

การศึกษาผลของโครงสร้างจุลภาค pre-aged austenitic stainless
steel ต่อการขึ้นและการขึ้นก่อนในคาร์บอน
THE INFLUENCE OF PRE-AGED AUSTENITIC STAINLESS STEEL
MICROSTRUCTURE ON CARBON NANOTUBE GROWTH

ผู้รับผิดชอบ ศณะเจริญ
โตทัศน์ อัครานนศักดิ์
หนัด ศรัทธาเบ็ด
นฤมล เข็มพูน

ปริญญาโท เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเครื่องกล

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2556

การศึกษาผลกระทบโครงสร้างจุลภาค pre-aged austenitic stainless
steel ต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

THE INFLUENCE OF PRE-AGED AUSTENITIC STAINLESS STEEL
MICROSTRUCTURE ON CARBON NANOTUBE GROWTH

อัญรัตน์พงษ์	คณะเจริญ
ไธพัตย์	อัครานาศักดิ์
นพดล	ศรีสมบัติ
นฤมล	เอี้ยพิน

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเครื่องกล
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

THE INFLUENCE OF PRE-AGED AUSTENITIC STAINLESS STEEL
MICROSTRUCTURE ON CARBON NANOTUBE GROWTH

THANRATPONG	KANACHAREON
THAIPAT	ASSAWATHANASAK
NOPPADOL	SRISOMBAT
NARUMOL	EAPIN

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING IN MECHANICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2013

ปริญญาานิพนธ์ปีการศึกษา 2556
สาขาวิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เรื่อง การศึกษาผลกระทบโครงสร้างจุลภาค pre-aged austenitic stainless steel ต่อการ
สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

THE INFLUENCE OF PRE-AGED AUSTENITIC STAINLESS STEEL MICROSTRUCTURE
ON CARBON NANOTUBE GROWTH

ผู้จัดทำ

- | | | |
|-----------------------------|--------------|----------|
| 1. นายธัญรัตน์พงษ์ คณะเจริญ | รหัสประจำตัว | 53010729 |
| 2. นายไช้พิทย์ อัครนาศักดิ์ | รหัสประจำตัว | 53010770 |
| 3. นายนพดล ศรีสมบัติ | รหัสประจำตัว | 53010787 |
| 4. นางสาวนฤมล เอี่ยมพิน | รหัสประจำตัว | 53010821 |


(ผศ.ดร.ปัญญา ชันธุ์สุวรรณ)

อาจารย์ที่ปรึกษา

การศึกษาผลกระทบโครงสร้างจุลภาค pre-aged austenitic stainless steel ต่อการสังเคราะห์ท่อนานาโนคาร์บอน

นายธัญรัตน์พงษ์ คณะเจริญ	53010729
นายไพบัติย์ อัครนาศักดิ์	53010770
นายนพดล ศรีสมบัติ	53010787
นางสาวนฤมล เอี้ยพิน	53010821
ผศ.ดร.ปัญญา ชันธุ์สุวรรณ อาจารย์ที่ปรึกษา	
ปีการศึกษา 2556	

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลกระทบของโครงสร้างจุลภาค pre-aged stainless steels ต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธี catalyst chemical vapor deposition ประกอบด้วยขั้นตอนการเตรียมโครงสร้างจุลภาคของ Leaner austenitic stainless steel ด้วยวิธีการอบชิ้นงานในช่วงอุณหภูมิ 725-850 °C ทำให้เกิดการรวมตัวของธาตุเป็นอนุภาคคาร์ไบด์ ($M_{23}C_6$) เป็นส่วนใหญ่ภายในโครงสร้าง มีลักษณะการกระจายตัวที่ตำแหน่งต่างๆ ด้วยขนาดที่ต่างกันออกไปตามเวลาของการอบที่กำหนดไว้ โครงสร้างจุลภาคที่ได้จากกระบวนการ aging นี้จะถูกวิเคราะห์ด้วยวิธี LOM, ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ และแผนภาพ เวลา-อุณหภูมิของการตกตะกอน AISI 316L ก่อนดำเนินการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโครงสร้างเหล่านั้นใน quartz reactor ที่ อุณหภูมิ 700 °C ภายใต้การอัตราการไหลผ่านของก๊าซพาหะผสมไฮโดรเจนคาร์บอนไดออกไซด์ ด้วยสัดส่วนที่เหมาะสม คาร์บอนในแอลกอฮอล์จะแตกตัวเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนบนอนุภาคคาร์ไบด์ ที่ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ จากนั้น SEM จะถูกใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนซึ่งมีผลจากคาร์ไบด์ ซึ่งเป็นขั้นตอนสุดท้ายของงานวิจัย

THE INFLUENCE OF PRE-AGED AUSTENITIC STAINLESS STEEL MICROSTRUCTURE ON
CARBON NANOTUBE GROWTH

THANRATPONG KANACHAREON	53010729
THAIPAT ASSAWATHANASAK	53010770
NOPPADOL SRISOMBAT	53010787
NARUMOL EAPIN	53010821
ASST.PROF.DR.PANYA KANSUWAN	ADVISOR
YEAR 2013	

ABSTRACT

This research concentrated influential microstructure of the pre-aged stainless steels affects to the synthetic carbon nanotubes by chemical vapor deposition. The microstructure of leaner austenitic stainless steel was prepared by aging specimen at 725-850 °C that causes precipitation of carbides ($M_{23}C_6$) principally, both various particles are distribute depend on period of heating. Subsequently microstructure was analyzed by LOM, hardness vickers and AISI 316L Time-Temperature-Precipitation diagram followed by synthetic of carbon nanotubes on specimen inside quartz reactor with alcoholic gas at 700 °C. With exactly proportional carbon in alcoholic gas is separated to develop allotrope formation as carbon nanotubes located on carbide particles that act as catalyst. The final stage, SEM has been used for analyze quantity of carbon nanotubes that were affected from carbides.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดีต้องขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปัญญา ชันธุ์สุวรรณ อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.วินิตดา วงศ์วิริยะพันธ์ วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ให้นักศึกษาเข้าศึกษาดูงาน ทำการทดลองเกี่ยวกับกระบวนการตกสะสมไอเคมี และนางสาวนภัทร์ เกียรติกังวาลไกล รุ่นพี่ปริญญโทสาขาวิศวกรรมเครื่องกล ให้คำแนะนำช่วยเหลือในทุกๆเรื่อง ทั้งการแก้ไขปัญหาต่างๆในงานและการสอนในสิ่งที่ข้าพเจ้าไม่เข้าใจจนงานสามารถลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบคุณกองทุน คณะวิศวกรรมศาสตร์ สาขาวิศวกรรมเครื่องกล ของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่สนับสนุนให้ทุนในการวิจัย

และต้องขอขอบพระคุณบิดามารดา ที่ให้โอกาสอย่างเต็มที่ในการศึกษาจนสำเร็จการศึกษา และเอาใจใส่ในทุกๆ ด้านเสมอมาต้องขอขอบพระคุณอย่างสูงสุด ณ ที่นี้

นายธัญรัตน์พงษ์

คณะเจริญ

นายไธพัทธ์

อัครนาศักดิ์

นายนพดล

ศรีสมบัติ

นางสาวนฤมล

เอี้ยพิน

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VIII
สารบัญรูป	IX
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา	2
1.3 สมมติฐาน	2
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.5 ขอบเขตการวิจัย	3
1.6 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 บทนำ	4
2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับท่อนานโนคาร์บอน	4
2.2.1 รูปแบบของคาร์บอน	4
2.2.2 ท่อนานโนคาร์บอน	7
2.2.2.1 ท่อนานโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว	7
2.2.2.2 ท่อนานโนคาร์บอนผนังหลายชั้น	9
2.3 คุณสมบัติของท่อนานโนคาร์บอน	10
2.3.1 คุณสมบัติทางกล	10
2.3.2 คุณสมบัติทางความร้อน	10
2.3.3 คุณสมบัติทางไฟฟ้า	11
2.4 กลไกการเกิดท่อนานโนคาร์บอน	12
2.4.1 กลไกการเกิดท่อนานโนคาร์บอนแบบ Tip Growth	13
2.4.2 กลไกการเกิดท่อนานโนคาร์บอนแบบ Root Growth	13
2.5 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนานโนคาร์บอน	14
2.5.1 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนานโนที่ใช้แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นของแข็ง	14

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.5.1.1 อาร์คดิสชาร์จ	14
2.5.1.2 ระเบิดด้วยเลเซอร์	15
2.5.2 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนที่ใช้แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นของแก๊ส	16
2.5.2.1 กระบวนการตกสะสมไอเคมี	16
2.5.2.1.1 กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน	17
2.5.2.1.2 กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยพลาสมา	17
2.5.2.1.3 กระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์	18
2.5.2.1.4 กระบวนการสังเคราะห์จากสถานะไอ	18
2.5.2.1.5 กระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งความร้อน	19
2.6 อิทธิพลที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน	20
2.6.1 อิทธิพลจากอุณหภูมิในการสังเคราะห์	21
2.6.2 อิทธิพลจากตัวเร่งปฏิกิริยา	22
2.6.3 อิทธิพลของอัตราการไหลและความดัน	23
2.6.4 อิทธิพลของปัจจัยอื่นๆ	24
บทที่ 3 โครงสร้างจุลภาค	26
3.1 บทนำ	26
3.2 การเกิดโครงสร้างของเกรน	26
3.3 ตะกอนของเหล็กกล้าไร้สนิม ประเภทออสเทนนิติก	26
3.3.1 คาร์ไบด์	27
3.3.2 อินเตอร์เมทัลลิก	28
3.4 ความเกี่ยวข้องระหว่างโครงสร้างจุลภาคและการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน	29
บทที่ 4 เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ตรวจสอบ	30
4.1 กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง	30
4.1.1 ส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง	31
4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	32
4.2.1 อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับวัสดุ	33
4.2.2 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง SEM	35
4.2.3 กระบวนการทำให้เกิดภาพของ SEM	38
4.2.4 วัสดุที่สามารถตรวจสอบได้โดย SEM	39
4.2.5 วัสดุที่ไม่สามารถตรวจสอบได้โดยเครื่อง SEM	39
4.2.6 การประยุกต์ใช้งานของเครื่อง SEM ในงานวัสดุศาสตร์	40

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 Electron probe micro-analyzer	40
4.3.1 หลักการทำงาน	41
4.3.2 เครื่องตรวจจับ	43
4.3.2.1 Energy dispersive spectroscopy	43
4.3.2.2 Wavelength dispersive spectroscopy	44
4.3.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ	46
4.3.4 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ	47
บทที่ 5 วิธีการทดลอง	49
5.1 การเตรียมชิ้นงาน	49
5.2 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน	55
บทที่ 6 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง	57
6.1 ผลการทดลอง	57
6.1.1 โครงสร้างจุลภาคชนิด 316L ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง	58
6.1.2 ผลการทดลองค่าความแข็งแบบวิกเกอร์	62
6.1.3 สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่เวลา 10 นาที	64
6.1.3.1 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	64
6.1.3.2 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	65
6.1.3.3 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	66
6.1.3.4 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	67
6.1.4 สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่เวลา 20 นาที	68
6.1.4.1 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	68
6.1.4.2 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	69
6.1.4.3 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	70
6.1.4.4 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	71
6.2 วิเคราะห์ผลการทดลอง	72
6.2.1 การสังเคราะห์ที่ 10 นาที	72
6.2.2 การสังเคราะห์ที่ 20 นาที	73
6.2.3 ตำแหน่งของการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	73
6.2.4 ปริมาณการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	75
บทที่ 7 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	77
บทที่ 8 บรรณานุกรม	78

สารบัญ (ต่อ)

ภาคผนวก ก

หน้า

82

ภาคผนวก ข

83

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า	
2.1	สรูปการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนระหว่างอาร์คดิสชาร์จและระเหยด้วยเลเซอร์	16
2.2	สรูปการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีแบบต่างๆ	20
5.1	ส่วนประกอบทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิม	49
6.1	แสดงจำนวนชิ้นงาน, อุณหภูมิ, เวลา และเฟสที่เกิดขึ้น	58
6.2	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์	62

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงการเกิดไฮบริดเซชันแบบต่างๆของอะตอมคาร์บอน	5
2.2 แสดงรูปแบบต่างๆของคาร์บอน	7
2.3 แสดงการกำหนดเวกเตอร์เส้นรอบวงของท่อนาโนคาร์บอนและแสดงการจำลองการม้วนแผ่นแกรไฟต์เป็นท่อนาโนคาร์บอน	9
2.4 แสดงท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น	10
2.5 แสดงการใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นตัวระบายความร้อนให้ชีพ	11
2.6 แสดงการปลดปล่อยอิเล็กตรอนจากปลายของท่อนาโนคาร์บอนในสภาวะสุญญากาศ	12
2.7 แสดงกลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	13
2.8 แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีอาร์คดิสชาร์จ	15
2.9 แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนระเหยด้วยเลเซอร์	15
2.10 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอสารเคมีด้วยความร้อน	17
2.11 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอสารเคมีด้วยพลาสมา	18
2.12 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์	18
2.13 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนวิธีการปลุกจากสถานะไอ	19
2.14 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งความร้อน	19
2.15 ภาพถ่ายจากกล้อง TEM แสดงท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ที่อุณหภูมิต่ำ ณ ความดันบรรยากาศ	22
2.16 ภาพถ่ายจาก SEM แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ	23
2.17 แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะอัลลอยด์ชนิดต่างๆด้วยวิธี Water Assited CVD	25
3.1 แสดงการตกตะกอนของคาร์ไบด์ตามขอบเกรน	27
3.2 กราฟความสัมพันธ์ของการเกิดคาร์ไบด์ $M_{23}C_6$ กับอินเตอร์เมทัลลิกในเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติกชนิด 316	28
4.1 กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง	31
4.2 แสดงส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง	31
4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	33
4.4 แสดงชนิดของอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับวัสดุที่บริเวณผิวหน้าของชิ้นงาน	34
4.5 แสดงระดับชั้นพลังงานในอะตอม	35
4.6 แสดงองค์ประกอบหลักๆ ของเครื่อง SEM	37
4.7 Electron probe microanalyzer	40

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.8 แสดงถึงอุปกรณ์ย่อยภายใน electron probe micro-analyzer โดยสังเขป	41
4.9 แสดงถึงลักษณะการเกิดรังสีเอ็กซ์	42
4.10 แสดงระดับพลังงาน KLM และระดับพลังงานย่อย	43
4.11 แสดงหลักการการทำงานของเครื่อง EDS	44
4.12 แสดงถึงลักษณะการสะท้อนภายในผลึกสำหรับสะท้อนรังสีเอ็กซ์	44
4.13 Rowland circle	45
4.14 อุปกรณ์ตรวจจับภายใน WDS	46
4.15 แสดงตัวอย่างแผนภาพสเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งจะระบุธาตุและชั้นพลังงาน	46
4.16 แสดงความแตกต่างระหว่างชิ้นงานที่เราต้องการทดสอบกับชิ้นงานมาตรฐาน	47
4.17 แสดงลักษณะรังสีเอ็กซ์จำเพาะและรังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่อง	47
4.18 เปรียบเทียบระหว่างข้อมูลที่ยังไม่ผ่านตัวกรอง กับข้อมูลที่ผ่านตัวกรองแล้ว	48
5.1 เครื่องตัดผิวเรียบ	49
5.2 แสดงการตัดเหล็กกล้าไร้สนิม	49
5.3 เตาอบ	50
5.4 เรซินเหลว	50
5.5 สารทำแข็งเรซิน	50
5.6 แม่พิมพ์ที่ได้วางชิ้นงานและเทเรซินเหลวลงไปภายใน	51
5.7 เครื่องปั๊มดูดสุญญากาศ	51
5.8 เครื่องขัด	52
5.9 สารละลายผสมผงขัดเพชร	52
5.10 เครื่องขัด	52
5.11 เครื่อง ultrasonic steri-cleaner	53
5.12 กรดออกซาลิก	53
5.13 เครื่องกำเนิดความต่างศักย์ไฟฟ้า	54
5.14 กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง	54
5.15 เครื่องวัดความแข็ง	54
5.16 กระบวนการตกสะสมไอเคมี	55
5.17 แสดงแผนภาพส่วนประกอบของเตา	55
5.18 แสดงแผนภาพกระบวนการตกสะสมไอเคมี	56
5.19 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	56
6.1 แผนภาพเวลา-อุณหภูมิของการตกตะกอน เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L	57

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
6.2 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 0.3 ชั่วโมง	58
6.3 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	59
6.4 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	59
6.5 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	60
6.6 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	60
6.7 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	61
6.8 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	61
6.9 กราฟ High-Low-Close แสดงค่าความแข็ง	62
6.10 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)	64
6.11 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)	64
6.12 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)	65
6.13 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)	65
6.14 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)	66
6.15 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)	66
6.16 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)	67
6.17 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)	67
6.18 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)	68
6.19 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)	68
6.20 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (775 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)	69
6.21 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (775 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)	69
6.22 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)	70
6.23 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)	70
6.24 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)	71
6.25 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)	71
6.26 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส 10 นาที	72
6.27 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส 20 นาที	73
6.28 การเกิดคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ที่ขอบเกรน	74
6.29 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L	75
6.30 ภาพถ่าย SEM แสดงปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L	76

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ปัจจุบันมีการศึกษาและวิจัยทางด้านนาโนเทคโนโลยีเป็นจำนวนมากจากงบประมาณมหาศาลของรัฐบาลประเทศต่างๆ ด้วยความคาดหวังจากนักวิทยาศาสตร์ทั่วโลกว่า นวัตกรรมจากวัสดุนาโนจะเปลี่ยนวิถีชีวิตของมนุษยชาติเข้าสู่ยุคใหม่ ยุคที่มนุษย์สามารถใช้ทรัพยากรธรรมชาติที่มีอยู่อย่างจำกัดได้อย่างมีประสิทธิภาพ สูงสุดความก้าวหน้าทางด้านนาโนเทคโนโลยีอาจเริ่มต้นเมื่อ Richard Smalley พบวัสดุนาโน Fullerenes, C60 ภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน หลังจากนั้นไม่นานก็ค้นพบอัญรูปหนึ่งของแกรไฟต์ที่มีโครงสร้างแบบทรงกระบอกที่เรียกว่า “ท่อนาโนคาร์บอน (CNTs)” ในปี 1991^[1,2] โดย Sumio Iijima และมีการศึกษาคุณสมบัติพิเศษเฉพาะเชิงกลและอิเล็กทรอนิกส์และประยุกต์ใช้ คุณสมบัติเหล่านั้นในงานต่างๆ ได้แก่ การประยุกต์ใช้เป็นแหล่งกำเนิด electron field emission^[3], chemical sensor^[4], อุปกรณ์ nanoelectronic^[5], electrode สำหรับ supercapacitor^[6] และ nanocomposite strengthener^[7,8] เป็นต้น

แนวทางการศึกษาวิจัยของท่อนาโนคาร์บอนจะไม่แตกต่างไปจากแนวทางการศึกษาวิจัยในสาขาวัสดุศาสตร์ซึ่งจะต้องมีการวิเคราะห์หาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างวัสดุ คุณสมบัติของวัสดุ การสังเคราะห์วัสดุ การผลิตชิ้นส่วนจากวัสดุ และการประยุกต์ใช้งานชิ้นส่วนที่ผลิตได้ พร้อมทั้งการประเมินประสิทธิภาพในระหว่างการศึกษ งานวิจัยนี้จึงถือเป็นส่วนหนึ่งในกระบวนการดังกล่าว กล่าวคือเป็นการศึกษาวิจัยวิธีการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เพื่อพัฒนากระบวนการการสังเคราะห์ให้ได้ประสิทธิภาพทั้งปริมาณ และคุณภาพ สำหรับเป็นวัตถุดิบในการศึกษาภายในประเทศและสามารถนำไปผลิตเป็นชิ้นส่วนที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้งานในอนาคต

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีหลายวิธี โดยทั่วไปสามารถแบ่งได้ 2 แนวทาง ขึ้นอยู่กับเฟสของแหล่งกำเนิดของคาร์บอน คือ แหล่งกำเนิดที่เป็นของแข็งและแหล่งกำเนิดที่เป็นก๊าซ หลังจากการแตกตัวเป็นอะตอมของคาร์บอน จนอยู่ในรูปแบบเสถียรทางเทอร์โมไดนามิกส์ คาร์บอนส่วนเกินจะเกิดการเรียงตัวใหม่เป็นท่อนาโนคาร์บอน 1.) สภาพบรรยากาศไม่มีก๊าซออกซิเจน 2.) อุณหภูมิที่สูงมากพอ และ 3.) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม^[9] วิธีการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน มีหลายวิธีเช่น กระบวนการ arc-discharge หรือ laser-ablation ใช้แท่งแกรไฟต์ที่มีอนุภาคตั้งเร่งเป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนที่เป็นของแข็ง สามารถผลิตท่อนาโนคาร์บอนที่มีโครงสร้างความบกพร่องน้อยกว่าวิธีอื่นๆ อย่างไรก็ตามท่อนาโนคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูงไม่สามารถนำมาใช้งานได้ ถ้าไม่มีวิธีที่จะรวมมันเข้าไปในชิ้นส่วนที่ต้องการใช้งาน ด้วยข้อได้เปรียบนี้วิธีการกระบวนการตกสะสมไอเคมีที่มีแหล่งกำเนิดของคาร์บอนเป็นก๊าซ เช่น CO หรือ hydrocarbon ซึ่งไม่เพียงแต่ท่อนาโนคาร์บอนจะสามารถสังเคราะห์ขึ้นได้แต่ยังสามารถจัดการให้อยู่บนพื้นผิวตัวอย่างได้ง่ายกว่าวิธีอื่นๆ สามารถนำไป

ประยุกต์ใช้ในวัสดุชนิดใหม่ที่เรียกว่า hybrid nano-metal เหมาะสำหรับการผลิต superior field electron emitter และ electrode ใน supercapacitors ได้

การประยุกต์ของวัสดุ hybrid nano-metal สำหรับ field electron emitters และ supercapacitors นั้นต้องการการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนพื้นผิว โลหะเพื่อเพิ่มความต้องการทางด้านการเชื่อมต่อทางไฟฟ้าและพันธะเชิงกลกับพื้นผิวสิ่งเหล่านี้จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ถ้าปราศจากขั้นตอนการปรับแต่งและขั้นตอนที่ซับซ้อนในการค้นหาแนวทางที่มีประสิทธิภาพ นักวิจัยบางกลุ่มได้มีการเข้ามาศึกษาเพื่อที่จะทำการฝังท่อนาโนคาร์บอนโดยตรงบนโลหะตั้งต้นโดยปราศจากชั้นอนุภาคตัวเร่งตัวแปรในการทดลองที่รวมอยู่ในกระบวนการ คือ อุณหภูมิ ชนิดของแหล่งกำเนิดคาร์บอน วิธีการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานและส่วนประกอบของโลหะผสมโลหะผสม Fe-Ni-Cr^[10,11] ได้แก่ SS304^[12-15], Inconel^[6,16] และ Nickel^[17-19] เป็นโลหะตั้งต้นซึ่งสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนขึ้นได้สำเร็จ ถึงแม้ว่าเราจะเห็นด้วยว่าอนุภาคโลหะนั้นคือนิวเคลียสของท่อนาโนคาร์บอน แต่ไม่มีนักวิจัยท่านใดสนใจเกี่ยวกับสภาวะที่เหมาะสมของการตกตะกอน ของโลหะซึ่งเป็นโครงสร้างจุลภาคทางโลหะที่ฝังอยู่ในเนื้อโลหะผสม สิ่งเหล่านี้เป็นความสนใจครั้งแรกเกี่ยวกับโครงสร้างจุลภาคที่มาจากรูปแบบการเกิดการตกตะกอนของคาร์ไบด์ (carbide) และ อินเตอร์เมทัลลิก (intermetallic) ซึ่งขึ้นอยู่กับส่วนผสมของโลหะต่างๆ มากกว่าการทำอบด้วยความร้อน วัตถุประสงค์เบื้องต้นของงานวิจัยนี้จะศึกษาผลกระทบของการตกตะกอน ต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนเหล็กกล้าไร้สนิม ชนิด 316L

1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1.2.1 เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกตะกอนไอเคมี

1.2.2 เพื่อศึกษาผลกระทบของการเกิดการตกตะกอนต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนเหล็กกล้าไร้สนิม

1.3 สมมติฐาน

1.3.1 คาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ที่เกิดการตกตะกอนบนเหล็กกล้าไร้สนิม ชนิด 316L มีผลกระทบต่อเกิดการเกิดท่อนาโนคาร์บอน กระบวนการตกตะกอนไอเคมี โดย $M_{23}C_6$ เป็นอนุภาคตัวเร่งที่ทำให้เกิดการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนขึ้น

1.3.2 การอบชิ้นงานด้วยความร้อนที่อุณหภูมิสูง และใช้เวลานานขึ้น ทำให้เกิดอินเตอร์เมทัลลิกขึ้น ทำให้ $M_{23}C_6$ บนชิ้นงานมีปริมาณลดลง ส่งผลให้การก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนมีปริมาณลดลง

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 เป็นองค์ความรู้เพื่อพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนในเชิงอุตสาหกรรม

1.4.2 เป็นประโยชน์ต่อการศึกษาและพัฒนากการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนบนโลหะชนิดอื่น

1.5 ขอบเขตการวิจัย

1.5.1 ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาค pre-aged ต่อการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

1.5.2 ตรวจสอบปริมาณของท่อานาโนคาร์บอน ที่สังเคราะห์ได้บนพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม

1.6 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.6.1 งานวิจัยของ Duanghathai Kaewsai et al.^[58] ได้สังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนบนพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม โดยใช้กระบวนการตกสะสมไอเคมี ได้ใช้การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาควิธี scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffractometry (XRD), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) และ Raman spectroscopy.

1.6.2 งานวิจัยของ Ghorbani et al.^[33] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนบนพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304L ด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยมีแหล่งกำเนิดของคาร์บอนจาก $CO/H_2 = 1/1$ โดยการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการการสึกกร่อนแบบ metal dusting พบว่าอนุภาคนาโนที่ปลายด้านหนึ่งของท่อานาโนคาร์บอนมีส่วนประกอบเป็นเหล็กและนิกเกิล

1.6.3 งานวิจัยของ Sabeti et al.^[42] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีทางความร้อนบนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 โดยใช้อะเซทิลีนเป็นแหล่งกำเนิดของคาร์บอนบนฐานรองรับที่มีความขรุขระแตกต่างกันจากการยิงพื้นผิวด้วยไอออนของอาร์กอน พบว่าท่อานาโนคาร์บอนเติบโตได้ดีบนฐานรองรับที่มีความขรุขระของพื้นผิวมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าบริเวณที่เกิดผลึกนิวเคลียสของท่อานาโนคาร์บอนมีจำนวนมากบนพื้นผิวที่ขรุขระ

1.6.4 งานวิจัยของ Dalkeun Park et al.^[43] ได้นำเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 มาศึกษาการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนโดยตรงด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีแบบ Plasma enhance และกระบวนการตกสะสมไอเคมีทางความร้อน โดยการเตรียมพื้นผิวฐานรองรับโดยการกัดผิวให้มีความขรุขระด้วยสารละลายไฮโดรเจนฟลูออไรด์ (HF) ก่อนการสังเคราะห์ พบการก่อตัวของท่อานาโนคาร์บอนท่อานาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นขึ้น

1.6.5 งานวิจัยของ Carole E. Baddour et al.^[44] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนโดยตรงบนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 ที่ปราศจากการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการกัดพื้นผิวฐานรองรับด้วยไฮโดรคลอริกที่เวลาที่แตกต่างกัน พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการกัดพื้นผิวของฐานรองรับเพิ่มมากขึ้น ความหนาแน่นของท่อานาโนคาร์บอนก็จะเพิ่มมากขึ้นด้วย และเป็นท่อานาโนคาร์บอนท่อานาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้องกับท่อนานาโนคาร์บอน

2.1 บทนำ

ท่อนานาโนคาร์บอนเป็นอีกรูปหนึ่งของคาร์บอน ซึ่งมีคุณสมบัติที่เป็นเอกลักษณ์ที่ต่างจากอีกรูปอื่นๆ เนื่องจากพันธะระหว่างอะตอมของคาร์บอนและโครงสร้างการจัดเรียงตัวที่แตกต่างกัน ดังนั้นในบทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีพื้นฐานของท่อนานาโนคาร์บอน, วิธีการสังเคราะห์ และอิทธิพลที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนานาโนคาร์บอน

2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับท่อนานาโนคาร์บอน

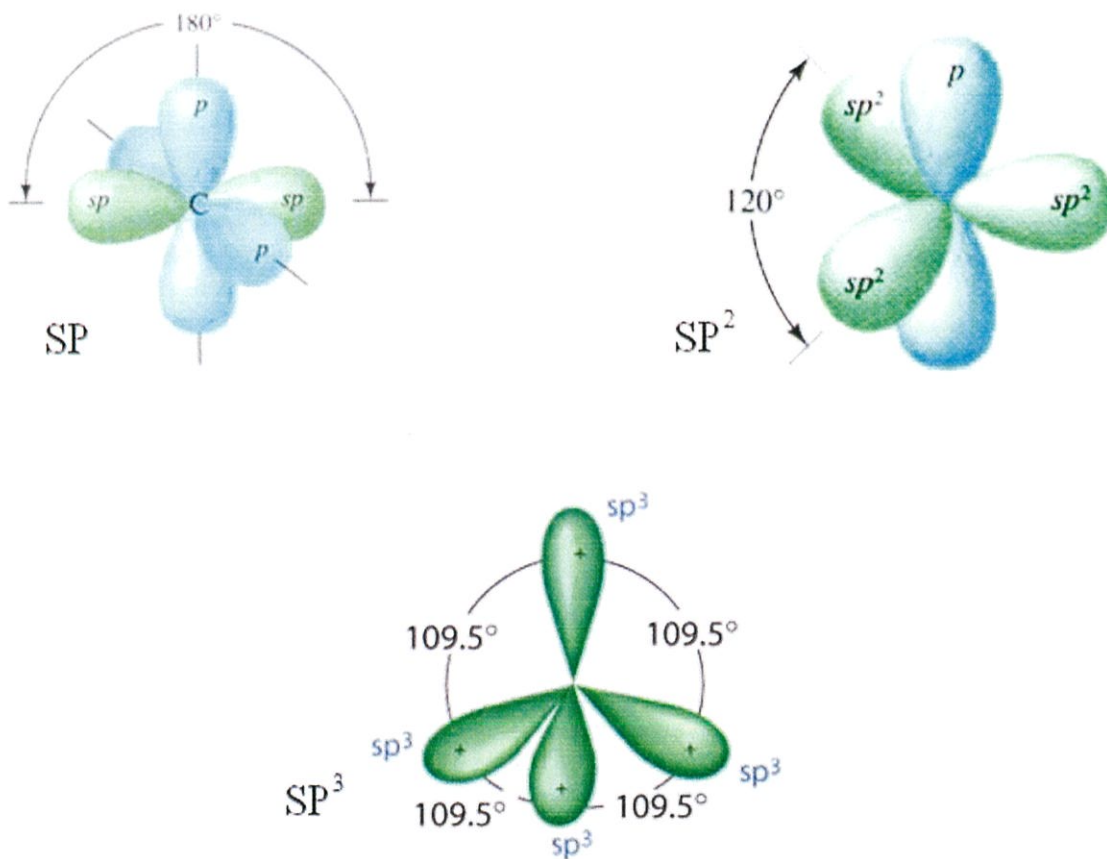
2.2.1 รูปแบบของคาร์บอน

ธาตุคาร์บอนเป็นธาตุองค์ประกอบหลักของสิ่งมีชีวิตจัดอยู่ในตารางธาตุหมู่ IV และมีเลขอะตอมเท่ากับ 6 โดยปกติคาร์บอนมีการจัดเรียงอิเล็กตรอนเป็น $1s^2 2s^2 2p^2$ และภายในอะตอมของคาร์บอนประกอบด้วยอิเล็กตรอนซึ่งเคลื่อนที่อยู่รอบๆ ซึ่งอิเล็กตรอนที่อยู่รอบนิวเคลียสในระดับพลังงานนอกสุดเรียกว่า เวเลนซ์อิเล็กตรอน (valence electron) ดังนั้นคาร์บอนจึงมี 4 เวเลนซ์อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนทั้ง 4 จะเกิดพันธะกับอะตอมอื่นๆ สามารถอธิบายตามทฤษฎีไฮบริไดเซชัน (hybridization method) คือ ปรากฏการณ์ที่ออร์บิทัลในอะตอมเดียวกันที่มีระดับพลังงานเดียวกันเกิดการรวมกันเป็นออร์บิทัลใหม่ เรียกว่า ออร์บิทัลลูกผสม (hybrid orbital) ออร์บิทัลลูกผสมที่เกิดขึ้นจะมีการจัดเรียงตำแหน่งใหม่ เพื่อให้เกิดความสมดุลมากที่สุด ทำให้เกิดรูปร่างออร์บิทัลขึ้นมาใหม่ด้วย ขณะที่อะตอมมีพลังงานต่ำ (ground state) การจัดเรียงอิเล็กตรอนจะเป็นแบบปกติแต่เมื่อมีพลังงานสูง (excited state) อิเล็กตรอนบางตัวในออร์บิทัลของระดับพลังงานย่อย (subshell) ที่พลังงานต่ำกว่าจะเกิดการย้ายไปอยู่ในออร์บิทัลของอีกระดับพลังงานย่อยหนึ่งที่พลังงานสูงกว่า โดยออร์บิทัลลูกผสมใหม่ที่เกิดขึ้นจะมีพลังงานเท่ากันหมด สำหรับออร์บิทัลลูกผสมใหม่จะมีทิศทางเฉพาะตัวที่ช่วยทำนายรูปร่างของโมเลกุลและมุมระหว่างพันธะในโมเลกุล ชนิดของออร์บิทัลลูกผสมใหม่มีดังต่อไปนี้^[20]

- ไฮบริไดเซชันแบบ sp (diagonal hybridization) เกิดจากออร์บิทัล s รวมกับออร์บิทัล p เพียงหนึ่งออร์บิทัล ทำให้เกิดออร์บิทัล sp ขึ้นสองออร์บิทัลโดยทำมุมระหว่างกัน 180 องศา หรืออยู่ในแนวเส้นตรงเดียวกันในแนวเดิมของออร์บิทัล p ซึ่งตั้งฉากกับออร์บิทัล p ที่เหลืออีกสองออร์บิทัล จากนั้นคาร์บอนแต่ละอะตอมจะใช้ออร์บิทัล sp รวมกันตามแนวแกนเป็นพันธะซิกมา คาร์บอนแต่ละอะตอมจะเหลือออร์บิทัล p ซึ่งจะมารวมกันตามด้านข้างในแนวแกนขนาน เกิดเป็นพันธะไพขึ้นอีกสองพันธะ
- ไฮบริไดเซชันแบบ sp^2 (trigonal hybridization) เป็นการรวมออร์บิทัล $2s$ จำนวนหนึ่งออร์บิทัลกับออร์บิทัล $2p$ จำนวนสองออร์บิทัล จะได้คาร์บอนอะตอมที่มีไฮบริไดเซชันแบบ sp^2 จำนวนสามออร์บิทัล และออร์บิทัลจำนวนหนึ่งออร์บิทัลที่ไม่เกิดการไฮบริไดเซชัน โดย

ไฮบริดเซชันแบบ sp^2 จะอยู่ระนาบเดียวกันและทำมุม 120 องศาซึ่งกันและกัน ส่วนออร์บิทัล p ที่เหลือนั้นจะตั้งฉากกันกับระนาบของออร์บิทัลลูกผสมใหม่

- ไฮบริดเซชันแบบ sp^3 (tetrahedral hybridization) เกิดขึ้นเมื่อคาร์บอนถูกล้อมรอบด้วยอะตอม ออร์บิทัล $2s$ หนึ่งออร์บิทัลและออร์บิทัล $2p$ สามออร์บิทัลเกิดการรวมตัวกัน เป็นออร์บิทัลลูกผสมใหม่แบบ sp^3 จำนวนสี่ออร์บิทัล ออร์บิทัลทั้งสี่มีคุณสมบัติและลักษณะเหมือนกันทุกประการ (เนื่องจากการผสมกันระหว่างออร์บิทัล s หนึ่งออร์บิทัลและออร์บิทัล p สามออร์บิทัลซึ่งออร์บิทัลลูกผสมใหม่แบบ sp^3 จำนวนสามออร์บิทัล) มีรูปทรงสี่หน้า (tetrahedron) อะตอมที่มีไฮบริดเซชันแบบนี้จะมีมุมระหว่างพันธะภายในอะตอมเท่ากับ 109.5 องศา



รูปที่ 2.1 แสดงการเกิดไฮบริดเซชันแบบต่างๆของอะตอมคาร์บอน^[21]

สำหรับเวเลนซ์อิเล็กตรอนทั้ง 4 ของคาร์บอนที่อยู่ในออร์บิทัลลูกผสมสามารถเกิดพันธะโคเวเลนต์ได้ 3 แบบคือ พันธะเดี่ยว (single bond) พันธะคู่ (double bond) หรือพันธะสาม (triple bond) ซึ่งสูตรโมเลกุลสามารถแบ่งออกเป็น 3 แบบด้วยกันคือ

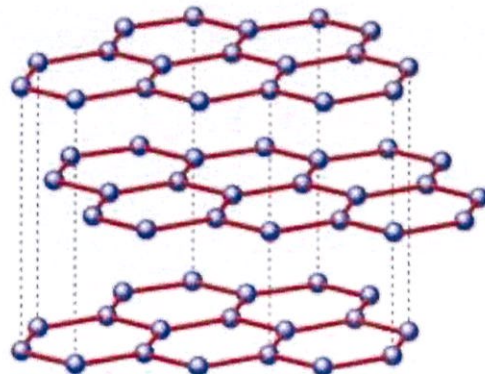
- ไฮบริดเซชันแบบ sp^3 คาร์บอนจะสร้างพันธะเดี่ยวทั้งหมด
- ไฮบริดเซชันแบบ sp^2 คาร์บอนจะสร้างพันธะคู่หนึ่งพันธะระหว่างคาร์บอนที่มีไฮบริดเซชันแบบ sp^2 และพันธะเดี่ยวสองพันธะ

3. ไฮบริดเซชันแบบ sp คาร์บอนจะสร้างพันธะสามหนึ่งพันธะและพันธะเดี่ยวหนึ่งพันธะ โดยผลของไฮบริดเซชันของคาร์บอนทำให้คาร์บอนมีอัญรูปต่างๆ 4 อัญรูป คือ เพชร แกรไฟต์ บัคมินสเตอร์ฟูลเลอร์รีน และท่อนาโนคาร์บอน โดยแต่ละอัญรูปจะมีโครงสร้างต่างๆ กันดังต่อไปนี้

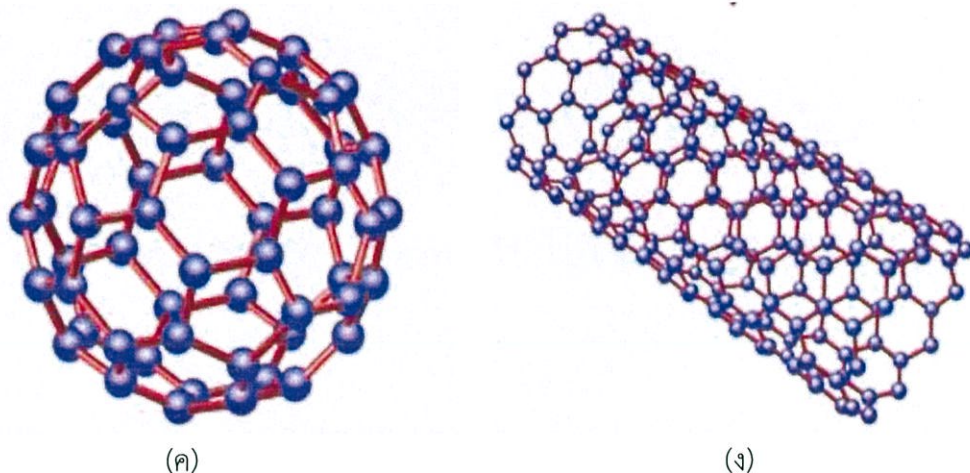
- เพชร (diamond) มีโครงสร้างแต่ละด้านประกอบด้วยอะตอมที่อยู่ระหว่างอะตอมทั้ง 4 ในแต่ละมุมของด้านต่างๆ อะตอมคาร์บอนของโครงสร้างเพชรนี้มีการใช้อิเล็กตรอนกับอะตอมข้างเคียงในชั้นวาเลนซ์แบบสามมิติจับกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ในรูปร่างไฮบริดเซชันแบบ sp^3
- แกรไฟต์ (graphite) มีโครงสร้างซึ่งประกอบไปด้วยแผ่นหลายๆชั้นซ้อนกัน ซึ่งแผ่นเหล่านี้เรียกว่าแผ่นแกรฟีน (graphene sheet) โดยมีการเรียงตัวกันแบบโครงข่ายรวงผึ้ง อะตอมคาร์บอนในโครงสร้างของแกรไฟต์จะมีการใช้อิเล็กตรอนร่วมกัน 3 ตัวในชั้นวาเลนซ์กับอะตอมข้างเคียง 3 อะตอมแบบสองมิติจับตัวกันในรูปร่างไฮบริดเซชันแบบ sp^2 แผ่นแกรฟีนยึดติดกันระหว่างชั้นด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der waals force)
- บัคมินสเตอร์ฟูลเลอร์รีน (buckminster fullerence) หรือ บัคกี้บอล (buckyball) เป็นโครงสร้างของคาร์บอนที่เกิดจากคาร์บอนจำนวน 60 อะตอม (มีน้ำหนักโมเลกุลเป็น 60 เท่าของอะตอมคาร์บอน) ที่มีเรียงต่อกันเป็นผลึกรูปทรงกลมคล้ายลูกฟุตบอล ประกอบด้วยวงแหวนรูปหกเหลี่ยมจำนวน 20 วงและวงแหวนห้าเหลี่ยมจำนวน 12 วง โดยบัคกี้บอลเป็นโมเลกุลขนาดเล็กที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในระดับนาโนเมตรและยังเป็นผลึกรูปทรงกลมที่มีความสมมาตรมากที่สุดโดยอะตอมของคาร์บอนทั้ง 60 อะตอมจะมีการสร้างพันธะไฮบริดเซชันแบบ sp^2 รวม 90 พันธะ
- ท่อนาโนคาร์บอน จะอาศัยการอธิบายผ่านแผ่นแกรฟีนของแกรไฟต์ คือการที่แผ่นของแกรฟีนม้วนเป็นท่อ ทำให้คุณสมบัติของท่อนาโนคาร์บอนเปลี่ยนไป ซึ่งจะอธิบายในหัวข้อถัดไป



(ก)



(ข)



รูปที่ 2.2 แสดงรูปแบบต่างๆ ของคาร์บอน (ก) โครงสร้างของเพชร (ข) โครงสร้างของแกรไฟต์ (ค) โครงสร้างของบัคมินสเตอร์ฟูลเรอเรนส์ และ(ง) โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน^[22]

2.2.2 ท่อนาโนคาร์บอน

ท่อนาโนคาร์บอนเป็นอีกรูปหนึ่งของธาตุคาร์บอน อะตอมของคาร์บอนเชื่อมโยงกันเป็นตาข่ายที่รูปแบบหกเหลี่ยมและม้วนตัวเข้าหากันเป็นท่อ โดยมีพันธะของคาร์บอนสามพันธะเชื่อมต่อกับคาร์บอนด้วยกัน ส่วนอีกพันธะหนึ่งจะสามารถเคลื่อนที่ไปมาได้ ซึ่งจับพันธะกันในรูปแบบไฮบริดเซชันแบบ sp^2 เช่นเดียวกับแกรไฟต์ ท่อนาโนคาร์บอนถูกค้นพบในปี ค.ศ. 1991 โดยศาสตราจารย์ชาวญี่ปุ่นชื่อ ซุมิโอะ อิจิมะ ซึ่งขณะกำลังสังเคราะห์บัคกี้บอล (bulky balls) หรือโมเลกุลคาร์บอนหกสิบ (C_{60}) โดยใช้วิธีอาร์กดิสชาร์จของแท่งแกรไฟต์ เมื่อสังเกตผลการทดลองของภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่ามีโครงสร้างโมเลกุลชนิดใหม่ของธาตุคาร์บอน ท่อนาโนคาร์บอนแบ่งเป็น 2 ชนิดหลักๆ ตามจำนวนชั้นของผนังท่อ คือ

2.2.2.1 ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว (Single-Walled Nanotubes, SWNTs)^[23]

ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียวมีโครงสร้างเป็นท่อกว้าง ลักษณะเป็นการม้วนของแผ่นแกรไฟต์ (graphene sheet) ให้เป็นท่อทรงกระบอกผนังชั้นเดียว เส้นผ่านศูนย์กลางมีขนาดประมาณ 0.4-2.0 นาโนเมตร นอกจากนั้นท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียวยังสามารถแบ่งเป็น 3 ชนิดตามลักษณะการม้วนตัวของท่อนาโนคาร์บอน ได้แก่ armchair, zigzag และ chiral โดยแต่ละชนิดขึ้นอยู่กับวิธีการจับตัวหรือการจัดเรียงตัวของอะตอมคาร์บอนตามผนังของท่อซึ่งเกิดจากรูปแบบของแผ่นกราฟีนทั้งสองด้านมาบรรจบกันตามทิศทางของ chiral vector (\vec{C}_h) เป็นท่อบิดมีลักษณะเป็นทรงกระบอก กำหนดโดยสัญลักษณ์ทางเวกเตอร์ (n,m) ดังแสดงในรูปที่ 2.3ก มีโครงสร้างเป็นเวกเตอร์ซึ่งสามารถหาได้จากความสัมพันธ์^[23]

$$\vec{C}_h = n\vec{a}_1 + m\vec{a}_2 \quad (2.1)$$

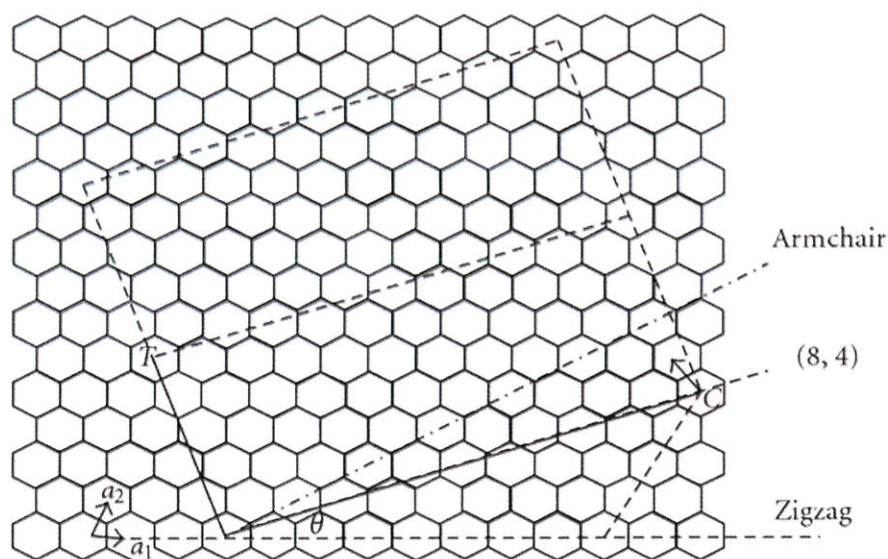
เมื่อ n และ m เป็นเลขจำนวนเต็มโดย $0 \leq m \leq n$ ของเวกเตอร์ a_1 และ a_2 ตามลำดับ ดังนั้น ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว สร้างจากการม้วนตัวของแผ่นแกรไฟต์ขึ้น ดังนั้นสองจุดหัวและท้ายของเวกเตอร์โครอลจะมีค่าเพิ่มขึ้น จากจำนวนเต็ม (n,m) จะได้ค่าเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อ (D) จากความสัมพันธ์^[23]

$$D = \frac{|\bar{C}_h|}{\pi} = \frac{a(n^2 + nm + m^2)^{1/2}}{\pi} \quad (2.2)$$

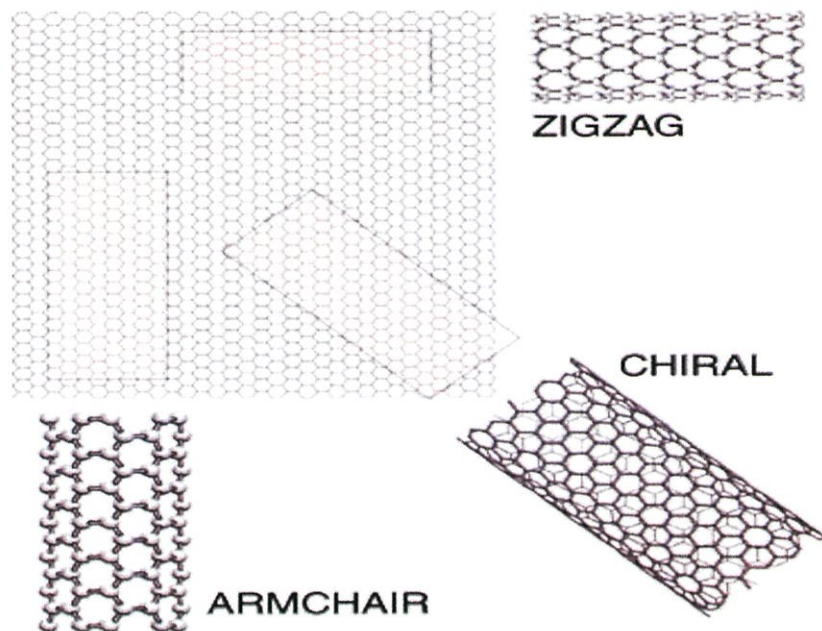
เมื่อ $a = |a_1| = |a_2| = 0.2461$ นาโนเมตร คือค่าคงที่แลตทิซของแกรไฟต์ โดยถ้าแทนค่า $m=n$ เมื่อเป็นท่อนาโนคาร์บอนแบบ armchair $m = 0$ เมื่อเป็นท่อนาโนคาร์บอนแบบ zigzag $n \neq m$ เมื่อเป็นท่อนาโนคาร์บอนแบบ chiral โดยลักษณะของท่อนาโนคาร์บอนทั้ง 3 แบบจะแสดงในรูปที่ 2.3 สำหรับมุมโครอลถูกนิยามว่าเป็นมุมระหว่าง \vec{a}_1 กับ \vec{C}_h และสามารถหามุมโครอลถ้าทราบเวกเตอร์โครอลจากความสัมพันธ์^[23]

$$\theta = \tan^{-1} \left[\frac{3m}{(m+2n)^{1/2}} \right] \quad (2.3)$$

โดยค่า $\theta = 0^\circ$ สำหรับท่อนาโนคาร์บอนแบบ zigzag และ $\theta = 30^\circ$ สำหรับท่อนาโนคาร์บอนแบบ armchair



(ก)

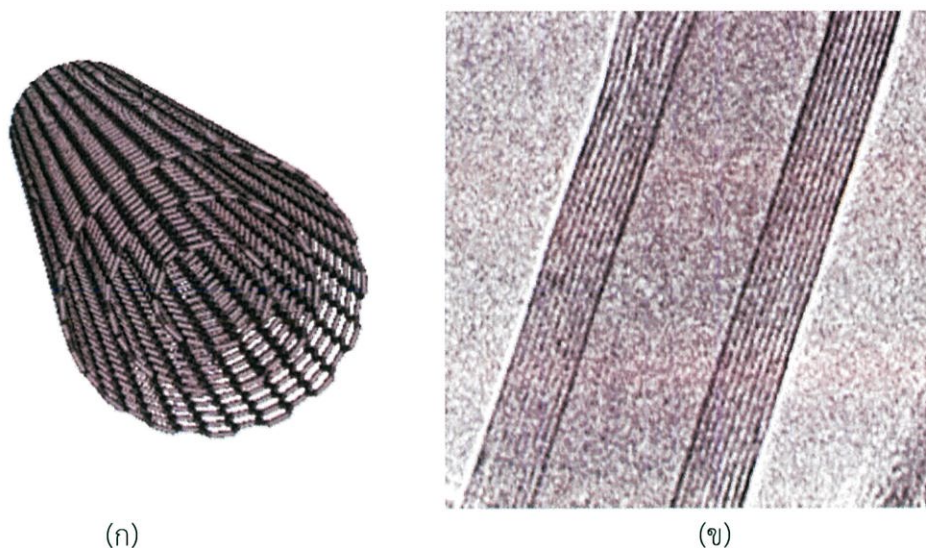


(ข)

รูปที่ 2.3 (ก) แสดงการกำหนดเวกเตอร์เส้นรอบวง (C_n) ของท่อนาโนคาร์บอน
 (ข) แสดงการจำลองการม้วนแผ่นแกรไฟต์เป็นท่อนาโนคาร์บอน^[23]

2.2.2.2 ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น (Multiple-Walled Nanotubes, MWNTs)

ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น มีลักษณะโครงสร้างคล้ายท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว แต่มีลักษณะโครงสร้างภายในที่เป็นการซ้อนตัวของ ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว ตั้งแต่ 2 ท่อขึ้นไป มีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอก อะตอมตามผนังของท่อมีการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ โดยท่อมีแกนร่วมกันและมีระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 0.34-0.39 นาโนเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับระยะระหว่างชั้นกราฟีนที่ซ้อนกันอยู่ในแกรไฟต์ (0.35 นาโนเมตร) ลักษณะการซ้อนกันจะเหมือนกับการซ้อนท่อเล็กในท่อใหญ่ ซึ่งเส้นผ่านศูนย์กลางที่แตกต่างกันนั้น จะมีค่า energy gap ที่แตกต่างกัน โดยขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางจะแปรผกผันกับค่า energy gap ซึ่งส่วนใหญ่ความกว้างของเส้นผ่าศูนย์กลางด้านนอกสุดประมาณ 10-50 นาโนเมตร โดยความยาวซึ่งความสมบูรณ์ของการเรียงตัว และการม้วนเกลียวที่แตกต่างกันไม่สามารถควบคุมอย่างแม่นยำได้ ซึ่งปริมาณจุดบกพร่องที่ค่อนข้างสูง ทำให้ความแข็งแรงต่ำกว่าท่อนาโนคาร์บอนที่เป็นผนังชั้นเดียว ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น (ก) ภาพจำลองท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น
(ข) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน^[24]

2.3 คุณสมบัติของท่อนาโนคาร์บอน

ท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติพิเศษหลายประการ ซึ่งแต่ละคุณสมบัติจะขึ้นอยู่กับลักษณะโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน เช่น ชนิดของท่อ ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลาง และลักษณะการม้วนตัวของท่อ

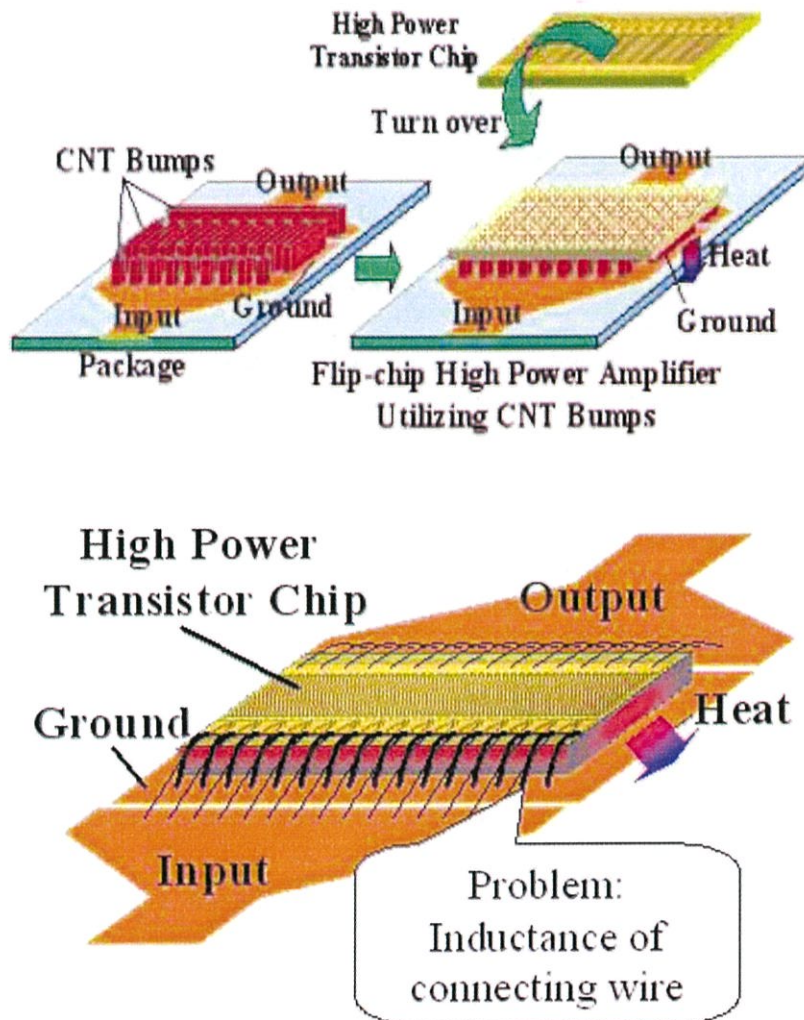
2.3.1 คุณสมบัติทางกล

โครงสร้างเพชรซึ่งเรารู้กันดีว่ามีความแข็งแรงมาก เพราะมีโครงสร้างเป็นโครงตาข่ายสามมิติจากการเชื่อมต่อระหว่างพันธะของอะตอมคาร์บอนทั้งสี่ตำแหน่ง ขณะที่โครงสร้างของแกรไฟต์มีคาร์บอนหนึ่งอะตอมเชื่อมพันธะกับคาร์บอนอีกสามอะตอมในระนาบเดียวกันและอีกพันธะที่เหลือจะทำการยึดกับระนาบถัดไป ในพันธะระนาบเดียวกันของแกรไฟต์มีความแข็งแรงมาก (มากกว่าเพชร) แต่พันธะระหว่างระนาบไม่แข็งแรงมากนักและเลื่อนไถลได้ง่าย

โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน ดังกล่าวมาแล้วซึ่งมีพันธะระหว่างอะตอมคาร์บอนที่ยาวเพียง 0.14 นาโนเมตร (สั้นกว่าเพชร) จึงทำให้โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนแข็งแรงกว่าเพชรและแกรไฟต์ รวมถึงมีน้ำหนักเบาและความยืดหยุ่นอีกด้วย

2.3.2 คุณสมบัติทางความร้อน

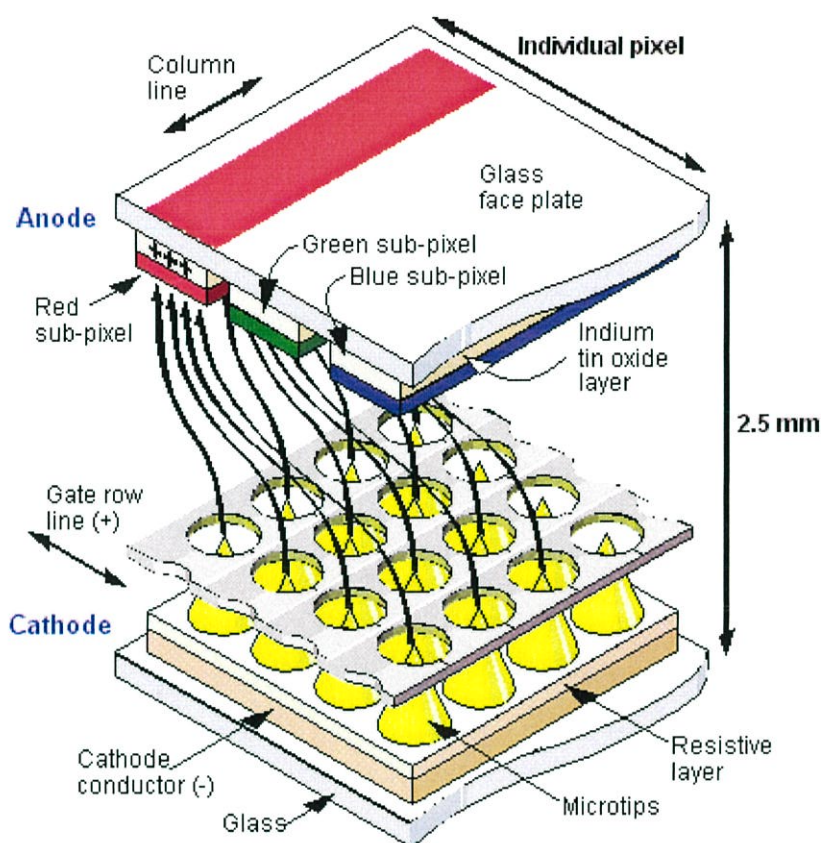
ค่าการนำความร้อนของท่อนาโนคาร์บอนสูงถึง 2000 W/mK โดยมีบางรายงานกล่าวว่า ท่อนาโนคาร์บอนมีการนำความร้อนได้ถึง 6000 W/mK เมื่อเปรียบเทียบกับเพชรที่มีค่าการนำความร้อนเพียง 3320 W/mK นอกจากนี้ท่อนาโนคาร์บอนยังทนต่ออุณหภูมิได้สูงถึง 2800 องศาเซลเซียส ภายใต้สุญญากาศ และ 750 องศาเซลเซียส ในสภาวะปกติ คุณสมบัติเหล่านี้เป็นที่น่าสนใจอย่างมาก ในเชิงกายภาพดังแสดงในรูปที่ 2.5 เป็นการนำคุณสมบัติการนำความร้อนที่ดีของท่อนาโนคาร์บอนมาประยุกต์ใช้ เป็นตัวระบายความร้อนให้กับชิปที่ใช้งานที่กำลังสูง



รูปที่ 2.5 แสดงการใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นตัวระบายความร้อนให้ชิพ^[25]

2.3.3 คุณสมบัติทางไฟฟ้า

ท่อนาโนคาร์บอนมีความสามารถด้านการนำไฟฟ้าได้ดีกว่าทองแดง ซึ่งหนึ่งมัดของท่อนาโนคาร์บอน สามารถนำไฟฟ้าได้ถึง 10^9 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (A/cm^2) ขณะที่ทองแดงได้สูงสุดเพียง 10^6 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร นอกจากนี้คุณสมบัติทางไฟฟ้าอีกอย่างหนึ่งที่น่าสนใจของท่อนาโนคาร์บอน คือ สามารถปลดปล่อยอิเล็กตรอนจากปลายของท่อนาโนคาร์บอนได้ทั้งสถานะสุญญากาศและไม่เป็นสุญญากาศ ซึ่งมีอายุการใช้งานนานกว่า โดยไม่จำเป็นต้องใช้ศักย์ไฟฟ้าสูงมาก ดังแสดงรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 แสดงการปลดปล่อยอิเล็กตรอนจากปลายของท่อนาโนคาร์บอน (Microtips) ในสภาวะสูญญากาศ^[25]

2.4 กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน

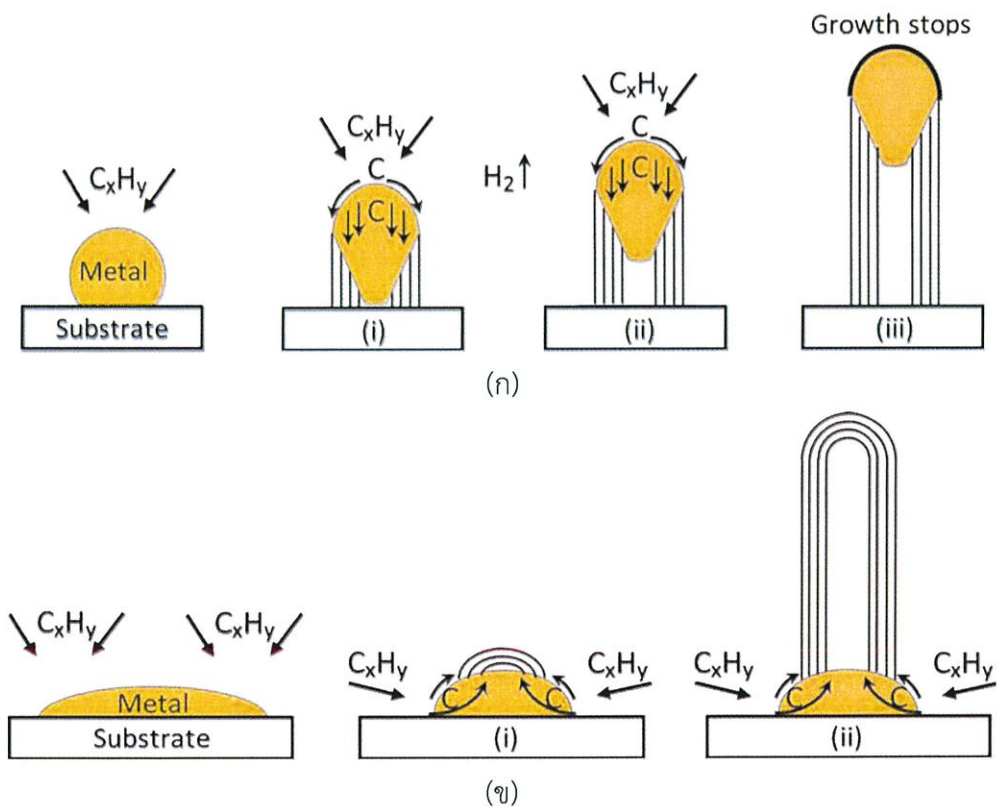
ทฤษฎีกลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอนที่เป็นที่ยอมรับกันอย่างแพร่หลายคือทฤษฎี vapor-liquid-solid (VLS)^[26-27] ซึ่งเกิดจากการให้ความร้อนแก่แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่อุณหภูมิสูงจนทำให้คาร์บอนและธาตุอื่นๆ ที่เป็นสารประกอบของแหล่งกำเนิดคาร์บอน เปลี่ยนสถานะจากของแข็งไปเป็นไอ ซึ่งอะตอมจะแพร่จากบริเวณที่มีอุณหภูมิสูงไปอุณหภูมิที่ต่ำกว่าทำให้เกิดการรวมตัวและควบแน่นเป็นของเหลว แล้วตกตะกอนเป็นของแข็ง ซึ่งจะเกิดบริเวณรอยต่อของพื้นผิวของของเหลวและของแข็ง (liquid alloy–solid interface) ส่งผลให้เกิดการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนโดยอะตอมของคาร์บอนจะมีการจัดเรียงตัวที่เสถียรภายหลังการแตกตัวจากแหล่งกำเนิดคาร์บอน ซึ่งจะเกิดพลังงานอิสระต่ำและรักษารูปที่เสถียรไว้โดยคาร์บอนจะมีอัตราส่วนเสถียรเมื่อมี 3 ปัจจัยหลักคือ 1.) ไม่มีออกซิเจนในสภาพแวดล้อม 2.) อุณหภูมิสูง 3.) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม สำหรับการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนขึ้นอยู่กับลักษณะการเรียงตัวของคาร์บอน สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ลักษณะคือ

2.4.1 กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอนแบบ Tip Growth

เป็นกลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอนในลักษณะที่อะตอมคาร์บอนก่อตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอน ด้านล่างของตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้อนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่ปล่อยท่อ ซึ่งสามารถอธิบายได้คือ ที่อุณหภูมิสูงมากพอจะทำให้ตัวเร่งอยู่ในสถานะของเหลว อะตอมคาร์บอนที่แตกตัวออกมาจะเข้าไปละลายในโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากอุณหภูมิด้านบนของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าด้านล่าง จึงทำให้อะตอมคาร์บอนที่เข้าไปละลายในโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาตกลงมาด้านล่างของโลหะตัวเร่งและก่อตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอนด้านล่างของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาดังแสดงรูปที่ 2.7ก

2.4.2 กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอนแบบ Root Growth

เป็นการเกิดท่อนาโนคาร์บอนในลักษณะที่อะตอมคาร์บอนก่อตัวขึ้นเป็นท่อบนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา และสามารถอธิบายได้คือ ที่อุณหภูมิสูงมากพอ จะทำให้อะตอมคาร์บอนแตกตัวออกมาจากแหล่งกำเนิดคาร์บอนและอุณหภูมิสูงจนทำให้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในสถานะของเหลว อะตอมคาร์บอนที่แตกตัวออกมาจะเข้าไปละลายในโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากอุณหภูมิด้านล่างของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าอุณหภูมิด้านบน จึงเป็นผลให้อะตอมคาร์บอนที่เข้าไปละลายในโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาลอยขึ้นด้านบนของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาและก่อตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาดังแสดงรูปที่ 2.7ข



รูปที่ 2.7 แสดงกลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอนแบบ (ก) Tip Growth (ข) Root Growth ^[26]

2.5 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน^[22]

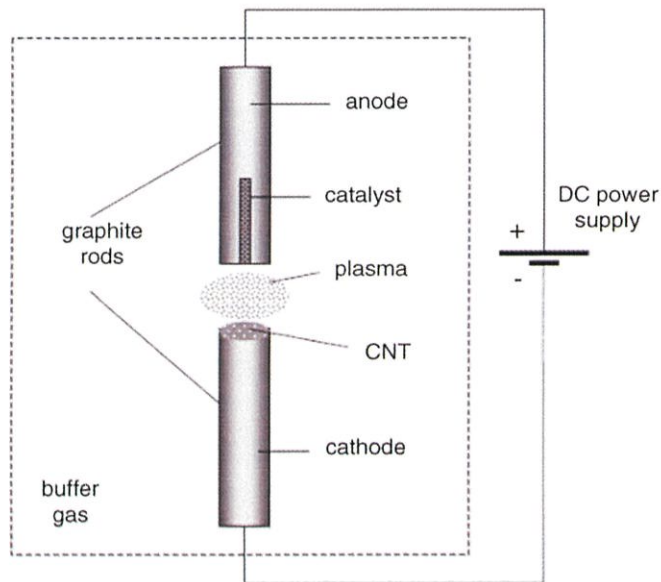
การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีด้วยกันหลายวิธี ซึ่งถ้าพิจารณาตามเฟสของแหล่งกำเนิดคาร์บอนที่ใช้ในการสังเคราะห์ สามารถแบ่งเทคนิคการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนออกเป็น 2 กลุ่ม คือ 1.) แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นของแข็ง (solid phase) 2.) แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นแก๊ส (gas phase)

2.5.1 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นของแข็ง

ในปัจจุบันนักวิทยาศาสตร์และนักวิจัยทั่วโลกต่างทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์ โดยวิธีการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นของแข็งมี 2 วิธีหลักๆ ที่นิยมใช้กัน คือ อาร์คดิสชาร์จ (Arc-discharge) และระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser vaporization)

2.5.1.1 อาร์คดิสชาร์จ (Arc discharge)

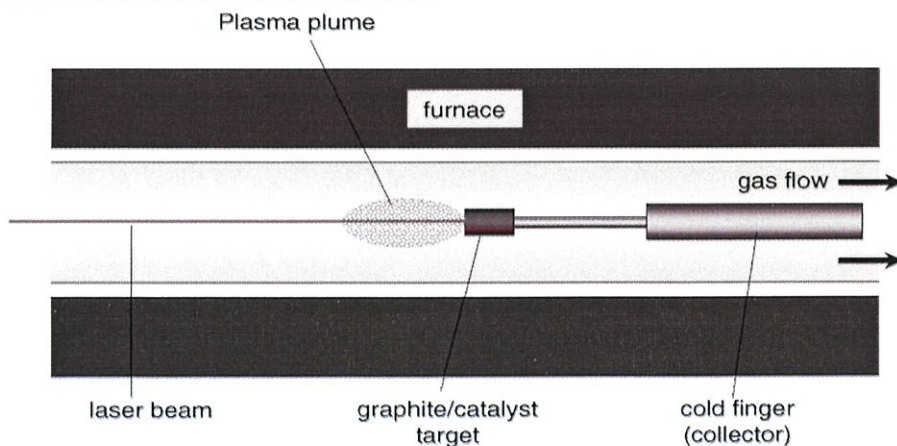
อาร์คดิสชาร์จเป็นวิธีเริ่มแรกที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยใช้กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 20-200 แอมแปร์ ที่ความต่างศักย์ประมาณ 20-40 โวลต์ ตกคร่อมแท่งแกรไฟต์สองแท่งที่วางใกล้ๆกัน โดยระยะห่างระหว่างปลายแท่งประมาณ 1-3 มิลลิเมตร ภายในระบบซึ่งเป็นห้องปฏิกิริยาที่เต็มไปด้วยก๊าซเฉื่อย เช่น ฮีเลียม อาร์กอน หรือไนโตรเจนเหลวที่ความดันต่ำระหว่าง 100-500 Torr จนทำให้คาร์บอนเกิดการแตกตัวกลายเป็นพลาสมา จากนั้นคาร์บอนที่แตกตัวจะเกิดการควบแน่นและก่อตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอนที่ขั้วแคโทด อาร์คดิสชาร์จ แสดงได้ดังรูปที่ 2.8 สำหรับการควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนขึ้นปัจจัยต่างๆ เช่น ความดัน อุณหภูมิ และตัวเร่งปฏิกิริยา วิธีการนี้ยังสามารถควบคุมท่อนาโนคาร์บอนให้เป็นท่อนาโนคาร์บอนแบบท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว หรือท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น สำหรับท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว ใช้แท่งแกรไฟต์ ที่ผสมด้วยอนุภาคของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น เหล็ก, โคบอล, นิกเกิลหรือโมลิตินัม ที่ขั้วแอโนดและถ้าใช้แท่งแกรไฟต์ บริสุทธิ์โดยไม่ผสมโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์เป็นท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น อย่างไรก็ตามท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีอาร์คดิสชาร์จจะได้ท่อนาโนคาร์บอนที่มีสิ่งเจือปน อาทิเช่น เชม่า และท่อนาโนคาร์บอนมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอ^[26]



รูปที่ 2.8 แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีอาร์คดิสชาร์จ^[26]

2.5.1.2 ระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser vaporization)

ในปี 1995 Richard Smalley และทีมวิจัยแห่งมหาวิทยาลัยไรซ์ ประเทศสหรัฐอเมริกาได้ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แสงเลเซอร์พลังงานสูง หลักการคือการใช้แสงเลเซอร์พลังงานสูงยิงไปที่เป้าหมายซึ่งเป็นแท่งแกรไฟต์ในเตาเผาที่มีอุณหภูมิประมาณ 1200-1500 องศาเซลเซียส ทำให้แท่งแกรไฟต์ระเหิดกลายเป็นไอของคาร์บอน แล้วใช้ก๊าซเฉื่อย เช่น อาร์กอนหรือฮีเลียม เป็นตัวพาไอออกไปกระทบกับท่อหล่อเย็น ไอของคาร์บอนจะจับตัวกันก่อเกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนดังแสดงในรูป 2.9 โดยเลเซอร์ที่ใช้จะมี 2 ชนิด คือ เลเซอร์แบบเป็นจังหวะ (pulsed laser) และเลเซอร์แบบต่อเนื่อง (continuous laser) สำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีนี้เมื่อผสมโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าไปผสมกับแท่งแกรไฟต์ ปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนที่ได้มีมากกว่า 70 เปอร์เซ็นต์และมีความบริสุทธิ์สูงมาก นอกจากนั้นยังสามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อได้ตามต้องการ อย่างไรก็ตามวิธีนี้จำเป็นต้องใช้แหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์กำลังสูงและมีค่าใช้จ่ายสูงจึงนิยมใช้สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว



รูปที่ 2.9 แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนระเหยด้วยเลเซอร์^[26]

ตารางที่ 2.1 สรุปการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนระหว่างอาร์คดิสชาร์จและระเหยด้วยเลเซอร์

	อาร์คดิสชาร์จ	ระเหยด้วยเลเซอร์
การสังเคราะห์	ป้อนกระแสไฟฟ้าสูงประมาณ 100 แอมแปร์ ระหว่างแท่งแกรไฟต์ที่อยู่ห่างกันประมาณ 1 มิลลิเมตร เพื่อสร้างสถานะพลาสมาเพื่อเกิดการก่อตัวท่อนาโนคาร์บอนขึ้นจากคาร์บอนที่แตกตัว	ใช้เลเซอร์พลังงานสูงยิงใส่แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีอุณหภูมิประมาณ 1,200 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการระเหยของคาร์บอนย้อนจากนั้นก่อตัวขึ้นเป็นท่อนาโนคาร์บอน
ท่อนาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว	<ul style="list-style-type: none"> - ขนาดสั้น - เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.6-1.4 นาโนเมตร 	<ul style="list-style-type: none"> - ขนาดยาว (ประมาณ 5-20 นาโนเมตร) - เส้นผ่านศูนย์กลาง 1-2 นาโนเมตร
ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น	<ul style="list-style-type: none"> - ขนาดสั้น - เส้นผ่านศูนย์กลางใน 1-3 นาโนเมตร - เส้นผ่านศูนย์กลางนอกประมาณ 10 นาโนเมตร 	วิธีการนี้มีค่าใช้จ่ายสูงมากไม่คุ้มสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น
ผลผลิต	เป็นวิธีการที่ง่ายและเสียค่าใช้จ่ายไม่มาก สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ได้โดยไม่ต้องใช้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถทำได้ในความดันบรรยากาศห้อง	ผลผลิตที่ได้ส่วนใหญ่เป็นท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว ความบริสุทธิ์สูง มีความผิดพลาดของท่อนาโนคาร์บอนต่ำ

2.5.2 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนที่ใช้แหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีเฟสเป็นของแก๊ส

2.5.2.1 กระบวนการตกสะสมไอเคมี (Chemical Vapor Deposition : CVD)

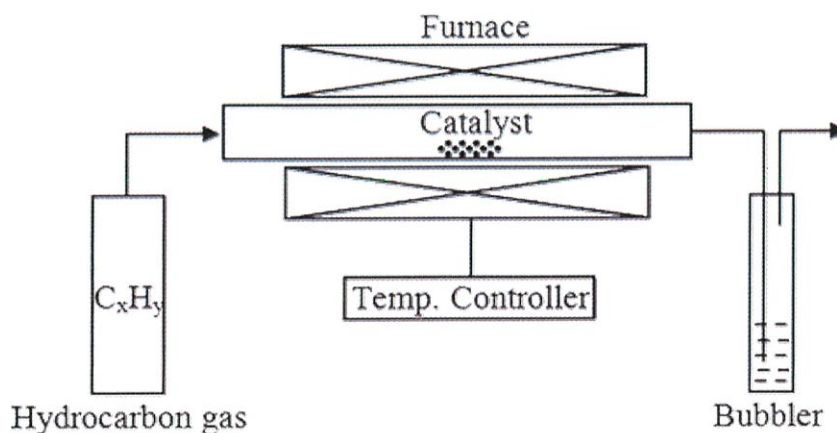
กระบวนการตกสะสมไอเคมี เป็นกระบวนการที่นิยมใช้กันมากในปัจจุบัน เนื่องจากสามารถสังเคราะห์ทั้ง ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียวและท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น มีต้นทุนในการผลิตต่ำ นอกจากนี้ยังควบคุมลักษณะการจัดเรียงตัวของท่อนาโนคาร์บอนบนฐานรองรับ หลักการโดยการใส่แก๊สที่เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนกับแก๊สพาหะเข้าไปในการทำปฏิกิริยา สำหรับแก๊สพาหะที่นิยมใช้เป็นแก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอน ฮีเลียม เป็นต้น สำหรับแก๊สแหล่งกำเนิดคาร์บอน เช่น แก๊สพวก

ไฮโดรคาร์บอน (มีเทน (CH₄), อะเซทีน (C₂H₂), อะซีโตน ((CH₃)₂CO)) หรือแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ เป็นต้น โดยใช้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 600-1200 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการแตกตัวของอะตอมคาร์บอนและก่อตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอนบนอนุภาคของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาจำพวกโลหะทรานซิชัน (เหล็ก, นิกเกิล, โคบอลต์, โมลิบดีนัมหรืออัลลอย) ภายใต้กระบวนการที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาทางเคมีต่างๆ เช่น ปฏิกิริยา catalysis enhanced thermal cracking (C_xH_y → xC + y/2 H₂) สำหรับแก๊สไฮโดรคาร์บอนหรือปฏิกิริยา catalysis-enhanced disproportionation (2CO → C + CO₂) สำหรับคาร์บอนมอนอกไซด์

กระบวนการดังกล่าวข้างต้นเป็นหลักการทั่วไปที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ปัจจุบันได้มีการพัฒนาวิธีการและเทคโนโลยีต่างๆ สำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยการตกสะสมไอเคมี สามารถแบ่งออกเป็นวิธีย่อยๆ ได้หลายวิธี ปัจจุบันสามารถแยกย่อยตามความแตกต่างของการแยกแก๊สและการเตรียมโลหะตัวเร่ง ซึ่งแบ่งออกเป็น 5 วิธีใหญ่^[28] คือ

2.5.2.1.1 กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน (Thermal chemical vapor deposition)

กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อนสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนได้ทั้งท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว และท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น โดยวิธีนี้นิยมใช้ เหล็ก นิกเกิล โคบอลต์ หรือโลหะผสมของทั้งสามชนิดนี้เป็นโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาให้ตกเคลือบบนฐานรองรับหลังจากนำฐานรองรับสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ในห้องเผาซึ่งจะใช้อุณหภูมิประมาณ 500-1000 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนกับแก๊สเฉื่อยแสดงดังรูป 2.10

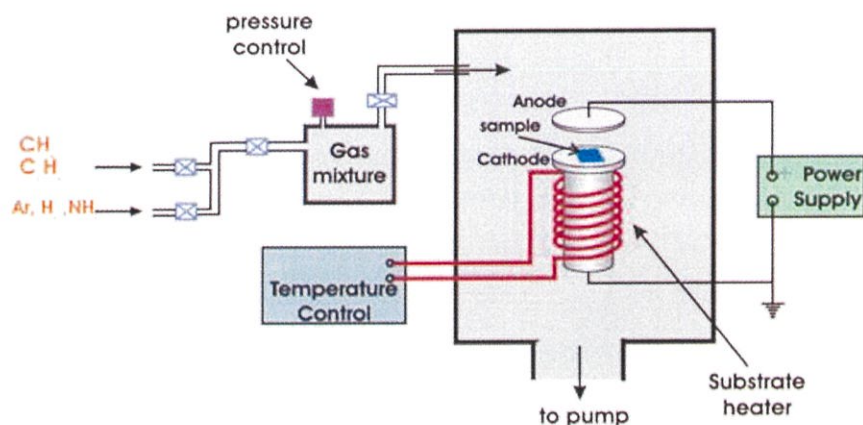


รูปที่ 2.10 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอสารเคมีด้วยความร้อน^[27]

2.5.2.1.2 กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยพลาสมา (Plasma enhanced chemical vapor deposition : PE-CVD)

กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยพลาสมาสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 400 องศาเซลเซียส แต่ส่วนมากจะสังเคราะห์ได้ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นเท่านั้น วิธีการ

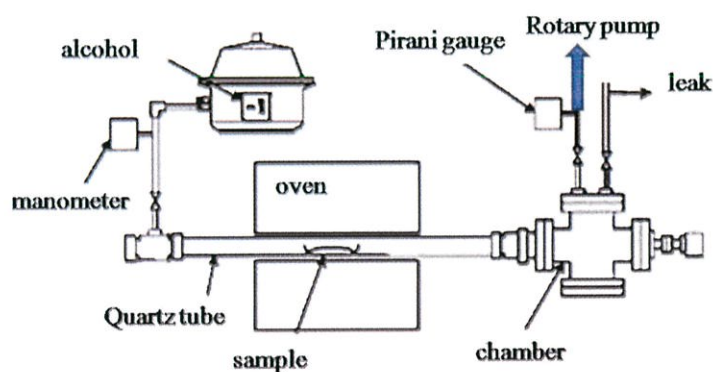
สังเคราะห์จะเป็นการให้ความต่างศักย์สูงระหว่างขั้วอิเล็กโทรดเพื่อให้แก๊สไฮโดรคาร์บอนเกิดการแตกตัวและตกบนฐานรองรับ เช่น ซิลิกอน ซิลิกอนไดออกไซด์และแก้ว เป็นต้น โดยมีโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น เหล็ก นิกเกิล และ โคบอลต์ เคลือบอยู่บนพื้นผิวของฐานรองรับเพื่อช่วยให้เกิดการจัดเรียงตัวของอะตอมคาร์บอนเป็นท่อนาโนคาร์บอนแสดงดังรูป 2.11



รูปที่ 2.11 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอสารเคมีด้วยพลาสมา^[28]

2.5.2.1.3 กระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์ (Alcohol catalytic chemical vapor deposition : ACVD)

กระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนซึ่งจะทำปฏิกิริยากับโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น เหล็กและโคบอลต์ ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 550 องศาเซลเซียส ขึ้นไปเพื่อให้เกิดกระบวนการตกสะสมไอสารเคมีได้อย่างรวดเร็วยิ่งขึ้นแสดงดังรูป 2.12

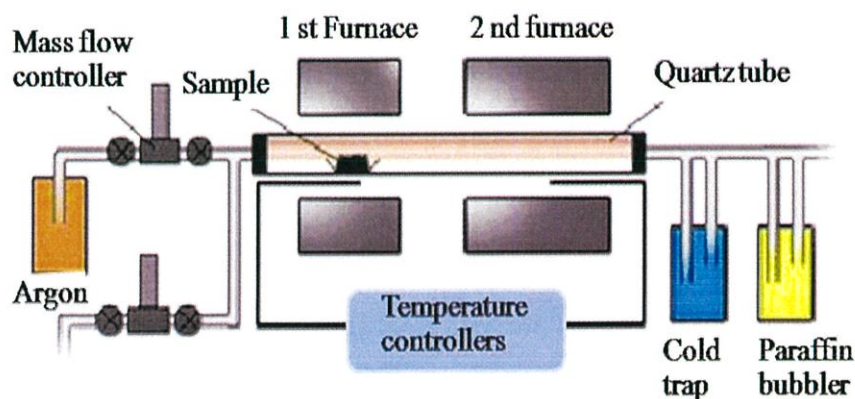


รูปที่ 2.12 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์^[28]

2.5.2.1.4 กระบวนการสังเคราะห์จากสถานะไอ (Vapor phase growth)

กระบวนการสังเคราะห์จากสถานะไอเป็นการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่มีการแบ่งพื้นที่ในห้องทดลองเป็นสองส่วน โดยวางภาชนะใส่ผงโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาในพื้นที่ส่วนแรกซึ่งมีอุณหภูมิต่ำ

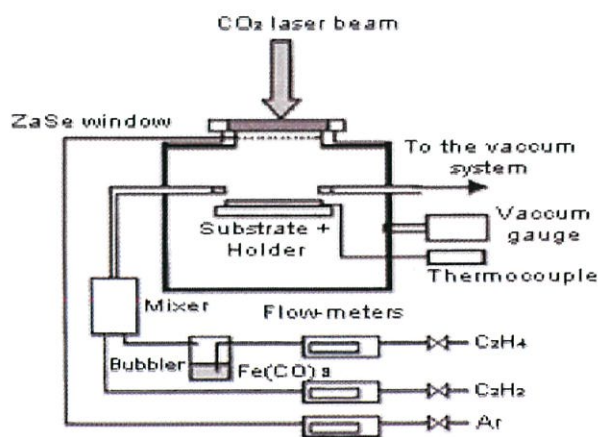
กว่าพื้นที่ส่วนที่สอง เมื่อปล่อยก๊าซไฮโดรคาร์บอนเข้ามาภายในห้องทดลองแก๊สจะพาไอของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น เหล็กเพนตะคาร์บอนิว $\text{Fe}(\text{CO})_5$ แทนที่จะเป็นอนุภาคของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่ระเหยออกไปรวมตัวกันในพื้นที่ส่วนที่สองและเกิดการจัดเรียงตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอนขึ้นโดยท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2-4 นาโนเมตรและท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 70-100 นาโนเมตรแสดงดังรูป 2.13



รูปที่ 2.13 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการสังเคราะห์จากสถานะไอ^[28]

2.5.2.1.5 กระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งความร้อน (Laser-assisted thermal chemical vapor deposition : LCVD)

กระบวนการนี้ใช้เลเซอร์เป็นแหล่งให้ความร้อนและใช้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาจากไอระเหยของสารละลายเช่น เหล็กเพนตะคาร์บอนิว เป็นต้น โดยไอระเหยของเหล็กจะผสมกับแก๊สไฮโดรคาร์บอนในห้องผสม จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นด้วยลำแสงเลเซอร์ทำให้มีการก่อตัวของตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอนบนอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กที่ได้จากการแตกตัวของเหล็กเพนตะคาร์บอนิวแสดงดังรูป 2.14



รูปที่ 2.14 แผนภาพการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอเคมีที่ใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งความร้อน^[28]

กระบวนการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีทั้งหมดแสดงในตารางที่ 2.2 สามารถอธิบายได้ว่า แต่ละกระบวนการมีข้อแตกต่างกัน กระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อนเป็นกระบวนการที่นิยมเนื่องจากสามารถสังเคราะห์ได้ทั้งท่อนาโนคาร์บอนแบบท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว และท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ส่วนกระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยพลาสมาสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนได้ที่อุณหภูมิต่ำ แต่ท่อนาโนคาร์บอนที่ถูกสังเคราะห์โดยกระบวนการนี้ส่วนมากจะเป็นท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น เท่านั้น ส่วนกระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์มีหลักการเดียวกันกับกระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อนเพียงแต่ใช้แอลกอฮอล์ไปทำปฏิกิริยากับโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อเกิดกระบวนการตกสะสมไอเคมีได้รวดเร็วยิ่งขึ้น ข้อดีของกระบวนการนี้คือง่ายและใช้ค่าใช้จ่ายต่ำ แต่ส่วนกระบวนการแบ่งเฟสในการสังเคราะห์และกระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งความร้อนใช้ก๊าซของโลหะ เช่น สารละลายเหล็กเพนตะคาร์บอนิว อนุภาคของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา สองกระบวนการหลังนี้สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนได้จำนวนมาก แต่มีข้อเสียคือไม่สามารถควบคุมทิศทางและตำแหน่งของท่อนาโนคาร์บอนได้และแก๊สที่ใช้ส่วนมากเป็นพิษ เช่น คาร์บอนมอนอกไซด์ เป็นต้น

ตารางที่ 2.2 สรุปการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีแบบต่างๆ^[28]

กระบวนการ	Thermal CVD	PE-CVD	ACVD	Vapor phase growth	LCVD
วิธีการแยก ก๊าซ	โดยความร้อน	โดยพลาสมา	โดยความร้อน	โดยความร้อน	โดยความร้อน และความดันสูง
โลหะตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อนุภาคโลหะ	อนุภาคโลหะ	อนุภาคโลหะ	ใช้แก๊สของ โลหะ	ใช้แก๊สของ โลหะ
ผลการ สังเคราะห์	สังเคราะห์ ท่อ นาโนคาร์บอน ผนังชั้นเดียว, ท่อนาโน คาร์บอนผนัง หลายชั้น และ มีขนาดยาว	สังเคราะห์ได้ แต่ ท่อนาโน คาร์บอนผนัง หลายชั้น กำหนดทิศทาง ของท่อนาโน คาร์บอนได้	สังเคราะห์ ท่อ นาโนคาร์บอน ผนังชั้นเดียว, ท่อนาโน คาร์บอนผนัง หลายชั้น ได้ และค่าใช้จ่าย ถูก	ท่อนาโน คาร์บอนที่มี ยาวมากๆได้	มีความบริสุทธิ์ สูง (>80%)

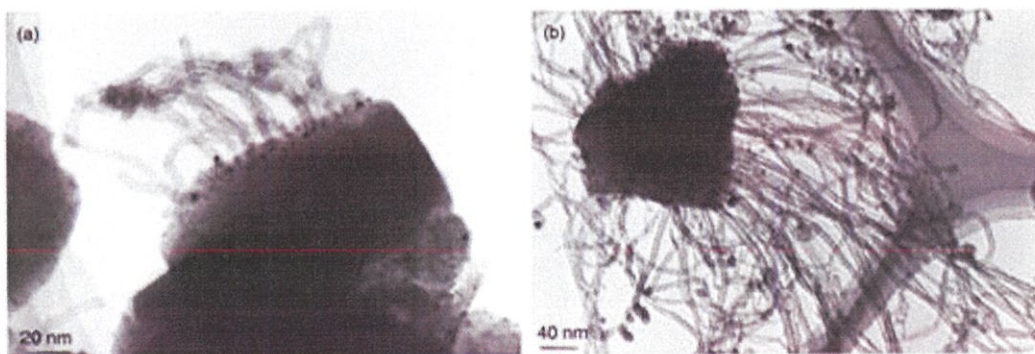
2.6 อิทธิพลที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

ในวงการนาโนเทคโนโลยีการศึกษาและวิจัยเกี่ยวกับท่อนาโนคาร์บอนเริ่มต้นตัวมากขึ้น นับตั้งแต่ ดร.ซูมิโอะ อิจิมะ ค้นพบท่อนาโนคาร์บอนขึ้นเป็นครั้งแรก ในปัจจุบันมีงานวิจัยที่รายงานเกี่ยวกับปัจจัยและอิทธิพลที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งปัจจัยต่างๆเหล่านี้ส่งผลต่อ

ปริมาณ ชนิด คุณภาพ รูปร่างและโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน โดยปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ได้แก่ อุณหภูมิ, ชนิดของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา, อัตราการไหล และความดัน เป็นต้น

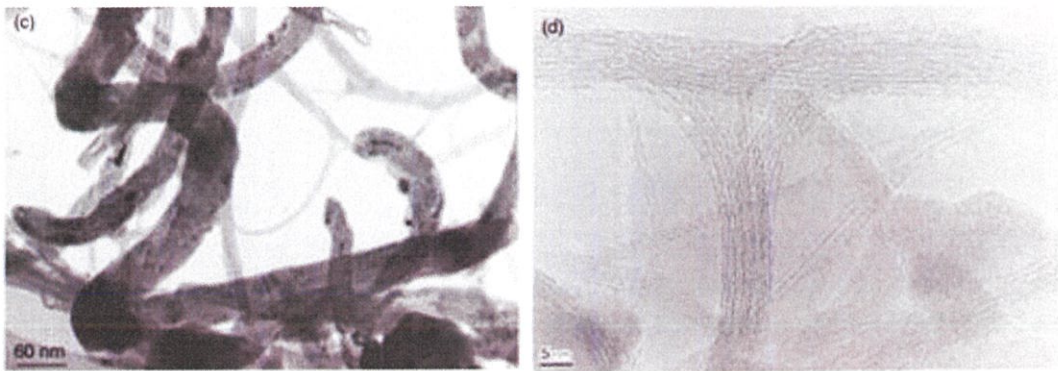
2.6.1 อิทธิพลจากอุณหภูมิในการสังเคราะห์

จากรายงานการวิจัยต่างๆ นอกจากชนิดของแหล่งกำเนิดคาร์บอนและแก๊สพาหะแล้ว อุณหภูมิและเวลาก็เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนอีกด้วย ปัจจัยต่างๆเหล่านี้เป็นปัจจัยที่กำหนดเงื่อนไขการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน^[29] สำหรับอุณหภูมิในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมี โดยทั่วไปอยู่ที่ 550-1000 องศาเซลเซียส โดยทั้งนี้ช่วงอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมขึ้นอยู่กับปัจจัยอื่นๆด้วย เช่น ชนิดของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยากับฐานรองรับ เป็นต้น โดย M. Kumar et al.^[27] ได้ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อโครงสร้างและรูปร่างของท่อนาโนคาร์บอนจากการสังเคราะห์โดยกระบวนการตกสะสมไอเคมีทางความร้อนที่ช่วงอุณหภูมิ 500-1000 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ตั้งแต่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส โดยที่อัตราการเติบโต ปริมาณ ความหนาแน่นและค่าเฉลี่ยเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงขึ้นและมีการพบท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 850-900 องศาเซลเซียส ในขณะที่ Zhu et al.^[36] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนไฟเบอร์กราฟาइट พบว่าท่อนาโนคาร์บอนจะเกิดในช่วงอุณหภูมิจำกัดช่วงหนึ่ง เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิต่ำ (ช่วง 650-800 องศาเซลเซียส) พบท่อนาโนคาร์บอนก่อตัวบนพื้นผิวไฟเบอร์ ในขณะที่สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิสูง (มากกว่า 800 องศาเซลเซียส) กลับไม่พบท่อนาโนคาร์บอนก่อตัวขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเกิดการแพร่ของอนุภาคเหล็กเข้าไปในพื้นผิวไฟเบอร์มากขึ้น จึงทำให้ไม่เกิดท่อนาโนคาร์บอนขึ้น ในขณะเดียวกันกับ Maruyama et al.^[30] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีทางความร้อนโดยใช้แอลกอฮอล์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน พบว่าสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว ได้ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส



(ก)

(ข)



(ค)

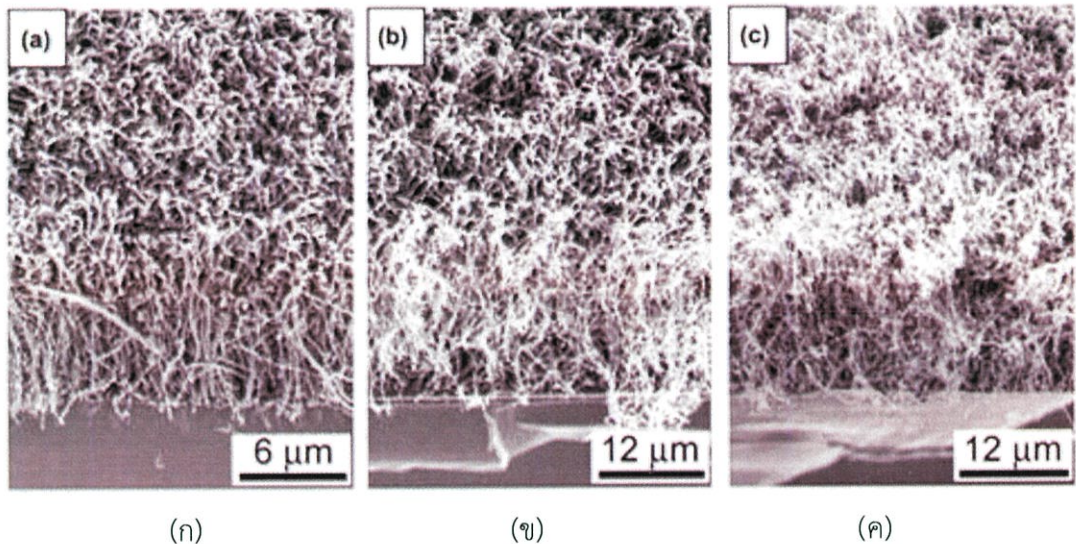
(ง)

รูปที่ 2.15 ภาพถ่ายจากกล้อง TEM แสดงท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ที่อุณหภูมิต่ำ ณ ความดันบรรยากาศ (ก) 550 องศาเซลเซียส (ข) 600 องศาเซลเซียส (ค) 900 องศาเซลเซียส (ง) ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส^[27]

2.6.2 อิทธิพลจากตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นหนึ่งในปัจจัยสำคัญที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน สำหรับอนุภาคโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ ได้แก่ นิกเกิล เหล็กและโคบอลต์ โดย Nagaraju et al.^[31] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่ประกอบด้วย เหล็ก โคบอลต์และเหล็ก/โคบอลต์ ซึ่งใช้ฐานรองรับที่เป็นอะลูมินาหรือซิลิกา พบว่าสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ที่มีคุณภาพดีที่สุดในที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยใช้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างเหล็กและโคบอลต์บนฐานรองรับอะลูมินา ต่อมา Lin et al.^[32] ได้ศึกษาท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดจากกระบวนการสะสมไอเคมีแบบ Bias enhance microwave plasma ที่ใช้แก๊สมีเทน/คาร์บอนไดออกไซด์ (CH_4/CO_2) เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนบนฐานรองรับเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 ซึ่งประกอบด้วยเหล็ก 70 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก โครเมียม 19 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก และนิกเกิล 9 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดท่อนาโนคาร์บอน คือ เหล็กและนิกเกิล เช่นเดียวกับ Ghorbani et al.^[33] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304L ด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีโดยมีแหล่งกำเนิดของคาร์บอนจาก $\text{CO}/\text{H}_2 = 1/1$ โดยการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการการสีก่อนแบบ metal dusting พบว่าอนุภาคนาโนที่ปลายด้านหนึ่งของท่อนาโนคาร์บอนมีส่วนประกอบเป็นเหล็กและนิกเกิล ในขณะที่ Seo et al.^[34] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนแผ่นเวเนเดียมที่อุณหภูมิ 720 องศาเซลเซียส ซึ่งประกอบด้วยโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเหล็ก นิกเกิล และโคบอลต์ โดยใช้เซทิลีนเป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน พบว่าท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ มีคุณภาพดีที่สุดในที่อุณหภูมิ 720 องศาเซลเซียส ซึ่งประกอบด้วยโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเหล็ก นิกเกิล และโคบอลต์ โดยใช้เซทิลีนเป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน พบว่าท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10-15 นาโนเมตร เช่นเดียวกับ Lee et al.^[35] ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นนิกเกิล เหล็กและโคบอลต์ต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมี พบว่าอัตราการเติบโต

ของท่อนาโนคาร์บอนจะมีค่ามากที่สุดเมื่อใช้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นนิกเกิล โคบอลต์และเหล็ก ตามลำดับ และค่าเฉลี่ยเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนจะมีค่ามากที่สุดเมื่อใช้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็ก โคบอลต์ และนิกเกิล ตามลำดับ ในขณะที่ค่าความสมบูรณ์ของท่อนาโนคาร์บอนจะมีค่ามากที่สุดเมื่อใช้เหล็กเป็นโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา ในส่วนของ Park et al.^[36] สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น บนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นทั้งสแตน ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีการจัดเรียงตัวที่ดีบนฐานรองรับและมีความบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 2.16 ภาพถ่ายจาก SEM แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ (ก) เหล็ก (ข) โคบอลต์ (ค) นิกเกิล บนฐานรองรับซิลิกอนไดออกไซด์ภายใต้อัตราการไหลของอะเซทิลีน 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส^[35]

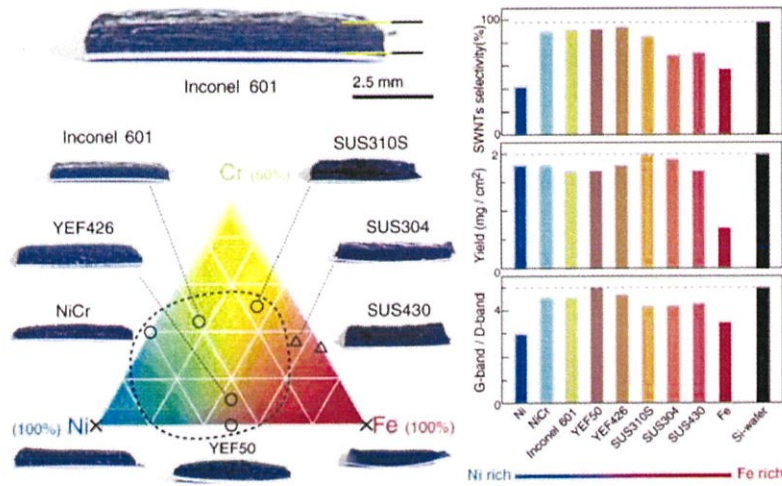
2.6.3 อิทธิพลของอัตราการไหลและความดัน

การศึกษาอิทธิพลทางด้านอื่นๆที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เช่น อิทธิพลของอัตราการไหลของแหล่งกำเนิดคาร์บอนและก๊าซพาหะซึ่ง Liu et al.^[37] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีที่มีค่าอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนระหว่าง 50-250 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที พบว่าอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนส่งผลต่อคุณภาพของท่อนาโนคาร์บอน โดยอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนที่เหมาะสมคือ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที นอกจากนี้ Zhangyi et al.^[38] ได้ศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลของก๊าซอะเซทิลีนต่อโครงสร้างและรูปร่างของท่อนาโนคาร์บอน พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซอะเซทิลีนสูงขึ้น ส่งผลให้ค่าเฉลี่ยเส้นผ่านศูนย์กลาง น้ำหนักและโครงสร้างอสัณฐานของท่อนาโนคาร์บอนมีค่าเพิ่มขึ้น ในขณะการศึกษาอิทธิพลของความดันต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีของ Lin et al.^[39] พบว่าเมื่อความดันสูงขึ้นท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลง ซึ่งอัตราการเติบโตของท่อนาโนคาร์บอนมีค่าระหว่าง 1-3 ไมโครเมตรต่อนาทีและ

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนมีค่าน้อยกว่า 30 นาโนเมตร สำหรับการสังเคราะห์ที่ความดันต่ำพบว่าจะมีอัตราการเติบโตเท่ากับ 0.1 ไมโครเมตรต่อนาที่และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 60-80 นาโนเมตร

2.6.4 อิทธิพลของปัจจัยอื่นๆ

นอกเหนือจากการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยพื้นฐานต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เช่น อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ อัตราการไหลของแหล่งกำเนิดคาร์บอนและก๊าซพาหะ ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา ยังมีปัจจัยอื่นๆที่น่าสนใจ ได้แก่ สภาพพื้นผิว ชนิดของฐานรองรับ เป็นต้น ซึ่งสามารถนำมาพัฒนาแนวคิดเกี่ยวกับวิธีการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยตรงบนฐานรองรับที่ปราศจากการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่ง Du และ Pan^[40] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยตรงบนนิกเกิล พบว่าการเติบโตของท่อนาโนคาร์บอนขึ้นอยู่กับบริเวณที่เติบโตและอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยการสังเคราะห์ในอุณหภูมิต่ำ อนุภาคขนาดนาโนเมตรของฐานรองรับจะทำหน้าที่เป็นบริเวณที่เกิดผลึกนิวเคลียสของท่อนาโนคาร์บอน ในขณะที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง ขอบเกรนและตำแหน่งตำแหน่งจะทำหน้าที่เป็นบริเวณที่เกิดนิวเคลียสของท่อนาโนคาร์บอน อย่างไรก็ตามจากงานวิจัยต่างๆพบว่าการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้ฐานรองรับที่เป็นโลหะบริสุทธิ์ที่มีส่วนประกอบของอนุภาคโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา จะได้ท่อนาโนคาร์บอนที่มีลักษณะโค้งงอคล้ายกับเส้นสปาเก็ตตี้และปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีความหนาแน่นต่ำ จึงมีงานวิจัยบางงานที่ศึกษาเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติพื้นผิวของฐานรองรับ ดังที่ Mata et al.^[41] ได้ศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของฐานรองรับด้วยวิธี wet-chemical etching ซึ่งสามารถปรับปรุงคุณภาพของท่อนาโนไฟเบอร์ที่สังเคราะห์ได้ นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะผสมที่มีส่วนผสมของตัวเร่งปฏิกิริยาแทนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะบริสุทธิ์ เช่นงานวิจัยของ Sabeti et al.^[42] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกตะกอนไอเคมีทางความร้อนบนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 โดยใช้เซเชทิลีนเป็นแหล่งกำเนิดของคาร์บอนบนฐานรองรับที่มีความขรุขระแตกต่างกันจากการยิงพื้นผิวด้วยไอออนของอาร์กอน พบว่าท่อนาโนคาร์บอนเติบโตได้ดีบนฐานรองรับที่มีความขรุขระของพื้นผิวมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าบริเวณที่เกิดผลึกนิวเคลียสของท่อนาโนคาร์บอนมีจำนวนมากบนพื้นผิวที่ขรุขระ นอกจากนี้เหล็กกล้าไร้สนิม ได้รับความสนใจจากนักวิจัยมากมาย เพื่อใช้ในการศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เช่น Dalkeun Park et al.^[43] ได้นำเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 มาศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยตรงด้วยกระบวนการตกตะกอนไอเคมีแบบ Plasma enhance และกระบวนการตกตะกอนไอเคมีทางความร้อน โดยการเตรียมพื้นผิวฐานรองรับโดยการกัดผิวให้มีความขรุขระด้วยสารละลายไฮโดรเจนฟลูออไรด์ (HF) ก่อนการสังเคราะห์ พบการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ขึ้น เช่นเดียวกับ Carole E. Baddour et al.^[44] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยตรงบนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304 ที่ปราศจากการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการกัดพื้นผิวฐานรองรับด้วยไฮโดรคลอริกที่เวลาที่แตกต่างกัน พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการกัดพื้นผิวของฐานรองรับเพิ่มมากขึ้น ความหนาแน่นของท่อนาโนคาร์บอนก็จะเพิ่มมากขึ้นด้วย และเป็นท่อนาโนคาร์บอนประเภทท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น อีกทั้งยังมีงานวิจัยของ Hiraoka et al.^[45] ที่ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนเทคนิค water-assisted CVD และประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะผสมต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนโลหะอัลลอยด์ชนิดต่างๆด้วยวิธี Water Assisted CVD^[45]

บทที่ 3

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้องกับเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติก

3.1 บทนำ

การศึกษาโครงสร้างจุลลักษณะของวัสดุ เป็นการศึกษาพื้นผิวของวัสดุที่ผ่านกรรมวิธีทางความร้อนต่างๆ ซึ่งต้องใช้อุปกรณ์พิเศษในการศึกษา เช่น กล้องจุลทรรศน์ (microscope) เพื่อตรวจสอบโครงสร้างของวัสดุแต่ละชนิดที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวของด้วยการขัดผิวจนมันเป็นเงา และนำไปกัดกรด (etching) เพื่อตรวจสอบลักษณะของเกรน ขนาดของเกรน ระยะห่างหรือการจับกลุ่มเรียงตัวของเกรน

โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมมีลักษณะที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับองค์ประกอบ โดยเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติกมีโครงสร้างจุลภาคที่น่าสนใจ กล่าวคือ การที่ท่อนาโนคาร์บอนจะสามารถก่อตัวขึ้นได้นั้น จำเป็นต้องมีอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่บนฐานรองรับที่ต้องการสังเคราะห์ เราจึงได้ทำการศึกษาคคุณสมบัติต่างๆของฐานรองรับเหล็กกล้าไร้สนิม ซึ่งในบทนี้จะกล่าวถึง การเกิดโครงสร้างของเกรน การตกตะกอนที่เกิดขึ้นบนเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติก และความเกี่ยวข้องระหว่างโครงสร้างจุลภาคและการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

3.2 การเกิดโครงสร้างของเกรน

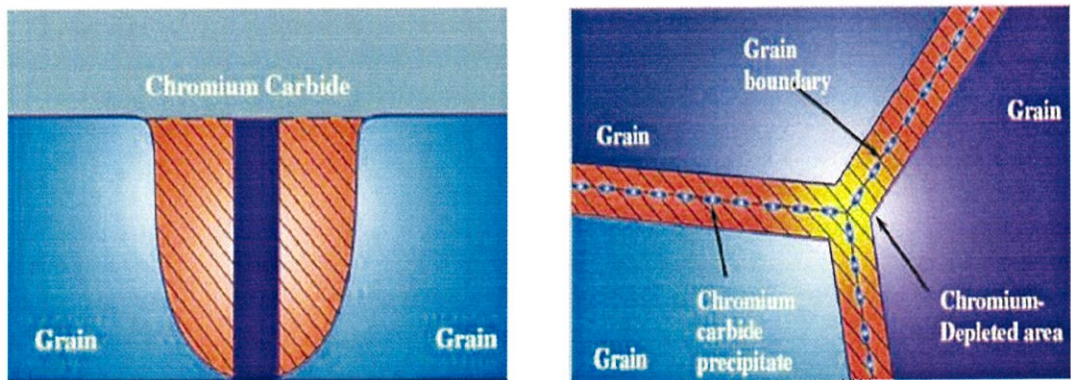
การเกิดโครงสร้างของเกรนในโลหะสามารถอธิบายได้จากกระบวนการการแข็งตัวของโลหะที่อยู่ในสภาวะหลอมเหลว เมื่ออุณหภูมิลดลงจะมีการถ่ายเทความร้อนเกิดขึ้นโดยอะตอมของโลหะจะมีการเคลื่อนที่จนเกิดพันธะระหว่างกันและกันเกิดเป็นเอ็มบริโอ (embryo) เอ็มบริโอที่มีขนาดเสถียรคือมีขนาดเท่ากับขนาดวิกฤติของการเกิดเป็นนิวเคลียส เรียกช่วงนี้ว่า นิวคลีเอชัน (nucleation) หลังจากนั้นนิวเคลียสที่เกิดขึ้นจะเริ่มโตขึ้นเกิดเป็นผลึก โดยภายในผลึกของอะตอมจะมีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบและสม่ำเสมอ แต่ทิศทางของแต่ละผลึกจะแตกต่างกันไป การแข็งตัวของโลหะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์แต่ละผลึกจะสัมผัสกันในทิศทางที่ต่างกัน โลหะที่ประกอบด้วยผลึกจำนวนมากนี้จะถูกเรียกว่าวัสดุหลายผลึก (polycrystalline material) ซึ่งแต่ละผลึกที่อยู่ในนั้น เรียกว่า เกรน (grain) และที่รอยต่อของแต่ละเกรนจะไม่เรียงตัวต่อเนื่องกัน บริเวณนี้เรียกว่าขอบเกรน (grain boundary) ซึ่งตะกอน (precipitate) จะเริ่มก่อตัวที่ส่วนของขอบเกรน เนื่องจากเป็นบริเวณที่มีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

3.3 การตกตะกอนของเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติก

เหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติกเมื่อผ่านกระบวนการทางความร้อนเชิงกลที่เหมาะสมจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้น เรียกว่า การตกตะกอน (precipitation) ของของแข็งสามารถแบ่งได้เป็นแบบคือ คาร์ไบด์และอินเทอร์เมทัลลิก โดยในหัวข้อนี้จะอธิบายทฤษฎีเกี่ยวกับการเกิดขึ้นของของแข็งที่ได้จากการตกตะกอนบนเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติก

3.3.1 คาร์ไบด์ (carbide)

เหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติกจะมีส่วนประกอบของธาตุคาร์บอนประมาณ 0.15% ซึ่งเมื่อผ่านกระบวนการทางความร้อนเชิงกลที่อุณหภูมิในช่วง 400-850 องศาเซลเซียส ที่เวลานานพอเหมาะจะเกิดการตกตะกอนของคาร์ไบด์ คาร์ไบด์เกิดจากการรวมตัวของธาตุโลหะกับคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดนั้นๆ เช่น คาร์บอนมาจับกับโครเมียมจะเรียกว่า โครเมียมคาร์ไบด์ คาร์บอนมาจับกับไทเทเนียมจะเรียกว่า ไทเทเนียมคาร์ไบด์ เป็นต้น ซึ่งมีคำเรียกย่อๆตามโลหะที่มาจับตัวกับคาร์บอน เช่น $M_{23}C_6$, M_6C , M_7C_3 , MC คาร์ไบด์ การตกตะกอนจะมีอยู่ด้วยกัน 2 ลักษณะคือ 1.) การตกตะกอนอย่างละเอียดภายในโครงสร้างพื้นฐาน 2.) การตกตะกอนตามขอบเกรน (grain boundary precipitation) การตกตะกอนของคาร์ไบด์เป็นสิ่งที่ไม่ยากให้เกิดขึ้น เนื่องจากโครเมียมเมื่อรวมตัวกับธาตุออกซิเจนในอากาศเกิดเป็นออกไซด์ของโครเมียมมีความหนาประมาณ 1-2 นาโนเมตร ทำหน้าที่เสมือนฟิล์มเคลือบผิวของเหล็กกล้าไร้สนิม ป้องกันธาตุออกซิเจนรวมตัวกับธาตุเหล็กเกิดเป็นเหล็กออกไซด์ เพราะเหล็กออกไซด์จะกัดกร่อนพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมให้เกิดเป็นสนิม ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาคาร์ไบด์ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน



รูปที่ 3.1 แสดงการตกตะกอนของคาร์ไบด์ตามขอบเกรน^[46]

คาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ พบมากในเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติกซีรี 300 โดยส่วนใหญ่มีองค์ประกอบเป็น $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)_6$, $(FeCr)_{23}C_6$ มีโครงสร้างผลึกแบบ FCC ตะกอนของ $M_{23}C_6$ เกิดขึ้นได้จากกระบวนการทางความร้อนของเหล็กกล้าไร้สนิมที่อุณหภูมิสูง โดยจะตกตะกอนที่บริเวณขอบเกรนก่อนเป็นอันดับแรก เนื่องจากขอบเกรนมีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายกว่าบริเวณภายในเกรน $M_{23}C_6$ มีผลกระทบต่อเหล็กกล้าไร้สนิมคือลดความสามารถของการต้านทานการกัดกร่อน ค่าความสามารถในการดึงและทำให้ชิ้นงานมีความเปราะมากขึ้น

การเกิดซิกมาเฟส มีโครงสร้างผลึกแบบ BCC โดยการก่อตัวจะเกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรน ไคเฟสมีรูปร่างที่หลากหลายตั้งแต่เป็นเส้นไปจนถึงเป็นวงกลม องค์ประกอบที่พบจะอยู่ในรูปของ $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ และ $M_{18}C$ เป็นต้น

ลึฟเฟส (η) สามารถเกิดในเหล็กกล้าไร้สนิมกลุ่มออสเทนนิติก ภายหลังกรรมวิธีทางความร้อนที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานาน พบมากในโลหะผสมที่มีองค์ประกอบของโมลิบดีนัม ไทเทเนียม และนีโอเบียม เป็นต้น ลึฟเฟสมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัล ตะกอนของลึฟเฟสจะมีอนุภาคทรงกลมขนาดเล็ก โดยองค์ประกอบอยู่ในรูป AB_2 ระหว่างธาตุโลหะกับโลหะ เช่น Fe_2Mo , Fe_2Ti เป็นต้น

3.4 ความเกี่ยวข้องระหว่างโครงสร้างจุลภาคและการสังเคราะห์ท่อนานโนคาร์บอน

โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมมีผลกับคุณสมบัติทางกลและคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งในกระบวนการสังเคราะห์ท่อนานโนคาร์บอนโดยวิธีกระบวนการตกตะกอนไอเคมีโดยโครงสร้างทางจุลภาคได้มาจากการสังเกตในระดับจุลทรรศน์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงหรือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโดยในการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคจะกล่าวถึงจำนวนและอัตราส่วนของเฟสโดยเฟสนั้นหมายถึงส่วนที่มีลักษณะทางกายภาพและทางเคมีสม่ำเสมอซึ่งเฟสที่แตกต่างกันจะมีคุณลักษณะทางกายภาพหรือคุณลักษณะทางเคมีที่แตกต่างกันซึ่งในที่นี้พิจารณาอยู่ในรูปของตะกอนภายในเหล็กกล้าไร้สนิม โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมและตะกอนภายในจะขึ้นอยู่กับตัวแปรที่หลากหลายคือ ส่วนผสมที่แตกต่างกัน การนำไปขึ้นรูปเย็นและการผ่านกรรมวิธีทางความร้อน

ซึ่งตะกอนภายในโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้าไร้สนิมจะอ้างอิงกับแผนภาพเวลา-อุณหภูมิของการตกตะกอน ที่ระยะเวลาและอุณหภูมิการอบที่แตกต่างกันโดยซึ่งในการในการศึกษานี้จะใช้เหล็กกล้าไร้สนิม ประเภท ออสเทนนิติก ชนิด 316L ตะกอนภายในโครงสร้างจุลภาคที่เกี่ยวข้องคือ คาร์ไบด์ ชนิด $M_{23}C_6$, อินเตอร์เมทัลลิกเฟสชนิด ซิกมาเฟส, ไคเฟสและลาเวสเฟส โดย คาร์ไบด์ ชนิด $M_{23}C_6$ จะเป็นตัวเร่งการสังเคราะห์ท่อนานโนคาร์บอนโดยวิธีกระบวนการตกตะกอนไอเคมีตามสมมุติฐานในการศึกษา

บทที่ 4

เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ตรวจสอบ

4.1 กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Light Optical Microscope : LOM)

หลักการทำงานเบื้องต้นของกล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้ คือใช้หลอดไฟเป็นแหล่งกำเนิดแสง แสงที่มีความยาวคลื่นประมาณ 540 นาโนเมตร (เป็นแสงสีเขียวที่ไวต่อตาของมนุษย์มากที่สุด) ลำแสงนั้นรวบรวมโดยเลนส์รวมแสง (condenser Lens) ไปตกที่ชิ้นงานที่วางอยู่บนสไลด์ ส่วนเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) รับแสงที่ผ่านออกจากชิ้นงานขยายออกเป็นภาพส่งต่อไปที่เลนส์ใกล้ตา (eyepiece Lens) เพื่อขยายภาพสุดท้ายขนาดใหญ่ไปตกบนจอรับภาพ (retina) ของตาผู้สังเกต ดังนั้นกำลังขยายของชิ้นงาน ได้มาจากผลคูณของความสามารถของกำลังขยายของเลนส์ใกล้วัตถุและเลนส์ใกล้ตา (eyepiece Lens) โดยทั่วไป กำลังขยายจำกัด ของกล้องชนิดนี้ประมาณ 0.2 ไมโครเมตร และมีกำลังขยายประมาณ 2,000 เท่า ความสามารถของเลนส์ในการแยกจุดอย่างชัดเจน (resolution power) ของกล้องส่วนใหญ่ขึ้นกับคุณภาพของเลนส์ใกล้วัตถุ ส่วนเลนส์ใกล้ตาไม่สามารถเพิ่มกำลังขยายได้ เป็นแต่เพียงขยายภาพที่เกิดขึ้นจากเลนส์ใกล้วัตถุเท่านั้น

ชิ้นงานที่ต้องการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง ควรมีความบางพอที่จะให้ลำแสงผ่านทะลุได้ แสง บางส่วนถูกดูดซับโดยองค์ประกอบที่แตกต่างกันของชิ้นงาน ผลของความแตกต่างของการดูดซับแสงทำให้เกิดความแตกต่างของระดับแสง (contrast) ขึ้น เป็นผลให้เห็นลักษณะโครงสร้างของชิ้นงานนั้นชัดเจนขึ้น

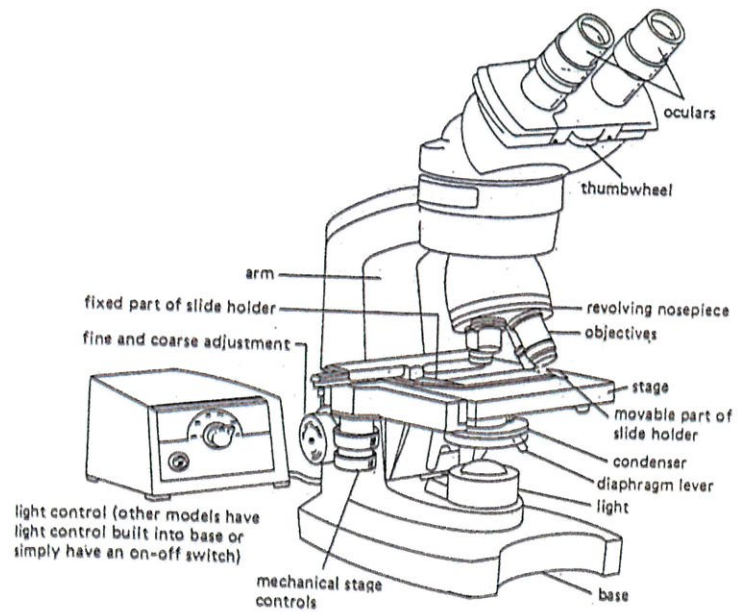
กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง มีหลายชนิดซึ่งส่วนใหญ่จะถูกแบ่งไปตามลักษณะการใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น

- Biological Microscope สำหรับงานทางด้านชีววิทยา
- Metallogical Microscope สำหรับงานทางด้านโลหะ
- Stereo Microscope สำหรับงานอุตสาหกรรมทั่วไป เช่น อิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น



รูปที่ 4.1 กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (LOM)

4.1.1 ส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Light Optical Microscope : LOM)

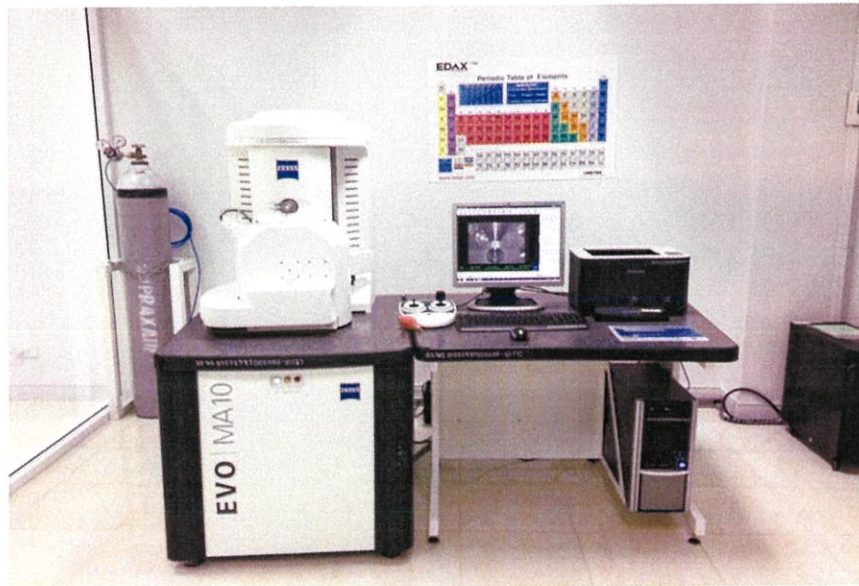


รูปที่ 4.2 แสดงส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (LOM)^[48]

1. ฐาน (Base) เป็นส่วนที่ใช้วางบนโต๊ะ
2. แขน (Arm) เป็นส่วนเชื่อมต่อตัวลำกล้องกับฐาน
3. ลำกล้อง (Body tube) เป็นส่วนที่ปลายด้านบนมีเลนส์ตา ส่วนปลายด้านล่างติดกับเลนส์วัตถุซึ่งติดกับแผ่นหมุนได้ เพื่อเปลี่ยนเลนส์ขนาดต่างๆ
4. ปุ่มปรับภาพหยาบ (Coarse adjustment) ทำหน้าที่ปรับภาพโดยเปลี่ยนระยะโฟกัสของเลนส์ใกล้วัตถุ (เลื่อนลำกล้องหรือแท่นวางวัตถุขึ้นลง) เพื่อให้ให้เห็นภาพชัดเจน
5. ปุ่มปรับภาพละเอียด (Fine adjustment) ทำหน้าที่ปรับภาพ ทำให้ได้ภาพที่ชัดเจนมากขึ้น
6. เลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) เป็นเลนส์ที่อยู่ใกล้กับแผ่นสไลด์ หรือวัตถุ ปกติติดกับแป้นวงกลม ซึ่งมีประมาณ 3-4 อัน แต่ละอันมีกำลังบอกเอาไว้ เช่น $\times 3.2$, $\times 4$, $\times 10$, $\times 40$ และ $\times 100$ เป็นต้น ภาพที่เกิดจากเลนส์ใกล้วัตถุเป็นภาพจริงหัวกลับ
7. เลนส์ใกล้ตา (Eye piece) เป็นเลนส์ที่อยู่บนสุดของลำกล้อง โดยทั่วไปมีกำลังขยาย $10\times$ หรือ $15\times$ ทำหน้าที่ขยายภาพที่ได้จากเลนส์ใกล้วัตถุให้มีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดภาพที่ตาผู้ศึกษาสามารถมองเห็นได้ โดยภาพที่ได้เป็นภาพเสมือนหัวกลับ
8. เลนส์รวมแสง (Condenser) ทำหน้าที่รวมแสงให้เข้มข้นเพื่อส่งไปยังวัตถุที่ต้องการศึกษา
9. กระจกเงา (Mirror) ทำหน้าที่สะท้อนแสงจากธรรมชาติหรือแสงจากหลอดไฟภายในห้องให้ส่องผ่านวัตถุ โดยทั่วไปกระจกเงามี 2 ด้าน ด้านหนึ่งเป็นกระจกเงาเว้า อีกด้านเป็นกระจกเงาระนาบ สำหรับกล้องรุ่นใหม่จะใช้หลอดไฟเป็นแหล่งกำเนิดแสง ซึ่งสะดวกและชัดเจนกว่า
10. ไดอะแฟรม (Diaphragm) อยู่ที่เลนส์รวมแสงทำหน้าที่ปรับปริมาณแสงให้เข้าสู่เลนส์ในปริมาณที่ต้องการ
11. แท่นวางวัตถุ (Speciment stage) เป็นแท่นใช้วางแผ่นสไลด์ที่ต้องการศึกษา
12. ที่หนีบสไลด์ (Stage clip) ใช้หนีบสไลด์ให้ติดอยู่กับแท่นวางวัตถุ ในกล้องรุ่นใหม่

4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยาย $10-500,000$ เท่า ภาพที่ได้จากเครื่อง SEM จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างเช่น หน้าตัดของโลหะ เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของวัสดุ ลักษณะพื้นผิวขนาดเกรน ความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง เป็นต้น^[49]

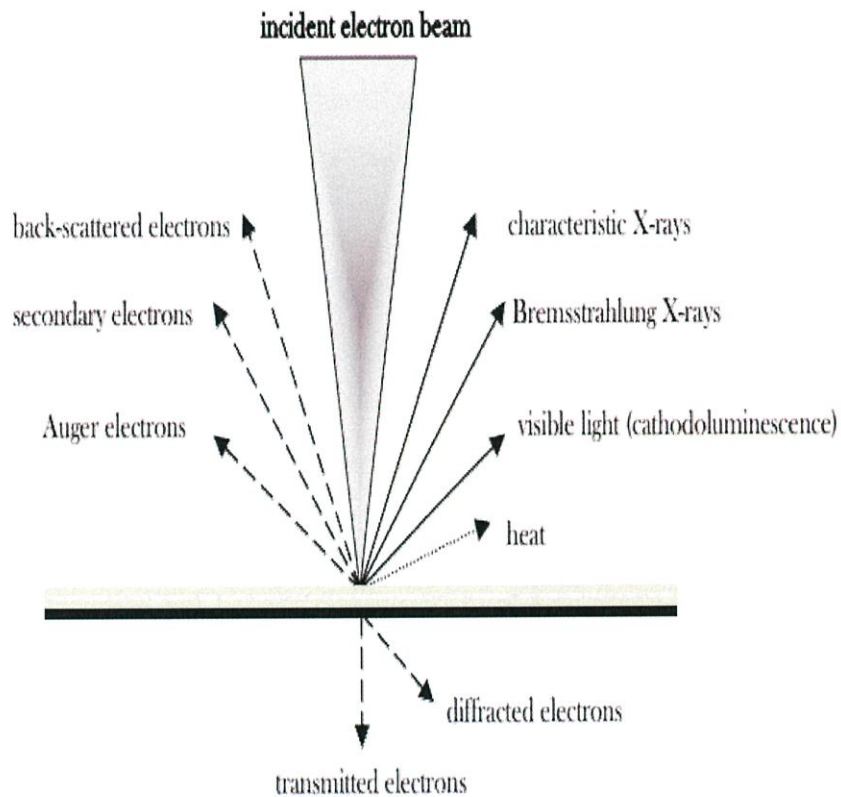


รูปที่ 4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

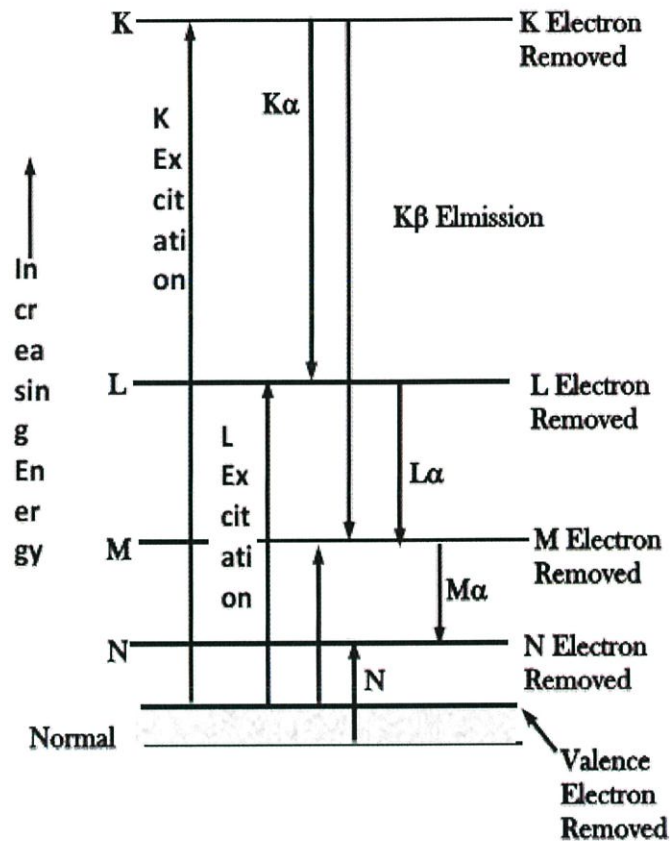
4.2.1 อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับวัสดุ

เมื่อลำอิเล็กตรอนตกกระทบบนผิวหน้าของชิ้นงาน สัญญาณหลายรูปแบบที่เกิดจากอันตรกิริยา ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิ กับวัสดุที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานได้แสดงข้อมูลบางอย่างเกี่ยวกับวัสดุ โดยอิเล็กตรอนปฐมภูมิสามารถเกิดอันตรกิริยากับวัสดุได้หลายวิธี ดังรูปที่ 4.4 อาทิ เช่น 1.) อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ที่มีพลังงานต่ำ ซึ่งช่วยเน้นลักษณะทางภูมิศาสตร์ของ วัสดุบนผิวหน้า ชิ้นงาน ซึ่งมีความสำคัญในการแสดงความแตกต่างของเฟสแต่ละเฟสในวัสดุที่มีหลายเฟส 2.) อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ (backscattered electrons : BSE) ซึ่งทำให้เกิดภาพซึ่งแสดงความแตกต่างของธาตุที่มีเลขอะตอม (Z) ต่างกัน 3.) อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับที่ถูกเลี้ยวเบน (electron back scatter diffraction : EBSD) ซึ่งถูกใช้หาโครงสร้าง และการจัดเรียงตัวของผลึกใน วัสดุบริเวณผิวหน้าของชิ้นงาน 4.) การชนแบบไม่ยืดหยุ่น ของอิเล็กตรอนที่ตกกระทบกับอะตอมที่อยู่ใน วัสดุบริเวณผิวหน้าชิ้นงาน ทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในออร์บิทัล (ชั้นพลังงาน : shell) ในอะตอม รูปที่ 4.5 เปลี่ยนไปอยู่ในระดับพลังงานชั้นสูงขึ้น อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น สามารถกลับสู่ภาวะปกติ โดยการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนกลับคืนสู่ชั้นพลังงานเดิม ซึ่งนำไปสู่ การปล่อยรังสี เอ็กซ์ที่มีคุณสมบัติเฉพาะ (characteristic x-ray) หรือการหลุดออกของออเกอร์อิเล็กตรอน (Auger electron) โดยรังสีเอ็กซ์ที่ถูกปล่อยออกมามีความยาวคลื่นที่ถูกจำกัดค่าหนึ่ง (ซึ่งสัมพันธ์กับความแตกต่างของระดับชั้นพลังงานที่แตกต่างกันของอิเล็กตรอนในแต่ละธาตุ) รังสีเอ็กซ์ที่ถูกปล่อยออกมา จะมี คุณสมบัติเฉพาะตามธาตุที่อยู่ ชั้นบนสุดไม่กี่ไมครอนบนวัสดุที่อยู่ บริเวณผิวหน้าชิ้นงานและ ถูกวัดโดย เครื่องรับสัญญาณ energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDS) นอกจากนี้ยังมีรังสี เอ็กซ์แบบต่อเนื่อง (continuum X-rays) และแสงที่ตามองเห็นได้ (cathodoluminescence CL) รวมทั้งความร้อน ถูกปล่อยออกมารวมด้วยแต่การที่เครื่อง SEM เครื่องเดียวจะมีอุปกรณ์รับสัญญาณ ทุกชนิดเป็นสิ่งที่พบได้ยากมากเครื่อง SEM สามารถให้ ภาพที่มีความละเอียดสูงมาก ซึ่งสามารถแสดง

รายละเอียดที่มีขนาดน้อยกว่า 1 นาโนเมตร เนื่องจากลำอิเล็กตรอนที่ถูกโฟกัสให้มีขนาดเล็กมาก ภาพถ่ายจาก SEM จึงมีความลึกของภาพที่มากกว่านั้นจึง ให้ภาพถ่าย 3 มิติของชิ้นงานที่มีคุณลักษณะเฉพาะซึ่งเหมาะแก่การทำความเข้าใจโครงสร้างของวัสดุบริเวณผิวหน้าของชิ้นงานเครื่อง SEM มีกำลังขยายในช่วงกว้างตั้งแต่ประมาณ 10 เท่า (เทียบเท่ากับกำลังของเลนส์ แว่นขยาย) ไปจนถึงมากกว่า 500,000 เท่าประมาณ 250 เท่าของกำลังขยายที่ได้สูงสุด จากกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้แสง^[49]



รูปที่ 4.4 แสดงชนิดของอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับวัสดุที่บริเวณผิวหน้าของชิ้นงาน^[49]



รูปที่ 4.5 แสดงระดับชั้นพลังงานในอะตอม^[49]

4.2.2 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง SEM

เครื่อง SEM ประกอบด้วยส่วนประกอบหลักๆ ดังต่อไปนี้ รูปที่ 4.6

1. แหล่งให้กำเนิดอิเล็กตรอน (electron source) หรือปืนยิงอิเล็กตรอน (electron gun) อยู่ด้านปลายบนสุดของ column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูงที่ต่อจากหม้อแปลงไฟฟ้าแรงสูงซึ่งแปลงจาก 110 โวลต์ หรือ 220 โวลต์ เป็นไฟฟ้าที่มีความดันไฟฟ้าสูงคือระหว่าง 1-30 กิโลโวลต์ ซึ่งเพียงพอสำหรับ SEM แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะทั้งสแตน ที่บิดเป็นรูปตัววีเรียกว่า filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (wehnelt cylinder) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อแรงดันไฟฟ้าตั้งแต่ 1000 โวลต์ จะไปเข้ามาสู่ filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูงประจุอิเล็กตรอนก็จะหลุดออกมาในสภาวะสุญญากาศภายใน column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของ electron gun ประจุอิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนดคือลงสู่สนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุ อิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง electron gun ซึ่งมี filament และ wehnelt cylinder อยู่ภายในสามารถทำให้ขยับเขยื้อนได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบๆ ด้านนอก electron gun ทั้งนี้เพื่อปรับให้ electron gun อยู่ในแนวตรงได้ ศูนย์กลางหรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน column ใน SEM สมัยใหม่นอกจากจะมีปั๊มหรือสกรูที่

ช่วยปรับ electron gun ให้ได้ศูนย์แล้วยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่น anode เพื่อจะช่วยปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของ สนามแม่เหล็กในเลนส์ชุดแรกขดลวดดังกล่าว เรียกว่า alignment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการโดยหมุนและปรับปุ่ม (alignment knobs) บนแผงของ console unit เหตุที่ต้องปรับ electron gun ก็เพื่อให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์เป็นรูปทรง กระบอกที่ไม่บิดเบี้ยวหรือเขวออกไปจากศูนย์กลาง หากมีการบิดของลำแสงอิเล็กตรอนออกนอกทิศทางอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) บางส่วนจะถูกกั้นออกไปซึ่งมีผลกระทบต่อปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron)

2. เลนส์รวมลำอิเล็กตรอน (electron lenses) และขดลวดควบคุมการเคลื่อนของลำแสงอิเล็กตรอน (scan coil) เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกันทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบ บนผิวตัวอย่างและจะใช้สนามแม่เหล็กขับหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณ รูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส เลนส์แต่ละชุดมี aperture ซึ่งเป็นโลหะประเภททองขาวทองเหลืองมีรูขนาดต่างๆกัน (50-400 ไมโครเมตร) และสามารถ เปลี่ยนได้ตามขนาดที่ต้องการ aperture ดังกล่าวมักจะจัดไว้ในเลนส์แต่ละชุดภายในบริเวณที่ไร้สนามแม่เหล็กของเลนส์ aperture เหล่านั้น ทำหน้าที่กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปกรวยที่เหมาะสม aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อน ที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น aperture พิเศษเรียกว่า objective aperture มีไว้เพื่อกั้นกรวยลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวย ขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุดและกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆบนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึก มากกว่าปกติขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้กราดไปบนผิวของตัวอย่างชิ้นส่วนหรืออุปกรณ์ นี้เรียกว่า scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้าและยังควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอรับภาพ (CRT) ให้เคลื่อนที่ไปในทิศทาง และเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอน

3. แท่นวาง ตัวอย่าง (sample stage) ของ SEM เป็นช่องว่างใต้เลนส์สุดท้ายส่วนที่สำคัญของช่องใส่ตัวอย่างคือฐานวางตัวอย่างและปุ่มควบคุมโดยใช้เฟืองขนาดต่างๆเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เลื่อนไปมาภายในช่องตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทางฐานวางตัวอย่างที่ มีส่วนประกอบและคุณสมบัติเหล่านี้ เรียกว่า goniometer stage

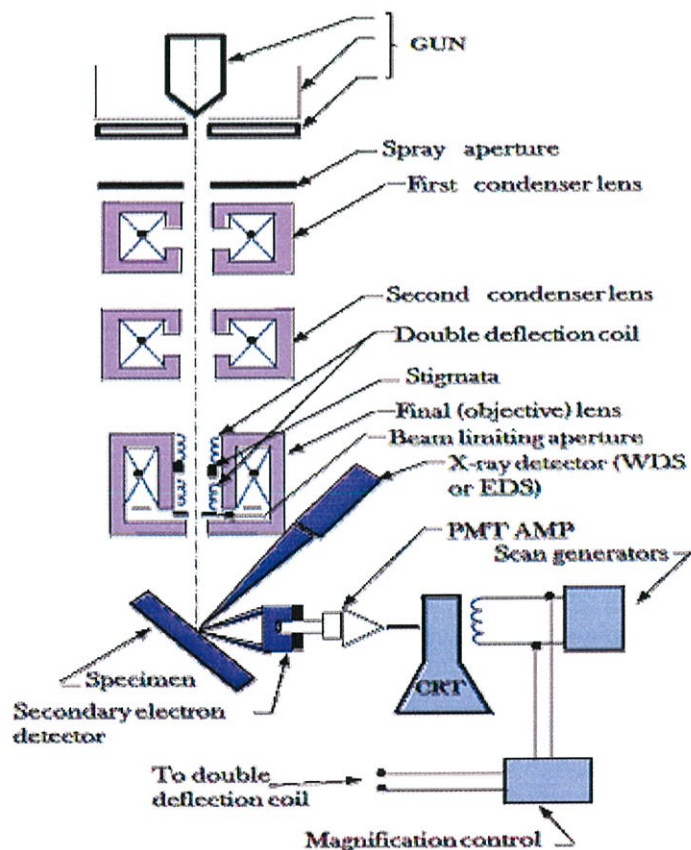
4. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (collector & scintillator) เป็นแท่งแก้วใสมีปลายมลทำด้วยพลาสติก ฉาบผิวด้วยอลูมิเนียมและส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวก ขนาด 30-250 โวลต์ เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยา ระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง

5. จอภาพ (display/data output device) ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพและภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็พร้อมที่จะทำการบันทึกอุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสงและเครื่องขยายและเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอน ให้เป็นแสงไฟฟ้การสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอน

ทุติยภูมิซึ่งประจุอิเล็กตรอนชุดนี้จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภท ท่อนำแสงในลักษณะของแสงแสงที่ผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (photomultiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิด photons นี้ไปเป็นอิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพ (CRT) ที่ติดตั้งไว้บน console unit

6. ส่วนประกอบเสริม (accessory device) ที่อยู่ภายในเครื่อง ได้แก่ แหล่งกำเนิดพลังงาน ระบบสุญญากาศ ระบบทำความเย็น นอกจากนี้ เครื่อง SEM ควรตั้งอยู่บนพื้นที่ปราศจากแรงสั่นสะเทือน และอยู่ในห้องที่มีบรรยากาศที่ปราศจากสนามแม่เหล็กหรือสนามไฟฟ้า^[49]

เครื่อง SEM ส่วนใหญ่มักจะมีเครื่องรับสัญญาณอย่างน้อย 1 เครื่อง (โดยปกติได้แก่เครื่องรับสัญญาณ ของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ) แต่บางครั้งอาจมีเครื่องรับสัญญาณอื่นเพิ่มเติม ได้แก่ energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDS), back-scattered electron (BSE), cathodoluminescence (CL) และ electron back scatter diffraction (EBSD) เป็นต้น โดยประสิทธิภาพของเครื่องมือชนิดนี้ขึ้นอยู่กับชนิดและจำนวนของเครื่องรับสัญญาณที่เป็นส่วนประกอบ



รูปที่ 4.6 แสดงองค์ประกอบหลักๆ ของเครื่อง SEM^[49]

4.2.3 กระบวนการทำให้เกิดภาพของ SEM

ในเครื่อง SEM ทั่วไปลำอิเล็กตรอนจะถูกปล่อยออกมาเมื่อได้รับความร้อนจากปณิงอิเล็กตรอนซึ่งภายในประกอบด้วยขั้วคาโทดที่ทำจากฟลาเมนต์ของทังสแตน ทังสแตนมักถูกใช้ในปณิงอิเล็กตรอนประเภทนี้เนื่องจากมีจุดหลอมเหลวสูงที่สุดและมีความดันไอต่ำที่สุดในบรรดาโลหะทั้งหมด ดังนั้น มันจึงถูกใช้ในการปล่อยอิเล็กตรอนออกมา เมื่อได้รับความร้อนและนอกจากนี้ยังมีราคาไม่แพงอีกด้วยนอกจากทังสแตน สารที่สามารถปล่อยอิเล็กตรอนออกมาได้ ได้แก่ ขั้วคาโทดที่ทำจาก แลนทานัม เฮกซะโบไรด์ (lanthanum hexaboride :LaB₆) ซึ่งสามารถถูกใช้ในเครื่องSEM มาตรฐานที่ใช่ทังสแตน ฟลาเมนต์ได้ ถ้าระบบสุญญากาศได้ถูกพัฒนาให้ดีขึ้นและปณปล่อยอิเล็กตรอนแบบสนาม (field emission guns :FEG) ซึ่งเป็นชนิดคาโทดเย็นที่ใช่ผลึกทังสแตนแบบเดี่ยวเป็นตัวปล่อยอิเล็กตรอนหรือ แบบชอตตี้ (Schottky) ที่ใช้ความร้อนช่วย ซึ่งไซเซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide) เป็นตัวปล่อยลำอิเล็กตรอนซึ่งโดยทั่วไปมีพลังงานอยู่ในช่วง 0.2-40 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ได้ถูกทำให้โฟกัสโดยเลนส์รวมลำอิเล็กตรอนหนึ่งหรือสองอันเพื่อให้เกิดเป็นจุดที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.4-5 นาโนเมตร จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะผ่านขดลวดหนึ่งคู่ หรือแผ่นหักเหหนึ่งคู่ในคอลัมน์ของอิเล็กตรอน ซึ่ง โดยทั่วไป จะอยู่ในเลนส์อันสุดท้าย จะหักเหลำอิเล็กตรอนในแนวแกน x และ y เพื่อว่ามันจะไดสองกราตไปทีละแถวบนพื้นที่สี่เหลี่ยมบนผิวหน้าของชิ้นงานเมื่อลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิได้เกิดอันตรกิริยากับตัวอย่าง อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานไปโดยการกระเจิงแบบไม่มีทิศทางเข้าไปเข้ามา และถูกดูดซับไว้ภายในปริมาตรรูป หยดน้ำของตัวอย่างที่รู้จักกันในชื่อ “ปริมาตรของการเกิดอันตรกิริยา (interaction volume)” ซึ่งลึกลงไปจากผิวหน้าน้อยกว่า 100 นาโนเมตรถึงประมาณ 5 ไมโครเมตรขนาดของปริมาตรที่เกิดอันตรกิริยาขึ้นกับ พลังงานของอิเล็กตรอนที่ตกกระทบ เลขอะตอมของวัสดุและความหนาแน่นของวัสดุบนชิ้นงาน การ แลกเปลี่ยนพลังงานระหว่างลำอิเล็กตรอน และวัสดุเป็นผลให้เกิดการหักเหของอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงโดย การกระเจิงแบบยืดหยุ่นปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมาโดยการกระเจิงแบบยืดหยุ่นและรังสีอิเล็กโตรแม็กเนติก ซึ่งแต่ละสัญญาณสามารถตรวจจับได้โดยเครื่องรับสัญญาณแบบพิเศษกระแสไฟฟ้าของลำอิเล็กตรอนสามารถถูกดูดซับโดยวัสดุและสามารถตรวจจับและถูกใช้เพื่อสร้างภาพของการกระจายตัวของกระแสไฟบน ผิวชิ้นงาน เครื่องขยายสัญญาณไฟฟ้าหลายชนิดได้ถูกใช้ เพื่อขยายสัญญาณซึ่งถูกแสดงในรูปของการแปรเปลี่ยน ความสว่างบนจอคอมพิวเตอร์ (หรือ บนหลอดคาโทดในเครื่องรุ่นแรกๆ) ภาพที่ได้ตั้งนั้นจึงเป็นเสมือนแผนที่การกระจายของความเข้มของสัญญาณที่ถูกปล่อยมาจากพื้นที่ที่อิเล็กตรอนถูกส่องกราตไปบนผิวหน้าของตัวอย่าง ในกล้องจุลทรรศน์ยุคเก่า ภาพอาจถูกแสดงโดยการถ่ายภาพจากหลอดคาโทดที่มีความละเอียดสูงแต่ใน เครื่องรุ่นใหม่ได้ถูกบันทึกไว้ในส่วนที่เก็บข้อมูลในคอมพิวเตอร์กำลังขยายของ SEM สามารถถูกเพิ่มได้ไปจนถึง 10⁶ เท่าหรือประมาณ 10-500,000 เท่ากำลังขยายของภาพในเครื่อง SEM ไม่ได้ขึ้นกับกำลังของเลนส์วัตถุซึ่งแตกต่างจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุ เครื่อง SEM ดังเช่น เครื่อง scanning probe microscopy กำลังขยายเป็นผลมาจากอัตราส่วนของขนาดที่ลากเป็นเส้นบน

ตัวอย่างและภาพที่ปรากฏเป็นเส้นที่ถูกแสดงบนจอ สมมติว่าจอยมีขนาดที่คงที่ กำลังขยายสูงกว่าเป็นผลมาจากการลดขนาดที่ลากเป็นเส้นบนชิ้นงานดังนั้นกำลังขยายของ SEM จึงถูกควบคุมโดยกระแสที่ให้กับขดลวด หรือ ค่าความต่างศักย์ที่ให้กับแผ่นหักเหในแนวแกน x, y และไม่ขึ้นกับกำลังของเลนส์วัตถุ^[49]

4.2.4 วัสดุที่สามารถตรวจสอบได้โดย SEM

เครื่อง SEM สามารถนำมาใช้วิเคราะห์วัสดุได้หลากหลายชนิด ตัวอย่างเช่น โลหะ แก้ว เซรามิก ซารกิ้งตัวนำ และพอลิเมอร์ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้วิเคราะห์ชิ้นงานที่มีลักษณะหลากหลายแบบด้วยกัน ได้แก่ ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นผงหรือฝุ่น ชิ้นงานที่เป็นวัสดุประกอบ ชิ้นงานที่เป็นเส้นใยทั้งที่ได้จากธรรมชาติ และที่มนุษย์สร้างขึ้นเช่นเส้นใยคาร์บอน เส้นใยแก้ว เส้นใยเคฟลาร์ รวมทั้ง ผ้าหรือสิ่งทอที่ได้จากเส้นใย แต่ทุกตัวอย่างจะต้องมีขนาดที่เหมาะสมกับช่องใส่ตัวอย่างและโดยทั่วไปถูกยึดติดอย่างแข็งแรงบนแท่นจับ ตัวอย่างที่ถูกเรียกว่าแท่นวางชิ้นงาน เครื่อง SEM หลายรุ่นสามารถตรวจสอบ ส่วนหนึ่งส่วนใดของแผ่นเซมิคอนดักเตอร์เวเฟอร์ (semiconductor wafer) ที่มีขนาด 6 นิ้ว (15 เซนติเมตร) และบางรุ่นสามารถเอียงเวเฟอร์ที่มีขนาดดังกล่าวไปเป็นมุม 45 องศา

ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM การเตรียมตัวอย่างอาจจะง่าย หรือยุ่งยากขึ้นอยู่กับลักษณะของวัสดุ และข้อมูลที่ต้องการ สำหรับการสร้างภาพโดยทั่วไปในเครื่อง SEM ตัวอย่างจะต้องนำไฟฟ้าได้อย่างน้อยบนผิวหน้า และจะต้องต่อสายดินเพื่อป้องกันการสะสมของประจุไฟฟ้าที่ผิวหน้าวัสดุที่เป็นโลหะต้องการการเตรียมตัวอย่างเพียงเล็กน้อยในการวิเคราะห์โดย SEM นอกเหนือจากการทำความสะอาดและยึดกับแท่นวาง ตัวอย่างวัสดุที่ไม่นำไฟฟ้ามีแนวโน้มที่จะเกิดประจุเมื่อถูกส่องกราดโดยลำอิเล็กตรอน ดังนั้นโดยปกติมักถูก เคลือบด้วยผิวเคลือบของวัสดุที่สามารถนำไฟฟ้าได้ที่บางมาก โดยไปเคลือบบนผิวตัวอย่างโดยวิธีการ เคลือบแบบสปัตเตอร์ (sputtering) ในสภาวะสุญญากาศต่ำ หรือโดยการระเหยในสภาวะสุญญากาศสูงวัสดุที่นำไฟฟ้าได้ที่ถูกใช้สำหรับเคลือบตัวอย่างในปัจจุบันได้แก่ทอง โลหะผสมทองพลาเดียม, แพลตทินัม, ออสเมียม, อิริเดียม, ทังสเตน, โครเมียม และแกรไฟต์ เป็นต้น นอกจากนี้ผิวเคลือบอาจช่วยเพิ่มอัตราสวนสัญญาณต่อ สิ่งรบกวนสำหรับตัวอย่างที่มีเลขอะตอม (Z) ต่ำได้อีกด้วย ทั้งนี้เกิดจากการปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิในวัสดุที่ Z มีค่าสูงถูกทำให้เพิ่มขึ้น^[49]

4.2.5 วัสดุที่ไม่สามารถตรวจสอบได้โดยเครื่อง SEM

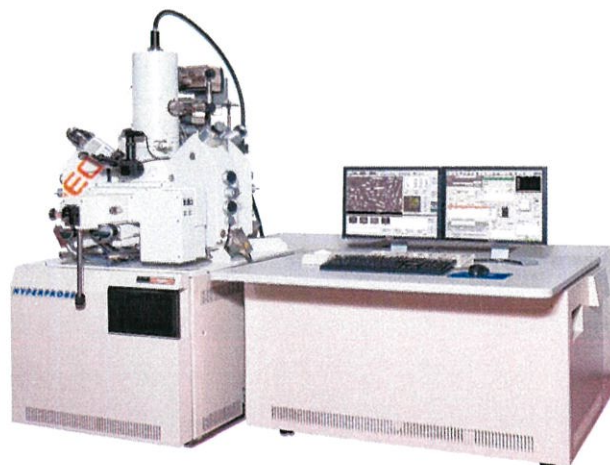
วัสดุที่ไม่เหมาะสมที่จะถูกวิเคราะห์โดยเครื่อง SEM ได้แก่ 1.) วัสดุที่ไม่ใช่ของแข็ง 2.) วัสดุที่ไม่เสถียรต่อภาวะสุญญากาศที่อยู่ในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-6} ทอร์ 3.) วัสดุที่สามารถปล่อยแก๊สออกมาที่ความดันต่ำ เช่น หินที่อ้อมด้วยไฮโดรคาร์บอน, หรือวัสดุที่เปื่อย เช่น ถ่านหิน วัสดุอินทรีย์หรือ เคลย์ที่อ้อมน้ำ 4.) วัสดุที่สามารถหลอมรวมกันที่ความดันต่ำวัสดุที่กล่าวมาข้างต้น คือวัสดุที่ไม่เหมาะสมในการตรวจสอบเครื่อง SEM ชนิดทั่วไป อย่างไรก็ตาม เครื่อง SEM ที่เป็นแบบ “สุญญากาศต่ำ (low vacuum SEM)” หรือ แบบ “สภาวะแวดล้อม (environmental SEM)” ก็มีอยู่และวัสดุชนิดที่ไม่เหมาะสมกับเครื่อง SEM ทั่วไปสามารถ ถูกตรวจสอบในเครื่อง SEM ชนิดพิเศษนี้ได้ นอกจากนี้

เครื่องรับสัญญาณ EDS ในเครื่อง SEM จะไม่สามารถ ตรวจจับธาตุที่เบามากได้(เช่น ธาตุ H, He และ Li เป็นต้น) และสวนใหญ่ไม่สามารถตรวจจับธาตุที่มีเลขอะตอม ต่ำกว่าธาตุ Na ($Z = 11$) ได้ เครื่อง SEM สวนใหญ่ใช้เครื่องรับสัญญาณรังสีเอ็กซ์ที่เป็นแบบ solid state (EDS) แม้ว่าเครื่องรับสัญญาณนี้จะใช้ง่ายและสามารถวัดได้อย่างรวดเร็ว แต่มันมีความละเอียดในการตรวจจับ พลังงานและความว่องไวต่อธาตุที่มีอยู่ในปริมาณน้อยๆที่ไม่ค่อยดีนัก เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่องรับสัญญาณรังสีเอ็กซ์แบบ wavelength dispersive (WDS) ที่อยู่ใน electron probe microanalyzers (EPMA) การเคลื่อนด้วยวัสดุที่นำไฟฟ้าบนตัวอย่างที่เป็นฉนวนไฟฟ้าอาจถูกนำมาใช้ในการศึกษาด้วยเครื่อง SEM ชนิดทั่วไป มิเช่นนั้น เครื่อง SEM จะต้องทำงานภายใต้ ภาวะที่เป็นสุญญากาศเท่านั้น^[49]

4.2.6 การประยุกต์ใช้งานของเครื่อง SEM ในงานวัสดุศาสตร์

เครื่อง SEM สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างอสังฐานรวมทั้งองค์ประกอบทาง เคมีของวัสดุในงานหลากหลายรูปแบบด้วยกัน ตัวอย่างเช่นการพิสูจน์ลักษณะเฉพาะของโลหะและวัสดุการ บ่งชี้การปนเปื้อนของอนุภาคและการกำจัดออก การแยกแยะชนิดของวัสดุการวิเคราะห์ การล้มเหลวของ ผลิตภัณฑ์รวมทั้งกระบวนการและจุดบกพร่อง การตรวจสอบโครงสร้างอสังฐานของผิวหน้า (รวมถึงภาพสเตอริโอแกรม) การวิเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของผิวหน้าและการปนเปื้อนที่มาจากอากาศโครงสร้างอสังฐาน ของตัวอย่างที่เป็นผงรวมทั้งการหาขนาดและวิเคราะห์อนุภาคปัญหาที่เกิดจากความสะอาดและการกัดผิวหน้า ทางเคมีการประเมินคุณภาพของเทคโนโลยีการ เชื่อมและประกอบและการตรวจสอบความล้มเหลว การตรวจสอบความล้มเหลวของสีและวัสดุ เคลือบและการลอกหลุด การพิสูจน์เอกลักษณ์และการแก้ปัญหาการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชัน การตรวจสอบการปนเปื้อนการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีวิศวกรรมยอนรอย ของผลิตภัณฑ์และ กระบวนการ เป็นต้น^[49]

4.3 Electron probe micro-analyzer (EPMA)



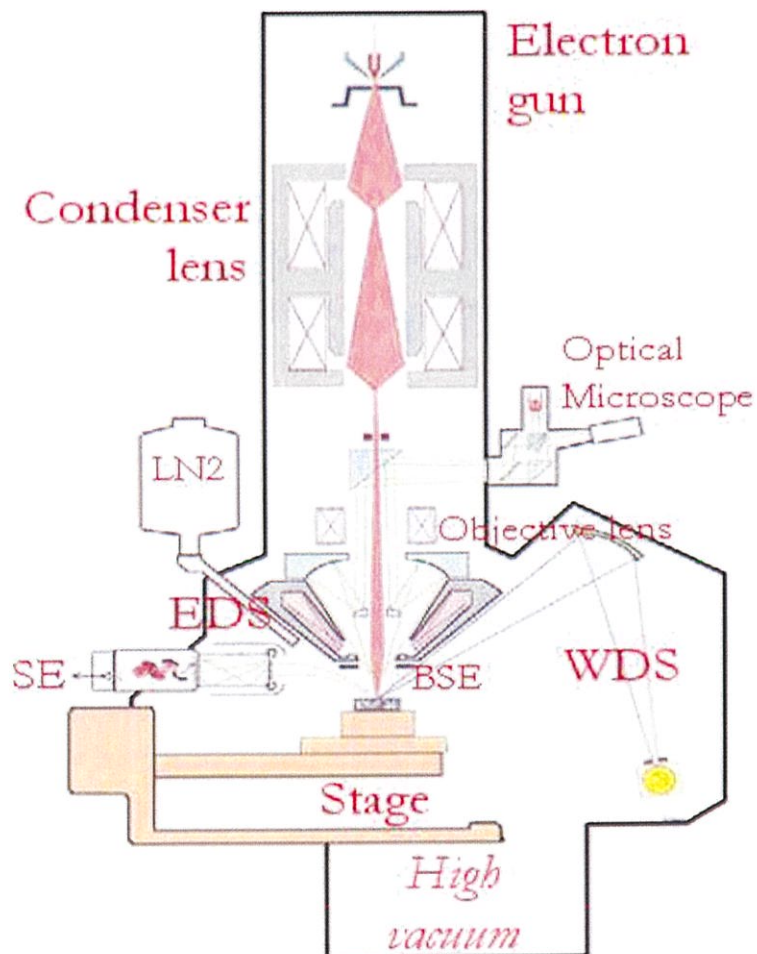
รูปที่ 4.7 Electron probe microanalyzer^[50]

เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ธาตุทางเคมีในตัวอย่างที่เราต้องการวิเคราะห์ โดยทั่วไปมี หลักการทำงานคล้ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

ชิ้นงานตัวอย่างจะถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอน และจะมีการปล่อยพลังงานในรูปแบบต่างๆออกมา เช่น อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (back-scattered electron), อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron), รังสีเอ็กซ์จำเพาะ (characteristic x-ray) และแสงที่เกิดขึ้นที่ เรียกว่า แคโทโดลูมิเนสเซนซ์ (Cathodoluminescence) ดังแสดงที่รูปที่ 4.4 ซึ่งทั้งหมดนี้เราจะใช้นำไปวิเคราะห์ปริมาณและรูปแบบที่แตกต่างกันออกไปในแต่ละชิ้นงาน

4.3.1 หลักการทำงาน

อิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นมาโดยแหล่งกำเนิดคือ ลวดทังสเตน (tungsten filament), แลนทานัม เฮกซะโบไรด์ (LaB_6) หรือ field emission และจะถูกเพิ่มพลังงานโดยการเร่งความต่างศักย์ที่ขั้วแอโนดราว 3 -30 กิโลโวลต์ ที่ขั้วแอโนดจะมีช่องขนาดเล็กที่ขนานกัน ลำอิเล็กตรอนจะผ่านช่องนี้ และพร้อมกับปรับจตุรวมลำอิเล็กตรอนให้เล็กลงด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าและช่องขนาดเล็กในลำดับต่อไป ลำอิเล็กตรอนที่ถูกทำให้มีขนาดเล็กลงราว 5-10 ไมโครเมตร จะถูกกราดลงไปทั่วผิวชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้เกิดสิ่งที่ตามมาคือ อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ, อิเล็กตรอนทุติยภูมิความสว่าง, รังสีเอ็กซ์ และแคโทโดลูมิเนสเซนซ์

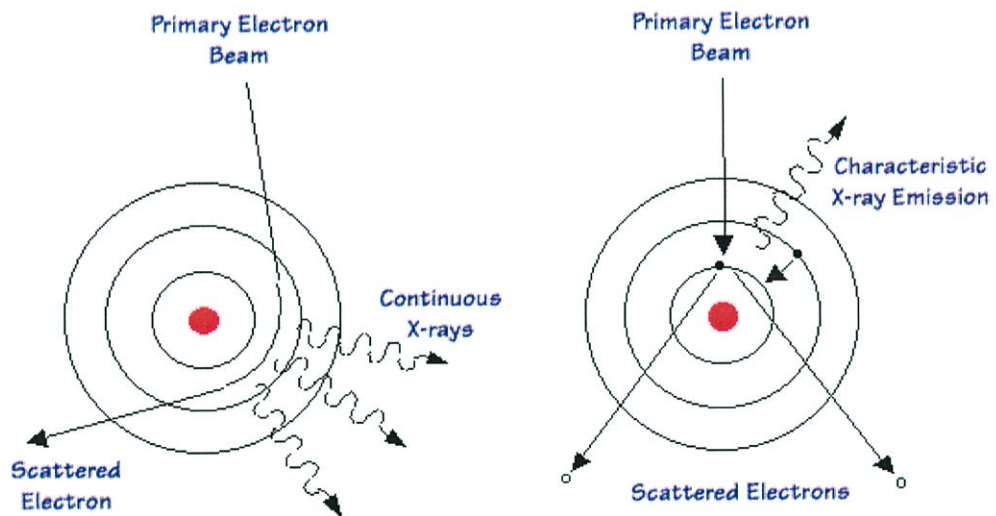


รูปที่ 4.8 แสดงถึงอุปกรณ์ย่อยภายใน electron probe micro-analyzer โดยสังเขป^[50]

สิ่งที่เราสนใจสำหรับการวิเคราะห์ธาตุทางเคมีทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณคือพลังงานที่ได้ รังสีเอ็กซ์ (X-ray) ซึ่งรังสีเอ็กซ์จะมีอยู่ 2 ประเภทคือ

1. รังสีเอ็กซ์แบบจำเพาะ (characteristic x-ray) ซึ่งเป็นรังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดถูกยิงเข้าไปในชั้นงานและเกิดการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic collision) กับอิเล็กตรอนส่วนที่อยู่ชั้นในสุดของธาตุใดๆ ทำให้อิเล็กตรอนของธาตุใดๆ หลุดออกมาจากชั้นพลังงานทำให้เกิดที่ว่างภายในชั้นพลังงานนั้น ที่ว่างมีลักษณะที่ไม่เสถียรจึงต้องการการเติมที่ว่างให้เต็ม ทำให้อิเล็กตรอนชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าในลำดับถัดไปจะถูกดึงลงมาให้เต็มที่ว่างนั้นๆ การเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนจะทำให้เกิดการปล่อย พลังงานออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ซึ่งอยู่ในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ด้วยความที่แต่ละธาตุมีลักษณะโครงสร้างของอะตอมที่ไม่เหมือนกัน (เช่น เลขอะตอมของธาตุ) ซึ่งจะทำให้รังสีเอ็กซ์จำเพาะมีค่าไม่เหมือนกัน

2. รังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่อง (continuous x-ray, bremsstrahlung x-ray) คือลักษณะการเกิดรังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดถูกยิงเข้าไปภายในอะตอมและถูกเหนี่ยวมาเนื่องจากแรงของนิวเคลียสซึ่งมีประจุบวก ทำให้อิเล็กตรอนมีการเปลี่ยนทิศทางหรือมีการสูญเสียพลังงานเล็กน้อย พฤติกรรมนี้เรียกว่าการชนแบบยืดหยุ่น (elastic collision) ซึ่งในขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมของอิเล็กตรอนนั้น จะเกิดการปล่อยพลังงานออกมาระหว่างนั้น ซึ่งจะ เรียกว่า รังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่อง



(ก)

(ข)

รูปที่ 4.9 แสดงถึงลักษณะการเกิดรังสีเอ็กซ์^[51]

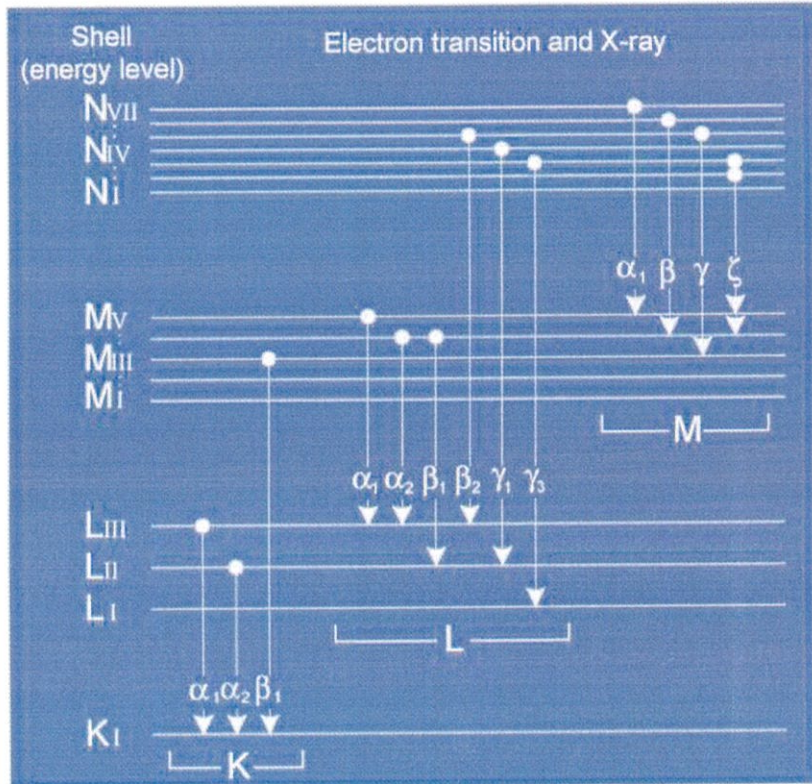
(ก) รังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่อง (ข) รังสีเอ็กซ์แบบจำเพาะ

โดยปกติแล้ว ระดับชั้นพลังงานอิเล็กตรอนในแต่ละธาตุจะมีความแตกต่างกัน กล่าวคือมีจำนวนชั้นหลัก, จำนวนชั้นย่อยและระยะห่างที่จะส่งผลถึงพลังงานที่ไม่เท่ากัน ซึ่งจะเป็นตัวบ่งชี้ว่า รังสีเอ็กซ์จำเพาะของแต่ละธาตุนั้นมีค่าไม่เท่ากันและทำให้สามารถจำแนกธาตุแต่ละธาตุได้ด้วยการเปรียบเทียบระดับพลังงาน เราสามารถจำแนกระดับพลังงานของรังสีเอ็กซ์จำเพาะได้ดังนี้

K-family ประกอบไปด้วยระดับพลังงานย่อย $K\alpha$ และ $K\beta$ มีอัตราส่วนความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่นับได้จำนวนครั้งต่อวินาที (count per second) คือ 10:1 ตามลำดับ โดยปกติแล้วจะเป็นชั้นที่มีพลังงานมากที่สุด

L-family ประกอบไปด้วยระดับพลังงานย่อยต่างๆดังนี้ $L\alpha(1)$, $L\beta_1(0.7)$, $L\beta_2(0.2)$, $L\gamma_1(0.08)$, $L\gamma_3(0.03)$ ค่าในวงเล็บคือค่าอัตราส่วนความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่นับได้จำนวนครั้งต่อวินาที (count per second) มักจะมีพลังงานรองลงมาจาก K-family

M-family ประกอบไปด้วยระดับพลังงานย่อยต่างๆดังนี้ $M\alpha(1)$, $M\beta(0.6)$, $M\zeta(0.06)$, $M\gamma(0.05)$ ค่าในวงเล็บคือค่าอัตราส่วนความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่นับได้จำนวนครั้งต่อวินาที (count per second) มีพลังงานน้อยที่สุดในบรรดาระดับพลังงานทั้งหมด



รูปที่ 4.10 แสดงระดับพลังงาน KLM และระดับพลังงานย่อย^[51]

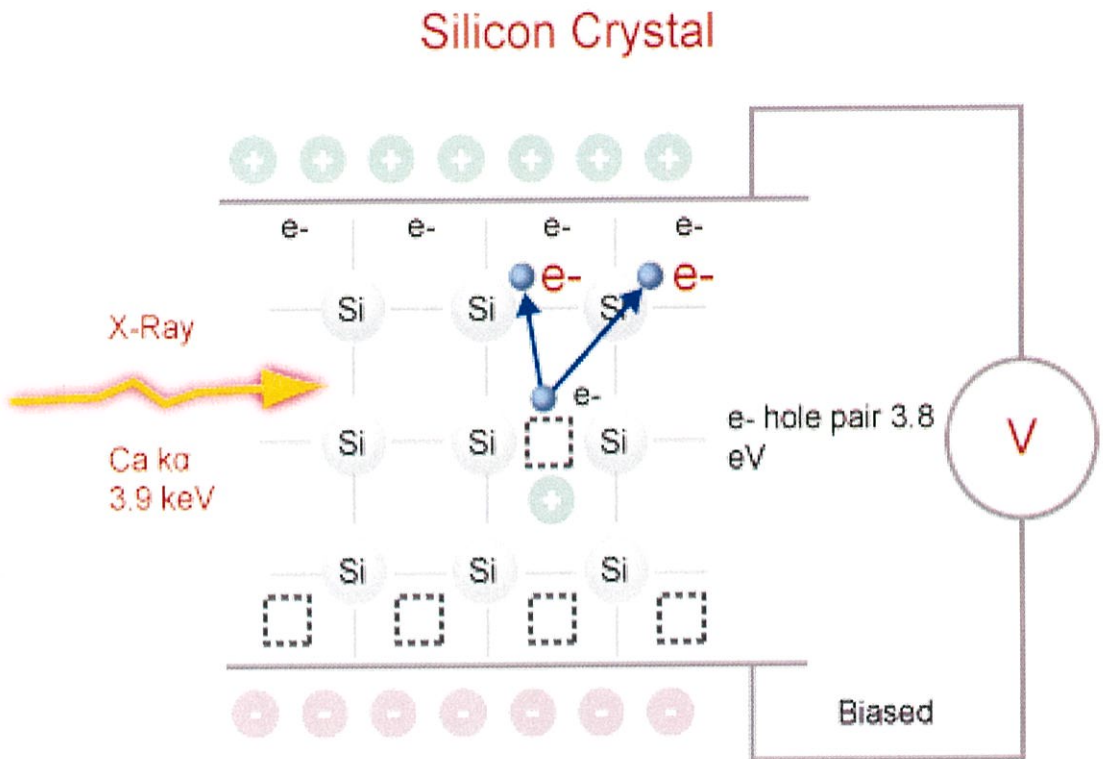
4.3.2 เครื่องตรวจจับ

เครื่องตรวจจับ (Detector) เป็นอุปกรณ์ที่สำคัญอย่างหนึ่งที่ทำให้เราสามารถวิเคราะห์ผลได้ โดยรังสีเอ็กซ์ซึ่งถูกปล่อยออกมาจากชิ้นงานจะถูกส่งเข้าเครื่องตรวจจับซึ่งจะเป็นอุปกรณ์แรกที่จะจำแนกพลังงานก่อนที่จะเข้าเครื่องเพื่อแปรผลอีกทีหนึ่ง ซึ่งในที่นี้เราจะพูดถึงเครื่องมือตรวจจับรังสีเอ็กซ์ซึ่งประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ EDS และ WDS

4.3.2.1 Energy dispersive spectroscopy (EDS)

เป็นเครื่องมือตรวจจับรังสีเอ็กซ์ที่ใช้หลักการของสนามไฟฟ้าและสารกึ่งตัวนำ กล่าวคือภายใน EDS จะประกอบไปด้วย ซิลิคอน ซึ่งเป็นสารกึ่งตัวนำ และสนามไฟฟ้าที่ต่อขนาบข้างสารกึ่งตัวนำอีกทีหนึ่ง เมื่อรังสีเอ็กซ์ของแต่ละธาตุเข้าไปในเครื่อง EDS รังสีเอ็กซ์พลังงานสูงจะเกิดถ่ายเทพลังงานทำให้อิเล็กตรอนของสารกึ่งตัวนำนั้นหลุดออก เกิดเป็นลักษณะที่เรียกว่า electron-hole pair ขึ้น หรือก็คือ การมีที่ว่าง (vacancy) และ อิเล็กตรอนอิสระอย่างละหนึ่งอัน อิเล็กตรอนอิสระที่หลุดออกจะถูกดึงดูดด้วยสนามไฟฟ้าด้านข้างบวก สนามไฟฟ้าด้านข้างลบจะคอยเติมอิเล็กตรอนให้กับที่ว่างที่ไม่มีอิเล็กตรอนอยู่ในสารกึ่งตัวนำ จะเกิดลักษณะวนซ้ำอย่างนี้ไปเรื่อยๆจนเกิดเป็นคลื่นสัญญาณ

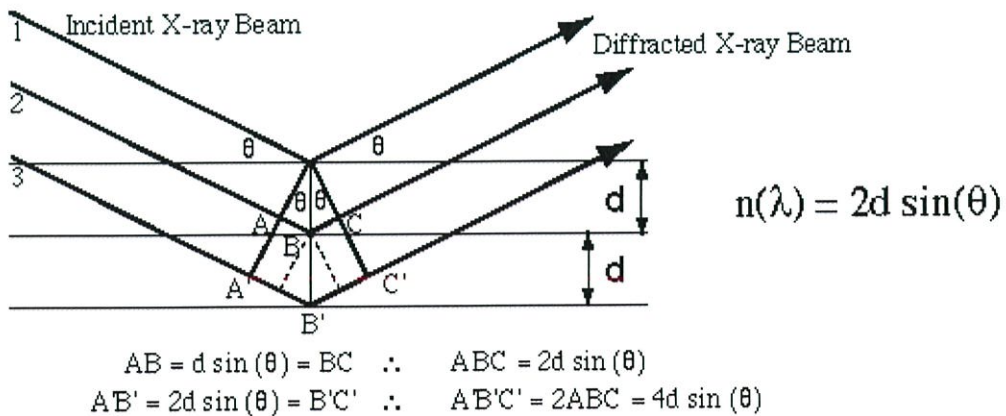
(pulse) ซึ่งจะผ่านเครื่องขยายสัญญาณ (preamplifier) อีกทีหนึ่ง เพื่อให้การแสดงผลชัดเจนขึ้น ข้อดีของเครื่องตรวจจับ EDS คือ ใช้เวลาในการประมวลผลเร็ว แต่ความสามารถในแยกแยะองค์ประกอบของแต่ละธาตุนั้นยังไม่สามารถแยกออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์



รูปที่ 4.11 แสดงหลักการการทำงานของเครื่อง EDS^[52]

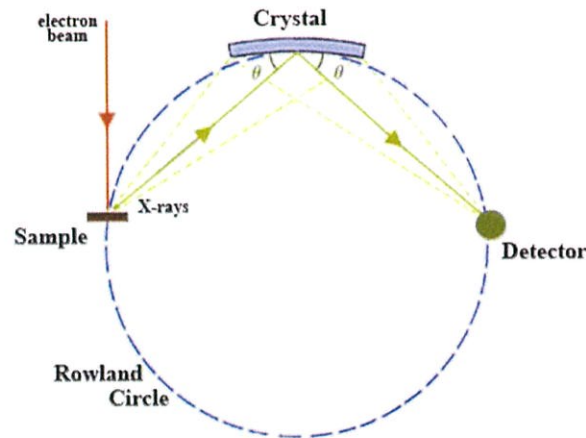
4.3.2.2 Wavelength dispersive spectroscopy (WDS)

เป็นเครื่องมือตรวจจับที่ใช้คุณสมบัติการสะท้อนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า โดยหลักการที่นำมาใช้ในเครื่องมือชนิดนี้เรียกว่า กฎของ Bragg ดังรูปที่ 4.12



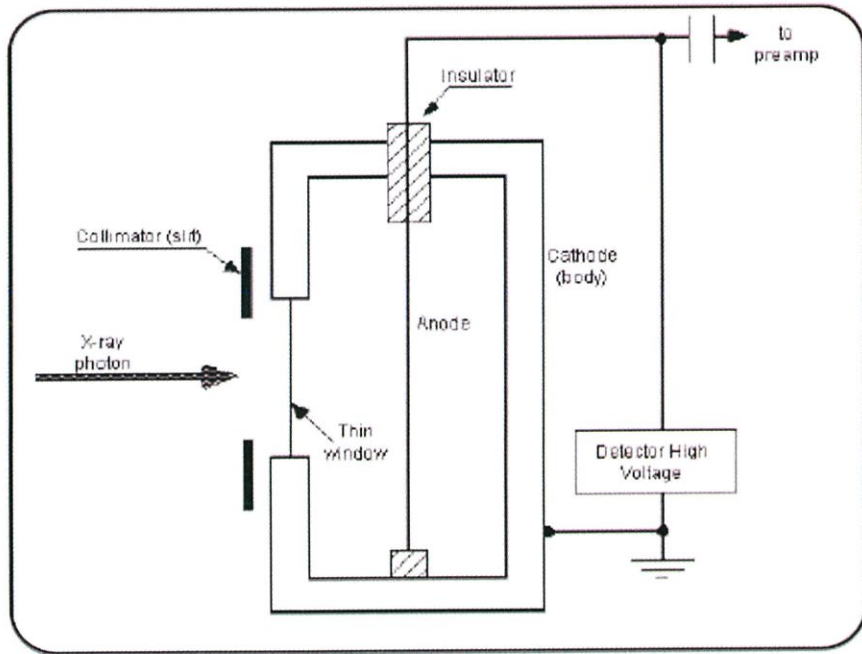
รูปที่ 4.12 แสดงถึงลักษณะการสะท้อนภายในผลึกสำหรับสะท้อนรังสีเอ็กซ์^[53]

จาก กฎของ Bragg กล่าวได้ว่า เมื่อรังสีเอ็กซ์ของแต่ละธาตุซึ่งมีพลังงานไม่เท่ากัน จึงส่งผลให้ความยาวคลื่นของแต่ละธาตุไม่เท่ากันด้วยเช่นกัน เนื่องจากสมการของ Max planck; $E=hc/\lambda$ โดยที่ $h = 6.626 \times 10^{-34}$ J/s และ $c = 3 \times 10^8$ m/s เพราะฉะนั้น ถ้าค่าพลังงานมากหรือน้อยก็จะส่งผลต่อความยาวคลื่นด้วย จึงทำให้การสะท้อนในผลึกของแต่ละธาตุนั้นไม่เท่ากัน เมื่อรังสีเอ็กซ์สะท้อนจากผลึกจะถูกนำเข้าสู่เครื่องตรวจจับอีกทีหนึ่ง ซึ่งภายในเครื่อง WDS จะมีลักษณะอยู่บนพื้นฐานของวงกลม เรียกว่า Rowland circle ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 Rowland circle^[54]

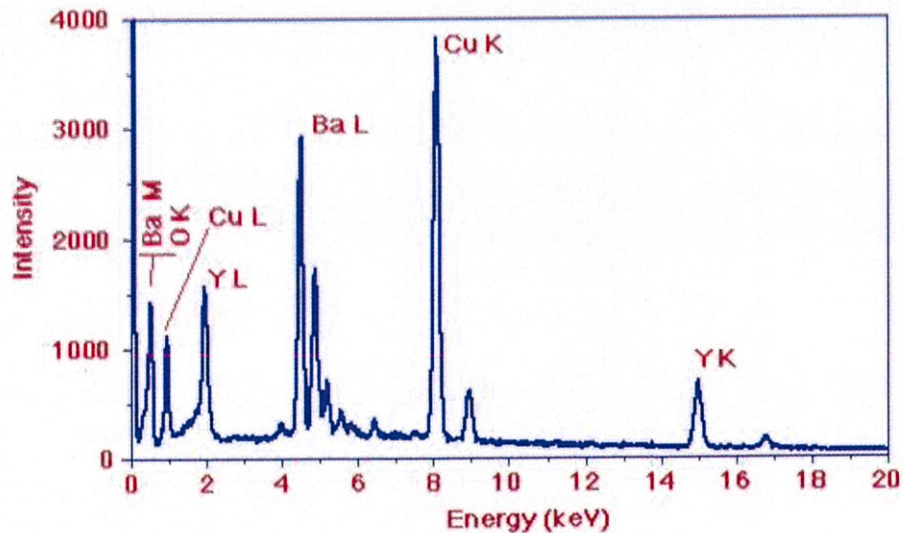
เมื่อรังสีถูกสะท้อนมาจากผลึกแล้ว จะเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจจับ ซึ่งภายในอุปกรณ์ตรวจจับจะบรรจุแก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอน รังสีเอ็กซ์ที่เข้าไปจะทำให้พลังงานอนุภาคของแก๊สเฉื่อยเกิดการสั่น ซึ่งบริเวณตรงกลางจะมีเส้นลวดบางๆซึ่งเป็นขั้ววาโนด การสั่นของอนุภาคแก๊สเฉื่อยจะไปทำให้เส้นลวดนั้นเกิดการสั่น ซึ่งเส้นลวดนั้นต่อกับขั้วไฟฟ้า รังสีเอ็กซ์ซึ่งมีพลังงานที่ไม่เท่ากันจะทำให้เส้นลวดนั้นเกิดการสั่นที่ไม่เท่ากัน ซึ่งจะทำให้เกิดคลื่นสัญญาณ (pulse) จากนั้นคลื่นสัญญาณจะถูกขยายสัญญาณด้วยเครื่องขยายสัญญาณ (preamplifier) ซึ่งจะทำให้การแสดงผลชัดเจนขึ้น ข้อดีของเครื่องตรวจจับ WDS คือ สามารถแยกแยะรายละเอียดของแต่ละธาตุได้อย่างชัดเจน แต่จะเสียเวลาในกระบวนการวิเคราะห์นาน



รูปที่ 4.14 อุปกรณ์ตรวจจับภายใน WDS^[54]

4.3.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative analysis) เป็นการวิเคราะห์เพื่อจำแนกธาตุทางเคมีเบื้องต้นในบริเวณนั้นๆ ของชิ้นงาน กล่าวคือ เมื่อทำการยิงอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดลงไปที่ผิวชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ โดยพื้นผิวบริเวณที่ยิงอิเล็กตรอนไปนั้นจะประกอบไปด้วยองค์ประกอบทางเคมีต่างๆ ที่มีสัดส่วนที่ไม่เท่ากัน เมื่อมีการปล่อยพลังงานออกมา โดยสิ่งที่เราสนใจคือ รังสีเอ็กซ์แบบจำเพาะ ซึ่งจะตรวจจับรังสีเอ็กซ์โดยเฉพาะ ทำการประมวลค่าออกมาและแสดงผลจำแนกธาตุแต่ละธาตุในบริเวณที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งเป็นการวิเคราะห์เบื้องต้นว่าบริเวณที่สนใจมีธาตุอะไรอยู่

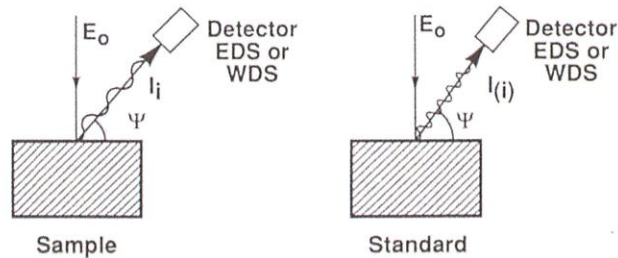


4.15 แสดงตัวอย่างแผนภาพสเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งจะระบุธาตุและชั้นพลังงาน^[55]

4.3.4 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

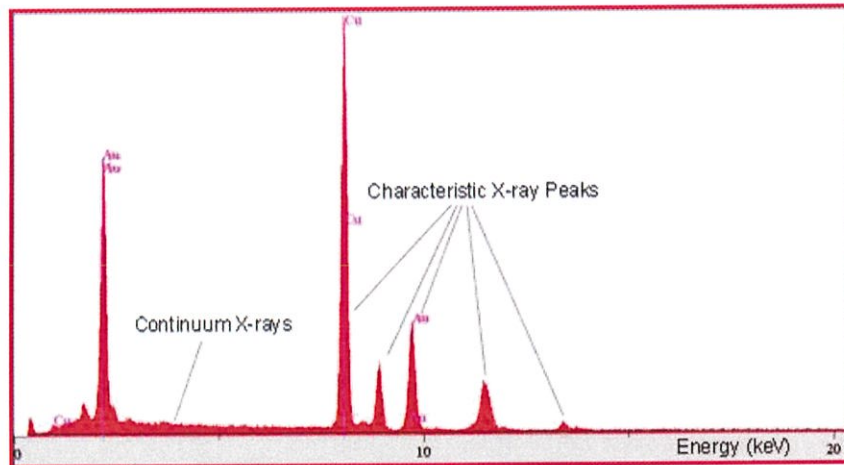
การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative analysis) เป็นการวิเคราะห์ที่ต่อเนื่องมาจากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เมื่อสามารถทราบแล้วว่า บริเวณที่เราสนใจประกอบธาตุทางเคมีอะไรบ้าง จะวิเคราะห์ต่อได้ว่า ในแต่ละองค์ประกอบที่อยู่ในบริเวณที่สนใจนั้นจะมีปริมาณคิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยมวลที่เท่าใด โดยมีหลักการดังนี้

1.) วัดเปอร์เซ็นต์โดยมวลของธาตุที่เราสนใจของชิ้นงานมาตรฐาน ($C_{(i)}$) และวัดความเข้มพลังงาน ($i_{(i)}$) ซึ่งชิ้นงานมาตรฐานจะต้องเป็นชิ้นงานที่มีความบริสุทธิ์ของธาตุนั้นๆ

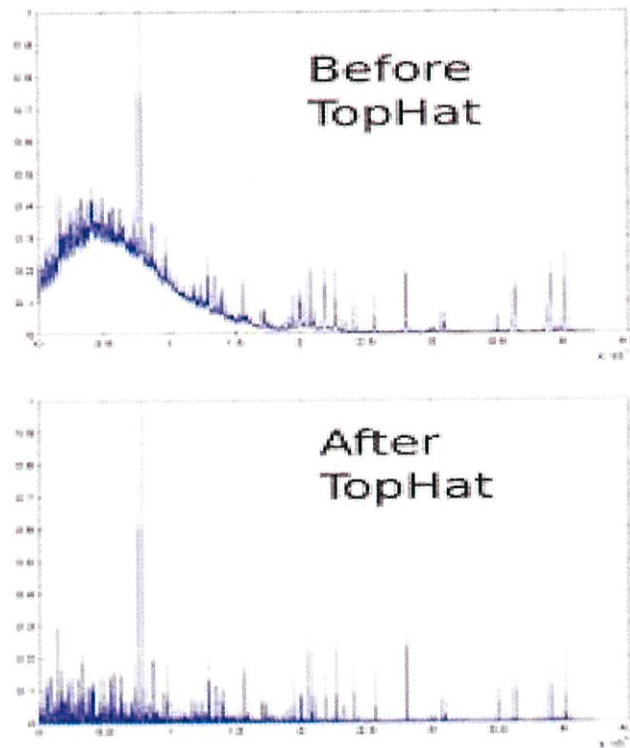


รูปที่ 4.16 แสดงความแตกต่างระหว่างชิ้นงานที่เราต้องการทดสอบกับชิ้นงานมาตรฐาน^[56]

2.) ในส่วนของแผนภาพสเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ จะปรากฏรังสีเอ็กซ์สองแบบคือ รังสีเอ็กซ์จำเพาะ กับรังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่อง ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณนั้นจะสนใจแค่รังสีเอ็กซ์จำเพาะเท่านั้น เพราะฉะนั้นจึงจำเป็นที่จะต้องลบส่วนที่เป็นรังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่องออกไป โดยผ่านตัวกรองข้อมูลซึ่งเรียกว่า Top hat filter เพื่อให้รังสีเอ็กซ์จำเพาะสามารถแสดงค่าได้อย่างถูกต้องที่สุด



รูปที่ 4.17 แสดงลักษณะรังสีเอ็กซ์จำเพาะและรังสีเอ็กซ์แบบต่อเนื่อง^[57]



รูปที่ 4.18 เปรียบเทียบระหว่างข้อมูลที่ยังไม่ผ่านตัวกรอง กับข้อมูลที่ผ่านมาตัวกรองแล้ว^[58]

3.) ธาตุแต่ละธาตุที่แสดงบนแผนภาพสเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์นั้น อาจเจอกรณีที่ ในหนึ่งธาตุเกิดมากกว่า 1 ระดับพลังงานดังในรูป 4.11 มี 3 ธาตุที่มีมากกว่า 1 ระดับพลังงานคือ Y L และ Y L, Cu K และ Cu L, Ba L และ Ba M ให้เลือกระดับพลังงานที่มีความเข้มพลังงาน (i) หรือจำนวนนับครั้งต่อวินาทีที่มากกว่า เป็นส่วนที่จะพิจารณา หรือก็คือ ให้เลือก Y L, Cu K และ Ba L

4.) เมื่อทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณ จะเกิดปัจจัยที่ทำให้การวิเคราะห์เชิงปริมาณคลาดเคลื่อนไปจากความเป็นจริง จึงมีตัวแปรที่ไว้สำหรับแก้ไขสัดส่วนให้ถูกต้องอันเนื่องมาจากปัจจัยเหล่านั้น ตัวแปรนั้น เรียกว่า ZAF Matrix correction

Z คือ เลขอะตอมของธาตุนั้นๆ

A คือ การดูดกลืนพลังงานรังสีเอ็กซ์จำเพาะ

F คือ การเกิดรังสีเอ็กซ์จำเพาะของธาตุใหม่ที่เกิดจากรังสีเอ็กซ์จำเพาะของอีกธาตุหนึ่งอีกต่อหนึ่ง

ตัวแปรเหล่านี้ Z, A และ F จะคิดเป็นเชิงตัวเลข เพื่อนำไปแก้ไขสัดส่วนของเปอร์เซ็นต์ต่อมวลให้ถูกต้อง

5.) นำไปเข้าสมการดังนี้

$$C_i/C_{(i)} = [ZAF]_i * I_{(i)} = [ZAF]_i * k_i$$

ก็จะสามารถหาค่าเปอร์เซ็นต์ต่อมวลของบริเวณที่สนใจได้ เมื่อทราบค่าตัวแปรทั้งหมด

บทที่ 5

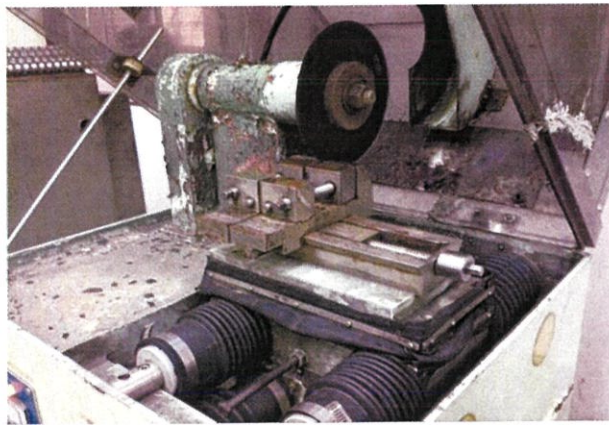
วิธีการดำเนินงานวิจัย

5.1 การเตรียมชิ้นงาน

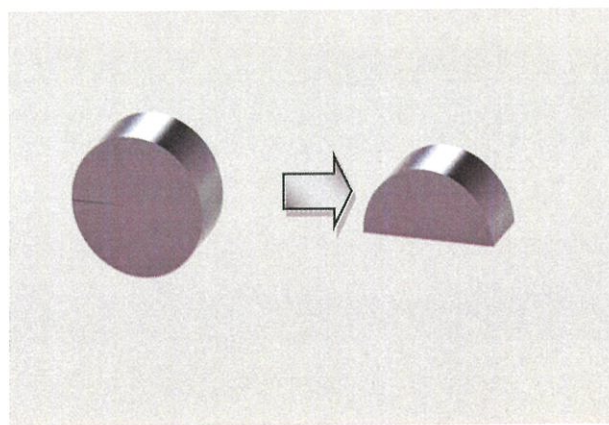
5.1.1 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L เส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร ตัดให้มีความหนา 10 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องตัดผิวเรียบ (refine cutting) ลักษณะชิ้นงานเป็นดังรูป 5.2

ตารางที่ 5.1 ส่วนประกอบทางเคมีของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L (รับรองจากผู้ผลิต)

ชนิดของ เหล็ก	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Ti
316L	0.02	1.502	0.279	0.027	0.029	16.99	2.022	10.02	-



รูปที่ 5.1 เครื่องตัดผิวเรียบ (refine cutting)



รูปที่ 5.2 แสดงการตัดเหล็กกล้าไร้สนิม

5.1.2 ให้ความร้อนแก่ชิ้นงานเพื่อละลายสารเป็นเนื้อเดียว (solution treatment) ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และหลังจากอบเสร็จ ทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องด้วยการจุ่มในถังน้ำ (water quenching) ทันที



รูปที่ 5.3 เตอบ

5.1.3 นำเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการอบจากข้อ 5.1.2 ทำการอบที่เวลาและอุณหภูมิต่างๆ หลังจากอบเสร็จทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องด้วยการจุ่มในถังน้ำ (water quenching) ทันที

5.1.4 เหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการอบจากข้อ 5.1.3 มาขึ้นรูปเย็น (cold mounting) โดยใช้เรซินเหลว ประมาณ 30 กรัม บรรจุใส่แก้วกระดาษไขผสมกับสารทำแข็งเรซิน จำนวน 7 หยด คนเบาๆ ให้เข้ากัน



รูปที่ 5.4 เรซินเหลว



รูปที่ 5.5 สารทำแข็งเรซิน

5.1.5 นำชิ้นงานวางลงบนแม่พิมพ์ทรงกระบอก (PVC) แล้วจึงค่อยๆ เทเรซินลงไปเบาๆ เพื่อป้องกันการเคลื่อนของชิ้นงานและการเกิดฟองอากาศ



รูปที่ 5.6 แม่พิมพ์ที่ได้วางชิ้นงานและเทอร์ซีนเหลวลงไปภายใน

5.1.6 นำแม่พิมพ์มาดูดเอาฟองอากาศออกด้วยปั๊ม เพื่อให้เรซินเกาะกับชิ้นงานได้ดีขึ้นและทิ้งไว้ที่ อุณหภูมิห้อง จนเรซินแห้งและแข็งตัวดี



รูปที่ 4.7 เครื่องปั๊มดูดสุญญากาศ (vacuum pump)

5.1.7 ถอดชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ด้วยความระมัดระวัง จากนั้นเข้าสู่กระบวนการเตรียมพื้นผิวของ ชิ้นงานด้วยการนำไปขัดด้วยเครื่องขัด (pefine-polisher) กระจกซิลิกาคาร์ไบด์ (SiC) จากเบอร์ 80, 240, 400, 800 และ 1200 ตามลำดับ และขัดแบบละเอียดด้วยสารละลายผสมผงขัดเพชร (polycrystalline diamond suspension) ขนาด 3, 1 ไมโครเมตร ตามลำดับ และทำความสะอาด ชิ้นงานด้วยเครื่อง ultrasonic steri-cleaner



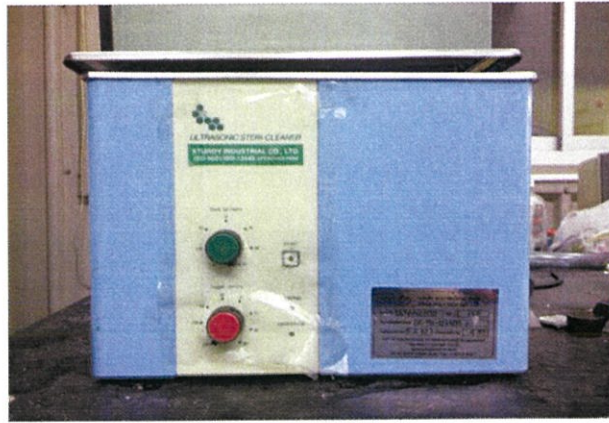
รูปที่ 5.8 เครื่องขัด (pefine-polisher)



รูปที่ 5.9 สารละลายผสมผงขัดเพชร (polycrystalline diamond suspension)



รูปที่ 5.10 เครื่องขัด (refine-polisher)

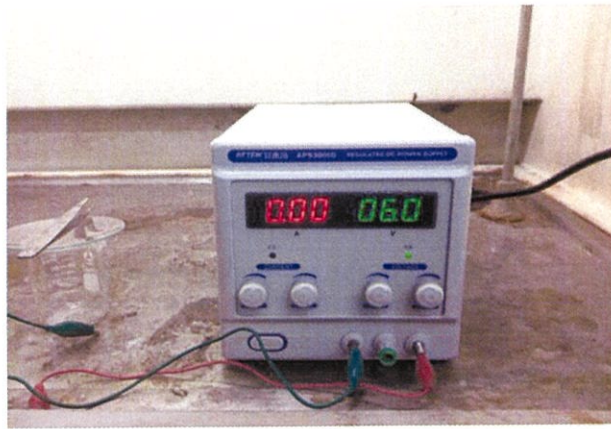


รูปที่ 5.11 เครื่อง ultrasonic steri-cleaner

5.1.8 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค จะตรวจสอบด้วยการกัดกรดที่พื้นผิวของชิ้นงานด้วยวิธี electrolytic etching โดยสารเคมีที่ใช้ คือ กรดออกซาลิก 1 กรัม ผสมลงในน้ำกลั่น 10 มิลลิกรัม ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 6 โวลต์ เวลาในการกัดประมาณ 1 นาที และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง



รูปที่ 5.12 กรดออกซาลิก (oxalic acid)



รูปที่ 5.13 เครื่องกำเนิดความต่างศักย์ไฟฟ้า



รูปที่ 5.14 กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (light optical microscope : LOM)

5.1.9 การวัดความแข็งของชิ้นงานจะวัดด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ (hardness vickers test)



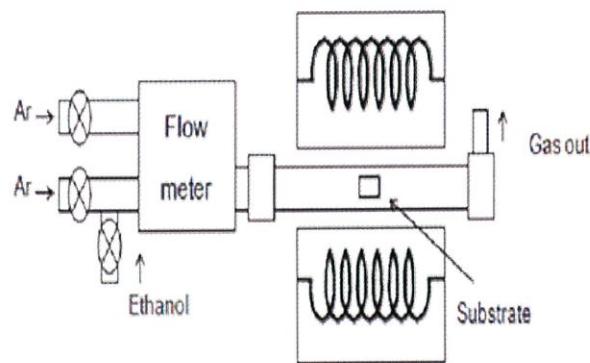
รูปที่ 5.15 เครื่องวัดความแข็ง (vickers hardness tester)

5.2 กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotubes : CNTs)

5.2.1 เข้าสู่ชิ้นงานที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวจะเข้าสู่กระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมี โดยชิ้นงานแต่ละชิ้นจะถูกวางที่กึ่งกลางของโซนให้ความร้อนในเตาที่อควอทซ์แสดงดังในรูป 5.17



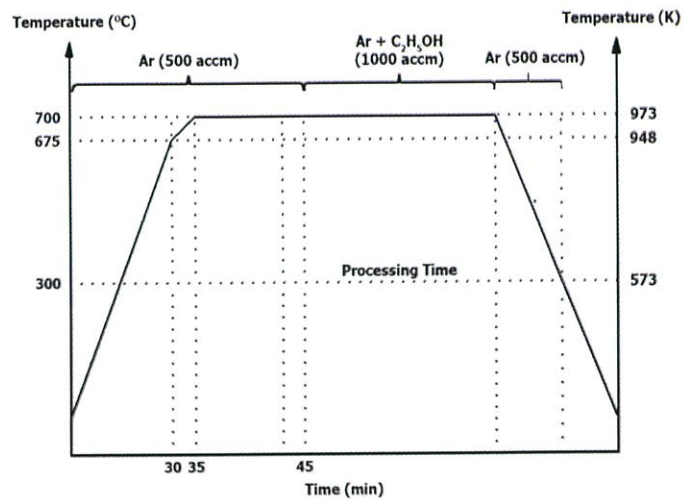
รูปที่ 5.16 กระบวนการตกสะสมไอเคมี (chemical vapor deposition : CVD)



รูปที่ 5.17 แสดงแผนภาพส่วนประกอบของเตา

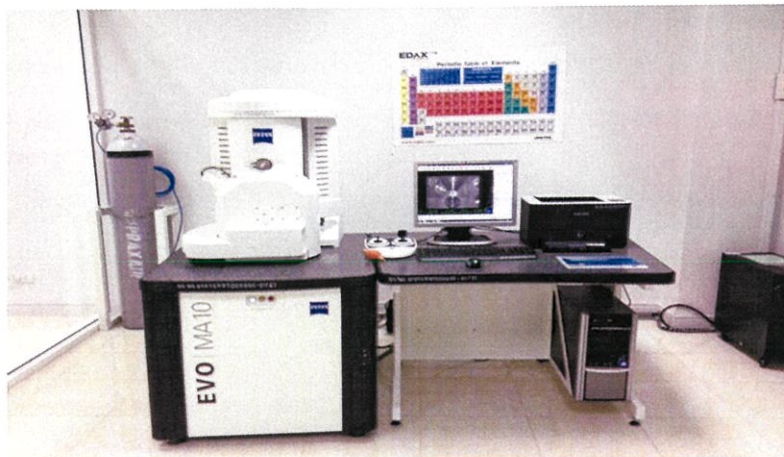
5.2.2 เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ก๊าซอาร์กอนจะถูกใส่เข้าไปในเตาด้วยอัตราการไหล เท่ากับ 500 มาตรฐานลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้แน่ใจว่าการกระจายของอุณหภูมินั้นเท่ากันทั่วทั้งชิ้นงาน ก่อนที่ก๊าซที่มีสารประกอบคาร์บอน ซึ่งในการทดลองจะใช้เป็นเอทานอล จะถูกใส่เข้าไปในระบบโดยการพาของก๊าซอาร์กอน ที่มีอัตราการไหลเท่ากับ 1000 มาตรฐานลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ผ่านขวดที่มีเอทานอลถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 10 นาที กับ 20 นาที ก่อนที่เอทานอลจะถูกปิดและระบบจะให้ก๊าซอาร์กอนไหล ผ่านเข้าไปในช่วงที่เตาเย็นตัวจนอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหล 500 มาตรฐานลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และจากอุณหภูมิ 300 องศา

เซลล์เซียม จนถึงอุณหภูมิห้องจะเป็นอากาศไหลผ่านเข้าไปแทน แผนภาพกระบวนการจะแสดงดังรูปที่ 5.18



รูปที่ 5.18 แผนภาพกระบวนการตกตะกอนไอเคมี

5.2.3 ลักษณะโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะถูวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อตรวจสอบปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้น



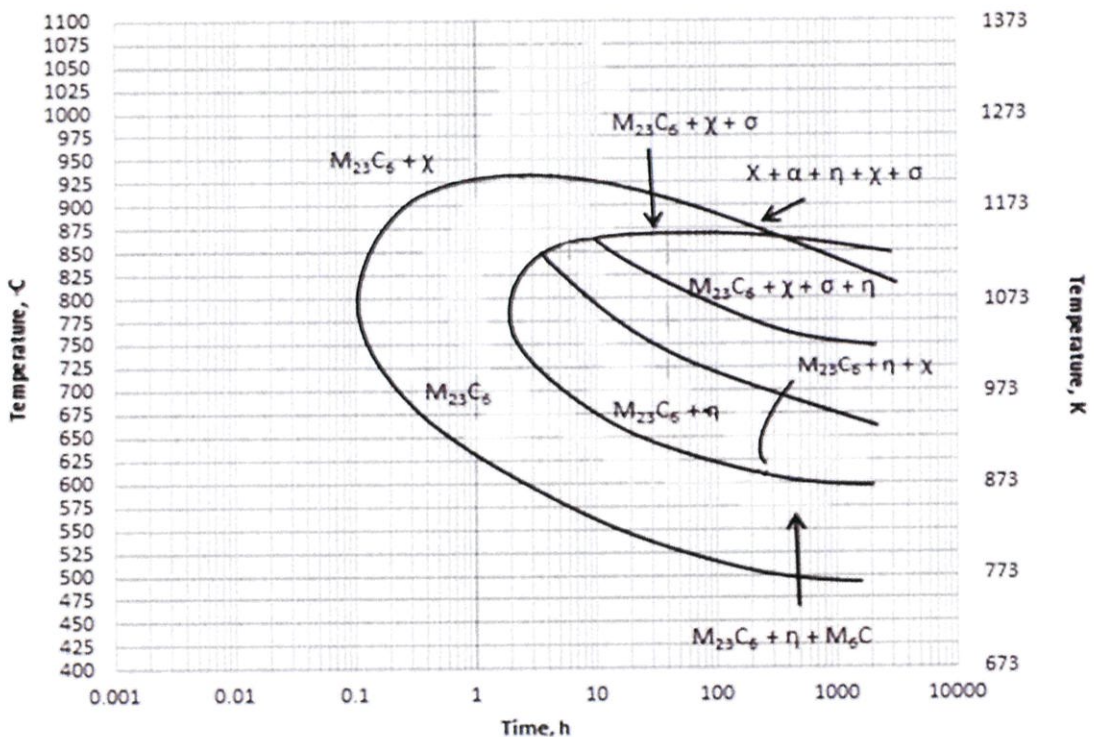
รูปที่ 5.19 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

บทที่ 6

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

6.1 ผลการทดลอง

ในขั้นตอนการทดลอง ชิ้นงานที่เลือกมาเพื่อดำเนินการนั้นคือเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L ซึ่งได้นำแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน (time-temperature-precipitation) ของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L ดังแสดงในรูปที่ 6.1 มาอ้างอิงเพื่อทำการอบด้วยความร้อน ในแผนภาพจะแสดงการเกิดเฟสต่างๆ ตามความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลา ขั้นตอนในการเลือกชิ้นงานเพื่อมาดำเนินการจะยึดค่าคงที่สำหรับอุณหภูมิเพื่อแปรเปลี่ยนเวลา และยึดค่าคงที่สำหรับเวลาเพื่อแปรเปลี่ยนอุณหภูมิ



รูปที่ 6.1 แผนภาพเวลา-อุณหภูมิของการตกตะกอน เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L

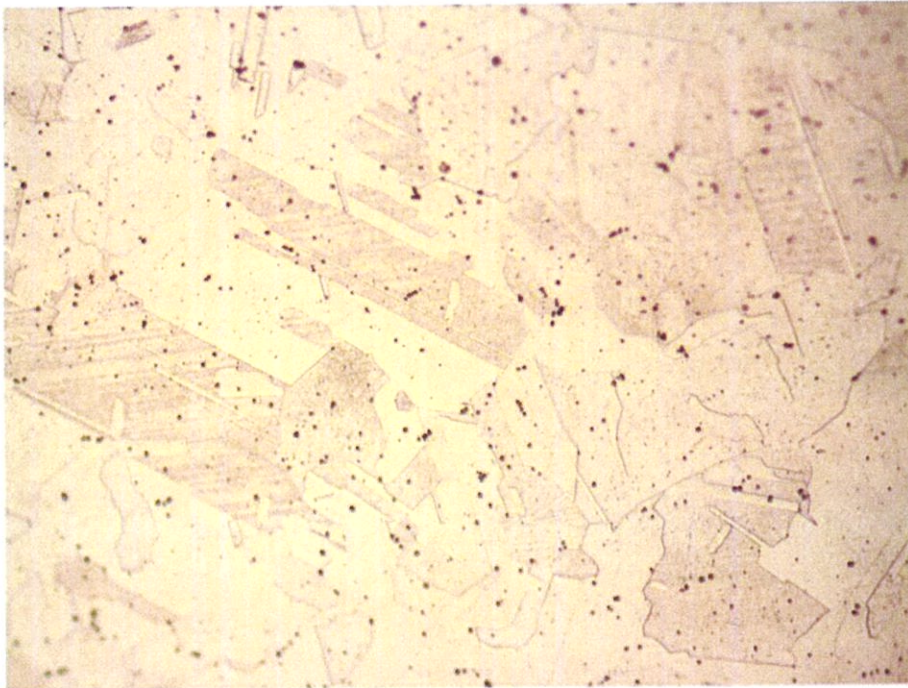
จากการพิจารณาแผนภาพสามารถสรุปจำนวนชิ้นงานที่จะดำเนินการ รวมไปถึงเวลา อุณหภูมิที่ใช้ และเฟสต่างๆที่อาจจะเกิดขึ้นได้ดังแสดงในตารางที่ 6.1

ตารางที่ 6.1 แสดงจำนวนชิ้นงาน, อุณหภูมิ, เวลา และเฟสที่เกิดขึ้น

ลำดับ	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (ชั่วโมง)	เฟส
1.	725	0.3	$M_{23}C_6$
2.		2	$M_{23}C_6$
3.		6	$M_{23}C_6, \eta$
4.		40	$M_{23}C_6, \eta$
5.	775	40	$M_{23}C_6, \eta, \chi$
6.	850	6	$M_{23}C_6, \eta, \chi$
7.	850	40	$M_{23}C_6, \eta, \chi, \sigma$

ก่อนขึ้นงานจะทำการอบด้วยความร้อนดังตารางที่ 6.1 จะผ่านการทำ solution treatment ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเข้าสู่กระบวนการกัดกรดทางเคมีด้วยวิธี electrolytic etching ชิ้นงานแต่ละชิ้นจะถูกตรวจสอบเบื้องต้นด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง

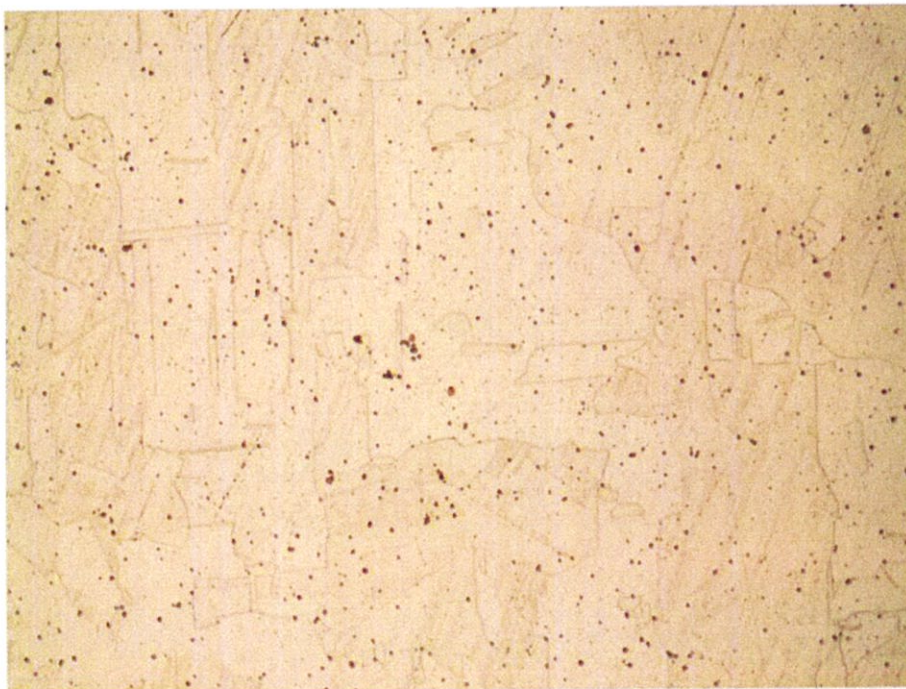
6.1.1 โครงสร้างจุลภาคชนิด 316L ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง



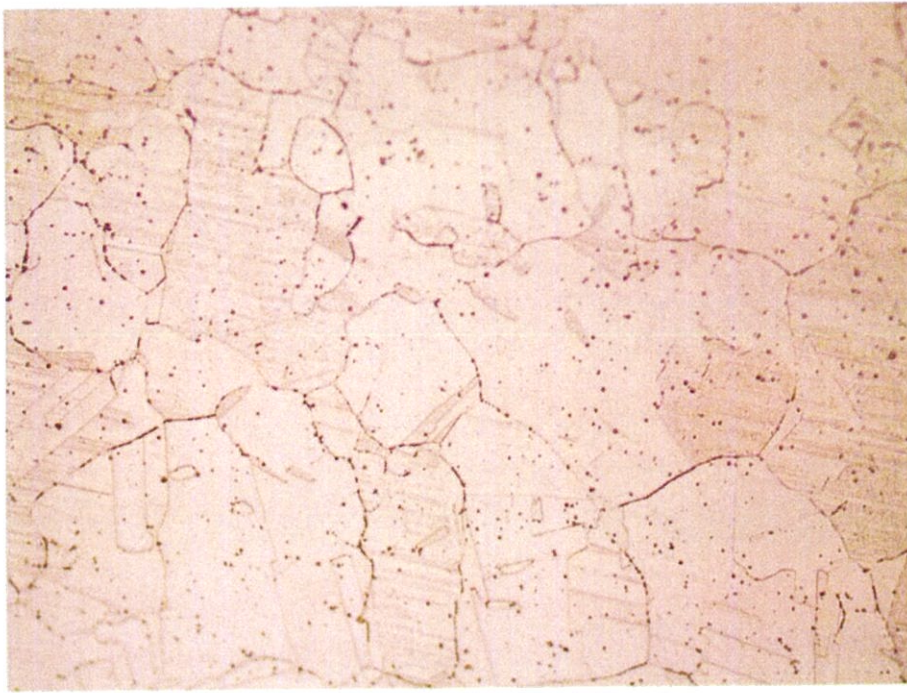
รูปที่ 6.2 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 0.3 ชั่วโมง



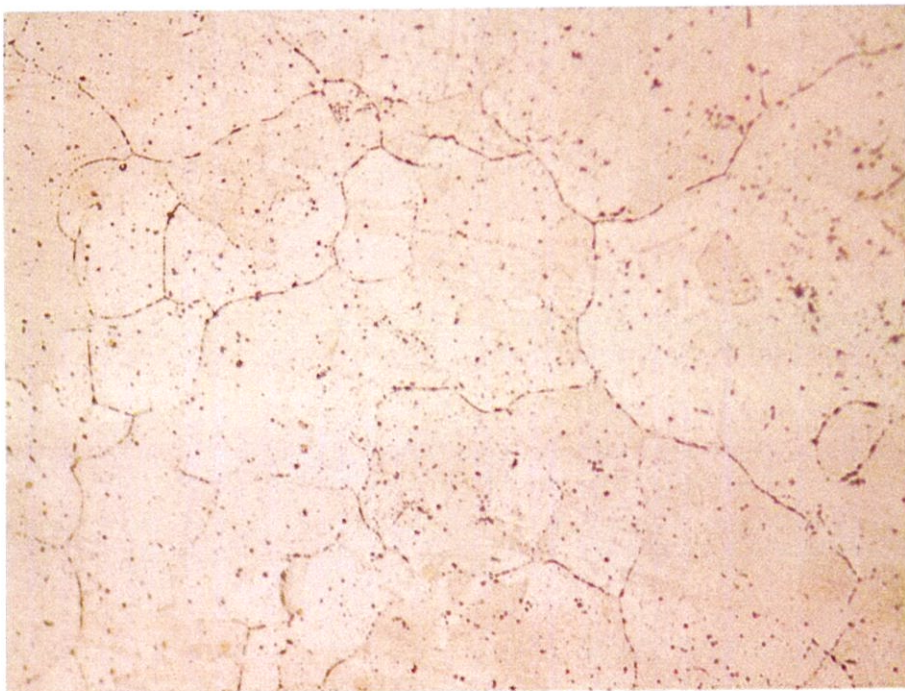
รูปที่ 6.3 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง



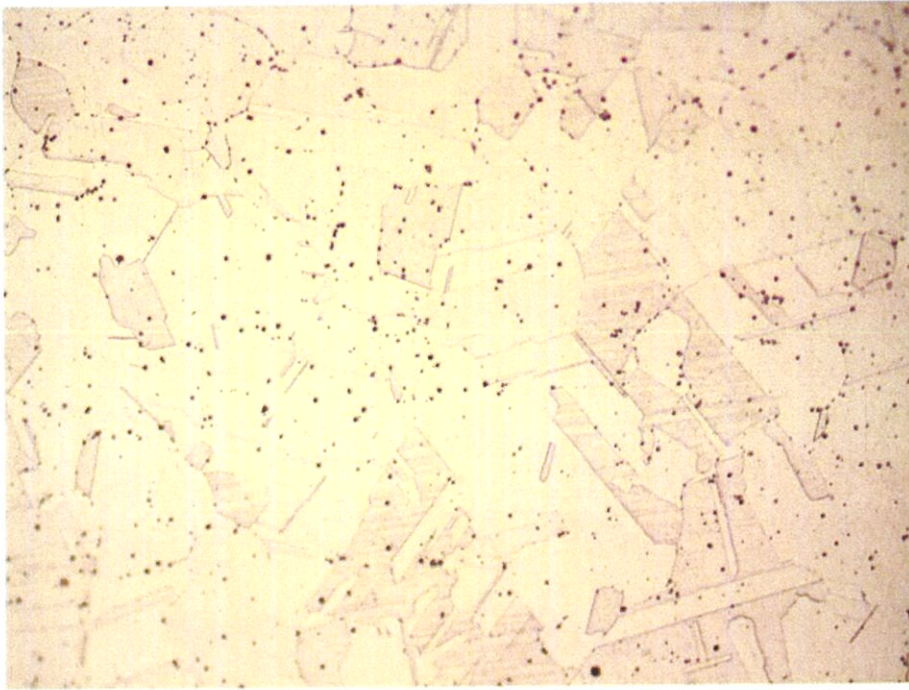
รูปที่ 6.4 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง



รูปที่ 6.5 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง



รูปที่ 6.6 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง



รูปที่ 6.7 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง



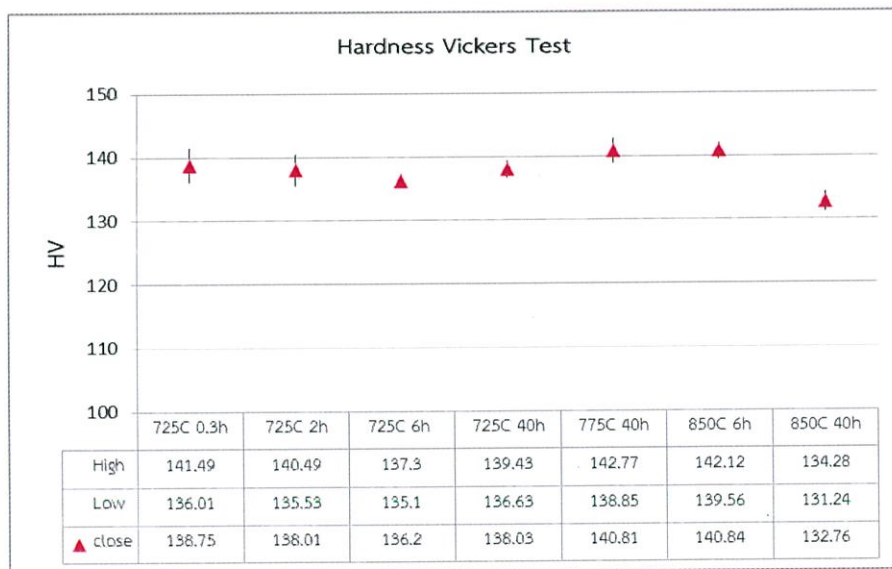
รูปที่ 6.8 เหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L อบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง

6.1.2 ชั้นงานทั้ง 7 ชั้นจะถูกทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ เพื่อเก็บข้อมูลที่จะใช้ในการวิเคราะห์ความแตกต่างที่จะเกิดขึ้นของทั้ง 7 ชั้นงาน ดังแสดงในตารางที่ 6.2

ตารางที่ 6.2 ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์

ลำดับ	ชั้นงานที่ดำเนินการ	ค่าความแข็ง (HV)	ค่าความคลาดเคลื่อน
1.	725 องศาเซลเซียส 0.3 ชั่วโมง	138.75	±2.74
2.	725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	138.01	±2.48
3.	725 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	136.2	±1.10
4.	725 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	138.03	±1.40
5.	775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	140.81	±1.96
6.	850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	140.84	±1.28
7.	850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	132.76	±1.52

จากตารางที่ 6.2 สามารถแสดงเป็นกราฟแบบ High-Low-close ได้ดังนี้



รูปที่ 6.9 กราฟ High-Low-Close แสดงค่าความแข็ง

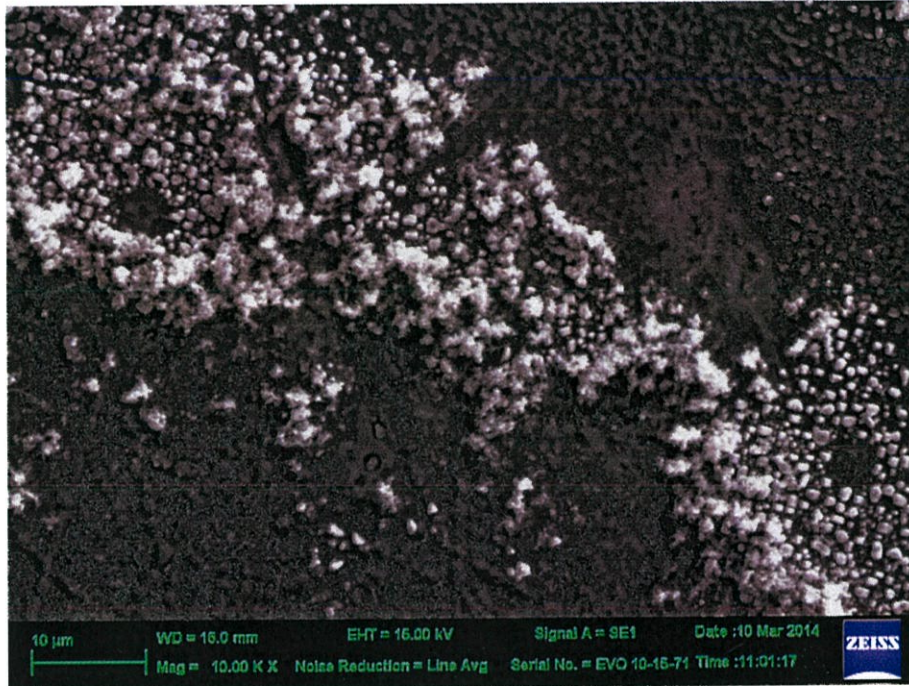
จากข้อมูลทั้ง 3 อย่าง 1.) แผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน 2.) ภาพโครงสร้างจุลภาค และ 3.) ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ สามารถวิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างโครงสร้างทั้ง 7 ชั้นและเลือกชั้นงานที่จะนำไปสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนได้ ดังนี้

ชิ้นงานที่เลือก	เหตุผล
725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง	1) สังเกตจากค่าความแข็งซึ่งพบว่า ค่าความแข็งลำดับที่ 1-4 จากซ้ายไปขวาค่อนข้างเกาะกลุ่มกัน ดังแสดงที่รูปที่ 6.9 แสดงว่าชิ้นงานที่ 1-4 ควรจะมีคุณสมบัติที่ใกล้เคียงกัน 2) สังเกตจากแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-ตกตะกอน ซึ่งพบว่าเมื่ออบด้วยความร้อนที่ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง มีเฟสที่ปรากฏขึ้นเพียงเฟสเดียวคือ $M_{23}C_6$ เป็นจุดเริ่มต้นของการเปลี่ยนแปลงของเฟส สามารถนำมาเปรียบเทียบกับเฟสอื่นๆได้
725 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	ทั้งสองชิ้นมีลักษณะโดยรวมคล้ายกันคือ เมื่อพิจารณาจากแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน ทั้งสองชิ้นมีเฟสที่เกิดขึ้นเหมือนกันคือ $M_{23}C_6$, η และ X และเมื่อพิจารณาจากค่าความแข็งของวิกเกอร์ซึ่งมีค่าความแข็งใกล้เคียงกัน แต่สิ่งที่แตกต่างกันคือโครงสร้างจุลภาค กล่าวคือ ที่ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง โครงสร้างจุลภาคเกิดคาร์ไบด์ (จุดดำขนาดเล็กที่เห็นในภาพ) เรียงตัวเป็นแนวเส้นคล้ายกับขอบเกรนซึ่งเห็นได้ชัดเจน ในขณะที่ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง การเรียงตัวของคาร์ไบด์เป็นแนวเส้นนั้นไม่ชัดเจนแสดงว่าลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของทั้งสองชิ้นอาจแตกต่างกัน
850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง	
850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง	1) พิจารณาจากแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน เป็นชิ้นเดียวที่เกิดเฟส σ ดังแสดงในตารางที่ 6.1 2) ค่าความแข็งแตกต่างจากชิ้นงานที่อบที่อุณหภูมิต่ำๆ อย่างมีนัยสำคัญ

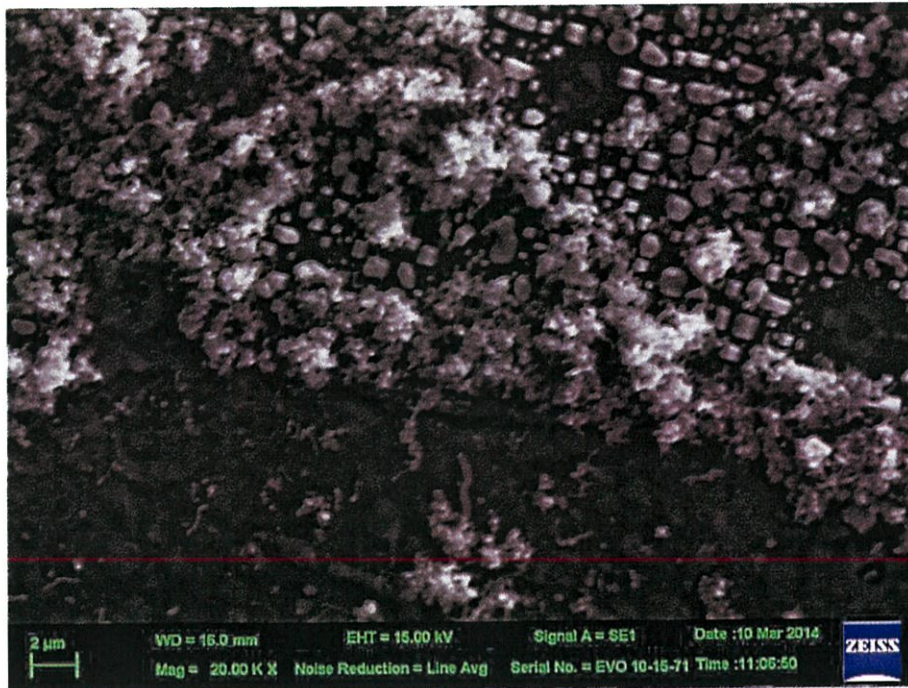
นำชิ้นงานทั้ง 4 ชิ้นที่มีโครงสร้างจุลภาคที่แตกต่างกันนำไปสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ด้วยกระบวนการตกตะกอนไอเคมีที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที และ 20 นาที จากนั้นจึงนำชิ้นงานไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

6.1.3 สัณฐานที่ของนาโนคาร์บอนที่ระยะเวลา 10 นาที

6.1.3.1 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

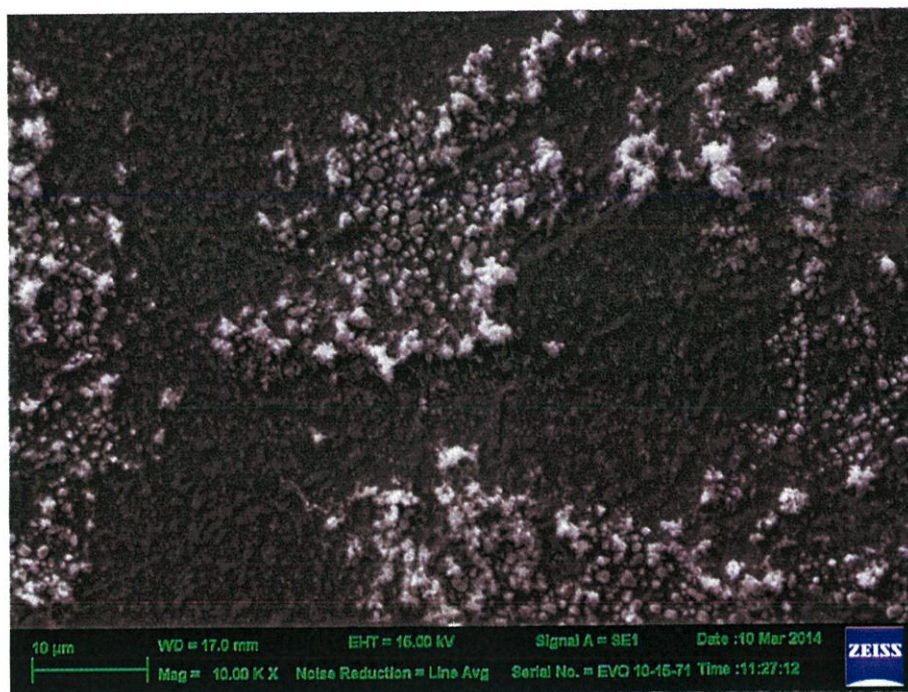


รูปที่ 6.10 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)

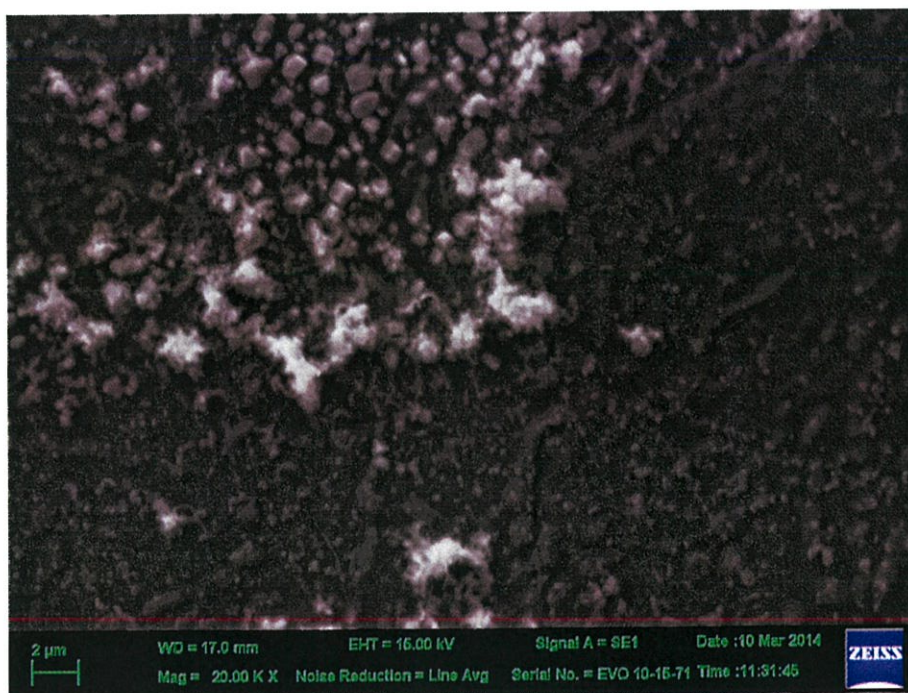


รูปที่ 6.11 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)

6.1.3.2 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง

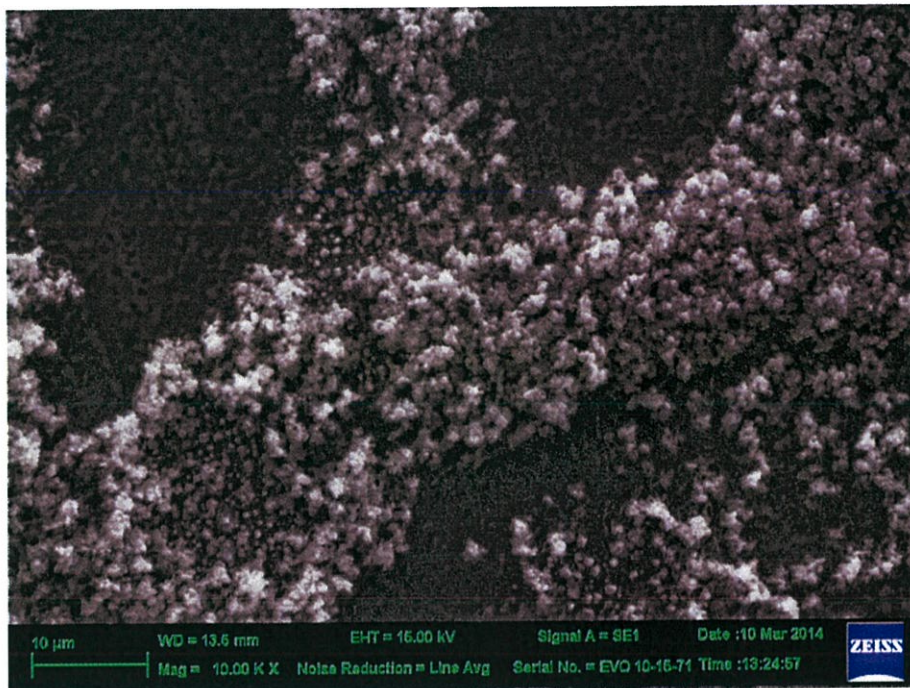


รูปที่ 6.12 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)

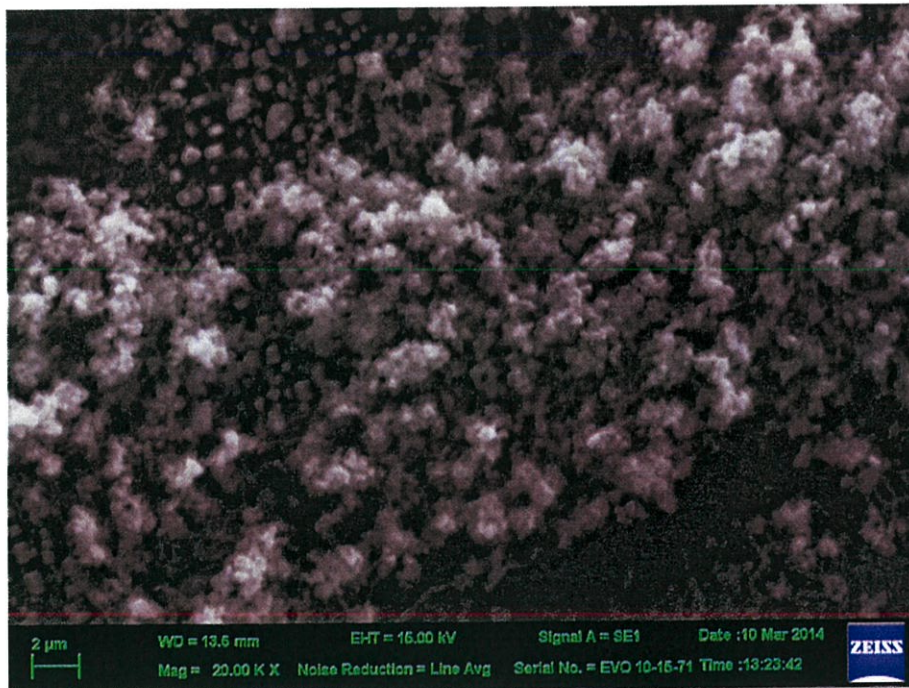


รูปที่ 6.13 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)

6.1.3.3 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง

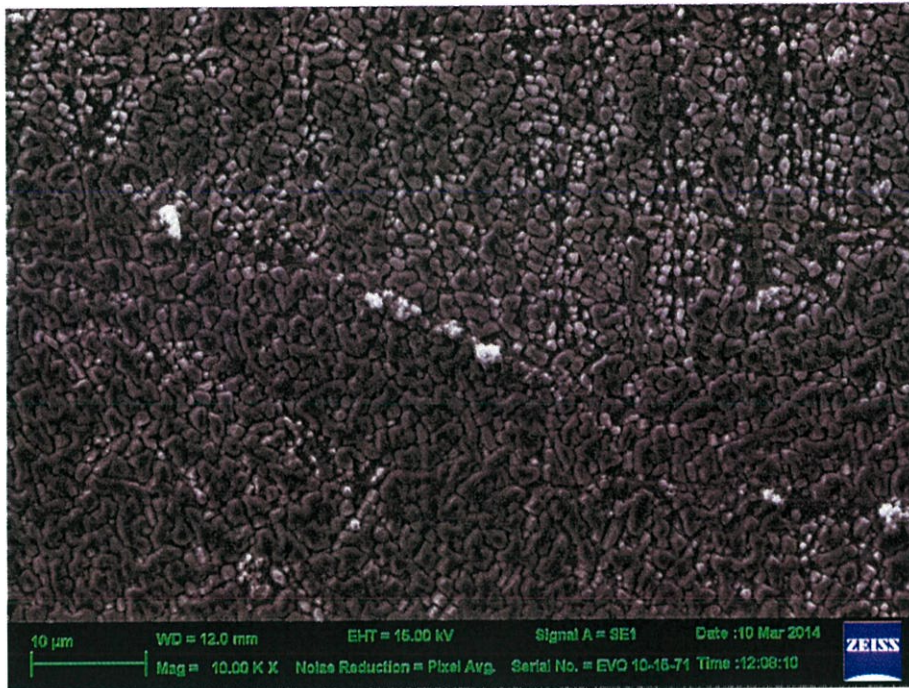


รูปที่ 6.14 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)

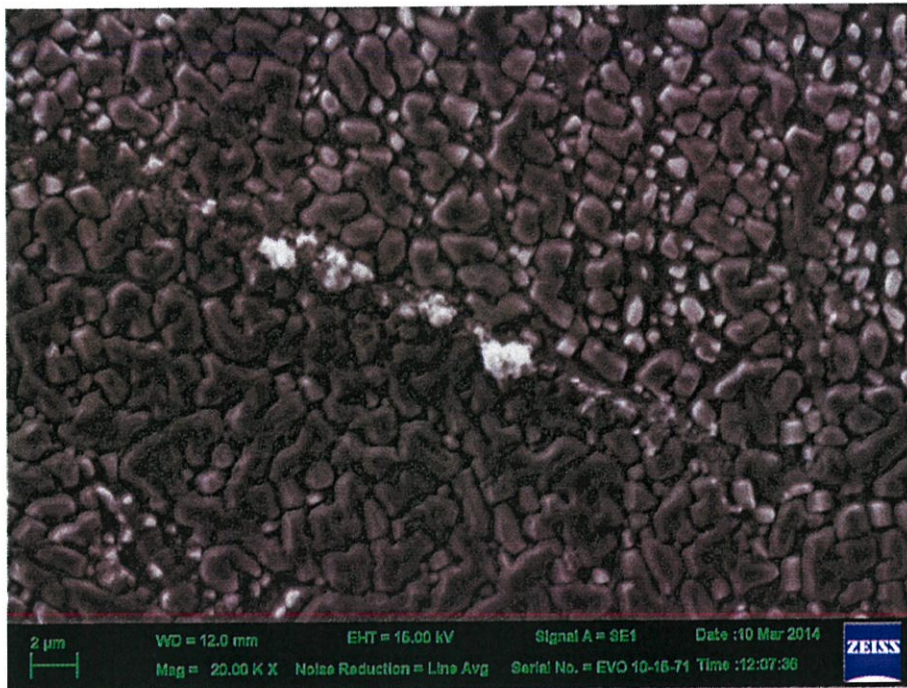


รูปที่ 6.15 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)

6.1.3.4 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง



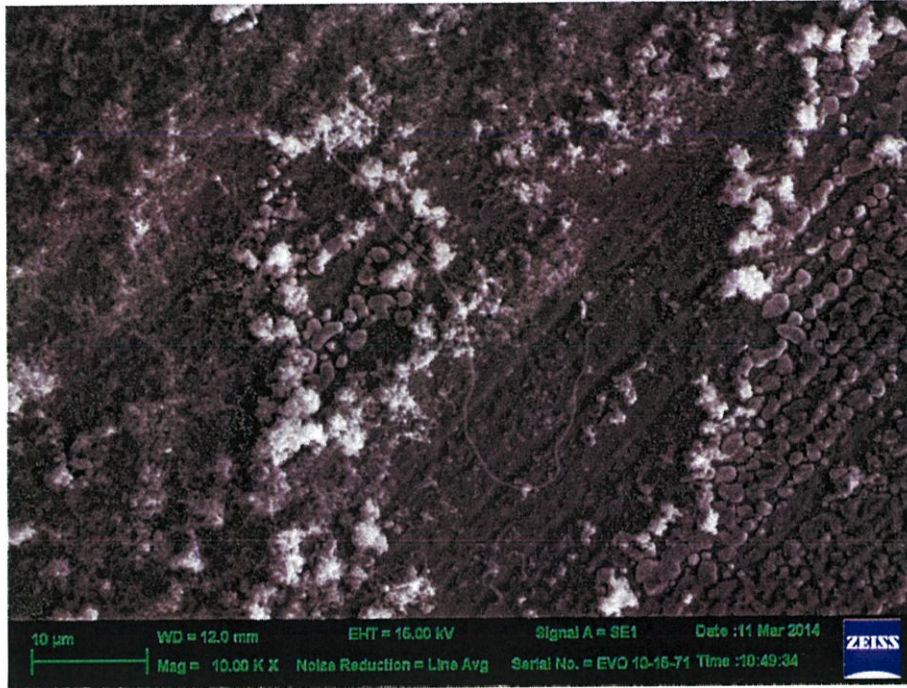
รูปที่ 6.16 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)



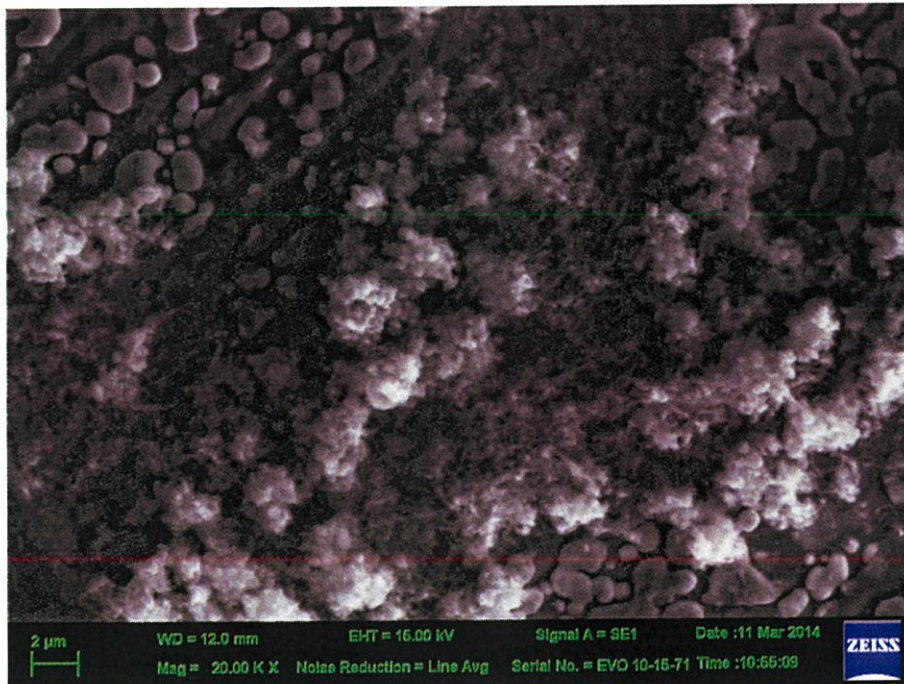
รูปที่ 6.17 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)

6.1.4 สัณฐานที่ท่อนาโนคาร์บอนที่ระยะเวลา 20 นาที

6.1.4.1 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

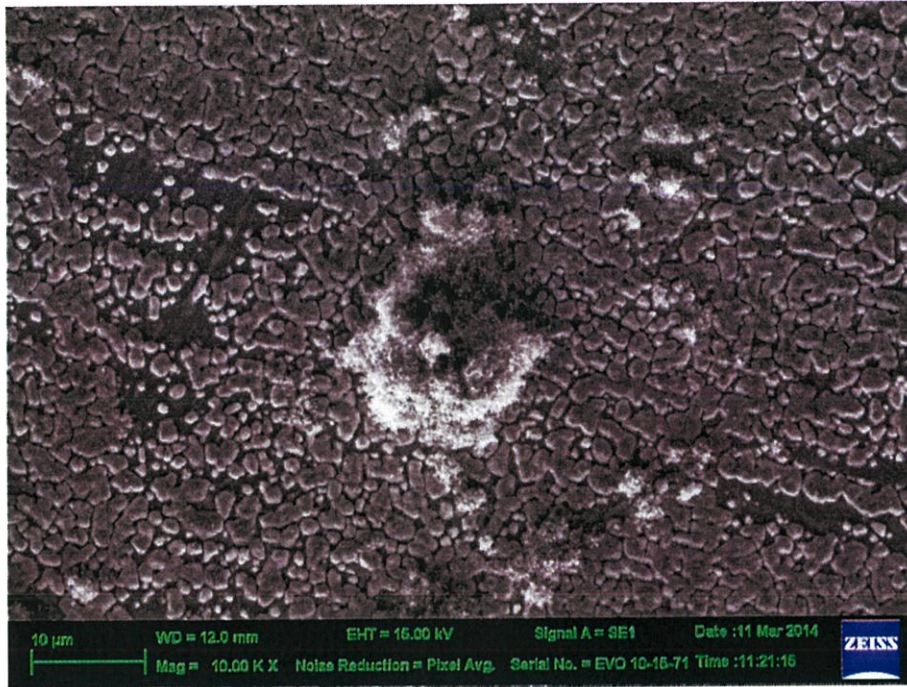


รูปที่ 6.18 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)

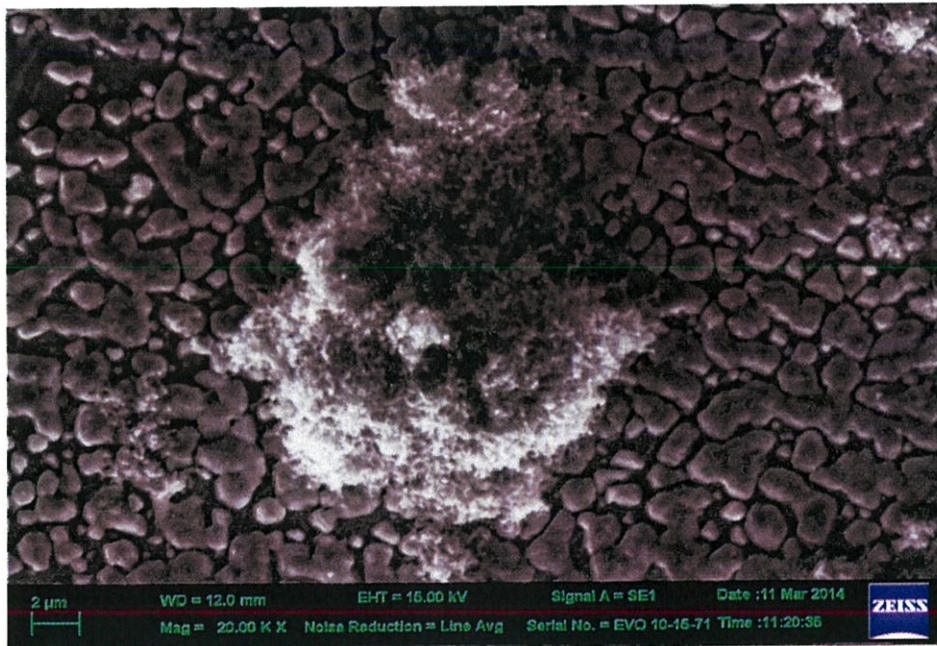


รูปที่ 6.19 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (725 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)

6.1.4.2 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

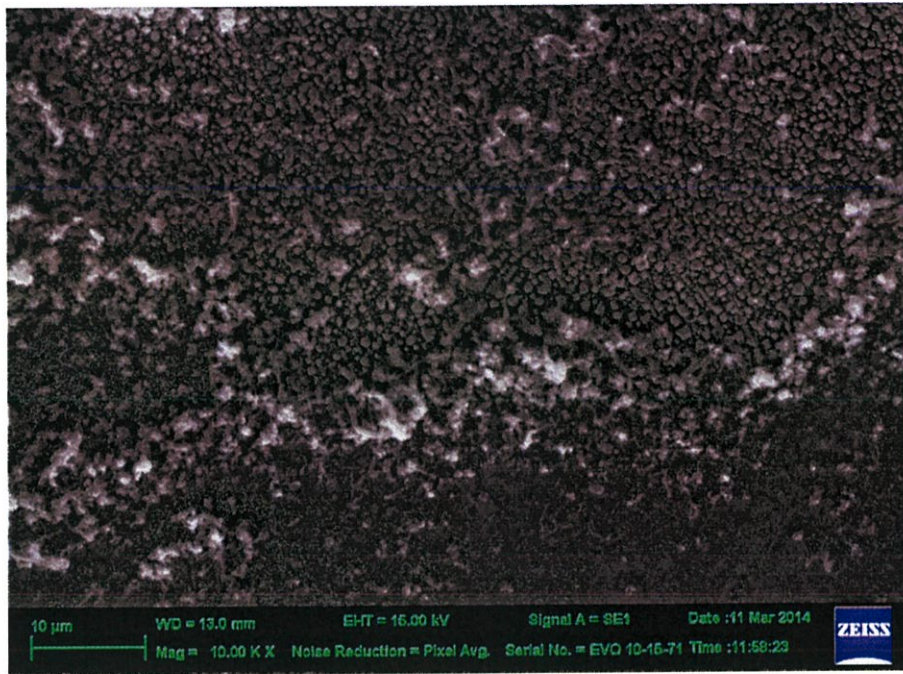


รูปที่ 6.20 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (775 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)

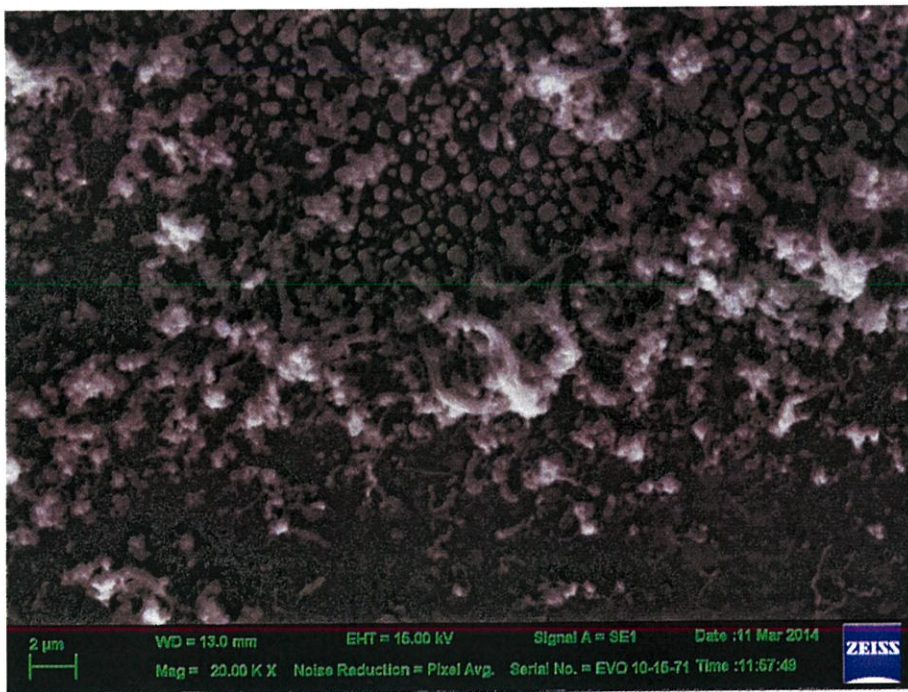


รูปที่ 6.21 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (775 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง)

6.1.4.3 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง

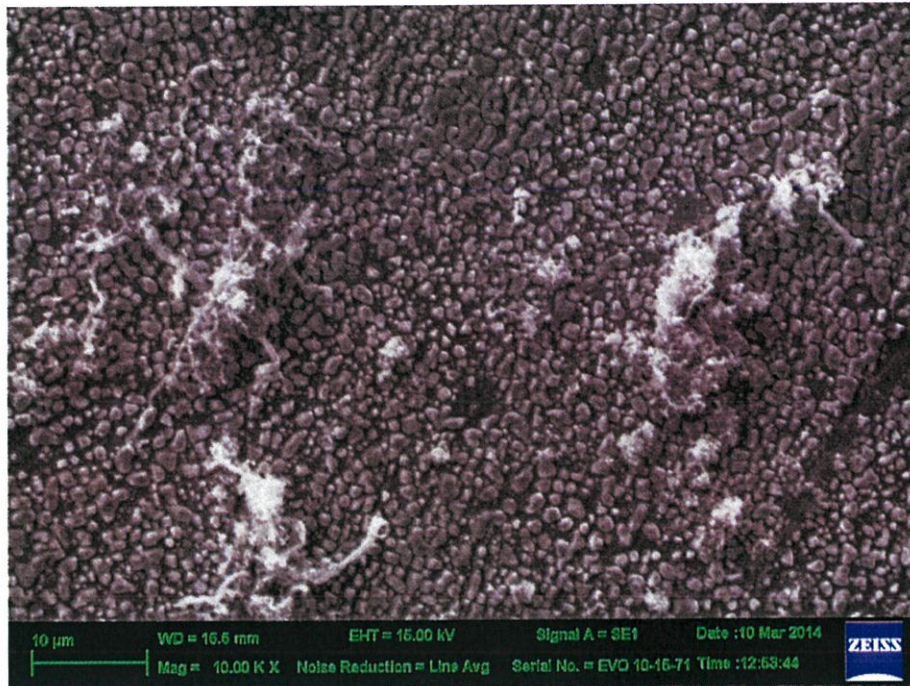


รูปที่ 6.22 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)

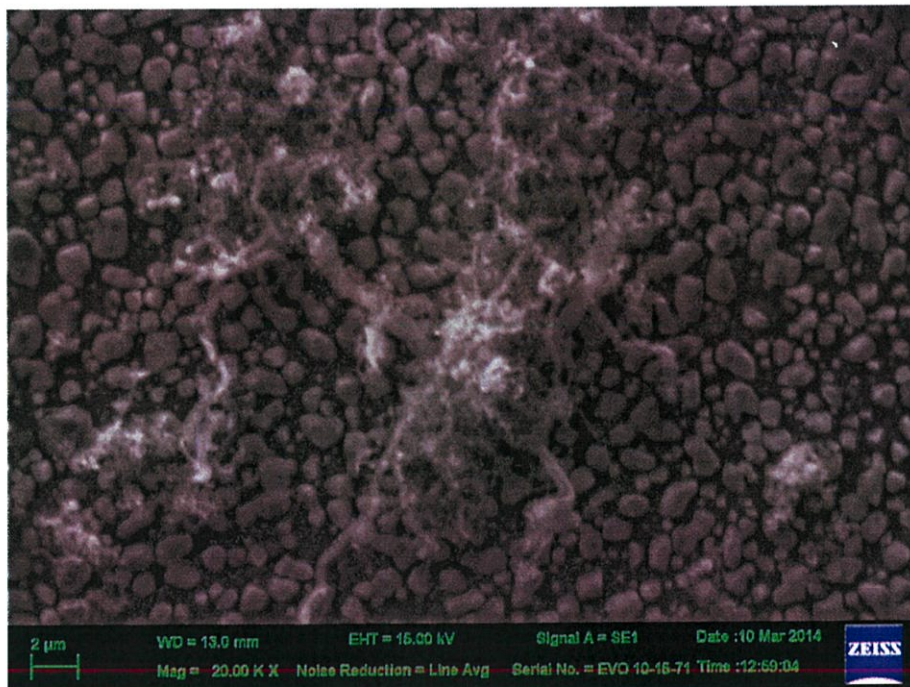


รูปที่ 6.23 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง)

6.1.4.4 ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง



รูปที่ 6.24 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 10k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)

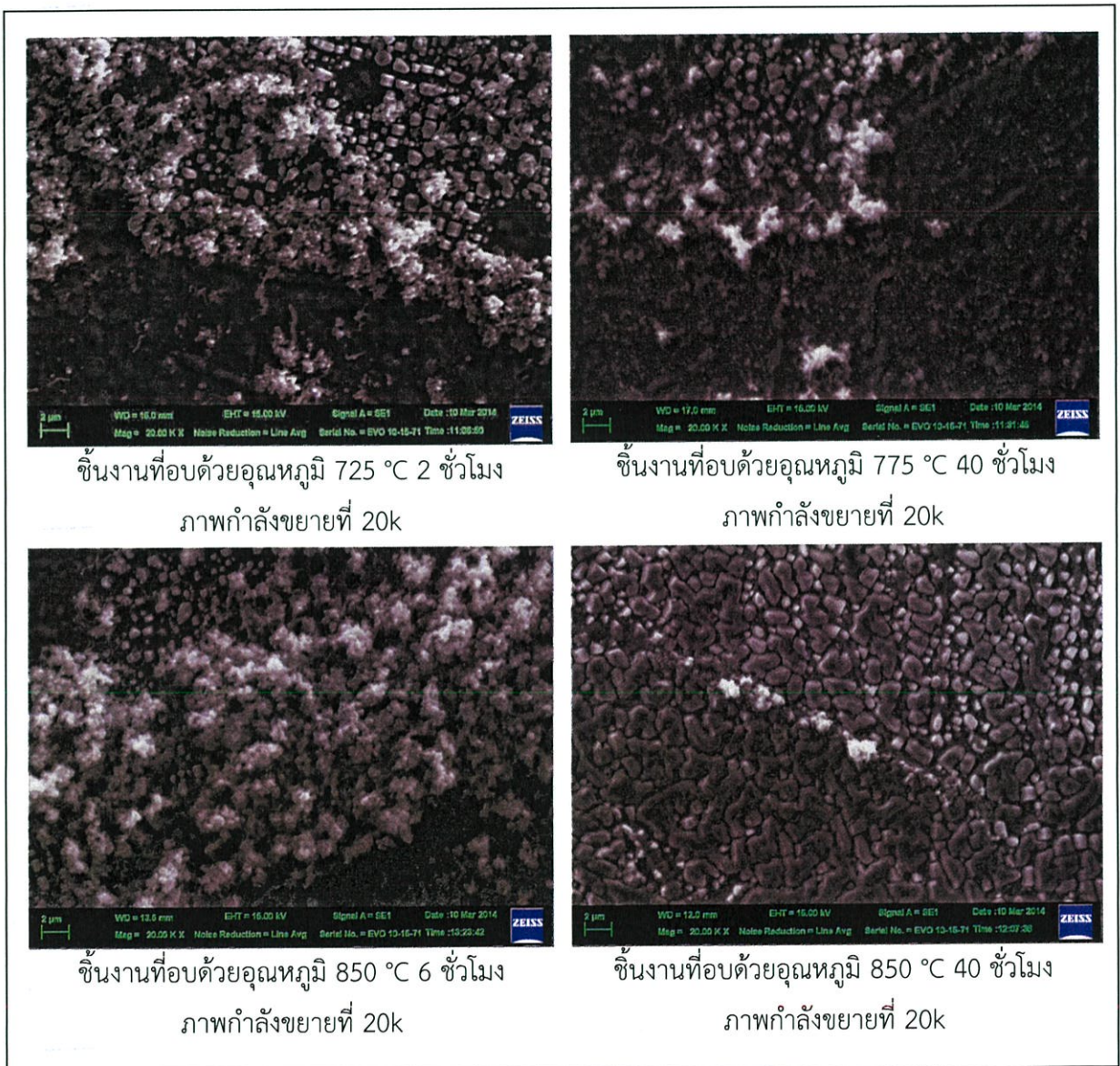


รูปที่ 6.25 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 20k (850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง)

6.2 วิเคราะห์ผลการทดลอง

6.2.1 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ 10 นาที

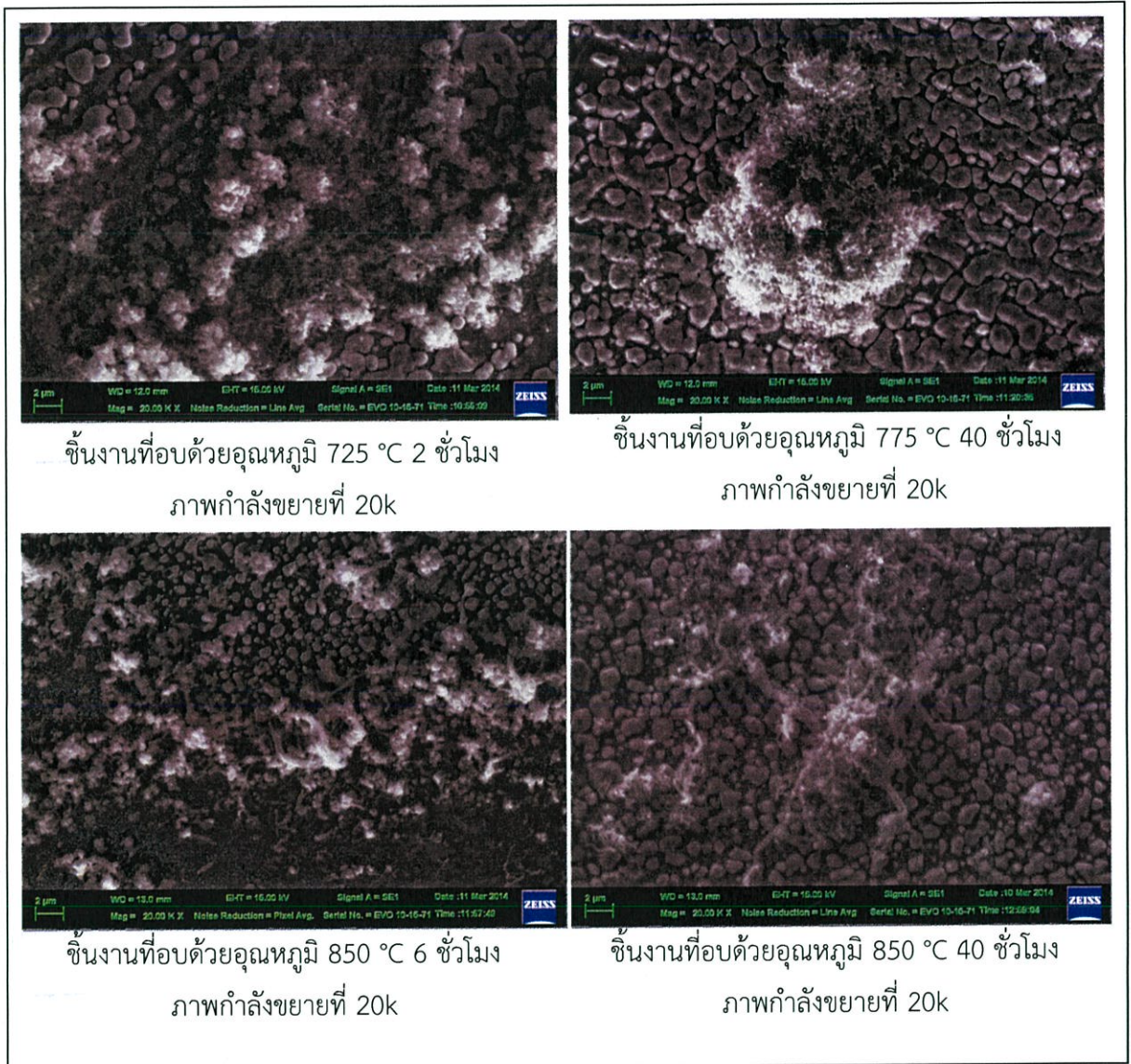
จากการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่เวลา 10 นาที พบว่าท่อนาโนคาร์บอนส่วนใหญ่มีลักษณะเกาะเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กไม่เป็นรูปทรง กระจายตัวอยู่บนพื้นผิวชิ้นงานเป็นไม่มากนัก เนื่องจากช่วงเวลาในการสังเคราะห์ไม่เพียงพอต่อการพัฒนารูปทรงให้เป็นอัญรูป ทำให้เกิดกลุ่มของ อสัณฐาน (amorphous) ของคาร์บอนหรือการเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบของอนุภาค เราจึงสังเกตเห็นรูปทรงของท่อนาโนคาร์บอนได้ไม่ชัดเจนในการสังเคราะห์ 10 นาที



รูปที่ 6.26 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์
อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

6.2.2 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ 20 นาที

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่เวลา 20 นาที พบการเกิดขึ้นของท่อนาโนคาร์บอนเกาะกลุ่มกัน มีปริมาณการก่อตัวที่มากกว่าการสังเคราะห์ที่ 10 นาที อนุภาคคาร์บอนมีการพัฒนารูปร่างที่เป็นอัญรูปมากขึ้นเนื่องจากมีเวลาในการดำเนินการที่เหมาะสมที่จะทำให้เกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนขึ้น

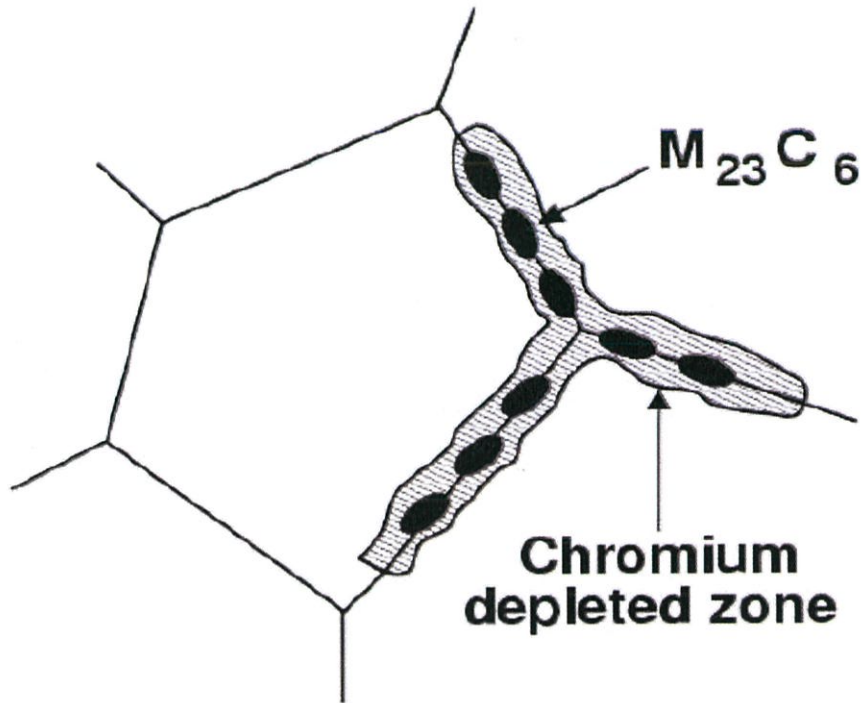


รูปที่ 6.27 ภาพถ่าย SEM ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์
อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที

6.2.3 ตำแหน่งของการเกิดท่อนาโนคาร์บอน

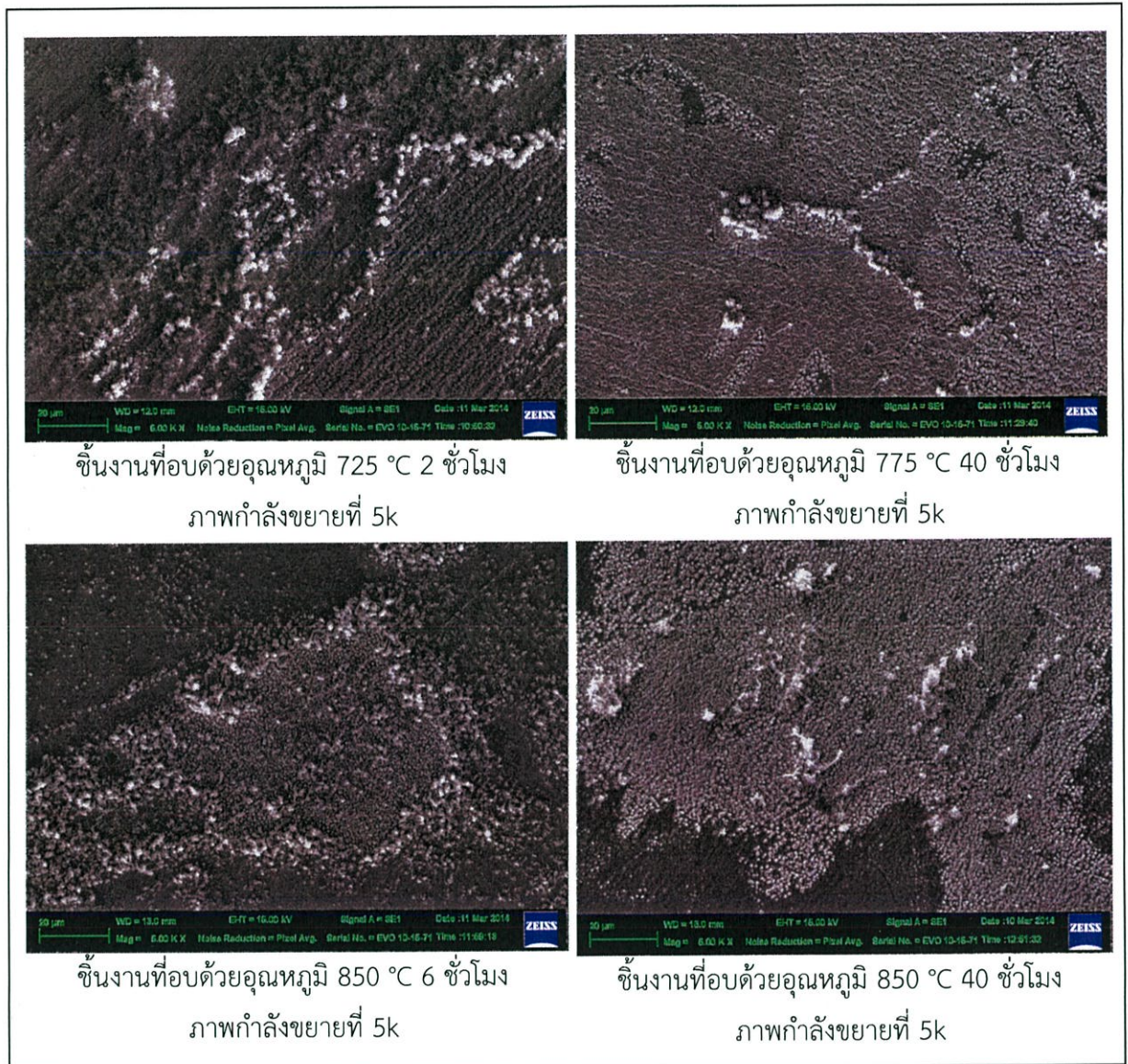
จากการอบด้วยความร้อนซึ่งอ้างอิงจากแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน (รูปที่ 6.1) พบว่าชิ้นงานทั้ง 4 ชิ้นเกิดอนุภาคคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ทั้ง 4 ชิ้น โดยปกติแล้วตำแหน่งของคาร์ไบด์จะเกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรน เนื่องจากขอบเกรนเป็นบริเวณที่เป็นรอยต่อของเกรน จะมีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากกว่าบริเวณอื่นๆ บริเวณใกล้เคียงกับขอบเกรนนั้นจะเป็นบริเวณที่มีสัดส่วนของโครเมียมน้อยที่สุด

เนื่องจากถูกนำไปรวมตัวเป็นคาร์ไบด์ $M_{23}C_6$ เราเรียกบริเวณที่มีโครเมียมอยู่น้อยว่า Chromium depleted zone ดังแสดงในรูปที่ 6.28



รูปที่ 6.28 การเกิดคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ที่ขอบเกรน

เมื่อนำทั้ง 4 ชั้นไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง อนุภาคคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ จะเป็นอนุภาคตัวเร่งที่ทำให้อนุภาคคาร์บอนจากแหล่งกำเนิดที่มาจากการสังเคราะห์ ซึ่งในที่นี้คือ เอทานอล สามารถก่อตัวเป็นรูปร่างที่อนุภาคคาร์บอนขึ้นมาได้ ดังนั้นแล้วตำแหน่งของการเกิดที่อนุภาคคาร์บอนจะอยู่ใกล้เคียงกับตำแหน่งที่มี $M_{23}C_6$ จึงมีลักษณะเป็นแนวเส้นคล้ายกับขอบเกรน ดังแสดงในรูปที่ 6.29

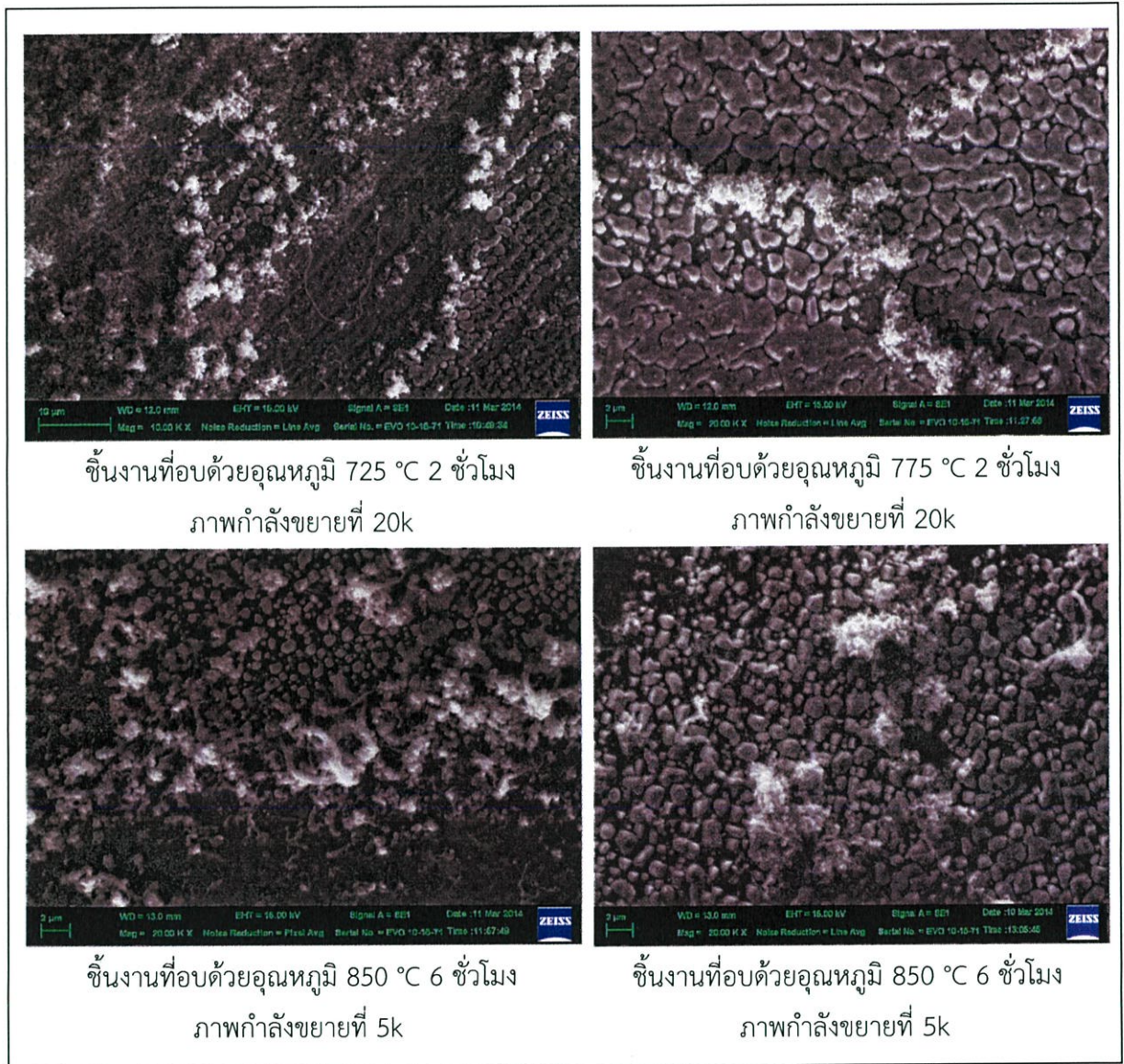


รูปที่ 6.29 ภาพถ่าย SEM ของท่อานาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L

6.2.4 ปริมาณของท่อานาโนคาร์บอน

จากการศึกษาแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน รูปที่ 6.1 พร้อมกับความสัมพันธ์ในเชิงปริมาณของท่อานาโนคาร์บอน พบว่าปริมาณของท่อานาโนคาร์บอนมีแนวโน้มลดลงตามลำดับชิ้นงาน ซึ่งจากแผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน ชิ้นงานที่มีเฟสเพิ่มเข้ามาจากคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ คือชิ้นงานที่ชิ้นงานที่อบด้วยอุณหภูมิ 775 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง, 850 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง และ 850 องศาเซลเซียส 40 ชั่วโมง ซึ่งเฟสที่เพิ่มเข้ามาคือ อินเทอร์เมทัลลิก ซึ่งอินเทอร์เมทัลลิกอาจเกิดจากปริมาณของคาร์บอนลดลง เรียกว่า ดีคาร์บูไรเซชัน (decarburation) คือคาร์บอนที่ลดลงนี้จะอยู่ในรูปของคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ เมื่อเวลาในการอบนานขึ้น คาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ก็จะเปลี่ยนรูปแบบของเฟสเป็นอินเทอร์

เมทัลลิกแทน นั้นหมายถึงคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ก็จะลดลง ส่งผลให้ปริมาณของท่อานาโนคาร์บอนลดลงด้วย ดังแสดงในรูปที่ 6.30



รูปที่ 6.30 ภาพถ่าย SEM แสดงปริมาณของท่อานาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 316L

บทที่ 7

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนที่เวลา 10 นาที และ 20 นาที บนชั้นงานที่มีโครงสร้างจุลภาค 4 แบบ ที่ได้เลือกมาจากการวิเคราะห์แผนภาพเวลา-อุณหภูมิ-การตกตะกอน , โครงสร้างจุลภาค และค่าความแข็งแบบวิกเกอร์นั้น พบว่า การสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นระยะเวลา 10 นาที ไม่เหมาะสมต่อการก่อตัวเป็นโครงสร้างที่เสถียรสำหรับท่อานาโนคาร์บอน เนื่องจากเกิดโครงสร้างไม่เสถียรที่เรียกว่า อัสถฐาน จำนวนมากบนผิวชิ้นงานซึ่งเป็นอนุภาคที่กำลังจะก่อตัวเป็นท่อานาโนคาร์บอน ในขณะที่การสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนที่ระยะเวลา 20 นาที เป็นช่วงเวลาที่เหมาะสมกับการก่อตัวเป็นท่อานาโนคาร์บอน จึงพบโครงสร้างที่เสถียรมากขึ้นซึ่งแตกต่างจากการสังเคราะห์ที่ระยะเวลา 10 นาทีอย่างเห็นได้ชัด

ตำแหน่งของการเกิดท่อานาโนคาร์บอน พบว่ามีตำแหน่งการก่อตัวของท่อานาโนคาร์บอนเป็นแนวเส้นคล้ายกับขอบเกรน พอจะสรุปได้ว่าเนื่องจากกระบวนการการอบด้วยความร้อนซึ่งเป็นเหตุให้เกิดการก่อตัวของคาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ที่ขอบเกรน จากที่กล่าวมาแล้วว่าท่อานาโนคาร์บอนจะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ถ้าปราศจากอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอนุภาคคาร์ไบด์คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดการก่อตัวของท่อานาโนคาร์บอน ดังนั้นตำแหน่งการก่อตัวของท่อานาโนคาร์บอนจะอยู่ใกล้กับบริเวณที่มีอนุภาคตัวเร่ง $M_{23}C_6$ ซึ่งก็คือ บริเวณขอบเกรน

จากการสังเกตแนวโน้มของปริมาณการก่อตัวของท่อานาโนคาร์บอนพบว่า สอดคล้องกับการอบชิ้นงานที่อุณหภูมิสูงขึ้นและระยะเวลานานขึ้นซึ่งมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก การเพิ่มขึ้นของเฟสที่เรียกว่า อินเตอร์เมทัลลิกภายในชิ้นงาน อาจมีส่วนทำให้คาร์ไบด์ชนิด $M_{23}C_6$ ลดลง ทำให้ท่อานาโนคาร์บอนมีแนวโน้มลดลงไปด้วยเนื่องจากอนุภาคตัวเร่งมีปริมาณลดลง

บทที่ 8

บรรณานุกรม

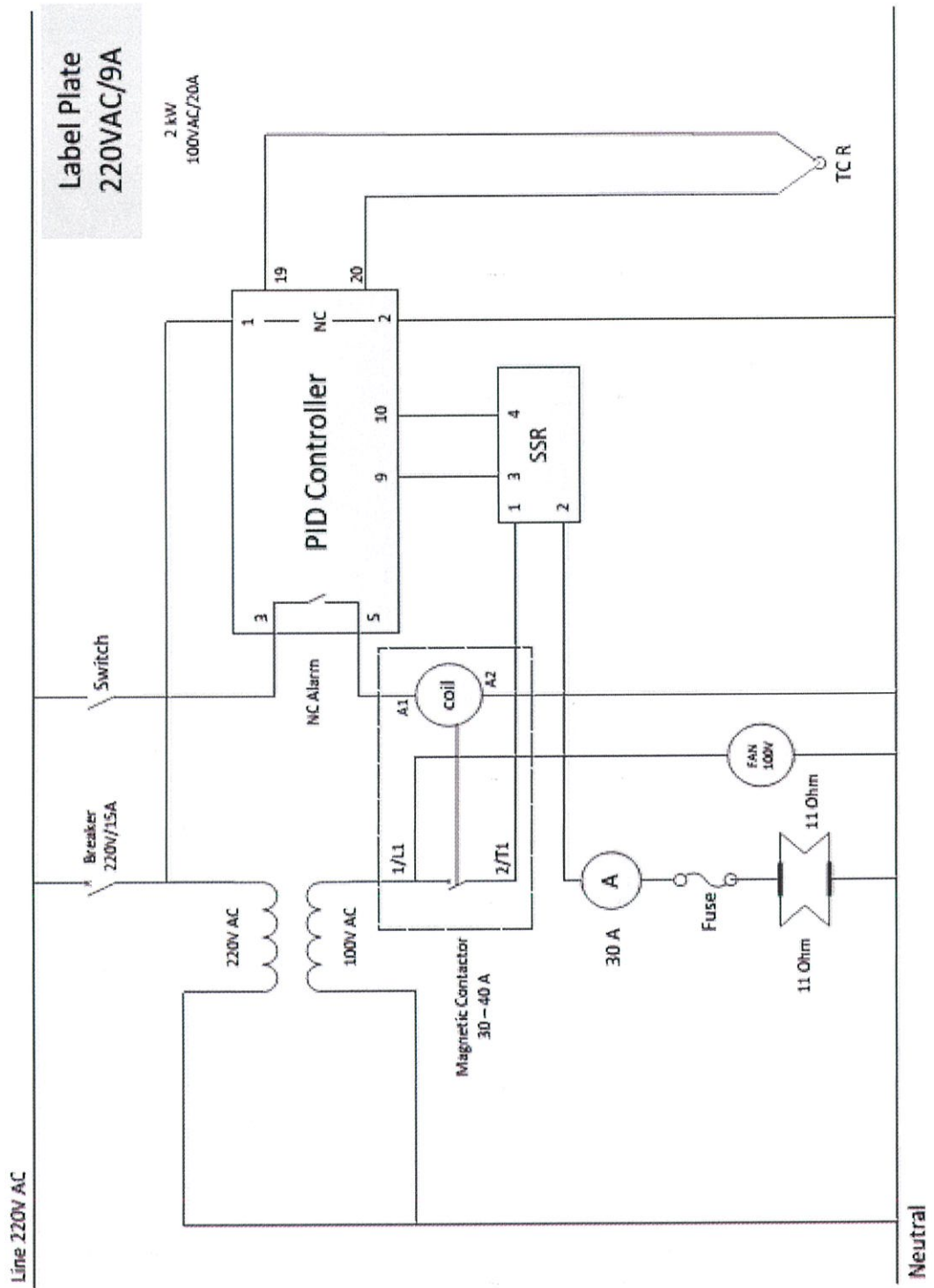
- [1] S.Iijima *Helical microtubules of graphitic carbon*. Nature, 1991.354: p. 56-58.
- [2] S. Iijima and T. Ichihashi, *Single shell carbon nanotubes of 1-nm diameter*. Nature, 1993.363: p. 603-605.
- [3] J. M. Bonard, et al., *Field emission from carbon nanotubes: perspectives for application and clues to the emission mechanism*. Applied Physics A, 1999.69: p. 245-254.
- [4] Jing Kong, et al., *Nanotube Molecular Wires as Chemical Sensors*. Science, 2000.287(January): p. 622-625.
- [5] A.P. Graham, G.S. Duesberg, and W. Hoenlein, *How do carbon nanotubes fit into the semiconductor roadmap?* Applied Physics A, 2005.80: p. 1141-1151.
- [6] S. Talapatra, et al., *Direct growth of aligned carbon nanotubes on bulk metals*. Nature Nanotechnology, 2006.1: p. 112-115.
- [7] Arup R. Bhattacharyya, et al., *Crystallization and orientation studies in polypropylene/single wall carbon nanotube composite*. Polymer, 2003.44: p. 2373-377.
- [8] M. J. Biercuk, et al., *Carbon nanotube composites for thermal management*. Appl. Phys. Lett., 2002. 80: p. 2767-2770.
- [9] Bharat Bhushan, *Handbook of Nanotechnology*. 2007, New York: Springer.
- [10] Kenji Hata, Don N. Futaba, and Kohei Mizuno, *Water-Assisted Highly Efficient Synthesis of Impurity-Free Single-Walled Carbon Nanotubes*. Science, 2004.306: p. 1362.
- [11] TatsukiHiraoka, Takeo Yamada, and Kenji Hata, *Synthesis of Single- and Double-Walled Carbon Nanotubes Forests on Conducting Metal Foils*. J. Am. Chem. Soc., 2006. 128: p. 13338-13339.
- [12] C. J. Novak, *Handbook of stainless steels*, ed. D. Pecckner and I.M. Bernstein. 1997, New York: McGraw-Hill.
- [13] J. K. L. Lai and A. Wickams, *Microstructural changes and variations in creep ductility of 3 casts of type 316 stainless steel*. Acta Metall., 1979.27: p. 217.
- [14] Reza Abbaschian, Lara Abbaschian, and Robert E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*. 2010: Cengage Learning.

- [15] P. Dulyaseree, W. Jarernboon, A. Pankiew, S. Porntheeraphat, S. Ichikawa, J. Nukeaw, W. Wongwiryapan Facile Growth of Carbon Nanofibers and Carbon Nanotubes on Stainless Steel Sheet THAI JOURNAL OF PHYSICS SERIES 8, 2012, 75-78
- [16] LijunGao, et al., *Growth of aligned carbon nanotube arrays on metallic substrate and its application to supercapacitors*. Solid State Communications, 2008.146: p. 380-383.
- [17] Chunsheng Du and Ning Pan, *CVD growth of carbon nanotubes directly on nickel substrate*. Materials Letters, 2005.59: p. 1679-1682.
- [18] E.F. Kukovitsky, et al., *CVD growth of carbon nanotube films on nickel substrates*. Applied Surface Science, 2003.215: p. 201-208.
- [19] SitthichokChamnan-Arsa, WinaddaWongwiryapan, and P. Kansuwan. *Carbon nanotubes growth directly on nickel substrate using alcohol*. In The 2nd TSME International Conference on Mechanical Engineering. 2011. Krabi, Thailand.
- [20] R.H. Petrucci, et al., *General Chemistry: Principles and Modern Applications*, ed. 8. 2002: Prentice hall.
- [21] www.prism.gatech.edu/~gh19/61510/chemrev.html.
- [22] เครื่องอาจนุกูล, นฤมล, *Buckminsterfullerence อัญรูปใหม่ของคาร์บอน*.
- [23] M. Meyyappan, *Carbon nanotubes science and applications*. 2005, Florida:
- [24] www.nano-lab.com/nanotubes-research-grade.html.63
- [25] www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit3-8.html
- [26] Martin, Dirk M. Guldi and Nazzario, *Carbon nanotubes and Related structure :Production and Formation*. 2010: Wiley.
- [27] Ando, Mukul Kumar and Yoshinori, *Chemical Vapor Deposition of Carbon Nanotubes:A Review on Growth Mechanism and Mass Production*. Nanoscience and Nanotechnology, 2010. 10: p. 3739–3758.
- [28] M. Daenen, R.D. de Fouw, B. Hamers, P.G.A. Janssen, K. Schouteden, M.A.J. Veld, “The Wondrous World of Carbon Nanotubes”, Eindhoven University of Technology, (2003)
- [29] G. Ortega-Cervantez, et al., *Catalytic CVD production of carbon nanotubes using ethanol*. 2005
- [30] Shigeo Maruyama, Ryosuke Kojima, Yuhei Miyauchi, Shohei Chiashi, Masamichi

- Kohno, *Chemical Physics Letters*, 360 (2002) 229-234
- [31] N. Nagaraju, et al., *Alumina and silica supported metal catalysts for the production of carbon nanotubes*. 2002
- [32] M. Daenen, R.D. de Fouw, B. Hamers, P.G.A. Janssen, K. Schouteden, M.A.J. Veld, "*The Wondrous World of Carbon Nanotubes*", Eindhoven University of Technology, (2003)
- [33] H. Ghorbani, et al., *Mass production of multi-wall carbon nanotubes by metal dusting process with high yield*. 2011
- [34] Jin Won Seo, et al., *Behaviour of transition metals catalysts over laser-treated vanadium support surfaces in the decomposition of acetylene*. 2004
- [35] Cheol Jin Lee, et al., *Catalyst effect on carbon nanotubes synthesized by thermal chemical vapor deposition*. 2002
- [36] Cheol Jin Lee, et al., *Carbon nanotubes produced by tungsten-based catalyst using vapor phase deposition method*. 2002
- [37] QiXin Liu, et al., *Effects of argon flow rate and reaction temperature on synthesizing single-walled carbon nanotubes from ethanol*. 2009
- [38] CAO Zhangyi, et al., *Effect of acetylene flow rate on morphology and structure of carbon nanotube thick films grown by thermal chemical vapor deposition*. 2007
- [39] Chao Hsun Lin, et al., *Comparisons on properties and growth mechanisms of carbon nanotubes fabricated by high-pressure and low-pressure plasma-enhanced chemical vapor deposition*. 2004
- [40] Chunsheng Du, et al., *CVD growth of carbon nanotubes directly on nickel substrate*. 2005
- [41] D. Mata, et al., *Wet-etched Ni foils as active catalysts towards carbon nanofiber growth*. 2010
- [42] N. Sabeti Nejad, et al., *Direct growth of carbon nanotubes on Ar ion bombarded AISI 304 stainless steel substrates*. 2009
- [43] Dalkeun Park, et al., *Synthesis of carbon nanotubes on metallic substrates by a sequential combination of PECVD and thermal CVD*. 2003
- [44] Carole E. Baddour, et al., *A simple thermal CVD method for carbon nanotube synthesis on stainless steel 304 without the addition of an external catalyst*. 2008

- [45] Tatsuki Hiraoka, et al., *Synthesis of Single- and Double-Walled Carbon Nanotube Forests on Conducting Metal Foils*. 2006
- [46] www.siamkaewkumsai.blogspot.com/2011/02/intergranular-corrosion.html
- [47] Weiss, B. and Stickler, R. (1972). *Met. Trans.*, 3, 851.
- [48] แอดมิน. 2556. *Light Microscope กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง*. (ออนไลน์). แหล่งที่มา : www.microscopy.in.th 16/09/2556.
- [49] Sarinya Shawaphun, *กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราด*. 2012
- [50] www.ind-techno.com.ua/ru/cat/7/237/22430/
- [51] www2.rgu.ac.uk/life_semweb/xray.html
- [52] www.ammrf.org.au/myscope/analysis/eds/xraydetection/
- [53] www.chimicamo.org/chimica-generale/diffrazione-dei-raggi-x.html
- [54] www.serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/wds.html
- [55] www.emal.engin.umich.edu/courses/temchem2000/sld049.htm
- [56] www.web.pdx.edu/~jiaoj/phy451/Lect8.pdf
- [57] www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe-SEM/Signals.html
- [58] www.machc.blogspot.com/2008/12/tophat-filter.html
- [59] Duanghathai Kaewsai, et al., *Growth of CNTs on Stainless Steel Particles*. 2009

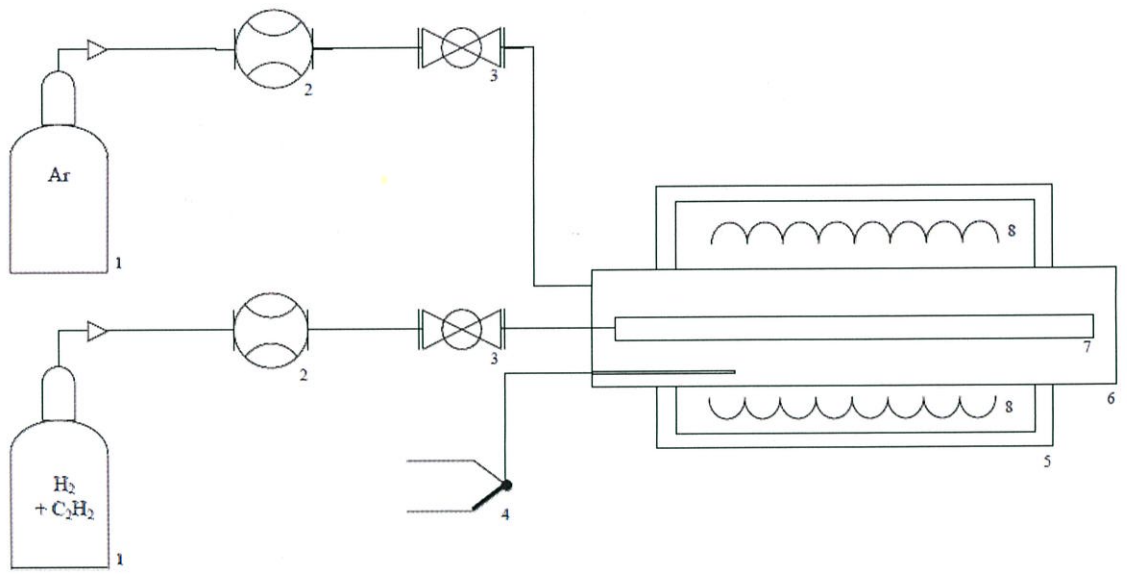
ภาคผนวก ก
Furnace diagram



ภาคผนวก ข

ชุดอุปกรณ์ Flange Heat guard
Chemical Vapor Deposition Furnace

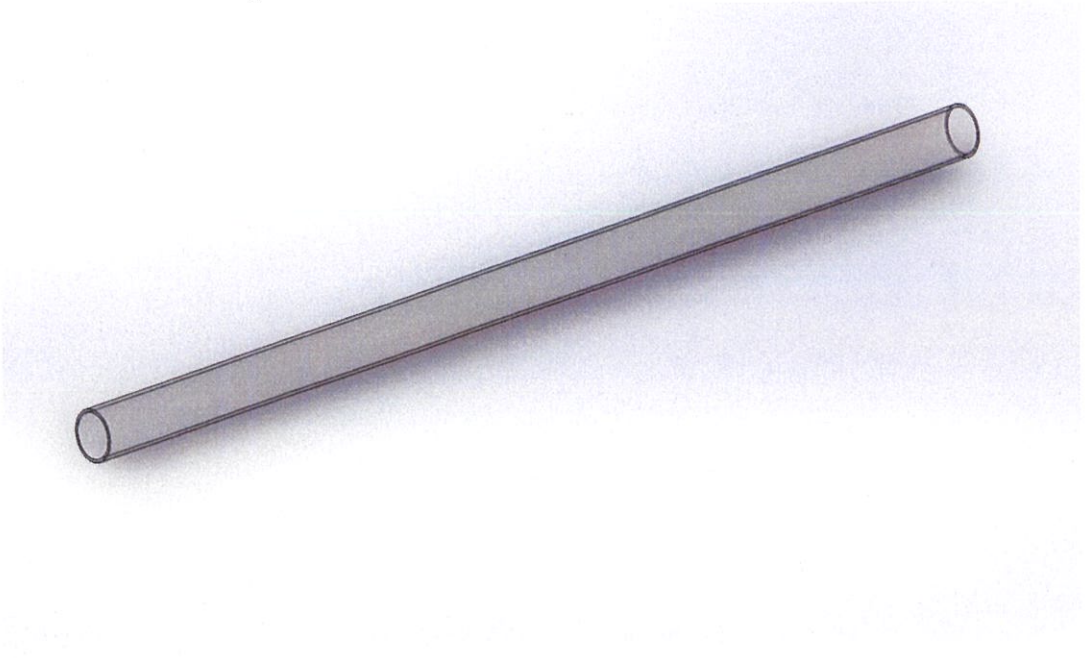
แผนภาพอุปกรณ์



1. Gas Cylinder
2. Flow Meter and Fitting
3. Ball Valve and Fitting
4. Thermocouple Meter
5. Furnace
6. Quartz Tube
7. Stainless Steel Tube
8. Heating Coil

อุปกรณ์หลักที่ใช้

- Quartz Tube เส้นผ่านศูนย์กลาง 50 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร ยาว 1.2 เมตร



<http://www.mtixtl.com/SealingFlangeAssemblyfor50mmdia.Tube-EQ-FL-50.aspx>

- ท่อ Stainless AISI 316 ขนาด 1/4 นิ้ว หนา 0.8 มิลลิเมตร ยาว 2 เมตร

<http://www.sincharoenloha.com/125318/%E0%B8%97%E0%B9%88%E0%B8%AD%E0%B8%AA%E0%B9%80%E0%B8%95%E0%B8%99%E0%B9%80%E0%B8%A5%E0%B8%A%E0%B8%97%E0%B8%A3%E0%B8%87%E0%B8%81%E0%B8%A5%E0%B8%A1-round-stainless-steel-pipe-sus304>

Flange

1. Hose Nipple 1/4 นิ้ว * 19 ตัว * 60 บาท รวม 1,140 บาท
2. Hose Nipple 3/8 นิ้ว * 4 ตัว * 70 บาท รวม 280 บาท
3. Reduce 3/8-1/4 นิ้ว * 2 ตัว * 60 บาท รวม 120 บาท
4. Needle Valve 1/4 นิ้ว * 3 ตัว * 600 บาท รวม 1,800 บาท
5. Thermocouple * 1 ตัว***

รายละเอียด

ขนาดของไส้ : \varnothing 0.65 มิลลิเมตร

ขนาดของปลอก : \varnothing 5 มิลลิเมตร

ความยาวปลอก : 600 มิลลิเมตร

ความยาวสาย : 2 เมตร

ขนาดเกลียว : 1/4 นิ้ว

<http://www.thermocoupleheater.com/>

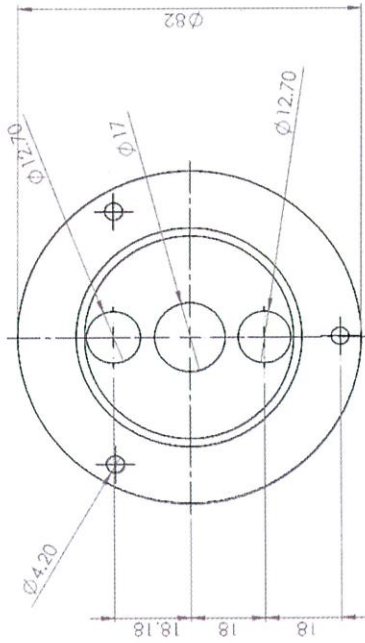
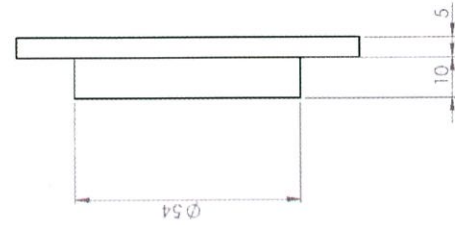
6. Flow meter * 3 ตัว***
 7. สายยาง 1/4 นิ้ว * 15 เมตร***
 8. แหวนรัดสายยาง 1/4 นิ้ว * 17 ตัว * 10 บาท รวม 170 บาท
 9. แหวนรัดสายยาง 3/8 นิ้ว * 4 ตัว * 10 บาท รวม 40 บาท
 10. Flange Part 10 * 2 ชิ้น * 1,850 บาท รวม 3,700 บาท
 11. Flange Part 11 * 1 ชิ้น * 2,400 บาท
 12. Flange Part 12 * 2 ชิ้น * 190 บาท รวม 380 บาท
 13. Flange Part 15 * 1 ชิ้น * 2,400 บาท
 14. O-ring 50.00 x 2.8 มิลลิเมตร * 4 วง***
 15. O-ring 6.30 x 2.60 มิลลิเมตร * 4 วง***
- <http://www.thaiseal.com/index.php?lay=show&ac=article&Ntype=2&id=392250>
16. ชุด Heat Guard flange 2 * 1 ชุด***

ราคารวม 12,430 บาท ไม่รวม*** (***)ไม่ได้หาราคา)

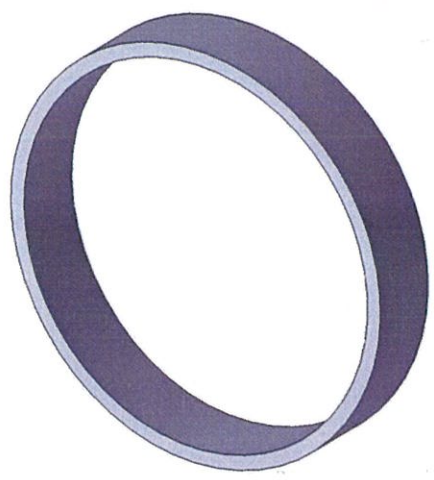
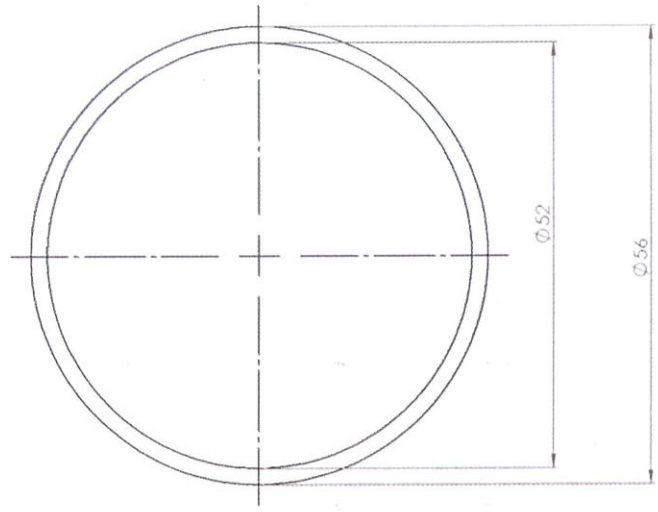
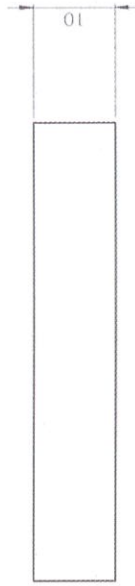
Heat guard (ต่อ 1 ข้าง) ***

1. แท่งเหล็กเกลียว 1/4 นิ้ว x 3
2. แผ่นกันความร้อน ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 65 มิลลิเมตร x 3
3. แผ่นกันความร้อน ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 60 มิลลิเมตร x 1
4. แผ่นกันความร้อน ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 55 มิลลิเมตร x 1

แบบ Flange

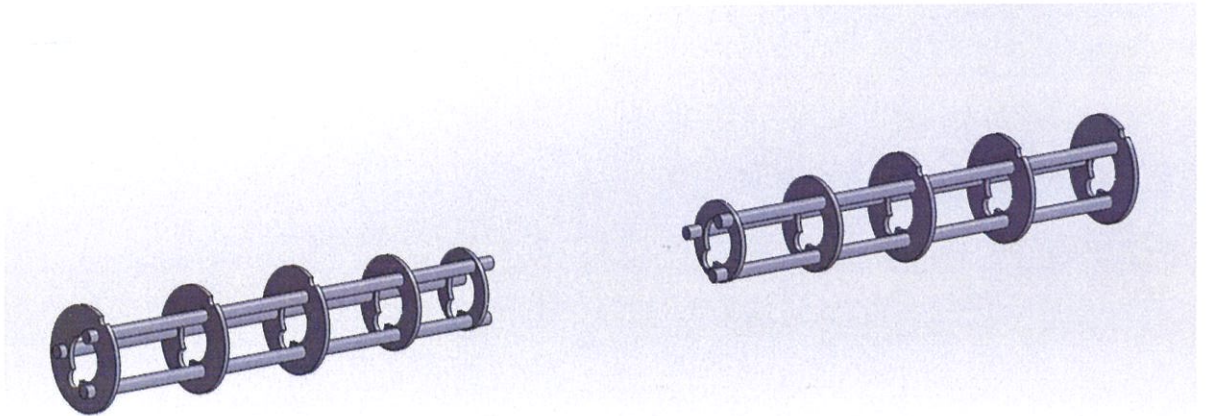


TITLE BLOCK NAME: _____ NO. OF SHEETS: _____ SHEET NO.: _____		NO. OF SHEETS: _____ SHEET NO.: _____		REVISION NO. _____ DATE _____	
DRAWING NO.: _____ PROJECT NO.: _____ CLIENT: _____		TITLE: _____		Note: diameter 12.7 = 1/4", 17 = 3/8"	
SCALE: _____ DATE: _____		MATERIAL: _____		PART NO.: _____ A3	
DRAWN BY: _____ CHECKED BY: _____		APPROVED BY: _____		DATE: _____	



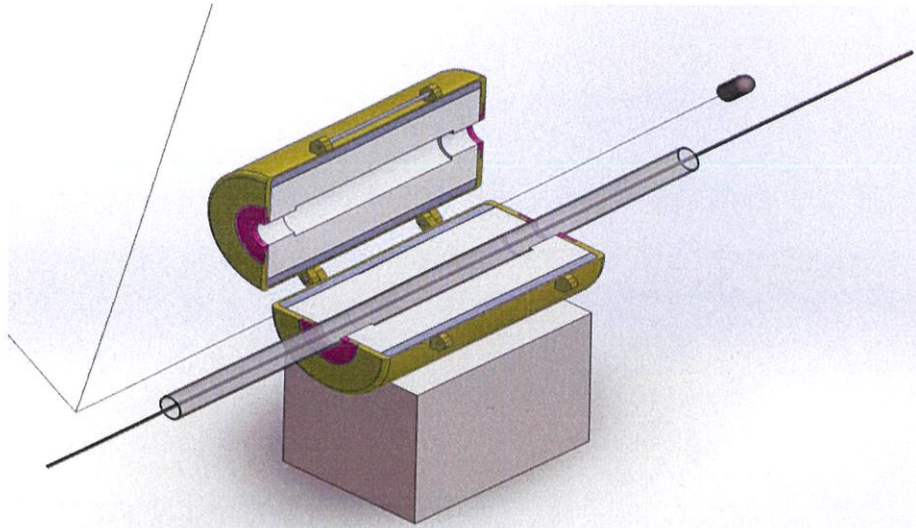
PROJECT CHECKLIST (CHECKED): DIMENSIONS: _____ SURFACE FINISH: _____ TOLERANCES: _____ ANNOTATIONS: _____		FROM: _____ TO: _____ DATE: _____	DIMENSIONS: _____ DIMENSIONS: _____ DIMENSIONS: _____	DIMENSIONS: _____ DIMENSIONS: _____ DIMENSIONS: _____
NAME: _____ NO.: _____ DATE: _____	NAME: _____ NO.: _____ DATE: _____	NAME: _____ NO.: _____ DATE: _____	NAME: _____ NO.: _____ DATE: _____	NAME: _____ NO.: _____ DATE: _____
UNIT: mm		TITLE: _____		
PART NAME: Part12(Fang Ring) A3		SHEET OF: 1		

แบบ Heat guard

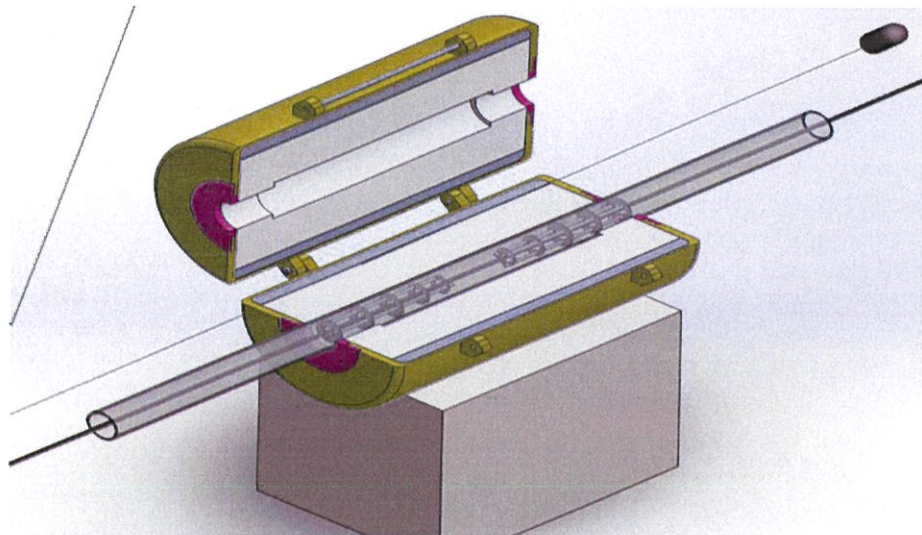


วิธีการประกอบ
Flange Heat guard

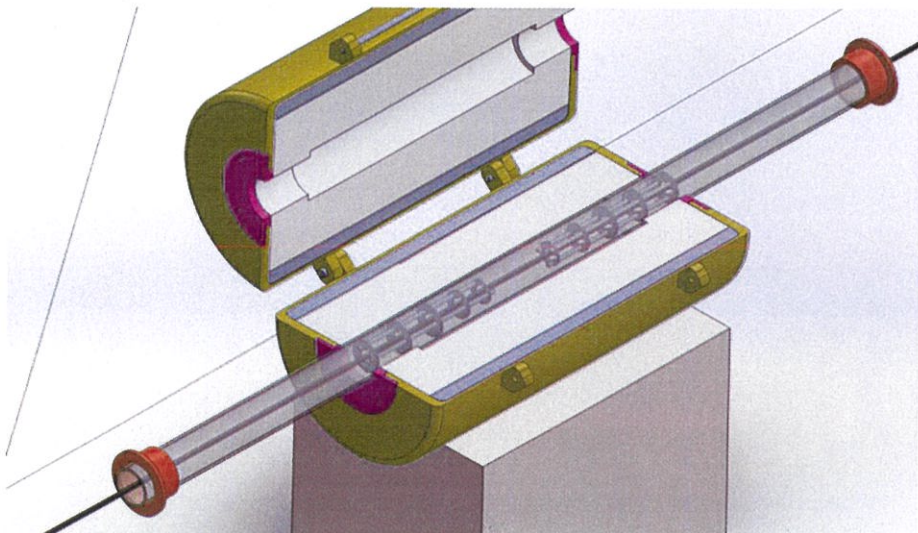
1. ใส่ท่อ stainless AISI 316 ยาว 2 เมตร ในท่อแก้ว Quartz Tube เส้นผ่านศูนย์กลาง 50 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร ยาว 1.2 เมตร



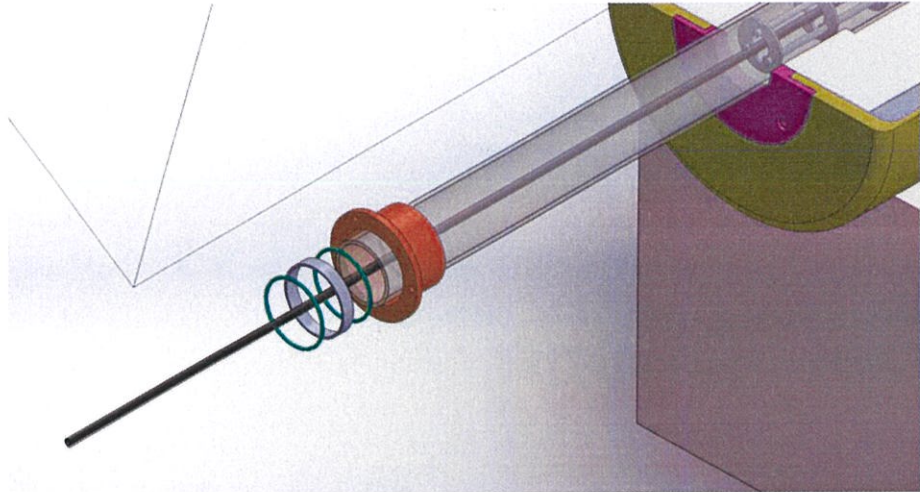
2. ใส่ Heat guard ที่ประกอบเสร็จแล้ว เข้าไปล็อกด้านละ 50 เซนติเมตร



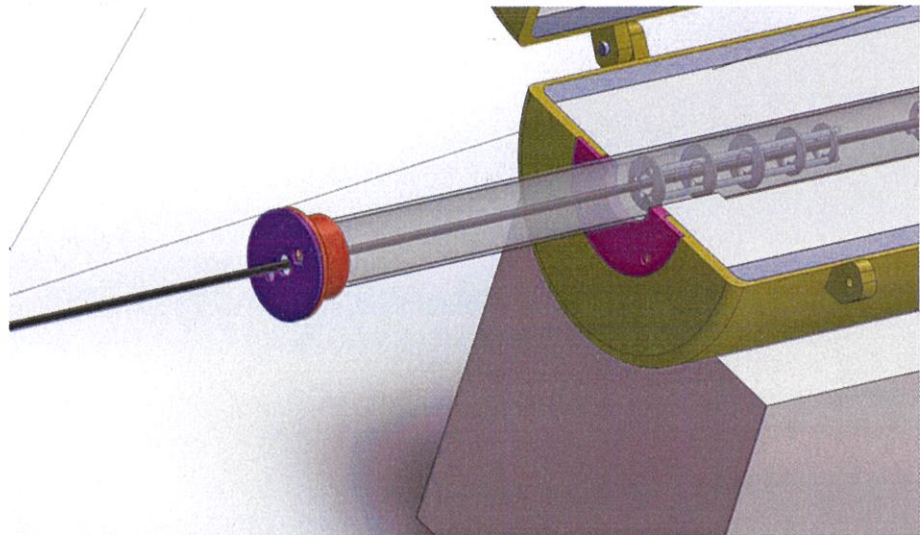
3. ใส่ชิ้นส่วน Flange (Part 10)



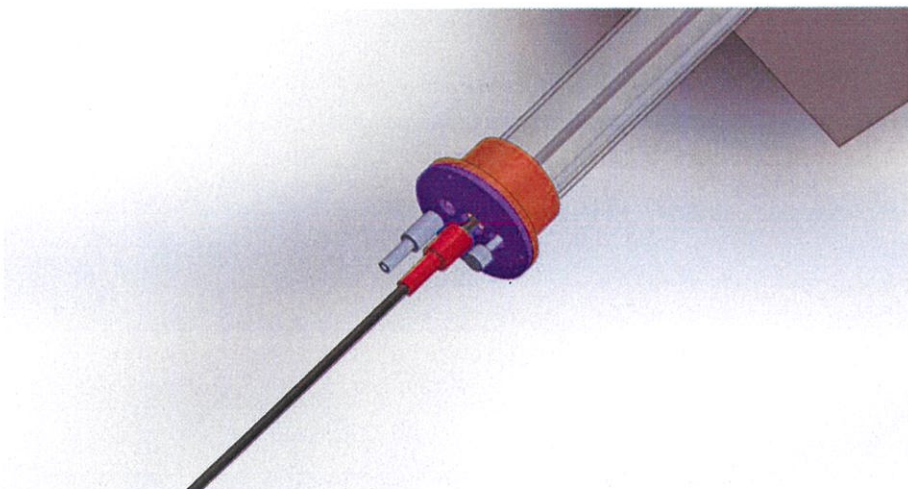
4. ใส่ซิลิโคน O-ring และแหวนดันซิลิโคน (part12)



5. ใส่ชิ้นส่วน Flange (Part 11 และ 15)



6. ประกอบและขันน็อตยึดชิ้นส่วน Flange ประกอบ Fitting ท่อ stainless 1/4 นิ้ว และ 3/8 นิ้ว ใส่ Thermocouple



7. เสร็จการประกอบ Flange

