

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 อีพ็อกซีเรซิน # 7275 (ผลิตโดย บริษัท ไทยอีพ็อกซี จำกัด)
- 3.1.2 Hardener # 7275 (ผลิตโดย บริษัท ไทยอีพ็อกซี จำกัด)
- 3.1.3 อะลูมินัมออกไซด์ (Al_2O_3 < 10 micron: purity 99.7% ผลิตโดย บริษัท Aldrich)
- 3.1.4 อะลูมินัมออกไซด์ (Al_2O_3 150 micron: purity 99.7% ผลิตโดย บริษัท Aldrich)
- 3.1.5 ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC nanoparticles)
- 3.1.6 นิเกิลออกไซด์ (NiO powder)
- 3.1.7 Ethanol (Merch)
- 3.1.8 แอลกอฮอล์ (Alcohol)

3.2. อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 แผ่นทองแดงขนาด 6 x 17 ตารางเซนติเมตร
- 3.2.2 ถาดพลาสติกชนิดพอลิเอทเธอร์สีน (PP)
- 3.2.3 แก้วน้ำพลาสติกชนิดพอลิเอทเธอร์สีน (PP)
- 3.2.4 แผ่นฟิล์มไมลา
- 3.2.5 ชุดอุปกรณ์ให้น้ำเกลือพร้อมสาย
- 3.2.6 ไม้ไผ่สำหรับกวาดสาร
- 3.2.7 ช้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส
- 3.2.8 นาฬิกาจับเวลา
- 3.2.9 หลอดดูดสาร
- 3.2.10 เวอร์เนียคาลิเปอร์
- 3.2.11 บีมลมนขนาด 1 แรงม้า
- 3.2.12 ตู้ดูดความชื้น (Descicator)
- 3.2.13 ครกเซรามิกสำหรับบดสาร
- 3.2.14 เตาไฟฟ้า E.G.O. รุ่น 14.12871.300 1500 W
- 3.2.15 เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้าความละเอียดสูง รุ่น GR-200 ของบริษัท A&D
- 3.2.16 ชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์ท่อนำโนคาร์บอนโดยกระบวนการตกตะกอนไอสารเคมี
- 3.2.17 เครื่องวัดความหนาแน่น Analytical Balance, Model GR – 200 ผลิตโดยบริษัท A&D Company, Limited
- 3.2.18 เครื่องทดสอบ Pin – on – Disk Tribometer (ISC – 200 – Tribometer)

- 3.2.19 เครื่องทดสอบ Microhardness, Model MXT-07, Matsuzawa, Hollywood International, Ltd
- 3.2.20 เครื่อง CRBV Hardness Tester, Series No. 800.023 ผลิตโดยบริษัท Brooks Inspection Equipment ประเทศอังกฤษ
- 3.2.21 เครื่อง Universal Testing Machine, Model 8802 ผลิตโดยบริษัท Instron ประเทศอังกฤษ
- 3.2.22 เครื่องฉาบผิวด้วยทอง (Sputter) รุ่น SPI-MODULETM Sputter Coater ของบริษัท SPI supplies Division of Structure Probe ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.23 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พร้อมติดตั้งเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDX) รุ่น JSM-6335F ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.24 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) รุ่น JEOL JSM 5910 LV ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.25 เครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) (Diffraktometer) รุ่น D500/501 ผลิตโดยบริษัท SIEMENS ประเทศเยอรมนี
- 3.2.26 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM) รุ่น JEOL JEM - 2010 ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.27 เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี (Energy Dispersive Analysis of X- ray, EDX) รุ่น JEOL JSM – 6335 F ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.28 ฐานข้อมูล JCPDS file

3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยกระบวนการตกสะสมไอสารเคมี

- 3.3.1. ชั่งผงนิเกิลออกไซด์ ให้น้ำหนัก 2.5 กรัม
- 3.3.2. ทำด้วยผงนิเกิลออกไซด์ปริมาณ 2.5 กรัม ซึ่งเปียกเอทิลแอลกอฮอล์ (C_2H_5OH) บนแผ่นทองแดงขนาด 6 x 17 เซนติเมตร
- 3.3.3. ม้วนแผ่นทองแดงให้เป็นทรงกระบอกโดยไม่ให้ซ้อนกัน ใส่เข้าไปในห้องเผาของชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยกระบวนการตกสะสมไอสารเคมี
- 3.3.4. เปิดชุดควบคุมอุณหภูมิเตาเผา ตั้งอุณหภูมิให้ห้องเผามีอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส
- 3.3.5. เมื่อถึงอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ปล่องหยดเอทิลแอลกอฮอล์จากชุดอุปกรณ์ให้น้ำเกลือ เข้าสู่ห้องเผา โดยอัตราการไหลของเอทิลแอลกอฮอล์เป็น 0.33 มิลลิลิตรต่อ นาที 30 นาที
- 3.3.6. เมื่อครบกำหนดเวลา ให้ปิดการปล่อยหยดเอทิลแอลกอฮอล์
- 3.3.7. ตั้งอุณหภูมิที่ชุดควบคุมอุณหภูมิให้ห้องเผามีอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

- 3.3.8. เมื่อถึงอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ปล่อยหยดเอซิลแอลกอฮอล์จากชุดอุปกรณ์ให้น้ำเกลือ เข้าสู่ห้องเผา อัตราการไหลของเอซิลแอลกอฮอล์เป็น 0.33 ลิตรต่อนาที โดยทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนเป็นเวลานาน 9 ชั่วโมง
- 3.3.9. เมื่อครบกำหนดเวลา ให้ปิดชุดอุปกรณ์ให้น้ำเกลือเพื่อหยุดการหยดเอซิลแอลกอฮอล์ และชุดควบคุมเตา รอจนกระทั่งอุณหภูมิในห้องเผาลดลงถึงอุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำแผ่นทองแดงออกจากห้องเผา
- 3.3.10. นำสารตัวอย่างท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ไปวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุและลักษณะโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD, SEM และ EDX

3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์โครงสร้างสารประกอบของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

- 34.1. นำสารตัวอย่างท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ น้ำหนัก 0.02 กรัม มาบดด้วยครกบดสารเซรามิกส์สำหรับบดสาร เพื่อให้สารตัวอย่างมีลักษณะเป็นผง
- 34.2. นำสารตัวอย่างที่ได้ไปติดบนแผ่นแก้วที่มีช่องสำหรับใส่สารขนาด 1 x 1.5 เซนติเมตร
- 34.3. ทำการวิเคราะห์โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนด้วยเครื่อง XRD

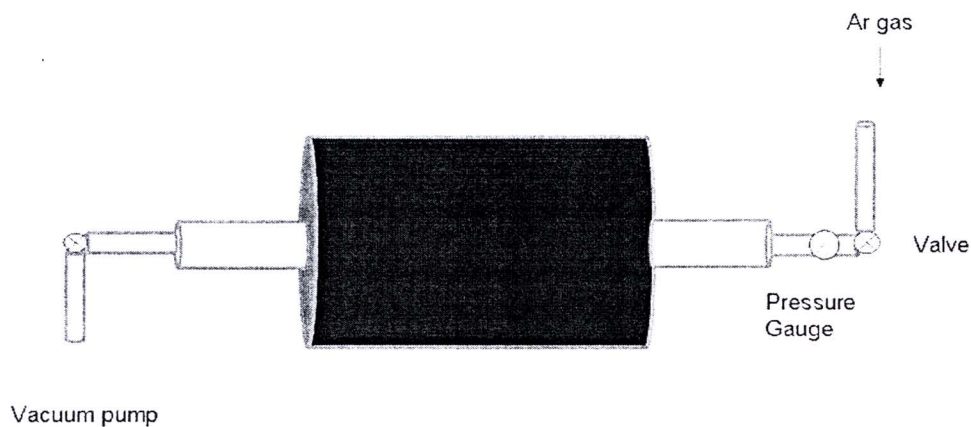
3.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

- 3.5.1 ติดสารตัวอย่างท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ บนแท่งทองเหลืองด้วยเทปกาวคาร์บอน
- 3.5.2 นำชิ้นงานมาทำการฉาบผิวหน้าด้วยทอง เพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้า
- 3.5.3 ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของท่อนาโนคาร์บอนด้วยเครื่อง EDX

3.6 วิธีการสังเคราะห์เส้นลวดนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้ปั๊มสุญญากาศ

- 3.6.1 นำผงซิลิกอน (99%, Aldrich) ผงคาร์บอน ปริมาณอย่างละ 0.45 กรัม และผงนิกเกิลออกไซด์ ปริมาณ 0.10 กรัม บดรวมกันเป็นเวลา 20 นาที
- 3.6.2 ใส่ลงในภาตอลูมินา จากนั้นนำเข้าเตาเผาแบบที่ใช้ท่ออลูมินา โดยวางตำแหน่งกลางของท่อ จากนั้นนำภาตที่ใส่ผงคาร์บอนวางห่างออกมาประมาณ 5 ซม. ปิดฝาท่อทั้งสองด้าน
- 3.6.3 เปิดปั๊มสุญญากาศเพื่อไล่อากาศออกแล้วเติมกาซอาร์กอน ทำซ้ำ 3 ครั้ง (ทำซ้ำอีก 2 ครั้งเมื่อเปิดเตาผ่านไป 1 ชม. และ 10 นาทีก่อนอุณหภูมิสังเคราะห์)
- 3.6.4 เเผาที่ 1300 -1400°C ด้วยอัตรา 10°C/min ค้างที่อุณหภูมิดังกล่าว 1 ชม. จากนั้นลด

อุณหภูมิลงด้วยอัตรา $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จนถึง 400°C แล้วปล่อยให้ลดลงตามธรรมชาติ



รูปที่ 3.1 แสดงเตาเผาสังเคราะห์เส้นลวดนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้ปั๊มสุญญากาศ

3.7 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

- 3.7.1 ตัดสารตัวอย่างท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ บนแท่งทองเหลืองด้วยเทปกาวคาร์บอน
- 3.7.2 นำแท่งทองเหลืองมาฉาบทองเพื่อให้สารตัวอย่างสามารถนำไฟฟ้าได้ ด้วยเครื่องฉาบผิวด้วยทอง
- 3.7.3 นำแท่งทองเหลืองที่ติดสารตัวอย่างมาถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคและวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

3.8 กระบวนการเตรียมวัสดุผสม 2 เฟส ระหว่างท่อนาโนคาร์บอนกับอีพ็อกซี

- 3.8.1 นำสารตัวอย่างท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ มาบดด้วยครกบดสารเซรามิกส์สำหรับบดสาร เพื่อให้สารมีลักษณะเป็นผง
- 3.8.2 ผสมอีพ็อกซีและท่อนาโนคาร์บอนในอัตราส่วนต่างๆ นำไปใส่เครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน
- 3.8.3 เติมตัวทำให้แข็งในอัตราส่วนที่เหมาะสม คนให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยไม้ไอศกรีม
- 3.8.4 เทอีพ็อกซีเรซินที่ผสมตัวทำให้แข็งแล้วลงไปในแม่แบบให้มีความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร โดยใช้แผ่นไมลารวางด้านล่างสุดและด้านบนสุดเพื่อให้ผิวของวัสดุผสมเรียบ
- 3.8.5 รอจนกระทั่งอีพ็อกซีแข็งตัว โดยปล่อยให้วัสดุผสมแข็งตัวในอุณหภูมิห้อง นาน 2 วัน
- 3.8.6 นำตัวอย่างวัสดุผสมท่อนาโนคาร์บอนกับอีพ็อกซีที่เตรียมได้ไปทดสอบหาค่าการทนต่อแรงดึง (Tensile strength) และค่ามอดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus of elasticity) โดยเครื่องทดสอบ Universal (Instron : model 8802)
- 3.8.7 ทดสอบหาค่าความหนาแน่นโดยวิธีอาคิมิตีส

- 3.8.9 นำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทดสอบหาค่าความแข็ง โดยใช้เครื่องทดสอบความแข็ง (CRBV Hardness Tester)
- 3.8.10 นำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทดสอบหาค่าความสึกหรอ โดยใช้เครื่องทดสอบ Pin – on – Disk Tribometer (ISC – 200 – Tribometer)
- 3.8.11 ศึกษาหาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผสมตัวอย่าง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.9 กระบวนการเตรียมวัสดุผสม 3 เฟส ระหว่างท่อนาโนคาร์บอน/ซิลิกอนคาร์ไบด์/อีพ็อกซีเรซิน

- 3.9.1 นำสารตัวอย่างท่อนาโนคาร์บอนและผงนาโนของซิลิกอนคาร์ไบด์ มาบดด้วยครกบดสารเซรามิกส์สำหรับบดสาร เพื่อให้สารมีลักษณะเป็นผง
- 3.9.2 ผสมอีพ็อกซี, ท่อนาโนคาร์บอนและผงนาโนของซิลิกอนคาร์ไบด์ในอัตราส่วนต่างๆ นำไปใส่เครื่องอุลตราโซนิก เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกัน
- 3.9.3 เติมน้ำทำให้แข็งในอัตราส่วนที่เหมาะสม คนให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยไม้ไอศกรีม
- 3.9.4 เทอีพ็อกซีเรซินที่ผสมตัวทำให้แข็งแล้วลงไปในแม่แบบให้มีความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร โดยใช้แผ่นไมลางวางด้านล่างสุดและด้านบนสุดเพื่อให้ผิวของวัสดุผสมเรียบ
- 3.9.5 รอจนกระทั่งอีพ็อกซีแข็งตัว โดยปล่อยให้วัสดุผสมแข็งตัวในอุณหภูมิห้อง นาน 2 วัน
- 3.9.6 นำตัวอย่างวัสดุผสมที่เตรียมได้ไปทดสอบหาค่าการทนต่อแรงดึง (Tensile strength) และค่ามอดูลัสของความยืดหยุ่น (Modulus of elasticity) โดยเครื่องทดสอบ Universal (Instron : model 8802)
- 3.9.7 ทดสอบหาค่าความหนาแน่นโดยวิธีอาคิมิตีส
- 3.9.8 นำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทดสอบหาค่าความแข็ง โดยใช้เครื่องทดสอบความแข็ง (CRBV Hardness Tester)
- 3.9.9 นำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทดสอบหาค่าความสึกหรอ โดยใช้เครื่องทดสอบ Pin – on – Disk Tribometer (ISC – 200 – Tribometer)
- 3.9.10 ศึกษาหาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผสมตัวอย่าง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.10 การศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค

- 3.10.1 ตัดชิ้นทดสอบแต่ตัวอย่างออกเป็นชิ้นเล็กๆ หนาประมาณ 1 cm.
- 3.10.2 นำชิ้นทดสอบวางบน stub ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอน โดยวางชิ้นทดสอบให้ด้านข้างหงายขึ้นเพื่อศึกษา cross section
- 3.10.3 นำ stub ที่เตรียมแล้วทั้งหมด เข้าเครื่องปั๊มสุญญากาศ 15 นาที โดยใช้ความดันอยู่ในช่วงประมาณ 600-400 mTorr เพื่อทำการฉาบทองประมาณ 100-300 A แล้วนำไปส่องกล้อง SEM เพื่อถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคของ cross section

3.11 การเตรียมตัวอย่างเพื่อนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล

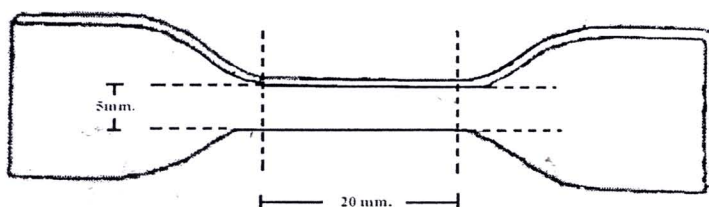
3.11.1 การหาความหนาแน่น (Density)

- 3.11.1.1. ตัดชิ้นทดสอบเพื่อนำไปทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ขนาด 1cm. x 1cm. จำนวน 5 ชิ้น ในแต่ละ % by volume
- 3.11.1.2. นำชิ้นทดสอบไปชั่งน้ำหนักในอากาศที่ละชั้น บันทึกผล
- 3.11.1.3. นำชิ้นทดสอบไปแช่ในน้ำปริมาตร 10 ml. / 5 ชิ้น นาน 1 ชั่วโมง
- 3.11.1.4. เมื่อแช่ชิ้นทดสอบครบ 1 ชั่วโมง นำมาชั่งน้ำหนักในน้ำ โดยบันทึกน้ำหนักและอุณหภูมิของน้ำ ที่อ่านได้เพื่อนำมาหาค่าความหนาแน่นของน้ำจากตารางมาตรฐาน
- 3.11.1.5. คำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน

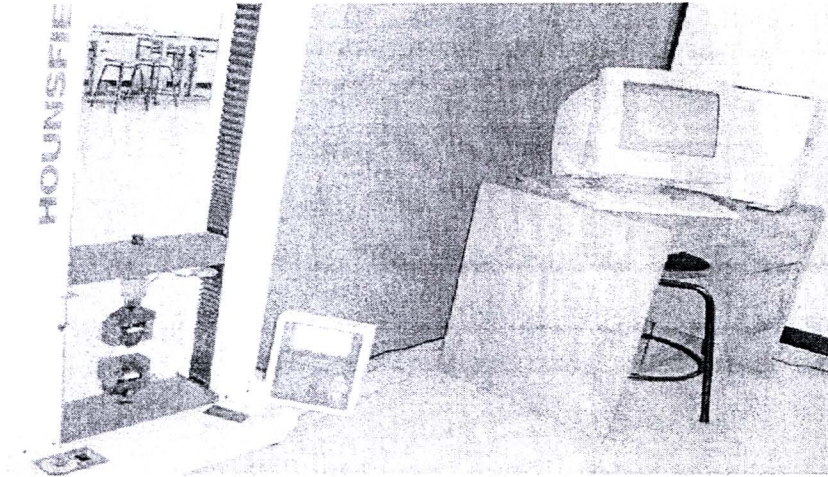
3.11.2 การทดสอบการทนแรงดึง (Tensile Test)

- 3.11.2.1. ตัดชิ้นทดสอบตามขนาดดังรูป 3.1 ซึ่งมีขนาดของ Gauge range 20 mm.
- 3.11.2.2. ตัดชิ้นทดสอบตัวอย่างละ 3 ชิ้น ในตำแหน่งต่างๆอาจมีความหนาแตกต่างกัน
- 3.11.2.3. วัดพื้นที่หน้าตัด Gauge range โดยใช้เวอร์เนียร์ บันทึกค่า
- 3.11.2.4. ตั้งค่ากำหนดเงื่อนไขการทดสอบลงในเครื่อง ดังนี้

Stress	10,000 N.
Strain	2000 mm.
Gauge range	20 mm.
Speed	250 mm./min
- 3.11.2.5. นำชิ้นทดสอบเข้าเครื่องทดสอบ โดยจัดตำแหน่งให้บริเวณของ Gauge range ไม่หย่อนหรือดึงจนเกินไป
- 3.11.2.6. ทดสอบแรงดึงโดยเพิ่มแรงดึงขึ้นเรื่อยๆจนกว่าชิ้นงานจะเกิดความเสียหายหรือขาดบริเวณ Gauge range
- 3.11.2.7. นำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาค่า Tensile และคำนวณหาค่า Toughness บันทึกผล



รูป 3.2 ตัวอย่างชิ้นงานทดสอบ tensile



รูป 3.2 เครื่องทดสอบ tensile



รูป 3.3 การติดตั้งชิ้นทดสอบกับหัวจับของ load cell

3.11.3 การทดสอบความแข็ง (Hardness Test)

- 3.11.3.1 ดัดชิ้นทดสอบขนาดพอเหมาะกับ stub ที่ใช้
- 3.11.3.2 ดัดชิ้นงานลงบน stub โดยพยายามดัดให้ผิวชิ้นงานมีความเรียบที่สุด
- 3.11.3.4 นำชิ้นงานไปวางบนเครื่องทดสอบ Microhardness และตั้งค่าเงื่อนไขของน้ำหนักที่ใช้กดลงบนชิ้นทดสอบ และทำการทดสอบโดยเครื่องทดสอบจะกดชิ้นงานลงไปนาน 10 วินาที
- 3.11.3.5 เครื่องทดสอบจะประมวลผลความกว้างของรอยกดที่เกิดขึ้น และแสดงค่าความแข็งของวัสดุที่ได้แล้วบันทึกผล

3.11.4 การทดสอบการสึกหรอจากการขีดข่วน (Wear Test)

- 3.11.4.1 ดัดชิ้นทดสอบขนาดพอเหมาะกับ stub ที่ใช้

- 3.11.4.2 ติดชิ้นงานลงบน stub โดยพยายามติดให้ผิวชิ้นงานมีความเรียบที่สุด
- 3.11.4.3 ตรวจสอบจานหมุนและหัวกด(ball)ให้อยู่ในสภาพพร้อมใช้งาน
- 3.11.4.4 นำชิ้นงานไปวางบนจานของเครื่องทดสอบ Pin – on – Disk Tribometer และตั้งค่าเงื่อนไขการทดสอบ ดังนี้

Turning: 1500 turns

Wear track radius (r) : 4 mm.

Load : 200 g.

- 3.11.4.5 ตั้งค่าเงื่อนไขการทดสอบในเครื่องคอมพิวเตอร์ และเริ่มการทดสอบซึ่งตามจำนวนรอบที่กำหนด แล้ววัดค่า wear volume loss และคำนวณค่าอัตราการสึกหรอของตัวอย่าง บันทึกผล