

บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง

3.1 เตรียมชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์ XPS ขนาด 20 X 10 X 3 มิลลิเมตร และชิ้นงานเพื่อวัดเส้นโพลาไรเซชัน 1 ชั้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร จากเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304L ซึ่งมีส่วนผสมทางเคมี คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ดังต่อไปนี้

C = 0.026% , Cr = 18.9% , Ni = 9.42% , Mn = 1.32% , Si = 0.43% ,
S = 0.013% , P = 0.051% , Mo = 0.355% , Co = 0.137% , Al < 0.002% ,
Fe ที่เหลือ

3.2 ขัดด้วยกระดาษทรายจนถึงเบอร์ 800 ทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่น และล้างในอะซิโตนด้วยเครื่องทำความสะอาดอุลตราโซนิค ปล่อยให้แห้งแล้วเก็บในเดสซิเคเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3 จุ่มชิ้นงานในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก สารละลายโซเดียมคลอไรด์ และสารละลายผสมระหว่างกรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมคลอไรด์ เป็นเวลา 120 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิต่าง ๆ ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงความเข้มข้นและอุณหภูมิของสารละลายต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ศึกษาผลของ	สารละลาย	อุณหภูมิ (°C)
ก. ความเข้มข้นของ HCl	HCl = 0.01 , 0.1 , 0.4 , 1 และ 4 โมล/ลิตร	30
ข. ความเข้มข้น NaCl	NaCl = 0 , 0.1 , 0.1 , 1 และ 4 โมล/ลิตร	30
ค. ความเข้มข้นของ Cl ⁻ ที่ความเข้มข้นของ H ⁺ คงที่	NaCl = 0 , 0.3 , 0.9 และ 3.9 โมล ผสม HCl = 0.1 โมล ในสารละลาย 1 ลิตร	30
ง. ความเข้มข้นของ H ⁺ ที่ความเข้มข้นของ Cl ⁻ คงที่	HCl = 0 , 0.01 , 0.1 และ 1 โมล ผสม NaCl ที่ Cl ⁻ = 1 โมล ในสารละลาย 1 ลิตร HCl = 0 , 0.01 , 0.1 , 1 และ 4 โมล ผสม NaCl ที่ Cl ⁻ = 4 โมล ในสารละลาย 1 ลิตร	30
จ. อุณหภูมิ	HCl 0.1 และ 1 โมล/ลิตร , NaCl 1 โมล/ลิตร HCl 0.1 โมลผสม NaCl 0.9 โมลในสารละลาย 1 ลิตร	30 , 50 , 80

3.4 นำชิ้นงานขึ้นจากสารละลาย ทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่น และล้างในอะซิโตน ด้วยเครื่องทำความสะอาดอุลตราโซนิค ปล่อยให้แห้ง แล้วเก็บในเดสซิเคเตอร์อย่างน้อย 24 ชั่วโมง

3.5 วิเคราะห์ผิววัสดุด้วยเครื่อง XPS โดยมีสภาวะการใช้งานในขณะวิเคราะห์ ดังต่อไปนี้

3.5.1 แหล่งกำเนิด X-ray		MgK α
- สักย์การเร่ง (VX)	10	กิโลโวลท์
- กระแสการเร่ง (IX)	20	mA
3.5.2 พื้นที่การวิเคราะห์	วงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง	6 มิลลิเมตร
3.5.3 เครื่องวิเคราะห์พลังงานจลน์		
- พลังงานผ่าน (pass energy ; ES)	10	eV
- ความกว้างของช่วงวิเคราะห์ (SW)	0.1	eV
- ระยะเวลาสะสมข้อมูล (SI)	200	ms
3.5.4 ปืนอาร์กอนชนิดคอฟแมน (Argon ion sputtering gun ; Kaufman type)		
- ความดันของก๊าซอาร์กอน	0.03	ปาสคาล
- ความต่างศักย์เร่งไอออน	500	โวลท์
- กระแสการเร่งไอออน	8.6	mA
- อัตราการลอกผิว (etching rate) ร้อยละ	30	
- อัตราการลอกผิวของ SiC มาตรฐาน	115	A $^{\circ}$ /นาที่
- อัตราการลอกผิวของ Cr $_2$ O $_3$	18	A $^{\circ}$ /นาที่
- อัตราการลอกผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิด 304	90	A $^{\circ}$ /นาที่

3.6 ทดลองหาเส้นโพลาริเซชันด้วยเครื่องโพเทนทีโอสแตต (Potentiostat) หาค่าศักย์ไฟฟ้าที่วงจรเปิด (Eoc) ความหนาแน่นกระแสของช่วงพาสซีฟ (Ip) และ ศักย์ไฟฟ้าของการเกิดรูพรุน (Ep) จากนั้นนำค่า Eoc , Ip และ Ep ที่ได้เปรียบเทียบกับ ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XPS

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย