสงเองไม่ได้ แต่ถูกเคลือบหรือย้อมด้วยสีเรืองแสง เรียก fluorochromes เช่นการศึกษา antigens หรือ antibodies ใน immunological staining.

■ Confocal microscope

กล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้ใช้ Lasers และ computer ในการสร้างภาพสามมิติ living cells และ tissue slides.

- กล้องจุลทรรศน์ที่แหล่งกำเนิดให้เป็นลำอิเล็กตรอน เป็นเครื่องช่วยตาที่มี resolving power ดีมาก เพราะมีค่า limit of resolution ต่ำ คือประมาณ 2-10 Å (เฉลี่ยประมาณ 30 Å) ทั้งนี้เพราะความยาวคลื่นอิเล็กตรอน สั้นกว่าคลื่นของลำแสง

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมี 2 ชนิด

- TEM (Transmission electron microscope) มีกำลังขยายมากกว่า 6 แสนเท่า ภาพที่เห็นเป็นภาพ 2 มิติ, ใช้ศึกษารายละเอียดของ structure ต่างๆ

ใช้ accelerating voltage ประมาณ 60-100 kilo-voltages ผ่าน tungsten filament ซึ่งเป็น cathode ผลทำให้กำเนิดลำอิเล็กตรอนผ่านในลำกล้องที่ภายในเป็นสุญญากาศ มีสนาม electromagnetic ทำหน้าที่เป็นระบบเลนส์ชนิดต่าง ๆ electromagnetic lens ประกอบด้วยแท่งเหล็ก

อ่อนที่พันด้วยขดลวดและปล่อยให้กระแสไฟฟ้าผ่าน กลายเป็น magnetic coil ทำหน้าที่เป็น condenser lens โดยรวบรวมลำอิเล็กตรอนไปตกหรือโฟกัสบนเนื้อเยื่อ เมื่อลำอิเล็กตรอนผ่านทะลุผิววัสดุ ส่งผ่านไปที่ magnetic coil อีกอันที่ทำหน้าที่เป็น objective lens แล้วให้ภาพขยายขึ้น ภาพนี้ต่อมาขยายใหญ่มากขึ้น โดย projector (intermediate) lens ซึ่งอาจมีมากกว่า 1 อัน ลำอิเล็กตรอน ถูกเปลี่ยนเป็นภาพให้เห็นได้ต้องใช้จอเรืองแสง ต่อจากนั้นอาจบันทึกลงในแผ่นฟิล์ม และอัดขยายภาพมาศึกษาอีกทีหนึ่ง ภาพที่เห็นเป็นภาพสองมิติ

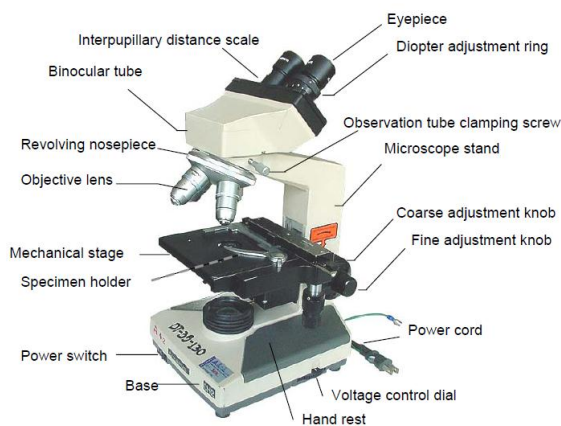
กลไกการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาแตกต่างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ในกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาภาพที่เห็นขึ้นอยู่กับ degree การดูดซึมซับลำแสงในบริเวณองค์ประกอบ ที่แตกต่างของผิววัสดุ หรือวัตถุนั้น ส่วนภาพที่เกิดจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนั้นส่วนใหญ่เกิด จากความสามารถในการกระจายของอนุภาคอิเล็กตรอน คือเมื่ออิเล็กตรอนกระทบกับอนุภาคเล็ก ๆ ภายในวัสดุ อาจกระจายหายไปหรือมีบางส่วนที่เหลือ สามารถผ่านทะลุช่องกรอง ของ objective lens ได้บ้าง ภาพที่เห็นบนจอเรืองแสงเป็นผลของการรับ อิเล็กตรอน มากหรือน้อยที่หลงเหลือผ่าน aperture ดังนั้น ความเข้มของภาพ บริเวณสีดำ เทา ขาว บนจอจึงขึ้นอยู่กับความหนาแน่นและชนิด ของโมเลกุลที่องค์ประกอบอยู่ภายในวัสดุ นั้นๆ ปกติองค์ประกอบของ C H O และ N ถ้ามี atomic number สูง ร่วมเช่น heavy metals ของพวก Osmium Uranium และตะกั่ว เป็นต้น พวกนี้เมื่ออิเล็กตรอนกระทบจะกระจายหายไป ไม่ผ่าน aperture บริเวณนั้นไม่มี อิเล็กตรอนกระทบกับจอเรืองแสง ทำให้เกิดสีดำขึ้น ส่วนบริเวณที่มี atomic number ต่ำ ๆ พวก C H O และ N อิเล็กตรอนผ่านทะลุ ได้มากหรือน้อยต่างกัน และผ่านทะลุ aperture ทำให้เกิดภาพบนจอเรืองแสงสีเทาปนสีขาวต่างกัน ออกไป

■ SEM (Scanning electron microscope) ใช้ศึกษาผิวของวัสดุ ภาพที่เห็น เป็นสามมิติ

กำลังขยายของกล้องชนิดนี้ไม่มากเท่า TEM คือ ได้มากที่สุด 20,000 เท่า เป็นเครื่องช่วย ตา ที่มีค่าของ resolution ประมาณ 10 nm โดยเหตุที่ลำอิเล็กตรอน เมื่อกระทบกับผิววัสดุ จะหักเห ออก (ไม่ผ่านทะลุผิววัสดุเหมือน TEM) ดังนั้นวัสดุที่ต้องการศึกษาต้องนำมา fix และทำให้แห้งน้ำ จากนั้นเคลือบด้วยชั้นบางของ heavy metal เช่น ทองหรือ carbon แล้วนำวัสดุที่มีสิ่งเคลือบผิวไป ศึกษา เมื่อลำอิเล็กตรอนแรก กระทบชั้นของ heavy metal ที่เคลือบผิววัสดุ หักเหให้ “secondary electrons” ออกมา ซึ่งสามารถผ่านเครื่องจับ เปลี่ยนให้เห็นเป็นภาพสามมิติบนจอ จากนั้นบันทึกลง photographic film เพื่อศึกษาต่อไป จำนวนอิเล็กตรอนที่หักเหออกจากพื้นผิววัสดุ ภาพที่ได้นั้นมี ส่วนสว่างที่สุด ส่วนเงามืดให้เป็นความลึก

ส่วนประกอบต่างๆ ของ Bright field microscope มีส่วนที่จำเป็นคือ

- Light source สำหรับส่องให้ชั้นทดสอบสว่างขึ้น เช่น substrate lamp ซึ่งอาจจะเป็นหลอด tungsten lamp หรือ halogen lamp
- Condenser lens เพื่อ focus beam ของแสงให้ไปที่ระดับของชั้นทดสอบเพื่อเกิดความเข้มของแสงมากที่สุด
- Stage เป็นที่ที่วางชั้นทดสอบ
- Objective lens คือ lens ส่วนที่อยู่ใกล้วัตถุ เพื่อรวบรวมแสงที่ผ่านชั้นทดสอบมา
- Ocular lens คือ lens ที่อยู่ใกล้ตาที่มอง (อาจจะเป็น ocular lenses คู่หนึ่งถ้าเป็นกล้อง binocular microscopes) เมื่อภาพถูก form ขึ้นโดย objective lens แล้ว จะทำหน้าที่ขยายภาพ และเมื่อผ่าน ocular lens จะทำหน้าที่ทำให้ภาพสุดท้ายขยายใหญ่ขึ้น ส่วนต่าง ๆ ของกล้องจะดูได้จากภาพดังภาพ 2.15



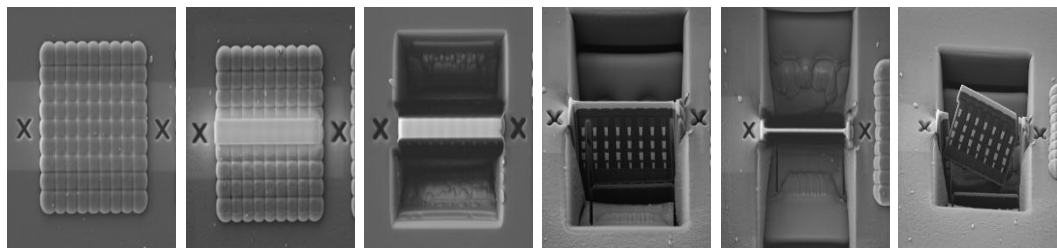
ภาพ 2.15 ส่วนประกอบต่างๆ ของ Bright field microscope [15]

2.6 การวิเคราะห์พื้นผิวกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope (SEM)) ด้วย Focused Ion Beam (FIB)



ภาพ 2.16 เครื่อง Focused Ion Beam (FIB) มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

เครื่อง Focused Ion Beam (FIB) สามารถมองเห็นภาพและตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างวัสดุที่มีขนาดเล็กในระดับไมโคร-นาโนด้วยระบบ Scanning Electron Microscope (SEM) และสามารถตัดเจาะ ไซซ์ชิ้นงานเครื่อง FIB เปรียบเสมือนเลื่อย เครื่องเจาะ เครื่องไสในโรงงานกล สามารถเชื่อมด้วย Gas Injection System (GIS) และวัดขนาดด้วยซอฟต์แวร์ของเครื่องเปรียบเสมือนมีตลับเมตรอยู่ในตัว แล้วยังสามารถคือ มีแท่นสำหรับวางชิ้นงานที่สามารถควบคุมอุณหภูมิความชื้นและสามารถตรวจสอบคุณสมบัติของวัสดุสามารถปรับหมุนชิ้นงานได้เป็น 3 มิติในมุมต่าง ๆ ที่ต้องการได้ ซึ่งจะทำงานร่วมกับระบบสุญญากาศในระดับความดันต่างๆ สามารถบันทึกภาพการเปลี่ยนแปลงของวัสดุแบบภาพจริงได้ เครื่อง FIB จึงเปรียบได้กับโรงงานกลในระดับไมโครเมตร-นาโนเมตรที่มีศักยภาพที่สูงอีกเครื่องหนึ่งในวงการวิทยาศาสตร์ในปัจจุบันซึ่งเป็นที่น่าสนใจของบริษัทต่างๆ ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และอื่นๆ



ภาพ 2.17 ขั้นตอนการตัด เจาะ เตรียมชิ้นงานภายในเครื่อง FIB [16]

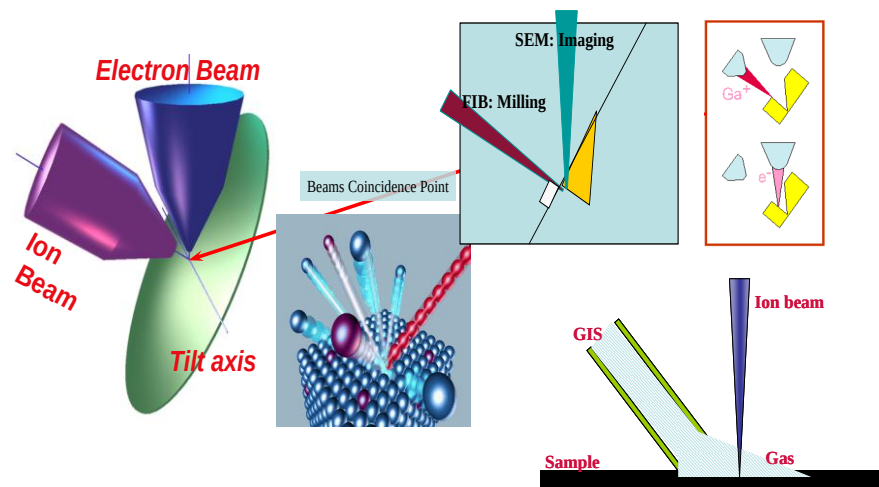
เครื่อง FIB มีส่วนประกอบที่สำคัญ คือ

- SEM (E-Beam) ใช้ Electron Beam จากขดลวด Tungsten ในการตรวจดูภาพและถ่ายภาพต่างๆ มีการทำงานในสองรูปแบบคือ สามารถใช้งานรูปแบบ SEM-High vacuum ที่ระดับความดันประมาณ 9×10^{-5} Pa มีความละเอียดกำลังขยายสูงสุดประมาณ 100,000 เท่า เหมาะสำหรับตัวอย่างทางด้านวัสดุที่แห้ง นำไฟฟ้าได้ดี และรูปแบบ SEM-Low vacuum ที่ระดับความดัน 10-400 Pa ช่วงกำลังขยาย 200-10,000 เท่า สำหรับตรวจวิเคราะห์พื้นผิวชิ้นงานได้ทุกชนิด เช่น ชิ้นงานที่ไม่นำไฟฟ้า ชิ้นงานทางชีววิทยา

- FIB (I-Beam) ใช้ Gallium Ion Source (Ga^+ ion) มีโมเมนต์ที่พลังงาน 30 kV เท่ากับ 3.4×10^{-20} kgm/s เป็นแหล่งแสงสว่างสูงใช้ในการตรวจดูภาพและเตรียมชิ้นงาน ได้แก่ ตัด เจาะ เชื่อม ทำเป็นลวดลายต่างๆทั้งพื้นผิวและภาพตัดขวางที่มีขนาดเล็กประมาณช่วง 30 นาโนเมตร – 100 ไมโครเมตร ได้แก่ ชิ้นงานที่แห้ง ทั้งนำไฟฟ้าและไม่นำไฟฟ้า

- GIS ใช้แก๊ส ได้แก่ Platinum และ Tungsten อยู่ในรูปของสารประกอบ $((\text{CH}_3)_3\text{Pt}(\text{CpCH}_3))$ และ $\text{W}(\text{CO})_6$ ตามลำดับ สำหรับการ Deposition โดยอาศัย Gallium Ion Beam ให้พลังงาน เช่น ใช้ในการกระบวนการเชื่อม พอก และประดิษฐ์ชิ้นรูปต่างๆได้ ดังแสดงในภาพ

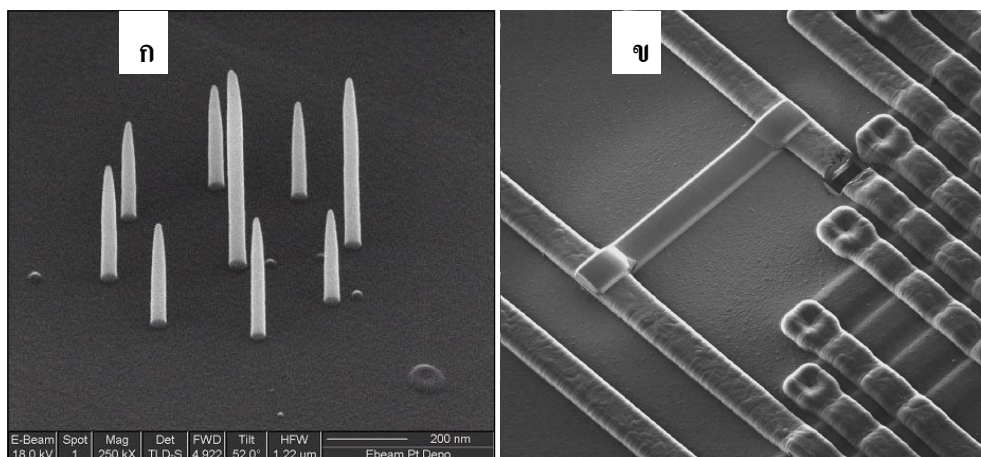
2.18



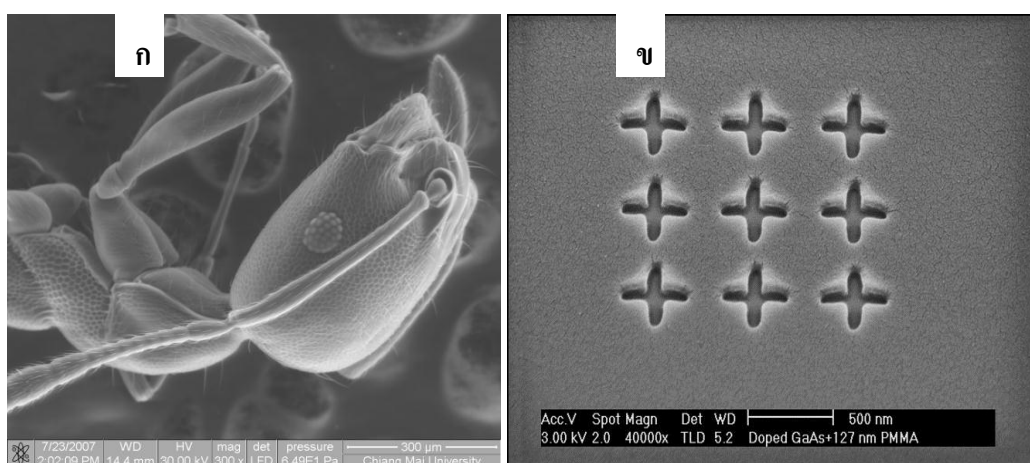
ภาพ 2.18 Electron Beam, Ion Beam และ Gas injection system (GIS) กับ Gallium Ion Beam [16]

- EDS ใช้ในการตรวจวิเคราะห์ธาตุและสารประกอบ ร่วมกับ SEM ของเครื่อง
- Omiprobe เป็นเข็มใช้สำหรับจับชิ้นงานจากที่หนึ่งไปเชื่อมติดกับอีกที่หนึ่ง โดยการบังคับทิศทางและระยะด้วยปั๊มควบคุมและโปรแกรม และสังเกตด้วย E-Beam และ I-Beam เชื่อมติดและตัดที่ปลายเข็มของ Omiprobe ขนาด 1 ไมโครเมตร
- Sub - stage เป็นแท่นสำหรับวางชิ้นงานสามารถหมุนและทำมุมเอียงต่างๆ เพื่อให้เห็นภาพชิ้นงานได้ 3 มิติ รอบด้าน

ลักษณะการประยุกต์ใช้งานได้แก่ ด้านการตรวจวิเคราะห์ชิ้นงาน ทั้งพื้นผิว และลักษณะภาพตัดขวางในระดับไมโครเมตรถึงนาโนเมตร ใช้งานด้านงานวิจัยสำหรับการประดิษฐ์ชิ้นงานลักษณะต่างๆ เพื่อการประยุกต์ใช้งาน เช่น ขั้วอิเล็กทรอนิกส์ ลักษณะเข็มหรือเส้น และทำเป็นลวดลายต่างๆ ในระดับไมโครเมตรถึงนาโนเมตรได้ เป็นต้น



ภาพ 2.19 ภาพตัวอย่างจาก เครื่อง FIB (ก) รูปการประดิษฐ์ขึ้นจากการทำ Deposit (ข) จากการเชื่อม [16]



ภาพ 2.20 ภาพตัวอย่างจาก เครื่อง FIB (ก) รูปการตรวจวิเคราะห์ชิ้นงานในระดับไมโครเมตรสำหรับทางชีววิทยา, (ข) รูปผลผลิตต่างๆ ที่เกิดจาก Ion Beam [16]

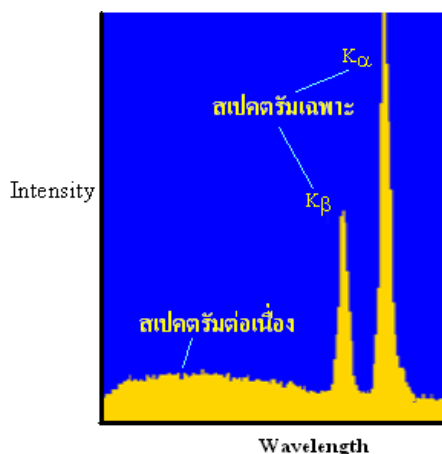
2.7 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer (XRD))

ในการวิเคราะห์ การวิเคราะห์สมบัติทางแร่ และทางเคมี เทคนิคที่นิยมใช้คือ X-Ray ซึ่งมีหลักการดังนี้

หลักการทั่วไปและการเกิดสเปกตรัมรังสีเอกซ์

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ เกิดจากการสลายตัวของนิวเคลียสของธาตุกัมมันตรังสี และที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงซึ่งวิ่งชนอะตอมจะทำให้เกิดอันตรกิริยา ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรต่างๆ ของอะตอมมีพลังงานสูงขึ้นและอยู่ในสภาวะที่ไม่เสถียรดังนั้นอิเล็กตรอนดังกล่าวจึงจำเป็นต้องลดระดับพลังงานให้อยู่ในสภาวะปกติโดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงมวลของอะตอม โดยการคายพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า หรือโฟตอน และเรียกคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านั้นว่า รังสีเอกซ์

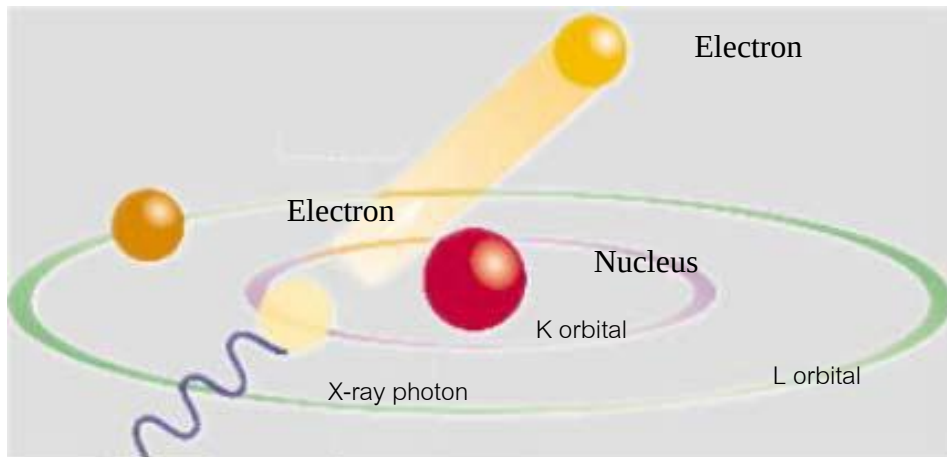
สเปกตรัมของรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์แบ่งเป็น 2 ชนิด ตามลักษณะของการปลดปล่อยพลังงาน แสดงดังภาพ 2.21



ภาพ 2.21 สเปกตรัมเฉพาะและสเปกตรัมต่อเนื่อง [18]

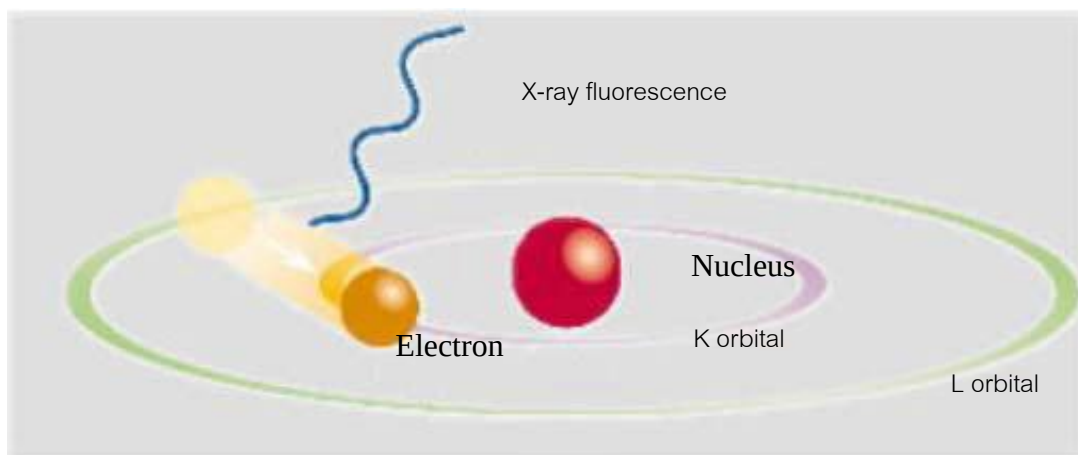
สเปกตรัมเฉพาะ เป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเดียว เกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอน ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่น ๆ หรือโฟตอนพลังงานสูง เคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ L แล้วถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในที่ได้รับพลังงานเพิ่มขึ้นสูงกว่า

พลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นวงโคจร จะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากวงโคจร และเกิดที่ว่างขึ้นในชั้นวงโคจรนั้น แสดงดังภาพ 2.22



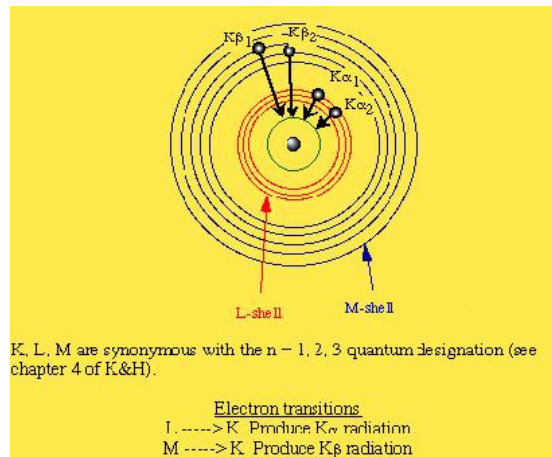
ภาพ 2.22 อิเล็กตรอนหลุดออกจากวงโคจร ชั้น K orbital [18]

อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับระดับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นใน ด้วยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ แล้วเข้ามาแทนที่ช่องว่างของวงโคจรชั้นใน แสดงดังภาพ 2.23



ภาพ 2.23 อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรถัดจาก K orbital จะเข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนในวงโคจร K orbital [18]

โดยโอกาสที่อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับระดับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นใน เกิดได้ดังภาพ 2.24



ภาพ 2.24 อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรถัดจาก K orbital จะเคลื่อนที่เข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนในวงโคจร K orbital [18]

โดยการที่ อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรถัดไปลดระดับพลังงานลงมายังวงโคจร K orbital จะมีการคายพลังงานส่วนเกินออกมา ซึ่งมีค่าเท่ากับความต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นวงโคจรของอิเล็กตรอน และชนิดของธาตุนั้น ๆ จึงมีพลังงานเฉพาะค่า ดังนั้น จึงเรียกว่า รังสีเอ็กซ์ เฉพาะถ้าอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่มีพลังงาน E_I พุ่งชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้น K ซึ่งมีพลังงานยึดเหนี่ยว E_K อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะมีพลังงานเท่ากับ E_S โดย

$$E_S = E_I - E_K \quad (2.5)$$

ถ้าอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้น L ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ E_L ลดระดับพลังงานลงมาแทนที่ในวงโคจรชั้น K พลังงานของรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว E_X จะมีค่าเป็น

$$E_X = E_L - E_K \quad (2.6)$$

วงโคจรอิเล็กตรอนของอะตอมในแต่ละชั้นยังมีวงโคจรย่อยเรียกว่า ชั้นย่อยและการที่อิเล็กตรอนในวงโคจรถัดออกไปจากชั้นใดลดระดับพลังงานเข้ามาแทนที่นั้น มีกระบวนการที่

ซับซ้อนสามารถอธิบายได้โดยกฎทางกลศาสตร์ควอนตัม รังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกไปยังชั้น K L และ M มีชื่อเรียกเฉพาะ ดังนี้

จากชั้น L มายังชั้น K ($L \rightarrow K$) เรียกว่า รังสีเอ็กซ์ K_α (K_α X-Ray)

จากชั้น M มายังชั้น K ($M \rightarrow K$) เรียกว่า รังสีเอ็กซ์ K_β (K_β X-Ray)

จากชั้น M มายังชั้น L ($M \rightarrow L$) เรียกว่า รังสีเอ็กซ์ L_α (L_α X-Ray)

จากชั้น N มายังชั้น M ($N \rightarrow M$) เรียกว่า รังสีเอ็กซ์ M_α (M_α X-Ray)

สเปกตรัมต่อเนื่อง มีลักษณะเป็นรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุดถึงค่าสูงสุด บางครั้งเรียกว่า Polychromatic หรือ white X-ray ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง เกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่สนามकुलอมป์ บริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตย์บริเวณดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมา เรียกว่า เบรมสตราลุง หรือเบรกกิ้งเรดิเอชัน ก่อนที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับสนามไฟฟ้าบริเวณใกล้เคียงนิวเคลียสที่เกิดจากประจุของอะตอม อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานบางส่วน อันเนื่องจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ดังนั้น พลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้น จึงมีค่ากระจายต่อเนื่องจากพลังงานต่ำสุดถึงสูงสุดของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ การปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาที่ความยาวคลื่นใด ขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่คายออกมา ซึ่งความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดที่เกิดจากการที่อิเล็กตรอนคายพลังงานที่ได้รับมาทั้งหมดจากแหล่งกำเนิดโดยไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าหมายที่ใช้ หาได้จากสมการ

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{E} \quad (2.7)$$

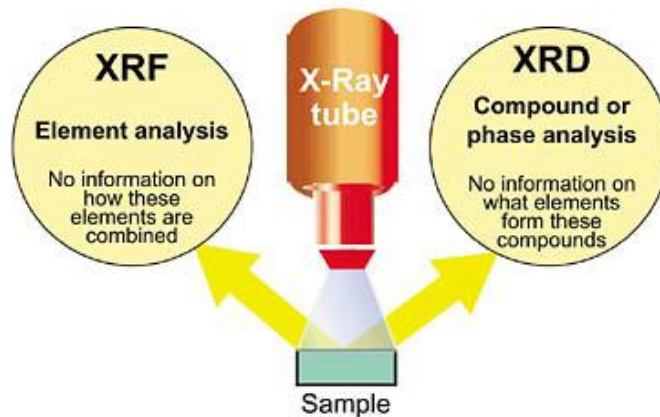
เมื่อ λ_{min} คือ ความยาวคลื่นที่สั้นที่สุด

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์

c คือ ความเร็วของแสงในสุญญากาศ

E คือ พลังงานจากกระแสไฟฟ้าที่ใส่เข้าไป

ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ จะใช้สเปกตรัมเฉพาะในการศึกษา ซึ่งเทคนิคการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยรังสีเอ็กซ์ แสดงดังภาพ 2.25 แบ่งเป็น 2 แบบคือ XRD และ XRF

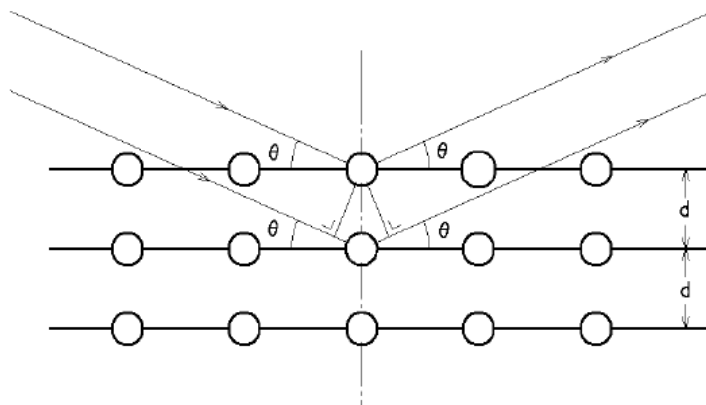


ภาพ 2.25 เทคนิคการวิเคราะห์วัสดุด้วยรังสีเอ็กซ์ [19]

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction (XRD))

X-ray Diffraction เป็นวิธีการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลาย เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอม ในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ และองค์ประกอบทางแร่ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ และความรู้เกี่ยวกับระบบโครงสร้างผลึก และอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง

หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอ็กซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอ็กซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือก็ผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม



ภาพ 2.26 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [20]

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กัน ลำรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน การเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

- รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน

- ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

เมื่อปี ค.ศ.1912 แบริก (W.L. Bragg) ได้ยังลำรังสีเอ็กซ์แคบๆ กระทำพิหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิง เมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอม O P และ R ถ้า

$$AP + PC = n\lambda \quad (2.8)$$

เมื่อ n คือ ตัวเลขจำนวนเต็ม

รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในเฟสที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอ็กซ์ จะเห็นว่า

$$AP = PC = d \sin \theta \quad (2.9)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก

ดังนั้น เมื่อคลื่นแสงเกิดการสอดแทรกแบบเสริม จากสมการ (2.7) และ (2.8) ที่มุม θ จะได้ว่า

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.10)$$

รังสีเอ็กซ์จะเกิดการสะท้อนจากผลึกได้ ถ้ามุมตกกระทบ ($\sin \theta$) ตามสมการ ส่วนมุมอื่นๆ จะเกิดการสอดแทรกแบบหักล้าง

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d} \quad (2.11)$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นของแสง (wave length)

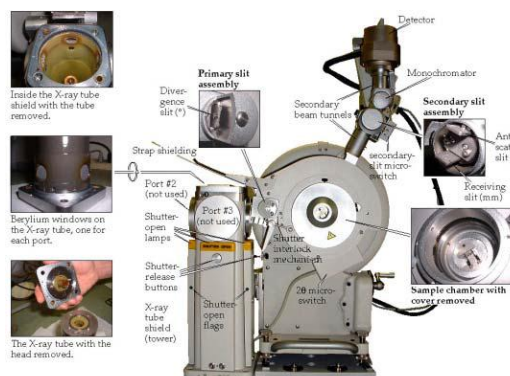
โดยทั่วไป ผลึกของวัสดุต่างๆ ในธรรมชาติมีโครงสร้างที่แน่นอน ถ้ามองลึกเข้าไปถึงระดับอะตอม ผลึกประกอบด้วยอะตอมและกลุ่มอะตอมที่จัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ มีมุมและระยะห่างระหว่างอะตอมที่แน่นอนและซ้ำกันในทุกทิศทาง ในการศึกษาโครงสร้างผลึกจะศึกษารูปแบบของโครงตาข่าย ที่มีรูปทรงทางเรขาคณิตที่แน่นอน ซึ่งต้องอาศัยหลักความสมมาตรกัน โครงตาข่ายของผลึกแบ่งออกเป็น 7 ระบบ มีลักษณะการจัดเรียงอะตอมในโครงสร้างได้ 14 แบบ ได้แก่

- ระบบไครคลินิก มีรูปแบบโครงร่างตาข่ายเพียงแบบเดียว ขนาดความยาวของแกนและมุมทั้ง 3 ไม่เท่ากัน

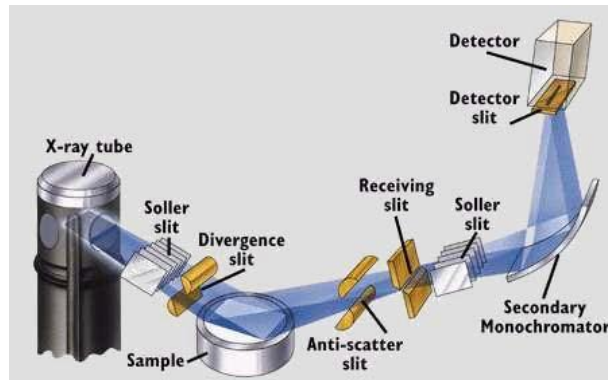
- ระบบโมโนคลินิก มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 2 แบบ
- ระบบออร์โธโรมบิก มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 4 แบบ
- ระบบเตตระโกนอล มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 2 แบบ
- ระบบลูกบาศก์ มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 3 แบบ
- ระบบไตรโกนอล มีรูปแบบโครงร่างตาข่ายเพียงแบบเดียว เรียกว่า Rhombohedral
- ระบบเฮกซะโกนอล มีรูปแบบโครงร่างตาข่ายเพียงแบบเดียว

ในการศึกษาผลึก แบรกก์ได้อธิบายไว้ว่า ผลึกประกอบด้วยโครงตาข่ายที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมในลักษณะที่เป็นกลุ่มของระนาบที่ขนานกัน เมื่อรังสีของคลื่นตกกระทบผลึกที่กลุ่มของระนาบที่ขนานกันภายในผลึก แต่ละระนาบสะท้อนรังสี ตกกระทบบางส่วนออกมาในลักษณะคล้ายกับกระจกเงาแนวรังสีสะท้อนจะพบได้เมื่อรังสีสะท้อนจากกลุ่มระนาบที่ขนานกันแทรกสอดกันแบบเสริม ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น พลังงานรังสีเอ็กซ์ที่สะท้อนออกมาที่ค่าเท่ากับพลังงานรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ

ส่วนประกอบของเครื่องเอ็กซ์เรย์คิฟแฟรกชัน

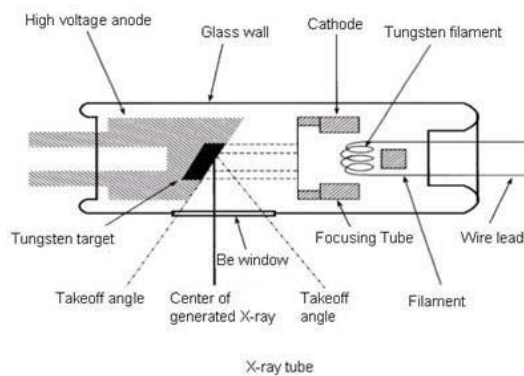


ภาพ 2.27 ส่วนประกอบภายนอกของเครื่อง XRD [21]



ภาพ 2.28 ส่วนประกอบภายในของเครื่อง XRD [22]

จากภาพ 2.28 เครื่อง XRD โดยทั่วไปจะมีส่วนประกอบดังนี้คือ



ภาพ 2.29 หลอดรังสีเอ็กซ์เรย์ [23]

- เอ็กซ์เรย์ เจเนอเรเตอร์ และหลอดรังสีเอ็กซ์เรย์ ทำหน้าที่ ผลิตรังสีเอ็กซ์ แสดงดัง

ภาพ 2.27

- แผ่นกรองเบต้า ทำหน้าที่ กรองรังสี K_{β} ออกจากรังสีเอ็กซ์
- ไดเวอร์เจนซ์สลิต ทำหน้าที่ ควบคุมพื้นที่ที่แสงตกกระทบตัวอย่าง และปรับ

ความสามารถการแยก และความเข้ม ของรังสีให้เหมาะสม

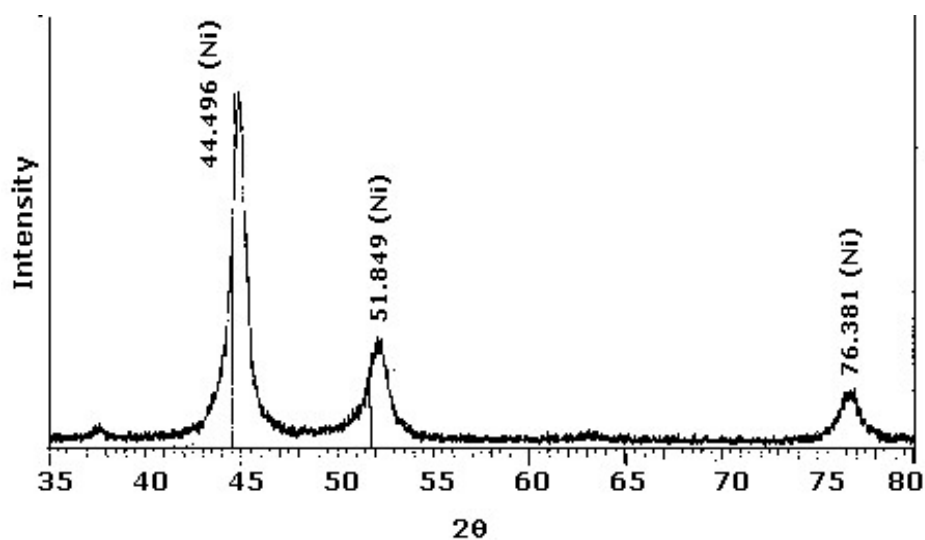
- โซลเลอร์สลิต ทำหน้าที่ ควบคุมความสามารถในการแยกที่มุมต่ำ
- รีซีฟิงสลิต ทำหน้าที่ ปรับความสามารถการแยก และความเข้มของรังสีให้เหมาะสม
- สแคตเตอร์สลิต ทำหน้าที่ ลดพื้นหลัง

- โมโนโครเมเตอร์ ทำหน้าที่ ลดพื้นหลัง และกรอง K_{β}
- หน่วยรับสัญญาณ ทำหน้าที่รับรังสีเอ็กซ์ที่หักเหมา และแปลงสัญญาณไฟฟ้าแล้ว

ส่งต่อไปยังหน่วยประมวลผล

หลักการทำงานของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

หลักการทำงานของเครื่อง X-ray Diffraction เริ่มจากหม้อแปลงกระแสไฟฟ้าแรงสูง ทำหน้าที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังขั้วแคโทดทำให้ไส้ร้อนขึ้น อิเล็กตรอนไปจับกับหนาแน่นบริเวณไส้ ดังนั้น ค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วแคโทดและขั้วแอโนดเพิ่มสูงขึ้น ทำให้อิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนเป้า ที่ขั้วแอโนดมีการปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกมาผ่านทางหน้าต่างที่ทำด้วยเบริลเลียม หลอดรังสีเอ็กซ์ส่วนใหญ่ที่นิยมใช้ Cu ทำเป็นขั้วแอโนด ซึ่งให้ค่าความยาวคลื่น (λ) 1.542 อังสตรอม มีทั้ง K_{α} และ K_{β} ในการวิเคราะห์ต้องใช้รังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว ดังนั้นจึงต้องใช้แผ่นกรองเบต้า เพื่อกำจัด K_{β} ให้เหลือเพียง K_{α} เพียงอย่างเดียวหลังจากนั้น รังสีเอ็กซ์ K_{α} จะถูกบีบให้แคบลงโดย ไดเวอร์เจนสลิต ลำรังสีเอ็กซ์ที่ผ่าน ไดเวอร์เจนสลิต จะตกกระทบลงบนตัวอย่างซึ่งติดไว้กับแกนของโกนิโอมิเตอร์ รังสีที่สะท้อนกลับจากตัวอย่างจะผ่านไปยังรีซีฟิงสลิต และเข้าไปยังหน่วยรับสัญญาณ เพื่อแปลงสัญญาณออกมาในรูปดิฟแฟรกโตแกรม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ และค่าความเข้มของรังสี ดังแสดงในภาพ 2.30 และตัวอย่างเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) แสดงดังภาพ 2.31



ภาพ 2.30 ดิฟแฟรกโตแกรม [24]



ภาพ 2.31 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD)

การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

ปริมาณของสารตัวอย่างแต่ละเฟส สามารถคำนวณได้จากค่าความเข้มของพีคสูงสุดในดิฟแฟรคโตแกรมตัวอย่าง เปรียบเทียบกับพีคตำแหน่งเดียวกันใน ดิฟแฟรคโตแกรมมาตรฐาน โดยหักค่าความเข้มของพื้นหลังออก ดังแสดงในสมการ (2.12)

$$\%sample = \frac{I(sample) - I(background)}{I(standard) - I(background)} \times 100 \quad (2.12)$$

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Diffraction

สารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Diffraction โดยทั่วไปจะอยู่ในรูปของของแข็งเป็นผงละเอียดขนาดเล็กลงกว่า 45 ไมครอน และอัดด้วยแรงกระทำสม่ำเสมอเท่ากันทุกทิศทางบริเวณผิวหน้าของตัวอย่างจะต้องเรียบสม่ำเสมอ ตัวอย่างที่ดีจะต้องมีการจัดเรียงตัวของผลึกอย่างอิสระ

2.8 การวิเคราะห์การรับแรงดัดด้วยเครื่องทดสอบความเค้นดัด (Three point Bending)

สมบัติเชิงกลเป็นพฤติกรรมของวัสดุที่สำคัญอย่างยิ่ง เมื่อแรงนั้นมากระทำ สมบัติเชิงกลซึ่งเป็นพฤติกรรมของวัสดุโดยจะไปมีผลต่อหน้าที่อื่นๆ เช่น Electrical Magnetic Optical หรือ Chemical เป็นต้น ที่เป็นเช่นนี้ เพราะว่าแรงที่มากระทำต่อวัสดุถ้ามีอย่างเพียงพอแล้วจะส่งผลทำให้วัสดุนั้นเกิดการเสียหายได้ นอกจากเสียว่าวัสดุนั้นถูกออกแบบให้ต้านทานต่อแรงที่มากระทำ การออกแบบเครื่องมือเครื่องใช้ทางวัสดุทั้งหลายและรูปลักษณะของวัสดุโดยทั้งคู่อจะขึ้นกับโครงสร้างจุลภาคของวัสดุโดยมีความสัมพันธ์กับสมบัติเชิงกลทั้งสิ้น แนวความคิดและพื้นฐานทาง

คณิตศาสตร์เป็นสิ่งที่นำมาเกี่ยวข้องกับสมบัติเชิงกลโดยจะศึกษาเกี่ยวกับกฎและศึกษาผลจากโครงสร้างจุลภาคที่มีผลต่อสมบัติด้านนี้ ซึ่งความก้าวหน้าทางวัสดุมาจากการพัฒนาทางโครงสร้างจุลภาค ดังนั้นจึงต้องพัฒนาทางด้านโครงสร้างจุลภาคจะทำให้สมบัติทางด้านต่างๆดีขึ้น ฉะนั้นนอกจากสมบัติเชิงกลแล้ววัสดุอาจมีสมบัติอื่นเช่น Electrical Magnetic Optical หรือ Chemical ถึงแม้ว่าสมบัติด้านอื่นๆเหล่านี้เป็นสิ่งที่น่าสนใจแต่สมบัติเชิงกลเป็นสิ่งที่สำคัญมากที่สุดที่สิ่งหนึ่งในทางวิศวกรรม ซึ่งสมบัติเชิงกลเหล่านี้เป็นพฤติกรรมของวัสดุเมื่อถูกแรงกระทำในโครงสร้างของระบบ จากสมบัติตรงนี้เราจึงใช้พิจารณาในการเลือกใช้วัสดุได้สมบัติเชิงกลอันดับแรกที่จะพิจารณาคือ ความแข็งแรง ของวัสดุซึ่งเป็นตัวบ่งชี้ว่าวัสดุนั้นรับน้ำหนักแรงกดซึ่งเกิดความเครียดภายในวัสดุเกิดขึ้นได้มากน้อยขนาดไหน สิ่งสำคัญก็จะต้องพิจารณา ความเค้นสูงสุด ของวัสดุนั้นๆที่สามารถทนสภาพอยู่ได้ก่อนเกิดการเสียหาย สมบัติอื่นๆที่น่าสนใจโดยเฉพาะเมื่อพิจารณาถึงความยืดหยุ่นเราจะพิจารณา ความแข็งดึง โดยความแข็งดึงจะให้ความสำคัญกับการคืนสภาพรูปร่างภายใต้แรงกระทำโดยเป็นพฤติกรรมที่เกี่ยวข้องกับความยืดหยุ่น ความแข็งดึง ถูกวัดโดยค่า Modulus of Elasticity ความแข็ง เป็นสิ่งที่บ่งชี้ว่าวัสดุนั้นมีความต้านทานต่อการเสียสลับพื้นผิวของวัสดุ ซึ่งความแข็งเป็นการวัดความแข็งแรงชนิดหนึ่ง ความเหนียว เป็นสิ่งที่บ่งชี้ว่าวัสดุนั้นมีความเกี่ยวข้องกับแรงที่มากระทำวัสดุนั้นเกิดการสั่นสะเทือนภายในโครงสร้าง จึงทำให้การดูดซับพลังงานเกิดขึ้นโดยความเหนียวเป็นการดูดซับพลังงานในช่วงที่ไม่มีความยืดหยุ่นจากแรงที่มากระทำการคืนสภาพได้ จะแตกต่างความเหนียวก็จะบอกถึงความสามารถของวัสดุในการดูดซับพลังงานในช่วงที่ไม่มีความยืดหยุ่นจากแรงที่มากระทำ Creep เป็นปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นกับเวลา โดยวัสดุนั้นจะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างช้าๆ เมื่อวัสดุนั้นเกิดรบกวนจากการกระทำความเค้น นอกจากนี้คุณสมบัติอื่นในด้านสมบัติเชิงกลเช่น Ductility, Malleability และ Brittleness สภาพดึงยืดได้ จะเกี่ยวข้องกับความเค้นแรงดึง สภาพตีให้แผ่ได้ จะเกี่ยวข้องกับความเค้นแรงอัด วัสดุส่วนมากนั้นจะถูกทดสอบสภาพดึงยืดได้และสภาพตีให้แผ่ได้ ความเปราะจะตรงกันข้ามกับสภาพดึงยืดได้โดยวัสดุที่ความเปราะจะให้ค่าความเครียดต่ำ โดยปกติแล้วในการแยกวัสดุใดเป็นสภาพดึงยืดได้หรือเปราะนั้นสามารถแยกออกได้โดยให้ค่าความเครียดเข้าไป 5% หรือน้อยกว่าวัสดุนั้นจะถูกพิจารณาเป็นความเปราะ ดังนั้นเราจึงสรุปได้ว่าสมบัติเชิงกลเป็นสมบัติที่สำคัญแรกสุดในการเลือกวัสดุสำหรับทำเป็นโครงสร้างหรือส่วนประกอบของเครื่องมือ เครื่องมือทุกชนิด โดยปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเชิงกล มีดังนี้

ความแข็งแรง (Strength)

ความแข็งแรง หมายถึง ความสามารถในการรับแรงกระทำต่างๆ ได้โดยไม่เกิดความเสียหาย

ทฤษฎีและหลักการเบื้องต้น

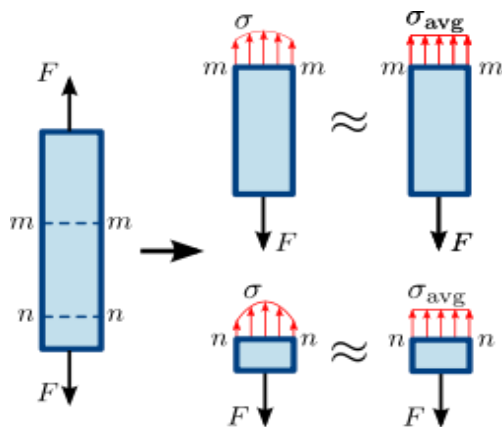
พฤติกรรมของวัสดุนั้นเมื่อถูกแรงภายนอก มากระทำจะเกิดแรงภายใน ซึ่งเป็นแรงต้าน เพื่อที่จะให้ตัววัสดุเองอยู่ในสภาพที่สมดุล ขณะที่มีความกระทำจะส่งผลให้เกิดความเค้น และความเครียดขึ้นภายในวัสดุ

ความเค้น

ความเค้น หมายถึง ความเข้มของแรงที่เกิดขึ้นในเนื้อวัสดุเมื่อถูกแรงภายนอกมากระทำ ความเค้นสามารถคำนวณได้จากแรงภายนอกที่มากระทำต่อพื้นที่วัสดุ หน่วยการวัดเป็นแรงต่อพื้นที่ เช่น ปอนด์ต่อตารางนิ้ว, นิวตันต่อตารางเมตร แรงภายนอกที่มากระทำต่อวัสดุและส่งผลให้เกิดความเค้นนั้นมีดังนี้

- ความเค้นแรงดึง
- ความเค้นแรงอัด
- ความเค้นแรงเฉือน
- ความเค้นแรงอัดโค้ง

ความเค้นแรงดึง หมายถึง ค่าความเค้นที่เกิดจากการดึงโดยแรงภายนอกมากระทำตั้งฉากกับพื้นที่หน้าตัด ซึ่งมีหน่วยเป็นแรงต่อหน่วยพื้นที่



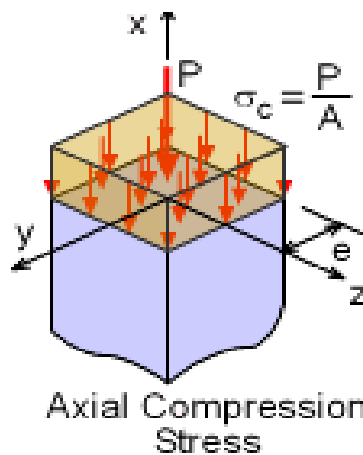
ภาพ 2.32 ขั้นตอนการเกิดความเค้นภายในวัสดุจากการดึง [25]

จากภาพอธิบายได้ว่าขณะที่ดึงวัสดุด้วยแรงภายนอก ดังภาพ 2.32 จะสังเกตเห็นแกนแรงที่มากระทำ แรงนี้ได้กระทำตลอดแนวแรงของชิ้นตัวอย่าง ทิศทางการเคลื่อนที่ภายในแกนจะมีการ

ต้านกัน การเกิดแรงดันทันนี้เกิดขึ้นทั่วบริเวณของชิ้นตัวอย่าง แต่จุดที่เกิดมากที่สุด คือ จุดกึ่งกลาง เนื่องจากมีสัดส่วนที่ถูกดึงออกไปเท่าๆกัน ดังนั้นจึงทำให้เกิดแรงดึงสูงสุดในบริเวณนี้ ซึ่งพื้นที่หน้าตัดส่วนนี้เป็นตัวรับแรงดึงและต่อต้านเพื่อรักษาสภาพของวัสดุให้สมดุลไว้ เป็นผลทำให้เกิดค่าความเค้นขึ้นภายในวัสดุดังกล่าว ดังนั้นค่าความเค้นคำนวณได้จาก แรงดึงที่มากระทำต่อพื้นที่หน้าตัด

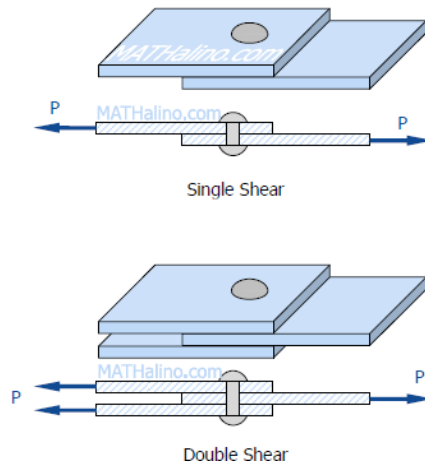
$$\sigma_c = \frac{P}{A} \quad (2.13)$$

เมื่อ σ_c คือ ความเค้นแรงอัด
 P คือ แรงอัดภายนอกที่กระทำต่อวัสดุ
 A คือ พื้นที่หน้าตัด



ภาพ 2.33 การทดสอบความเค้นแรงอัด [26]

ความเค้นแรงเฉือน คือ ค่าความเค้นที่เกิดจากการทดสอบการดึงหรือการอัดเพื่อให้วัสดุเลื่อนผ่านกัน ซึ่งพื้นที่จะขนานกับทิศทางของแรงภายนอกที่กระทำ



ภาพ 2.34 การทดสอบความเค้นแรงเฉือน [27]

จากภาพ 2.34 อธิบายได้ว่า เป็นการทดสอบโดยนำชิ้นตัวอย่างประกบเข้าด้วยกัน แล้วให้แรงดึงจนวัสดุเลื่อนผ่านออกจากกันเป็นระยะทางยาว เท่ากับความยาวของด้านตามแนวแรงของพื้นที่ A ดังนั้น

$$\sigma_s = \frac{P}{A} \quad (2.14)$$

ความเค้นแรงอัดโค้ง คือ ค่าความเค้นที่ได้จากการทดสอบชิ้นตัวอย่างให้เกิดการงอตัวโดยใช้หัวกด ซึ่งกดลงตั้งฉากกับชิ้นตัวอย่างที่อยู่ในลักษณะแนวนอนโดยมีตัวรองรับ เป็นตัวกำหนดช่องห่าง การทดสอบแบบนี้คล้ายกับเป็นการรวมเอาการดึงและการอัดเข้าไว้ด้วยกัน ซึ่งแรงอัดจะเกิดขึ้นบนชิ้นตัวอย่าง ส่วนแรงดึงจะเกิดขึ้นใต้ชิ้นตัวอย่าง การทดสอบนี้สามารถตรวจสอบได้เป็นสองลักษณะ คือ การทดสอบแรงดัดค้ำแบบ 3 จุด และการทดสอบแรงดัดโค้งแบบ 4 จุด

การทดสอบแรงดัดโค้งแบบ 3 จุด เป็นการทดสอบความเค้นโดยจะมีตัวกดสำหรับให้แรงกด 1 จุด ซึ่งจะอยู่ด้านบนของชิ้นตัวอย่างและจะมีตัวรองรับที่กำหนดระยะห่างอยู่ด้านล่างชิ้นตัวอย่าง 2 จุด ดังภาพ 2.35

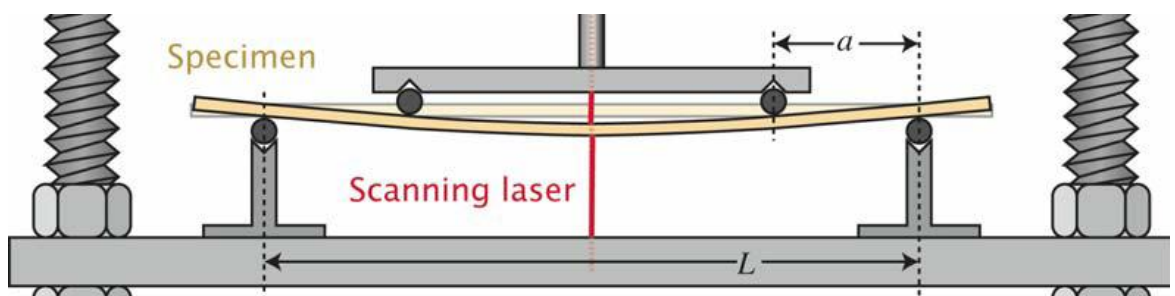


ภาพ 2.35 การทดสอบแรงดัดโค้งแบบ 3 จุด [28]

$$\sigma = \frac{3PL}{2wh^2} \quad (\text{รูปทรงสี่เหลี่ยม}) \quad (2.15)$$

$$\sigma = \frac{8PL}{\pi d^3} \quad (\text{รูปทรงกระบอก}) \quad (2.16)$$

การทดสอบแรงดัดโค้งแบบ 4 จุด ทำได้โดยการกดบนชิ้นตัวอย่าง 2 จุด โดยมีช่วงระยะห่างและมีตัวสำหรับรองรับ 2 จุด ที่ด้านล่างชิ้นตัวอย่างเช่นกัน ดังภาพ 2.42



ภาพ 2.36 การทดสอบแรงดัดโค้งแบบ 4 จุด [29]

$$\sigma = \frac{PL}{2wh^2} \quad (\text{รูปทรงสี่เหลี่ยม}) \quad (2.17)$$

$$\sigma = \frac{16PL}{3\pi d^3} \text{ (รูปทรงกระบอก)} \quad (2.18)$$

เมื่อ	$P =$	แรงที่กระทำ
	$L =$	ระยะห่างของตัวขึ้นทดสอบ
	$w =$	ความกว้างขึ้นทดสอบ
	$h =$	ความหนาของขึ้นทดสอบ
	$d =$	เส้นผ่านศูนย์กลางกลางของขึ้นทดสอบ

2.9 การวิเคราะห์ความแข็งผิวด้วยเครื่องทดสอบความแข็งผิว (Micro-hardness)

ความแข็ง (Hardness)

ความแข็ง คือ ความสามารถของวัสดุที่สามารถทนต่อการบุคจิดและแรงกดโดยที่ผิวของวัสดุนั้นไม่เป็นรอยหรือมีการยุบตัว วัสดุที่แข็งไม่จำเป็นจะต้องแข็งแรงหรือเหนียวเสมอไป เพราะวัสดุที่แข็งจะมีความแข็งรวมอยู่ด้วย

การวัดความแข็งจะมี 2 ลักษณะ

- การวัดความแข็งอย่างหยาบ

เป็นความแข็งของวัสดุโดยการตรวจสอบความต้านทานต่อการเปลี่ยนรูปถาวรในบริเวณกว้าง

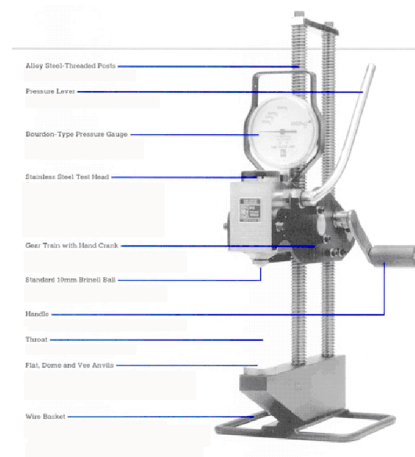
- การวัดความแข็งอย่างละเอียด

เป็นความแข็งของวัสดุเมื่อตรวจสอบในบริเวณเล็กๆ ในเกรนเล็กๆ ของโลหะ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์ขยายถึง 40 - 400 เท่า และใช้แรงกด 1 - 200 กรัมแรง

วิธีการตรวจสอบด้วยเครื่องทดสอบความแข็งที่นิยมใช้กันมี 4 วิธี

- การทดสอบความแข็งแบบ Brinell
- การทดสอบความแข็งแบบ Vickers
- การทดสอบความแข็งแบบ Rockwell
- การทดสอบความแข็งแบบ Shore ด้วย Durometer type D

การทดสอบความแข็งแบบ Brinell



ภาพ 2.37 เครื่องการทดสอบความแข็งแบบ Brinell [30]

การวัดด้วยวิธีนี้โดยทั่วไปใช้แรงกด 3,000 กิโลกรัมสำหรับเหล็กและเหล็กผสมและโลหะแข็ง และแรงกด 500 กิโลกรัมสำหรับโลหะอ่อน โดยกดผ่านลูกบอลกลมที่ทำจากเหล็กกล้าเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร โดยใช้เวลากดนาน 10 - 30 วินาที หลังจากนั้นวัดรอยบุ๋มที่เกิดขึ้น กล้องที่ใช้ส่องดูภายใน จะมีสเกลแบ่งไว้เป็นช่องๆ โดย 1 ช่องมีค่าเท่ากับ 1/10 มม

หลักสำคัญของเครื่อง Brinell อยู่ที่หัววัดที่มีขนาดต่างกันแต่มีรูปทรงของรอยกดเหมือนกัน จะมีสัดส่วนของเส้นผ่าศูนย์กลางที่จะทำให้ได้ค่าความแข็งเท่ากัน โดยน้ำหนักที่กระทำต้องเป็นสัดส่วนกับกำลังสองเส้นผ่าศูนย์กลางของลูกบอล

ด้วยเหตุนี้ขนาดของหัวกดหรือน้ำหนักที่ต่างไปจากมาตรฐานต้องปรับให้เหมาะสมตามสูตรความสัมพันธ์กับน้ำหนักหัวลูกบอลดังนี้

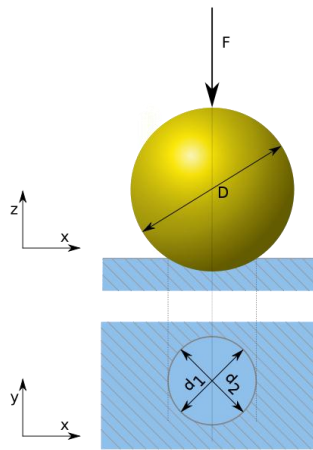
$$P = 30D^2 \quad \text{สำหรับเหล็กและเหล็กกล้า} \quad (2.19)$$

$$P = 5D^2 \quad \text{สำหรับทองเหลือง บรอนซ์และโลหะตระกูลอื่นที่ไม่ใช่เหล็ก} \quad (2.20)$$

เมื่อ P คือ น้ำหนักที่กระทำ (กิโลกรัม)

D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของหัวกดบอล (มม.)

ความสัมพันธ์ $P = 30D^2$ จะได้ว่า หัวกดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 7 มม. น้ำหนัก 470 กิโลกรัม และหัวกดบอลขนาด 10 มม. น้ำหนัก 3,000 กิโลกรัม ค่าความแข็ง Brinell ที่ได้จะมีค่าเท่ากันคือ 85



ภาพ 2.38 รอยบุ๋มของหัวกดของเครื่อง Brinell [31]

$$BHN = \frac{F}{A} \quad (2.21)$$

$$d = \left(\frac{d_1 + d_2}{2} \right) \quad (2.22)$$

$$A = \left(\frac{\pi D}{2} \right) (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (2.23)$$

$$BHN = \frac{2F}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.24)$$

เมื่อ $F =$ แรงกด

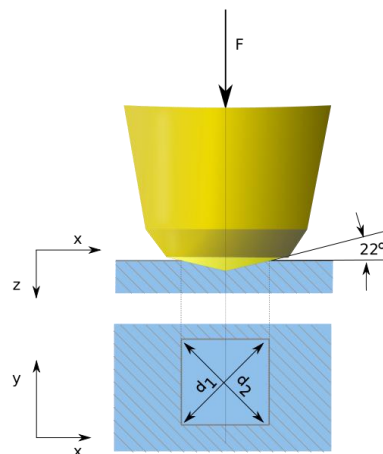
$D =$ เส้นผ่าศูนย์กลางของลูกบอล

$d =$ เส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของรอยกด

การทดสอบความแข็งแบบ Vickers



ภาพ 2.39 เครื่องการทดสอบความแข็งแบบ Vickers [30]



ภาพ 2.40 การทดสอบความแข็งแบบ Vickers [32]

การทดสอบวิธีนี้คล้ายกับการทดสอบแบบ Brinell จะแตกต่างกันที่หัวกดทดสอบ ซึ่งหัวกดทดสอบของ Vickers เป็นเพชรแหลมรูปสี่เหลี่ยมคล้าย ปริามิต ทำมุม 136 องศา ใช้กดลงบนแท่งชิ้นงานด้วยแรง 5 - 120 กิโลกรัม ขึ้นอยู่กับชนิดของวัตถุ เป็นเวลา 15 นาที ค่า Vickers Hardness Number แทนสัญลักษณ์ VHN

ค่าแรงที่กดลงบนแท่งงานทดสอบมีหน่วยเป็น กิโลกรัมแรงต่อหน่วยพื้นที่รอยบุ๋ม ซึ่งมีหน่วยเป็นตารางมิลลิเมตร การคำนวณหาได้จากสูตร

$$VHN = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} = 1854 \left(\frac{F}{d^2}\right) \quad (2.25)$$

เมื่อ $F =$ แรงที่กด หน่วยเป็นกิโลกรัมต่อแรง

$d =$ ขนาดอนุภาคของเส้นทแยงมุม $d1$ และ $d2$ หน่วยเป็นมิลลิเมตร

ค่าแสดงความแข็งแบบ Vickers เขียนแสดงเป็น 650 VHN 30 เมื่อ Vickers Hardness Number มีค่าเป็น 650 โดยกดด้วยแรง 30 กิโลกรัมแรง

Vickers เป็นวิธีการทดสอบที่สามารถทดสอบได้แข็งแรงกว่า Brinell ค่าที่ได้จะมีความเที่ยงแน่นอนกว่าแบบ Brinell เนื่องจากลูกบอลของ Brinell เมื่อได้รับแรงกดสูงมากๆ จะเกิดการบี้แบนทำให้ค่าที่ได้ต่ำกว่าความเป็นจริง ดังนั้นวัสดุที่จะนำมาทดสอบโดยเฉพาะวัสดุที่มีความแข็งแรงมากกว่า 500 ควรใช้การทดสอบแบบ Vickers

การทดสอบความแข็งแบบ Rockwell

การทดสอบความต้านทานการกดลึกของชิ้นงานที่มีต่อการกดของหัวกด โดยใช้วัสดุที่แข็งแรงกว่ากดลงไปบนผิวชิ้นงาน ภาระที่ใช้งานมีอยู่ 2 อย่างคือ ภาระขั้นแรกกับภาระขั้นสุดท้ายการทดสอบเริ่มต้นโดยใช้ภาระขั้นแรกแก่ชิ้นงานทดสอบด้วยกำลัง 10 Kg. สำหรับการทดสอบทั่วไป 3 Kg. สำหรับการทดสอบแบบพิเศษ ต่อจากนั้นจะให้ภาระขั้นสุดท้ายแก่ชิ้นงานทดสอบตามเวลาที่กำหนด เมื่อครบกำหนดเวลาที่ต้องการแล้ว เอาภาระสุดท้ายออก อ่านค่าความแข็งจากสเกลบนหน้าปัดตามสเกลที่ต้องการ



รูปที่ 2.41 เครื่องทดสอบชนิด Rockwell [30]

การทดสอบความแข็งแรงแบบ Rockwell ที่นิยมกันมาก คือ สเกล B และสเกล C การบอกจำนวนความแข็งแรงจะใช้สัญลักษณ์ HR ต่อท้ายด้วยตัวอักษร ซึ่งบ่งบอกถึงสเกลที่ใช้ทดสอบ ปกติจะสามารถอ่านค่าความแข็งแรง Rockwell ได้จากหน้าปัดโดยตรง ซึ่งค่าที่อ่านได้นั้นหาจากสูตร

$$HRC = \frac{K - (h_1 - h_2)}{C} \quad (2.26)$$

เมื่อ K คือ ค่าคงที่ = 0.2 (หัวเพชร), 0.26 (ลูกบอลล์)
 h_1 คือ ความลึก (มม.) ของหัวเพชรหรือลูกบอลล์ หลังจากเอาภาระขั้นสุดท้ายออก
 h_2 คือ ความลึก (มม.) ของหัวเพชรหรือลูกบอลล์ เมื่อได้รับการภาระขั้นสุดท้าย (P)
 C คือ ค่าแบ่งช่วงสเกลบนหน้าปัด (0.002 มม.)

โดยทั่วไปแล้วนิยมใช้การทดสอบแบบ Rockwell เพราะสะดวกและได้ค่าถูกต้อง

ตารางที่ 2.2 การทดสอบความแข็งแรงแบบ Rockwell ด้วยสเกลต่างๆ

สเกล	ชนิดหัวกด	แรงกด (P)	การใช้งาน
HRA	เพชรกรวย	60	ใช้วัดความแข็งแรงของเหล็กกล้าบาง และเหล็กกล้าชุบผิวแข็ง
HRB	ลูกบอล $\frac{1}{16}$	100	ใช้วัดความแข็งแรงเหล็กอ่อนเหล็กมอลเลียเบิล ทองแดง ผสมและอลูมิเนียม
HRC	รูปกรวยเพชร	150	ใช้เหล็กกล้าชุบแข็งไทเทเนียม เหล็กชุบผิวแข็งลึก

การทดสอบความแข็งแบบ Shore ด้วย Durometer type D

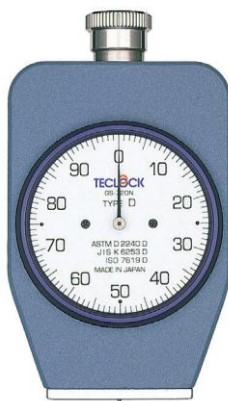


ภาพ 2.42 เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Shore ด้วย Durometer type D พร้อมขาตั้ง [33]

มาตรฐานของเครื่องทดสอบ Durometer สอดคล้องกับ มาตรฐาน JIS K 6253 ที่จัดตั้งขึ้นในปี 1993 เพื่ออ้างอิงกับมาตรฐาน ISO (International Standard Organization) เครื่องทดสอบ Durometers แบ่งได้ 3 ประเภท คือ

- Type A ความแข็งปานกลาง
- Type D สำหรับความแข็งสูง
- Type E ประเภทความแข็งต่ำ

เครื่องทดสอบ durometers Type D เหมาะสำหรับยางแข็งที่มีมากกว่า 90 และ เครื่องทดสอบ durometers Type E เหมาะสำหรับยางนุ่มที่มีความแข็งต่ำกว่า 20



ภาพ 2.43 เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Shore ด้วย Durometer type D [33]

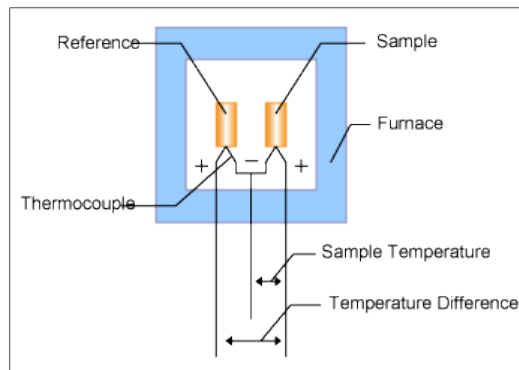
หลักการทำงาน

เมื่อฐานของเครื่องทดสอบ durometers วางอยู่บนผิวของชิ้นงานสนิทย รอยกดบนผิวชิ้นทดสอบเกิดจาก แรงดันที่สปริงของเครื่องทดสอบ Durometer indenter ชนแรงด้านจากผิวชิ้นทดสอบ แรงที่ทำให้เกิดรอยกดแสดงให้เห็นถึงความแข็งที่ผิวของชิ้นงาน เหตุผลที่ต้องสร้างเครื่องทดสอบ Durometer ให้มีหลาย type เพื่อวัดความแข็งสำหรับวัสดุ ต่างๆ เช่น วัสดุอ่อนจำพวก ฟองน้ำหรือ วัสดุแข็งเช่นพลาสติก

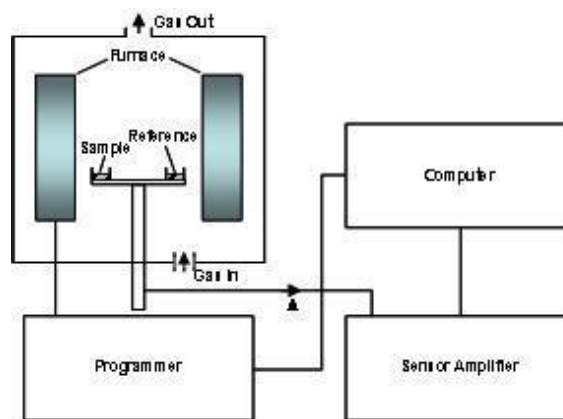
เครื่องทดสอบ Durometer ปฏิบัติตามมาตรฐาน JIS K 6253 ISO7619 ISO868 และมาตรฐาน ASTM D 2240 สำหรับการทดสอบความแข็งของยางวัลคาไนหรือเทอร์โมพลาสติก

2.10 การวิเคราะห์ การเกิด ออกซิเดชันด้วยเครื่องวิเคราะห์ Thermo Gravimetric Analysis / Differential Thermal Analysis (TGA/DTA)

DTA เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เชิงความร้อน โดยวัดออกมาในรูปของอุณหภูมิที่ต่างกัน ระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง ในระหว่างให้ความร้อน อุณหภูมิของตัวอย่างเปลี่ยนแปลงในลักษณะการดูดความร้อน หรือการคายความร้อน เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานภายใน เช่น จากการเปลี่ยนเฟส การละลาย การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก การเดือด การเผาไหม้ การระเหย การคายน้ำ การแตกตัว กระบวนการ Oxidation Reduction และปฏิกิริยาเคมีต่างๆ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะถูกตรวจวัด ดังภาพ 2.44 A และ B ค่าความแตกต่างของอุณหภูมิของตัวอย่าง (Ts) และวัสดุอ้างอิง (Tr) จะถูกบันทึกเป็นกราฟ ดังแสดงในภาพ 2.45



A [34]



B [35]

ภาพ 2.44 วงจรของเครื่อง DTA

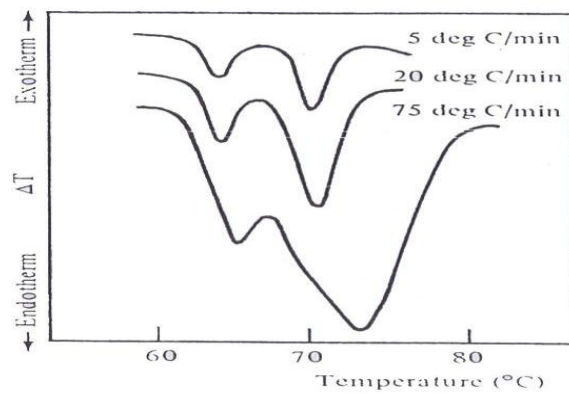
เครื่อง DTA ประกอบด้วย

- เครื่องวัดอุณหภูมิ (Thermocouple) นิยมใช้ Pt – Pt/Rh หรือ Ni – Ni/Cr เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.1 – 0.3 mm.
- ถ้วยใส่ตัวอย่างและสารอ้างอิง ทำจากวัสดุที่มีสมบัติเนื่องต่อการเปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิที่ทดลองและมีค่า Thermal Conductivity สูงเพื่อให้สามารถนำความร้อนสูงตัวอย่างหรือสารอ้างอิงได้ดี

- ห้องควบคุมบรรยากาศในการทดลอง

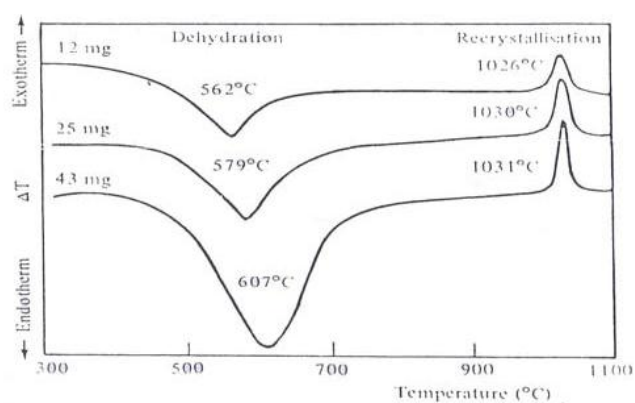
ปัจจัยที่มีผลต่อการวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง DTA ได้แก่

อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ที่ใช้ในการทดลองมักอยู่ในช่วง 2 – 20 องศาเซลเซียส ต่อนาที การเพิ่มอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะลด Resolution แต่จะเพิ่มพื้นที่ของกราฟ (Peak) ดังตัวอย่างแสดงในภาพ 2.51 ส่วนการลดอัตราในการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ จะลดพื้นที่ของกราฟ



ภาพ 2.45 ผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิต่อกราฟ [36]

ปริมาณและสภาพของตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองของ DTA การเปลี่ยนแปลงปริมาณของตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองจะมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี และปฏิกิริยาทางฟิสิกส์แตกต่างกัน ตัวอย่างแสดงดังภาพ 2.46



ภาพ 2.46 ผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณของตัวอย่างต่อกราฟ [36]

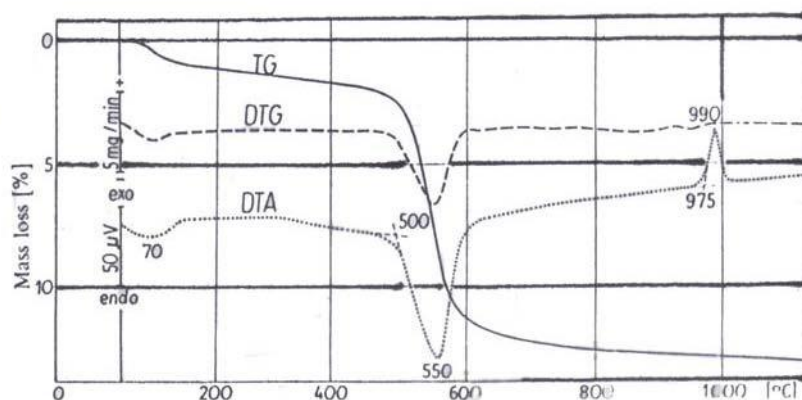
จากภาพจะเห็นว่า การเพิ่มปริมาณของตัวอย่างจาก 12 mg เป็น 43 mg อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาเคมี (Dehydration) จะเพิ่มขึ้น 45 องศาเซลเซียส ในขณะที่อุณหภูมิที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงทาง ฟิสิกส์ (Recrystallisation) เพิ่มขึ้นเพียง 5 องศาเซลเซียส นอกจากนี้การเพิ่มปริมาณของตัวอย่างทำให้พื้นที่ใต้กราฟเพิ่มขึ้นด้วย

ขนาดอนุภาค (Particle Size) การอัดแน่น (Packing) และความหนาแน่น (Density) ของตัวอย่างมีผลต่อความสามารถในการนำความร้อน (Thermal Conductivity) ความสามารถในการแลกเปลี่ยนความร้อนระหว่างตัวอย่างกับสภาพแวดล้อมซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างของแข็งและแก๊ส (Solid – Gas Reaction)

การเลือกสารอ้างอิง สารอ้างอิงควรมีสสมบัติทางด้านความร้อน (Specific heat Conductivity) ใกล้เคียงกับสารตัวอย่าง และควรเป็นสารเฉื่อยในทุกช่วงอุณหภูมิของการทดลอง การเลือกสารอ้างอิงผิดประเภทอาจนำไปสู่ความคลาดเคลื่อนของ Base line อลูมินา (Alumina) เป็นวัสดุที่นิยมใช้เป็นสารอ้างอิง นอกจากนี้ยังมี fused quartz glass beads หรือ liquid paraffin สารอ้างอิงที่เป็นของเหลวจะใช้เมื่อตัวอย่างเป็นของเหลว

การใช้เครื่อง DTA วิเคราะห์ตัวอย่าง

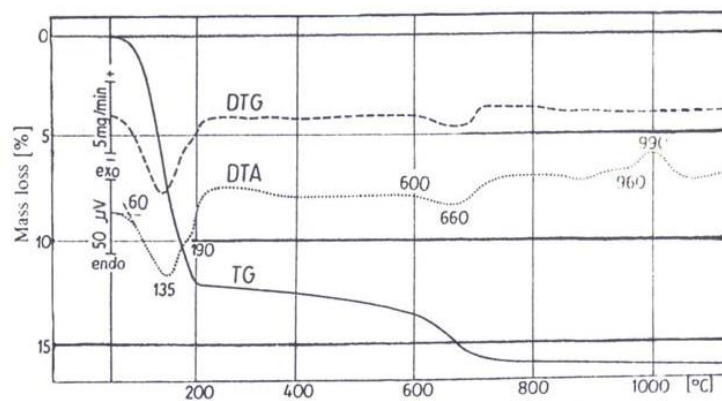
DTA สามารถใช้วิเคราะห์เพื่อวัตถุประสงค์ต่างๆ เช่น ใช้วิเคราะห์หาส่วนประกอบของตัวอย่าง ความบริสุทธิ์ของตัวอย่าง การสร้าง Plan Diagrams เป็นต้น ตัวอย่างการใช้ DTA ในงานต่างๆ แสดงดังตารางที่ 2.3 และตัวอย่างผลวิเคราะห์จากเครื่อง DTA แสดงเป็นกราฟรูปที่ 2.47 และ 2.48



ภาพ 2.47 ตัวอย่างผลวิเคราะห์ของดิน Kaolin แสดงค่าเป็นกราฟ DTA TG DTG [37]

ตารางที่ 2.3 ตัวอย่างการใช้ DTA ในการทำงานต่างๆ [38]

Physical processes	Chemical processes
Solid – solid transitions	Polymerization reactions
Melting and freezing transitions	Catalysis
Vaporization and sublimation	Decomposition and degradation
Crystallizations phenomena	Loss of solvent of crystallization
Specific heat measurement	Explosive reaction
Structure determination in polymers	Heats of reaction
Glass transitions	Chemisorptions
Curie points	Reaction kinetics
Heats of transition	Antioxidants and stabilizers
Purity determinations	
Construction of phase diagrams	



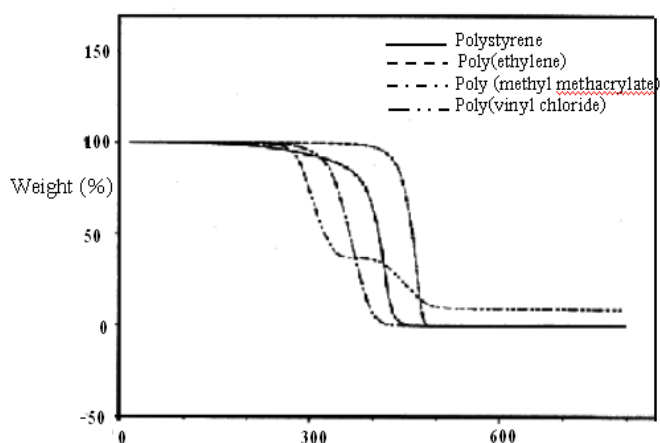
ภาพ 2.48 ตัวอย่างผลวิเคราะห์ของ Bentonite แสดงค่าเป็นกราฟ DTA TG DTG [37]

จากภาพที่ 2.47 แสดงผลวิเคราะห์ของดิน Kaolin เป็นกราฟ DTA TG DTG Peak ที่อุณหภูมิ 70 และ 550 องศาเซลเซียส แสดงกระบวนการดูดความร้อน เนื่องจากความชื้นระเหยออกไปและสูญเสียในโครงสร้างผลึก น้ำหนักที่หายไปสามารถนำมาคำนวณหาปริมาณแร่และปริมาณน้ำ เมื่อโครงสร้างผลึกสูญเสียจะเปลี่ยนเป็น Metakaolinite และที่อุณหภูมิ 980 องศาเซลเซียส เกิดกระบวนการคายความร้อนเนื่องจากเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก Spinal

จากภาพที่ 2.48 แสดงผลวิเคราะห์ของ Bentonite การสูญเสียที่อุณหภูมิระหว่างชั้นจะปรากฏที่อุณหภูมิ 135 และ 190 องศาเซลเซียส การสูญเสียในโครงสร้างจะปรากฏที่อุณหภูมิ 500 - 730 องศาเซลเซียส และกระบวนการคายความร้อนของการเกิดผลึก Spinal ที่อุณหภูมิ 990 องศาเซลเซียส

หมายเหตุ DTG = อัตราการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิต่างๆ
TG = น้ำหนักของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่างๆ

TGA หรือ Thermo gravimetric Analysis เป็นเทคนิคหนึ่งในการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ ในการวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อนภายใต้บรรยากาศที่สามารถควบคุมได้ ข้อมูลที่ได้จะแสดงในรูปของกราฟ แสดงดังภาพ 2.49 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของวัสดุตัวอย่างกับอุณหภูมิหรือเวลา โดยที่แกนตั้งจะแสดงน้ำหนัก



ภาพ 2.49 ตัวอย่างผลวิเคราะห์ของ Bentonite แสดงค่าเป็นกราฟ TG [39]

การทดสอบนี้ เกี่ยวข้องกับการตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักตัวอย่างขณะที่ระบบให้ความร้อนอย่างต่อเนื่อง โดยการควบคุมอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ ซึ่งอุณหภูมิและน้ำหนักของตัวอย่างจะต้องบันทึกอย่างต่อเนื่อง

ชนิดของ TGA สามารถจำแนก ได้ 2 ประเภท คือ

- Isothermal Thermogravimetry เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของสารตัวอย่างกับฟังก์ชันของเวลา ที่อุณหภูมิคงที่
- Non isothermal (or dynamic) Thermogravimetry เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของสารตัวอย่างกับฟังก์ชันของเวลา และอุณหภูมิ โดยการให้ความร้อนในอัตราคงที่

ตัวอย่างเครื่อง TGA และหลักการทำงานของ thermogravimetry แสดงดังภาพ 2.50



ภาพ 2.50 เครื่อง DTA/TGA

เครื่อง TGA ประกอบด้วยส่วนประกอบสำคัญ คือ

- ส่วนวัดน้ำหนัก (Balance)
- เตาให้ความร้อน (Furnace)
- ส่วนวัดอุณหภูมิ (Thermo couple)
- ส่วนควบคุมบรรยากาศภายในระบบ (Gas controller)

การรายงานผลของเครื่อง TGA จะแสดงข้อมูลในรูปของกราฟ ดังรูปที่ 2.49 จากรูป แสดงถึงอุณหภูมิที่องค์ประกอบในวัสดุตัวอย่างเริ่มเกิดการสลายตัวทำให้น้ำหนักเริ่มเปลี่ยนแปลงในทาง

ลดลง เรียกอุณหภูมินี้ว่า Onset temperature ดังนั้นค่า Onset temperature จึงเป็นค่าหนึ่งที่มีประโยชน์ในการบอกถึงอุณหภูมิที่องค์ประกอบในวัสดุใดๆ เริ่มเกิดการสลายตัว

ค่า Onset temperature เพียงค่าเดียวไม่สามารถบอกได้ชัดเจนว่า องค์ประกอบชนิดที่วิเคราะห์ได้ คืออะไร เพราะองค์ประกอบบางอย่างที่มีโครงสร้างทางเคมีใกล้เคียงกัน สามารถกับการสลายตัวที่อุณหภูมิใกล้เคียงกัน หมายถึงมีค่า Onset temperature ใกล้เคียงกัน ดังนั้น ในการนำค่า Onset temperature ไปใช้ ควรร่วมกับผลการวิเคราะห์อื่นประกอบการพิจารณา

เครื่อง TGA มีประโยชน์ต่อการ วิเคราะห์ในเชิงปริมาณและคุณภาพของตัวอย่าง เช่น

- ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างทางวัสดุศาสตร์ เช่น เซรามิก ซีเมนต์ หรือ วิเคราะห์ปริมาณน้ำหรือปริมาณตัวทำละลายในสี สารเคลือบ กาว
- ใช้วิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบของสาร เช่น ปริมาณตัวทำละลาย ความชื้น สารเติม คาร์บอนแบล็ก พลาสติกไฮดรอกซี
- การศึกษาความเสถียรภาพทางความร้อน ของพอลิเมอร์ ยาง ซึ่งวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง สถานะ ของแข็ง ของเหลว ผง แผ่นฟิล์ม และเส้นใย
- ตรวจสอบการเริ่มสลายตัวของวัสดุ เพื่อเป็นข้อมูลสำหรับการนำวัสดุนั้นๆ ไปใช้งานทางด้านการผลิตและทางด้านวิศวกรรม
- ในการทำวิศวกรรมย้อนรอย (Reverse engineering) จะต้องใช้ TGA ตรวจสอบหาว่า วัสดุนั้นประกอบด้วยอะไรบ้างและมีปริมาณเท่าไร

2.11 การวิเคราะห์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนโดยเครื่องวัดการขยายตัวเนื่องด้วยความร้อน (Dilatometer)

Thermo dilatometry (TD) สมบัติการขยายตัวเนื่องจากความร้อนเป็นสมบัติที่สำคัญของวัสดุ เนื่องจากวัสดุสามารถเกิดความเครียดภายในได้ เมื่อเกิดการขยายตัวในปริมาณมากๆ ดังนั้น การศึกษาการขยายตัวเนื่องจากความร้อนจึงมีความสำคัญอย่างยิ่ง

การขยายตัวเนื่องจากความร้อน หมายถึง การเปลี่ยนแปลงไปแบบชั่วคราวหรือแบบถาวรของวัสดุ เมื่อได้รับความร้อน มีวิธีวัดดังนี้

- วิธีวัดการขยายตัว (Dilatometry)
- วิธีวัดการขยายตัวเป็นวิธีการหาค่าการขยายตัวของวัสดุเมื่อได้รับความร้อน ในฟังก์ชันของอุณหภูมิ ค่าการขยายตัวของวัสดุที่วัดได้จะอยู่ในรูป ของสัมประสิทธิ์การขยายตัวในเชิงเส้น ดังสมการ

$$\alpha_L(T) = \frac{1}{L} * \frac{dL}{dT} \quad (2.27)$$

เมื่อ	$\alpha_L(T)$	คือ สัมประสิทธิ์การขยายตัวในเชิงเส้นที่ อุณหภูมิ T
	L	คือ ความยาวของชิ้นงานก่อนการวิเคราะห์
	$\frac{dL}{dT}$	คือ ความยาวของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยน

สำหรับสัมประสิทธิ์การขยายตัวในเชิงปริมาตร สามารถหาได้ดังสมการ

$$\alpha_V(T) = \frac{1}{V} * \frac{dV}{dT} \quad (2.28)$$

เมื่อ	$\alpha_V(T)$	คือ สัมประสิทธิ์การขยายตัวในเชิงปริมาตรที่ อุณหภูมิ T
	V	คือ ปริมาตรของชิ้นงานก่อนการวิเคราะห์
	$\frac{dV}{dT}$	คือ ปริมาตรของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยน

ในกรณีที่การขยายตัวในแต่ละทิศทางเท่ากันหมด จะได้

$$V = L^3 \quad (2.29)$$

$$\frac{dV}{dT} = \frac{dL^3}{dT} = 3L^2 \quad (2.30)$$

$$\alpha_V(T) = \frac{1}{L^3} * 3L^2 \frac{dL}{dT} = \frac{3}{L} * \frac{dL}{dT} \quad (2.31)$$

$$= 3\alpha_L(T) \quad (2.32)$$

การขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน ในขณะที่อะตอมจับตัวกันอยู่ในรูปของโครงสร้างผลึกนั้น แต่ละอะตอมจะเกิดแรงกระทำขึ้น 2 แรง คือ

- แรงดึงดูด ระหว่างมวลสารของอะตอม
- แรงผลัก ระหว่างกลุ่มหมอกอิเล็กตรอนของอะตอม

ในภาวะปกติแรงทั้งสองอยู่ในสภาวะที่สมดุล เมื่อให้ความร้อนกับวัสดุนั้นๆ จะเกิดแรงกระทำจากภายนอกไปทำลายสมดุลระหว่างแรงทั้งสอง ทำให้อะตอมต้องจัดเรียงระยะห่างใหม่เพื่อให้แรงทั้งสองกลับเข้าสู่สมดุลอีกครั้ง การเปลี่ยนแปลงตำแหน่งของแต่ละอะตอมเมื่อรวมกันแล้วจะทำให้เกิด การขยายตัวของวัตถุโดยรวม

ตัวอย่างของการขยายตัวเช่น ผลึกเดี่ยวที่อยู่ในระบบลูกบาศก์ เช่น NaCl จะมีการขยายตัวแบบไอโซทรอปิก คือการขยายตัวทุกทิศทาง ดังนั้นการขยายตัวในแนวใดแนวหนึ่ง จึงสามารถใช้เป็นตัวแทนของการขยายตัวของวัสดุนั้นๆ แต่สำหรับผลึกเดี่ยวในระบบอื่นๆ ซึ่งมีความยาวแกนไม่เท่ากัน จะทำให้เกิดการขยายตัวในแต่ละแกนไม่เท่ากัน หรือที่เรียกว่า การขยายตัวแบบ แอนไอโซทรอปิก เช่น แกรไฟต์ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างที่เป็นแผ่นนั้น ค่าการขยายตัวในแนวตั้งฉากกับแกน C หรือแนวนานกับแผ่น และค่าการขยายตัวในแนวแกน C ไม่เท่ากัน ดังนั้นในการบอกค่าการขยายตัวของวัสดุประเภทนี้จึงต้องระบุด้วยว่าวัดในแนวแกนใด หรือทิศทางใด

ในกรณีที่วัสดุนั้นๆ มีการจัดเรียงตัวของผลึกในลักษณะสุ่ม ในแต่ละแนวของชิ้นงานก็จะประกอบด้วยผลึกที่หันไปในทิศทางต่างๆกัน ค่าการขยายตัวในแต่ละทิศทางของวัสดุจึงเป็นผลรวมของการขยายตัวของผลึกเล็กๆในทิศทางนั้นๆ

ขนาดของอนุภาคที่ประกอบกันเป็นชิ้นงานจะมีผลต่อการขยายตัวเช่นกัน เนื่องจากอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ การถ่ายเทความร้อนจากผิวของอนุภาคเข้าสู่อะตอมที่อยู่ภายใน จะใช้เวลานานขึ้น ทำให้การขยายตัวช้ากว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก

โดยทั่วไป เมื่อวัสดุได้รับความร้อนจะเกิดการขยายตัว แต่วัสดุบางประเภทจะเกิดปรากฏการณ์ตรงกันข้ามคือ เมื่อได้รับความร้อนจะเกิดการหดตัว เช่น Aluminum titanate เนื้อดินปั้นจำพวก Cordierite หรือแร่ในกลุ่ม Lithium aluminum silicate หลายชนิดเช่น β -eucryptite การหดตัวในบางแกนจะเกิดขึ้น จนสามารถชดเชยการขยายตัวในอีกแกนได้ ส่งผลให้การขยายตัวโดยรวมของวัสดุนั้นๆ ในลักษณะพอลิคริสตัลไลน์แทบจะมีค่าเป็นศูนย์ ปรากฏการณ์นี้สามารถนำไปใช้ในการผลิตวัสดุที่ต้องการความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยจับปล้น เช่น เครื่องครัวชิ้นส่วนและอุปกรณ์ทางวิทยาศาสตร์บางชนิด เนื่องจากจะไม่เกิดการหดตัวหรือขยายตัวเมื่อได้รับความร้อนอย่างรวดเร็ว ซึ่งจะทำให้เกิดแรงเค้นขึ้นภายในเนื้อและทำให้วัสดุแตกหักได้

ปัจจัยที่มีผลต่อค่าการขยายตัวของวัสดุ

อะตอมหรืออนุภาคเมื่อได้รับความร้อนจะมีการขยายตัวและจัดเรียงตัวได้ 2 แบบคือ

- แบบที่ไม่มีทิศทาง
- แบบที่มีทิศทาง

แต่วัสดุที่มีโครงสร้างผลึกแบบรูปลูกบาศก์ จะมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบ วัสดุที่มีโครงสร้างผลึกแบบพอลิคริสตัลไลน์ ซึ่งประกอบด้วยวัสดุเฟสเดียวที่มีความละเอียด และเรียงตัวกันอย่างไม่เป็นระเบียบค่าการขยายตัวที่ได้จะเป็นค่าเฉลี่ยของวัสดุเล็กๆภายในโครงสร้างผลึกนั้น และเป็นไปตามสมการของเทอร์เนอร์

$$\alpha = \frac{\alpha_i V_i K_i}{V_i K_i} \quad (2.33)$$

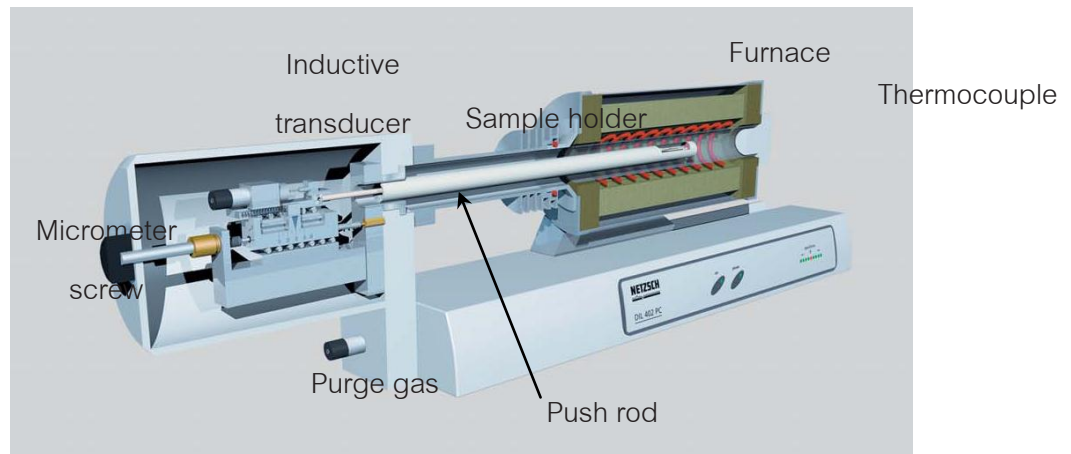
เมื่อ α_i , V_i และ K_i คือ สัมประสิทธิ์การขยายตัว, สัดส่วนโดยปริมาตร และค่ามอดุลัสเชิงปริมาตร ขององค์ประกอบ i ตามลำดับ

วัสดุบางอย่างเมื่อได้รับความร้อนจะเกิดการหดตัว หรือการแตก ที่อุณหภูมิการเปลี่ยนเฟส เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว เป็นส่วนที่ทำให้การอ่านค่าการขยายตัวไม่ถูกต้อง โดยเฉพาะวัสดุจำพวกผลึกซิลิกา ที่มีหลายผลึก วัสดุที่มีองค์ประกอบของดิน เช่น Porcelain Glass-ceramic และ Silicon carbides เป็นต้น

จากที่กล่าวมาข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า ปัจจัยที่มีผลต่อการขยายตัว ได้แก่

- วัสดุดิบ
- องค์ประกอบ
- ขนาดของอนุภาค
- อุณหภูมิ
- โครงสร้างจุลภาค

การวัดค่าการขยายตัวของวัสดุ ค่าการขยายตัวเนื่องจากความร้อนสามารถหาได้จากการพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของการขยายตัวกับอุณหภูมิ หรือส่วนในล้านส่วนของ การขยายตัวกับอุณหภูมิ



ภาพที่ 2.51 ส่วนประกอบเครื่อง Dilatometer COE [40]

อุปกรณ์และการทำงาน

จากรูปที่ 2.51 วัสดุที่นำมาวัดจะถูกวางบนแท่นวางชิ้นงาน ซึ่งปลายข้างหนึ่งจะสัมผัสกับแท่งคัน ที่สามารถเลื่อนไปมาได้ โดยแท่งคันและแท่งวางชิ้นงาน ใช้วัสดุชนิดเดียวกัน เพื่อให้มีอัตราการขยายตัวที่เท่ากัน ปลายอีกข้างหนึ่งของแท่งคันจะยึดอยู่กับที่ เมื่อได้รับความร้อน ทั้งวัสดุทดสอบ แท่นวางชิ้นงานและแท่งคันจะมีการขยายตัวและจะมีอัตราการขยายตัวระหว่างวัสดุทดสอบกับแท่นคันจะไม่เท่ากัน ทำให้แท่งคันเลื่อนตำแหน่ง และเกิดการเหนี่ยวนำ ทหราน์คิวเซอร์ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้า และนำไปคำนวณหาค่าการขยายตัว

2.12 การวิเคราะห์การต้านทานไฟฟ้าด้วยเครื่องวิเคราะห์การต้านทานไฟฟ้า (Impedance Resistance)

สมบัติทางไฟฟ้า (Electrical Properties)

สมบัติ นี้ในงานวัสดุจะกล่าวถึงสถานะการไหลของกระแสไฟฟ้าผ่านตัววัสดุโลหะ ถ้ากระแสไฟฟ้าสามารถไหลผ่านตัวโลหะได้อย่างอิสระ เรียกว่า วัสดุตัวนำไฟฟ้า (Electrical conductivity) แต่ถ้าโลหะไม่ยอมให้ไฟฟ้าไหลผ่านเราเรียกว่า วัสดุต้านทานไฟฟ้า (Electrical resistance) อาทิเช่น เหล็กกล้ามีการนำไฟฟ้าที่ดี และความต้านทานต่อการไหลของกระแสไฟฟ้าที่ต่ำ

สภาพความต้านทานไฟฟ้า (Electrical resistivity)

Electrical resistivity (ρ) คือการวัดความสามารถของวัสดุ ในการยอมให้ กระแสไฟฟ้าไหลผ่าน มีหน่วยเป็น $\Omega \text{ cm}$ หาได้จากความสัมพันธ์

$$\rho = \frac{RA}{L} \quad (2.34)$$

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.35)$$

$$A = \frac{\pi D^2}{4} \quad (2.36)$$

เมื่อ	R	คือ ความต้านทาน มีหน่วยเป็นโอห์ม
	V	คือ ค่าแรงดันไฟฟ้า มีหน่วยเป็นมิลลิโวลต์
	I	คือ ค่ากระแสไฟฟ้า มีหน่วยเป็นแอมป์
	D	คือ เส้นผ่านศูนย์กลางชิ้นทดสอบ มีหน่วยเป็นเซนติเมตร
	A	คือ พื้นที่หน้าตัด มีหน่วยเป็นตารางเซนติเมตร
	L	คือ ความยาว มีหน่วยเป็นเซนติเมตร