

บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. สแตนนัสซัลเฟต (95% Stannous Sulfate, Ajax)
2. ซิงค์ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (99% Zinc Sulfate Heptahydrate, Ajax)
3. โซเดียมแอซีเตต (99% Sodium Acetate, Ajax)
4. โซเดียมกลูโคเนต (99.5% Sodium Gluconate, Ajax)
5. เฮกซะมีน (98.5% Hexamine, Ajax)
6. ฟอรัมาลดีไฮด์ (37% Formaldehyde, Carlo erba)
7. พอลิเอทิลีนไกลคอล (99.5% Polyethylene Glycol, Ajax)
8. ไตรโซเดียมฟอสเฟต (98% Tri-Sodium Phosphate, Ajax)
9. กรดซัลฟูริก (98% Sulfuric acid, BDH)
10. กรดไฮโดรคลอริก (37% Hydrochloric acid, Carlo erba)
11. อะซิโตน (99.8% Acetone, Carlo erba)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. อ่างชุบเคลือบ
2. ชั่งงาน : แผ่นเหล็กเรียบขนาด 2.5 x 2.5 เซนติเมตร หนา 0.2 เซนติเมตร พื้นที่ผิว 14.5 ตารางเซนติเมตร
3. ขั้วแอโนด : แผ่นไทเทเนียมเคลือบแพลทินัมออกไซด์
4. แท่งแพลทินัม (Counter electrode)
5. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงคาโลเมล (Reference electrode)
6. ปีม สำหรับไหลเวียนสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (NH-30 PX, Pan World Co., Ltd.)
7. เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (D.C. Power Supply : EE-1243-3, หน่วยพัฒนาเครื่องมือ คณะวิทยาศาสตร์)
8. สายไฟ (Electrical Conductor)
9. เครื่องชั่ง

10. เครื่องกวาระบบแม่เหล็ก
11. เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-เบส และค่าการนำไฟฟ้า (Consort Model C 832)
12. เครื่องโพเทนชิโอสแตต (Autolab Module PGSTAT 30)
13. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope, SEM : JEOL JSM 5800LV)
14. Energy Dispersive Spectrometer (EDS : Oxford link TSTS Series 300)
15. โถดูดความชื้น
16. นาฬิกาจับเวลา
17. เครื่องแก้วต่างๆ ในห้องปฏิบัติการ
18. กระดาษทราย เบอร์ 400

3.3 การดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

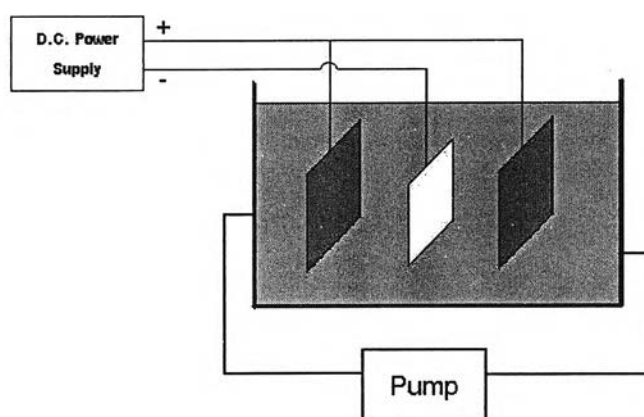
อัตราส่วนของดีบุกต่อสังกะสี	0.5:1	1.2:1	2.7:1	7.3:1
สแตนนัสซัลเฟต (กรัม/ลิตร)	43.0	32.3	21.5	10.8
ซิงค์ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (กรัม/ลิตร)	14.4	28.2	44.6	57.6
โซเดียมแอซีเตต (กรัม/ลิตร)	20			
โซเดียมกลูโคเนต (กรัม/ลิตร)	163.5			
สารเติมแต่ง :				
- เฮกซะมีน (กรัม/ลิตร)	5, 8, 11, 14			
- ฟอรัมาลดีไฮด์ (กรัม/ลิตร)	0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2			
- พอลิเอทิลีน ไกลคอล (กรัม/ลิตร)	1, 2, 3, 4, 5			

3.3.2 การเตรียมชิ้นงาน

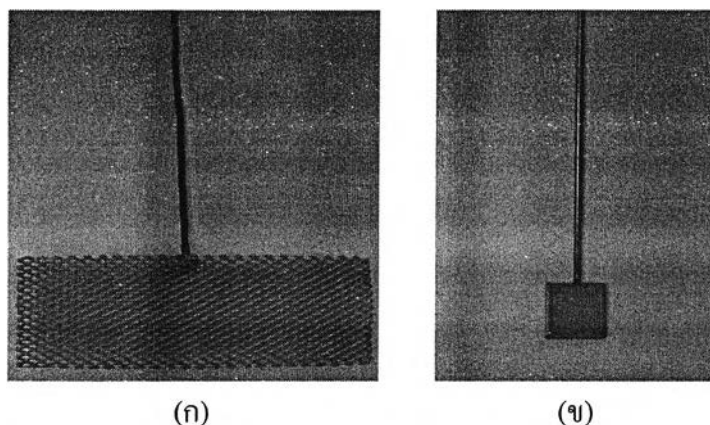
- ทำความสะอาดชิ้นงานเหล็กด้วยอะซิโตน แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
- ขัดชิ้นงานเหล็กด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400 ล้างด้วยน้ำกลั่น
- จุ่มชิ้นงานเหล็กลงในสารละลายไตรโซเดียมฟอสเฟตเข้มข้น 3 % เป็นเวลา 35 วินาที เพื่อขจัดคราบไขมัน แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
- จุ่มชิ้นงานเหล็กลงในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 % เป็นเวลา 30 วินาที เพื่อกำจัดสนิม แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น

3.3.3 การชุบเคลือบโลหะผสม

เตรียมอุปกรณ์ในการชุบเคลือบโลหะผสมดังรูปที่ 3.1 โดยต่อชิ้นงานที่ต้องการชุบเคลือบที่ขั้วแคโทด (ขั้วลบของเครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง) และแผ่นไทเทเนียมเคลือบแพลทินัมออกไซด์ที่ขั้วแอโนด (ขั้วบวกของเครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง) ดังรูปที่ 3.2 จากนั้นทำการชุบเคลือบที่อัตราส่วนของดีบุกต่อสังกะสี 0.5:1, 1.2:1, 2.7:1 และ 7.3:1 และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.5, 1, 1.5 และ 2 A/dm² ใช้เวลาในการชุบเคลือบ 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการชุบเคลือบโลหะโดยใช้ไฟฟ้า



รูปที่ 3.2 (ก) ขั้วแอโนด (ข) ชั้่งงาน

3.3.4 กราฟโพลาริเซชัน

- เตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ภาวะต่างๆ
- ใช้แผ่นแพลทินัมอิเล็กโทรดเป็นขั้วแคโทด (Working Electrode)
- ใช้แท่งแพลทินัมเป็นขั้วแอโนด (Counter Electrode)
- ขั้วปรอทอมั้วเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference Electrode)
- เปิดสวิทช์เครื่องโพเทนชิโอสแตต พร้อมเปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ โดยใช้โปรแกรม GPES เลือกวิธี Cyclic Voltammetry (Staircase) เลือกวิธีแบบ Normal ตั้งค่า Scan rate 0.05 V/s เริ่มที่ค่าศักย์ไฟฟ้า 0 โวลต์ไปที่ -2 โวลต์ และกลับมาที่ 0 โวลต์
- ทำการทดลองโดยกดปุ่ม Cell Enable ที่เครื่องโพเทนชิโอสแตตให้อยู่ในตำแหน่งเปิด และกดปุ่ม Start ที่โปรแกรมเพื่อเริ่มการทำงาน
- เมื่อเสร็จสิ้นการทำงานให้กดปิดที่ Cell Enable ที่เครื่องโพเทนชิโอสแตต เพื่อหยุดการทำงาน

3.3.5 ทดสอบการกัดกร่อน

ศึกษาความต้านทานการกัดกร่อนของผิวเคลือบโลหะผสมดีบุก-สังกะสีตามมาตรฐาน ASTM G 5-90 [24]

- เตรียมสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1 N ซึ่งใช้เป็นสารละลายในการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงาน
- ต่อชิ้นงานเข้ากับขั้วแคโทด

- ใช้แท่งแพลทินัมเป็นขั้วแอโนด
- ใช้ขั้วปรอทอมั้มตัวเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง
- เปิดสวิทช์เครื่องโพเทนชิโอสแตต พร้อมเปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ โดยใช้โปรแกรม GPES เลือกวิธี Linear Sweep Voltammetry (Staircase) เลือกวิธีแบบ Normal ตั้งค่า Scan rate 0.05 V/s เริ่มที่ค่าศักย์ไฟฟ้า -1 โวลต์ไปที่ 1.6 โวลต์
- ทำการทดลองโดยกดปุ่ม Cell Enable ที่เครื่องโพเทนชิโอสแตตให้อยู่ในตำแหน่งเปิด และกดปุ่ม Start ที่โปรแกรมเพื่อเริ่มการทำงาน
- เมื่อเสร็จสิ้นการทำงานให้กดปิดที่ Cell Enable ที่เครื่องโพเทนชิโอสแตต เพื่อหยุดการทำงาน

3.3.6 หองศ์ประกอบและลักษณะของผิวเคลือบ

ศึกษาลักษณะของผิวเคลือบโลหะผสมด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (SEM) ที่กำลังขยาย 1200 เท่า และหองศ์ประกอบของผิวเคลือบโลหะผสมด้วย EDS ด้วยโปรแกรม ZAF ซึ่งต่ออยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน