บทที่ 3
ขั้นตอนการวิจัย

การวิจัยจะประกอบด้วยขั้นตอนหลัก 3 ขั้นตอนคือ

3.1 การเตรียมชิ้นงานดีบุก

ดีบุกที่ใช้ในการทดลอง มีความบริสุทธิ์ 99.925 % ชิ้นงานดีบุกที่เตรียมขึ้นจะมีขนาดสอดคล้องกับ ตัวจับชิ้นงานของเครื่อง ESCA ซึ่งมีขนาด กว้าง10 mm. ยาว 60 mm. หนา 3-5 mm. โดยชิ้นงานที่เตรียมขึ้นจะมีขนาดกว้าง 10 mm. ยาว 30 mm. หนา 3-5 mm.

ชิ้นงานดีบุกได้จากการหลอมเหลวแท่งดีบุก ด้วยเตาเหนี่ยวนำไฟฟ้า ความถี่สูงในเบ้าหลอมเซรามิก ขนาดเล็ก จากนั้นก็จะเทลงในแบบหล่อซึ่งทำจากปูนพลาสเตอร์โดยบริเวณพื้นด้านล่าง ของแบบใช้ แผ่นอะลูมิเนียม ขัดผิวให้เรียบสร้างให้เป็นส่วนของแบบหล่อชิ้นงานเมื่อเทน้ำดีบุก ที่หลอมเหลวลงในแบบหล่อแล้วทิ้งไว้ 40 วินาที เมื่อชิ้นงานแข็งตัวแล้วก็ทำให้ชิ้นตัวอย่างเย็นตัวอย่างรวดเร็วในน้ำ ซึ่งควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 70 °C

จากนั้นก็นำชิ้นงานขึ้นจากน้ำ แล้วทำให้แห้งโดยใช้เครื่องเป่าลมร้อน เมื่อแห้งแล้วก็จะทำการบัดกรีเชื่อมต่อสายไฟ ทางด้านหลังของชิ้นงานด้วยเครื่องบัดกรี เมื่อเชื่อมต่อสายไฟ เสร็จก็จะใช้แผ่นเทปใส ที่ไม่นำไฟฟ้าปิดพื้นที่ผิวที่จะไปทำการทรีตเมนต์ ส่วนพื้นที่ผิวที่ เหลือจะใช้ ซิลิโคน ที่ไม่นำไฟฟ้าทำการปกคลุมทั้งหมด

จากนั้นก็ทำการทดสอบ ว่าเกิดการรั่วไหลของกระแสไฟฟ้าผ่านพื้นผิวบริเวณใดหรือไม่ โดยนำชิ้นงาทดสอบ จุ่มลงในน้ำ แล้วผ่านกระแสไฟฟ้าไปที่สายไฟ ที่เชื่อมต่อกับชิ้นงานจากเครื่องทดสอบการนำไฟฟ้า โดยสร้างขึ้นจากวงจรอีเลกโทรนิกค์อย่างง่ายเพื่อใช้ตรวจสอบการนำไฟฟ้าของชิ้นงานโดยจะมีกระ แสไฟฟ้าไหลในวงจร 15 ไมโครแอมแปร์ ถ้าซิลิโคนที่ปกคลุมผิวมีรอยรั่ว หรือพื้นที่ที่ปิดด้วยผ้าเทปใสมีรอยรั่ว เกิดขึ้นก็จะทำให้กระแสไฟฟ้าไหล ได้ครบวงจรทำให้เครื่องส่งสัญญาณเตือนว่า พื้นที่ผิวที่ปกคลุมด้วยซิลิโคน หรือบริเวณพื้นที่ที่ปิดด้วยแผ่นเทปใสนั้นมีรอยรั่วอยู่ ก็จะทำการแก้ไขและปกคลุมผิวด้วยซิลิโคนหรือผ้าเทปใสใหม่ แล้วทำการทดสอบใหม่จนกระทั่งไม่เกิดสัญญาณเตือนจากเครื่อง ก็จะได้ชิ้นงานก่อนที่จะไปทำแอโนดิกทรีตเมนต์

เมื่อจะนำชิ้นงานไปทำ แอโนดิกทรีตเมนต์ ก็ จะใช้มีดกรีดเปิดพื้นที่ผิวที่จะทำการทดสอบ โดยนำ แผ่นเทปใสที่ปกคลุมผิวออก เพื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่าน พื้นที่ผิวชิ้นงานที่ กำหนดไว้ 3 cm^2 เท่านั้น

ชิ้นงานดีบุกที่ใช้ในการวิจัยทั้งหมดจะมี 19 ชิ้นแบ่งออกเป็น 3ชุด โดย

ชุดที่1 ประกอบด้วยชิ้นงาน 1A0 , 2A1 , 3A2 , 4A3 , 5A4 และ 6A5 ตามลำดับ ชิ้นงานชุดนี้จะผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ จากนั้นจะทำการวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชั่นด้วย ESCA ร่วมกับเทคนิคการปาดชั้นอะตอม

ชิ้นงานชุดที่ 2 ประกอบด้วยชิ้นงาน 7AC0 , 8AC1 , 9AC2 , 10AC3 , 11AC4 และ 12AC5 ตามลำดับ ชิ้นงานชุดนี้จะผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ และผ่านการทำ แคโทดิกทรีตเมนต์ จากนั้นจะทำการวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชั่นด้วย ESCA

ชิ้นงานชุดที่ 3ประกอบด้วย ชิ้นงาน 14AC0, 15AC1 ,16AC2 , 17AC3 ,18AC4 และ 19AC5 ตามลำดับ ชิ้นงานชุดนี้จะผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ และแคโทดิกทรีตเมนต์ จากนั้นจะนำไปทดสอบความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนร่วมกับชิ้นงาน 13A0 ซึ่งเป็นชิ้นงานดีบุก ที่ไม่ได้ผ่านการทรีตเมนต์

ชิ้นงานชุดที่ 1, 2, 3 จะผ่านการทำแอโนดิกต์ทรีตเมนต์ โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่าดังนี้ 0 , 2 , 3.5 , 5.5 , 7.5 และ 10 โวลต์ตามลำดับ ที่ค่า 0 โวลต์จะไม่มีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านชิ้นงาน (ไม่ได้ผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์)

ตารางที่ 3.1.1 แสดงชิ้นงานทดสอบที่ใช้ในการวิจัย

แสดงชิ้นงานผ่านขั้นตอนการทดสอบ					
ชิ้นที่	ชื่อชิ้นงาน	A	C	ESCAG	CT
1	1A0	X	X	/	X
2	2A1	/	X	/	X
3	3A2	/	X	/	X
4	4A3	/	X	/	X
5	5A4	/	X	/	X
6	6A5	/	X	/	X
7	7AC0	X	/	/	X
8	8AC1	/	/	/	X
9	9AC2	/	/	/	X
10	10AC3	/	/	/	X
11	11AC4	/	/	/	X
12	12AC5	/	/	/	X
13	13A0	X	X	X	/
14	14AC0	X	/	X	/
15	15AC1	/	/	X	/
16	16AC2	/	/	X	/
17	17AC3	/	/	X	/
18	18AC 4	/	/	X	/
19	19AC5	/	/	X	/

/ = ทำการทดสอบ

X = ไม่ได้ทำการทดสอบ

A = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกต์ทรีตเมนต์

C = ชิ้นงานผ่านการทำแคโทดิกต์ทรีตเมนต์

ESCAG = ชิ้นงานผ่านการทดสอบด้วยวิธี XPS ร่วมกับเทคนิคการปาดชั้นของอะตอมออกโดยการกระแทกด้วยอิออนของธาตุอาร์กอน

CT = ชิ้นงานผ่านการทดสอบการกัดกร่อน

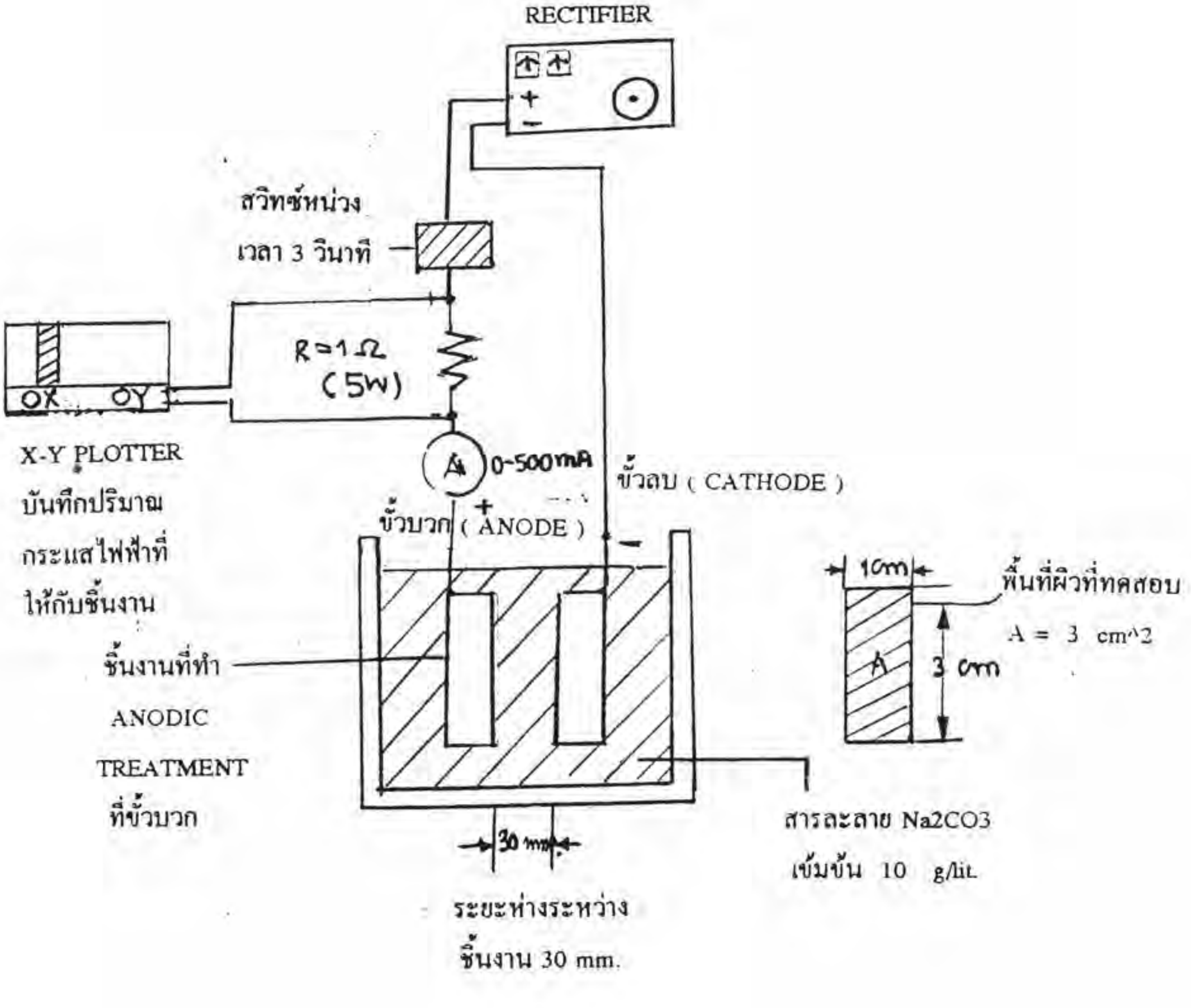
3.2 การทำแอโนดิกทรีตเมนต์

มีสภาวะการทดลองดังนี้

- ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตที่ศึกษาคือ 10 g/l
- อุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษา 25 °C
- พื้นที่ผิว ของชิ้นงานในการทำ แอโนดิกต์ทรีตเมนต์ มีค่า 3 cm^2
- ผ่านกระแสไฟฟ้าให้ไหลผ่านพื้นผิวของชิ้นงาน ทำการบันทึกปริมาณกระแสไฟฟ้าทั้งหมดที่ผ่านให้กับชิ้นงาน ด้วยเครื่องเขียนกราฟ X-Y ซึ่งควบคุมด้วยวงจรอีเลกโทรนิคส์ อย่างง่าย (วงจรหน่วงเวลา) ใช้เป็นสวิทช์ ในการตัดวงจรของกระแสไฟฟ้าที่ให้เป็นเวลา 3 วินาที ตั้งค่าอัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของปากกาบันทึกค่าบนแกน X มีค่า 1 sec/cm. ส่วนค่าบนแกน Y จะมีหน่วยเป็น mV/cm.โดยค่าที่อ่านได้ 1 mV.จะมีค่าเท่ากับกระแสไฟฟ้าที่ให้กับชิ้นงานมีค่า 1 mA. บนพื้นที่ผิวชิ้นงาน 3 cm^2
- ในการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ นั้นจะให้ชิ้นงานอยู่ที่ขั้วบวก โดยชิ้นงานทั้งสองชิ้นจุ่มอยู่ในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ซึ่งมีความเข้มข้น 10 g/l
- ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า ที่ใช้ในการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ มีค่า 1-67 mA/cm^2

ตารางที่ 3.2.1 แสดงการตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงของชิ้นงานในการทำแอโนดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน			ตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลง
ชุดที่1	ชุดที่2	ชุดที่3	ไฟฟ้ากระแสตรง (volts)
1A0	7AC0	14AC0	0
2A1	8AC1	15AC1	2
3A2	9AC2	16AC2	3.5
4A3	10AC3	17AC3	5.5
5A4	11AC4	18AC4	7.5
6A5	12AC5	19AC5	10



ภาพที่ 3.2.1 แสดงการจัดเครื่องมือในการทำแอโนดิกทรีตเมนต์

3.3 การทำแคโทดิกทรีตเมนต์ (ไดโครเมตพาสซิเวชั่น)

การทำแคโทดิกทรีตเมนต์จะมีสภาวะการทดลองดังนี้

- ผสมสารละลายที่ประกอบด้วยโซเดียมไดโครเมต ความเข้มข้น 20 กรัมต่อลิตร มีปริมาตร 500 cm^2

- สารละลายโครเมียมไตรออกไซด์ ต่อ สารละลายโซเดียมไดโครเมต มีอัตราส่วน 1 ต่อ 4

- อุณหภูมิ 25 $^{\circ}C$

- pH = 1

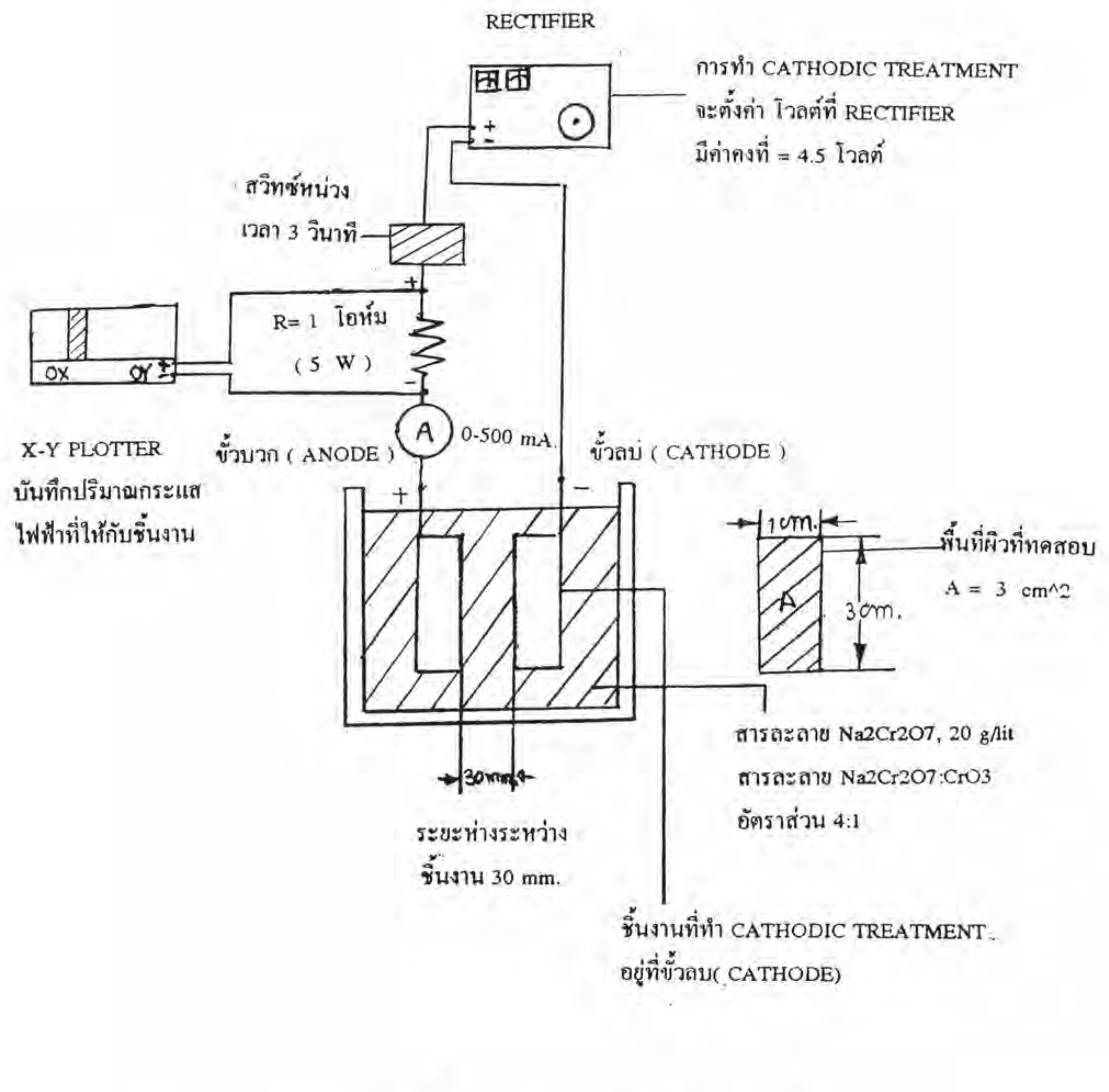
- ในการทำแคโทดิกทรีตเมนต์ จะให้ชิ้นงานอยู่ที่ขั้วลบโดยให้ชิ้นงานทั้งสองชิ้นอยู่ห่างกัน 3 cm. จุ่มอยู่ในสารละลายที่กล่าวแล้วข้างต้น

- พื้นที่ผิวของชิ้นงานมีค่า 3 cm^2

- นำชิ้นงานที่ผ่านการทำแอโนดิกต์ทรีตเมนต์ของ ชุดที่ 2 และ3 มาทำการล้างผิวของชิ้นงานด้วยน้ำสะอาด เป่าให้แห้ง ด้วยเครื่องเป่าลมร้อน

- นำชิ้นงานที่จะทำคาร์โทดิกทรีตเมนต์ไว้ที่ขั้วลบ

- ตั้งค่าโวลต์ของเครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงให้มีค่า 4.5 โวลต์ จากนั้นก็ผ่านกระแสไฟฟ้าให้ไหลผ่านพื้นที่ผิวของชิ้นงาน แล้วทำการบันทึกปริมาณของกระแสไฟฟ้าทั้งหมด ที่ผ่านให้กับชิ้นงาน ด้วยเครื่องเขียนกราฟ X-Y ซึ่งควบคุมด้วยวงจรอีเลกโทรนิคส์อย่างง่าย (วงจรหน่วงเวลา) เพื่อใช้เป็นสวิทซ์ ในการตัดวงจรของกระแสไฟฟ้าที่ให้เป็นเวลา 3 วินาที



ภาพที่ 3.3.1 แสดงการจัดเครื่องมือในการทำแคโทดิกต์ทรีตเมนต์

3.4 เคมีวิเคราะห์ของชั้นพาสซิเวชั่น

ขั้นตอนนี้จะทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของ ชั้นพาสซิเวชั่นชิ้นงาน ชุดที่ 1 และ ชิ้นงานชุดที่ 2 โดย ESCA ร่วมกับเทคนิคการปาดชั้นอะตอมออกโดยการกระแทกด้วยอิออนของธาตุอาร์กอน ดังนี้

- การทำความสะอาดชิ้นงานชุดที่ 1 และ ชิ้นงานชุดที่ 2 ก่อนทำการวิเคราะห์ด้วย ESCA นำชิ้นงาน ชุดที่1 ได้แก่ชิ้นงาน 1A0 , 2A1 , 3A2 4A3 , 5A4 , 6A5 และ ชิ้นงานชุดที่ 2 ซึ่งได้แก่ชิ้นงาน 7AC0 , 8AC1 , 9AC2, 10AC3 11AC4, 12AC5 มาทำความสะอาดด้วยคลื่นอุลตร้าโซนิค ซึ่งเป็นคลื่นความถี่สูงในสารละลายอาร์ซีโตน เป็นเวลา 15 นาที 2ครั้ง จากนั้นก็ทำให้แห้งโดยใช้เครื่องเป่าลมร้อนเป่าให้แห้ง แล้วเก็บชิ้นงานหุ้มด้วยแผ่นอะลูมิเนียมบาง ไว้ในภาชนะป้องกันความชื้นเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

- เครื่องวิเคราะห์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เป็นแบบ JPS-9000SX , JEOL โดยมีแหล่งที่ให้รังสีเอ็กเรย์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็น Mg K ค่าความแม่นยำของ เครื่องที่ใช้ พิจารณาเปรียบเทียบจากสเปกตรัมของ$Ag3d_{5/2}$ ซึ่งได้รับรังสีเอ็กเรย์ จากแหล่งให้พลังงานคือ Mg K ที่ค่า 300 วัตต์ ซึ่งพิจารณาจากค่าของโลหะเงิน(Ag)โดยค่าความกว้างของสเปกตรัมที่ระยะครึ่งหนึ่งของความสูง (FWHM) ที่มีค่า 0.9 eV เปรียบเทียบจากจำนวนของโฟโต้อิเล็กตรอนที่เครื่องวัดได้มีค่ามากกว่า 100,000 หน่วยต่อวินาที และที่ค่า 1.15 eV เปรียบเทียบจากจำนวนของโฟโต้อิเล็กตรอนที่เครื่องวัดได้มีค่ามากกว่า 350,000 หน่วยต่อวินาที และที่ค่า 1.8 eV เปรียบเทียบจาก จำนวนของ โฟโต้อิเล็กตรอน ที่เครื่องวัดได้มีค่ามากกว่า 1,000,000 หน่วยต่อวินาที โดยมีค่าความกดดันของสูญญากาศน้อยกว่า $7*10^{-8}$ Pa ความกดดันของสูญญากาศ ที่ใช้ ในการวิจัยมีค่า $2.5*10^{-7}$ Pa

ข้อมูลทั้งหมดจะใช้คอมพิวเตอร์ในการประมวลผล โดยสามารถที่จะทำการวิเคราะห์องค์ประกอบที่ชั้นความลึกต่างๆได้โดยใช้เทคนิคการปาดชั้นอะตอมที่ผิวออกโดยการกระแทกด้วยอิออนของธาตุอาร์กอน ในการวิเคราะห์ชิ้นงานดีบุกจะมีวิธีการดังต่อไปนี้คือ

- การวิเคราะห์ด้วย ESCA จะทำการวิเคราะห์ธาตุโครเมียม ($Cr2p_{3/2}$) ,ออกซิเจน (O1s) และ ดีบุก ($Sn3d_{5/2}$)โดยจะตั้งค่าต่างๆเพื่อกำหนดให้เครื่องทำงานดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.4.1 แสดงการตั้งค่าตัวแปรต่างๆของเครื่อง ESCA

ชนิดของสเปกตรัมที่วิเคราะห์	$Cr2p_{3/2}$	O1s	$Sn\ 3d_{5/2}$
ช่วงพลังงาน(eV)	594	540	500
ช่วงความกว้างของพลังงาน(eV)	0.1	0.1	0.1
จำนวนของข้อมูลที่เก็บ (ข้อมูล)	300	200	300
ระยะห่างของเวลาที่เก็บข้อมูล (μ sec)	200	200	200

ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยการใช้เครื่อง ESCA เพื่อหาค่าปริมาณของจำนวนโฟโต้อิเล็กตรอนที่วัดได้จากเครื่องของ $Cr2p_{3/2}$, O1s ,Sn $3d_{5/2}$ โดยกำหนดค่าตัวแปรต่างๆที่ใช้ดังนี้คือ

ตารางที่ 3.4.2 แสดงการกำหนดค่าตัวแปรช่วงของพลังงานยึดเหนี่ยวที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ของเครื่อง ESCA

บริเวณที่ทำการวิเคราะห์		Cr $2p_{3/2}$	O1s	$Sn3d_{5/2}$
ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว	X0 (eV)ค่าสูง	581	536	492
ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว	X1 (eV) ค่าต่ำ	574	527	482

ในการปาดชั้นอะตอมออกโดยการกระแทกด้วยอิออนของธาตุอาร์กอนทำ จะมีขั้นตอนการปฏิบัติดังต่อไปนี้

- อัตราในการปาดชั้นอะตอมออกมีค่า = 30 % ของเครื่อง
- ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเร่งประจุมีค่า = 500 โวลต์
- ความกดดันสูญญากาศที่ใช้มีค่า = $3*10^{-2}$ Pa
- เวลาที่ใช้ในการปาดชั้นอะตอมที่ผิวของชั้นพาสซิเวชั่นออกโดยการกระแทกด้วยอิออนของธาตุอาร์กอนบนชิ้นงานดีบุก ถ้าพิจารณาผิวชั้นนอกสุดเป็นชั้นที่ 1ในการวิเคราะห์แล้วชั้นผิวถัดไปตั้งแต่ชั้นที่ 2-7 เวลาที่ใช้ในการปาดชั้นอะตอมแต่ละชั้นมีค่า 5 วินาที และตั้งแต่ชั้นที่ 8 เป็นต้นไป เวลาที่ใช้ในการปาดชั้นอะตอม แต่ละชั้นมีค่า 20 วินาที วิเคราะห์จนถึงชั้นของดีบุกของชิ้นงานก็แสดงว่าได้ทำการวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชั่นที่เกิดขึ้นบนผิวชิ้นงานทั้งหมด

3.5 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อน

พิจารณาความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วยชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านการทรีตเมนต์ ชิ้นงาน13A0 ชิ้นงานที่ผ่านการทำแคโทดิกต์ทรีตเมนต์เพียงอย่างเดียว ชิ้นงาน 14AC0 และชิ้นงานชุดที่ 3 ที่ผ่านการทำ แอโนดิกต์ทรีตเมนต์ ก่อนการทำแคโทดิกทรีตเมนต์ มีชิ้นงาน 15AC1 ,16AC2 ,17AC3 ,18AC4 ,19AC5 โดยการล้างพื้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านการทรีตเมนต์ด้วยน้ำที่สะอาด ก่อนทำการทดสอบความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อน โดย

- เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 10%โดยน้ำหนัก

- แช่ชิ้นงานทั้งหมดลงในสารละลายกรดที่เตรียมไว้ในแต่ละบีเกอร์ โดยสารละลายที่ใช้จะมีปริมาตร 500 cm^3 เป็นเวลา 10 นาที

- ดูดสารละลายที่แช่ชิ้นงานในแต่ละบีเกอร์ จำนวน100 cm^3 เพื่อที่จะไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกที่ละลายออกมาจากชิ้นงานด้วยเครื่องอะตอมมิก แอบซอบชั่น (AA) ต่อไป