

บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 สารเคมี

ส่วนประกอบในน้ำยาชุบสังกะสีด้วยไฟฟ้าเกิดการคัดสรรระบบต่างๆ มีดังนี้

น้ำยาชุบระบบไซยาไนด์

Zinc oxide	30 g/L
Sodium cyanide (NaCN)	65 g/L
Sodium hydroxide (NaOH)	60 g/L
CYZN-550 (Additive)	2.5 ml/L

น้ำยาชุบระบบกรด

Zinc Chloride	50 g/L
Ammonium Chloride	210 g/L
COLSID K-251 (Carrier)	30 ml/L
COLSID K-251 (Brightener)	1.25 ml/L
pH	5.0

น้ำยาชุบระบบต่าง

Zinc metal	10.4 g/L
Sodium hydroxide	123 g/L
Zimex E-100 A (Carrier)	7.5 ml/L
Zimex E-100 B1 (Brightener)	1.0 ml/L

2.2 วิธีการทดลอง

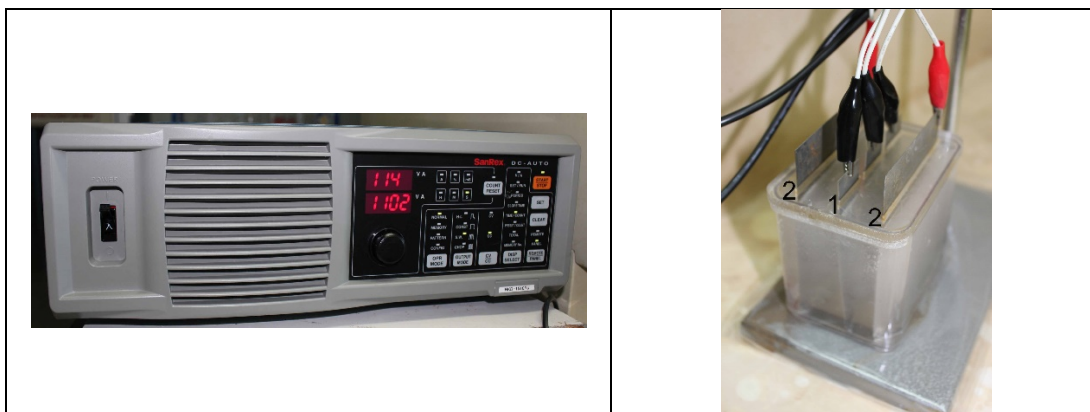
2.2.1 การเตรียมชิ้นงาน

เตรียมชิ้นงานแผ่นเหล็ก ความหนา 0.4 มิลลิเมตร ขนาด 2×10 เซนติเมตรทำการล้างไขมันออกจากชิ้นงานโดยแช่ใน 10% w/w NaOH ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที ล้างน้ำประปา แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจากนั้นทำความสะอาดแผ่นเหล็กด้วยการแช่ในสารละลาย 14% w/w HCl ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5 นาที ล้างน้ำประปา แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น

2.2.2 การทดลองชุบสังกะสีบนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้า

เตรียมน้ำยาชุบสังกะสีระบบกรด ระบบไซยาไนด์ และระบบต่าง ปริมาตร 280 มิลลิลิตร โดยมีส่วนประกอบดังตารางที่ 2.1 นำแผ่นเหล็กที่เตรียมผิวแล้วแช่ลงในน้ำยา จากนั้นต่อวงจรไฟฟ้าเข้ากับเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้าเพื่อทำการชุบสังกะสี โดยหมายเลข 1 เป็นขั้วแคโทด (ขั้วลบ) ใช้แผ่นเหล็กขนาด กว้าง×ยาว เท่ากับ 2.0×10.0 เซนติเมตร จำนวน 3 แผ่น

สำหรับการชุบเคลือบ หมายเลข 2 เป็นขั้วแอโนด (ขั้วบวก) ซึ่งในระบบไฮยาโนด์ และระบบกรด ใช้แผ่นสังกะสีขนาด กว้าง×ยาว เท่ากับ 3.2×5.0 เซนติเมตร จำนวน 2 แผ่น เป็นขั้วแอโนด ส่วนระบบต่างใช้แผ่นเหล็กขนาด กว้าง×ยาว เท่ากับ 3.2×5.0 เซนติเมตร จำนวน 2 แผ่น เป็นขั้วแอโนด แสดงในรูปที่ 2.1 ทำการชุบโดยใช้รูปแบบการจ่ายกระแสไฟฟ้า 3 ชนิด คือ กระแสตรง, กระแสแบบพัลส์ (current on time 18 ms, current off time 18 ms), กระแสแบบ Sine wave โดยใช้ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 1 A/dm², 2 A/dm² และ 4 A/dm² ระยะเวลาการชุบ 10, 20, 30 และ 40 นาที เมื่อชุบเสร็จ แล้วนำชิ้นงานออกจากน้ำยาชุบ ล้างน้ำ ทำให้แห้ง



รูปที่ 2.1 เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้าและเซลล์ที่ใช้ในการชุบเคลือบสังกะสีบนแผ่นเหล็ก

ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบในน้ำยา และภาวะที่ใช้ในการชุบสังกะสีด้วยไฟฟ้าระบบไฮยาโนด์ ระบบกรดและระบบต่าง

ภาวะในการชุบ	ระบบไฮยาโนด์	ระบบกรด	ระบบต่าง
Base	ZnO 30 g/L	ZnCl ₂ 50 g/L	Zinc metal 10.4 g/L
	NaCN 65 g/L	NH ₄ Cl ₂ 10 g/L	NaOH 123 g/L
	NaOH 60 g/L		
Additives	CYZN-550 2.5 ml/L	Carrier 30 ml/L	Carrier 7.5 ml/L
		Brightener 1.25 ml/L	Brightener 1.0 ml/L
Anode	Zn	Zn	Steel
Current density	1, 2, 4 A/dm ²	1, 2, 4 A/dm ²	1, 2, 4 A/dm ²
Temperature	25 °C	25 °C	25 °C
Time	10, 20, 30, 40 min	10, 20, 30, 40 min	10, 20, 30, 40 min

2.3 การวิเคราะห์ทดสอบ

2.3.1 ตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของชั้นเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) จากบริษัท Jeol รุ่น JSM-6400 และวัดความหนาของชั้นเคลือบสังกะสีด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) บริษัท Fischer รุ่น XUV773

2.3.2 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกของชั้นเคลือบด้วยเครื่อง X-ray diffractometer จากบริษัท Philips รุ่น PW3719 ที่มุม $0 - 80$ องศา 2θ โดยใช้โปรแกรม MDI JADE 6.5 ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของชั้นเคลือบ จากนั้นทำการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การจัดเรียงตัวผลึก (texture coefficient, Tc) โดยใช้สมการดังนี้

$$\text{Texture coefficient} = \frac{\frac{I_{hkl}}{I_{hkl}^0}}{\frac{1}{n} \sum \frac{I_{hkl}}{I_{hkl}^0}}$$

โดยที่ I_{hkl} คือ ความสูงของพีกนั้นๆ

ส่วน I_{hkl}^0 คือ ความสูงของพีกที่ได้จากสารมาตรฐาน (ซึ่งในที่นี้หมายถึงผงสังกะสีมาตรฐาน)

$\sum I_{hkl}$ และ $\sum I_{hkl}^0$ คือ ผลรวมของความสูงของทุกพีกที่ปรากฏบน diffractogram

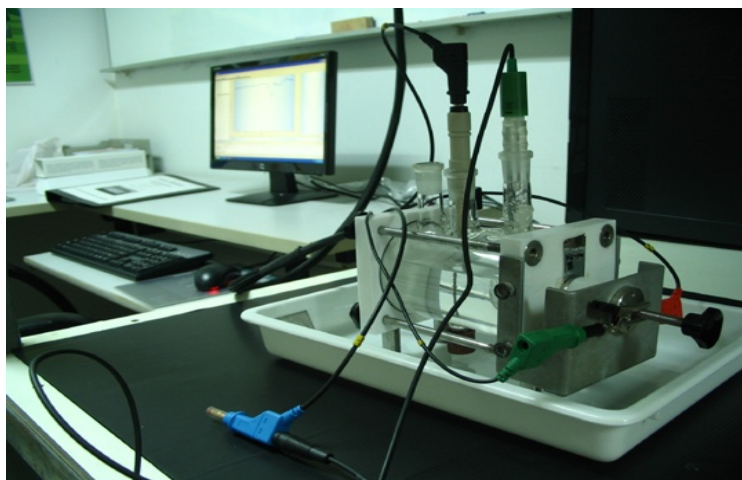
n คือ จำนวนพีกที่ปรากฏบน diffractogram

2.3.3 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า

■ ทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของแผ่นเหล็กชุบสังกะสีด้วยไฟฟ้าที่ใช้สารเคมีเชิงพาณิชย์ในระบบไฮยาโนด์ ระบบกรด และระบบด่าง ในสารละลายไฮเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิค Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) และ Linear polarization โดยใช้เครื่อง Potentiostat Model : μ Autolab Type III โดยใช้โปรแกรม NOVA version 1.11.2 โดยมีค่าพารามิเตอร์ ดังนี้

- วัดค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด (OCP) เป็นเวลา 600 วินาที
- ความถี่การวัดในช่วง $0.01 - 100,000$ Hz, ค่าแอมพลิจูด 0.01 โวลต์, Integration time 0.125 วินาที
- การวัดค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด (OCP) เป็นเวลา 300 วินาที
- ค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น (start potential) เท่ากับ -0.25 โวลต์จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด
- ค่าศักย์ไฟฟ้าสิ้นสุด (stop potential) 1.5 โวลต์จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด
- อัตราการเพิ่มความต่างศักย์ (scan rate) 0.001 โวลต์/วินาที

■ ติดตั้งชิ้นงานที่เซลล์ทดสอบ โดยใช้ Platinum Rod เป็น Counter electrode ใช้ Saturated calomel electrode (SCE) เป็น Reference electrode และติดตั้งผ่านสะพานเกลือ (Salt bridge) แล้วเทสารละลาย NaCl ปริมาตร 300 ml ลงในเซลล์ทดสอบ



รูปที่ 2.2 ชุดอุปกรณ์ทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอมิเตอร์

2.3.4 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนด้วยวิธีจำลองสภาวะในเครื่อง Salt spray อ้างอิงตามมาตรฐาน ASTM B117

ทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของแผ่นเหล็กชุบสังกะสีด้วยไฟฟ้าที่ใช้สารเคมีเชิงพาณิชย์ในระบบกรดระบบไฮยาไนต์และระบบต่าง ด้วยเครื่องทดสอบการกัดกร่อนแบบละอองเกลือ (Q-FOG, CCT600) อ้างอิงตามมาตรฐาน ASTM B117 เป็นระยะเวลา 240 ชั่วโมง โดยก่อนการทดสอบ ตรวจสอบลักษณะผิวและคราบสนิมบนชิ้นงาน จากนั้นวางชิ้นงานท่ามุม 30 องศาบนชั้นวางอุปกรณ์ โดยใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนักค่าความเป็นกรดต่างในช่วง 6.5 ถึง 7.2 เป็นสารละลายในการทดสอบ ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 35 ± 1 องศาเซลเซียส เมื่อเวลาการทดสอบผ่านไป ทุก ๆ 24 ชั่วโมง ตรวจพิจารณาการเปลี่ยนแปลงบนพื้นผิวชิ้นงาน โดยนำชิ้นงานออกจากเครื่องทดสอบ ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยน้ำอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ถ่ายรูปชิ้นงานที่เวลาการทดสอบผ่านไป 1, 48, 120 และ 240 ชั่วโมงตามลำดับ



รูปที่ 2.3 เครื่องทดสอบการกัดกร่อนแบบละอองเกลือและลักษณะการวางชิ้นงานทดสอบ