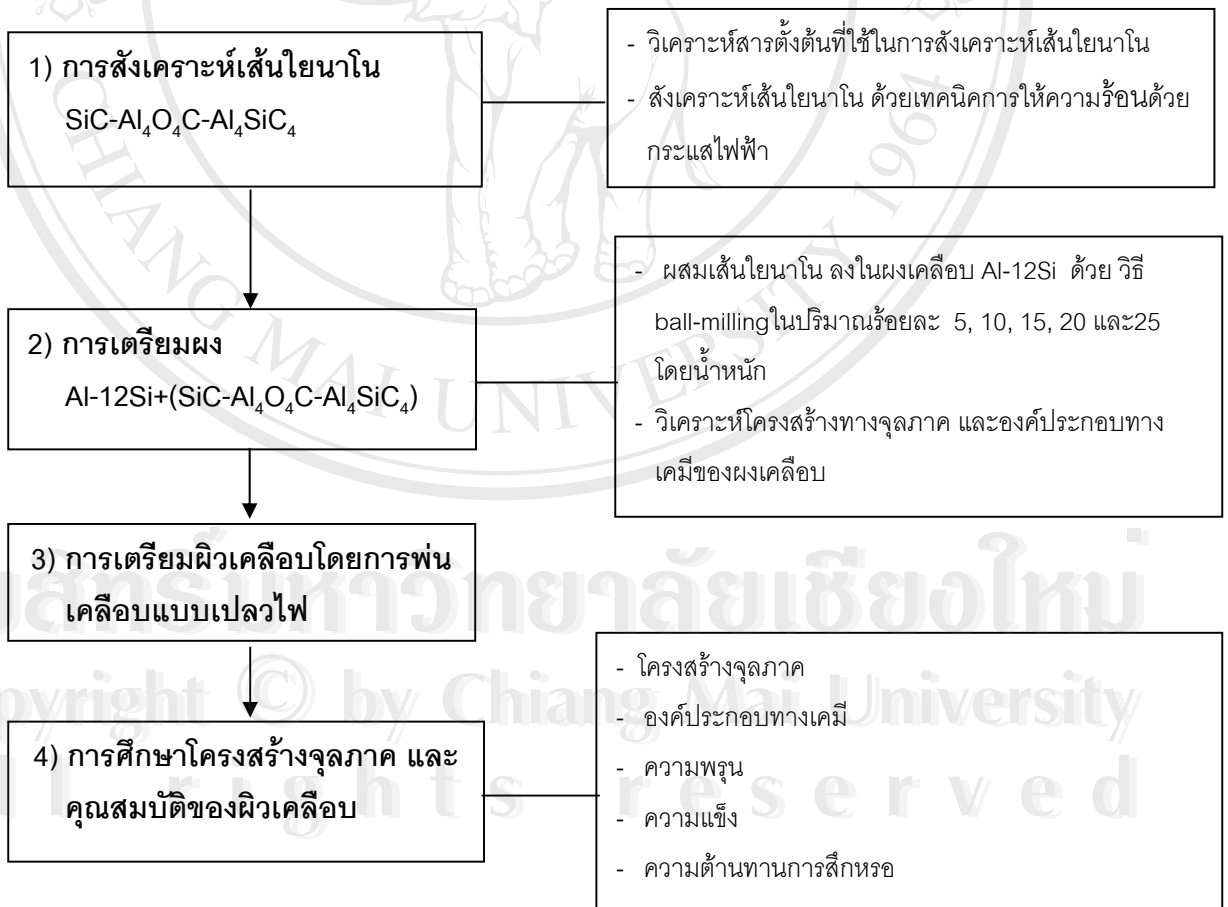


บทที่ 3 วิธีการวิจัย

การวิจัยนี้แบ่งขั้นตอนการดำเนินงานออกเป็น 4 ขั้นตอนด้วยกัน คือ

- 1) การสังเคราะห์เส้นใยนาโน $\text{SiC-Al}_4\text{O}_4\text{C-Al}_4\text{SiC}_4$ ด้วยเทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า
- 2) การเตรียมเส้นใยนาโน $\text{SiC-Al}_4\text{O}_4\text{C-Al}_4\text{SiC}_4$ ผสมกับผงฟืนเคลือบ Al-12Si
- 3) การเตรียมผิวเคลือบด้วยวิธีการพ่นเคลือบด้วยความร้อน
- 4) วิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี และสมบัติเชิงกลของผิวเคลือบ

รายละเอียดการดำเนินการดังแสดงในรูป 3.1



รูป 3.1 แผนภาพแสดงการดำเนินการวิจัย

3.1 การสังเคราะห์เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄

ในการทำวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ด้วยเทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า (current heating technique) ซึ่งรายละเอียดในการเตรียมและการสังเคราะห์มีดังนี้

3.1.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้สังเคราะห์เส้นใยนาโน

- 1) ไลต์ดีนสอเบอร์ EE ยี่ห้อ STAEDTLER เส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร
- 2) ชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄
- 3) เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียดสูงผลิตโดยบริษัท Mettler Toledo รุ่น AB 304-S ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
- 4) กล้องจุลทรรศน์แสงผลิตโดยบริษัท MEIJO รุ่น MXT- α 7 ประเทศญี่ปุ่น
- 5) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM - 6335F ประเทศญี่ปุ่น
- 6) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (X - Ray Diffraction, XRD)

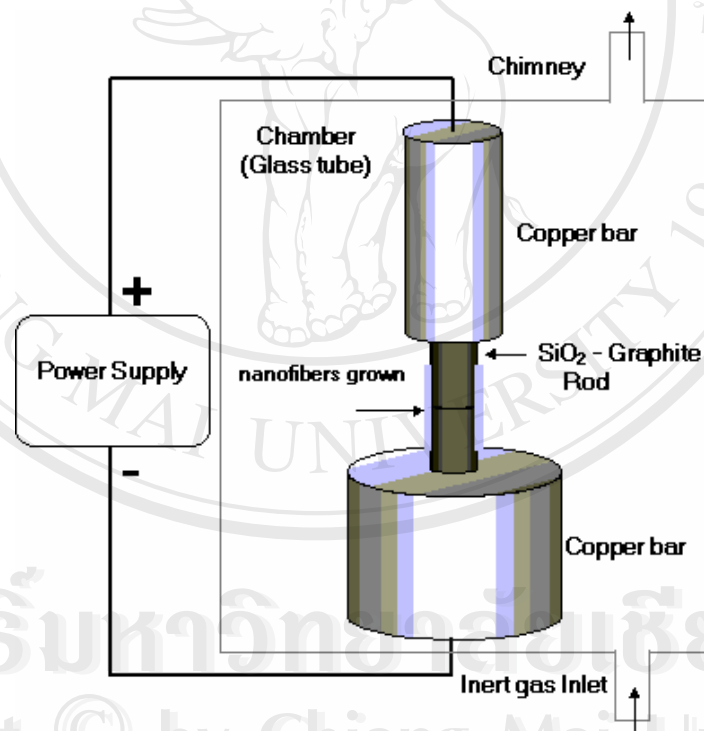
3.1.2 การวิเคราะห์สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโน

การวิเคราะห์สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ซึ่งสารตั้งต้นคือ ไลต์ดีนสอเบอร์ EE ยี่ห้อ STAEDTLER ผลิตที่ประเทศเยอรมันแสดงดังรูป 3.3 ทำการศึกษาลักษณะรูปร่างโครงสร้างทางกายภาพของสารตั้งต้นโดยใช้เทคนิค SE-SEM ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้นโดยใช้เทคนิค EDS-SEM หลังจากนั้นทำการวิเคราะห์องค์ประกอบในรูปสารประกอบของสารตั้งต้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์

3.1.3 การสังเคราะห์เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ โดยเทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า

- 1) ตัดไลต์ดีนสอให้เป็นแท่งขนาดความยาวประมาณ 20 mm ดังรูป 3.3
- 2) ติดตั้งแท่งไลต์ดีนสอที่ตัดแล้วลงบนชุดอุปกรณ์สังเคราะห์เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ดังแสดงในรูป 3.2 โดยการจัดให้มีสภาวะการสังเคราะห์ดังนี้

- กำลังไฟที่ใช้ในการสังเคราะห์ประมาณ 300–350 W (โดยการค่อยๆ เพิ่มกระแสไฟฟ้าครั้งละ 1 A จนกระทั่งกระแสสูงสุดประมาณ 10 A ความต่างศักย์สูงสุดประมาณ 35 V)
 - ความต้านทานของสารตั้งต้นประมาณ 32 โอห์ม
 - ระยะเวลาในการสังเคราะห์ประมาณ 30 นาที
- 3) วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพเส้นใยนาโน $\text{SiC-Al}_4\text{O}_4\text{C-Al}_4\text{SiC}_4$ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS-SEM และวิเคราะห์สารประกอบด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์



รูป 3.2 แผนภาพชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์เส้นใยนาโน $\text{SiC-Al}_4\text{O}_4\text{C-Al}_4\text{SiC}_4$ ด้วยกระแสไฟฟ้า



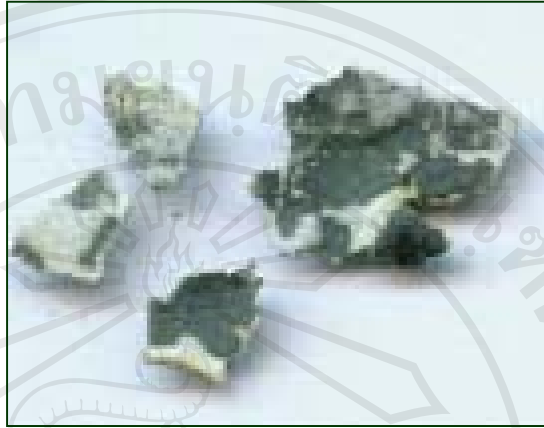
รูป 3.3 ดินสอเบอร์ EE ยี่ห้อ STAEDTLER และลักษณะการเตรียม



รูป 3.4 ภาพถ่ายชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์เส้นใยนาโน $\text{SiC-Al}_4\text{O}_4\text{C-Al}_4\text{SiC}_4$



รูป 3.5 ลักษณะเส้นใยนาโนที่เกิดขึ้นรอบนอกไส้ดินสอ



รูป 3.6 ลักษณะม้วนด้านในเส้นใยนาโนที่แยกออกมาจากไส้ดินสอด

3.2 การผสมผงพ่นเคลือบ Al-12Si กับเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄

การวิจัยนี้ผสมเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ลงในผง Al-12Si ด้วยเทคนิคการผสมแบบบดย่อยด้วยลูกบอล (ball – milling) ซึ่งเทคนิคนี้จะทำการผสมเส้นใยนาโน SiC และ ผง Al -12Si ให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน โดยคาดว่าเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ จะสามารถกระจายตัวสม่ำเสมอในผง Al-12Si ปริมาณของเส้นใยนาโนที่ผสม คือ ร้อยละ 5, 10, 15, 20 และ 25 โดยน้ำหนัก ดังรายละเอียดการดำเนินงานดังนี้

3.2.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงพ่นเคลือบ

- 1) ผงพ่น Al -12Si ผลิตโดยบริษัท Sulzer Metco ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 2) เส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ที่เตรียมตามวิธีการในข้อ 3.1
- 3) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM-6335F ประเทศญี่ปุ่น (รูป 3.7)
- 4) เครื่องบดแบบบดย่อยด้วยลูกบอล (ball-milling) พร้อมเม็ดบดอะลูมินา (Al₂O₃) ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 9.36 mm

3.2.2 วิธีการเตรียมผงเคลือบ Al-12Si + (SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄)

- 1) นำเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ที่เตรียมได้ผสมกับผงพ่นเคลือบ Al-12Si ในปริมาณร้อยละ 5, 10, 15, 20 และ 25 โดยน้ำหนัก ด้วยวิธีการผสมแบบบดย่อยด้วยลูกบอล โดยใช้เม็ดบดอะลูมินา ทำการบดผสมในสภาวะแห้งเป็นเวลา 2 ชั่วโมง 30 นาที
- 2) ศึกษาพื้นฐานวิทยาของผงเคลือบด้วยกล้อง SEM ที่ความต่างศักย์ 15 kV และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS-SEM
- 3) วิเคราะห์สารประกอบผงเคลือบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD)



รูป 3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3 การเตรียมผิวเคลือบ

ในการวิจัยนี้เตรียมผิวเคลือบด้วยวิธีพ่นแบบเปลวไฟ โดยใช้วัสดุเคลือบเป็นผง Al-12Si และผง Al-12Si ผสมเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ที่เตรียมได้จากข้อ 3.2 มาผลิตผิวเคลือบซึ่งรายละเอียดในการเตรียมผิวเคลือบแสดงดังต่อไปนี้

3.3.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผิวเคลือบ

- 1) ชั๊สเตรทเหล็กก้อน ขนาด 24 x 25 x 5 mm³

- 2) ผงพ่น Al-12Si และผงพ่น Al-12Si ผสมเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄
- 3) อนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) ขนาด 500 μm
- 4) ปืนพ่นเคลือบผลิตโดยบริษัท Metallizing Equipment รุ่น MEC powderjet-86 ประเทศอินเดีย (รูป 3.9)
- 5) ชูตป้อนผงผลิตโดยบริษัท Praxiar รุ่น 1264 ประเทศสหรัฐอเมริกา (รูป 3.10)

3.3.2 วิธีการและขั้นตอนการพ่นเคลือบ

- 1) เตรียมชั้นสเตรทที่จะทำการพ่นเคลือบโดยตัดเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำให้ได้ขนาด 24 x 25 x 5 mm
- 2) ทำผิวหน้าชิ้นงานให้หยาบด้วยการพ่นอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ขนาด 500 μm ด้วยแรงดันอากาศ 600 KPa จากนั้นจึงเป่าลมเพื่อทำความสะอาด ผิวชิ้นงานที่เตรียมต้องนำไปพ่นเคลือบทันทีเพื่อป้องกันการปนเปื้อนและการเกิดออกซิเดชัน
- 3) ติดตั้งชิ้นงานบนอุปกรณ์จับยึด (รูป 3.11) ซึ่งหมุนอยู่บนเครื่องกลึงด้วยความเร็ว 38 รอบต่อนาที และปืนพ่นแบบเปลวไฟต่อเชื่อมกับชูตป้อนผงด้วยสายป้อนผง
- 4) พ่นเคลือบด้วยผง Al-12Si และผง Al-12Si ผสมเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄ ที่เตรียมตามสภาวะการพ่นในตาราง 3.1

ตาราง 3.1 สภาวะการพ่นเคลือบของผง Al-12Si และผง Al-12Si ที่ผสมเส้นใยนาโน SiC-Al₄O₄C-Al₄SiC₄

พารามิเตอร์	ค่าพารามิเตอร์ที่กำหนด
อัตราการไหลของออกซิเจน	36 (ft ³ /h)
อัตราการไหลของอะเซทิลีน	28 (ft ³ /h)
อัตราการไหลของไนโตรเจน	3.5 (ft ³ /h)
ระยะพ่น	70 (mm)
จำนวนรอบของการพ่น	20 (round)
อัตราการป้อนผง	3.17 (g / min)



รูป 3.8 เครื่องตัดชิ้นงาน



รูป 3.9 ปืนพ่นแบบเปลวไฟ



รูป 3.10 ชุดป้อนผง



รูป 3.11 ติดตั้งชิ้นงานบนอุปกรณ์จับยึด

3.4 การศึกษาโครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี และคุณสมบัติเชิงกลของผิวเคลือบ

นำผิวเคลือบที่ได้จากการเตรียมในข้อ 3.3 มาศึกษาโครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี ความพรุน และคุณสมบัติเชิงกลต่างๆ ได้แก่ ความแข็ง อัตราการสึกหรอ โดยแสดงรายละเอียดของวิธีการศึกษาดังนี้

3.4.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้

- 1) ผง Bekeclite ผลิตโดยบริษัท Metkon ประเทศตุรกี
- 2) ผงขัดอะลูมินา (Al_2O_3) ขนาด 1 และ $0.3 \mu m$ ผลิตโดยบริษัท Buchler ประเทศเยอรมนี
- 3) กระจกทรายน้ำ (SiO_2) เบอร์ 120, 200, 400, 800 และ 1000 ผลิตโดยบริษัท Swallow ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 4) เครื่องตัดชิ้นงาน ผลิตโดยบริษัท Struers รุ่น Labotom-3 ประเทศเยอรมนี
- 5) เครื่องหล่อชิ้นงาน ผลิตโดยบริษัท Struers รุ่น Labotom-1 ประเทศเยอรมนี
- 6) เครื่องขัดชิ้นงานแบบจานหมุน ผลิตโดยบริษัท Buchler รุ่น Ecomet 4 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 7) กล้องจุลทรรศน์แสงผลิตโดยบริษัท Carl Zeiss พร้อมโปรแกรมวิเคราะห์ความพรุนจากภาพถ่าย AXIOVS40 version 4.2 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 8) เครื่องทดสอบความแข็งจุลภาค Microscan OD ระบบการวัดแบบ Vickers Microhardness (รูป 3.13)

- 9) เครื่องทดสอบการสึกหรอบแบบหัวกดบนจานทดสอบ (pin-on-disk) ผลิตโดยบริษัท Implant Science Corporation รุ่น ISO 200 TRIBOMETER ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 10) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM - 6335F ประเทศญี่ปุ่น

3.4.2 การเตรียมชิ้นงานผิวเคลือบสำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี และคุณสมบัติเชิงกลของผิวเคลือบ

ในการเตรียมชิ้นงานเพื่อนำไปศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี และคุณสมบัติเชิงกลของผิวเคลือบนั้น เป็นขั้นตอนที่ต้องทำอย่างระมัดระวังป้องกันการปนเปื้อนของสารอื่น และเพื่อให้ได้ภาพที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM มีความชัดเจน ตลอดจนการวิเคราะห์หาร้อยละความพรุนของผิวเคลือบให้ได้ผล ซึ่งในการดำเนินการวิจัยนี้นั้นได้มีการเตรียมชิ้นงานดังรายละเอียดต่อไปนี้

- 1) นำผิวเคลือบมาตัดตามขวางด้วยเครื่องตัดชิ้นงาน สำหรับงานวิจัยนี้ตัดให้ได้ขนาด 24 x 10 มิลลิเมตร เพื่อให้ชิ้นงานเข้ากันได้กับเครื่องมือทดสอบ
- 2) หล่อชิ้นงานที่ตัดแล้วด้วยเครื่องหล่อเรซิน (รูป 3.12) โดยใช้ผง Bekeclite เป็นวัสดุหล่อ
- 3) ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายน้ำเบอร์ 120, 200, 400, 800 และ 1000 ตามลำดับ แล้วจึงขัดด้วยผงขัดอะลูมินา ขนาด 1.0 และ 0.3 μm



รูป 3.12 เครื่องหล่อเรซิน

3.4.3 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมี

ในการวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างทางจุลภาคของผิวเคลือบโดย 3 เทคนิค คือ

- 1) ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบโดยใช้เทคนิค SEM โดยใช้ความต่างศักย์ 15 kV
- 2) ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบด้วยเทคนิคการวิเคราะห์แบบ EDS-SEM
- 3) วิเคราะห์สารประกอบของผิวเคลือบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์

3.4.4 การวัดความแข็งของผิวเคลือบ

นำชิ้นงานที่ผ่านการพ่นเคลือบมาวัดค่าความแข็งของผิวเคลือบด้วยเครื่องทดสอบความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vickers Microhardness) ใช้น้ำหนักกด 100 g แล้ววัดค่าความแข็งของผิวเคลือบในแต่ละปริมาณผสม โดยทำการกด 5 ครั้งและนำมาหาค่าเฉลี่ย

3.4.5 การหาความพรุนของผิวเคลือบ

เนื่องจากโปรแกรมภาพถ่าย AXIOVS40 version 4.2 มีหลักการทำงานหาร้อยละความพรุนของพื้นผิวโดยแยกสีที่มีความแตกต่างกัน แล้วประมวลผลออกมาเป็นร้อยละความพรุนของพื้นผิวดังนั้นในการวิจัยนี้ได้กำหนดสีที่ป้อนให้กับโปรแกรม 3 สีด้วยกัน คือ สีแดงคือพื้นที่ที่เป็นความพรุน สีเหลืองเป็นบริเวณรอยต่อระหว่างอนุภาคผงเคลือบ และสีฟ้าเป็นอนุภาคของผงเคลือบ (รูป 3.15) โดยใช้ข้อมูลจากข้อ 3.4.3 เป็นตัวกำหนดสี รายละเอียดดังต่อไปนี้

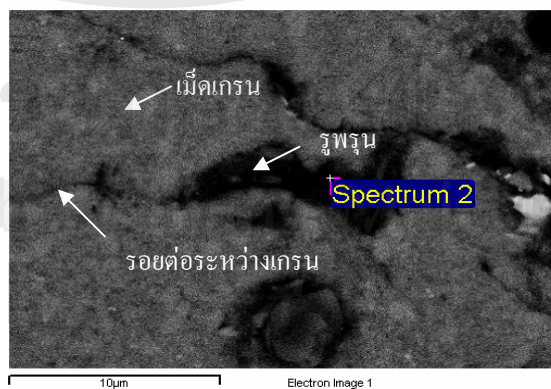
- 1) กำหนดสีที่จะทำการป้อนเป็นข้อมูลสำหรับโปรแกรมภาพถ่าย AXIOVS40 version 4.2 โดยแบ่งเฟสของพื้นผิวออกเป็น 3 เฟสด้วยกัน คือ รูพรุน รอยต่ออนุภาคผงเคลือบ และอนุภาคผงเคลือบ
- 2) ถ่ายภาพตัดขวางบริเวณชั้นผิวเคลือบของชิ้นงานแต่ละชนิด 5 ครั้ง โดยทำการถ่ายภาพบริเวณที่ต่างกันด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง จากนั้นวิเคราะห์ค่าความพรุนจากภาพถ่าย โดยใช้โปรแกรม AXIOVS40 version 4.2
- 3) นำค่าความพรุนของชิ้นงานแต่ละชนิดมาหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน



รูป 3.13 เครื่องทดสอบความแข็งจุดภาคแบบวิกเกอร์



รูป 3.14 กล้องจุลทรรศน์แสง และชุดโปรแกรมวิเคราะห์หาค่าความพรุน
จากภาพถ่าย AXIOVS40 version 4.2



รูป 3.15 แสดงลักษณะทั่วไปของผิวเคลือบแบ่งพื้นที่ออกเป็น 3 ลักษณะที่แตกต่างกัน

3.4.6 การทดสอบการสึกหรอ

การวิจัยนี้ได้ทดสอบการสึกหรอของผิวเคลือบ Al-12Si และผิวเคลือบ Al-12Si ผสมเส้นใยนาโนในปริมาณต่างๆ โดยใช้การทดสอบแบบจานหมุน (pin-on-disk) โดยแสดงวิธีการทดสอบอย่างละเอียดดังต่อไปนี้

- 1) ทดสอบการสึกหรอของผิวเคลือบแต่ละชนิดด้วยเครื่องทดสอบการสึกหรอจานหมุน (รูป 3.16) ใช้ทั้งสแตนคาร์ไบด์ (WC) เป็นหัวหมุน (pin) ทำการทดสอบในสภาวะแห้ง โดยวัดการสึกหรอที่ระยะทดสอบ 3 ระยะ และใช้สภาวะการทดสอบดังตาราง 3.2

ตาราง 3.2 สภาวะการทดสอบการสึกหรอแบบจานหมุนของผิวเคลือบ

พารามิเตอร์	ค่าพารามิเตอร์ที่กำหนด
น้ำหนักกด	50 g
ระยะทดสอบ	1) 25 m (รัศมีทดสอบ 4 mm × 995 รอบ) 2) 50 m (รัศมีทดสอบ 6 mm × 1327 รอบ) 3) 75 m (รัศมีทดสอบ 8 mm × 1492 รอบ)
กำหนดขอบเขตความเสียดทาน (friction limit)	6.08
กำหนดความเร็วเชิงเส้นในการหมุน	5 cm/s

- 2) วัดขนาดความกว้างของรอยสึกบนชิ้นงานทุกระยะทดสอบโดยแต่ละระยะทดสอบวัดรอยสึกหรอ 4 ครั้งต่างบริเวณกันเพื่อหาค่าเฉลี่ยของความกว้างรอยสึกของแต่ละระยะทดสอบ
- 3) คำนวณหาปริมาตรที่สูญเสีย (Volume loss) ตามสมการ (3.1)

$$\text{volume loss} = \frac{\pi(r_t)(w_t)^3}{6r_p} \quad (3.1)$$

เมื่อ volume loss คือ ปริมาตรของชิ้นงานสูญเสียหลังการทดสอบ (mm^3)
 r_t คือ รัศมีของรอยสึก (mm)
 w_t คือ ความกว้างของรอยสึก (mm)

r_p คือ รัศมีของหัวกด (mm)

- 4) พล็อตกราฟระหว่างปริมาตรที่สูญเสียเฉลี่ยกับระยะทางทดสอบ เพื่อหาค่าความชันซึ่งมีค่าเท่ากับอัตราการสึกหรอของชิ้นงาน โดยอัตราการสึกหรอสามารถคำนวณได้ดังสมการ 3.2

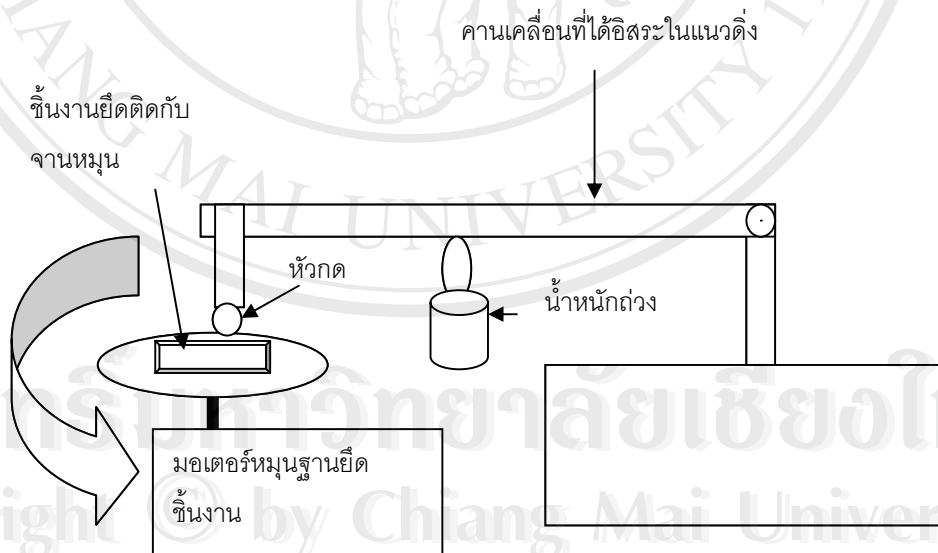
$$Q = \frac{V}{L} \quad (3.2)$$

เมื่อ Q คือ อัตราการสึกหรอ (mm^3/m)

V คือ ปริมาตรของชิ้นงานสูญเสียหลังการทดสอบ (mm^3)

L คือ ระยะทดสอบ (m)

- 5) ทำการทดลองซ้ำตามข้อที่ 1-4 จำนวน 3 ครั้ง เพื่อหาค่าอัตราการสึกหรอเฉลี่ยของผิวเคลือบแต่ละชนิด



รูป 3.16 รูปแสดงการทำงานของเครื่องทดสอบอัตราการสึกหรอแบบจานหมุน