

รหัสโครงการ SUT7-713-56-12-16



รายงานการวิจัย

พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย
ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์
(Corrosion behavior of AISI 4140 surface coated by TiAlN)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



รายงานการวิจัย

พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (Corrosion behavior of AISI 4140 surface coated by TiAlN)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรวสา วงศ์ปัญญา

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผู้ร่วมวิจัย

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทอนันต์

2. ดร.ชนรรค์ เอื้อรักสกุล

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีปีงบประมาณพ.ศ. 2556

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

มีนาคม 2557

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ผู้ให้ทุนอุดหนุนงานวิจัย ประจำปี
งบประมาณ พ.ศ. 2556 เรื่อง “พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย
ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์” และ ขอขอบคุณผู้ทรงคุณวุฒิที่เสียสละเวลา ทำหน้าที่ตรวจ
ข้อเสนอโครงการ และตรวจร่างรายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

พรวสา วงศ์ปัญญา

มีนาคม 2557

บทคัดย่อ

พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์

รายงานการวิจัยนี้จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 (A4140) และเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) ที่มีความหนาของชั้นเคลือบ TiAlN แตกต่างกัน ที่ความหนา 250 นาโนเมตร (TiAlN-250nm) 500 นาโนเมตร (TiAlN-500nm) และ 750 นาโนเมตร (TiAlN-750nm) ในสารละลายที่เป็นสิ่งแวดล้อมการกัดกร่อนที่มีค่าพีเอชต่างกัน ก่อนการทดสอบการกัดกร่อนทำการตรวจสอบคุณลักษณะของฟิล์ม TiAlN ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิลิมีซัน (FE-SEM) และจากนั้นศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของชิ้นงาน A4140, TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอช 2, 7 และ 10 ด้วยวิธีทางไฟฟ้าเคมี หลังทดสอบการกัดกร่อนพื้นผิวของชิ้นงานถูกวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) และเทคนิค X-PEEM จากการวิจัยพบว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วย TiAlN มีความต้านทานการกัดกร่อนดีกว่าชิ้นงานเหล็กกล้าที่ไม่ถูกเคลือบที่ทุกค่าพีเอช ความหนาของฟิล์ม TiAlN ที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ชิ้นงานมีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้นเนื่องจากชิ้นงานที่เคลือบ TiAlN เกิดพาสซีฟฟิล์มที่มีความต้านทานการกัดกร่อนได้ดีหรือมีเสถียรภาพสูง จากการวิเคราะห์พื้นผิวที่เกิดการกัดกร่อนด้วยเทคนิค X-PEEM พบว่าชิ้นงานที่ถูกเคลือบด้วยฟิล์ม TiAlN บางที่สุดเกิดการหลุดลอกของฟิล์มจากวัสดุพื้น นอกจากนี้ยังพบว่าพื้นผิวของชิ้นงานที่ถูกเคลือบด้วย TiAlN มีพื้นที่ถูกกัดกร่อนและปริมาณผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนที่น้อยกว่าชิ้นงาน A4140

Abstract

Corrosion behavior of AISI 4140 surface coated by TiAlN

This research aims to study the corrosion behavior of uncoated and TiAlN coated on AISI 4140 steel. The AISI 4140 steel samples were coated by TiAlN with various thicknesses, i.e., 250 nm (TiAlN-250nm), 500 nm (TiAlN-500nm) and 750 nm (TiAlN-750nm). After that samples surface was characterized by Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) with energy dispersive X-ray analysis (EDX) and X-ray diffraction (XRD). The corrosion behavior of the uncoated and coated samples were studied by an electrochemical technique in 3.5 wt% NaCl solution at pH value of 2, 7 and 10 at room temperature. After electrochemical testing, samples surface was characterized by scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersive X-ray analysis (EDX) and X-ray photoemission electron microscopy (X-PEEM) with X-ray absorption spectroscopy (XAS). The results indicated that the TiAlN coated samples yielded better corrosion resistance than the uncoated samples at all pHs. Increasing thickness of TiAlN resulted in better corrosion resistance because the TiAlN coated samples had stable passive film. The results from corroded surface characterized by X-PEEM showed that there was a spalling of the film from metal substrate in particular for the thin coated sample. Moreover, it was found that the TiAlN coated samples had less corroded surface and corrosion product than those of the uncoated samples.

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ข
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 บริบทรศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 กระบวนการเคลือบผิวแข็งด้วยไอทางกายภาพ	5
2.2 การกัดกร่อน	7
2.3 การวิเคราะห์ชั้นเคลือบ	11
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	12
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	16
3.1 วัสดุ และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย	16
3.1.1 วัสดุพื้นที่ใช้ในการวิจัย	16
3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย	16
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย	17
3.2.1 อุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวอย่างผิวก่อนการเคลือบ	17
3.2.2 อุปกรณ์สำหรับกระบวนการเคลือบผิว	20
3.2.3 อุปกรณ์สำหรับทดสอบการกัดกร่อน	22

สารบัญ(ต่อ)

เรื่อง	หน้า
3.2.4 อุปกรณ์สำหรับตรวจสอบพื้นผิว	23
3.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย	25
3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานก่อนเคลือบผิว	26
3.3.2 ขั้นตอนกระบวนการเคลือบผิวไอทางกายภาพ	28
3.3.3 ขั้นตอนการตรวจสอบพื้นผิวก่อนทดสอบการกัดกร่อน	30
3.3.4 ขั้นตอนการทดสอบการกัดกร่อน	30
3.3.5 ขั้นตอนการตรวจสอบพื้นผิวหลังทดสอบการกัดกร่อน	32
บทที่ 4 ผลการวิจัย และการอภิปรายผลการวิจัย	33
4.1 ผลการตรวจสอบฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนการทดสอบการกัดกร่อน	33
4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพื้นผิว และตามแนวภาคตัดขวางของฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิสิกส์ขั้นสูง (FE-SEM)	33
4.1.2 การวิเคราะห์ฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)	37
4.2 ผลการทดสอบการกัดกร่อน	40
4.2.1 พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 และเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์	44
4.2.2 พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ที่มีความหนาแตกต่างกัน (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm)	44
4.2.3 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์	47

สารบัญ(ต่อ)

เรื่อง	หน้า
4.3 คุณสมบัติของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ หลังทดสอบการกัดกร่อน	50
4.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2,7 และ 10 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM)	50
4.3.2 การวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงานภายหลังทดสอบการกัดกร่อนด้วยเทคนิค EDX	54
4.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะผิวของชิ้นงานเหล็กกล้าและชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ หลังการทดสอบการกัดกร่อนด้วยเทคนิค X-PEEM	63
บทที่ 5 สรุป	69
บรรณานุกรม	71
ภาคผนวก	
ภาคผนวกก: เพิ่มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS-card	75
ภาคผนวกข: การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า การกัดกร่อนและการคำนวณอัตราการกัดกร่อน	79
ภาคผนวก ค: ส่วนหนึ่งของรายงานการวิจัยที่ได้รับการเผยแพร่	85
ประวัติคณะผู้วิจัย	97

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	ส่วนผสมทางเคมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ของเหล็กกล้า AISI 4140	16
3.2	ค่าความแข็งของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนและหลังการอบชุบทางความร้อน	26
3.3	ตัวแปรในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีโคแมกนีตรอนสปีดเตอริง	28
3.4	ค่าความหนาของเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์	30
4.1	เฟสองค์ประกอบของผิวเคลือบ	39
4.2	ค่าที่ได้จากเส้นโพลาริเซชันของชั้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว (A4140) และชั้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก ที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 2 7 และ 10	46
4.3	ส่วนผสมเคมีของชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (at.%)	68
ก.1	JCPDS-card ของสารประกอบ TiAlN ₂ (Ti _{0.5} Al _{0.5} N)	76
ก.2	JCPDS-card ของสารประกอบ Fe	77
ก.3	JCPDS-card ของสารประกอบ TiN	78

สารบัญรูป

รูป	หน้า	
2.1	กลไกการทำ Sputtering	5
2.2	การวัดกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนและศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน โดยเครื่องโพเทนชิโอสแตท	8
2.3	ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน	9
2.4	ส่วนต่าง ๆ ที่สำคัญของเส้นโพลาริเซชัน	10
2.5	ระดับชั้นพลังงานของ XPS	11
3.1	สารเคมีสำหรับเตรียมผิวชิ้นงาน	17
3.2	เตาอบชิ้นงาน	18
3.3	เครื่องขัดผิวชิ้นงานแบบจานหมุนยี่ห้อ BUEHLER	18
3.4	กระดาษทรายที่ใช้ในการขัดผิวชิ้นงาน	19
3.5	เครื่องวัดความแข็ง Rockwell Hardness Tester 660	19
3.6	ลักษณะ และ ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัย	20
3.7	ลักษณะคาโทด การวางชิ้นงาน และพลาสมาขณะเคลือบ	21
3.8	เครื่องโพเทนชิโอสแตท	21
3.9	อิเล็กโทรดที่ใช้ในการทดสอบการกัดกร่อน	22
3.10	กล้องจุลทรรศน์ รุ่น BX51 Olympus High Power Microscope	23
3.11	กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟีลด์อิมิชชัน (FE-SEM)	24
3.12	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Photoemission electron microscopy	24
3.13	แผนภาพระเบียบวิธีการทำวิจัย	25
3.14	ชิ้นงานในงานวิจัย	26
3.15	โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนและหลังการอบชุบทางความร้อน	27
3.16	ขั้นตอนการวัดความหนาของชั้นเคลือบโดยอาศัยการเทียบแถบวัด (scale bar)	29
3.17	การติดตั้งชุดเซลล์การกัดกร่อน	31
3.18	การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน	32
4.1	โครงสร้างจุลภาคพื้นผิว และภาคตัดขวางของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์	34

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูป		หน้า
4.2	ภาพตัดขวางของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) วิเคราะห์ความแปรปรวนของส่วนผสมทางเคมีด้วยเทคนิค EDX	35
4.3	การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์	35
4.4	การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม TiAlN (TiAlN-250nm) ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140	36
4.5	การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ TiAlN (TiAlN-500nm) ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140	37
4.6	การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ TiAlN (TiAlN-500nm) ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140	38
4.7	เส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน A4140 TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2	38
4.8	เส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน A4140 TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 7	41
4.9	เส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน A4140 TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 10	41
4.10	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของชิ้นงาน TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10	42
4.11	ค่าอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานของชิ้นงาน TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10	45
4.12	เส้นโค้งโพลาริเซชันของตัวอย่าง TiAlN-250nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10	46
4.13	เส้นโค้งโพลาริเซชันของตัวอย่าง TiAlN-500nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10	47
	เส้นโค้งโพลาริเซชันของตัวอย่าง TiAlN-500nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10	48

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูป	หน้า
4.14 เส้นโค้งโพลาริเซชันของตัวอย่าง TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10	49
4.15 ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน A4140 และ TiAlN-250 nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอช 2, 7 และ 10	51
4.16 ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750 nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอช 2, 7 และ 10	52
4.17 ภาพถ่าย SEM ของชิ้นงาน TiAlN-250nm และ TiAlN-500nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2	53
4.18 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2	55
4.19 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 7	56
4.20 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 10	57
4.21 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2	59
4.22 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 7	60
4.23 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 10	61
4.24 พื้นผิวชิ้นงานหลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค X-PEEM	62
4.25 สเปกตรัมของพื้นผิวชิ้นงาน TiAlN-500nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค XAS	64

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูป		หน้า
4.26	สเปกตรัมของพื้นผิวชั้นงาน TiAlN-500nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค XAS	65
4.27	สเปกตรัมของพื้นผิวชั้นงาน TiAlN-750nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค XAS	66
ข.1	การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน	80
ข.2	การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน	82
ข.3	การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน	83

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

เหล็กกล้า AISI 4140 เป็นเหล็กกล้าผสมต่ำที่มีความแข็งแรงสูงและมีความสามารถในการขึ้นรูปทางกลได้ง่าย มีธาตุผสมหลัก คือ โครเมียม และ โมลิบดีนัม อยู่ในปริมาณที่ต่ำ จึงทำให้เหล็กกล้า AISI 4140 มีราคาถูกเมื่อเปรียบเทียบกับเหล็กกล้าเครื่องมือชนิดอื่น เช่น H13 และ D2 เป็นต้น นอกจากนี้ยังเป็นเหล็กกล้าที่มีความต้านทานแรงดึงสูง สามารถทนแรงดึงได้ระหว่าง 800-1300 เมกะปาสกาล (MPa) สามารถชุบแข็งได้ทั้งชิ้นหรือเฉพาะที่ผิว ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับจุดประสงค์การใช้งาน นิยมทำเป็นชิ้นส่วนทนแรงดึงสูงเช่น ชิ้นส่วนในงานอุตสาหกรรมรถยนต์ เช่น เฟลาข้อเหวี่ยง เฟือง เฟืองขับ เกียร์ สลัก เป็นต้น ซึ่งส่วนใหญ่ชิ้นส่วนเหล่านี้จะถูกนำไปใช้งานในสถานะที่มีการเสียดสี (Abrasion) และการสึกหรอ (Wear) จึงต้องการความแข็งที่ผิวเพื่อป้องกันการเสียดสีและการสึกหรอที่ผิว แต่ทั้งนี้ยังไม่ได้คำนึงถึงเรื่องการกัดกร่อน (Corrosion) ที่เกิดจากสภาพแวดล้อมการใช้งาน ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านพื้นผิวของวัสดุเพื่อให้มีคุณสมบัติทางกลที่ดีขึ้นและมีความต้านทานต่อการกัดกร่อนที่สูงขึ้นเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและอายุการใช้งานของวัสดุให้ยาวนานยิ่งขึ้น การปรับปรุงพื้นผิววัสดุให้มีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้นมีหลายวิธีที่ใช้ในภาคอุตสาหกรรมปรับปรุงพื้นผิว เช่น คาร์โบไนตรายด์ดิง (Carbonitriding) ไนตรายด์ดิง (Nitriding) เป็นต้น แต่มีวิธีหนึ่งที่เป็นนิยมในอุตสาหกรรมปรับปรุงพื้นผิววัสดุ คือ การเคลือบผิวไอทางกายภาพ (Physical Vapor Deposition, PVD) ซึ่งเป็นกระบวนการที่สะอาดและชั้นเคลือบที่ผลิตจากกระบวนการเคลือบผิวไอทางกายภาพส่วนใหญ่จะเป็นชั้นเคลือบของสารประกอบเซรามิก เช่น ไทเทเนียมไนตรายด์ (TiN) ไทเทเนียม-อะลูมิเนียมไนตรายด์ (TiAlN) โครเมียมไนตรายด์ (CrN) เป็นต้น ซึ่งเป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็งแรงสูง มีความทนทานต่อสารเคมี (Chemical resistance) และมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี (Thermal stability) ช่วยในการปรับปรุงคุณสมบัติการต้านทานการกัดกร่อนให้ดียิ่งขึ้น คุณสมบัติการต้านทานการกัดกร่อนของชั้นเคลือบจะขึ้นอยู่กับตัวแปรหลายตัวแปร เช่น วัสดุที่ถูกเคลือบผิว (Substrate) ชนิดของสารประกอบของชั้นเคลือบ (Chemical composition) ตัวแปรในกระบวนการเคลือบ (Deposition parameters) โครงสร้างของชั้นเคลือบ (Microstructure) เป็นต้น เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานเกี่ยวกับพฤติกรรมของการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียมไนตรายด์ งานวิจัยนี้จึงได้จัดทำขึ้น เพื่อศึกษาพฤติกรรมของการกัดกร่อนๆ โดยเลือกใช้ตัวกลางการกัดกร่อนที่เป็นคลอไรด์ไอออน เช่น สารละลายโซเดียมคลอไรด์ เป็นต้น เพราะเป็นที่ทราบกันดีว่าสารละลายดังกล่าวมีฤทธิ์กัดกร่อนที่ค่อนข้างรุนแรง และมักเป็นสารละลายพื้นฐานที่นิยมใช้

ทดสอบการกัดกร่อนของวัสดุในเบื้องต้น ตามมาตรฐาน ASTM G44 นอกจากนี้เพื่อให้เข้าใจพฤติกรรมการกัดกร่อน ได้ชัดเจนทั้งในสภาพสิ่งแวดล้อมที่เป็น กรด กลาง และด่าง จึงต้องปรับ pH ของสารละลายโซเดียมคลอไรด์ให้มีสมบัติดังกล่าว โดยเลือกศึกษาที่ค่า pH 2, 7 และ 10 ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม ความของชั้นเคลือบมีผลกระทบต่อโดยตรงต่อลักษณะ และสมบัติของชั้นเคลือบ ด้วยเหตุนี้จึงเพิ่มตัวแปรในการศึกษาอีก คือ ความหนาของชั้นเคลือบ ผลสำเร็จของงานวิจัยนี้คาดว่าจะจะเป็นประโยชน์โดยตรงต่อภาคอุตสาหกรรมและเป็นข้อมูลพื้นฐานในการพิจารณาเลือกกรรมวิธีปรับปรุงพื้นผิววัสดุให้เหมาะสมในแง่เศรษฐศาสตร์ และวิศวกรรม

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของความหนาชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนผิวของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่มีผลต่อพฤติกรรมการกัดกร่อน

1.2.3 เพื่อศึกษาผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายที่ใช้ในการทดสอบ ที่มีต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 โลหะที่ถูกเคลือบผิว หรือวัสดุพื้น (Substrate) เพื่อปรับปรุงสมบัติที่ผิว คือ เหล็กกล้าเกรด AISI 4140 โดยมีขนาด คือ กว้าง*ยาว*หนา ประมาณ 18*18*3 มิลลิเมตร

1.3.2 กระบวนการปรับปรุงพื้นผิวที่สนใจศึกษา คือ กระบวนการเคลือบผิวด้วยการเคลือบไอทางกายภาพ โดยชั้นเคลือบผิวที่ต้องการศึกษา คือ ชั้นเคลือบผิวไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) โดยมีตัวแปรที่ต้องควบคุมดังนี้

- (1) ค่าอัตราส่วนระหว่างแก๊สไนโตรเจน และอาร์กอนคงที่
- (2) ค่าความดัน (Pressure) คงที่
- (3) อุณหภูมิ (สำหรับวัสดุพื้น) ที่ใช้ในการเคลือบไอทางกายภาพคงที่ในที่นี้คือ อุณหภูมิห้อง
- (4) เวลาที่ใช้ในการเคลือบไอทางกายภาพเปลี่ยนตามความหนาชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์

- (5) ความหยาบของพื้นผิววัสดุที่ถูกเคลือบ (Roughness of Substrate) กำหนดให้คงที่ โดยมีความหยาบผิวน้อยสุด คือ ขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 240, 400, 600, 800, 1000, 1200 และขัดด้วยผงอะลูมินา
- (6) ความหนาชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ทำ 3 ระดับ คือ
- ความหนา 250 นาโนเมตร (เคลือบผิวเป็นเวลา 60 นาที)
 - ความหนา 500 นาโนเมตร (เคลือบผิวเป็นเวลา 120 นาที)
 - ความหนา 750 นาโนเมตร (เคลือบผิวเป็นเวลา 180 นาที)

1.3.3 ภายหลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเตรียมชิ้นงานตามข้อ 1.3.2 จากนั้นศึกษา ส่วนประกอบ (Constitute) และส่วนผสมทางเคมี (Chemical composition) ของชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ที่ได้จากกระบวนการเคลือบผิวด้วยการเคลือบไอทางกายภาพ โดย EDX ส่วน โครงสร้างผลึกศึกษาโดย XRD diffraction นอกจากนี้ศึกษาโครงสร้างบริเวณพื้นผิวด้วย กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิสิกส์ (Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM)

1.3.4 ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ด้วยวิธีทางไฟฟ้าเคมีในสารละลายตามมาตรฐานสากล คือ ASTM G44: ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 3.5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก แล้ววัดเส้นโค้งโพลาไรเซชันของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยการเคลือบไอทางกายภาพเปรียบเทียบกับเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ยังไม่ผ่านเคลือบผิวแล้วแปลความหมายจากเส้นโพลาไรเซชันที่วัดได้เป็น ความหมายทางการกัดกร่อน กล่าวคือ วิเคราะห์หาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion potential, E_{corr}) ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion current density, I_{corr}) และค่าอัตราการกัดกร่อน (Corrosion rate, R_{mmy})

1.3.5 จากนั้นตรวจสอบพื้นที่ที่ถูกกัดกร่อน และส่วนผสมทางเคมีของชั้นเคลือบที่ถูกกัดกร่อนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ร่วมด้วยการวิเคราะห์ส่วนผสมทางเคมี (Chemical composition) ด้วย EDX นอกจากนี้ยังศึกษาองค์ประกอบและส่วนผสมในแนวชั้นลึกของชั้นเคลือบด้วย การวิเคราะห์สเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy; XAS) และ X-ray photoemission electron microscopy (X-PEEM)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

1.4.1 ทราบถึงพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้าคาร์บอน เกรด AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์

1.4.2 ทราบถึงผลความหนาของชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ที่มีผลต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์

1.4.3 ทราบถึงผลของความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายที่มีต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์

1.4.4 ผลสำเร็จของงานวิจัยนี้ คาดหวังว่าจะเป็นประโยชน์โดยตรงต่อภาคอุตสาหกรรม โดยเฉพาะในการปรับปรุงพื้นผิวของโลหะเพื่อใช้งานด้านต้านทานการกัดกร่อน

1.4.5 ในเชิงวิชาการ ทำให้เกิดทักษะการเรียนรู้ เพิ่มพูนความรู้ แนวคิดในการวิเคราะห์ วิจัย และพัฒนาระหว่างกระบวนการทำวิจัย โดยผลงานที่ได้ช่วยเสริมสร้างความเข้มแข็งให้กับในแง่ของการผสมผสานความรู้ในภาคทฤษฎี ภาคปฏิบัติ และเทคโนโลยีที่นำไปใช้จริงในภาคอุตสาหกรรม

1.4.6 ในเชิงสังคม เป็นการสร้างความร่วมมือในการแลกเปลี่ยน ถ่ายทอดองค์ความรู้ เทคโนโลยีระหว่างหน่วยงานภาคการศึกษา อันนำไปสู่ประโยชน์ทางอ้อม คือ ส่งเสริมความมั่นคงทางด้านวิจัย พัฒนา และเศรษฐกิจของชาติต่อไป

บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการเคลือบผิวแข็งด้วยไอทางกายภาพ

กระบวนการเคลือบชั้นผิวแข็งของสารประกอบเซรามิกบนผิวชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมือ เพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการสึกหรอ ความต้านทานต่อการกัดกร่อน และยืดอายุการใช้งานเครื่องมือทางวิศวกรรมแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท (G. Robert., 1998) คือ

- การเคลือบผิวแข็งด้วยไอทางกายภาพ (Physical Vapor Deposition, PVD) ที่มีการสร้าง ผลิตอะตอมของสารเคลือบให้อยู่ในรูปของไอระเหยแล้วไปเคลือบอยู่บนผิวชิ้นงาน (Substrate) ในระบบที่เป็นสุญญากาศ
- การเคลือบผิวแข็งด้วยไอเคมี (Chemical Vapor Deposition, CVD) เป็นกระบวนการเคลือบผิวชิ้นงานด้วยสารเคลือบที่อยู่ในสถานะก๊าซ โดยที่ก๊าซเหล่านี้จะทำปฏิกิริยากันจนได้สารผลิตภัณฑ์แล้วเคลือบอยู่บน Substrate

ในงานวิจัยนี้กระบวนการหลักที่ใช้เตรียมผิวชิ้นงาน คือ การเคลือบผิวแข็งด้วยไอทางกายภาพ (PVD) ดังนั้นจะกล่าวรายละเอียดอย่างย่อเฉพาะกระบวนการเคลือบด้วยไอทางกายภาพเท่านั้น

การเคลือบผิวแข็งด้วยไอทางกายภาพ เป็นกระบวนการที่กระทำในระบบสุญญากาศ และอะตอมที่จะเคลือบบนผิวชิ้นงานจะมีการเคลื่อนที่โดยปราศจากการชน (Collision) กัน ด้วยเหตุนี้ PVD จึงเป็น Line-of Sight Process ส่วนการเคลือบผิวแข็งด้วยไอเคมี หรือ CVD Process เป็นกระบวนการที่กระทำภายใต้ความดันบรรยากาศ (Atmospheric Pressure) จึงสามารถควบคุมลักษณะชั้นเคลือบ และสามารถเคลือบชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ดีกว่า PVD Process

PVD process สำหรับการเคลือบ Titanium Nitride (Ti_xN) บน Substrate ซึ่งตัว Substrate ก่อนจะเคลือบได้ต้องให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิประมาณ 500 องศาเซลเซียสในขณะที่การเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ด้วย CVD Process จะต้องมีการให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน หรือ Substrate ถึง 1000 องศาเซลเซียสดังนั้นเหล็กกล้าเครื่องมือ (Tool steels) ที่ผ่านการเคลือบผิวแข็งด้วย PVD process ไม่จำเป็นต้องผ่านกรรมวิธีการชุบแข็งด้วยความร้อน ส่วนเหล็กกล้าเครื่องมือที่ผ่านการเคลือบผิวแข็งด้วย CVD Process จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องเพิ่มความแข็งให้กับโครงสร้างภายในของชิ้นงานเหล็กกล้าด้วยกรรมวิธีทางความร้อน อย่างไรก็ตามจากงานวิจัยพบว่าในเหล็กกล้าเครื่องมือสำหรับงานขึ้นรูปเย็นเกรด D2 ที่ผ่านการเคลือบผิวแข็งไทเทเนียมไนไตรด์ด้วย CVD Process (CVD TiN-Coated D2 Tool Steel) เมื่อนำไปให้ความร้อนอีกครั้ง (เป็นการให้ความร้อนจากการเพิ่มความแข็งด้วยกระบวนการทางความร้อน ภายหลังกระบวนการเคลือบผิวแข็ง) ยังคงรักษาชั้นเคลือบที่มีคุณภาพ

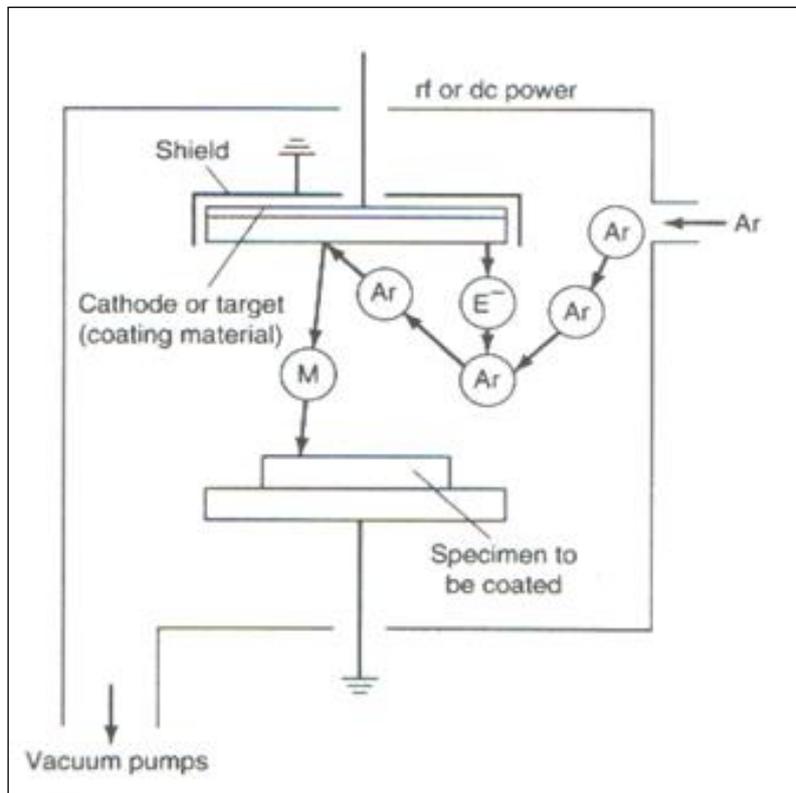
ปราศจากรอยบัพร่อง และค่าความเค้นเหลือค้างแบบกดบนผิวชั้นเคลือบ (Residual surface compressive stress) ไว้ได้ และมีค่าถึง -1000 MPa

อะตอมของชั้นเคลือบ (Coating atom) สามารถผลิตได้ 3 แบบคือ

- Evaporation
- Sputtering
- Ion plating

ซึ่งทั้งสามแบบจะต้องกระทำในระบบสุญญากาศ กล่าวคือ เมื่อก๊าซที่ต้องการใช้เป็นวัสดุเคลือบ เช่น ไนโตรเจน มีเทน หรือออกซิเจนถูกนำเข้าไปในหลอดสุญญากาศ อะตอมของโลหะก็จะทำปฏิกิริยากับอะตอมของก๊าซเพื่อฟอร์มไนตรายด์ คาร์ไบด์ หรือออกไซด์

Evaporating กระทำโดยการนำเอาวัสดุต้นกำเนิดของชั้นเคลือบ ไปให้ความร้อนในสภาวะที่เป็นสุญญากาศ (10^{-6} kPa or $7.5 \times 10^{-6} \text{ torr}$) ทำให้เกิดการระเหยของอะตอม หรือโมเลกุลภายในท่อระบบสุญญากาศแล้วเคลื่อนที่ไปเกาะบนผิวชิ้นงาน (Substrate) อย่างไรก็ตามกรรมวิธีที่ให้ประสิทธิภาพได้ดีกว่าคือ Sputtering หรือ Ion plating



รูปที่ 2.1 กลไกการทำ Sputtering (G. Robert., 1998Error! Reference source not found.)

Sputtering เป็น PVD Coating Process ที่อะตอมของวัสดุเคลือบถูกขับออกมาโดยอาศัยอะตอมที่มีพลังงานสูงดังแสดงในรูปที่ 2.1 โดยชั้นแรกภายในห้องเคลือบ (Chamber) จะถูกทำให้เป็นสุญญากาศ หลังจากนั้นจะปล่อยก๊าซอาร์กอน (Ar Gas) เข้าไป และวัสดุสำหรับเคลือบ (ในที่นี้ขอเรียกว่า Target คุรุปรประกอบ) จะถูกทำให้เป็นขั้วลบ (Cathode) โดยการป้อนศักย์ไฟฟ้ากระแสตรง (DC potential) ระหว่าง -500 ถึง -5000 โวลต์ ก็จะทำให้เกิด Low-Pressure Glow Discharge Plasma ณ บริเวณรอบ ๆ วัสดุสำหรับเคลือบ (Target cathode) แล้วปล่อยประจุบวกของก๊าซอาร์กอน (Ar^+) ออกมา ซึ่ง Ar^+ จะถ่ายเทโมเมนตัมให้กับวัสดุสำหรับเคลือบ กระตุ้นให้วัสดุสำหรับเคลือบปลดปล่อยอะตอมออกมาแล้วอะตอมนั้นก็เคลื่อนที่ไปเกาะบนผิวชิ้นงาน (Substrate) และบริเวณภายในของห้องเคลือบ

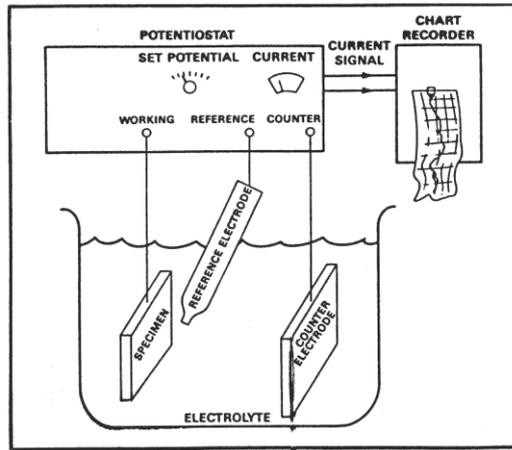
Ion plating หมายถึง Plasma-Assisted PVD หรือ Evaporative-Source PVD Process ซึ่ง Plasma ที่เกิดขึ้นนี้จะอาศัยความร้อนในการกระตุ้นให้เกิดการระเหย การพุ่งเข้าชน (Bombardment) ของ Plasma ที่มีพลังงานสูงไปยังผิวชิ้นงาน (Substrate) ทำให้ได้ชั้นเคลือบที่มีความแน่น และการยึดเกาะ (Adhesion) ที่ดีเยี่ยม

2.2 การกัดกร่อน

การกัดกร่อน คือ การสูญเสียเนื้อโลหะโดยการเกิดปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อม อาจเป็นปฏิกิริยาทางเคมี หรือปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมี การกัดกร่อนเป็นปรากฏการณ์ทางธรรมชาติอย่างหนึ่งกล่าวคือ สิ้นแร่ต่าง ๆ ที่มีอยู่บนพื้นโลกเป็นสภาพที่มีเสถียรภาพอยู่แล้ว เมื่อนำสิ้นแร่เหล่านี้มาดลึงให้ได้เนื้อโลหะบริสุทธิ์ทำให้โลหะอยู่ในสภาวะไม่มีเสถียรภาพมากขึ้น โลหะที่ไม่มีเสถียรภาพจะพยายามกลับคืนสู่สภาพเดิม คือ สิ้นแร่ตามธรรมชาติที่มีเสถียรภาพสูงกว่า ซึ่งก็คือกระบวนการกัดกร่อน จึงต้องใช้ความพยายามในการที่จะรักษาสภาพของโลหะเหล่านี้ให้เสื่อมสภาพเพราะการกัดกร่อนน้อยที่สุดและมีอายุการใช้งานนาน

2.2.1 การวัดศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน และอัตราการกัดกร่อน

ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion potential, E_{cor}) คือ ศักย์ไฟฟ้าที่อัตราการรวมของปฏิกิริยาแอโนดิกทั้งหมดเท่ากับอัตราการรวมของปฏิกิริยาแคโทดิก โดยความหนาแน่นกระแสที่ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเรียกว่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion current density, I_{cor}) ซึ่งถือเป็นตัวบ่งชี้อัตราการกัดกร่อนการวัดศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าขณะเกิดการกัดกร่อน (ภาณุพงศ์ กอปรศรีสวัสดิ์, 2544) สามารถทำได้โดยใช้เครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) ซึ่งมีลักษณะการวัดดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 การวัดกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน และศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนโดยเครื่อง
โพเทนชิโอสแตท (ภาพพงศ์ กอประศรีสวัสดิ์, 2544)

อิเล็กโทรดที่ใช้มี 3 ชนิดคือ

- อิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) คือ Ag/AgCl (3M KCl)
- อิเล็กโทรดกระแส (Counter electrode) คือ แพลททินัม (Pt) หรือ แท่งกราไฟต์

(Graphite)

- อิเล็กโทรดตัวอย่าง (Specimen) คือ ชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ

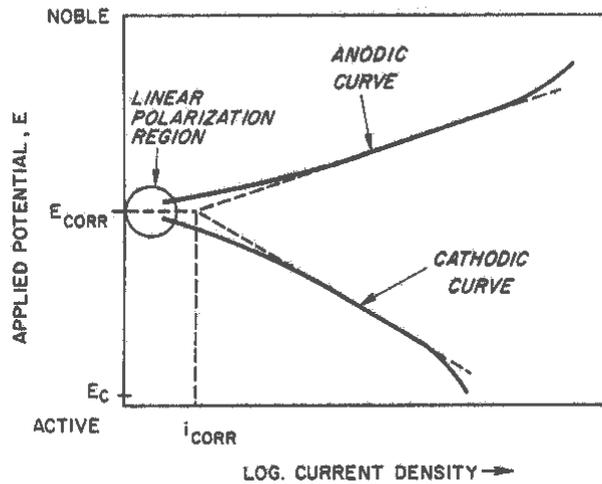
ค่าศักย์ไฟฟ้าจะวัดจากการวัดเทียบค่าศักย์ไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดอ้างอิง กับอิเล็กโทรดตัวอย่าง ค่ากระแสไฟฟ้าจะวัดจากการวัดเทียบระหว่างอิเล็กโทรดกระแส กับอิเล็กโทรดตัวอย่างจากค่าศักย์ไฟฟ้าและค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ เมื่อนำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทั้งสอง จะได้กราฟที่เรียกว่า กราฟเส้น โพลาริเซชัน (Polarization curve)

จากรูปที่ 2.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าของปฏิกิริยาแอโนดิก และปฏิกิริยาแคโทดิกบนพื้นผิวของโลหะที่กำลังเกิดการกัดกร่อน เมื่อมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านขั้วไฟฟ้าที่ผิว ความต่างศักย์ของขั้วทั้งสองจะเกิดการเปลี่ยนแปลงดังในเส้นกราฟแอโนดิก (Anodic curve) และเส้นกราฟแคโทดิก (Cathodic curve) ตามลำดับ โดยที่ความต่างศักย์ของแอโนดจะเปลี่ยนค่าไปในทางบวก ส่วนความต่างศักย์ของแคโทดจะเปลี่ยนค่าไปในทางลบ ในลักษณะเช่นนี้แสดงถึงการเกิดโพลาริเซชันของขั้วทั้งสอง (M. G. Fontana., 1987) สามารถหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนได้จากจุดตัดของเส้นความชันของเส้นกราฟแอโนดและเส้นกราฟแคโทดดังรูปที่ 2.3

เมื่อทราบค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนแล้วสามารถหาอัตราการกัดกร่อน (A. J. Sedriks., 1996) ได้จาก

$$R_{\text{mpy}} = 0.13 i_{\text{corr}} e / \rho \quad (2.1)$$

เมื่อ	R_{mpy}	=	อัตราการเกิดการกัดกร่อน (มิลลิเมตรต่อปี)
	i_{corr}	=	ความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อน (ไมโครแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร)
	e	=	น้ำหนักกรัมสมมูลย์ของโลหะ
	ρ	=	ความหนาแน่นของโลหะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)



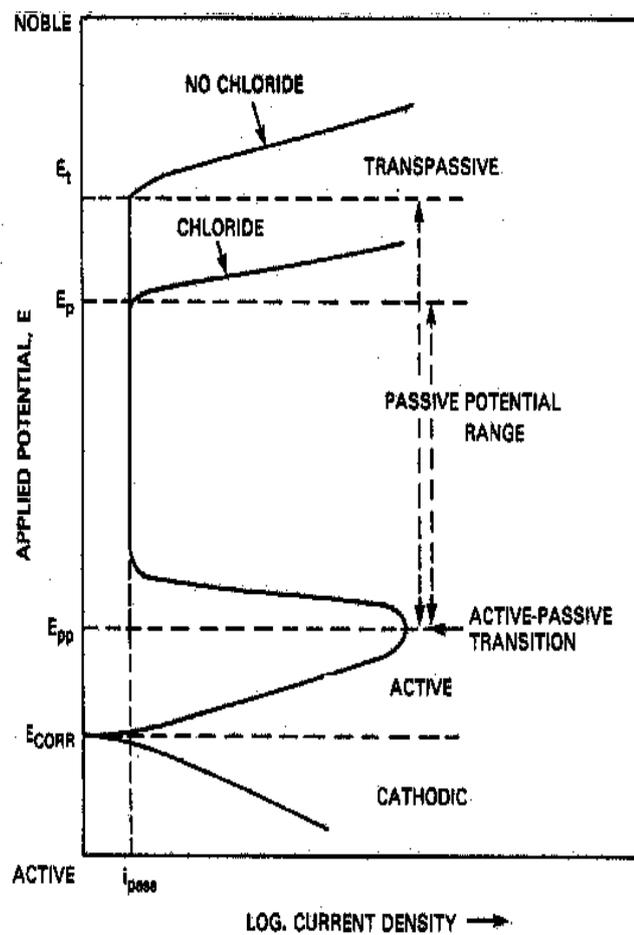
รูปที่ 2.3 ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (J. Sedriks., 1996)

2.2.2 เส้นโพลาริเซชัน (Polarization Curve)

ตัวอย่างการศึกษากลไกพาสซีวิตี (Passivity) ของเหล็กกล้าไร้สนิม (ประทีป วงศ์บัณฑิต, 2543 Error! Reference source not found.) โดยศึกษาจากกราฟเส้นโพลาริเซชันเมื่อทำการทดลองต่อจากรูปที่ 2.3 โดยเพิ่มศักย์ไฟฟ้าไปทางโนเบิล (Noble) จาก E_{corr} และบันทึกค่ากระแสที่ได้ จะได้ดังรูปที่ 2.4

จากกราฟรูปที่ 2.4 ทราบว่าจุดตัดของเส้นกราฟแคโทดิก และเส้นกราฟแอโนดิก คือ ค่าศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อน หรือ E_{corr} เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าต่อถึงจุดหนึ่ง กระแสกลับลดลงเนื่องจากเกิดขึ้นฟิล์มพาสซีฟบนผิวโลหะ เรียกค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดว่าเป็นจุดการเปลี่ยนแปลงแอคทีฟ-พาสซีฟ (Active-passive transition) และค่าศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าพาสซีฟชันปฐม (Primarily passive potentials) ใช้สัญลักษณ์ E_{pp} เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าต่อไปกระแสจะเริ่มลดลงจนคงที่ที่ค่าหนึ่งแม้จะเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้แก่เซลล์ต่อไปความหนาแน่นของกระแสก็ยังคงไม่เปลี่ยนแปลง ช่วงกราฟที่กระแสคงที่นี้เรียกว่าช่วงพาสซีฟ (Passive zone) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวที่แสดงถึงความทนทานของฟิล์มบนผิวโลหะ ถ้ายังเพิ่มศักย์ไฟฟ้าต่อไปอีกจนถึงค่าหนึ่งที่ชั้นฟิล์มพาสซีฟแตกทำให้กระแส

เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเรียกช่วงที่เลยจุดนี้ว่า ช่วงทรานพาสซีฟ (Tranpassive zone) และเรียกศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้ว่าศักย์ไฟฟ้าทรานพาสซีฟ ใช้สัญลักษณ์ E_t ศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้เป็นค่าที่โลหะเริ่มกัดกร่อนเฉพาะที่ คือ การกัดกร่อนแบบรูเข็มหรือหลุม (Pitting corrosion) ซึ่งหากป้อนศักย์ไฟฟ้าเกินค่า E_t จะเกิดการแตกของชั้นฟิล์มพาสซีฟจุดใหม่เพิ่มขึ้น และชั้นฟิล์มจุดที่แตกเดิมจะมีการขยายตัวของรูเข็มหรือหลุมใหญ่ขึ้น เมื่อเปรียบเทียบเส้น โพลลาไรเซชันที่ได้จากการทดลองของโลหะตัวอย่างในสารละลายที่ไม่มีคลอไรด์และสารละลายที่มีคลอไรด์พบว่าในสารละลายที่มีคลอไรด์จะให้ค่า E_t หรืออีกนัยหนึ่งเรียกว่า ศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อนแบบรูเข็มหรือหลุม (Pitting potential) ใช้สัญลักษณ์ E_p ต่ำกว่า และมีความกว้างช่วงพาสซีฟแคบกว่าเส้น โพลลาไรเซชันที่ได้จากการทดลองในสารละลายที่ไม่มีคลอไรด์



รูปที่ 2.4 ส่วนต่าง ๆ ที่สำคัญของเส้น โพลลาไรเซชัน (ประทีป วงศ์บัณฑิต., 2543Error! Reference source not found.)

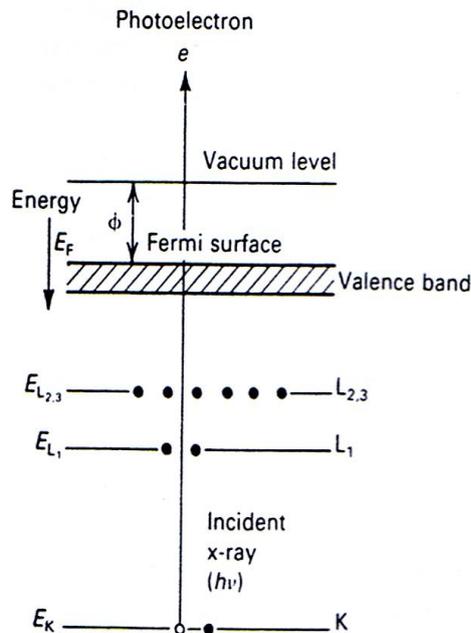
ตัวแปรที่มีผลต่อเส้น โพลาริเซชัน ได้แก่ ปริมาณออกซิเจนในสารละลาย อัตราการสแกน อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองความเข้มข้นของสารละลาย และอัตราการกวาด กล่าวโดยทางอ้อมตัวแปรต่างๆ เหล่านี้มีผลต่อพฤติกรรมการกักร่อนของชิ้นงานตัวอย่าง

2.3 การวิเคราะห์ชั้นเคลือบ

สำหรับการวิเคราะห์ชั้นเคลือบในการวิจัยในครั้งนี้จะใช้ X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), X-ray photoemission electron microscopy (X-PEEM) และ Scanning Electron Microscope (SEM) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

2.3.1 X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) และ X-ray photoemission electron microscopy (X-PEEM)

XPS และ X-PEEM ที่ใช้แสงซินโครตรอนจะอยู่ในช่วงพลังงาน 50 -1000 eV จากระบบลำเลียงแสง BL3 ของห้องปฏิบัติการแสงสยาม โดยแสงในช่วงพลังงานดังกล่าวมีประโยชน์ในการศึกษาสภาวะทางเคมีที่ผิวหน้าสารทำให้สามารถระบุปฏิกิริยาตัวกลาง (Intermediate reaction) ที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวและรอยต่อระหว่างพื้นผิวสารหรือการสึกหรือได้ การตรวจสอบดังกล่าวสามารถทำได้ เนื่องจากมีการเพิ่มขีดความสามารถในการแยกแยะสเปกตรัม (Spectral resolution) และความไวในการวิเคราะห์พื้นผิววัสดุจากการใช้แสงซินโครตรอนที่สามารถปรับเปลี่ยนค่าพลังงานได้ตามรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 แสดงชั้นระดับพลังงานของ XPS (A. Einstein., 1905)

นอกเหนือข้อมูลเชิงเคมีที่ได้ เทคนิค X-PEEM ยังสามารถทำการถ่ายภาพบริเวณที่ทำการวัด และยังสามารถเลือกบริเวณที่จะศึกษาโดยมีความสามารถในการแยกแยะในระดับ 100 นาโนเมตร

2.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เป็นเทคนิคที่สำคัญสำหรับการตรวจสอบคุณสมบัติของพื้นผิวของวัสดุ เนื่องจาก SEM มีกำลังขยายตั้งแต่ 20 – 30,000 เท่า และใช้คุณสมบัติคลื่นของอิเล็กตรอน สามารถวิเคราะห์ชั้นเคลือบในแนวลึกได้กว่า 300 เท่าของกล้องจุลทรรศน์ปกติ ทำให้เป็นผลดีต่อการวิเคราะห์ผิวในรายละเอียด ชั้นทดสอบสำหรับการวิเคราะห์ด้วย SEM จะมีขนาดเล็ก เช่น บางกว่า 20 มิลลิเมตร (≤ 0.8 นิ้ว) และความสูงไม่เกิน 80 มิลลิเมตร (≤ 3.5 นิ้ว) และต้องทำความสะอาดด้วยสารละลายอย่างดี ทั้งนี้เนื่องจากชั้นทดสอบต้องอยู่ในสภาวะสุญญากาศที่ความดันต่ำกว่า 1.3 มิลลิพาสกาล (mPa) (10^{-5} บาร์) และหากชั้นทดสอบไม่นำไฟฟ้าก็จะต้องเคลือบด้วยคาร์บอนหรือทองคำเพื่อให้อิเล็กตรอนไปสะสมตัวบนผิวชิ้นงานได้

2.4 การทบทวนวรรณกรรม (Reviewed literature) /สารสนเทศ (Information) ที่เกี่ยวข้อง

จากวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ (L. Cunha and et al., 1999; S. H. Ahn and et al., 2002; J. Y. Chen and et al., 2000; E. Lunarska and et al., 1996; C. Liu and et al., 1995 and H. A. Jehn., 2000) พบว่าเหล็กกล้าคาร์บอนที่มีธาตุผสมต่ำถึงปานกลาง หรือเหล็กกล้าเครื่องมือต่างๆ เมื่อผ่านการเคลือบผิวด้วยวิธีเคลือบด้วยไอกายภาพ คุณสมบัติการต้านการกัดกร่อนดีขึ้น โดยคุณสมบัติการต้านทานการกัดกร่อนของชั้นเคลือบผิวจะเปลี่ยนแปลงตามวัสดุที่ถูกเคลือบผิว ชนิดของสารประกอบและลักษณะ โครงสร้างของชั้นเคลือบ นอกจากนี้ยังพบว่าคุณสมบัติการต้านทานการกัดกร่อนของชั้นเคลือบผิวยังขึ้นกับสภาวะแวดล้อมการใช้งานอีกด้วย

(L. Cunha and et al., 1999) ได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของชั้นเคลือบโครเมียมในทรายดีและไทเทเนียมอะลูมิเนียมในทรายดีที่ผลิตจากกระบวนการเคลือบผิวแบบไอทางกายภาพ โดยศึกษากลไกการเกิดการกัดกร่อนของชั้นเคลือบในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จากผลการทดลองด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) พบว่าการกัดกร่อนเกิดขึ้นจากการแพร่ของสารละลายผ่านข้อบกพร่อง (Defect) ของชั้นเคลือบในรูปแบบการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting corrosion) ทำให้เกิดการสูญเสียไนโตรเจนในชั้นเคลือบ และส่งผลให้ออกซิเจนสามารถแพร่เข้าไปชั้นเคลือบและเกิดการออกซิเดชันกลายเป็นผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนหรือออกไซด์ของเหล็กได้ นอกจากนี้มีการทดสอบการกัดกร่อนเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบโครเมียมในทรายดี และที่ผ่านการเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมในทรายดีด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตต (Potentiostat) จากผลการทดสอบพบว่าชั้นเคลือบโครเมียมในทรายดีมีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนใน

สารละลายที่มีองค์ประกอบของคลอไรด์ได้ดีกว่าชั้นเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ และยังมิ
 ข้อสรุปที่ว่าชั้นเคลือบที่มีปริมาณรูพรุนหรือความหนาแน่นของรูพรุนน้อยจะช่วยให้ชั้นเคลือบมี
 ความสามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดีกว่า

(S. H. Ahn and et al., 2002) ได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของชั้นเคลือบโครเมียมไน
 ไไตรด์ที่มีเฟส (phases) ต่างกัน ได้แก่ CrN และ Cr₂N ที่เคลือบบนผิวของเหล็กกล้าเครื่องมือ
 เกรด H13 โดยการทดสอบการกัดกร่อนด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า (Electrochemical method) เปรียบเทียบ
 กับเหล็กกล้าเครื่องมือเกรด H13 ที่ไม่ผ่านการเคลือบผิวในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น
 ร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก จากการศึกษาพบว่าเหล็กกล้าเครื่องมือเกรด H13 ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วย
 โครเมียมไนไตรด์ทั้งสองเฟสจะมีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนที่น้อยกว่าเมื่อ
 เปรียบเทียบกับเหล็กกล้าเครื่องมือเกรด H13 ที่ไม่ผ่านการเคลือบผิว และพบว่าเหล็กกล้าเครื่องมือ
 เกรด H13 ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วยโครเมียมไนไตรด์ในรูปแบบเฟสของ CrN จะมีค่าความ
 หนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนน้อยกว่าเหล็กกล้าเครื่องมือเกรด H13 ที่ผ่านการเคลือบโครเมียมไน
 ไไตรด์ในรูปแบบเฟส Cr₂N เนื่องจากชั้นเคลือบโครเมียมไนไตรด์ในรูปแบบเฟสของ CrN นั้นมี
 โครงสร้างที่มีความหนาแน่นและสม่ำเสมอ มีปริมาณรูพรุนที่น้อยกว่า โดยสันนิฐานจากผลของการ
 วัดค่าความเป็นรูพรุน (porosity) จากกราฟโพลาริเซชัน จะแสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบโครเมียมไน
 ไไตรด์ในรูปแบบเฟสของ CrN นั้นมีค่าความเป็นรูพรุน (Porosity) ประมาณ 0.0015 เปอร์เซ็นต์ ซึ่ง
 น้อยกว่าชั้นเคลือบโครเมียมไนไตรด์ในรูปแบบเฟสของ Cr₂N ที่มีค่าความเป็นรูพรุน (Porosity)
 ประมาณ 0.0041 เปอร์เซ็นต์ และสอดคล้องกับผลของโครงสร้างชั้นเคลือบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย
 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) ที่แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ
 โครเมียมไนไตรด์ในรูปแบบเฟสของ CrN มีปริมาณรูพรุนที่น้อยกว่า

(J. Y. Chen and et al., 2000) ได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนและการยึดเกาะของไทเทเนียม
 ไนไตรด์ฟิล์มที่ผลิตจากกระบวนการเคลือบผิวแบบไอทางกายภาพโดยการเคลือบไทเทเนียมไน
 ไไตรด์ฟิล์มบนพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 304 ทำการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลาย 1
 N H₂SO₄+0.05 M KSCN โดยวิธี Potentiodynamic polarization และวัดการยึดเกาะของชั้นฟิล์มด้วย
 วิธี periodic cracking จากผลการศึกษาพบว่าภายหลังการเคลือบผิวเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยไทเทเนียม
 ไนไตรด์ฟิล์ม จะทำให้มีการต้านทานการกัดกร่อนที่ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเหล็กกล้าไร้สนิมที่ยัง
 ไม่ผ่านการเคลือบผิว นอกจากนี้จากการศึกษายังพบว่าพฤติกรรมการกัดกร่อนของไทเทเนียมไน
 ไไตรด์ฟิล์มจะขึ้นอยู่กับลักษณะ โครงสร้างของชั้นฟิล์มและการยึดเกาะของชั้นฟิล์มโดยกล่าวไว้ว่า
 โครงสร้างของชั้นฟิล์มที่มีปริมาณข้อบกพร่อง (Defect) มากและการยึดเกาะระหว่างชั้นเคลือบและ
 ชั้นงานที่ไม่ดีจะส่งผลให้ความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนลดน้อยลง

(E. Lunarska and et al., 1996) ได้ศึกษาผลของชั้นเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์และอุณหภูมิในการเคลือบผิว (Deposition temperature) ด้วยกระบวนการเคลือบไอทางเคมี โดยทำการเคลือบด้วยไทเทเนียมไนไตรด์ฟิล์มบนเหล็กกล้าเครื่องมือความเร็วสูงในช่วงอุณหภูมิ 570 – 720 องศาเซลเซียส แล้วนำไปทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่แตกต่างกัน ได้แก่ สารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) สารละลายกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากการศึกษาพบว่าชั้นเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์สามารถปรับปรุงการต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าเครื่องมือความเร็วสูงให้ดีขึ้น แต่อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการต้านทานการกัดกร่อนของไทเทเนียมไนไตรด์ฟิล์มนั้นจะขึ้นอยู่กับคุณภาพของชั้นเคลือบซึ่งจะมีผลมาจากตัวแปรในกระบวนการเคลือบคือ อุณหภูมิในการเคลือบผิว จากการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเคลือบผิวในช่วง 570 – 720 องศาเซลเซียส จะพบว่า การเคลือบผิวด้วยไทเทเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิประมาณ 670 องศาเซลเซียส เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเคลือบผิว เนื่องจากจะทำให้ได้ชั้นเคลือบที่มีรูพรุน (Porosity) และมีอัตราการกัดกร่อนที่น้อยที่สุด

(C. Liu and et al., 1995) ได้ศึกษาผลของความหยาบผิวของเหล็กกล้าก่อนการเคลือบผิวด้วยโครเมียมไนไตรด์ที่ผลิตด้วยกระบวนการไอกายภาพต่อพฤติกรรมการกัดกร่อน ก่อนการเคลือบผิวได้ทำการเตรียมผิวเหล็กกล้าให้มีความหยาบแตกต่างกัน หลังจากนั้นทำการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักด้วยการวัดความต้านทานเชิงซ้อน (Impedance) จากการศึกษาพบว่าเมื่อความหยาบผิวละเอียดมากขึ้นจะส่งผลให้การต้านทานการกัดกร่อนดีขึ้น โดยมีข้อสันนิษฐานว่าชั้นงานที่มีความหยาบผิวละเอียดขึ้นอาจส่งผลให้พื้นผิววัสดุมีปริมาณข้อบกพร่องที่น้อยลงส่งผลให้ได้ชั้นเคลือบที่เรียบและมีการยึดเกาะที่ดีกว่ากับวัสดุทำให้ได้ชั้นเคลือบที่มีความหนาแน่นและสม่ำเสมอ สามารถป้องกันการกัดกร่อนได้ดีขึ้น

(H. A. Jehn., 2000) ได้ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ได้แก่ ความหนาของชั้นเคลือบ ตัวแปรของกระบวนการเคลือบ และความหยาบผิวของชิ้นงานก่อนการเคลือบ ซึ่งตัวแปรดังกล่าวจะมีผลต่อคุณสมบัติทางด้านการกัดกร่อนของชั้นเคลือบที่ผลิตจากกระบวนการเคลือบผิวไอทางกายภาพ จากการศึกษาพบว่า การเพิ่มความหนาของชั้นเคลือบจะช่วยในการปรับปรุงคุณสมบัติการต้านทานการกัดกร่อนให้ดีขึ้น แต่ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับคุณภาพของชั้นเคลือบ และจากการศึกษาผลของกระบวนการเคลือบและตัวแปรต่างๆ ในกระบวนการเคลือบนั้นจะพบว่าตัวแปรเหล่านี้มีผลต่อลักษณะโครงสร้างของชั้นเคลือบ กระบวนการเคลือบไอทางกายแบบ ion plating จะผลิตชั้นเคลือบที่มีโครงสร้างที่หนาแน่นมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการเคลือบไอทางกายภาพแบบ Evaporation และความหยาบผิวของชิ้นงานก่อนการเคลือบที่ละเอียดกว่าจะส่งผลทำให้มีการต้านทานการกัดกร่อนที่ดีกว่า เนื่องจากความหยาบผิวชิ้นงานที่ละเอียดกว่าจะทำให้ชั้นเคลือบมีความสามารถในการยึดเกาะกับชิ้นงานที่ดีกว่า

(S. Korablov and et al., 2005) ได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของชั้นเคลือบ TiN, TiAlN และ CrN ที่เคลือบบนผิวเหล็กกล้าไร้สนิม SUS 304 ในสารละลาย Na_2HPO_4 ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ ที่ 600, 700 และ 850 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มทุกชนิดมีเสถียรภาพที่สารละลายในสภาพที่เป็นกลาง และถูกทำลายที่ภาวะความเป็นกรดของสารละลาย

(V. Chawa and et al., 2009) ได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของ TiAlN และ AlCrN ที่เคลือบบนผิวเหล็ก Incoloy 800H โดยใช้การทดสอบแบบพ่นละอองน้ำเกลือ (Salt spray test) พบว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เคลือบผิว และชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วย TiAlN และ AlCrN มีความต้านทานการกัดกร่อนดี แทบไม่แตกต่างกัน ด้วยเหตุนี้ V. Chawla และจึงได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนเพิ่มเติมด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าของชิ้นงานดังกล่าวในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 3.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิห้อง พบว่าชั้นเคลือบทั้งสองให้ค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนที่ต่ำกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เคลือบ

จากผลที่รายงานในวรรณกรรมดังกล่าวข้างต้น พบว่าพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กชนิดต่างๆ ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางกายภาพ (Physical Vapor Deposition, PVD) ด้วยชั้นเคลือบ TiN, CrN, TiAlN และ AlCrN มีแนวโน้มต้านทานการกัดกร่อนมากขึ้น อย่างไรก็ตามยังมีตัวแปรเช่น ความหนาของชั้นเคลือบ และ สภาพความเป็นกรด กลาง ต่างของสิ่งแวดล้อมการกัดกร่อนที่ควรศึกษาเพิ่มเติม เพื่อพัฒนาให้ได้ชั้นเคลือบที่ดียิ่งขึ้น ด้วยเหตุนี้งานวิจัยนี้จึงได้จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้าคาร์บอน AISI 4140 ที่ผ่านการเคลือบด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่สภาพการเตรียมผิวและสภาพความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเปลี่ยนไป ทั้งนี้เพื่อเป็นพื้นฐานต่อการวิจัย และพัฒนาผลิตภัณฑ์ต่อไปในอนาคต

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย

3.1.1 วัสดุพื้นที่ใช้ในการวิจัย

โลหะที่ถูกเคลือบหรือวัสดุพื้น (Substrate) เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติที่ผิว คือ เหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนทำการทดลองนำชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ไปทำการตรวจสอบ ส่วนผสมทางเคมีโดยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้า AISI 4140 แสดงใน ตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมทางเคมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ของเหล็กกล้า AISI 4140

ชิ้นงาน	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (%Wt)						
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Fe
AISI 4140	0.431	0.240	0.825	1.030	0.199	0.005	Balance

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย

3.1.2.1 สารเคมีสำหรับเตรียมผิวชิ้นงานแสดงในรูปที่ 3.1

- กรดไนตริก เป็นกรดสำหรับกัดผิวชิ้นงานเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคก่อนและหลังการอบชุบทางความร้อน
- เอทานอล และน้ำกลั่นใช้สำหรับทำความสะอาดชิ้นงานก่อนและหลังการเคลือบผิว

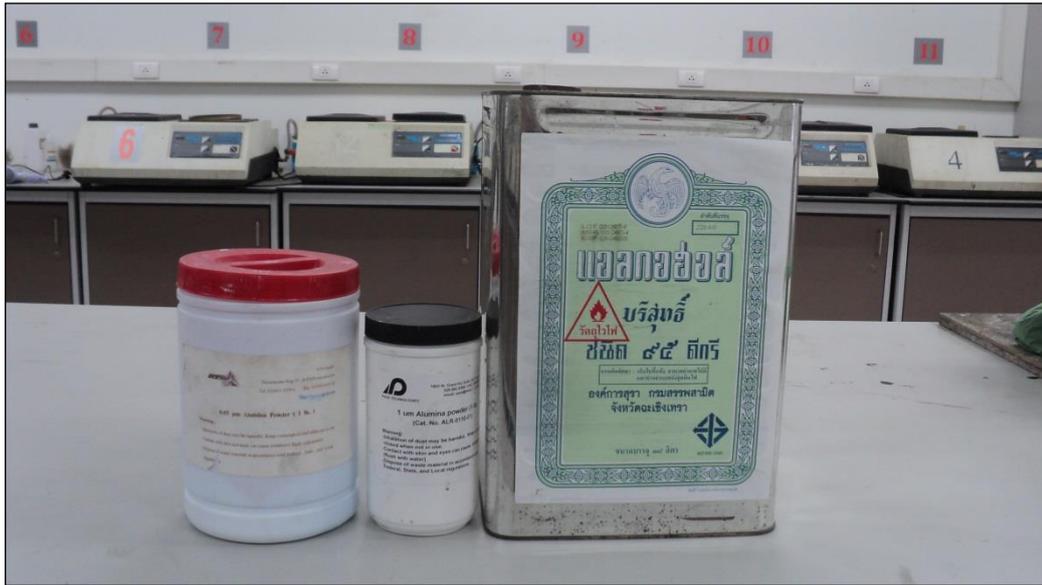
- ซิลิกาเจล ใช้ดูดความชื้นสำหรับเก็บชิ้นงาน
- ผงอะลูมินา ใช้ในขั้นตอนการขัดละเอียดผิวชิ้นงาน

3.2.1.2 สารเคมีสำหรับกระบวนการเคลือบ

- แก๊สอาร์กอน
- แก๊สไนโตรเจน

3.2.1.3 สารเคมีสำหรับการทดสอบการกัดกร่อน

- โซเดียมคลอไรด์ (NaCl)
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)



รูปที่ 3.1 สารเคมีสำหรับเตรียมผิวชิ้นงาน

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย สามารถแบ่งออกเป็นกลุ่มตามลักษณะการใช้งานในแต่ละขั้นตอนการทดลอง ดังนี้

3.2.1 อุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวอย่างก่อนการเคลือบผิว

3.2.1.1 เครื่องตัดชิ้นงาน EDM WIRECUT รุ่น CHARMILLS TECHNOLOGIES

3.2.1.2 ROBOFIL-190 พร้อมด้วยลวดตัดทำด้วยโลหะทองเหลืองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร

3.2.1.3 เตาอบชิ้นงาน รุ่น CARBOLITE (SCIENTIFIC PROMOTCO., LTD.) สำหรับกระบวนการอบชุบทางความร้อนให้กับชิ้นงานก่อนเข้าสู่กระบวนการเคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เตาอบชิ้นงาน



รูปที่ 3.3 เครื่องขัดผิวชิ้นงานแบบจานหมุนยี่ห้อ BUEHLER

3.2.1.4 เครื่องขัดผิวชิ้นงานแบบจานหมุนยี่ห้อ METKON FORCIPOL 2V GRINDER POLISHER เป็นอุปกรณ์ในการขัดหยาบและขัดละเอียดผิวชิ้นงานก่อนเข้าสู่กระบวนการเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.3

3.2.1.5 กระดาษทรายเบอร์ 180, 320, 400, 600, 800, 1000,1200 และผ้า
สักหลาด ใช้ในการขัดหยาบและขัดละเอียดผิวชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 กระดาษทรายที่ใช้ในการขัดผิวชิ้นงาน

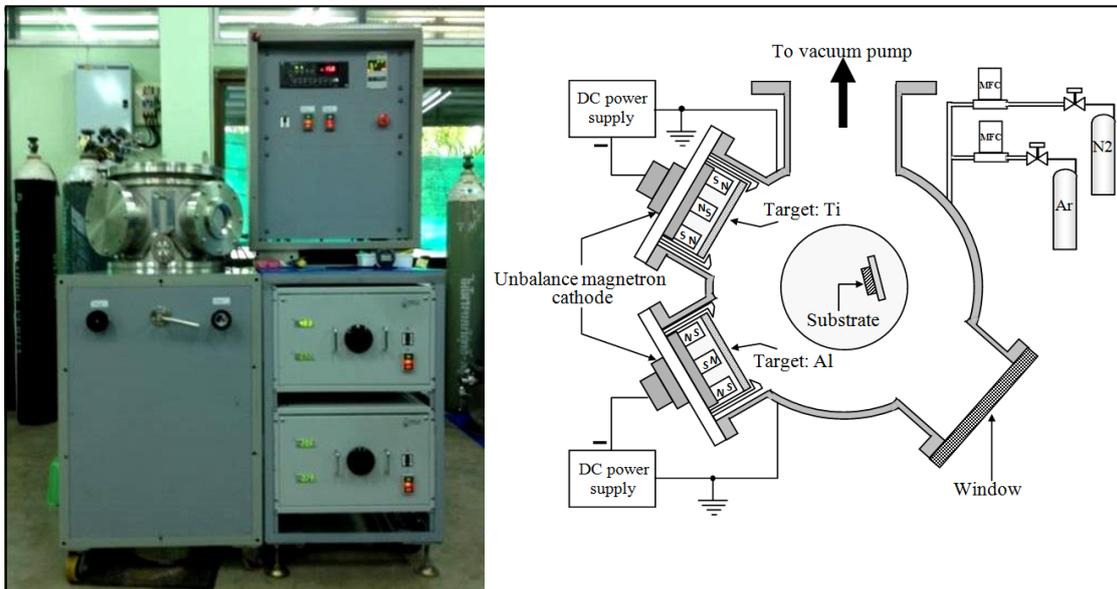


รูปที่ 3.5 เครื่องวัดความแข็ง Rockwell Hardness Tester 660

3.2.1.6 เครื่องวัดความแข็ง Rockwell Hardness Tester 660 เป็นอุปกรณ์ในการตรวจสอบความแข็งของชิ้นงานก่อน และหลังกระบวนการอบชุบทางความร้อน ก่อนเข้าสู่กระบวนการเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.5

3.2.2 อุปกรณ์สำหรับกระบวนการเคลือบผิว

3.2.2.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอริง ลักษณะและไดอะแกรมของเครื่องเคลือบแสดงในรูปที่ 3.6 ห้องเคลือบทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 เซนติเมตร สูง 31.0 เซนติเมตร มีเป้าสารเคลือบเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 เซนติเมตร จำนวน 2 ชุด ได้แก่ ไทเทเนียม (99.97%) และ อลูมิเนียม (99.97%) พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูง กระแสตรง ใช้แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และแก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สไปปฏิกิริยา ซึ่งลักษณะการวางชิ้นงานภายในห้องเคลือบแสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.6 ลักษณะและไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัย



รูปที่ 3.7 ลักษณะคาโทด การวางชิ้นงาน และพลาสมาขณะเคลือบ

3.2.2.2 เครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สด้วย mass flow controller ของ MKS รุ่น type247D ใช้ในการควบคุมการจ่ายแก๊สในการเคลือบ

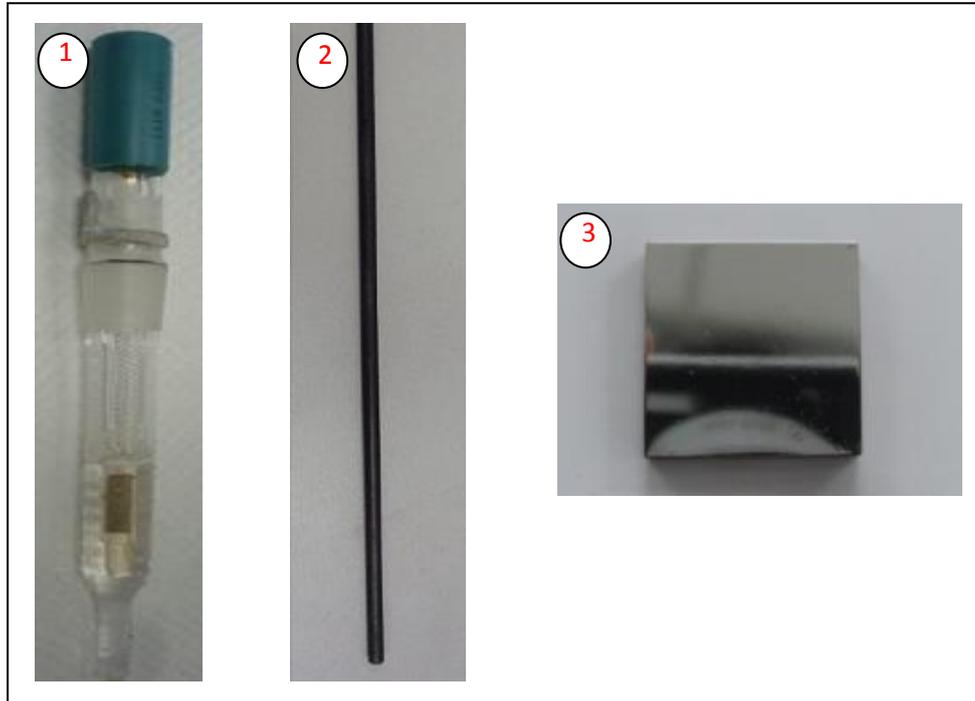
3.2.2.3 เครื่องสูบลูญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบางเพอร์โอมิเครื่องสูบลูกโรตารีเป็นเครื่องสูบล้าง ใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และมาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251



รูปที่ 3.8 เครื่องโพเทนชิโอสแตท

3.2.3 อุปกรณ์สำหรับทดสอบการกัดกร่อน

3.2.3.1 เครื่องโพเทนชิโอสแตท autolab รุ่น PGSTAT302N ดังแสดงในรูปที่ 3.8 เป็นเครื่องใช้ทดสอบการกัดกร่อน



รูปที่ 3.9 อิเล็กโทรดที่ใช้ในการทดสอบการกัดกร่อน

3.2.3.2 อิเล็กโทรดที่ใช้ในการทดสอบการกัดกร่อนดังแสดงในรูปที่ 3.9

- หมายเลข 1 อิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) คือ Ag / AgCl (3 M KCl) (Silver/Silver chloride electrode) เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ อิเล็กโทรดตัวอย่าง (Working electrode) จะได้ศักย์ไฟฟ้าของตัวอย่างนั้น

- หมายเลข 2 อิเล็กโทรดวัดกระแส (Counter electrode) คือแท่งกราไฟต์ (Graphite) เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ อิเล็กโทรดตัวอย่าง (Working electrode) จะได้กระแสไฟฟ้าของตัวอย่างนั้น

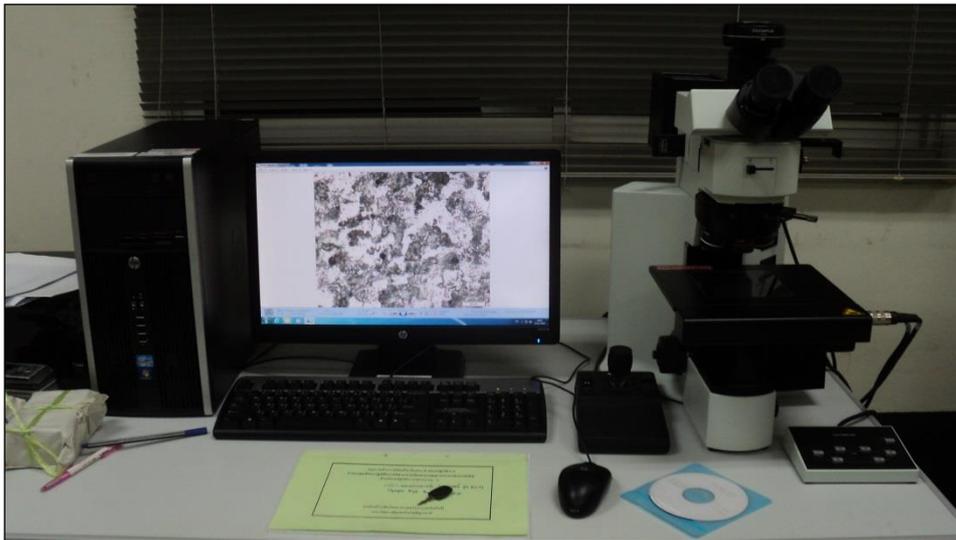
- หมายเลข 3 อิเล็กโทรดตัวอย่าง (Working electrode) คือ ชิ้นงานของ เหล็กกล้า AISI 4140 ที่ยังไม่ผ่านการเคลือบผิวและผ่านการเคลือบผิวด้วย TiAlN

3.2.3.3 เครื่องวัดค่าพีเอชของสารละลาย

3.2.3.4 เครื่องแก้วสำหรับเตรียมสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักที่มีพีเอชเท่ากับ 2, 7 และ 10 ซึ่งประกอบด้วย กระจกดวง ปีกเกอร์ แท่งแก้วกวนสารละลาย ขวดเก็บสารละลาย และหลอดหยด

3.2.4 อุปกรณ์สำหรับตรวจสอบพื้นผิว

3.2.4.1 กล้องจุลทรรศน์ รุ่น BX51 Olympus High Power Microscope เป็นอุปกรณ์ในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนและหลังกระบวนการอบชุบทางความร้อน ก่อนเข้าสู่กระบวนการเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์ รุ่น BX51 Olympus High Power Microscope

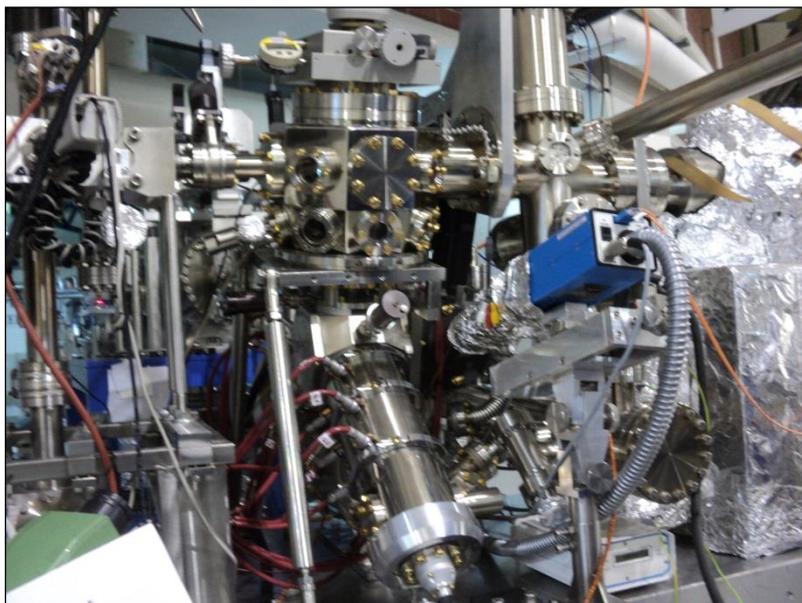
3.2.4.2 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิสิกส์ (Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) ของ JEOL รุ่น JSM-7800F นับเป็นเครื่องมือที่สำคัญสำหรับการศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับจุลภาค เนื่องจากเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ที่มีกำลังขยายสูงถึง 1,000,000 เท่า ทำให้สามารถศึกษาโครงสร้างระดับนาโนเมตรได้ และยังเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้ ดังแสดงในรูปที่ 3.11

3.2.4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Photoemission electron microscopy (PEEM) เป็นการรวมเทคนิคการถ่ายภาพเหมือนกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน กับ เทคนิคทางด้าน Spectroscopy ด้วยการใช้แสงซินโครตรอน ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ซึ่งการใช้เทคนิคนี้ ทำให้สามารถเลือกและเปลี่ยนค่าพลังงานแสงที่ใช้กระตุ้นอิเล็กตรอนให้หลุดออกจากผิวของสารตัวอย่างจึงสามารถวิเคราะห์ธาตุ

และองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุบนสารตัวอย่าง จึงสามารถวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุบนสารตัวอย่างด้วยเทคนิค Micro X-ray absorption spectroscopy (μ -XAS)



รูปที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิสิกส์ขั้นสูง (FE-SEM)



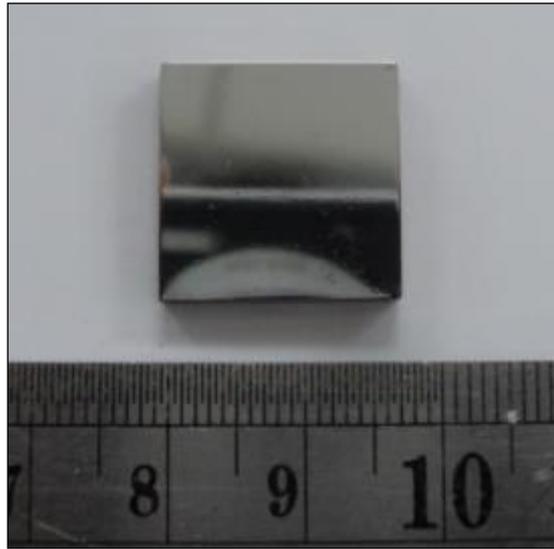
รูปที่ 3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Photoemission electron microscopy

3.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้มีหลายขั้นตอน สามารถแบ่งออกได้ดังนี้ เริ่มต้นด้วยการเตรียมผิวของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ การเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ การทดสอบการกัดกร่อน และขั้นตอนสุดท้าย การตรวจสอบผิวตัวอย่างหลังการทดสอบการกัดกร่อน เพื่อให้เกิดความเข้าใจในวิธีดำเนินการวิจัยในครั้งนี้ ผู้วิจัยได้จัดทำแผนภาพการดำเนินการวิจัย ดังแสดงในรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 แผนภาพระเบียบวิธีการทำวิจัย



รูปที่ 3. 14 ชิ้นงานในงานวิจัย

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานก่อนเคลือบผิว

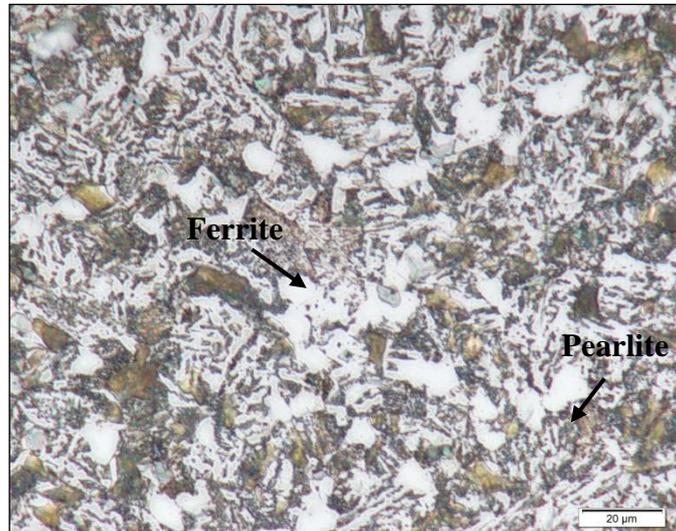
3.3.1.1 ตัดชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ให้ได้ขนาด 18x18x3 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.14 หลังจากนั้นนำชิ้นงานอบชุบทางความร้อนเพื่อเพิ่มความแข็งแก่ชิ้นงานเหล็กกล้า โดยให้ความร้อนแก่ชิ้นงานที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทำให้ชิ้นงานเย็นตัวอย่างรวดเร็วในน้ำมัน จากนั้นนำชิ้นงานก่อนและหลังการอบชุบทางความร้อน วัดความแข็งและตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค ค่าความแข็งที่ได้แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ค่าความแข็งของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนและหลังการอบชุบทางความร้อน

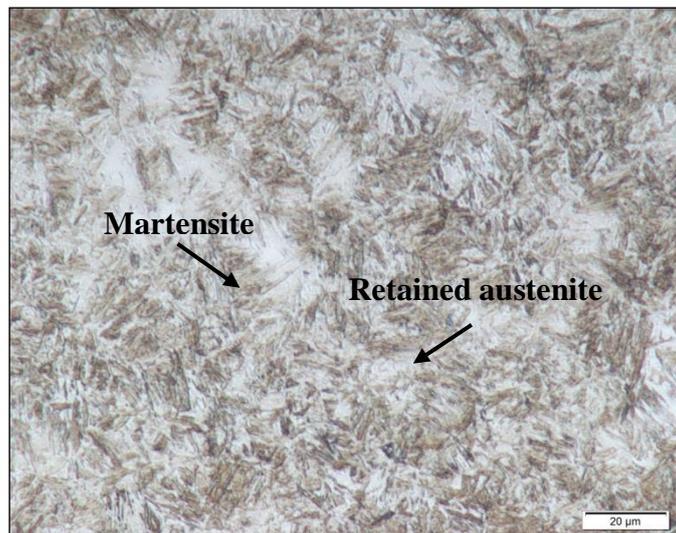
ชิ้นงาน	ค่าความแข็ง(HRC)			
	1	2	3	เฉลี่ย
เหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนการอบชุบทางความร้อน	32.0	28.5	31.6	30.7
เหล็กกล้า AISI 4140 หลังการอบชุบทางความร้อน	55.4	54.6	53.9	54.6

3.3.1.2 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค นำชิ้นงานมาขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 320, 400, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามลำดับ หลังจากนั้นทำการขัดละเอียดด้วยผงอะลูมินา ทำการกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยกรด Nital 2% แล้วทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงโดยโครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนและหลังอบชุบทางความร้อนได้แสดงในรูปที่ 3.15 พบว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนอบชุบทางความร้อนโครงสร้างจุลภาค

ประกอบด้วยเฟอร์ไรท์ (Ferrite) และเพิร์ลไลต์ (Pearlite) และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 หลังอบชุบทางความร้อน โครงสร้างจุลภาคประกอบด้วยมาร์เทนไซต์ (Martensite) และออสเทนไนท์เหลือค้าง (Retained austenite)



ก) โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนการอบชุบทางความร้อน



ข) โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า AISI 4140 หลังการอบชุบทางความร้อน

รูปที่ 3.15 โครงสร้างจุลภาคของเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนและหลังการอบชุบทางความร้อน

3.3.1.3 เตรียมผิวชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ผ่านการอบชุบทางความร้อนก่อนเข้าสู่กระบวนการเคลือบผิว โดยขัดผิวด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 ผงอะลูมินาขนาด 1 ไมครอนและผงอะลูมินาขนาด 0.5 ไมครอนตามลำดับ

3.3.2 ขั้นตอนกระบวนการเคลือบผิวไอทางกายภาพ

กระบวนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีโคแมกนีตรอนสปีดเตอริง มีตัวแปรในกระบวนการเคลือบดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีโคแมกนีตรอนสปีดเตอริง

ตัวแปร	ค่ากำหนด
เป้าสารเคลือบ (Target)	ไทเทเนียม (Ti), อะลูมิเนียม (Al)
ความดันฐาน (มิลลิบาร์)	5.0×10^{-5}
ความดันขณะเคลือบ (มิลลิบาร์)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	16
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	8
กระแสไฟฟ้าไทเทเนียม (มิลลิแอมป์)	900
กระแสไฟฟ้าอะลูมิเนียม (มิลลิแอมป์)	300
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (เซนติเมตร)	18
เวลาในการเคลือบ (นาที)	60, 120, 180
อุณหภูมิขณะเคลือบผิว	อุณหภูมิห้อง

นำเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ผ่านการเตรียมผิวเคลือบผิวด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีโคแมกนีตรอนสปีดเตอริงเพื่อให้ได้สารเคลือบที่เป็น ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ โดยในขั้นตอนนี้ได้แบ่งตัวอย่างออกเป็นสามกลุ่ม ตามเวลาในการเคลือบ คือกลุ่มตัวอย่างที่ทำการเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เป็นเวลา 60 นาที กลุ่มตัวอย่างที่ทำการเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เป็นเวลา 120 นาที และ กลุ่มตัวอย่างที่ทำการเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เป็นเวลา 180 นาที ทำให้ได้ความหนาของชั้น TiAlN คือ 250, 500 และ 750 นาโนเมตร ตามลำดับ โดยมีรายละเอียดของขั้นตอนการเคลือบดังนี้

3.3.2.1 นำเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ผ่านการเตรียมผิวเข้าห้องเคลือบวางชิ้นงานห่างจากเป้าสารเคลือบเท่ากับ 18 เซนติเมตร

3.3.2.2 ลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5.0×10^{-5} มิลลิบาร์

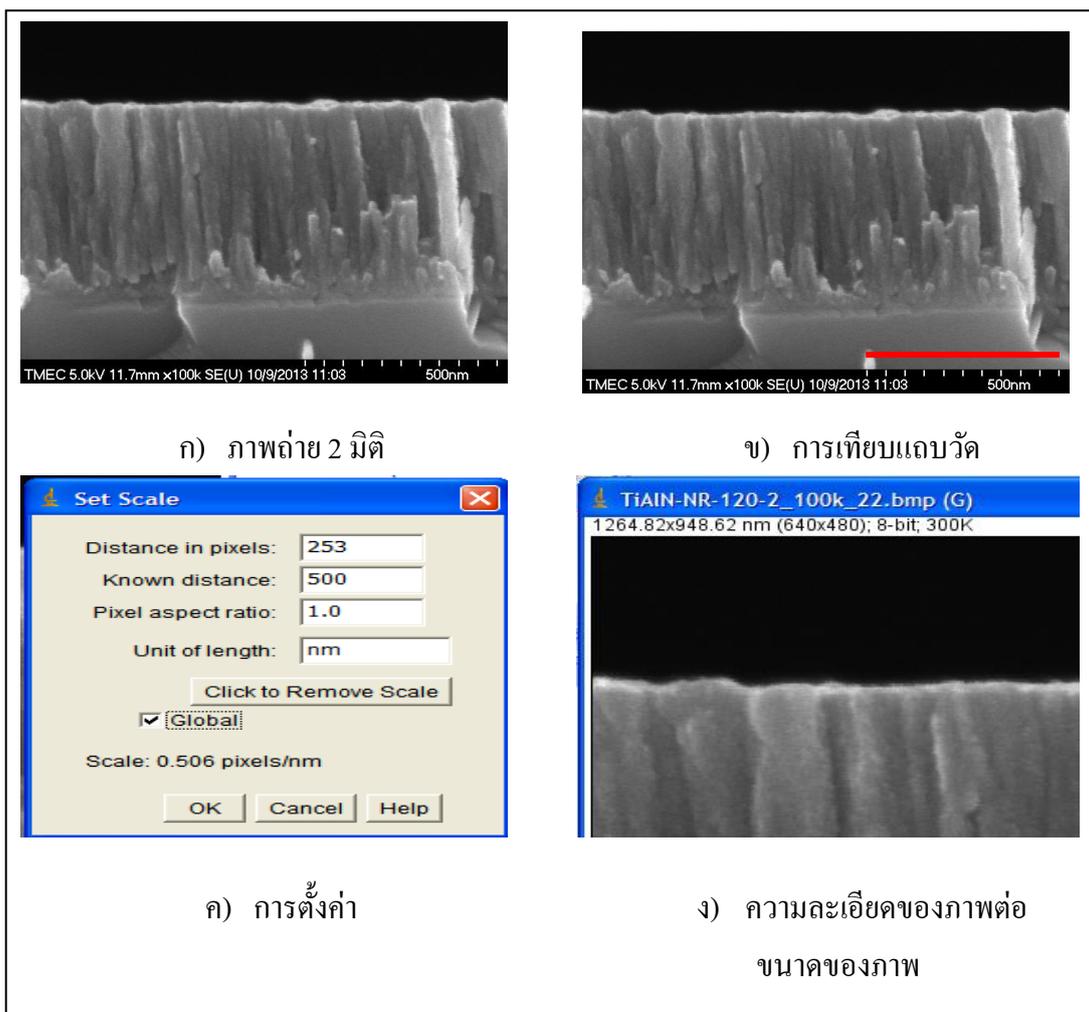
3.3.2.3 ปล่องแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศตามค่าที่กำหนดในตารางที่ 3.3 โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 16 sccm และแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 8sccm กำหนดกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอริงเป้าอะลูมิเนียม (I_{Al}) และกระแสไฟฟ้าในการ

สปีดเตอร์เป้าไทเทเนียม (I_T) คงที่เท่ากับ 300 มิลลิแอมป์ และ 900 มิลลิแอมป์ ตามลำดับ ฟิล์มแต่ละชุดเคลือบนานเป็นเวลา 60120 และ 180 นาที

3.3.2.4 หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอนปิดแก๊สในโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศเพื่อนำตัวอย่างออก

3.3.2.5 นำตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบผิววัดความหนาของชั้นเคลือบโดยอาศัยเทียบแถบวัด (Scale bar) ของภาพถ่าย 2 มิติ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ก) กำหนดความยาวของแถบวัด (Scale bar) กับความละเอียดของภาพถ่าย (Pixels) จะได้ความละเอียดของภาพต่อขนาดของภาพดังแสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.16 ขั้นตอนการวัดความหนาของชั้นเคลือบโดยอาศัยเทียบแถบวัด (Scale bar)

ข) วัดขนาดความหนาของชั้นเคลือบ โดยวัด 3 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ยของความหนาชั้นเคลือบ ผลของค่าความหนาของชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ แสดงในตารางที่ 3.4 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเวลาในการเคลือบที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ความหนาของชั้นเคลือบเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 3.4 ค่าความหนาของเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์

เวลาในการเคลือบ (นาที่)	ความหนาของ ชั้นเคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ (นาโนเมตร)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
60	248	249	252	249.6
120	503	500	502	501.6
180	767	744	765	758.6

3.3.3 ขั้นตอนการตรวจสอบพื้นผิวก่อนทดสอบการกัดกร่อน

3.3.3.1 นำเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ไปวัดส่วนประกอบ (Constitute) และส่วนผสมทางเคมี (Chemical composition) ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD)

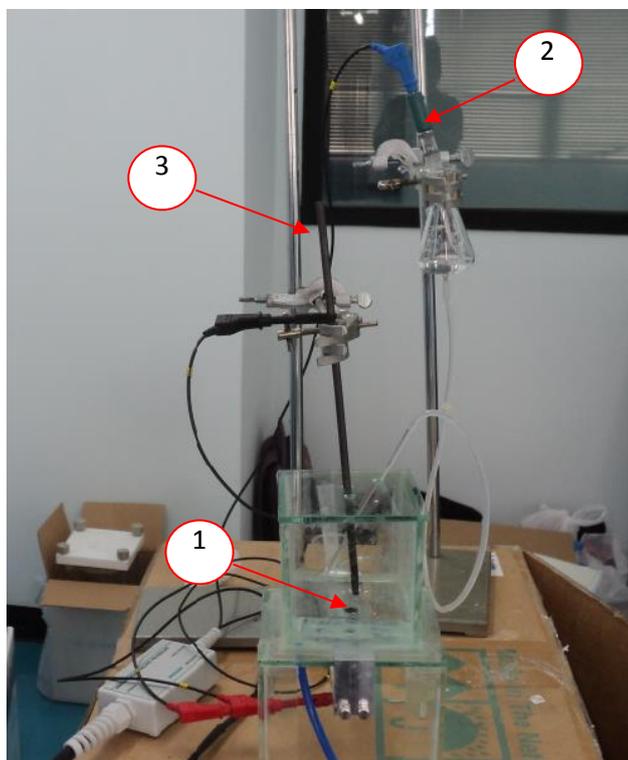
3.3.3.2 นำเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ตรวจสอบพื้นผิว (Surface) และโครงสร้างจุลภาคตามแนวภาคตัดขวางของฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ร่วมด้วยการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีด้วยเทคนิค EDS

3.3.4 ขั้นตอนการทดสอบการกัดกร่อน

3.3.4.1 นำตัวอย่างที่ไม่เคลือบผิว และตัวอย่างที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ไปทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอช (pH) เท่ากับ 2, 7 และ 10 โดยควบคุมสภาวะการทดลองให้คงที่ คือ

- อัตราการแสกนเท่ากับ 0.01 โวลต์ต่อวินาที
- อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองเท่ากับ 27 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์เท่ากับ 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก การเตรียมสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำโดยนำโซเดียมคลอไรด์ 3.5 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น 96.5 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน

3.3.4.2 ทำการปรับค่าพีเอช (pH) ของสารละลายโซเดียมคลอไรด์เท่ากับ 3.5 เปรอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้มีค่าเท่ากับ 2, 7 และ 10 โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 1 โมลาร์ และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 1 โมลาร์ ในการปรับค่าพีเอช (pH)



รูปที่ 3.17 การติดตั้งชุดเซลล์การกัดกร่อน

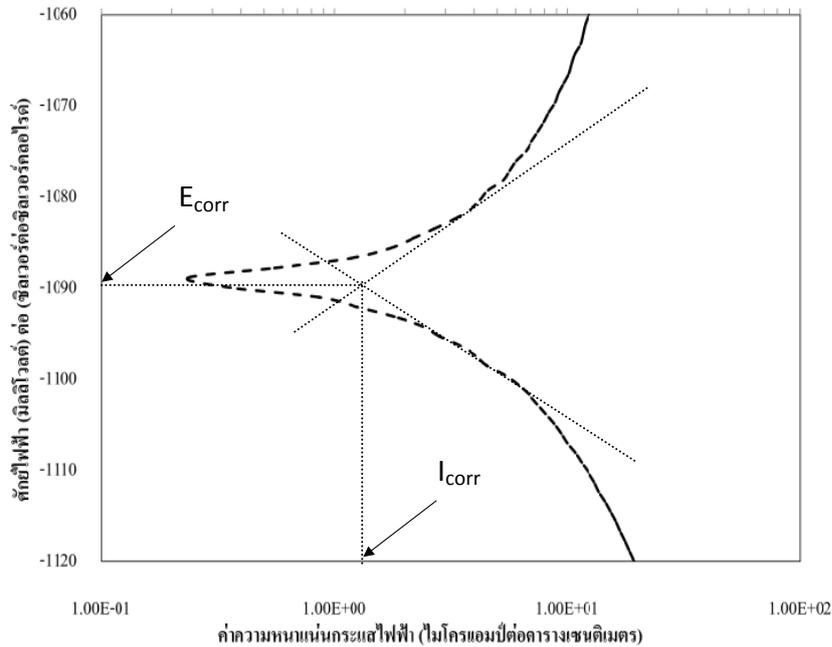
3.3.4.3 หลังจากนั้นทำการติดตั้งเซลล์การกัดกร่อน ดังแสดงในรูปที่ 3.17 ใส่สารละลายโดยให้ชิ้นงานสัมผัสกับสารละลายเป็นพื้นที่ 1.134 ตารางเซนติเมตร ชิ้นงานทดสอบจะเป็นอิเล็กโทรดตัวอย่าง (หมายเลข 1) ต่อเข้ากับอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) ที่เป็น Ag/AgCl (หมายเลข 2) และใช้แท่งกราไฟต์เป็นอิเล็กโทรดกระแส (หมายเลข 3) จุ่มลงในสารละลาย ต่อขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) และอิเล็กโทรดกระแส (Counter electrode) เข้ากับเครื่องโพเทนชิโอสเตท

3.3.4.4 วัดค่า Open Circuit Potential (OCP) ของตัวอย่าง

3.3.4.5 เมื่อสิ้นสุดการวัด Open Circuit Potential (OCP) ทำการป้อนศักย์ไฟฟ้าทดสอบ -900 ถึง +200 มิลลิโวลต์

3.3.4.6 แปลความหมายของเส้นกราฟที่ได้จากการทดลองเพื่อหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion potential, E_{corr}) ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion current

density, I_{corr}) และค่าอัตราการกัดกร่อน (Corrosion rate, R_{mpy}) โดยประมวลผลจากรูปของเส้นโค้งโพลาไรเซชัน ดังแสดงในรูปที่ 3.18 โดยใช้การวิเคราะห์แบบ Tafel จะทำให้ได้จุดตัดของ ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr})



รูปที่ 3.18 การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

3.3.5 ขั้นตอนการตรวจสอบพื้นผิวหลังทดสอบการกัดกร่อน

3.3.5.1 นำชิ้นงานภายหลังการทดสอบการกัดกร่อนทำการตรวจสอบพื้นผิว (Surface) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ร่วมด้วยเทคนิค EDS เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค และร่องรอยที่ถูกกัดกร่อน

3.3.5.2 นำชิ้นงานภายหลังการทดสอบการกัดกร่อนทำการตรวจสอบผสมทางเคมี (Chemical composition) ของบริเวณที่ถูกกัดกร่อนของชิ้นงานด้วยเทคนิค Photoemission electron microscopy (PEEM)

บทที่ 4

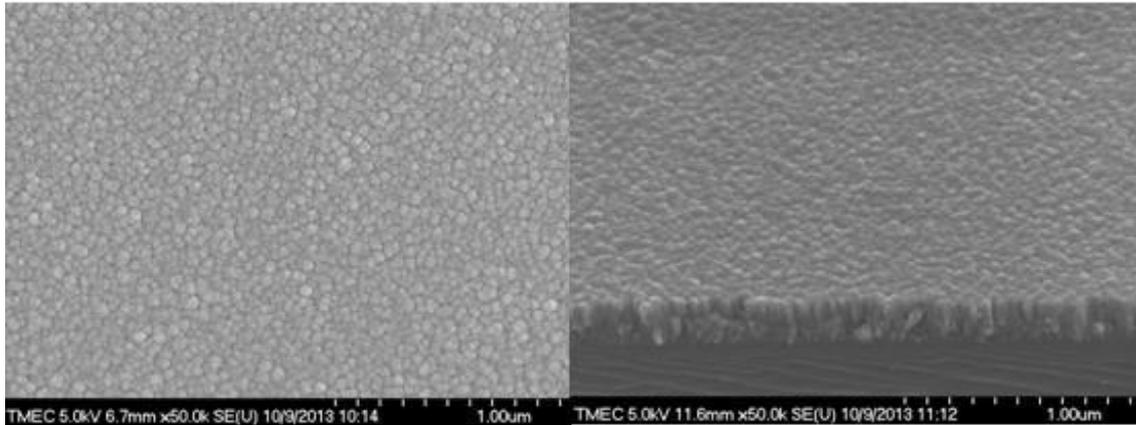
ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 และเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) ได้แบ่งตัวอย่างออกเป็น 4 กลุ่ม คือ กลุ่มชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 (A4140) กลุ่มชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 เคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนาประมาณ 250 นาโนเมตร (TiAlN-250nm) กลุ่มชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 เคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนาประมาณ 500 นาโนเมตร (TiAlN-500nm) และกลุ่มชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 เคลือบไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนาประมาณ 750 นาโนเมตร (TiAlN-750nm) โดยกลุ่มชิ้นงานดังกล่าวได้ทำการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอช (pH) 2, 7 และ 10 ได้ผลการตรวจสอบผิวของตัวอย่างก่อนการทดสอบการกัดกร่อน ผลการทดสอบการกัดกร่อนของตัวอย่าง และผลการตรวจสอบผิวของตัวอย่างหลังการทดสอบการกัดกร่อนดังนี้

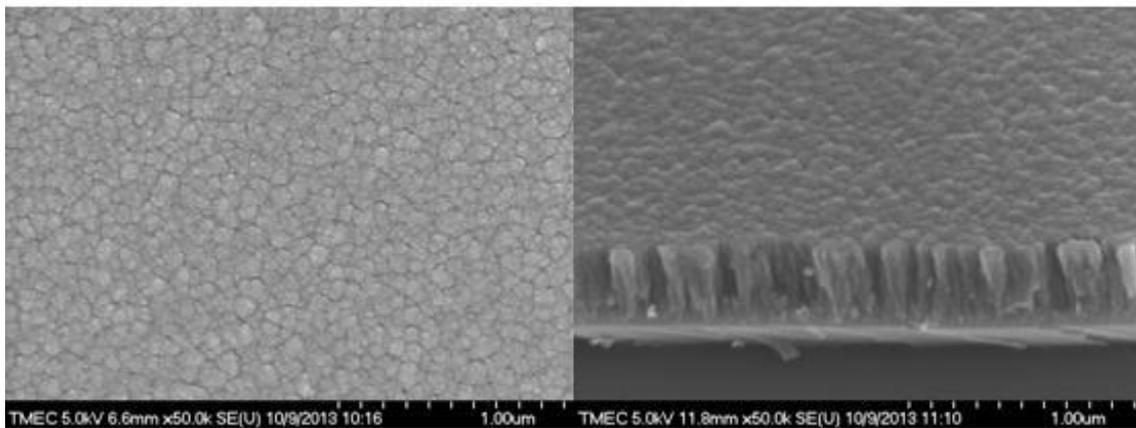
4.1 ผลการตรวจสอบฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนการทดสอบการกัดกร่อน

4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพื้นผิว และตามแนวภาคตัดขวางของฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิสิกส์ (FE-SEM)

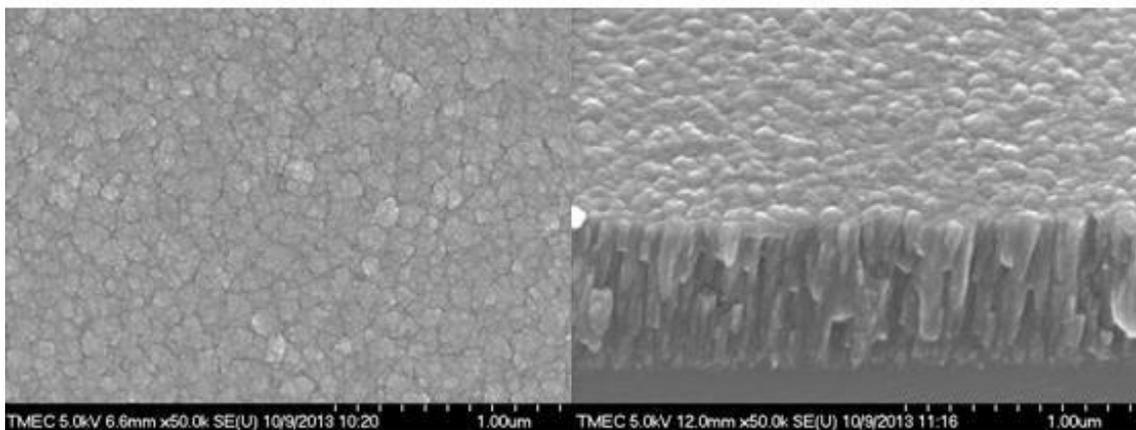
รูปที่ 4.1 แสดงโครงสร้างจุลภาคพื้นผิว และภาคตัดขวางของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 พบว่าฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ มีลักษณะเกรนเป็นแท่งรูปทรงกรวย (Columnar) เกรนมีการจัดเรียงตัวที่หนาแน่น จากรูปแสดงให้เห็นว่าพื้นผิวชั้นเคลือบของชิ้นงาน TiAlN-250nm มีขนาดเกรนที่เล็กกว่าชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ตามลำดับ การโตของเกรนคอลัมน์หรือการเพิ่มความหนาของชั้นเคลือบ TiAlN ส่งผลให้ขนาดเกรนเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ(K.-D. Bouzakis et al., 2004)



TiAlN-250nm

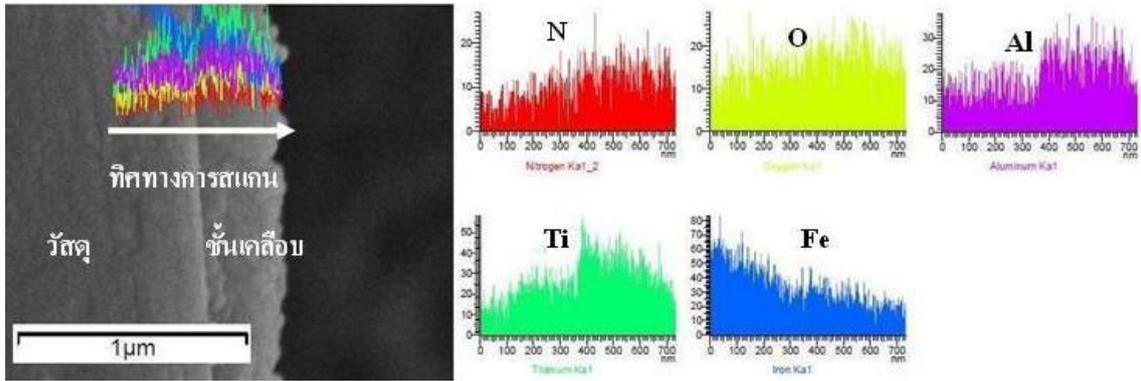


TiAlN-500nm

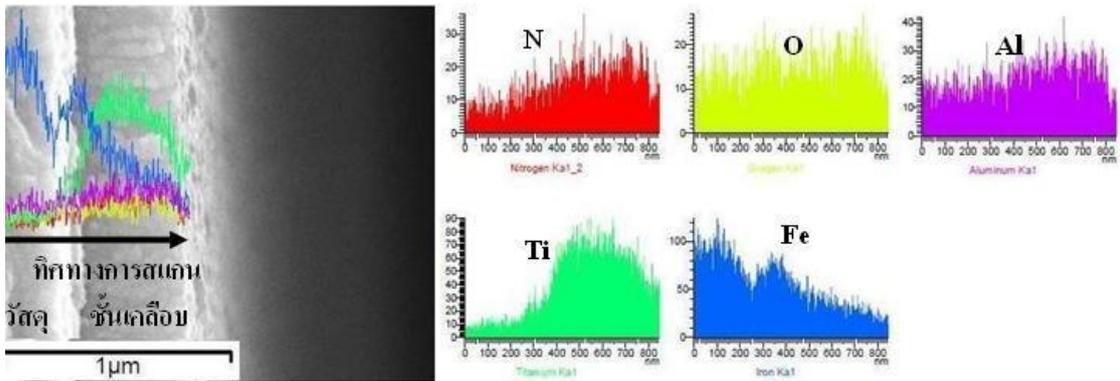


TiAlN-750nm

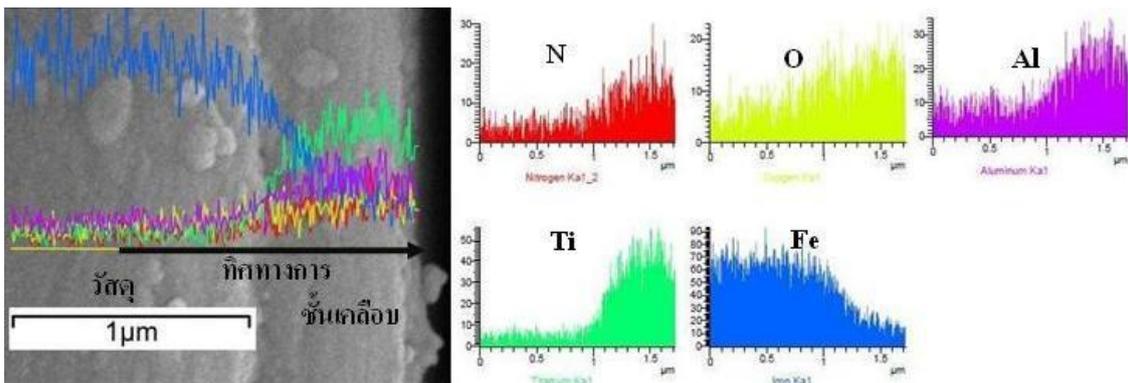
รูปที่ 4.1 โครงสร้างจุลภาคพื้นผิว และภาคตัดขวางของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์



ก) TiAlN-250nm



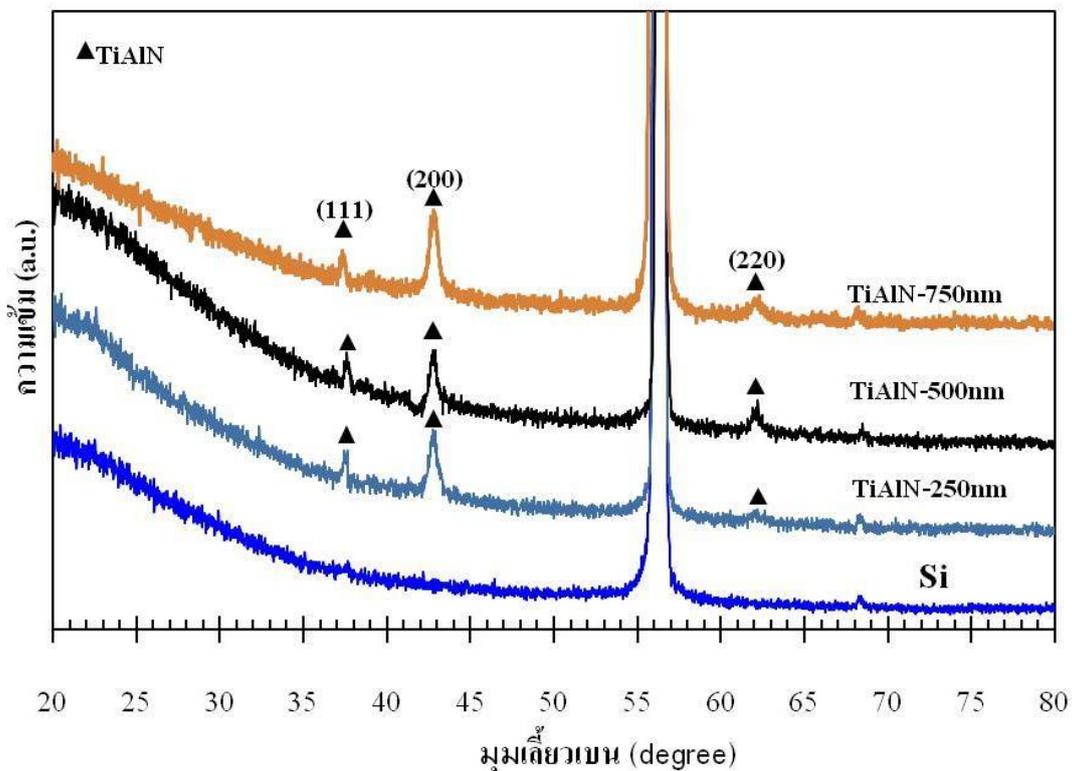
ข) TiAlN-500nm



ค) TiAlN-750nm

รูปที่ 4.2 ภาพตัดขวางของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ (TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) วิเคราะห์ความแปรปรวนของส่วนผสมทางเคมีด้วยเทคนิค EDX

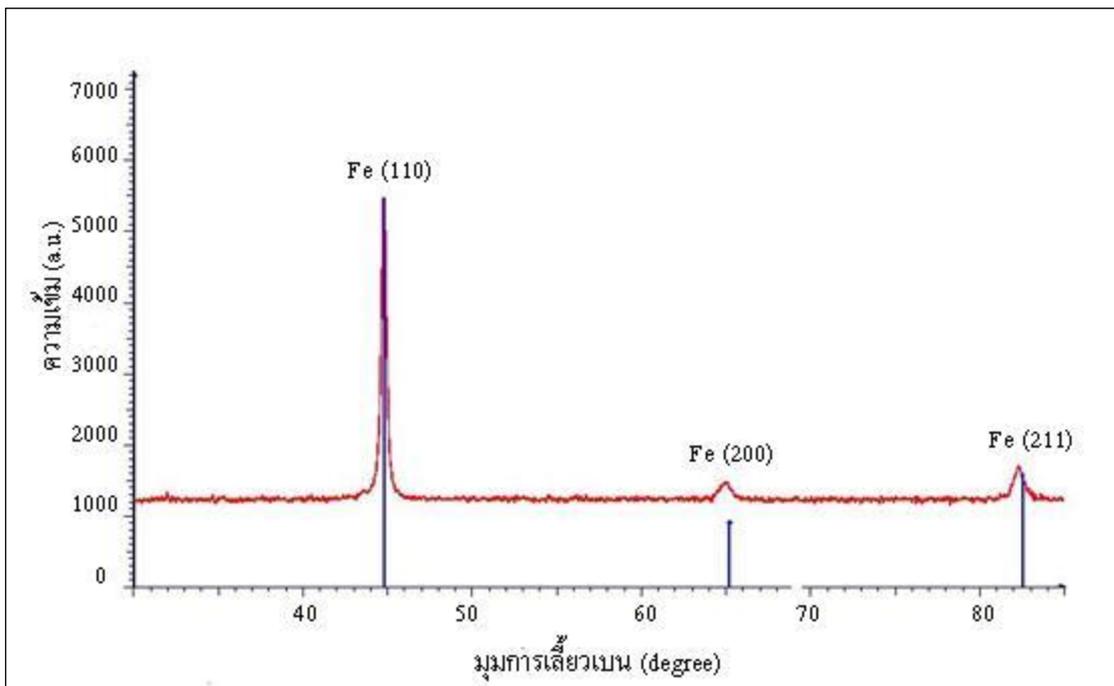
นอกจากภาพโครงสร้างจุลภาคตัดขวางดังรูป 4.1 แล้ว ยังได้วิเคราะห์ความแปรปรวนของส่วนผสมทางเคมีของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์เพิ่มเติม ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ตามแนวภาคตัดขวางของชั้นงาน TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm โดยใช้เทคนิค EDXธาตุที่สนใจในการศึกษา คือ ไนโตรเจน (N) ออกซิเจน (O) อะลูมิเนียม (Al) ไทเทเนียม (Ti) และ เหล็ก (Fe) จากการวิเคราะห์พบว่าธาตุ ไทเทเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ไนโตรเจน (N) ซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบของชั้นเคลือบมีปริมาณค่อนข้างสูงและมีแนวโน้มลดลงเรื่อยๆ จนถึงวัสดุพื้น ในทางกลับกันธาตุเหล็ก (Fe) เป็นธาตุองค์ประกอบหลักของวัสดุพื้น (AISI 4140) มีแนวโน้มค่อย ๆ เพิ่มขึ้นจนถึงวัสดุพื้น แต่สำหรับธาตุออกซิเจน (O) เห็นได้ชัดเจนว่าการเปลี่ยนแปลงไม่มากสำหรับชั้นงาน TiAlN-250nm และ TiAlN-500nm แต่ชั้นงาน TiAlN-750nm ธาตุออกซิเจน (O) มีแนวโน้มค่อย ๆ ลดลงจนถึงชั้นของวัสดุพื้น ดังนั้นความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้นสามารถช่วยยับยั้งการแพร่ของธาตุเหล็กออกไปยังพื้นผิวของฟิล์ม ในทางกลับกันยังสามารถช่วยยับยั้งการแพร่ของธาตุออกซิเจน (O) เข้าไปยังวัสดุพื้น (Wongpinij, T. et al., 2012)



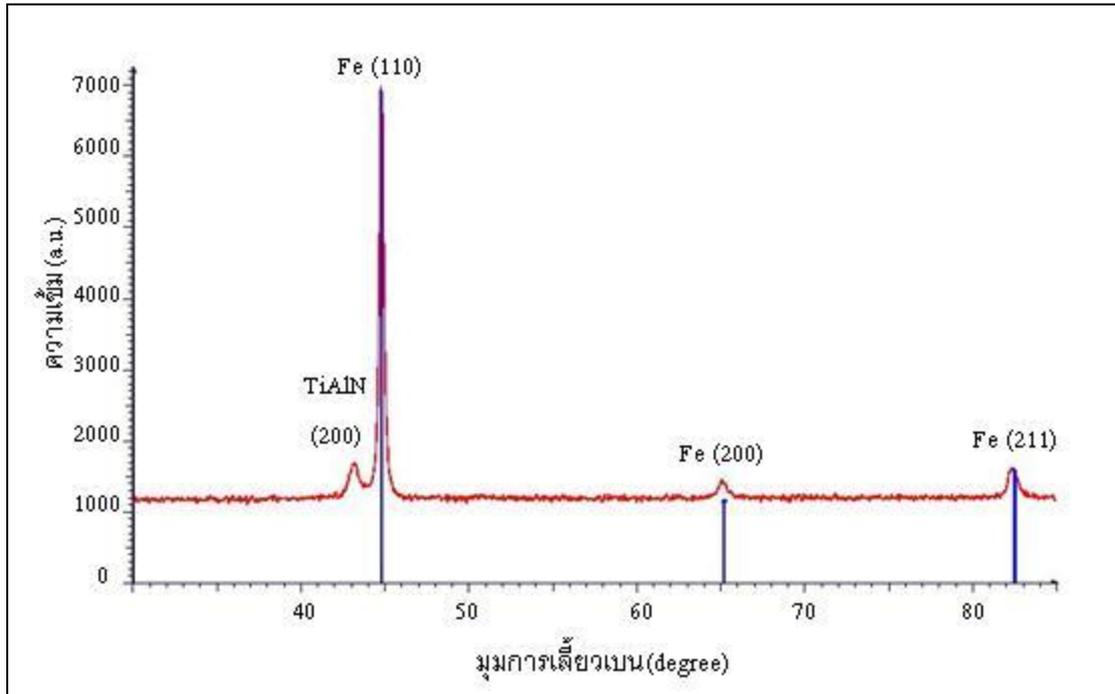
รูปที่ 4.3 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์

4.1.2 การวิเคราะห์ฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

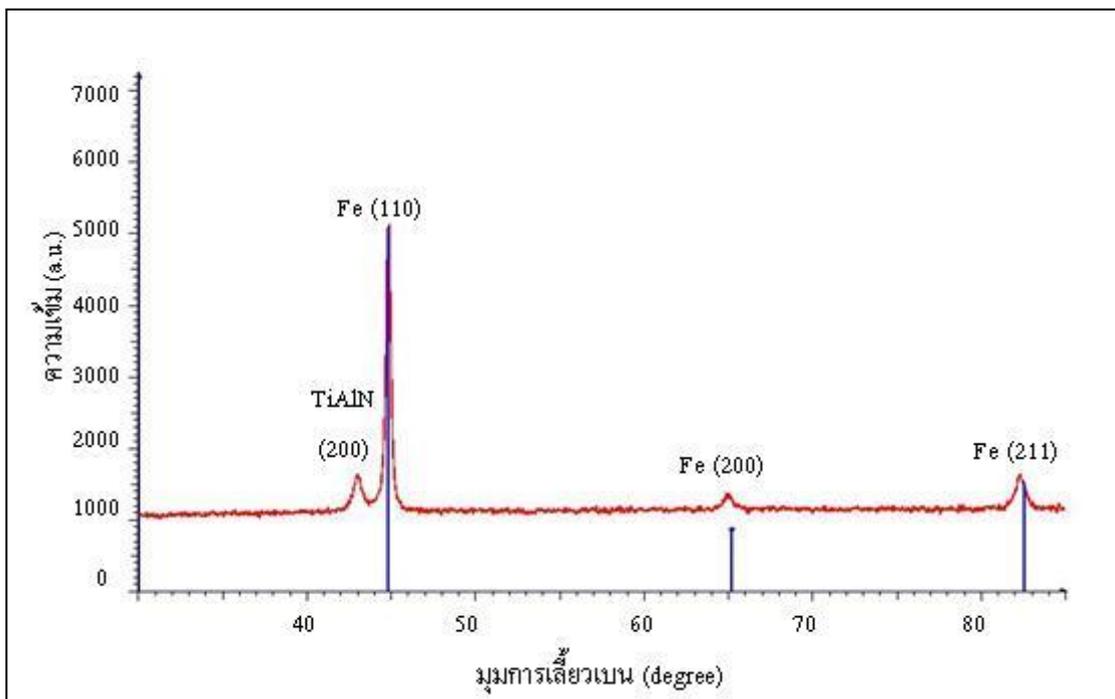
รูปที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ของฟิล์ม TiAlN เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ ที่มีความหนาของฟิล์มแตกต่างกัน ซึ่งความหนาของฟิล์ม TiAlN ควบคุมโดยเวลาที่ใช้ในการเคลือบ จากผลการวิเคราะห์พบการปรากฏของสารประกอบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ซึ่งอะตอมมีการจัดเรียงตัวในระนาบ (111) ที่มุม 37.34 องศา ระนาบ (200) ที่มุม 42.80 องศา และระนาบ (220) ที่มุม 62.22 องศา ซึ่งโครงสร้างผลึกของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้มีการจัดเรียงตัวในระนาบ (200) ชัดเจนที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับ การจัดเรียงตัวในระนาบอื่น ๆ จากการวิเคราะห์ผลดังกล่าวสอดคล้องกับรายงานวิจัยของ (Kim, C.W. and Kim K.H., 1997 ; Adibi, F. and et al., 1993) โครงสร้างผลึกของฟิล์ม TiAlN ในงานวิจัยนี้มีการจัดเรียงตัวในระนาบ (200) ชัดเจนที่สุดเกิดจากอัตราการไหลของ N_2 ที่สูงกว่า 6 SCCM ในระหว่างขั้นตอนการเคลือบผิว (Shew, B.Y. and et al., 1997 ; Chakrabarti, K., 2002) นอกจากนี้ยังพบว่า ณ ตำแหน่งที่ปรากฏของสารประกอบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ของชิ้นงาน TiAlN-750nm มีค่าความความเข้มของพลังงานสูงกว่าชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-250nm ตามลำดับ



รูปที่ 4.4 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม TiAlN (TiAlN-250nm) ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140



รูปที่ 4.5 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ TiAlN (TiAlN-500nm) ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140



รูปที่ 4.6 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม TiAlN (TiAlN-750nm) ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140

รูปที่ 4.4 ถึง 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์ของฟิล์ม TiAlN เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ที่มีความหนาของฟิล์มแตกต่างกัน จากผลการวิเคราะห์พบว่าชั้นงาน TiAlN-250nm ปรากฏเฟสของเหล็ก (Fe) ซึ่งอะตอมมีการจัดเรียงตัวในระนาบ (110) ที่มุม 44.75 องศา ระนาบ (200) ที่มุม 65.09 องศาและระนาบ (211) ที่มุม 82.35 องศา ผลการตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ไม่พบการปรากฏของสารประกอบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เนื่องจากเฟสของเหล็ก (Fe) ในโลหะพื้น (AISI 4140) มีค่าความเข้มของพลังงานสูงกว่าสารประกอบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์จึงทำให้ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ไม่ปรากฏสารประกอบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์แต่สำหรับชั้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm พบผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่แตกต่างจากชั้นงาน TiAlN-250nm คือปรากฏสารประกอบที่มุม 43.17 สำหรับ TiAlN-500nm และปรากฏสารประกอบที่มุม 42.96 องศา สำหรับ TiAlN-750nm เห็นได้ว่ามุมดังกล่าวมีความสอดคล้องกับสารประกอบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่มีการเรียงตัวของอะตอมในระนาบ (200) ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ซึ่งเป็นตำแหน่งที่มีค่าความเข้มของพลังงานสูงสุดในงานวิจัยนี้ (N.S. Patel and et al., 2010)

ตารางที่ 4.1 เฟสองค์ประกอบของผิวเคลือบ

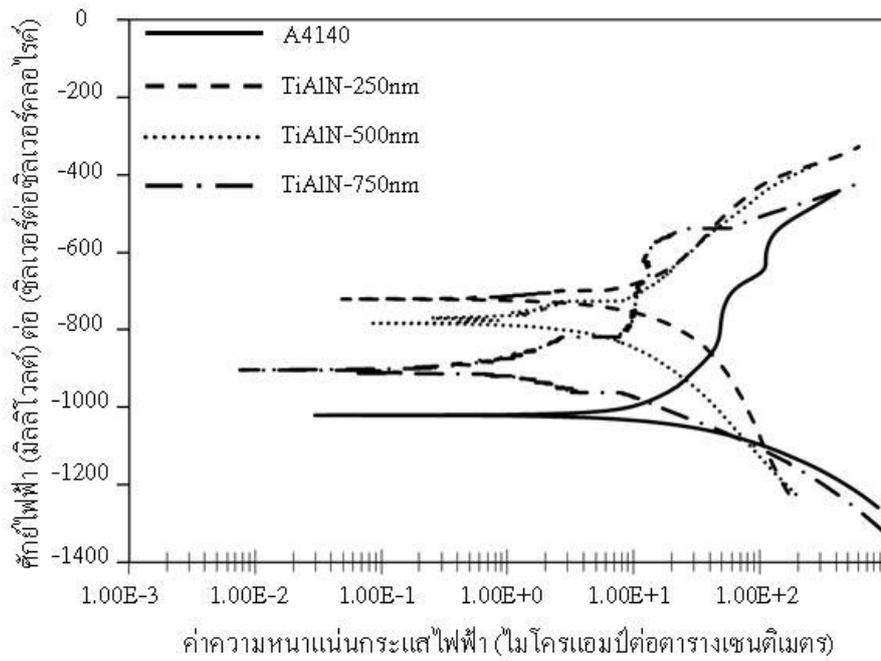
องค์ประกอบ	ตำแหน่งพีคหลัก 2 θ (องศา)	ตำแหน่งพีค (ระนาบ)	โครงสร้าง	ฐานข้อมูล (ภาคผนวก ก)
Ti _{0.5} Al _{0.5} N	37.09 43.10 62.59	(111) (200) (220)	Cubic	97-060-8638
Fe	45.06 65.18 82.35	(110) (200) (211)	Cubic	00-001-1267
TiN	36.66 42.59 61.81	(111) (200) (220)	Cubic	38-1420

ฟิล์มบางไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN) และไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) มีระนาบการเลี้ยวเบนที่เหมือนกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.1 แต่ตำแหน่งของพีค TiAlN มีตำแหน่งของมุมการเลี้ยวเบนที่สูงกว่าตำแหน่งพีค TiN เนื่องจากอะตอมอะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่อะตอมของไทเทเนียมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ (H. Cheng-Hsun and et al., 2005)

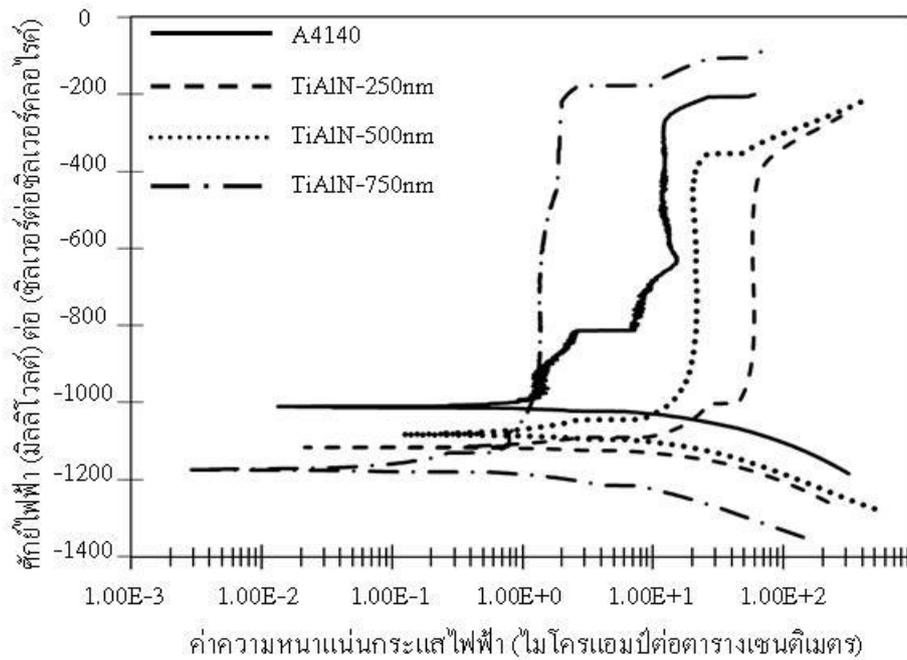
4.2 ผลการทดสอบการกัดกร่อน

ผลการศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อนของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 (A4140) และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วย ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) ที่มีความหนาของชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ แตกต่างกัน โดยชิ้นงานทั้งหมดได้ทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 2, 7 และ 10 ซึ่งจากการทดสอบด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท เป็นวิธีตรวจสอบพฤติกรรมการกัดกร่อนด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า เมื่อผ่านการประมวลผลจะได้รับผลการทดสอบเป็นเส้นโค้งโพลาริเซชันดังแสดงในรูปที่ 4.7 ถึง 4.9

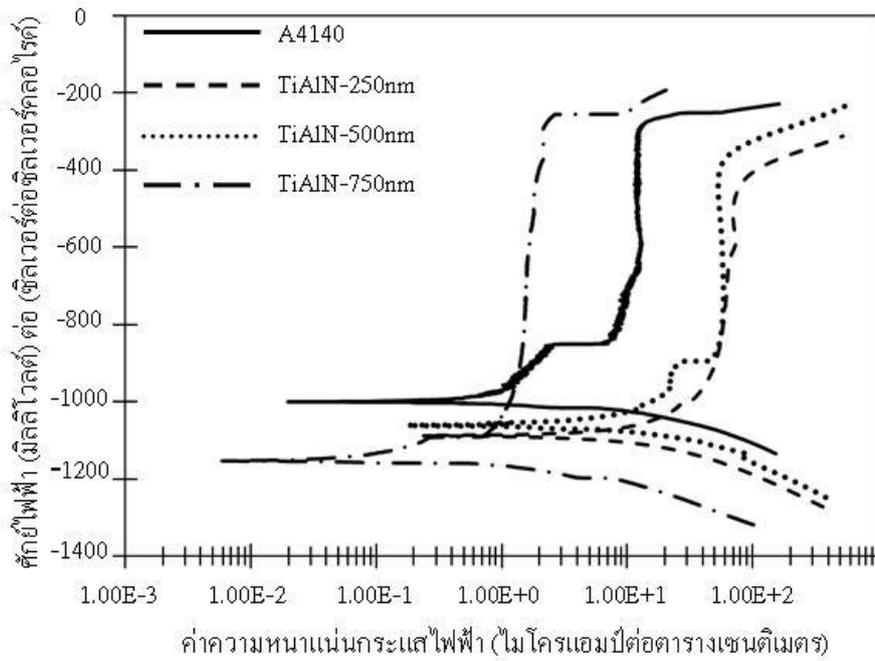
จากเส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงานทั้งหมดนี้สามารถนำมาหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion potential, E_{corr}) ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting potential, E_{pit}) ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion current density, I_{corr}) และสามารถนำค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนที่ได้ไปคำนวณเพื่อหาค่าอัตราการกัดกร่อน (Corrosion rate, R_{mmy}) ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.2 โดยวิธีการคำนวณหาค่าอัตราการกัดได้แสดงในภาคผนวก ข นอกจากนี้ผลต่างระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (E_{pit}) และศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) ของระบบการกัดกร่อน ($\Delta E = E_{\text{pit}} - E_{\text{corr}}$) สามารถกำหนดเป็นความกว้างของช่วงที่โลหะไม่ว่องไวต่อการกัดกร่อนหรือช่วงเกิดพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) โดยสาเหตุของการกัดกร่อนเกิดขึ้นได้จากทั้งโลหะ และสิ่งแวดล้อม ซึ่งในงานวิจัยนี้ศึกษาพฤติกรรมการกัดกร่อน ของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว (A4140) และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) ตลอดจนผลของความหนาของชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ และค่าความเป็น กรด-ด่าง (pH) ของสารละลายที่ใช้ในการทดสอบการกัดกร่อนที่มีต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของชิ้นงาน ผู้วิจัยจึงขอ นำเสนอผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลองดังแสดงในหัวข้อต่อไปนี้



รูปที่ 4.7 เส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน A4140, TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักรที่ค่าพีเอช 2



รูปที่ 4.8 เส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน A4140, TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักรที่ค่าพีเอช 7



รูปที่ 4.9 เส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน A4140, TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 10

ตารางที่ 4.2 ค่าที่ได้จากเส้น โพลาริเซชันของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว (A4140) และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 2.7 และ 10

ชิ้นงาน	พีเอช 2					พีเอช 7					พีเอช 10				
	E_{corr}	I_{corr}	E_{pit}	$\Delta E = E_{pit} - E_{corr}$	R_{mmy}	E_{corr}	I_{corr}	E_{pit}	$\Delta E = E_{pit} - E_{corr}$	R_{mmy}	E_{corr}	I_{corr}	E_{pit}	$\Delta E = E_{pit} - E_{corr}$	R_{mmy}
A4140	-1020	6.0	-	-	0.0663	-1010	0.45	-208	802	0.0049	-998	0.4	-250	748	0.0044
TiAlN-250nm	-720	3.5	-	-	0.0179	-1114	0.55	-380	734	0.0021	-1089	1.7	-460	629	0.0065
TiAlN-500nm	-800	2.0	-	-	0.0076	-1082	0.45	-360	722	0.0022	-1061	1.05	-370	691	0.0046
TiAlN-750nm	-900	0.4	-540	360	0.0015	-1170	0.025	-177	993	9.6E-5	-1153	0.032	-255	898	0.0001

หมายเหตุ	E_{corr}	ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (มิลลิโวลต์)
	I_{corr}	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (ไมโครแอมป์/ตารางเซนติเมตร)
	E_{pit}	ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้พาสซีฟฟิล์มแตกออก (มิลลิโวลต์)
	R_{mmy}	ค่าอัตราการกัดกร่อน (มิลลิเมตร/ปี)
	ΔE	ความกว้างของช่วงที่โลหะไม่ว่องไวต่อการกัดกร่อน หรือช่วงพาสซีฟฟิล์ม (มิลลิโวลต์)

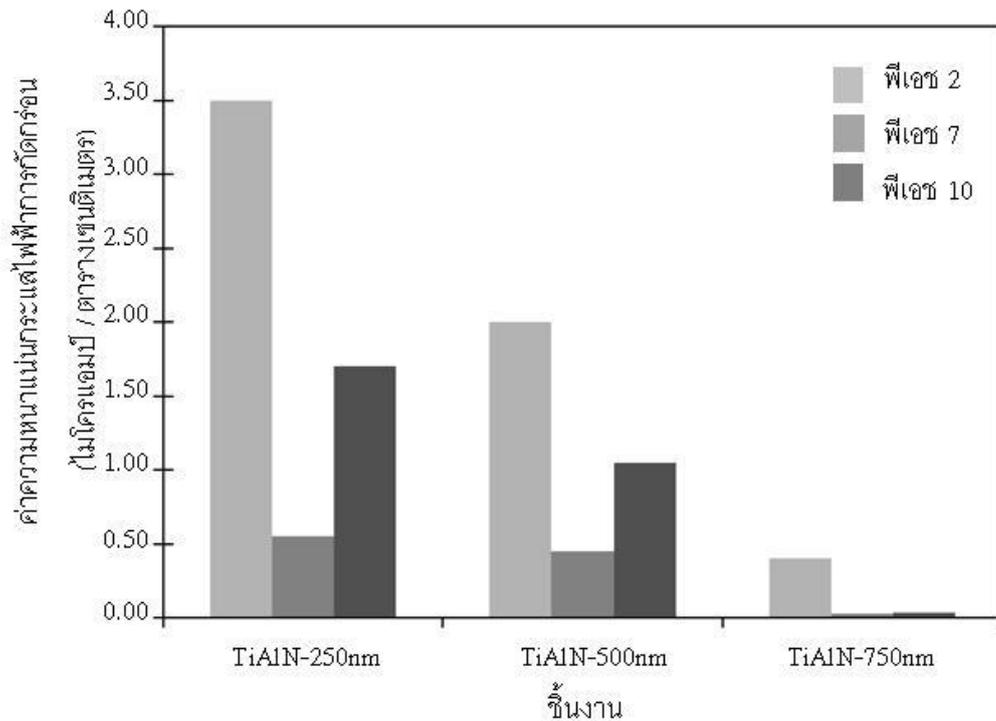
4.2.1 พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 และเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์

จากตารางที่ 4.2 พบว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนา 750 นาโนเมตร (TiAlN-750nm) มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนต่ำกว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว (A4140) ที่ทุกค่าพีเอช และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนา 250 และ 500 นาโนเมตร (TiAlN-250nm และ TiAlN-500nm) มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนต่ำกว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว (A4140) ที่ค่าพีเอช 7 และ 10 แต่เนื่องจากฟิล์ม TiAlN มีน้ำหนักกรัมสมมูล (5.65 กรัม) และความหนาแน่น (4.81 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ต่ำกว่าเหล็กกล้า AISI 4140 (R. Linna., 2012) ซึ่งเหล็กกล้า AISI 4140 มีน้ำหนักกรัมสมมูลเท่ากับ 26.62 กรัม และความหนาแน่นเท่ากับ 7.87 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อนำค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน น้ำหนักกรัมสมมูล และความหนาแน่น มาคำนวณค่าอัตราการกัดกร่อน พบว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม TiAlN มีอัตราการกัดกร่อนต่ำกว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยอื่น ๆ (R.M. Souto and H. Alanyali., 2000; S. Liscano and et al., 2006) นอกจากนี้เส้นโค้งโพลาไรเซชันของชิ้นงาน TiAlN-250nm และ TiAlN-500nm ในสารละลายที่มีค่าพีเอช 7 และ 10 ชิ้นงาน TiAlN-500nm และชิ้นงาน TiAlN-750nm ในสารละลายที่มีค่าพีเอช 2, 7 และ 10 ปรากฏช่วงที่โลหะไม่ว่องไวต่อการกัดกร่อนหรือช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) ที่กว้างกว่าชิ้นงาน A4140 กล่าวคือ การที่ชิ้นงาน TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ปรากฏช่วงที่โลหะไม่ว่องไวต่อการกัดกร่อนที่กว้าง นั้นแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม TiAlN มีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีและเกิดพาสซีฟฟิล์มที่มีเสถียรภาพบนพื้นผิวของชิ้นงาน ความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีของชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยฟิล์ม TiAlN (TiAlN-250nm, TiAlN-500 และ TiAlN-750nm) เป็นผลจากไทเทเนียมอะตอม และอะลูมิเนียมอะตอมที่มีอยู่ในฟิล์ม TiAlN หลังจากผิวฟิล์มทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อม (สารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก) เกิดออกไซด์ที่มีเสถียรภาพทำให้อัตราการกัดกร่อนเกิดขึ้นได้ช้าเมื่อเปรียบเทียบกับเหล็กกล้า AISI 4140 (ชิ้นงาน A4140)

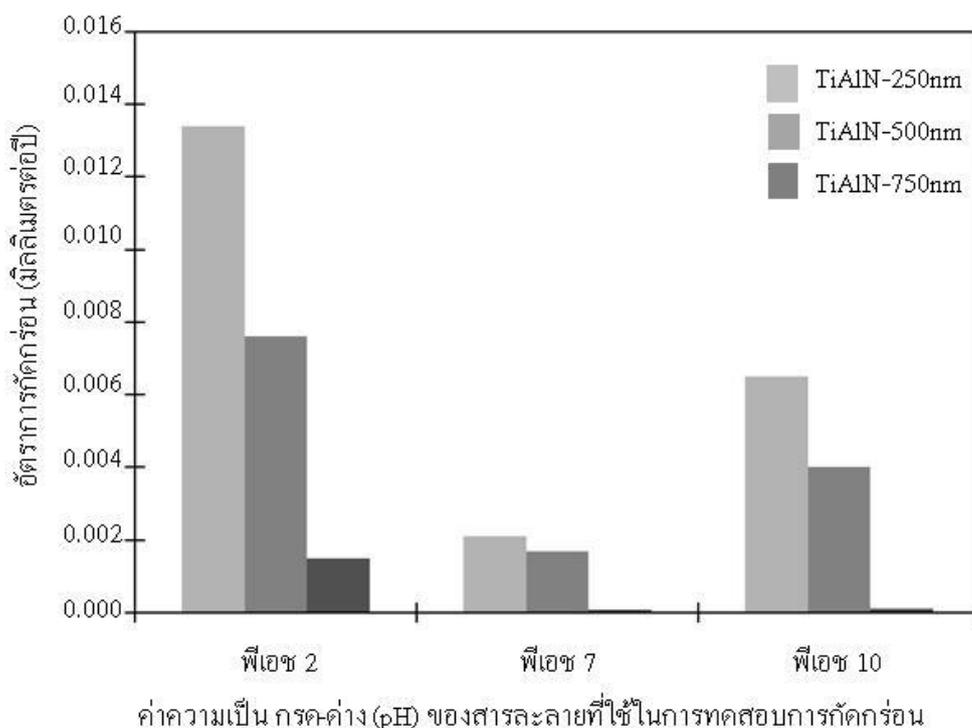
4.2.2 พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 เคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ที่มีความหนาแตกต่างกัน (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm)

รูปที่ 4.10 แสดงค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของชิ้นงาน TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10 แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนา 750 นาโนเมตร (TiAlN-

750nm) มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนต่ำกว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หนา 500 และ 250 นาโนเมตร (TiAlN-500nm และ TiAlN-250nm) ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ (N.S. Patel and et al., 2010) เมื่อนำค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน น้ำหนักกรัมสมมูล และความหนาแน่นไปคำนวณอัตราการกัดกร่อน พบว่าชิ้นงาน TiAlN-750nm มีอัตราการกัดกร่อนต่ำกว่า ชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-250nm ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.11 ที่ทุกค่าพีเอช



รูปที่ 4.10 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของชิ้นงาน TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10

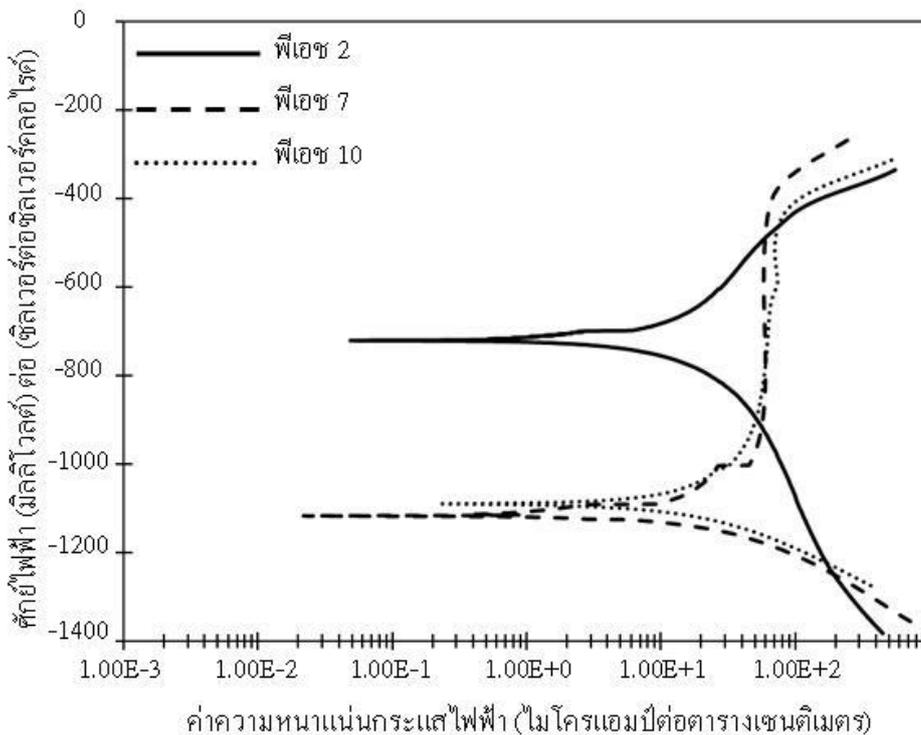


รูปที่ 4.11 ค่าอัตราการกัดกร่อนของชั้นงาน TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก ที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10

โดยพฤติกรรมการกัดกร่อนของชั้นเคลือบที่มีความหนาต่างกัน อาจเป็นผลมาจากขนาดเกรนของชั้นเคลือบ TiAlN และความเค้นตกค้าง (Residual stress) ของชั้นเคลือบเนื่องจากชั้นเคลือบของชั้นงาน TiAlN-750nm มีขนาดเกรนที่ใหญ่กว่าชั้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-250nm ตามลำดับ ดังนั้นชั้นเคลือบของชั้นงาน TiAlN-750nm จึงมีขอบเกรนน้อยกว่าชั้นเคลือบของชั้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-250nm ตามลำดับ ขนาดเกรนที่ใหญ่ขึ้นส่งผลให้ความต้านทานการกัดกร่อนเพิ่มขึ้น (S.E. Hernandez and et al., 1995) โดยการกัดกร่อนส่วนใหญ่จะเกิดขึ้นที่พื้นผิวที่เป็นจุดบกพร่อง เช่น รูพรุน ขอบเกรน และดิสโลเคชัน ซึ่งจากการทดสอบการกัดกร่อนพบว่าชั้นงาน TiAlN-250 มีอัตราการกัดกร่อนสูงที่สุด และพบการหลุดลอกของชั้นฟิล์ม TiAlN นี้ อาจเป็นผลมาจากปริมาณพื้นที่ของขอบเกรนที่มากขึ้น และฟิล์มที่บางมีความเค้นตกค้างสูงกว่าฟิล์มที่หนา (J.-H.Huang., F.-Y. Ouyang.and G.-P. Yu., 2007 ; N.S. Patel and et al., 2010)

4.2.3 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์

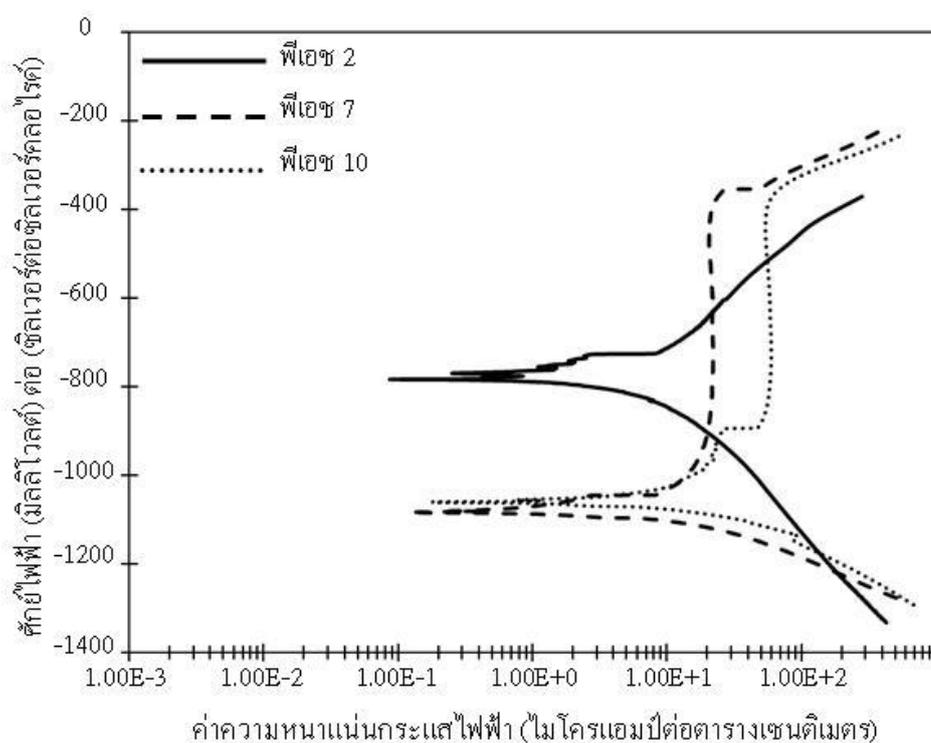
รูปที่ 4.10 แสดงให้เห็นว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนสูงกว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ เมื่อนำค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน น้ำหนักกรัมสมมูล และ ความหนาแน่น มาคำนวณค่าอัตราการกัดกร่อน พบว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 มีอัตราการกัดกร่อนสูงกว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.12 เส้นโค้งโพลาริเซชันของตัวอย่าง TiAlN-250nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10

นอกจากนี้ยังพบว่าลักษณะเส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm เปลี่ยนแปลงตามค่าพีเอชของสารละลายที่ใช้ในการทดสอบการกัดกร่อนอย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 4.12 ถึง 4.14 โดยเส้นโค้งโพลาริเซชันของชิ้นงาน TiAlN-250nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 ไม่พบช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) สำหรับชิ้นงาน TiAlN-

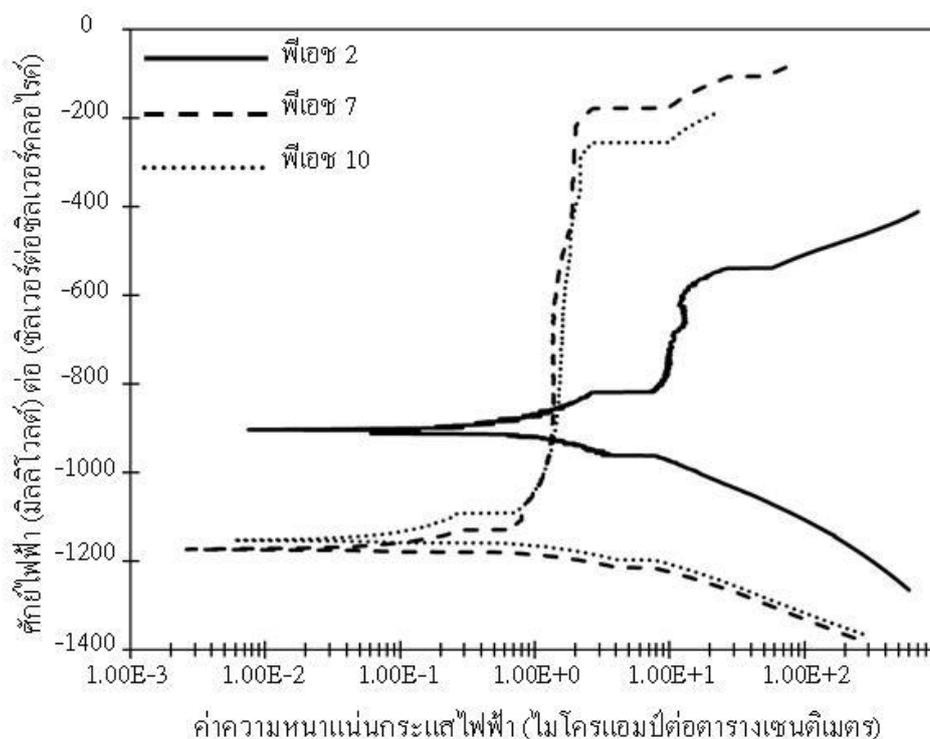
250nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 และ 10 นั้นปรากฏช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) อย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 4.12 ซึ่งชั้นงาน TiAlN-250nm ที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 ($E_{pit} = -380$ มิลลิโวลต์) มีค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนแบบรูเข็มสูงกว่าชั้นงาน TiAlN-250nm ที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่มีค่าพีเอช 10 ($E_{pit} = -460$ มิลลิโวลต์) และจากผลดังกล่าวพบว่าชั้นงาน TiAlN-250nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 ($\Delta E = 734$ มิลลิโวลต์) ปรากฏช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) ที่กว้างกว่าชั้นงาน TiAlN-250nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 ($\Delta E = 629$ มิลลิโวลต์)



รูปที่ 4.13 เส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-500nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10

รูปที่ 4.13 แสดงเส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-500nm ที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10 พบว่าลักษณะเส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-500nm มีแนวโน้มที่คล้ายคลึงกับลักษณะเส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-250nm คือ เส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-500nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 ไม่ปรากฏช่วงที่โลหะไม่ไวต่อการกัดกร่อน (Passive region) สำหรับชั้นงาน TiAlN-500nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 และ 10 นั้นปรากฏช่วงที่โลหะไม่ไวต่อการกัดกร่อน (Passive region) ซึ่ง

ชั้นงาน TiAlN-500nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 ($E_{pit} = -360$ มิลลิโวลต์) มีค่าศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้พาสซีฟฟิล์มแตกออกใกล้เคียงกับชั้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 ($E_{pit} = -370$ มิลลิโวลต์) แต่ชั้นงาน TiAlN-500nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 ($\Delta E = 722$ มิลลิโวลต์) ปรากฏช่วงที่โลหะไม่ไวต่อการกัดกร่อน (Passive region) ที่กว้างกว่าชั้นงาน TiAlN-500nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 ($\Delta E = 691$ มิลลิโวลต์)



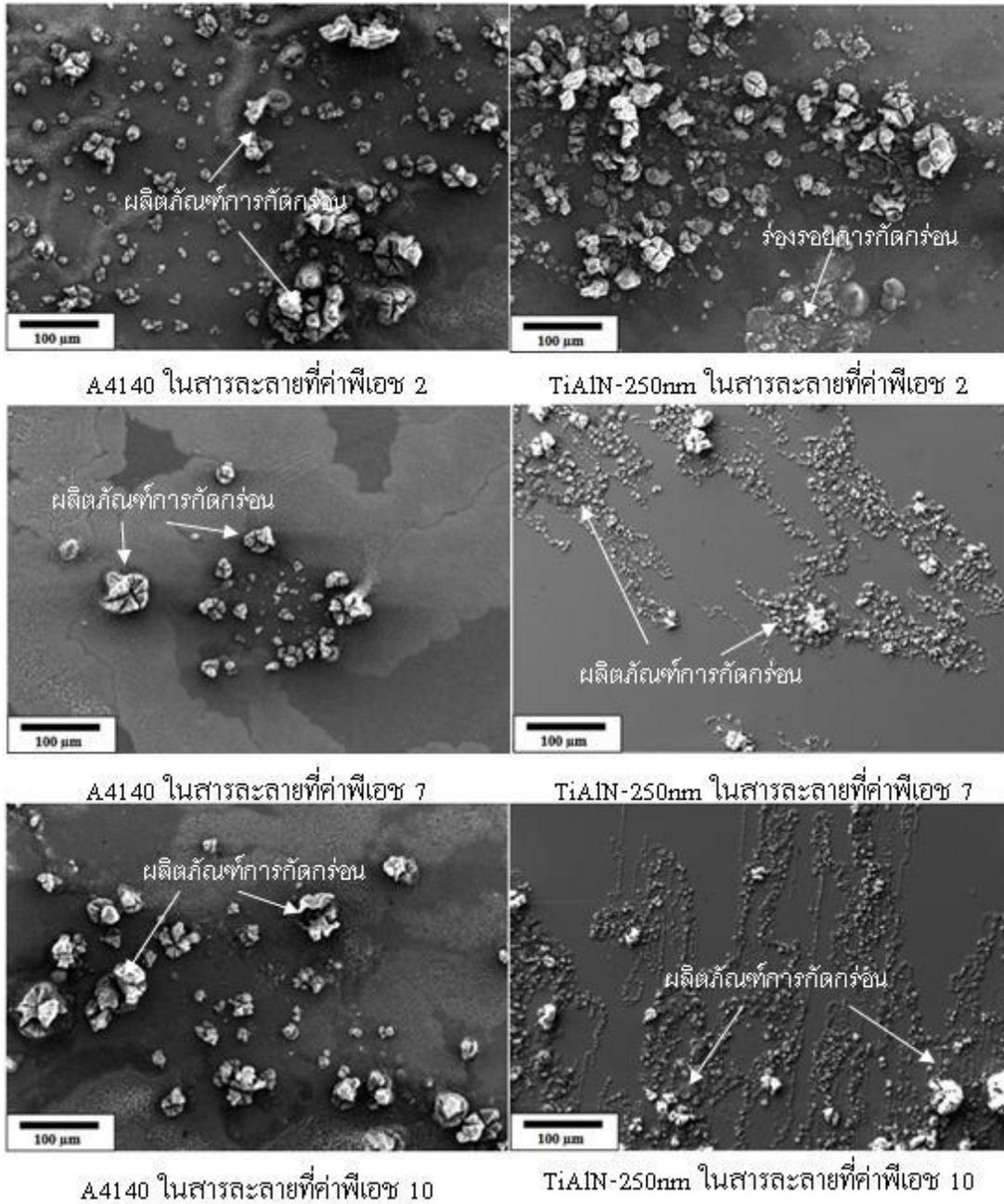
รูปที่ 4.14 เส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-750nm ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10

รูปที่ 4.14 แสดงเส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-750nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10 พบว่าเส้นโค้งโพลาริเซชันของชั้นงาน TiAlN-750nm ปรากฏช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) ที่ทุกค่าพีเอช ซึ่งชั้นงาน TiAlN-750nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 ($E_{pit} = -177$ มิลลิโวลต์) มีค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนแบบรูเข็มสูงกว่าชั้นงาน TiAlN-750nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 ($E_{pit} = -255$ มิลลิโวลต์) และ 2 ($E_{pit} = -540$ มิลลิโวลต์) ตามลำดับ นอกจากนี้พบว่าชั้นงาน TiAlN-750nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 ($\Delta E = 993$ มิลลิโวลต์) ปรากฏช่วงพาสซีฟฟิล์ม (passive region) กว้างกว่าชั้นงาน TiAlN-750nm ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 ($\Delta E = 898$ มิลลิโวลต์) และ 2 ($\Delta E = 360$ มิลลิโวลต์) ตามลำดับ

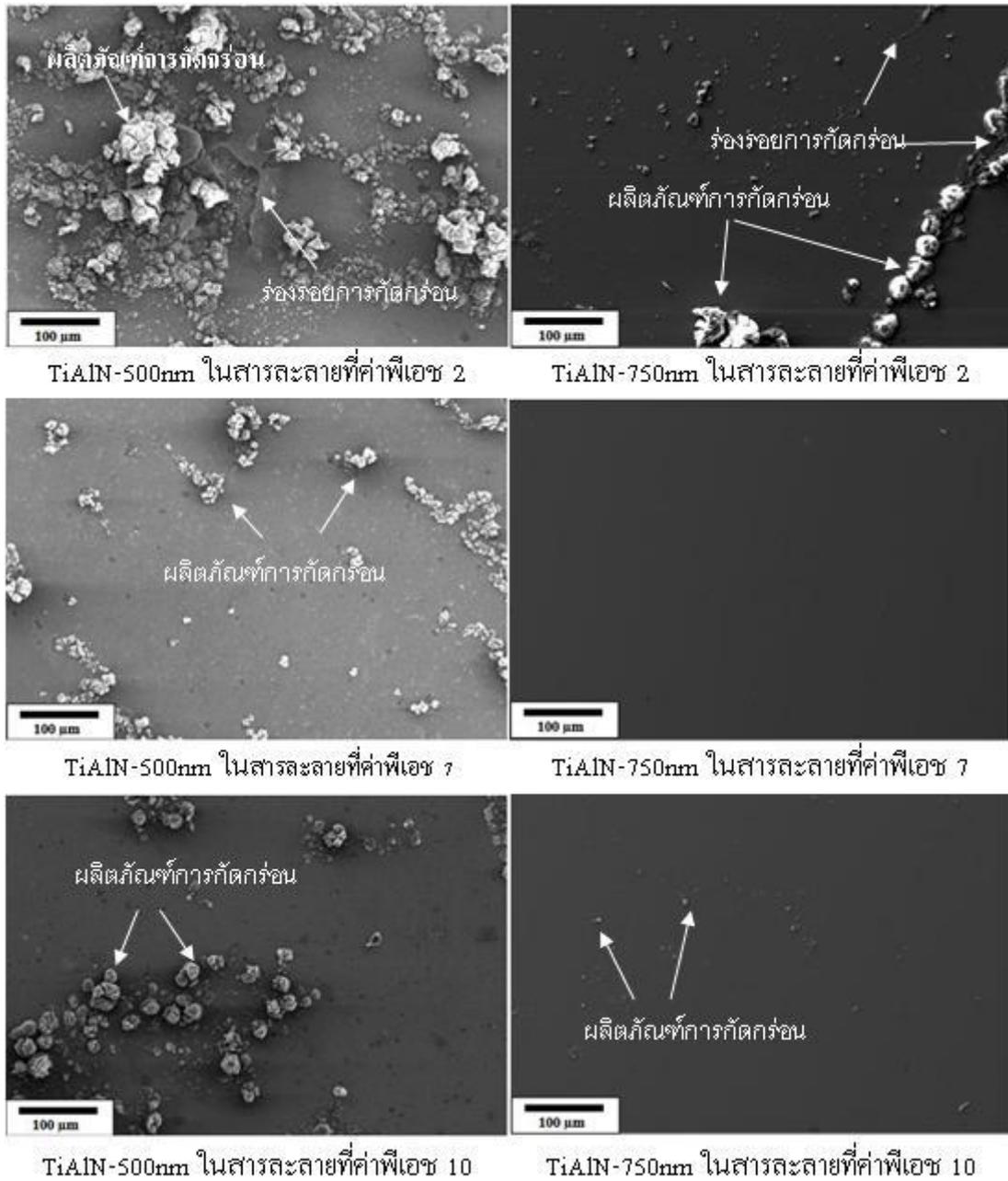
จากผลของอัตราการกัดกร่อน ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนแบบรูเข็ม และความกว้างของช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) บนเส้นโค้งโพลาไรเซชันแสดงให้เห็นว่าสารละลายที่ค่าพีเอช 2 ส่งผลให้ชิ้นงานมีการกัดกร่อนรุนแรงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ ทั้งนี้อาจเป็นผลจากคลอไรด์ไอออน (Cl⁻) ในสารละลาย กล่าวคือ ที่ค่าพีเอช 2 ได้ปรับค่าพีเอชของสารละลายๆ โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ทำให้มีปริมาณคลอไรด์ไอออน (Cl⁻) ในสารละลายเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้พาสซีฟฟิล์มแตกได้ง่ายขึ้น (A.A. Mazhar and et al., 2011; T. Christine and R.P. Alan., 2005) และชิ้นงาน TiAlN-250, TiAlN-500 และ TiAlN-750 ที่ถูกทดสอบในสารละลายที่พีเอช 7 แสดงช่วงพาสซีฟฟิล์ม (Passive region) กว้างกว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 2 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าพาสซีฟฟิล์มที่เกิดขึ้นในสารละลายพีเอช 7 มีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีหรือเป็นฟิล์มที่มีเสถียรภาพสูง (S.M. Bhole S.M. and B. Mishra., (2013) ; L.Y. Xu and et al., 2013) ซึ่งพฤติกรรมเช่นนี้อาจเป็นผลจากอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการกัดกร่อน ซึ่งอะลูมิเนียมออกไซด์มีความต้านทานการกัดกร่อนหรือมีเสถียรภาพในสารละลายที่มีค่าพีเอช 5 ถึง 8 (S. Gaute., 2003)

4.3 คุณสมบัติของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ หลังทดสอบการกัดกร่อน

4.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM)



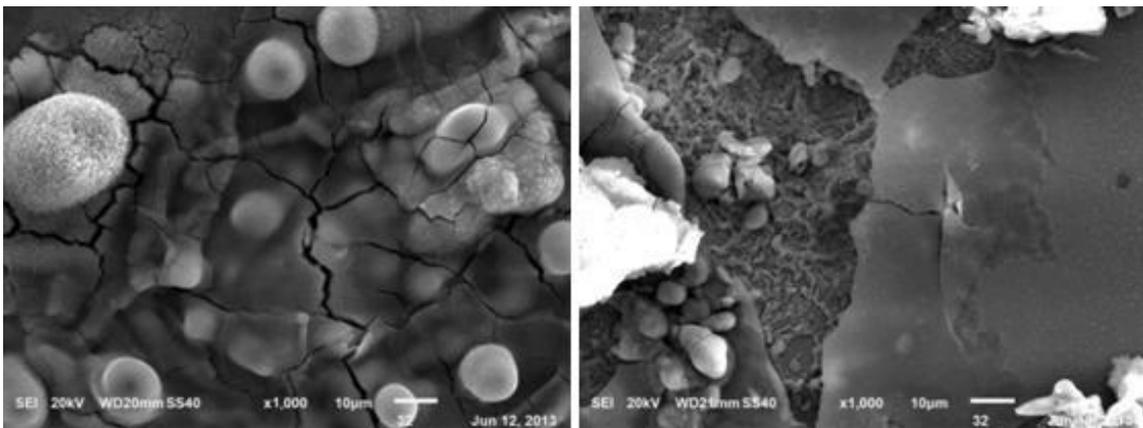
รูปที่ 4.15 ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน A4140 และ TiAlN-250nm หลังการทดสอบการกัดกร่อน
 ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก
 ที่มีค่าพีเอช 2, 7 และ 10



รูปที่ 4.16 ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-500 และ TiAlN-750nm หลังการทดสอบการกัดกร่อน
ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก
ที่มีค่าพีเอช 2, 7 และ 10

รูปที่ 4.15 และ 4.16 แสดงภาพลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบ (A4140) และ ชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม TiAlN (TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดย

น้ำหนัก ที่ค่าพีเอช 2, 7 และ 10 พบว่าพื้นผิวของชิ้นงานที่ไม่เคลือบผิวเกิดการกัดกร่อน (A4140) มีผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนเกิดขึ้นบนผิวชิ้นงานมากกว่าชิ้นงานที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม TiAlN ที่ทุกพีเอช อาจเป็นผลจากชิ้นงานที่ไม่ถูกเคลือบผิว (A4140) เป็นชิ้นงานเปลือยหลังทดสอบการกัดกร่อนเกิดฟิล์มที่ไม่มีเสถียรภาพไม่สามารถป้องกันการกัดกร่อนจากสารละลาย พื้นผิวจึงถูกกัดกร่อนจากสารละลายได้ง่ายกว่าชิ้นงานที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม TiAlN ส่วนกลุ่มของชิ้นงานที่เคลือบ TiAlN ที่ความหนาต่างกัน (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) พบว่าพื้นผิวชิ้นงาน TiAlN-250nm เกิดการกัดกร่อนและมีผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนเกิดขึ้นบนผิวชิ้นงานมากกว่าชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ตามลำดับ ที่ทุกพีเอช



TiAlN-250nm

TiAlN-500nm

รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM ของชิ้นงาน TiAlN-250nm และ TiAlN-500nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2

นอกจากนี้ยังพบว่าฟิล์ม TiAlN ของชิ้นงาน TiAlN-250nm และ TiAlN-500nm ที่ทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 พบรอยแตกบนผิวฟิล์ม TiAlN ดังแสดงในรูปที่ 4.17 อาจเป็นผลเนื่องจากชิ้นงาน TiAlN-250nm มีปริมาณขอบเกรนที่มากกว่าชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ตามลำดับ เป็นสาเหตุให้สารละลายสามารถแทรกซึมผ่านชั้นฟิล์มเข้าไปกัดกร่อนผิววัสดุพื้นได้ง่ายขึ้นทำให้เกิดรอยแตกบนผิวฟิล์มและหลุดออกจากผิววัสดุพื้น (AISI 4140) และอาจเป็นผลของค่าความเป็น กรด-ด่าง (pH) ของสารละลายที่ใช้ในการทดสอบการกัดกร่อนร่วมด้วยจากการทดสอบการกัดกร่อนพบว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 เกิดการกัดกร่อนและมีผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนเกิดขึ้นบนพื้นผิวชิ้นงานมากกว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ สำหรับทุกชิ้นงาน (A4140, TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) ทั้งนี้อาจ

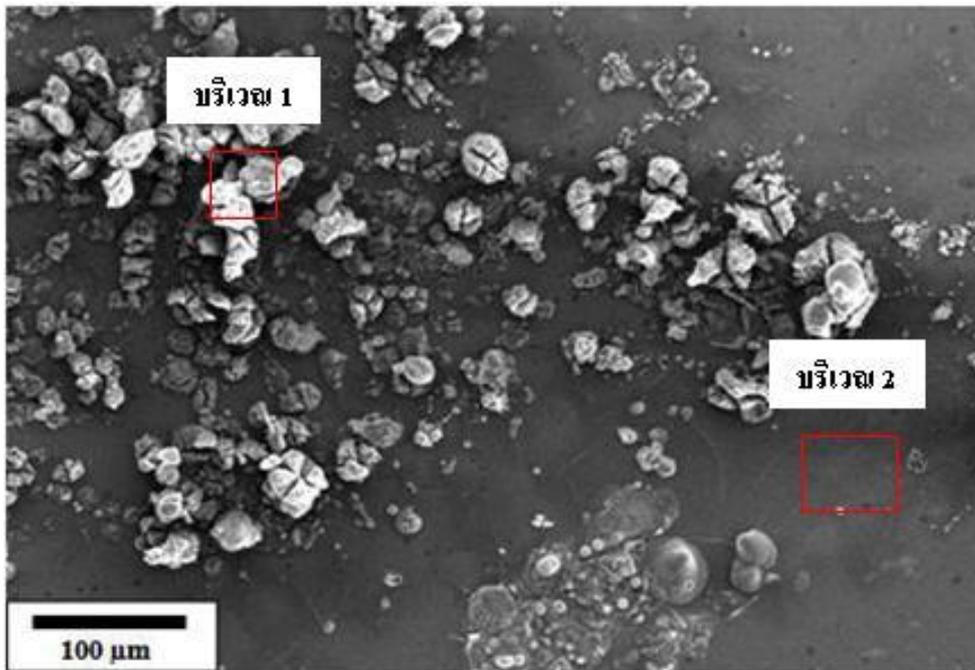
เป็นผลเนื่องมาจากพาสตีฟฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีหรือเป็นฟิล์มที่มีเสถียรภาพสูงในสารละลายที่ค่าพีเอช 7

4.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงานภายหลังทดสอบการกัดกร่อนด้วยเทคนิค EDX

หลังทดสอบการกัดกร่อนได้ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวชิ้นงานด้วยเทคนิค EDX ของบริเวณกัดกร่อนและบริเวณที่ไม่กัดกร่อนบนผิวชิ้นงาน เพื่อให้เห็นความแตกต่างขององค์ประกอบทางเคมีหลังทดสอบการกัดกร่อนระหว่างบริเวณที่เกิดกัดกร่อนและไม่กัดกร่อน โดยตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีบนพื้นผิวชิ้นงาน TiAlN-250nm (ซึ่งเป็นชิ้นงานเหล็ก AISI 4140 ที่เคลือบ TiAlN บางที่สุด) และ TiAlN-750nm (ซึ่งเป็นชิ้นงานเหล็ก AISI 4140 ที่เคลือบ TiAlN หนาที่สุด) หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่ค่าพีเอช 2 , 7 และ 10 ดังแสดงในรูปที่ 4.18 ถึง 4.23 ตามลำดับ

หลังการตรวจสอบส่วนผสมทางเคมีบนพื้นผิวชิ้นงาน TiAlN-250nm พบว่าชิ้นงาน TiAlN-250nm ณ บริเวณที่เกิดการกัดกร่อนและผลิตภัณฑ์การกัดกร่อน (บริเวณ 1) มีองค์ประกอบของธาตุเหล็ก (Fe) และออกซิเจน (O) เป็นส่วนผสมทางเคมีหลัก ซึ่งธาตุ Fe และ O ที่พบอาจเป็นส่วนผสมทางเคมีของเหล็กออกไซด์หรือสนิมเหล็กที่เกิดจากสารละลายเข้าไปกัดกร่อน โดยตรงที่ผิววัสดุพื้น (AISI 4140) และเกิดจากการแพร่ซึมของสารละลายผ่านตามขอบเกรนของฟิล์มไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เข้าไปกัดกร่อนผิววัสดุพื้นจนเกิดเป็นเหล็กออกไซด์ขึ้นบนผิวชิ้นงาน

สำหรับบริเวณที่ไม่เกิดกัดกร่อน (บริเวณ 2) หลังการตรวจสอบพบองค์ประกอบของธาตุเหล็ก (Fe) ไนโตรเจน (N) ไทเทเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ออกซิเจน (O) เป็นส่วนผสมทางเคมีหลัก ซึ่งสามารถระบุได้ว่าบริเวณนี้อาจไม่เกิดการกัดกร่อนหรือเกิดการกัดกร่อนที่ไม่รุนแรงจนทำให้ฟิล์มไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หลุดออกจากผิววัสดุพื้น ดังแสดงในรูปที่ 4.18 ถึง 4.20



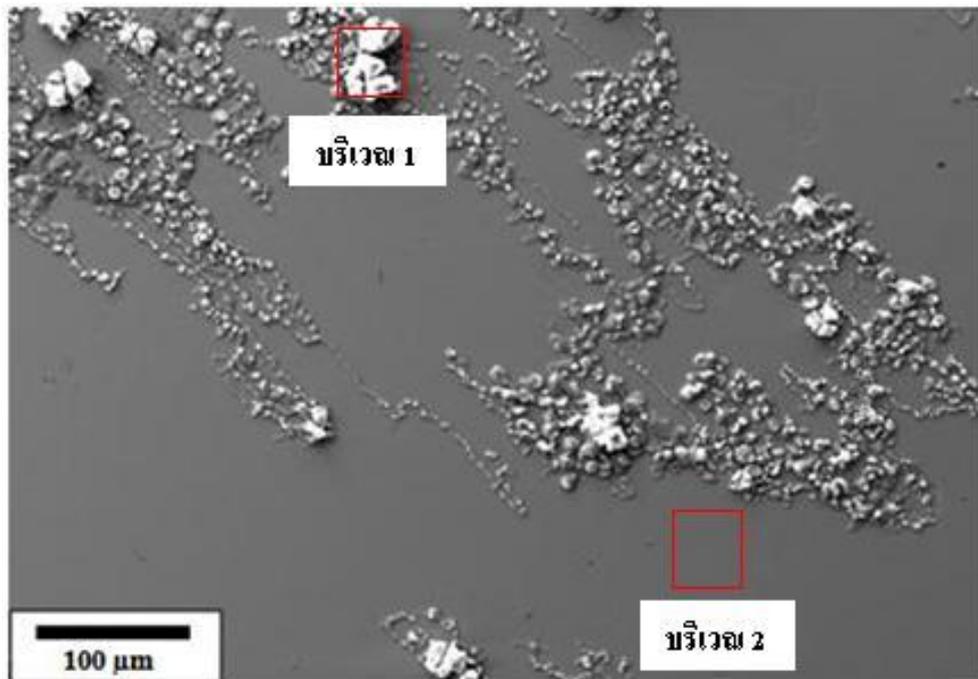
ก) ภาพถ่าย SEM ชิ้นงาน TiAlN-250nm ในสารละลายที่ค่าพีเอช 2

Element	Weight %	Element	Weight %
O K	40.45	N K	4.84
Na K	1.03	O K	6.78
Al K	0.32	Al K	1.57
Si K	0.32	Si K	0.31
Cl K	0.92	Ti K	5.38
Ti K	0.42	Cr K	1.02
Cr K	0.42	Mn K	0.72
Fe K	55.27	Fe K	79.37
totals	100	totals	100

จ) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 1

ค) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 2

รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2



ก) ภาพถ่าย SEM ชั้นงาน TiAlN-250nm ในสารละลายที่ค่าพีเอช 7

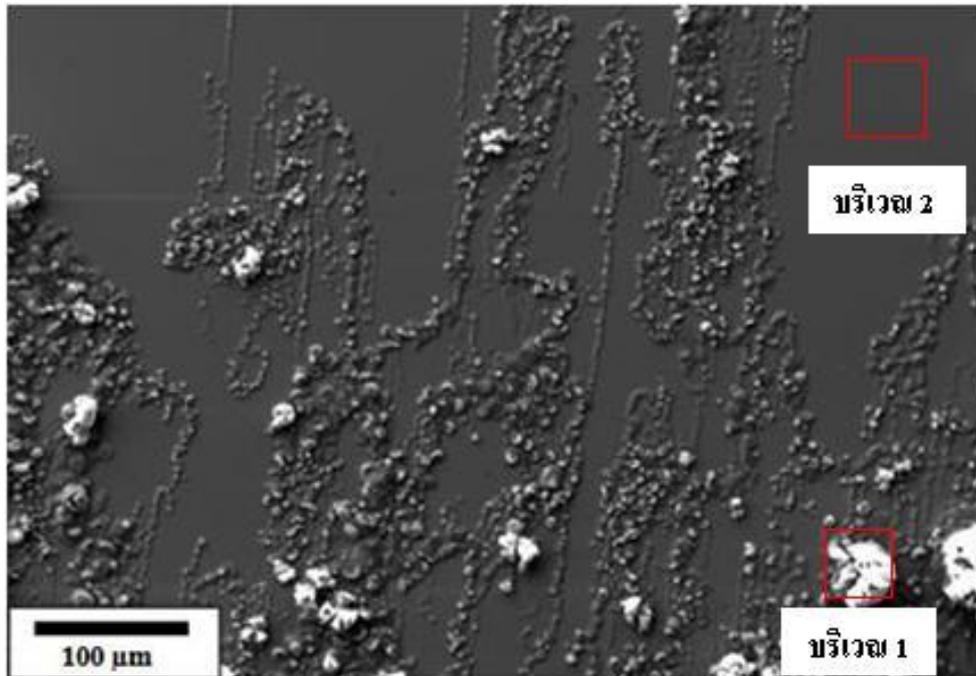
Element	Weight %	Element	Weight %
O K	34.88	N K	11.64
Al K	0.20	O K	7.59
Ti K	4.76	Al K	2.34
Cr K	0.62	Si K	0.24
Mn K	0.49	Ti K	9.89
Fe K	59.05	Cr K	1.00
totals	100	Fe K	67.31
		totals	100

จ) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 1

ค) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 2

รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชั้นงาน

TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 7



ก) ภาพถ่าย SEM ชั้นงาน TiAlN-250nm ในสารละลายที่ค่าพีเอช 10

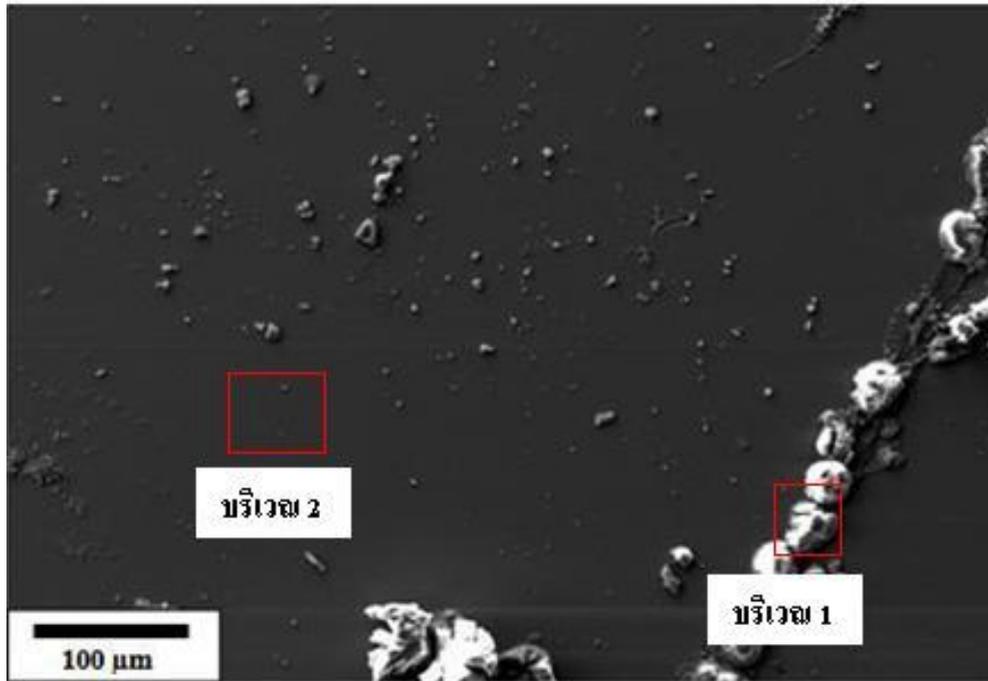
Element	Weight %	Element	Weight %
O K	34.98	N K	6.26
Al K	0.60	O K	6.60
Si K	0.22	Al K	1.21
Ti K	3.08	Si K	0.27
Cr K	0.68	Ti K	6.77
Mn K	0.64	Cr K	0.92
Fe K	59.80	Mn K	0.73
totals	100	Fe K	77.24
		totals	100

จ) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 1

ค) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 2

รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชั้นงาน TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนที่ค่าพีเอช 10

กรณีของชิ้นงาน TiAlN-750nm พบว่า ณ บริเวณการกัดกร่อนและผลิตภัณฑ์การกัดกร่อน (บริเวณ 1) ที่เกิดขึ้นมีองค์ประกอบของธาตุเหล็ก (Fe) ไทเทเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ออกซิเจน (O) เป็นส่วนผสมทางเคมีหลัก ดังแสดงในรูปที่ 4.21 ถึง 4.23 ออกไซด์ที่เกิดขึ้นนี้อาจเป็นส่วนผสมทางเคมีของ เหล็กออกไซด์ ไทเทเนียมออกไซด์ และอะลูมิเนียมออกไซด์ หรืออาจเกิดออกไซด์ขึ้นได้ทั้ง 3 ชนิด เนื่องจากชั้นฟิล์ม TiAlN ที่หนามากขึ้นส่งผลให้สามารถช่วยยับยั้งการแพร่ของสารละลายเข้าไปกัดกร่อนที่ผิววัสดุพื้น ในทางกลับกันยังสามารถช่วยยับยั้งการแพร่ของธาตุเหล็กออกไปยังพื้นผิวของฟิล์ม TiAlN ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่พื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-750nm มีปริมาณธาตุเหล็ก (Fe) น้อยกว่ากลุ่มชิ้นงาน TiAlN-250nm (Wongpinij, T. et al., 2012) สำหรับบริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 2) หลังการตรวจสอบพบองค์ประกอบของธาตุเหล็ก (Fe) ไทเทเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) ไนโตรเจน (N) และ ออกซิเจน (O) เป็นส่วนผสมทางเคมีหลักซึ่งสามารถระบุได้ว่าบริเวณนี้อาจไม่ได้เกิดการกัดกร่อนหรือเกิดการกัดกร่อนที่ไม่รุนแรง นอกจากนี้ยังพบว่าชิ้นงาน TiAlN-250nm และ TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 พบองค์ประกอบของธาตุ คลอไรด์ (Cl) บริเวณที่เกิดการกัดกร่อนและผลิตภัณฑ์จากการกัดกร่อน (บริเวณ 1) ซึ่งเป็นที่ทราบกันว่า คลอไรด์ไอออน (Cl⁻) ในสารละลายกระตุ้นให้การแตกสลายของพาสซีฟฟิล์มเพิ่มขึ้น และเมื่อพาสซีฟฟิล์มแตกส่งผลให้สารละลายเข้าไปกัดกร่อนผิววัสดุพื้นได้ โดยง่ายจึงทำให้บริเวณรอยแตกของพาสซีฟฟิล์ม พบผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนมากกว่าบริเวณอื่น ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.19 (TiAlN-250nm) และ 4.22 (TiAlN-750nm) หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 7 พบว่าบริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 2) มีปริมาณธาตุอะลูมิเนียม (Al) มากกว่าชิ้นงานที่ทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 และ 10 ในทางกลับกันพบว่าบริเวณที่เกิดการกัดกร่อนและผลิตภัณฑ์จากการกัดกร่อน (บริเวณ 1) มีปริมาณธาตุอะลูมิเนียม (Al) ที่น้อยเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานหลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 และ 10 ผลดังกล่าวสามารถยืนยันได้ว่าอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีความต้านทานการกัดกร่อนหรือมีเสถียรภาพในสารละลายที่มีค่าพีเอช 7



ก) ภาพถ่าย SEM ชั้นงาน TiAlN-750nm ในสารละลายที่ค่าพีเอช 2

Element	Weight %
O K	41.66
Na K	0.34
Al K	2.03
Cl K	1.51
Ti K	11.13
Cr K	1.97
Fe K	41.36
totals	100

ข) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 1

Element	Weight %
N K	10.35
O K	7.07
Al K	3.31
Si K	0.58
Ti K	11.63
Cr K	1.93
Mn K	0.50
Fe K	64.62
totals	100

ค) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 2

รูปที่ 4.21 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชั้นงาน TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2



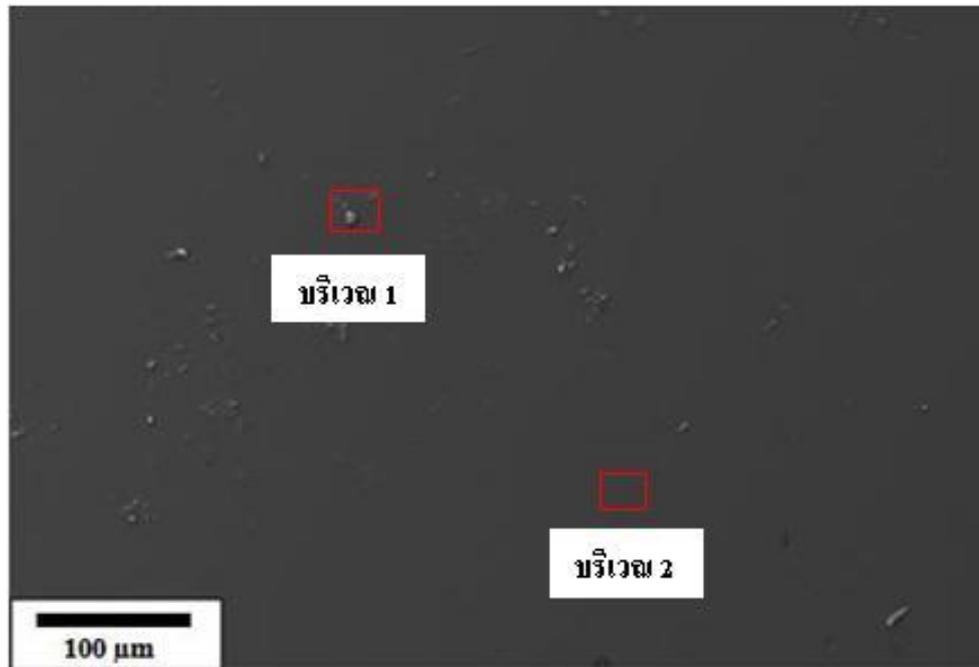
ก) ภาพถ่าย SEM ชั้นงาน TiAlN-750nm ในสารละลายที่ค่าพีเอช 7

Element	Weight %	Element	Weight %
O K	32.01	N K	16.07
Na K	0.43	O K	7.61
Al K	0.31	Al K	4.02
Si K	0.18	Ti K	18.75
Ti K	6.32	Cr K	0.70
Cr K	0.65	Mn K	0.48
Mn K	0.61	Fe K	52.37
Fe K	59.48		
		totals	100
totals	100		

ข) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 1

ค) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 2

รูปที่ 4.22 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชั้นงาน TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 7



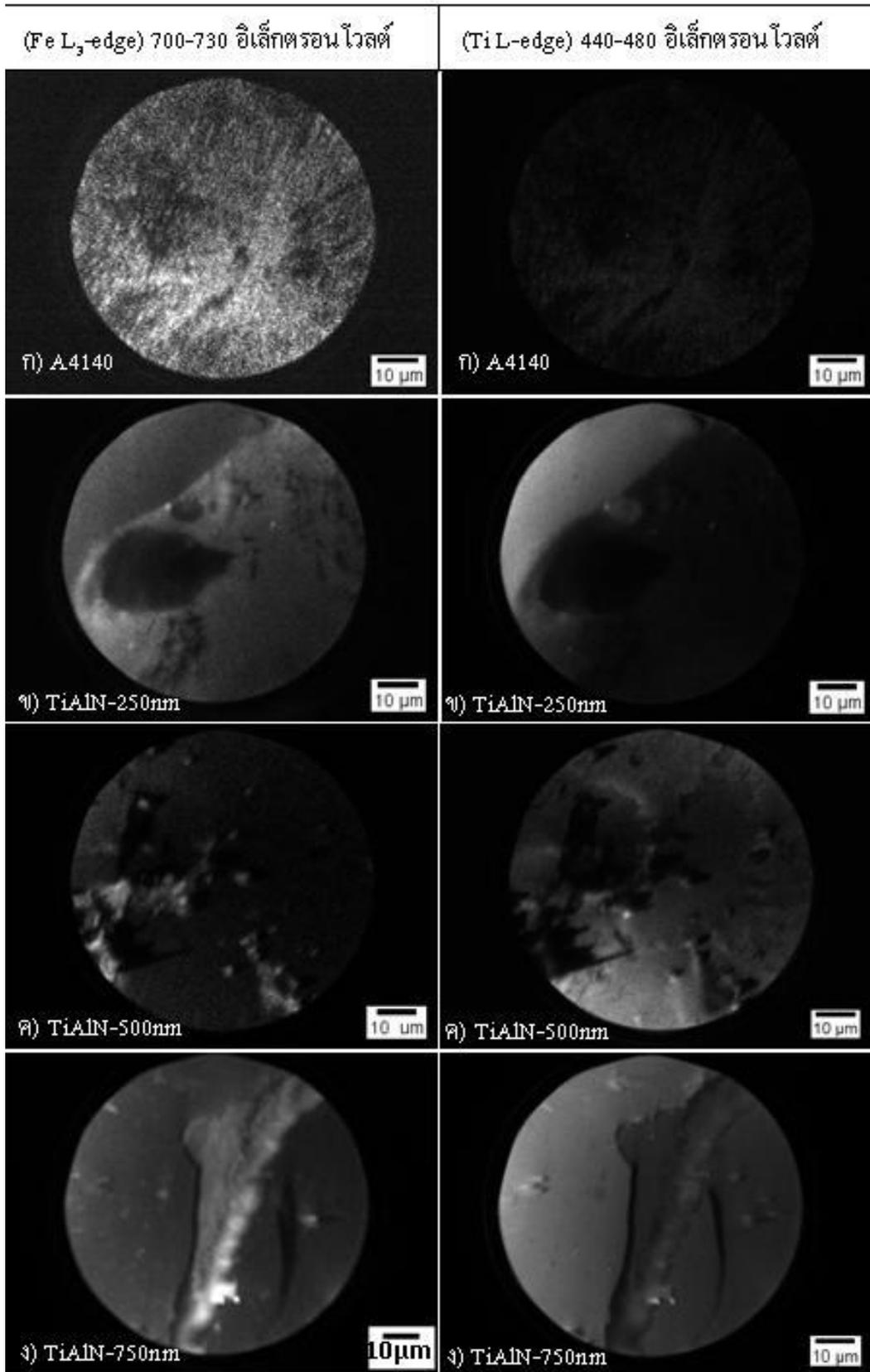
ก) ภาพถ่าย SEM ชิ้นงาน TiAlN-750nm ในสารละลายที่ค่าพีเอช 10

Element	Weight %	Element	Weight %
O K	37.66	N K	18.26
Na K	0.50	O K	5.73
Al K	1.06	Al K	2.37
Si K	0.31	Si K	0.20
Ti K	8.69	Ti K	21.38
Cr K	6.12	Cr K	0.72
Fe K	45.66	Mn K	0.45
totals	100	Fe K	50.89
		totals	100

ข) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 1

ค) ส่วนผสมทางเคมีบริเวณ 2

รูปที่ 4.23 ภาพถ่าย SEM และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของชิ้นงาน TiAlN-750nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 10

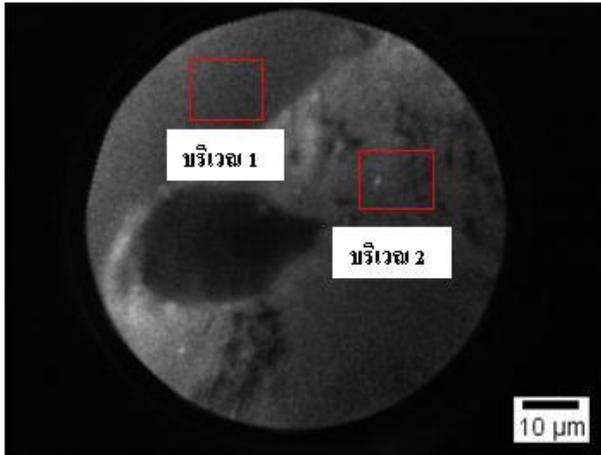


รูปที่ 4.24 พื้นผิวชิ้นงานหลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค X-PEEM

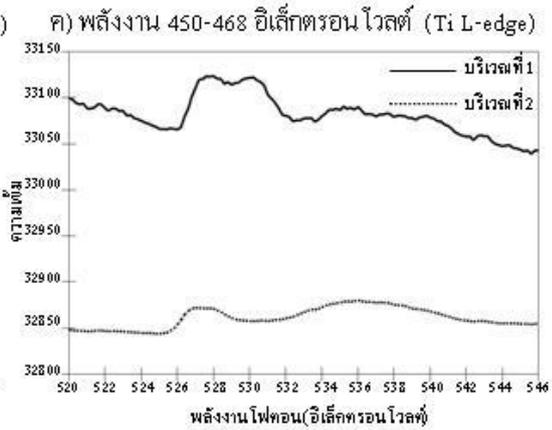
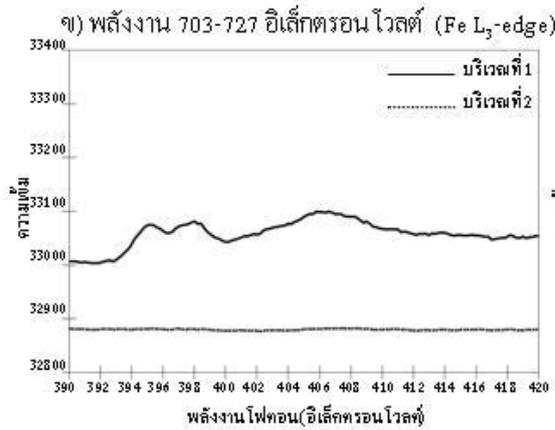
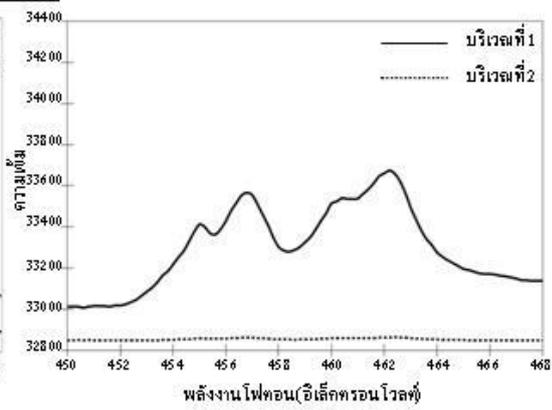
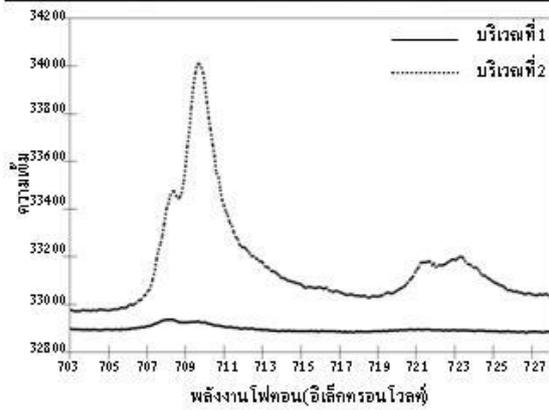
4.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะผิวของชิ้นงานเหล็กกล้าและชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยฟิล์มบางไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์หลังการทดสอบการกัดกร่อนด้วยเทคนิค X-PEEM

รูปที่ 4.24 แสดงภาพถ่ายของพื้นผิวชิ้นงาน A4140, TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ที่ผ่านการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก ที่พีเอช 2 ซึ่งเป็นค่าพีเอชของสารละลายที่เกิดการกัดกร่อนรุนแรง ด้วยเทคนิค X-PEEM โดยผู้วิจัยมีความสนใจศึกษาพลังงานของธาตุเหล็ก (Fe) ที่ระดับพลังงาน 700-730 อิเล็กตรอน โวลต์ (Fe L₃-edge) ซึ่งธาตุเหล็ก (Fe) เป็นส่วนผสมหลักของวัสดุพื้น (AISI 4140) และพลังงานของธาตุไทเทเนียม (Ti) ที่ระดับพลังงาน 440-480 อิเล็กตรอน โวลต์ (Ti L-edge) ซึ่งธาตุไทเทเนียม (Ti) เป็นส่วนผสมหลักของชั้นเคลือบ TiAlN ภาพถ่ายจากเทคนิค X-PEEM พบว่าพื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 (A4140) มีสีขาวทั่วทั้งพื้นผิว (สว่าง) ที่ระดับพลังงาน 700-730 อิเล็กตรอน โวลต์ (Fe L₃-edge) และเมื่อตรวจสอบที่ระดับพลังงาน 440-480 อิเล็กตรอน โวลต์ (Ti L-edge) พบว่าพื้นผิวของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 (A4140) มีสีดำทั่วทั้งพื้นผิวเนื่องจากตรวจไม่พบไทเทเนียมบนพื้นผิวชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.25 ก)

สำหรับชิ้นงาน TiAlN-250nm ได้แสดงข้อได้เปรียบของภาพถ่ายจากเทคนิค X-PEEM ได้ อย่างชัดเจน โดยปกติภาพถ่ายที่ได้รับจาก SEM หรือกล้องจุลทรรศน์ สามารถบอกเพียงลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานที่เกิดขึ้น เช่น รอยแตก รูพรุน ขนาด และผลิตภัณฑ์จากการกัดกร่อนที่เกิดขึ้นเท่านั้น แต่สำหรับภาพถ่ายจากเทคนิค X-PEEM ของชิ้นงาน TiAlN-250nm หลังทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 เมื่อทำการตรวจสอบที่ระดับพลังงาน 700-730 อิเล็กตรอน โวลต์ (Fe L₃-edge) พบว่าชิ้นงานมีพื้นสีขาว (สว่าง) มากกว่าพื้นที่สีดำ (ไม่สว่าง) ในทางกลับกันเมื่อทำการตรวจสอบที่ระดับพลังงาน 440-480 อิเล็กตรอน โวลต์ (Ti L-edge) พบว่าชิ้นงานมีพื้นสีดำ (ไม่สว่าง) ณ บริเวณที่สว่างในการตรวจสอบที่ระดับพลังงาน 700-730 อิเล็กตรอน โวลต์ (Fe L₃-edge) และพบว่าพื้นผิว ณ บริเวณที่มีสีดำ (ไม่สว่าง) ในการตรวจสอบที่ระดับพลังงาน 700-730 อิเล็กตรอน โวลต์ (Fe L₃-edge) เปลี่ยนเป็นพื้นผิวสีขาว (สว่าง) จากการวิเคราะห์ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ TiAlN มีการหลุดออกในลักษณะเป็นแผ่นจากวัสดุพื้นและยังคงเหลือส่วนที่เป็นชั้นเคลือบ TiAlN อยู่ ดังแสดงในรูปที่ 4.24 ข) สำหรับผลภาพถ่ายของชิ้นงาน TiAlN-500nm จากเทคนิค X-PEEM แสดงให้เห็นว่ายังเหลือพื้นที่ของชั้นเคลือบ TiAlN มากกว่าชิ้นงาน TiAlN-250nm และชั้นเคลือบ TiAlN มีลักษณะถูกกัดกร่อนเป็นหลุม นอกจากนี้ยังพบผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนที่มีเหล็กเป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวชั้นเคลือบ TiAlN ดังแสดงในรูปที่ 4.24 ค) และสุดท้ายผลภาพถ่ายของชิ้นงาน TiAlN-750nm จากเทคนิค X-PEEM แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ TiAlN มีการหลุดออก หรือแตกออก แต่ไม่ถึงวัสดุพื้นและบริเวณรอยแตกยังพบเหล็กซึ่งหมายความว่าเหล็กมีการแพร่ออกจากวัสดุพื้นดังแสดงในรูปที่ 4.24 ง)



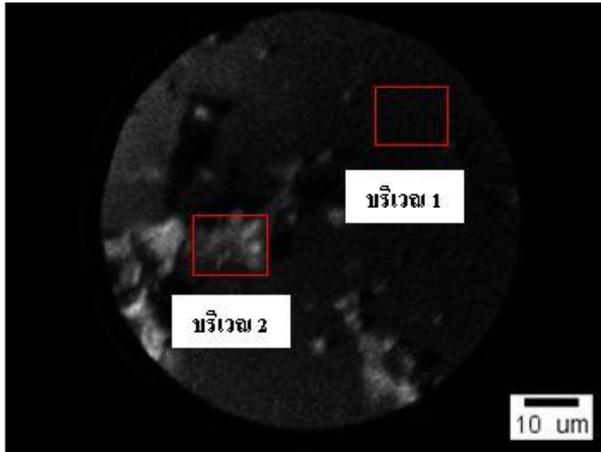
ก) พื้นผิวชั้นงาน TiAlN-250nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่มีพีเอช 2 ด้วยเทคนิค X-PEEM



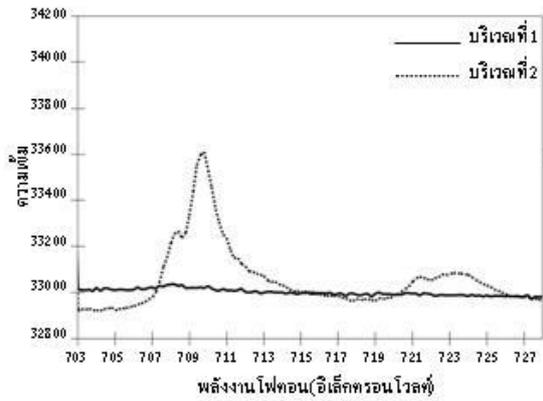
ง) พลังงาน 390-420 อิเล็กตรอน โวลต์ (N K-edge)

จ) พลังงาน 520-546 อิเล็กตรอน โวลต์ (O K-edge)

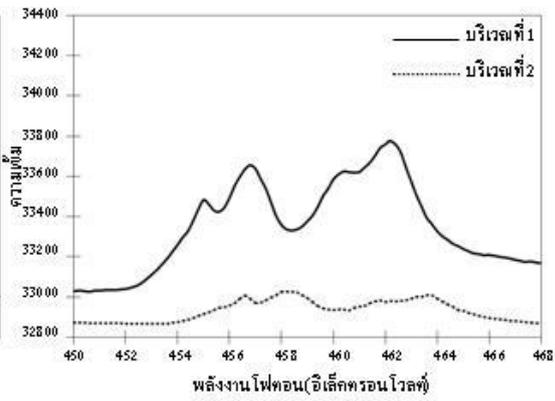
รูปที่ 4.25 สเปกตรัมของพื้นผิวชั้นงาน TiAlN-500nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายฯ ที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค XAS



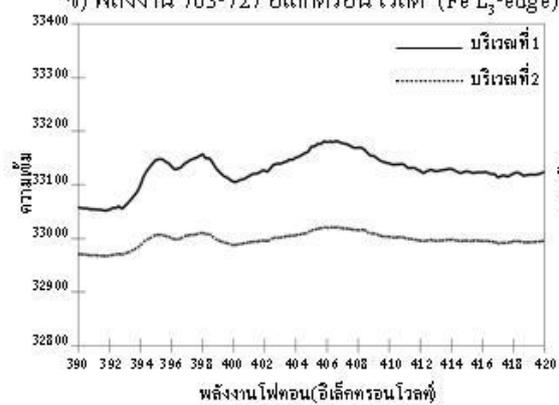
ก) พื้นผิวชั้นงาน TiAlN-500nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่มีพีเอช 2 ด้วยเทคนิค X-PEEM



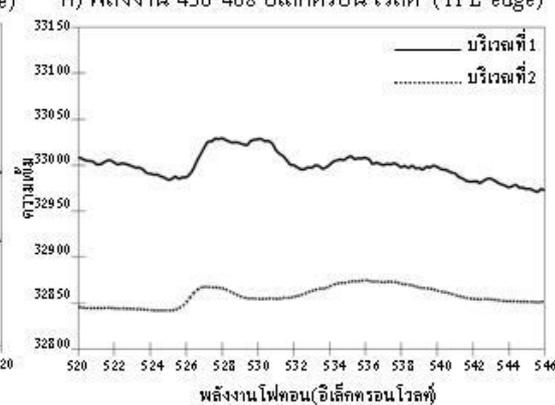
จ) พลังงาน 703-727 อิเล็กตรอน โวลต์ (Fe L₃-edge)



ค) พลังงาน 450-468 อิเล็กตรอน โวลต์ (Ti L-edge)

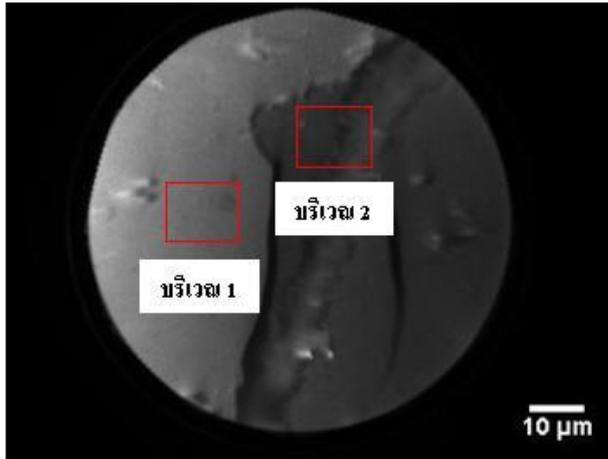


ง) พลังงาน 390-420 อิเล็กตรอน โวลต์ (N K-edge)

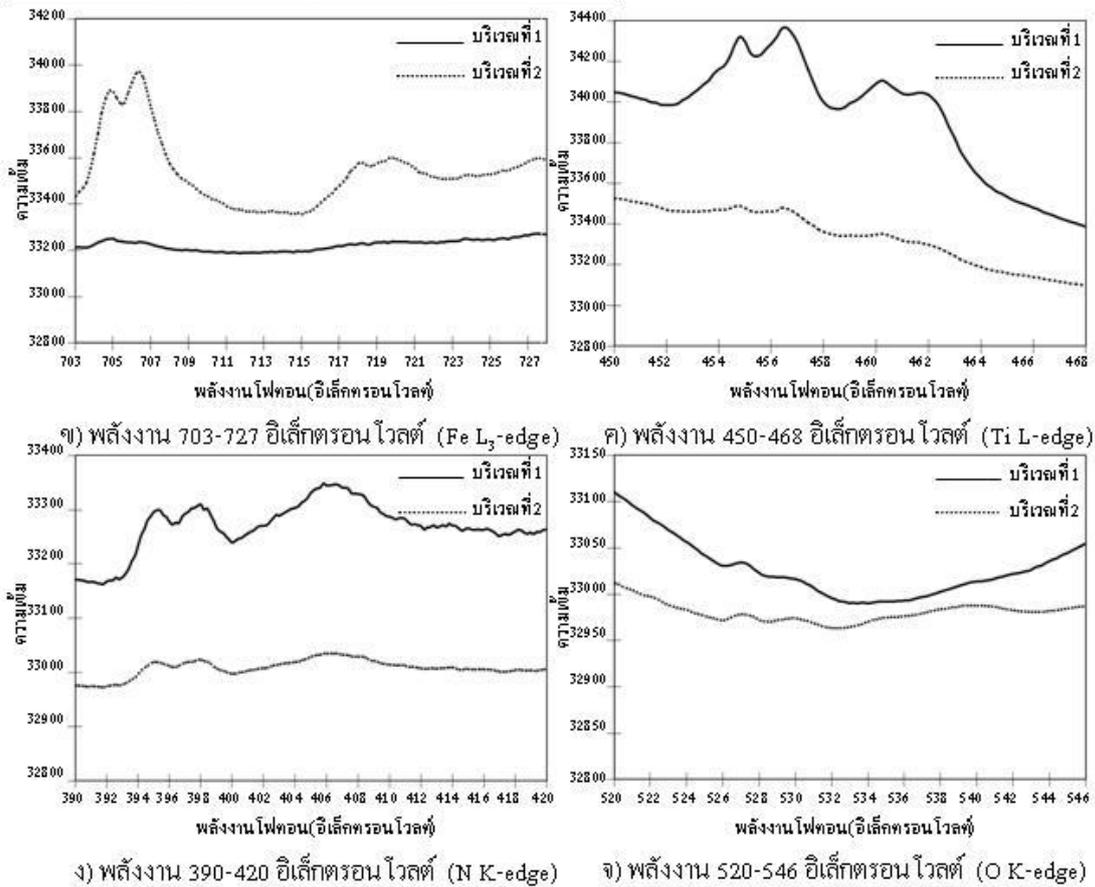


จ) พลังงาน 520-546 อิเล็กตรอน โวลต์ (O K-edge)

รูปที่ 4.26 สเปกตรัมของพื้นผิวชั้นงาน TiAlN-500nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลาย ที่มีพีเอช 2 ด้วยเทคนิค XAS



ก) พื้นผิวชั้นงาน TiAlN-750nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่มีพีเอช 2 ด้วยเทคนิค X-PEEM



รูปที่ 4.27 สเปกตรัมของพื้นผิวชั้นงาน TiAlN-750nm หลังการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายฯ ที่พีเอช 2 ด้วยเทคนิค XAS

ชั้นงานในกลุ่ม TiAlN ที่ผ่านการทดสอบการกัดกร่อนถูกเลือกเพื่อตรวจสอบด้วยเทคนิค X-PEEM ร่วมกับการวิเคราะห์สเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy ;

XAS) เนื่องจากชิ้นงานในกลุ่ม TiAlN มีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีกว่าชิ้นงานที่ไม่เคลือบ TiAlN (A4140) และชิ้นงานดังกล่าวมีพฤติกรรมการกัดกร่อนที่แตกต่างกันโดยสิ้นเชิง เมื่อชิ้นงานมีความหนาของชั้นเคลือบ TiAlN แตกต่างกัน (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm) กล่าวคือ ชิ้นงาน TiAlN-250nm มีอัตราการกัดกร่อนสูงกว่าชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ตามลำดับ นอกจากนี้ชิ้นงานกลุ่ม TiAlN มีการเกิดของพาสซีฟฟิล์มขึ้นดังนั้นจึงเป็นจุดที่น่าสนใจในการนำมาศึกษาครั้งนี้บริเวณที่ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิค X-PEEM และ XAS ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 บริเวณคือ บริเวณที่ไม่ถูกการกัดกร่อนกำหนดเป็น บริเวณ 1 และบริเวณที่ถูกกัดกร่อนกำหนดเป็น บริเวณ 2 ดังแสดงในรูปที่ 4.25 ถึง 4.27 โดยทำการตรวจสอบสเปกตรัมด้วยเทคนิค XAS ที่ระดับพลังงานดังต่อไปนี้ พลังงานของธาตุไทเทเนียม (Ti) ที่ระดับพลังงาน 450-468 อิเล็กตรอนโวลต์ (Ti L-edge) พลังงานของธาตุไนโตรเจน (N) ที่ระดับพลังงาน 390-420 อิเล็กตรอนโวลต์ (N K-edge) และ พลังงานของธาตุอะลูมิเนียม (Al) ที่ระดับพลังงาน 60-120 อิเล็กตรอนโวลต์ (Al K-edge) ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของชั้นเคลือบ TiAlN นอกจากนี้ยังได้ทำการตรวจที่ระดับพลังงาน 703-727 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเป็นระดับพลังงานของธาตุเหล็ก (Fe L₃-edge) องค์ประกอบหลักของวัสดุพื้น (AISI 4140) และที่ระดับพลังงาน 520-546 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเป็นระดับพลังงานของธาตุออกซิเจน (O K-edge) องค์ประกอบหลักของออกไซด์พบว่าบนพื้นผิวชิ้นงาน TiAlN-250nm ปรากฏสเปกตรัมของธาตุเหล็ก (Fe) อย่างชัดเจนที่บริเวณ 2 (บริเวณที่ชั้นเคลือบเกิดการกัดกร่อน) และพบสเปกตรัมของออกซิเจนทั้งบริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 1) และบริเวณที่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 2) นอกจากนี้ยังพบว่า ณ บริเวณ 1 (บริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน) ปรากฏธาตุ ไนโตรเจน (N) และ ไทเทเนียม (Ti) เท่านั้นดังแสดงในรูปที่ 4.25

สำหรับผลการตรวจสอบสเปกตรัมด้วยเทคนิค XAS ของชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm ดังแสดงในรูปที่ 4.26 และ 4.27 ปรากฏสเปกตรัมของเหล็ก (Fe) อย่างชัดเจนที่บริเวณ 2 (บริเวณที่ชั้นเคลือบเกิดการกัดกร่อน) จากผลสเปกตรัมธาตุเหล็ก (Fe) ของชิ้นงาน TiAlN-250nm TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm พบว่าสเปกตรัมของเหล็กมีความเข้มลดลงเมื่อความหนาของชั้นเคลือบ TiAlN เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.25 ข), 4.26 ข) และ 4.27 ข) และยังพบออกซิเจน (O) ไนโตรเจน (N) และไทเทเนียม (Ti) ทั้งบริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 1) และบริเวณที่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 2) แต่จากผลของสเปกตรัมแสดงให้เห็นว่าบริเวณที่เกิดการกัดกร่อนมีความเข้มของออกซิเจน (O) ไนโตรเจน (N) และไทเทเนียม (Ti) ต่ำกว่าบริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน (บริเวณ 1) จากผลดังกล่าวสามารถยืนยันได้ว่า ชั้นเคลือบ TiAlN ของชิ้นงาน TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm มีการหลุดออกหรือแตกออกแต่ไม่ถึงวัสดุพื้น นอกจากนี้ยังพบว่าธาตุไนโตรเจน (N) ไทเทเนียม (Ti) และออกซิเจน (O) มีความเข้มเพิ่มขึ้นเมื่อความหนาของชั้นเคลือบ TiAlN เพิ่มขึ้น ทั้งบริเวณ 1 (บริเวณที่ไม่เกิดการกัดกร่อน) และบริเวณ 2 (บริเวณที่ชั้นเคลือบเกิดการกัดกร่อน) ซึ่ง

หมายความว่าองค์ประกอบที่สำคัญที่ช่วยเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานคือ ไทเทเนียม (Ti) และไนโตรเจน (N) ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของชั้นเคลือบ TiAlN และความหนาของชั้นเคลือบ (E. Guiot and et al., 1999 ; B.H. Frazer and et al., 2003 ; R.K. Hocking and et al., 2006 ; E.C. Wasinger and et al., 2003 ; W.S. Yoon and et al., 2002 ; F. Esaka and et al., 1997 and Schedel-Niedring., 1998) ในงานวิจัยนี้ไม่พบธาตุอะลูมิเนียม (Al) โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XAS แต่พบธาตุอะลูมิเนียม (Al) โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX นี้อาจเป็นเพราะปริมาณของอะลูมิเนียมที่น้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของ ไทเทเนียมและ ไนโตรเจนของชั้นเคลือบ ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ส่วนผสมเคมีของชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (at.%)

	ไทเทเนียม (Ti)	อะลูมิเนียม (Al)	ไนโตรเจน (N)
ชั้นเคลือบ TiAlN	32.05	6.42	61.53

จากผลของสเปกตรัมเกิดจากธาตุไทเทเนียมจากเนื้อฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนเกิดเป็นสารประกอบไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_x) โดยสารประกอบชนิดนี้เป็นฟิล์มที่สามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดี (I. Preda and et al., 2005) และสเปกตรัม XAS ของเหล็ก (Fe) ที่ระดับพลังงาน 703-727 อิเล็กตรอน โวลต์ ($Fe L_3$ -edge) มีความเข้มลดลงเมื่อความหนาของชั้นเคลือบ TiAlN เพิ่มขึ้น และพบออกซิเจน (O) ที่ระดับพลังงาน 520-546 อิเล็กตรอน โวลต์ (O K-edge) ที่บริเวณ 2 (บริเวณที่ชั้นเคลือบเกิดการกัดกร่อน) (R.K. Hocking and et al., 2006 and E.C. Wasinger and et al., 2003) คาดว่าออกซิเจนตรงบริเวณที่เกิดการกัดกร่อนน่าจะมาจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับธาตุเหล็ก (Fe) เป็นผลให้เกิดสารประกอบในฟอร์มของ Fe_xO_y บนผิวของชิ้นงาน (J.P. Crocombette and et al., 1994)

บทที่ 5

สรุป

5.1 จากการศึกษาฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 ก่อนการทดสอบการกัดกร่อน สรุปใจความสำคัญได้ดังนี้

5.1.1 จากผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดชนิดฟิลิมิชชัน (Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) พบว่าฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ มีลักษณะเกรนเป็นแท่งรูปทรงกรวย (Columnar) โดยการเพิ่มความหนาของชั้นเคลือบส่งผลให้ขนาดเกรนใหญ่ขึ้น

5.1.2 จากผลการวิเคราะห์ฟิล์ม TiAlN ที่ถูกเคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ ด้วยเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ มีโครงสร้างผลึกระนาบ (111) ที่มุม 37.34 องศา ระนาบ (200) ที่มุม 42.80 องศาและระนาบ (220) ที่มุม 62.22 องศา โดยมีการจัดเรียงตัวในระนาบ (200) ชัดเจนที่สุด

5.1.3 จากผลการวิเคราะห์ฟิล์ม TiAlN ที่ถูกเคลือบบนเหล็กกล้า AISI 4140 พบว่าชั้นงานที่เคลือบ TiAlN หนา 250 นาโนเมตร ไม่ปรากฏเฟสของ TiAlN แต่ปรากฏเฟสของเหล็ก (Fe) ที่มีการจัดเรียงตัวในระนาบ (110) ที่มุม 44.75 องศา ระนาบ (200) ที่มุม 65.09 องศาและระนาบ (211) ที่มุม 82.35 องศา เมื่อความหนาของฟิล์ม TiAlN เพิ่มขึ้นพบฟิล์ม TiAlN มีโครงสร้างผลึกระนาบ (200) นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความเข้มพลังงานของเฟสเหล็ก (Fe) ลดลงเมื่อความหนาของฟิล์ม TiAlN เพิ่มขึ้น

5.2 จากการศึกษาอิทธิพลความหนาของฟิล์ม TiAlN ที่เคลือบบนเหล็กกล้า AISI4140 และค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายในการทดสอบการกัดกร่อนที่มีต่อพฤติกรรมกัดกร่อนของชั้นงาน สรุปใจความสำคัญได้ดังนี้

5.2.1 ชั้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ มีอัตราการกัดกร่อนต่ำกว่าชั้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิวที่ทุกค่าพีเอช (พีเอช 2, 7 และ 10)

5.2.2 ความต้านทานการกัดกร่อนของชั้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เพิ่มขึ้นเมื่อความหนาของฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ เพิ่มขึ้น

5.2.3 ชิ้นงานที่ถูกทดสอบในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 เกิดการกัดกร่อนรุนแรงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ ทั้งชิ้นงานที่ไม่เคลือบ TiAlN และ ชิ้นงานที่เคลือบ TiAlN นอกจากนี้ยังพบว่าพาสซีฟฟิล์มที่เกิดขึ้นบนฟิล์ม TiAlN มีความต้านทานการกัดกร่อนหรือมีเสถียรภาพในสารละลายที่มีค่าพีเอช 7

5.2.4 ชิ้นงานที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่มีความพีเอช 2 มีพื้นที่ถูกกัดกร่อนและปริมาณผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนมากกว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่มีความพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ

5.3 จากการศึกษาคุณลักษณะของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ หลังทดสอบการกัดกร่อน สรุปใจความสำคัญได้ดังนี้

5.3.1 ชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ มีพื้นที่ถูกกัดกร่อนและปริมาณผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนต่ำกว่าชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิวที่ทุกค่าพีเอช (พีเอช 2, 7 และ 10)

5.3.2 พื้นที่ที่ถูกกัดกร่อนและปริมาณผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนลดลงเมื่อความหนาของฟิล์ม TiAlN เพิ่มขึ้นที่ทุกค่าพีเอช (พีเอช 2, 7 และ 10)

5.3.3 ชิ้นงานที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 2 มีพื้นที่ถูกกัดกร่อนและปริมาณผลิตภัณฑ์การกัดกร่อนมากกว่าชิ้นงานที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายที่ค่าพีเอช 10 และ 7 ตามลำดับ

5.3.4 หลังทดสอบการกัดกร่อนพบว่าพื้นผิวของชิ้นงานที่เคลือบฟิล์ม TiAlN หนาที่สุดมีปริมาณธาตุเหล็ก (Fe) น้อยกว่ากลุ่มชิ้นงานที่ถูกเคลือบฟิล์ม TiAlN บางที่สุดที่ทุกค่าพีเอช (พีเอช 2, 7 และ 10)

5.3.5 จากผลภาพถ่ายพื้นผิวชิ้นงานหลังทดสอบการกัดกร่อนด้วยเทคนิค X-PEEM พบว่าชิ้นงานที่เคลือบฟิล์ม TiAlN บางที่สุดมีการหลุดออกของฟิล์ม TiAlN ในลักษณะเป็นแผ่นจากวัสดุพื้น

5.3.6 จากผลของสเปกตรัมของ Ti L-edge และ Fe L₃-edge ด้วยเทคนิค XAS พบสารประกอบไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_x) บนชิ้นงานที่ถูกเคลือบฟิล์ม TiAlN ซึ่งสามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดี นอกจากนี้ยังพบสเปกตรัมของ Fe L₃-edge มีความเข้มลดลงเมื่อความหนาของชิ้นเคลือบ TiAlN เพิ่มขึ้น โดยสเปกตรัมของ Fe L₃-edge ณ บริเวณที่ชั้นเคลือบเกิดการกัดกร่อนคาดว่าเกิดสารประกอบในฟอรัมของ Fe_xO_y บนผิวของชิ้นงาน

บรรณานุกรม

- กาญจพงศ์ กอประศรีสวัสดิ์. (2544).ผลของไนโตรเจนต่อความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดออสเทนนิติกเกรด304L. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ประทีป วงศ์บัณฑิต: “การสร้างแผนภูมิพอร์เบสซ์ของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ในสารละลายที่มีคลอไรด์ผสม ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า”, วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2543
- Adibi, F. and et al. (1993).Design and characterization of a compact two-target ultrahigh vacuum magnetron sputter deposition system: Application to the growth of epitaxial $Ti_{1-x}Al_xN$ alloys and $TiN/Ti_{1-x}Al_xN$ superlattices. Journal of Vacuum Science & Technology A11.136-142.
- Ahn, S.H. and et al. (2002). A study on corrosion resistance characteristics of PVD Cr-N coated steels by electrochemical method. Surface and Coatings Technology.150.319-326.
- Bhola S.M. and Mishra B. (2013). Effect of pH on the Electrochemical Properties of Oxides formed over β - Ti-15Mo and Mixed Ti-6Al-4V Alloys. International Journal of Electrochemical Science. 8. 7075-7087.
- Bouzakis, K.-D.and et al. (2004). Wear behavior of PVD coated tools with respect to annealing treatments. Tribology in industry. 26. 2-14.
- Chakrabarti, K. and et al. (2002). Effects of nitrogen flow rates on the growth morphology of TiAlN films prepared by an rf-reactive sputtering technique. Thin Solid Films.406. 159-163.
- Chawa, V. and et al. (2009). Corrosion behavior of nanostructured TiAlN and AlCrN hard coatings on Superfer 800H superalloy in simulated marine environment. Journal of minerals & Materials Characterization & Engineering.8. No. 9.693-700.
- Chen, J.Y., Yu, G.P. and Huang, J.H. (2000). Corrosion behavior and adhesion of ion-plated TiN films on AISI 304 steel. Materials Chemistry and Physics. 65. 310-315
- Cheng-Hsun, H., Jung-kai, L., Kuei-Liang, L. and Ming-Li, C. (2005). Erosion and corrosion behaviors of ADI deposited TiN/TiAlN coatings by cathodic arc evaporation. Materials Transactions. 46. 1417-1424.

- Christine, T. and Alan, R.P. (2005). Effect of Temperature and pH on the Corrosion resistance of nitinol. In : Proceeding of ASM Materials & Processes for Medical Devices Conference. California.
- Crocombette, J.P., Pollak, M., Jollet, F., Thromat, N., Gautier-Soyer, M. (1994). X-ray-absorption spectroscopy at the Fe $L_{2,3}$ threshold in iron oxides. Physical Review B. 52:3143-3150.
- Cunha, L. and et al. (1999). Corrosion of CrN and TiAlN coatings in chloride-containing atmospheres. Surface and Coatings Technology. 116-119. 1152-1160.
- Einstein, A. (1905). Ann. Physik. 17. pp. 132.
- Esaka, F., Furuya, K., Shimada, H., Imamura, M., Matsubayashi, N., Sat, T., Nishijima, A., Kikuchi, T., Kawana, A. and Ichimura, H. (1997). XAS Study on the Intermediate Species Formed During the Surface Oxidation of CrN Films. Journal de Physique IV. C2- 1149-C2-1150.
- Fontana, M. G. (1987). Corrosion Engineering. 3rd Edition, McGraw-Hill Book Company. Singapore.
- Frazer, B.H., Gilbert, B., Songderegger, B.R. and Stasio, G.D. (2003). The probing depth of total electron yield in the sub-keV range: TEY-XAS and X-PEEM, Surface Science. 537. 161-167.
- Gaute, S. Corrosion of Aluminium Alloys. <http://www.Sintefno/static/mt/norlight/seminars/norlight2003/postere/Gaute%20svenningsen.pdf>.
- Guiot, E., Wu, Z.Y., Gota, S., Gautier-Soyer, M. (1999). Polarized O K edge spectra of Fe₂O₃ (0001) nanometric films: A full multiple scattering interpretation. Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena. 101-103. 371-375.
- Hernandez S.E. and et al. (1995). The effect of thickness on the corrosion susceptibility of Al thin-film metallizations. Journal of the electrochemical society. 142. 1215-1220.
- Hocking, R.K., Wasinger, E.C., Groot, F.M.F., Hodgson, K.O., Hedman, B. and Solomon, E.I. (2006). Fe L Edge XAS Studies of K₄[Fe(CN)₆] and K₃[Fe(CN)₆]: A Direct Probe of Back-Bonding, Journal of the American Chemical Society. 128. 10442-10451.
- Huang, J.-H., Ouyang, F.-Y. and Yu, G.-P. (2007). Effect of film thickness and Ti interlayer on the structure and properties of nanocrystalline TiN thin films on AISI D2 steel. Surface and Coatings Technology. 201. 7043-7053.

- Jehn, H.A. (2000). Improvement of the corrosion resistance of PVD hard-coating-substrate systems. Surface and Coatings Technology. 125. 212-217.
- Kim, C.W. and Kim, K.H. (1997). Anti-oxidation properties of TiAlN film prepared by plasma-assisted chemical vapor deposition and roles of Al. Thin Solid Films. 307. 113-119.
- Korablov, S., Basavalingu, B. and Yoshimura, M. (2005). Wet corrosion of nitride PVD films in supercritical solutions. Corrosion science. 47. 1384-1402.
- Linna, R. (2012). High temperature behavior of arc evaporated ZrAlN and TiAlN thin films. Linköping University, Sweden.
- Liscano, S., Gil, L., Leon, O.A., Cruz, M. and Staia, M. H. (2006). Corrosion performance of duplex treatments based on plasma nitriding and PAPVD TiAlN coating. Surface and Coatings Technology. 201. 4419-4423
- Liu, C and et al. (1995). An a.c impedance study on PVD- coated mild steel with different surface roughness. Surface and Coatings Technology. 76-77(part2). 623-631.
- Lunarska, E., Ageeva, N. and Michalski, J. (1996). Corrosion resistance of plasma-assisted chemical vapour deposition (PACVD) TiN-coated steel in range of aggressive environments. Surface and Coatings Technology. 85. 125-130.
- Mazhar, A.A., Arab, S.T. and Noor, E.A. (2001). The Role of chloride ions and pH the corrosion and pitting of Al-Si alloy. Journal of Applied Electrochemistry. 31. 1131-1140.
- Patel, N.S. and et al. (2010). Corrosion behavior of Ti₂N thin films in various corrosive environments. Journal of Materials and Environmental Science. 1. 34-43.
- Preda, I., Soriano, L., Gutierrez, A., Palacin, S., Fernandez-Garcia, M., Belver, C., Gonzalez-Diaz, N., Vollmer, A., Bressler, P.R., and Sanz J.M. (2005). Electronic structure of TiO₂ nanoparticles as observed by X-ray absorption spectroscopy (XAS). 2nd NanoSpain Workshop. Barcelona.
- Rober, G. t. 1998. Tool Steels. 5th Edition, Materials Park. OH: ASM International.
- Sedriks, A. J. (1996). Corrosion of Stainless Steels. 2nd Edition, John-Wiley & Sons. New York.
- Schedel-Niedrig, Th. (1998). X-Ray absorption spectroscopy: sensitive characterization of (model-) catalysts with the electron yield technique, Fresen. Journal of Analytical Chemistry. 361. 680-682.
- Shew, B.Y., Huang, J.L. and Lii, D.F. (1997). Effects of r.f. bias and nitrogen flow rates on the reactive sputtering of TiAlN films. Thin Solid films. 293. 212-219.

- Souto, R. M. and Alanyali, H. (2000). Electrochemical characteristics of steel coated with TiN and TiAlN coatings. Corrosion science.42. 2201-2211.
- Wasinger, E.C., Groot, F.M.F., Hedman, B., Hodgson, K.O. and Solomon, E.I. (2003). L-edge X-ray Absorption Spectroscopy of Non-Heme Iron Sites: Experimental Determination of Differential Orbital Covalency, Journal of the American Chemical Society. 125. 12894-12906.
- Wongpinij, T. and et al. (2012).The oxidation behaviour of stainless steel AISI 409 coated by decorative nickel-chromium plating.Journal of Metals, Material and Minerals. 22. 45-54.
- Xu L.Y. and et al., 2013 Electrochemical Behavior of Corrosion Resistance of X65/Inconel 625 Welded Joints. International Journal of Electrochemical Science. 8. 2069 – 2079.
- Yoon, W.S., Kim, K.B., Kim, M.G., Lee, M.K., Shin, H.J., Lee, J.M., Lee, J.S. and Yo, C.H. (2002). Oxygen contribution on Li- ion intercalation-deintercalation in LiCoO₂ investigated by OK-edge and Co L-edge X- ray absorption spectroscopy, The Journal of Physical Chemistry B. 106. 2526-2532.

ภาคผนวก ก

แฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS-card

ตารางที่ ก.1 JCPDS-card ของสารประกอบ TiAlN_2 ($\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$)

PDF # 97 -060-8638: QM=Calculated; d=Calculated; I=(Unknown)				PDF Card									
Aluminum Titanium Nitride (1/1/2) ₂													
(AlTi)N ₂													
Radiation=CuKa1		Lambda=1.5406		Filter=									
Calibration=		2T=37.135-62.662		I/Ic(RIR)=3.6									
Ref: Calculated from FIZ#608638(03/10/09) by Jade													
Cubic, Fm3m (225)				Z=2									
CELL: 4.19x4.19x4.19 <90.0x90.0x90.0>				P.S=									
Density(c)=4.632		Density(m)=		Mwt=		Vol=73.8							
Ref: I bid													
NOTE: FIZ#608638: " Phase formation and characterization of hard coating in the Ti-Al-N system prepare by the cathodic arc ion pting method", Ikeda, T.; Satoh, H., Thin Solid Film. V195 (1991) 99-110, Metals Sdata Record: INT=count; APP=diffractionmeter. Metals Solute Record: Al _x N _{1-x} , x=0.07, a=0.4259-0.4168 nm, linear dependence, (information taken from fig are). Metals composition/sof details M= Al,Ti. Structure type: NaCl. X-ray diffraction from single crystal \N. No R value given in the paper. At least one temperature factor missing in the paper.													
Strong Lines: 2.10/X 1.48/5 2.42/5													
3 Lines Wavelength to compute Theta = 1.54059A(Cu), 1%-Type = ()													
#	d(A)	I(f)	(hkl)	2-Theta	Theta	1/(2d)	#	d(A)	I(f)	(hkl)	2-Theta	Theta	1/(2d)
1	2.4214	48.0	(111)	37.098	18.549	0.2065							
2	2.0970	100.0	(200)	43.102	21.551	0.2384							
3	1.4828	52.8	(220)	62.956	31.298	0.3372							

ตารางที่ ก.2 JCPDS-card ของสารประกอบ Fe

Pattern : 00-001-1267		Radiation = 1.540600	
Fe		2th	i
Iron		45.068	100
		65.186	15
		82.352	38
		99.401	10
		117.716	8
		136.273	3
			10
			3
Lattice : Body-centered cubic S.G. : Im-3m (229) a = 2.86070		Mol. weight = 55.85 Volume [CD] = 23.41 Dx = 7.922 Dm = 7.870	
Z = 2			
Deleted and rejected by: Deleted by NBS card. Color: Silvery white Melting point: 1539 Data collection flag: Ambient.			
Hanawalt, et al., Anal. Chem., volume 10, page 475 (1938)			
Radiation : MoK α Lambda : 0.70900 SS/FOM : F7= 6(0.1640,7)		Filter : Beta d-sp : Not given	

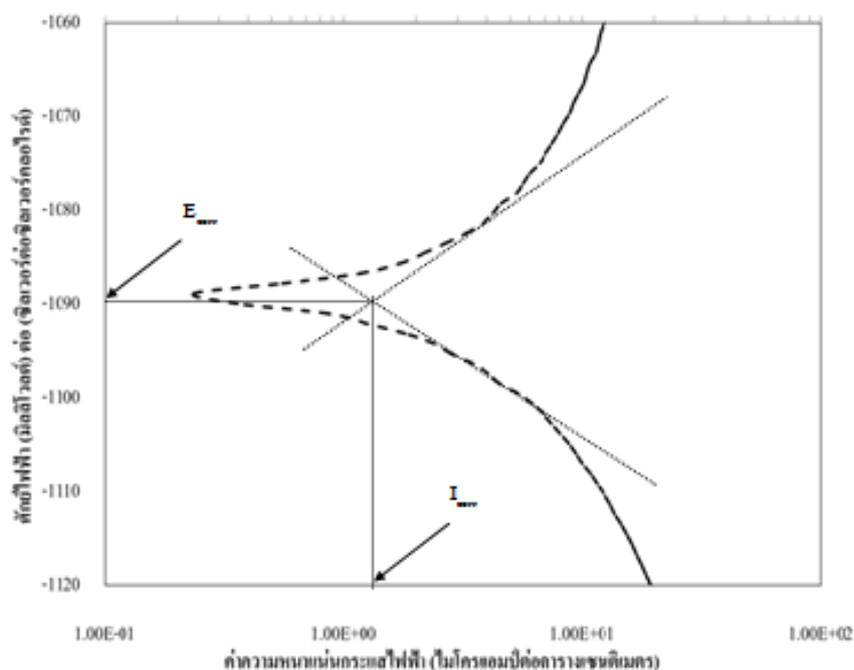
ตารางที่ ก.3 JCPDS-card ของสารประกอบ TiN

Pattern : 38-1420		Radiation = 1.540600				
TiN		2θ	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>j</i>
Titanium Nitride Osbornite - syn		36.663	72	1	1	1
		42.597	100	2	0	0
		61.814	45	2	2	0
		74.070	19	3	1	1
		77.964	12	2	2	2
		93.173	5	4	0	0
		104.677	6	3	3	1
		108.811	14	4	2	0
		125.678	12	4	2	2
		141.320	7	5	1	1
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 61.91				
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 76.32				
a = 4.24173		Dx = 5.388				
Z = 4						
<p>Sample source or locality: The sample was obtained from City Chemical Corporation, New York, USA. Color: Dark greenish brown Temperature of data collection: The mean temperature of data collection was 26.2 C. Additional pattern: To replace 6-842 (2) Analysis: No impurity found by SEM with Energy Dispersive Spectrometer (EDS) Structure: The structure was determined by Christensen (1) Data collection flag: Ambient</p>						
<p>Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paratzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS, Gaithersburg, MD, USA., ICDD Grant-in-Aid (1997). CAS Number: 12033-66-8</p>						
Radiation : CuK α 1		Filter : Monochromator crystal				
Lambda : 1.54060		d-sp : Diffractometer				
SS/FOM : F10=176(0.0057,10)		Internal standard : Si				

ภาคผนวก ข

**การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกั้ดกร่อน
ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกั้ดกร่อน
และการคำนวณอัตราการกั้ดกร่อน**

การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}), ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr}) และค่าอัตราการกัดกร่อน (R_{mpy}) โดยประมวลผลจากรูปของเส้นโค้งโพลาไรเซชันของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI4140 ชิ้นงานเหล็กกล้า AISI4140 ที่ไม่เคลือบผิว (A4140) และชิ้นงานเหล็กกล้า AISI4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์ (TiAlN-250nm, TiAlN-500nm และ TiAlN-750nm)



รูปที่ ข.1 การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

โดยใช้การวิเคราะห์แบบ Tafel จะทำให้ได้จุดตัดของ ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr}) ดังแสดงในรูปที่ ข.1 ซึ่งค่าที่ได้นี้จะถูกนำไปใช้ในการคำนวณหาค่าอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานต่อไป

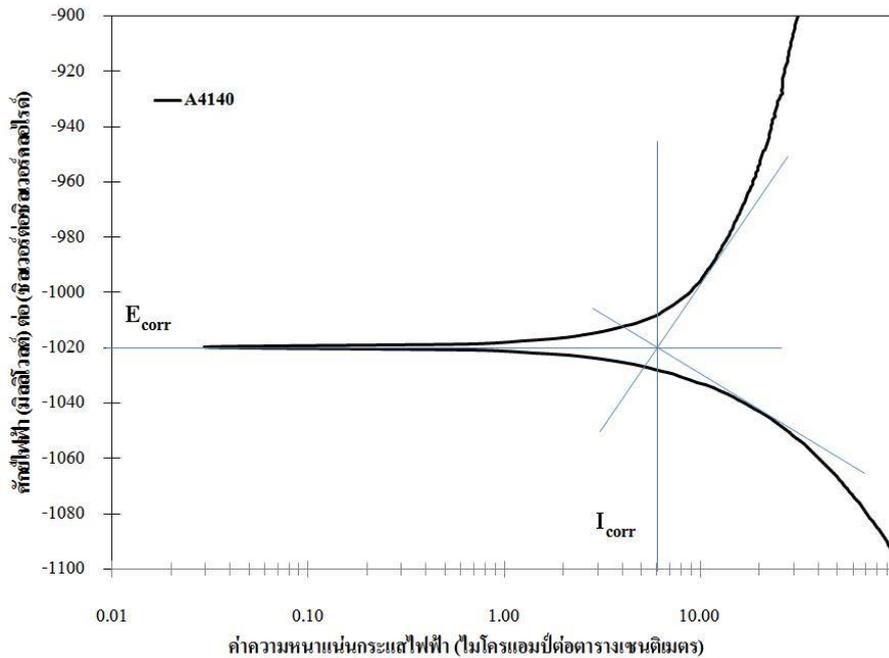
**การคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI4140 ที่ไม่ถูกเคลือบผิว และ
ชิ้นงานเหล็กกล้า AISI4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์**

การคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนสามารถหาได้จากการนำค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า
การกัดกร่อนที่อ่านได้จากเส้นโค้งโพลาไรเซชัน, น้ำหนักสมมูลของโลหะ และความหนาแน่นของ
โลหะ แทนลงในสมการที่ ข.1 โดยค่าอัตราการกัดกร่อนที่คำนวณได้จะแสดงผลในหน่วยมิลลิเมตร
ต่อปี

$$R_{\text{mm/year}} = (0.00327 * I_{\text{corr}} * e) / \rho \quad (\text{ข.1})$$

โดยที่	$R_{\text{mm/year}}$	คือ	อัตราการเกิดการกัดกร่อน (มิลลิเมตรต่อปี)
	I_{corr}	คือ	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (ไมโครแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร)
	e	คือ	น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะ
	ρ	คือ	ความหนาแน่นของโลหะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

ตัวอย่างในการคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI 4140 ที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 2



รูปที่ ข.2 การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

จากรูปที่ ข.2 การวิเคราะห์แบบ Tafel จะทำให้ได้จุดตัดของ ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr})

โดย

ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) เท่ากับ -1020 มิลลิโวลต์

ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr}) เท่ากับ 6 ไมโครแอมป์/ตารางเซนติเมตร

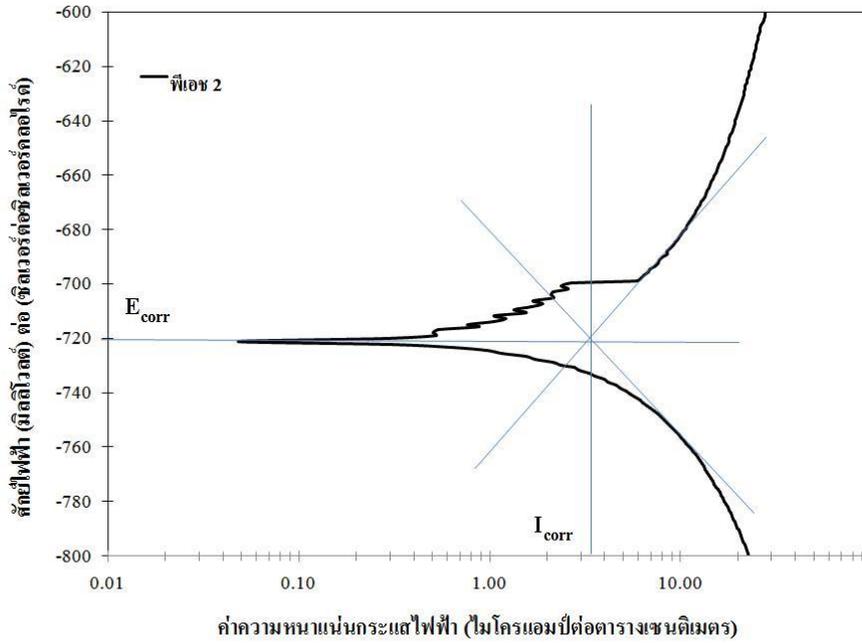
น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะ (e) เท่ากับ 26.62 กรัม

ความหนาแน่นของโลหะ (ρ) เท่ากับ 7.87 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

เมื่อนำค่าที่ได้มาคำนวณหาอัตราการกัดกร่อน โดยแทนค่าลงในสมการที่ ข.1 โดยค่าอัตราการกัดกร่อนที่คำนวณได้แสดงผลในหน่วยมิลลิเมตรต่อปี

$$\begin{aligned} R_{\text{mm/year}} &= (0.00327 * 6 * 26.62) / 7.87 \\ &= 0.0663 \text{ มิลลิเมตรต่อปี} \end{aligned}$$

ตัวอย่างในการคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานเหล็กกล้า AISI4140 ที่ถูกเคลือบผิวด้วยฟิล์ม ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์ ที่ถูกทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนักที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 2



รูปที่ ข.3 การหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

จากรูปที่ ข.3 การวิเคราะห์แบบ Tafel จะทำให้ได้จุดตัดของ ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr})

โดย

ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) เท่ากับ -720 มิลลิโวลต์

ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน เท่ากับ 3.5 ไมโครแอมป์/ตารางเซนติเมตร

การคำนวณน้ำหนักกรัมสมมูลของชั้นเคลือบ TiAlN (ASTM G102-89, 1999)

ตารางที่ ข.1 ส่วนผสมเคมีของชั้นเคลือบ ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนตรายด์(เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)

ชั้นเคลือบ TiAlN	ไทเทเนียม (Ti)	อะลูมิเนียม (Al)	ไนโตรเจน (N)
(เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)	33.53	6.74	59.73
เลขออกซิเดชัน	5+	3+	4+

Electron equivalent (Q) สำหรับ 1 กรัมของชั้นเคลือบ TiAlN

$$Q = \sum \frac{n_i f_i}{W_i}$$

โดยที่	n_i	คือ	เวเลนซ์อิเล็กตรอนของธาตุนั้นๆ ในโลหะผสม
	f_i	คือ	สัดส่วนน้ำหนักของธาตุนั้นๆ ในโลหะผสม
	W_i	คือ	น้ำหนักอะตอมของธาตุนั้นๆ ในโลหะผสม

$$Q = \frac{33.53}{14.007} \times 5 + \frac{6.74}{26.981} \times 3 + \frac{59.73}{47.8674} \times 5 = 17.709 \text{ กรัม}$$

น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะผสม (e) $100/17.709$ เท่ากับ 5.65 กรัม

น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะ (e)	เท่ากับ 5.65 กรัม
ความหนาแน่นของโลหะ (ρ)	เท่ากับ 4.81 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

เมื่อนำค่าที่ได้มาคำนวณหาอัตราการกัดกร่อน โดยแทนค่าลงในสมการที่ ข.1 โดยค่าอัตราการกัดกร่อนที่คำนวณได้แสดงผลในหน่วยมิลลิเมตรต่อปี

$$\begin{aligned} R_{\text{mm/year}} &= (0.00327 * 3.5 * 5.65) / 4.81 \\ &= 0.0134 \text{ มิลลิเมตรต่อปี} \end{aligned}$$

ภาคผนวก ค

ส่วนหนึ่งของรายงานการวิจัยที่ได้รับการเผยแพร่

รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการเผยแพร่

1. Thipusa Wongpinij, Pornwasa Wongpanya, Chanan Euaruksakul, Pat Photongkam, Nirun Witit-anun. Corrosion Behavior of TiAlN film on AISI 4140 Steel, Journal of Metals, Materials and Minerals, Vol. 23, No. 2, December (2013), pp. 59-65.

ประวัติคณะผู้วิจัย

1. นางสาวพรวิสา วงศ์ปัญญา สำเร็จการศึกษา Doktor-Ingenieur in Mechanical Engineering จาก Helmut-Schmidt-Universität, Germany เมื่อปี พ.ศ. 2551 ปัจจุบันทำงานในตำแหน่งอาจารย์ประจำสาขาวิศวกรรมโลหการ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อำเภอเมืองนครราชสีมา จังหวัดนครราชสีมา 300000

2. นายนิรันดร์ วิทิตอนันต์ สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี เมื่อปี พ.ศ. 2553 ปัจจุบันทำงานในตำแหน่งอาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยบูรพาอำเภอเมือง จังหวัดชลบุรี 20131

3. นายชนรรค์ เอื้อรักสกุล สำเร็จการศึกษา Ph.D. in Electrical and Computer Engineering จาก University of Wisconsin – Madison ปัจจุบันทำงานในตำแหน่งผู้จัดการระบบลำเลียงแสง BL3.2b: PEEM สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน) อำเภอเมืองนครราชสีมา จังหวัดนครราชสีมา 30000