บทที่ 3
ระเบียบวิธีวิจัย

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้สำหรับทำงานวิจัย

ในการศึกษางานวิจัยนี้จำเป็นต้องใช้เครื่องมือต่าง ๆ ในการเตรียมชิ้นงาน การเตรียมผิวชิ้นงาน และการวิเคราะห์ตรวจดูโครงสร้างและเฟสต่างๆ ซึ่งเครื่องมือที่มีความจำเป็นได้แก่

3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน ได้แก่

3.1.1.1 แผ่นเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ

3.1.1.2 เตาหลอมสังกะสี

3.1.1.3 ด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ NaOH 10%wt

3.1.1.4 กรดไฮโดรคลอริก HCl 14%wt

3.1.1.5 สารละลายสำหรับชุบเคลือบนิกเกิล Watts bath

3.1.1.6 น้ำยาประสานทั่วไป $ZnCl_2 \cdot 3NH_4Cl$

3.1.1.7 เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า

3.1.1.8 แผ่นพลาตินัม

3.1.2 อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมผิวชิ้นงานเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค ได้แก่

3.1.2.1 กระดาษทรายขัด เบอร์ 320, 600, 800, 1200, 2500 และ 4000

3.1.2.2 ผงเพชรขนาด 3 และ 1ไมครอน

3.1.2.3 เครื่องขัดผิวโลหะ

3.1.2.4 เครื่องตัดชิ้นตัวอย่างความเร็วต่ำ (Low speed cutting Machine)

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์ตรวจดูโครงสร้างและเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้นภายในและสมบัติของชิ้นงานหลังจากชุบสังกะสี ได้แก่

3.1.3.1 เครื่องทดสอบความคงทนต่อละอองน้ำเกลือ (Salt Spray Tester)

3.1.3.2 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical Microscope, OM) ใช้ศึกษาลักษณะโครงสร้างเบื้องต้นของเฟสที่เกิดหลังการชุบสังกะสี

3.1.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิง (Scanning Electron Microscope, SEM) ใช้ศึกษาลักษณะและโครงสร้างของเฟสที่เกิดขึ้น

3.1.3.4 เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุด้วยการวิเคราะห์การกระจายพลังงาน (Energy dispersive spectroscopy, EDS) ใช้วัดปริมาณองค์ประกอบของธาตุในแต่ละเฟสของชั้น intermediate

3.1.3.5 เครื่องโพเทนชิโอมิเตอร์ (Potentiometer) และชุดอุปกรณ์ทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอมิเตอร์เพื่อศึกษาสมบัติความต้านทานการกัดกร่อน

3.2 ระเบียบวิธีการวิจัย

ก่อนที่จะทำการผลิตสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยการเคลือบชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้าทุกครั้งนั้น แผ่นเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำจะต้องผ่านการเตรียมผิวก่อนด้วยการล้างคราบไขมันซึ่งจะนำแผ่นเหล็กไปแช่ในด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 wt% ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 10 นาทีแล้วล้างด่างออกให้หมดด้วยน้ำ จากนั้นจึงนำไปกำจัดออกไซด์ของเหล็กออกด้วยการแช่ในกรดไฮโดรคลอริก 14 wt% เป็นเวลา 20 นาทีแล้วจึงล้างกรดออกให้หมดด้วยน้ำซึ่งจะทำให้ได้ผิวของเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำที่บริสุทธิ์ โดยเหล็กที่ได้จะต้องนำมาผลิตชั้นรองพื้นนิกเกิลซึ่งเป็นกระบวนการต่อไปทันทีเพื่อป้องกันการกลับมาเกิดสนิม ในการผลิตชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้าชิ้นงานที่เป็นแผ่นเหล็กซึ่งผ่านการเตรียมผิวจะทำหน้าที่เป็นแคโทดและมีแผ่นพลาตินัมทำหน้าที่เป็นแอโนดซึ่งทั้งคู่จุ่มอยู่ในสารละลายอิเล็กโตรไลต์ Nickel Watts bath ซึ่งประกอบด้วย

นิกเกิลซัลเฟต ($NiSO_4 \cdot 6H_2O$)	300 g/L
นิกเกิลคลอไรด์ ($NiCl \cdot 6H_2O$)	45 g/L
กรดบอริก (H_3BO_3)	45 g/L

โดยมีการควบคุมอุณหภูมิของสารละลายอิเล็กโตรไลต์ไว้ที่ 65 °C และมีการกวนสารละลายด้วย magnetic stirrer หลังจากนั้นเหล็กที่มีชั้นรองพื้นนิกเกลจะถูกทำให้แห้งก่อนจะเข้าสู่กระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนต่อไป

3.2.1 การศึกษากระบวนการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยมีการเคลือบชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้า

3.2.1.1 การผลิตเหล็กชุบสังกะสีด้วยการเคลือบชั้นรองพื้นด้วยไฟฟ้ากระแสต่อเนื่อง

ทำการผลิตชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยการชุบไฟฟ้ากระแสต่อเนื่อง 0.1 A/cm^2 ให้มีความหนา 6 μm ในสารละลายอิเล็กโตรไลต์นิกเกิล โดยวางชิ้นงานซึ่งทำหน้าที่เป็นแคโทดให้ขนานกับแผ่นอิเล็กโตรดพลาตินัมซึ่งทำหน้าที่เป็นแอโนด

3.2.1.2 การผลิตเหล็กชุบสังกะสีด้วยการเคลือบชั้นรองพื้นด้วยไฟฟ้ากระแสพัลส์

ทำการผลิตชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยการชุบไฟฟ้ากระแสพัลส์ โดยกระแสประสิทธิผล 0.115 A/cm^2 ซึ่งมีรูปแบบการจ่ายกระแสต่อเนื่องเป็นเวลา 20 ms แล้วหยุดให้กระแส 3 ms ให้มีความหนา 6 μm โดยวางชิ้นงานซึ่งทำหน้าที่เป็นแคโทดให้ขนานกับแผ่นอิเล็กโตรดพลาตินัมซึ่งทำหน้าที่เป็นแอโนด

3.2.1.3การผลิตเหล็กชุบสังกะสีโดยวิธีดั้งเดิมด้วยการใช้น้ำยาเชื่อมประสานทั่วไป ($ZnCl_2 \cdot 3NH_4Cl$) เพื่อเป็นชิ้นงานเปรียบเทียบ

ผลิตเหล็กชุบสังกะสีโดยวิธรดั้งเดิมโดยแผ่นเหล็กจะถูกนำไปจุ่มในน้ำยาเชื่อมประสานและถูกอบให้แห้งก่อนนำไปชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนต่อไป

จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ทั้งหมด 3 ชุดมาชุบสังกะสีที่อุณหภูมิสังกะสีหลอมเหลว 450 °C เป็นเวลา 1 นาที แล้วจึงนำไปศึกษาโครงสร้างเบื้องต้น

3.2.2 การศึกษาการพัฒนาของโครงสร้างจุลภาคและเฟสที่เกิดขึ้น

3.2.2.2 การศึกษาโครงสร้างและเฟสของเหล็กชุบสังกะสีที่เปลี่ยนแปลงไปตามความหนาของชั้นรองพื้นนิกเกิล

ผลิตเหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยการเคลือบชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้าโดยทำการแปรเปลี่ยนความหนาของชั้นรองพื้นนิกเกิลที่ 3, 6 , 9 และ 12 μm โดยที่ระยะเวลาในการจุ่มร้อนถูกคงไว้ที่ 1 นาที

3.2.2.1 การศึกษาโครงสร้างและเฟสของเหล็กชุบสังกะสีที่เปลี่ยนแปลงไปตามระยะเวลาในการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อน

ผลิตเหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยการเคลือบชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้าโดยทำการคงที่ความหนาของชั้นรองพื้นนิกเกิลไว้ที่ค่าหนึ่งแต่แปรเปลี่ยนระยะเวลาในการชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนที่ 10 วินาที, 1 นาที, 3 นาที และ 6 นาที

ชิ้นงานทั้งหมดจะถูกนำไปทดสอบโครงสร้างจุลภาคและวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นต่อไป

3.2.3 สมบัติของเหล็กชุบสังกะสี

3.2.3.1 การทดสอบการดัดโค้ง (T-Bend Flexibility Test)

เลือกชิ้นงานเหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยการเคลือบชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้ามา 1 ตัวอย่างแล้วยึดชิ้นงานด้วยตัวจับชิ้นงาน จากนั้นจึงทำการดัดโค้งชิ้นงานไป 90 องศา แล้วทำการดัดโค้งกลับมาที่ตำแหน่งเดิมอีกครั้ง โดยโครงสร้างทางกายภาพและจุลภาคของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปขณะถูกดัดโค้งทำมุม 90 องศาและขณะดัดโค้งกลับมาที่ตำแหน่งเดิมจะถูกศึกษาจากภาพตัดขวางของชิ้นงานเปรียบเทียบกับชิ้นงานเหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยวิธีดั้งเดิม

3.2.3.2 สมบัติความต้านทานต่อการกัดกร่อน

3.2.3.2.1 การทดสอบความคงทนต่อละอองน้ำเกลือ (Salt Spray Tester)

เลือกชิ้นงานเหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดยการเคลือบชั้นรองพื้นนิกเกิลด้วยไฟฟ้ามา 1 ชุดเพื่อทำการเปรียบเทียบกับเหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนโดนวิธีดั้งเดิมโดยวางชิ้นงานไว้ในเครื่องทดสอบความคงทนต่อละอองน้ำเกลือ ซึ่งสภาวะและวิธีในการทดสอบเป็นไปตาม ASTM B117 และทำการเก็บชิ้นงานมาเพื่อตรวจสอบการเกิดสนิมแดงตามระยะเวลาที่เหมาะสม

3.2.3.2.2 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนโดยเทคนิคโพเทนซิโอไดนามิกส์ (Potentiodynamic)

เลือกชิ้นงานมาทำการเก็บไว้ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5 wt% เป็นระยะเวลา 0-3 สัปดาห์ ทำแล้วติดตามพฤติกรรม การกัดกร่อนของชั้นเคลือบในแต่ละชั้นด้วยเทคนิคโพเทนซิโอไดนามิกส์ซึ่งในการการทดสอบนั้นชิ้นงานขนาดพื้นที่ 2 ตารางเซนติเมตรทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าแอโนดและมีแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าคาโทด โดยที่ขั้วไฟฟ้าทั้งสองอยู่ในสารละลายเกลือที่เป็นอิเล็กโทรไลต์โซเดียมคลอไรด์ 5 % ทดสอบเทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงมาตรฐานชนิด Saturated Calomel Electrode, SCE โดยตั้งค่าโปรแกรมการทดสอบดังนี้

- วัดค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด (Open Circuit Potential, OCP) เป็นเวลา 900 วินาที
- กำหนดให้อัตราการเพิ่มความต่างศักย์ (Scan rate) เท่ากับ 0.001 โวลต์ต่อวินาที ค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น (Start potential) เท่ากับ -0.250 โวล์ตเทียบกับ SCE, (V v.s SCE) จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด และค่าศักย์ไฟฟ้าสุดท้าย (Stop potential) เท่ากับ 0.750 V v.s SCE จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด

3.2.3.2.3 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของแต่ละชั้นเคลือบโดยเทคนิคกัลวาโนสแตติกและโพเทนซิโอไดนามิกส์ (Galvanostatic and Potentiodynamic)

เลือกชิ้นงานเพื่อเป็นตัวอย่างทดสอบสมบัติความต้านทานการกัดกร่อบของแต่ละชั้นเคลือบ จากนั้นทำการลอกชั้นเคลือบของเหล็กชุบสังกะสีออก ในแต่ละชั้นด้วยเทคนิคกัลวาโนสแตติกโดยมีการจ่ายกระแสไฟฟ้า 3 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตรด้วยเครื่องโพเทนซิโอมิเตอร์ของบริษัท Eco Chemie รุ่น FRA2 μAutolab Type III และติดตามพฤติกรรมการกัดกร่อนของชั้น

เคลือบจนกระทั่งชิ้นงานเกิดสนิมแดงของเหล็กจึงหยุดการทดสอบ จากนั้นจึงทดสอบสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนของชั้นเคลือบแต่ละชั้นการกัดกร่อนของชั้นด้วยเทคนิค โพเทนซิโอไดนามิกส์ โดยตั้งค่าโปรแกรมการทดสอบดังหัวข้อที่แล้ว