

รายงานฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

การเคลือบผิวเหล็กด้วยกระบวนการโซลเจลเพื่อป้องกันการกัดกร่อน

Sol-gel coatings for corrosion protection of steel

โดย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะผู้วิจัย

ดร.สุพิณ แสงสุข

นางสาวกนกวรรณ แสงเกียรติยศ

นางสาวปราณี รัตนวลิตโรจน์

นางสาวสวลี เสนาพิทักษ์

หัวหน้าโครงการ

ผู้ร่วมวิจัย

ผู้ร่วมวิจัย

ผู้ร่วมวิจัย

เมษายน 2556

กิตติกรรมประกาศ

โครงการการเคลื่อนพืมหเล็กด้วยกระบวนการโซลเจลเพื่อป้องกันการกักร่อน เป็นโครงการที่ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินอุดหนุนทั่วไปจากรัฐบาลประจำปีงบประมาณ 2555 ประเภทผลผลิตเพื่อถ่ายทอดเทคโนโลยีโครงการวิจัยประยุกต์ ทั้งนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณทุกท่านที่มีส่วนเกี่ยวข้องในงานวิจัยนี้

บทคัดย่อ

ไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ ถูกนำมาใช้เพื่อเคลือบผิวเหล็กเพื่อป้องกันการกัดกร่อน โดยชิ้นงานตัวอย่างที่เคลือบผิวถูกเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ลักษณะของผิวเคลือบตรวจสอบได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สมบัติการป้องกันการกัดกร่อนของผิวเคลือบตรวจสอบได้ด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า จากกราฟ Potentiodynamic polarization ของตัวอย่างที่เคลือบผิวพบว่า การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลส่งผลให้ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนสูงขึ้น ทำให้ชิ้นงานต้านทานการกัดกร่อนได้สูงขึ้น

Abstract

Titania sol at several concentration was applied by dip coating on steel substrates for corrosion protection. The coated steel substrates were fired in air atmosphere at 400°C for 15 min. The coating characteristics of coated steel samples were investigated by optical microscopy and scanning electron microscopy. Corrosion resistant properties of the titania sol-gel coating were studied by electrochemical method. Potentiodynamic polarization curves of the coated samples showed that increasing titania sol concentration resulted in higher potential and corrosion resistance.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อภาษาไทย	ii
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญรูป	vi
สารบัญตาราง	viii
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย	2
1.4 ผลที่ได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 กระบวนการโซลเจล	3
2.2 การเคลือบผิวโลหะด้วยกระบวนการโซลเจล	4
2.3 การกัดกร่อนของเหล็ก	5
บทที่ 3 วิธีการทดลอง	8
3.1 วัสดุ-อุปกรณ์ สารเคมีและเครื่องมือ	8
3.2 การสังเคราะห์ไททาเนียโซล	9
3.3 การตรวจสอบพฤติกรรมการสลายตัวของไททาเนียโซลเจล	9
3.4 การตรวจสอบวัฏภาคของไททาเนียโซลเจลหลังการเผา	9
3.5 การจุ่มเคลือบผิวเหล็กด้วยไททาเนียโซล	9
3.6 การทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบบนผิวเหล็ก	10
3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบ	10
3.8 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนด้วยวิธีการทางไฟฟ้าเคมี	10

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลอง	11
4.1 พฤติกรรมการสลายตัวของไททานีโยลเจล	11
4.2 ภูมิภาคของไททานีโยลเจลหลังการเผา	12
4.3 ผลการตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์	12
4.4 ผลการทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบไททานีโยลเจลบนผิวชิ้นงานเหล็ก	18
4.5 ผลการตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด	20
4.6 ผลการทดสอบการกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวเคลือบ	22
4.7 ผลการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อน	24
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	28
ข้อเสนอแนะ	29
เอกสารอ้างอิง	30

สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 3.1	ชุดอุปกรณ์ทดสอบการกักกรองด้วยเครื่องโพเทนชิออสแตท	10
รูปที่ 4.1	พฤติกรรมการสลายตัวของไททานีเยลที่ได้จากเครื่อง TGA	11
รูปที่ 4.2	XRD pattern ของไททานีเยลที่เกิดจากการเผาไททานีเยล ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	12
รูปที่ 4.3	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ความเข้มข้น 0.025 M	13
รูปที่ 4.4	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ความเข้มข้น 0.05 M	13
รูปที่ 4.5	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ความเข้มข้น 0.1 M	13
รูปที่ 4.6	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ความเข้มข้น 0.15 M	14
รูปที่ 4.7	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ความเข้มข้น 0.5 M	14
รูปที่ 4.8	ภาพถ่ายชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยลความเข้มข้น 0.025 M ที่จำนวนชั้นต่างๆ กัน	16
รูปที่ 4.9	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ความเข้มข้น 0.025 M ที่จำนวนชั้นเคลือบต่างๆ	16
รูปที่ 4.10	ภาพถ่ายชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยลความเข้มข้น 0.05 M ที่จำนวนชั้นต่างๆ กัน	17
รูปที่ 4.11	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีเยล ที่ความเข้มข้น 0.05 M ที่จำนวนชั้นเคลือบต่างๆ	17
รูปที่ 4.12	โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้น 0.025 M ที่กำลังขยาย 20000 เท่า	20
รูปที่ 4.13	โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้น 0.05 M ที่กำลังขยาย 20000 เท่า	21
รูปที่ 4.14	โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้น 0.05 M บริเวณกลางชิ้นงาน ที่กำลังขยาย 5000 เท่า	21

สารบัญรูป (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 4.15	โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 M บริเวณกลางชิ้นงาน ที่กำลังขยาย 5000 เท่า	22
รูปที่ 4.16	EDS spectrum ของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 M	22
รูปที่ 4.17	โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.05 M บริเวณกลางชิ้นงาน	23
รูปที่ 4.18	EDS spectrum ของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.05 M	23
รูปที่ 4.19	เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กและแผ่นเหล็กเคลือบผิวด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 M และ 0.05 M ใช้ระยะเวลาในการจุ่มเคลือบ 2 วินาที และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จากการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5 % โดยน้ำหนัก	24
รูปที่ 4.20	เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.05 M เผาที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส ใช้ระยะเวลาในการจุ่มเคลือบ 2 วินาที จากการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก	25
รูปที่ 4.21	เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 M ที่อุณหภูมิการเผา 400 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาการจุ่มเคลือบ 2, 15, 60 วินาที จากการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก	26

สารบัญตาราง

	หน้า	
ตารางที่ 4.1	ลักษณะของผิวเคลือบเมื่อใช้สารละลายโซลที่มีความเข้มข้นต่างๆ	15
ตารางที่ 4.2	ลักษณะของผิวเคลือบที่จำนวนชั้นของผิวเคลือบต่างกัน เมื่อใช้ไททานีโซล ที่มีความเข้มข้น 0.025 M	16
ตารางที่ 4.3	ลักษณะของผิวเคลือบที่จำนวนชั้นของผิวเคลือบต่างกัน เมื่อใช้ไททานีโซล ที่มีความเข้มข้น 0.05 M	18
ตารางที่ 4.4	ลักษณะของผิวเคลือบ ซึ่งเคลือบโดยใช้โซลที่มีความเข้มข้น 0.025 M และเทปที่ใช้ในการทดสอบ หลังจากการทดสอบการยึดติด	19
ตารางที่ 4.5	ลักษณะของผิวเคลือบ ซึ่งเคลือบโดยใช้โซลที่มีความเข้มข้น 0.05 M และเทปที่ใช้ในการทดสอบ หลังจากการทดสอบการยึดติด	19
ตารางที่ 4.6	แสดงปริมาณของธาตุบนผิวด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่มีความเข้มข้น 0.025 M	23
ตารางที่ 4.7	แสดงปริมาณของธาตุบนผิวด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่มีความเข้มข้น 0.05 M	24

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

เหล็กเป็นวัสดุพื้นฐานสำหรับการใช้งานโครงสร้างต่างๆ มากมาย เช่น โครงสร้างอาคาร ตัวถังรถยนต์ ประตูล้อ และรั้ว เป็นต้น ทั้งนี้เนื่องจากเหล็กมีสมบัติที่ดีในเรื่องความแข็งแรง และเหนียวทำให้ปรับแต่งดัดโค้งงอเป็นรูปทรงต่างๆ ให้เหมาะสมแก่การใช้งานได้ อย่างไรก็ตามข้อด้อยของเหล็กที่ทราบกันดีคือ การเกิดสนิม ซึ่งเป็นปัญหาใหญ่ที่ก่อให้เกิดการเสื่อมสภาพของเหล็ก ดังนั้นการป้องกันการกัดกร่อนหรือการเกิดสนิมของเหล็กจึงเป็นประเด็นที่น่าสนใจในการศึกษา เนื่องจากการป้องกันการกัดกร่อนเป็นการยืดอายุการใช้งานของเหล็กให้ยาวนานขึ้น ทำให้ลดการสูญเสียโครงสร้างเหล็ก วิธีการป้องกันการเกิดสนิมของเหล็กที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบันส่วนใหญ่เป็นการเคลือบผิวด้วยวัสดุอื่นที่ทั้งโลหะ เช่น การชุบเหล็กด้วยสังกะสี หรือโครเมียม และด้วยการทาผิวเหล็กด้วยสี เช่น สีน้ำมัน ส่วนใหญ่การเคลือบผิวเพื่อป้องกันการกัดกร่อนของโลหะที่มีประสิทธิภาพนั้นมักมีโครเมตเป็นองค์ประกอบสำหรับสารประกอบที่มี hexavalent chromium นั้น เป็นสารดั้งเดิมที่ช่วยยับยั้งการกัดกร่อนได้ มีความต้านทานการกัดกร่อนได้ดีกว่าสารยับยั้งการกัดกร่อนตัวอื่นๆ เนื่องจากสมบัติการออกซิเดชันที่แรงของ Cr^{6+} เมื่อมีการเคลือบผิวโครเมต สารประกอบพวก hexavalent chromium นั้นจะเกิดพันธะอย่างหลวมๆ เกิดเป็นฟิล์มบางและค่อยๆ ถูกปลดปล่อยออกสู่ตัวกลางที่เป็นน้ำ โครเมตไอออนจะทำปฏิกิริยาที่ผิวโลหะเกิดเป็น $Cr_2O_3 \cdot nH_2O$ แม้ว่าการเคลือบผิวด้วยโครเมียมจะให้ผลด้านการป้องกันการกัดกร่อนแต่การหลุดออกมาที่ละน้อยและสมบัติความเป็นออกซิเดชันที่ตีมาก ทำให้โครเมตจัดอยู่ในกลุ่มสารที่ไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม การสัมผัสที่ผิว การสูดหายใจเข้าไป และการกลืนกินเข้าไปทำโครเมียมมีโอกาสเข้าสู่ร่างกายของมนุษย์ได้ ซึ่ง hexavalent chromium เป็นสารที่ทำให้ DNA เกิดความเสียหายได้ และยังเป็นเป็นสารก่อมะเร็งด้วย อย่างไรก็ตามความเป็นพิษของโครเมตไม่ได้ขึ้นอยู่กับแค่การเป็นสารก่อมะเร็งเท่านั้น ดังนั้นจึงมีกฎระเบียบด้านสิ่งแวดล้อมที่เคร่งครัดที่จะระงับการใช้สารประกอบที่มี Cr^{6+} เป็นองค์ประกอบในการใช้เพื่อป้องกันการกัดกร่อน ความจำเป็นในเรื่องการพัฒนาการใช้สารที่เป็นพวกสารประกอบที่ไม่มีโครเมียมจึงเป็นเรื่องที่มีความจำเป็นอย่างเร่งด่วน

นอกจากวิธีการป้องกันการเกิดสนิมของเหล็กที่กล่าวมาแล้วข้างต้น ยังมีวิธีการเคลือบผิวเหล็กอีกวิธีการหนึ่งซึ่งเป็นวิธีการใหม่ที่สามารถนำมาทดแทนการโครเมตได้และมีการวิจัยอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน คือการเคลือบผิวโลหะด้วยโซลเจล ซึ่งหลายงานวิจัยแสดงให้เห็นว่าโซลเจลช่วยลดการกัดกร่อนของโลหะได้ ในอดีตผู้วิจัยได้เคยทดลองเคลือบผิวโลหะเงินด้วย TiO_2 sol และ ZrO_2 sol พบว่าผิวเคลือบทั้งสองชนิดสามารถป้องกันการหมองของโลหะเงินได้ นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยอีกงานหนึ่งที่มี

การนำ TiO_2 sol มาเคลือบผิวเหล็กชุบสังกะสีที่มีโครเมียมเคลือบผิวอยู่ชั้นบนสุด พบว่า ผิวเคลือบด้วยโซลเจลช่วยป้องกันการกัดกร่อนของเหล็กชุบสังกะสีที่มีโครเมียมได้ ดังนั้นการวิจัยนี้จึงเป็นการศึกษาประสิทธิภาพของโซลเจลในการป้องกันการกัดกร่อนของเหล็ก

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของโซลเจลในการช่วยป้องกันการกัดกร่อนของเหล็ก โดยการเคลือบผิวเหล็กด้วยโซล

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

เป็นการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบผิวเหล็กด้วยโซล โดยการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของโซล และอุณหภูมิการเผาขึ้นงานหลังการเคลือบผิวเหล็กด้วยโซล

1.4 ผลที่ได้รับ

การเผยแพร่ผลงานวิจัยในรูปแบบของโปสเตอร์ที่การประชุมวิชาการทางโลหะวิทยาแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 6 ณ โรงแรมสอติเคย์อินน์ จังหวัดเชียงใหม่ ระหว่างวันที่ 5-7 ธันวาคม 2555

บทที่ 2

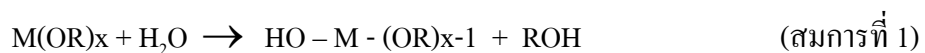
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการโซลเจล

กระบวนการโซลเจลสามารถให้คำจำกัดความทั่วไปว่าเป็นเทคนิคการสังเคราะห์เซรามิกจากขั้นตอนต่างๆ ดังนี้ คือ การเตรียมโซล การเปลี่ยนสภาพจากโซลเป็นเจล ตามด้วยการทำให้แห้ง การสลายตัวของสารอินทรีย์ของเจลด้วยความร้อน การทำให้ gel network เกิดความหนาแน่นมากขึ้น และขั้นตอนสุดท้ายคือการเกิดเป็นผลึกตามโครงสร้างที่ต้องการ สำหรับคำว่า “โซล” อาจให้คำจำกัดความได้ว่า เป็นการกระจายตัวของอนุภาคขนาดคอลลอยด์ หรือ polymeric molecule ในของเหลว (1) กระบวนการโซลเจลในสาขาเซรามิกเกี่ยวข้องกับโซลทั้งสองแบบคือ ทั้งในระบบของคอลลอยด์ที่อนุภาคของ metal oxide หรือ metal hydroxide กระจายตัวอยู่และเกิดการจับตัวกันจนกลายเป็นเจลในที่สุด สำหรับใน polymeric system โครงตาข่ายของเจลเกิดจากการ polymerization ของสารตั้งต้นประเภท metal carboxylate หรือ alkoxide

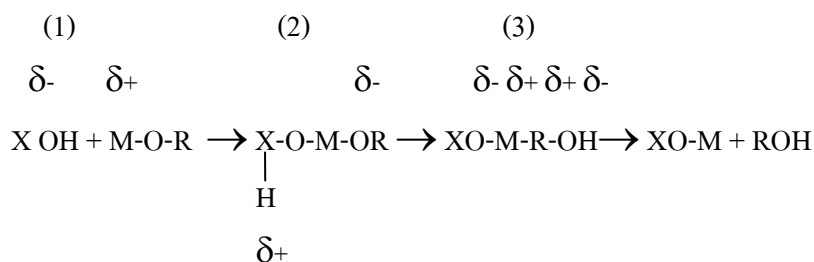
การพอลิเมอไรเซชันของสารตั้งต้นพวก metal organic เช่น metal alkoxide เกิดขึ้น 2 ขั้นตอนด้วยกันคือกระบวนการไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และกระบวนการคอนเดนเซชัน (condensation) เพื่อให้เกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนของ oligomeric alkoxide ดังแสดงในสมการที่ 1 และ 2

ก) กระบวนการไฮโดรไลซิส



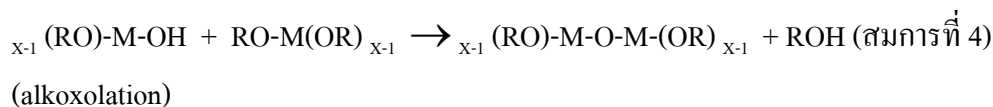
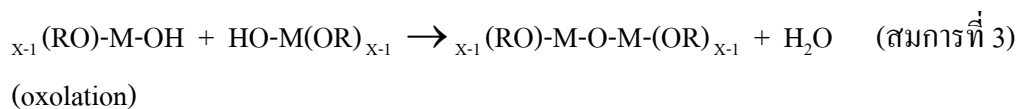
ปฏิกิริยาเกิดขึ้นโดย nucleophilic substitution อธิบายได้ 3 ขั้นตอน ดังนี้

1. Nucleophilic addition ของโมเลกุลน้ำบนประจุบวกของโลหะที่อยู่ตรงกลาง
2. Proton transfer ที่ transition state จากการเข้าของโมเลกุลของน้ำไปยังกลุ่ม alkoxy ที่จะหลุดออกไป
3. การออกไปของ positively charged protonated species



เมื่อ δ คือ ประจุของแต่ละอะตอม

ข) กระบวนการคอนเดนเซชันทำให้เกิดการโตขึ้นของ organic-inorganic polymer ดังนี้



จากปฏิกิริยาข้างต้นทำให้เกิด polycondensation และ polymer formation

การเตรียมฟิล์มของโซลเจลบนผิวโลหะเพื่อป้องกันการกัดกร่อนทำได้โดยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ การจุ่มเคลือบผิว (dipping) (2,3) การพ่น (spraying) (4,5) หรือ การหมุนเหวี่ยง (spinning) (6,7) ซึ่งเทคนิคการเคลือบแบบจุ่มเคลือบและการหมุนเหวี่ยงเหมาะสำหรับการสร้างฟิล์มบนผิวที่แบนเรียบเท่านั้น ในกรณีที่ชิ้นงานมีรูปร่างซับซ้อนการเคลือบผิวให้สม่ำเสมออาจทำได้ยาก มีหลายงานวิจัยที่แสดงให้เห็นโซลเจลฟิล์มที่มีคุณภาพดี เมื่อเคลือบผิวด้วยวิธี electrochemical deposition ขั้นตอนสำคัญต่อการเคลือบผิวคือการทำให้โซลเจลฟิล์มแห้งตัว ในขั้นตอนนี้เป็นการให้ความร้อนแก่ชิ้นงานที่เคลือบผิวโดยระดับความร้อนที่ให้อาจสูงถึง 900 องศาเซลเซียส ซึ่งกระบวนการที่เกิดขึ้นระหว่างการให้ความร้อนอาจแบ่งเป็นระยะต่างๆดังนี้ คือ ระยะที่ 1 การระเหยของตัวทำละลายและการควบแน่น (polycondensation) ที่เกิดขึ้นประมาณ 100-200 องศาเซลเซียส ต่อมาเป็นระยะที่ 2 การสลายตัวของสารอินทรีย์และการทลายของรูเล็กๆ ซึ่งเกิดขึ้นที่ 300-500 องศาเซลเซียส และระยะสุดท้าย เป็นการทลายของรูที่มีขนาดใหญ่ทำให้ได้เป็นเซรามิกฟิล์ม สำหรับอีกกรณีหนึ่งเป็นการทำให้เกิดโซลเจลฟิล์มที่อุณหภูมิต่ำ (น้อยกว่า 200 องศาเซลเซียส) ไม่เพียงแต่เป็นการระเหยตัวทำละลายที่เกิดขึ้นในขั้นตอนนี้เท่านั้น แต่เป็นการเกิดเจลและการหดตัวจากการเกิดเจลด้วย การทำให้ฟิล์มแห้งที่อุณหภูมิต่ำเหมาะสำหรับการเคลือบผิวด้วยโซลเจลโดยมีสารอินทรีย์เป็นองค์ประกอบ

2.2 การเคลือบผิวโลหะด้วยกระบวนการโซลเจล

วัสดุทางเซรามิกต่างๆ ได้แก่ SiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 และ CeO_2 เป็นต้น เป็นวัสดุที่มีความเสถียรต่อสารเคมีสูงมาก จึงเหมาะแก่การเคลือบผิวโลหะเพื่อป้องกันผิวโลหะ

SiO_2 สามารถปรับปรุงการต้านทานการกัดกร่อนของโลหะแบบออกซิเดชันและการกัดกร่อนภายใต้สภาวะกรด ภายใต้อุณหภูมิต่างๆ เนื่องจากการต้านทานความร้อนและการต้านทานสารเคมีสูง (8, 9) Vasconcelos และคณะ (9) ทำการเคลือบผิวเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 304 ด้วยซิลิกา โดยใช้ tetraethyl orthosilicate (TEOS) เป็นสารตั้งต้น พบว่า การเคลือบผิวมีธาตุ Si, O และ Fe เกิดขึ้นระหว่างชั้นเหล็กและชั้นของ SiO_2 ผิวเคลือบซิลิกาที่ได้มีความสม่ำเสมอและไม่มีรอยแตก เมื่อตัวอย่างได้รับการทดสอบภายใต้สภาวะสารละลายกรดซัลฟูริก ความเข้มข้น 1 mol/l และสารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์

ความเข้มข้น 3.5% พบว่า ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนสูงขึ้นและค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนลดลง เป็นการแสดงให้เห็นว่า ผิวเคลือบที่มีความหนาประมาณ 100 นาโนเมตร สามารถปรับปรุงประสิทธิภาพการต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมได้

ZrO₂ มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวสูงและใกล้เคียงกับโลหะ ซึ่งช่วยลดการเกิดรอยแตกระหว่างกระบวนการให้ความร้อน (2, 10) นอกจากนี้ยังมีความเสถียรต่อสารเคมีสูงและความแข็งสูง (11) จึงเหมาะแก่การใช้เป็นวัสดุเคลือบผิวเพื่อการปกป้อง Perdomo และคณะ (12) เคลือบผิวเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 304 ด้วย ZrO₂ โดยใช้ zirconium peroxide เป็นสารตั้งต้น และให้แน่นตัวในอากาศและในบรรยากาศที่ไม่มีออกซิเจน (อาร์กอนหรือไนโตรเจน) พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมศึกษาด้วย potentiodynamic polarization curve พบว่า การเคลือบผิวด้วย ZrO₂ ช่วยยืดระยะเวลาอายุการใช้งานของวัสดุได้เกือบ 8 เท่า ในสภาพแวดล้อมที่รุนแรงมาก

Al₂O₃ เป็นที่รู้จักดีสำหรับการใช้งานด้านการเป็นฉนวน และมีค่าการนำไฟฟ้าต่ำมาก ดังนั้นจึงเหมาะแก่การใช้เป็นผิวเคลือบสำหรับการป้องกัน Masalski และคณะ (13) เตรียมผิวเคลือบอลูมินา 2, 4 และ 6 ชั้น บนเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด AISI 316 เพื่อปรับปรุงความสามารถในการป้องกันการกัดกร่อนแบบเฉพาะที่ พบว่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแคโทดแปรเปลี่ยนไปตามอุณหภูมิการเผาผิวกิ่งอุณหภูมิการเผาผิวกิ่งสูงขึ้น (ในช่วง 500-800 องศาเซลเซียส) ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ายิ่งต่ำลง

TiO₂ มีความเสถียรต่อสารเคมีสูง การต้านทานความร้อนสูง และการนำอิเล็กตรอนต่ำ ทำให้เหมาะสำหรับการใช้เป็นวัสดุสำหรับการต้านทานการกัดกร่อน TiO₂ ฟิล์มบริสุทธิ์ส่วนใหญ่มักใช้ในด้านตัวเร่งปฏิกิริยา การวิจัยสำหรับใช้ TiO₂ ฟิล์ม เพื่อการป้องกันการกัดกร่อนของผิวเหล็กยังมีอยู่น้อย

นอกจากนี้การเคลือบผิวที่มีออกไซด์ 2 ชนิดหรือมากกว่า สามารถใช้งานได้อย่างกว้างขวางในหลายด้าน นอกจากนี้ยังช่วยปรับปรุงการต้านทานการกัดกร่อนของผิวเหล็ก ตัวอย่างเช่น 70 SiO₂-30 TiO₂ และ 75 SiO₂ - 25 Al₂O₃ ใช้เคลือบผิวเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L ฟิล์มดังกล่าวสามารถยืดอายุการใช้งานของวัสดุได้ถึง 10 เท่า ในสารละลายเกลือแองความเข้มข้น 3% และยืดอายุการใช้งานได้ 5 เท่าในสารละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 15% (2)

2.3 การกัดกร่อนของเหล็ก

การกัดกร่อนของเหล็กเป็นการสูญเสียเนื้อวัสดุจากการทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อม โดยผลจากปฏิกิริยาจะทำให้เหล็กเกิดการเปลี่ยนรูปกลับคืนสู่สถานะเดิมในรูปสารประกอบ เช่น สารประกอบออกไซด์ ซัลไฟด์ ที่เคยเป็นอยู่ตามธรรมชาติตามหลักเทอร์โมไดนามิกส์

2.3.1 กลไกปฏิกิริยาการกัดกร่อนของเหล็ก

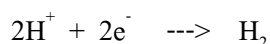
การกัดกร่อนที่พบได้บ่อยเกิดขึ้นเมื่อเหล็กสัมผัสกับสารละลาย เช่น น้ำ น้ำทะเล ใอน้ำในโรงงานอุตสาหกรรม ความชื้นในอากาศหรือในดิน เป็นต้น การเปลี่ยนแปลงเหล่านี้เป็นปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า โดยน้ำซึ่งอาจมีภาวะเป็นกรด ค่าง หรือเป็นกลางที่สัมผัสกับโลหะนั้นทำหน้าที่เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) เนื่องจากในน้ำจะมีไอออนของธาตุต่างๆ ที่เจือปนอยู่เป็นสื่อไฟฟ้า

การกัดกร่อนเกิดขึ้นจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเหล็ก โดยเหล็กจะปลดปล่อยอิเล็กตรอนส่งถ่ายให้กับตัวรับอิเล็กตรอน เช่น ออกซิเจน hydrogen ion เป็นต้น ทำให้เหล็กเปลี่ยนสถานะไปเป็นไอออนหรือมีเลขออกซิเดชันสูงขึ้น (14)

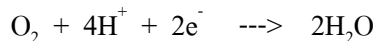


สำหรับปฏิกิริยารีดักชันอาจเกิดขึ้นได้ดังนี้

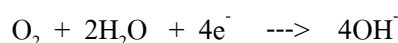
การเกิดก๊าซไฮโดรเจน:



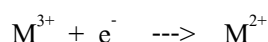
ปฏิกิริยารีดักชันของก๊าซออกซิเจนในภาวะกรด:



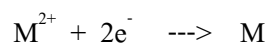
ปฏิกิริยารีดักชันของก๊าซออกซิเจนในภาวะ pH เป็นกลาง :



ปฏิกิริยารีดักชันของไอออนโลหะไปสู่ไอออนที่มีเลขออกซิเดชันลดลง:



ปฏิกิริยารีดักชันของไอออนโลหะไปสู่โลหะ:

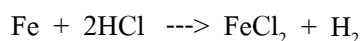


การส่งถ่ายอิเล็กตรอนนี้จะเกิดขึ้นที่ผิวชิ้นงานเหล็ก โดยบริเวณที่มีการให้อิเล็กตรอนจะเรียกว่าแอโนด (anode) ส่วนบริเวณที่เกิดการรับอิเล็กตรอนจะเรียกว่าแคโทด (cathode) ซึ่งความแตกต่างของค่าศักย์ไฟฟ้าระหว่างสองบริเวณนี้จะทำให้เกิดวงจรไฟฟ้าขึ้น โดยอิเล็กตรอนจะไหลจากแอโนดไปยังแคโทด ยิ่งโลหะเกิดการสูญเสียอิเล็กตรอนมากหรือเกิดการกัดกร่อนมากก็จะมีค่าของกระแสที่ไหลในวงจรมากขึ้นด้วย

2.3.2 ภาวะความเป็นกรด-ด่างของสารละลายที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกัดกร่อนและผลิตภัณฑ์จากการกัดกร่อนของเหล็ก

ในภาวะสารละลายกรด โมเลกุลของน้ำจะเร่งให้เกิดการกัดกร่อนโดยการให้ hydrogen ions แม้แต่น้ำที่มีความบริสุทธิ์สูงปริมาณ CO_2 ที่ละลายอยู่ในน้ำนั้นก็สามารถเพิ่มความเข้มข้นของ hydrogen ion ได้เช่นกัน โดย CO_2 จะทำปฏิกิริยากับน้ำได้เป็น carbonic acid (H_2CO_3) ซึ่งสามารถเกิดการแตกตัวให้ bicarbonate, carbonate และ hydrogen ion (15)

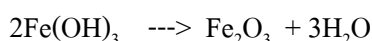
ตัวอย่างการกัดกร่อนของเหล็กที่เกิดขึ้นในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก สามารถเขียนปฏิกิริยาได้ดังสมการข้างล่าง โดยเหล็กจะเกิดการละลายกลายเป็นเฟอร์รัสคลอไรด์ (ferrous chloride) พร้อมกับมีฟองก๊าซไฮโดรเจนเกิดขึ้น



สำหรับในภาวะสารละลายด่างและเป็นกลางซึ่งพบได้ใน น้ำ น้ำทะเล สารละลายเกลือ สารละลายด่าง การกัดกร่อนจะเกิดขึ้นด้วยผลจากปริมาณออกซิเจนที่ละลายอยู่ในสารละลายนั้นเป็นสำคัญ โดยปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังนี้



เหล็กจะทำปฏิกิริยากับน้ำและออกซิเจน ได้ผลิตภัณฑ์ลักษณะเป็นตะกอนสีน้ำตาลแดง อยู่ในสารละลายนั้น ส่วนในกรณีของการเกิดสนิมเหล็กในบรรยากาศ ferric hydroxide ที่เกิดขึ้นอาจถูกทำให้แห้งหรือสูญเสียโมเลกุลน้ำ (dehydration) ได้ผลิตภัณฑ์เป็น ferric oxide (Fe_2O_3) ที่มีสีน้ำตาลแดงเช่นกัน



สำหรับในภาวะของน้ำทะเลนั้นจัดว่าเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ดีมาก เนื่องจากมีคลอไรด์ไอออน (Cl^-) อยู่ในปริมาณสูง ซึ่งภาวะที่มีคลอไรด์หรือซัลเฟต (SO_4^{2-}) สูงนั้นจะมีผลไปเร่งให้ผิวหน้าของโลหะเกิดการกัดกร่อนได้เร็วขึ้น อีกทั้งยังทำให้พาสซีเวชัน (passivation) ซึ่งเป็นกระบวนการสร้างฟิล์มปกป้องผิวโลหะเกิดได้ยากขึ้น กรณีนี้รูปแบบความเสียหายที่พบจากการกัดกร่อนมักเป็นแบบรูเข็ม (pitting) (16)

โดยทั่วไป corrosion product ของเหล็กคือ Fe(OH)_2 (หรือ $\text{FeO} \cdot n\text{H}_2\text{O}$) แต่ผลจากปริมาณออกซิเจนและน้ำที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ก็อาจส่งผลให้ผลิตภัณฑ์อยู่ในรูปต่างๆ และมีสีแตกต่างกันไป เช่น hydrous ferrous oxide ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) มีสีน้ำตาลแดง, hydrated magnetite ($\text{Fe}_3\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) มีสีเขียวจนถึงสีน้ำเงินเข้ม และ magnetite (Fe_3O_4) ที่มีสีดำ เป็นต้น

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุ-อุปกรณ์ สารเคมีและเครื่องมือ

3.1.1 วัสดุ-อุปกรณ์

1. ปีกเกอร์
2. ขวดพลาสติก
3. หลอดหยด
4. แท่งแก้วคนสาร
5. แผ่นเหล็กกรีดเย็น ของบริษัท บลูสโกลป (ประเทศไทย) จำกัด ขนาด 2 x 3.5 เซนติเมตร
หนา 0.4 มิลลิเมตร

3.1.2 สารเคมี

1. Titanium diisopropoxide bisacetylacetonate [$\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_2(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_2$]
หรือ TIAA, 75 wt% in isopropanol (Aldrich)
2. 1,3 propanediol [$\text{HO}(\text{CH}_2)_3\text{OH}$] (Aldrich, purity > 99%)
3. Commercial Ethanol (96% EtOH)
4. Absolute Ethanol (BDH, 99.7-100 %v/v)

3.1.3 เครื่องมือ

1. Thermalgravimetric analyzer ของ Netzsch รุ่น STA 409A
2. X-ray diffractometer ของ Phillips รุ่น PW3710
3. Optical microscope ของ OLYMPUS BX60
4. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ของ Satorius
5. เครื่องจุ่มเคลือบผิวขนาดเล็ก (Mini dip coater) ประดิษฐ์เองในประเทศ
โดยคุณวิชัย เฟื่องฟูนวกิจ
6. Hot plate stirrer
7. ตู้อบไฟฟ้า
8. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ Philips รุ่น XL 30CP
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDX) ของ Jeol รุ่น JSM-6400

3.2 การสังเคราะห์ไททาเนียโซล

ผสม TIAA และ 1,3 propane diol ในอัตราส่วน 1 : 1 โมลรีฟลักซ์สารผสมเป็นเวลา 60 นาที จากนั้นจึงกลั่นที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส เจือจางสารละลายโซลที่สังเคราะห์ได้ด้วย absolute Ethanol ให้เป็น stock TiO_2 sol ที่ความเข้มข้น 0.5 M

3.3 การตรวจสอบพฤติกรรมของการสลายตัวของไททาเนียโซลเจล

พฤติกรรมของการสลายตัวของไททาเนียโซลเจลตรวจสอบได้ด้วยเทคนิค Thermalgravimetric analysis (TGA) โดยใช้ heating rate ที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ให้อุณหภูมิการเผาสูงสุดที่ 700 องศาเซลเซียส ด้วย gas flow rate ที่ 50 มิลลิลิตรต่อนาที ในบรรยากาศของ air/nitrogen ที่อัตราส่วนของ ส่วนผสม 50/50

3.4 การตรวจสอบวิฤภาคของไททาเนียโซลเจลหลังการเผา

1. นำไททาเนียโซลที่ได้จากการสังเคราะห์ ไปทำให้แห้งโดยการให้ความร้อนอย่างช้าๆ ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ด้วย Hot plate
2. เมื่อโซลเปลี่ยนเป็นของแข็งหรือเปลี่ยนเป็นเจลทั้งหมดให้นำไปอบในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. นำเจลออกจากเตาไฟฟ้าแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำผงผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาเจลไปตรวจสอบวิฤภาคด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) โดยสแกนตั้งแต่ 5-80 องศา เมื่อใช้ step size ที่ 0.02 องศา และ scan rate ที่ 1 องศาต่อวินาที

3.5 การจุ่มเคลือบผิวเหล็กด้วยไททาเนียโซล

1. ละลายโซลในเอทานอลเกรดการค้าที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นร้อยละ 5, 10, 20 และ 30 โดยน้ำหนักของ stock TiO_2 sol ซึ่งเท่ากับความเข้มข้น 0.025, 0.05, 0.1 และ 0.15 M ตามลำดับ
2. ทำความสะอาดผิวชิ้นงานเหล็กด้วยเอทานอลเกรดการค้า แล้วมาจุ่มเคลือบผิวด้วยสารละลายโซลที่เตรียมไว้โดยการจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายโซลด้วยเครื่องจุ่มเคลือบผิวขนาดเล็ก โดยใช้ระดับความเร็วในการจุ่มประมาณ 1,600 มิลลิเมตรต่อนาที
3. ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องในกล่องดูดความชื้นเป็นเวลา 1 คืน
4. นำชิ้นงานที่ผิวเคลือบโซลแห้งแล้วไปตรวจสอบคุณภาพของผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์
5. เผาชิ้นงานตัวอย่างที่เคลือบผิวแล้วในเตาเผาแบบท่อ ในบรรยากาศของอากาศปกติที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส

3.6 การทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบบนผิวเหล็ก

การทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบด้วยวิธีการตามมาตรฐาน ASTM D 3359-02 Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test มีวิธีการดังนี้

1. ทำความสะอาดชิ้นงานที่ต้องการทดสอบ
2. นำเทปติดกระดาษติดลงไปที่ยื่นงานในบริเวณที่ต้องการทดสอบ
3. ใช้ยางลบที่อยู่ด้านหลังของดินสอถูเพื่อให้เทปติดแน่นกับชิ้นงาน
4. ดึงเทปออกโดยดึงให้ทำมุมใกล้เคียง 180 องศา ให้ได้มากที่สุด
5. ตรวจสอบที่เทปและที่ชิ้นงานว่ามีการลอกของผิวเคลือบหรือไม่

3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบ

โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบตรวจสอบได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ Philips รุ่น XL 30CP ส่วนองค์ประกอบทางเคมีของผิวเคลือบตรวจสอบได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDX) ของ Jeol รุ่น JSM-6400

3.8 การทดสอบพฤติกรรมการกัดกร่อนด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

นำตัวอย่างแผ่นเหล็กติดตั้งในเซลล์ทดสอบการกัดกร่อน ดังแสดงในรูปที่ 3.1 โดยชิ้นงานมีพื้นที่ผิวสัมผัสกับสารละลายทดสอบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร จากนั้นเทสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในเซลล์ทดสอบการกัดกร่อน และติดตั้งขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode) และใช้ขั้วไฟฟ้าแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าวัดกระแส (counter electrode) แล้วเชื่อมต่อกับเครื่องโพเทนชิออสแตท (μ Autolab, Type III) โดยวัดค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด (OCP) เป็นเวลา 1,800 วินาที ค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น (start potential) เท่ากับ - 0.25 โวลต์ จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด ค่าศักย์ไฟฟ้าสิ้นสุด (stop potential) 0.75 โวลต์ จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด อัตราการเพิ่มความต่างศักย์ (scan rate) 0.001 โวลต์/วินาที



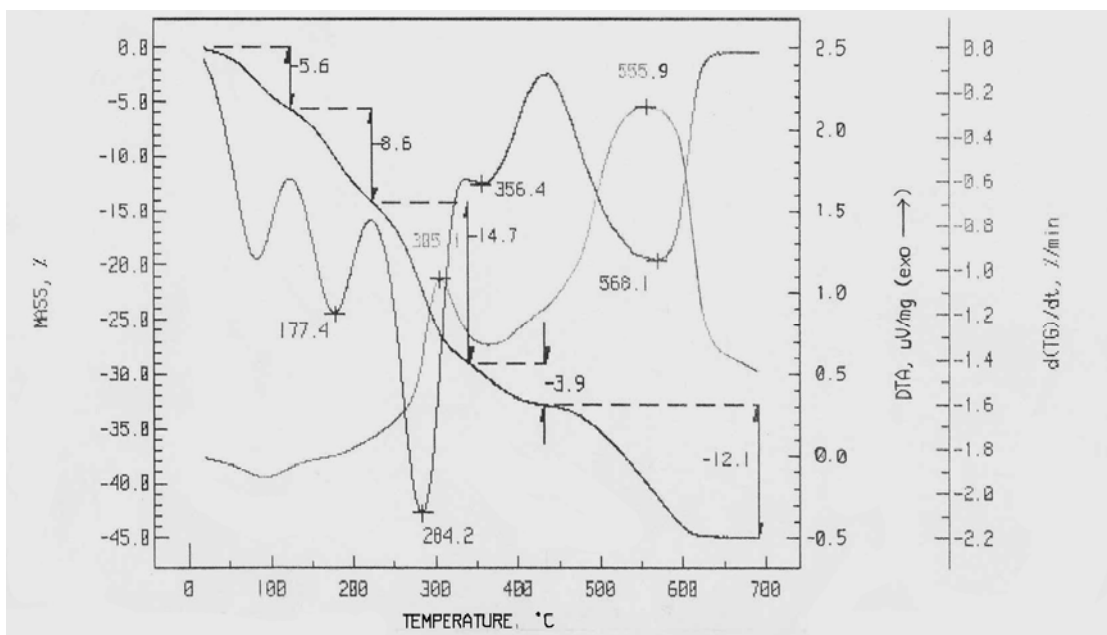
รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์ทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิออสแตท

บทที่ 4

ผลการทดลอง

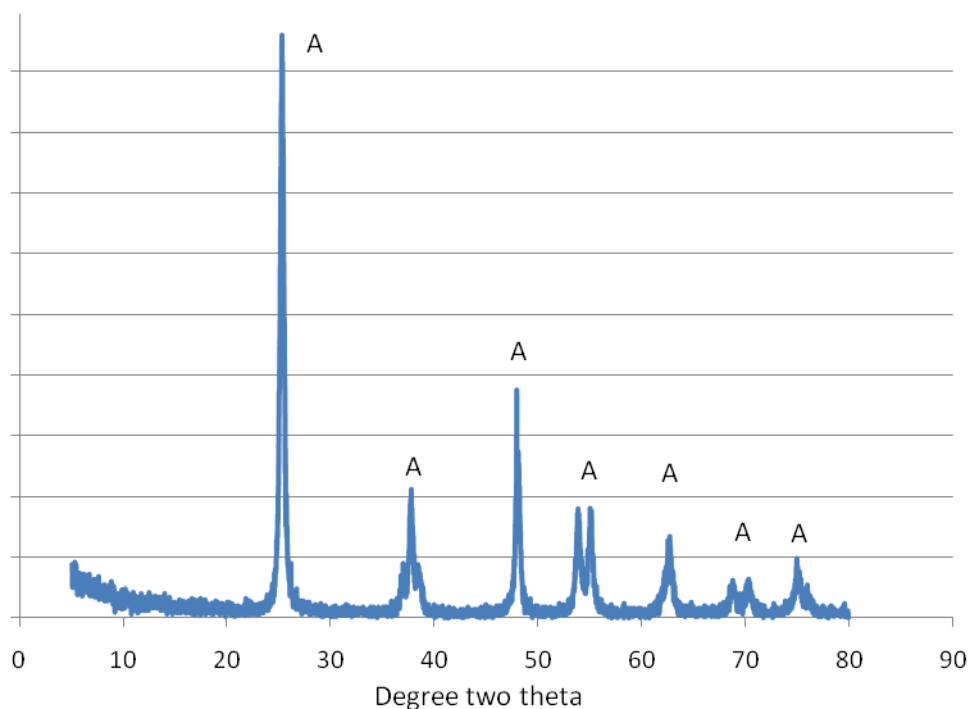
4.1 พฤติกรรมการสลายตัวของ โททานีเยล

ผลการวิเคราะห์การสลายตัวของ โททานีเยลด้วยเทคนิค TGA ดังรูปที่ 4.1 พบการสลายตัวของ โททานีเยลในช่วงแรกตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 100 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของความชื้นและ สารอินทรีย์บางชนิดที่อยู่ในเจล จากนั้น โททานีเยลเกิดการสลายตัวอย่างมากถึงประมาณร้อยละ 27 ในช่วงอุณหภูมิที่มากกว่า 100 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของ สารอินทรีย์ที่อยู่ในโครงสร้างของโททานีเยล และจากอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ถึง 600 องศาเซลเซียสยังมีการสลายตัวของสารอินทรีย์อีกประมาณร้อยละ 12 จึงสิ้นสุดการสลายตัว การสลายตัวของ สารอินทรีย์ใน โททานีเยลจากอุณหภูมิห้องจนถึง 600 องศาเซลเซียส มีปริมาณการสารสลายทั้งหมด ประมาณเกือบร้อยละ 45 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.1 พฤติกรรมการสลายตัวของ โททานีเยลที่ได้จากเครื่อง TGA

4.2 ภูมิภาคของไททาเนียโซลเจลหลังการเผา



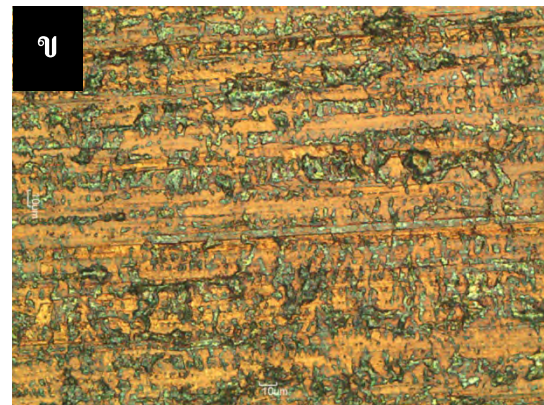
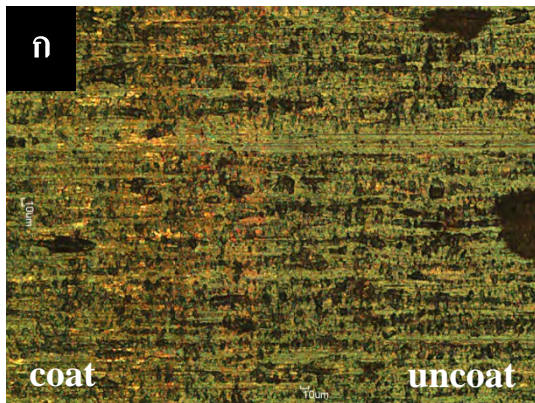
รูปที่ 4.2 XRD pattern ของไททาเนียที่เกิดจากการเผาไททาเนียเจลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

จากผลการวิเคราะห์สลายตัวของไททาเนียเจลทำให้ทราบว่าสารอินทรีย์ในไททาเนียเจลสลายตัวอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงใช้อุณหภูมิการเผาไททาเนียเจลที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงละเอียดสีขาว เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ซึ่งจาก XRD pattern ดังรูปที่ 4.2 พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้ตรงกับ JPDS file no JCPDS-ICDD 21-1272 เป็นไททาเนียที่มีรูปผลึกแบบอนาเทส

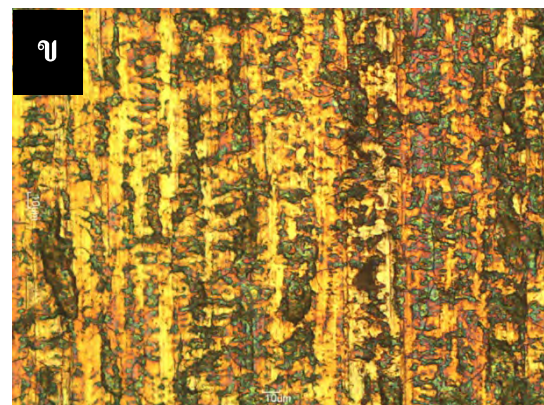
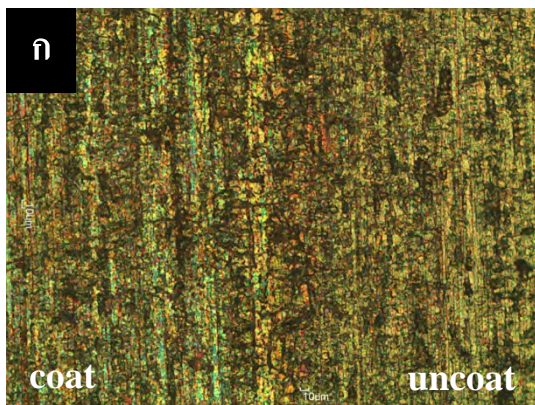
4.3 ผลการตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์

4.3.1 ผลของความเข้มข้นของโซลต่อผิวเคลือบ

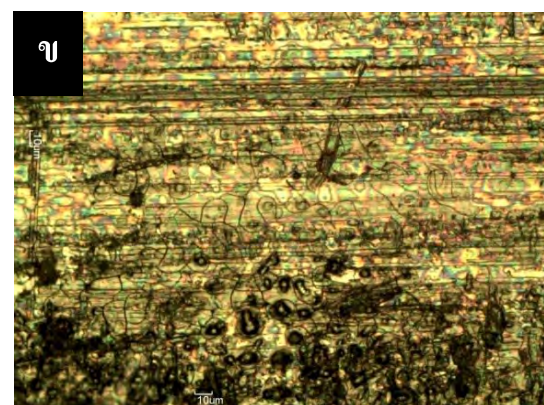
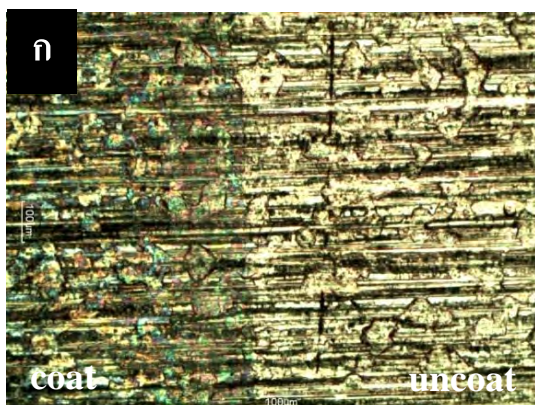
การศึกษาผลของความเข้มข้นของโซลต่อลักษณะผิวเคลือบหลังการเคลือบผิวชิ้นงานเหล็กด้วยไททาเนียโซล และทิ้งไว้ให้ผิวเคลือบแห้งที่อุณหภูมิห้อง เพื่อให้ทราบถึงความเข้มข้นที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบผิวชิ้นงานเหล็ก โดยการสังเกตจากลักษณะผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์ แสดงได้ดังรูปที่ 4.3 ถึง 4.7 และผลสรุปการสังเกตลักษณะผิวเคลือบดังตารางที่ 4.1



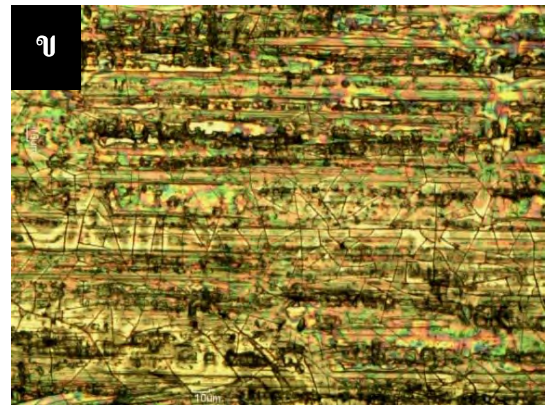
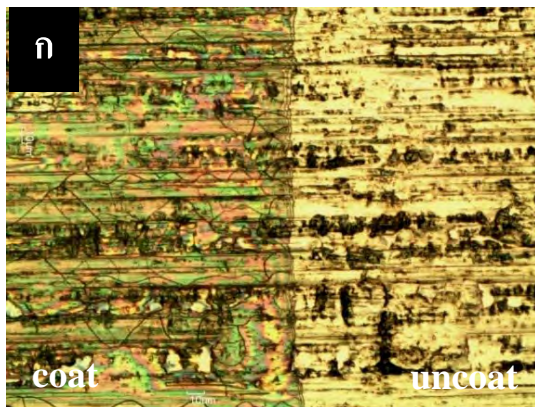
รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีโยลความเข้มข้น 0.025 M
(ก) บริเวณรอยต่อของชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 100 เท่า (ข) บริเวณชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 200 เท่า



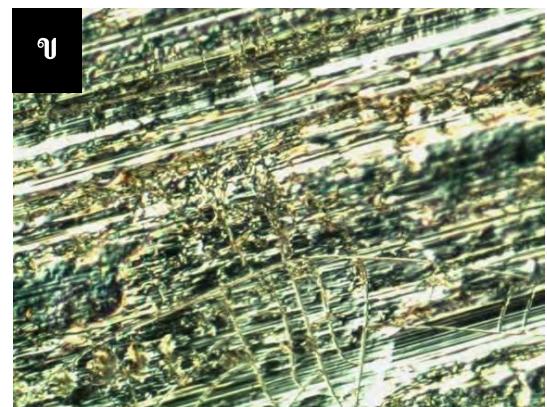
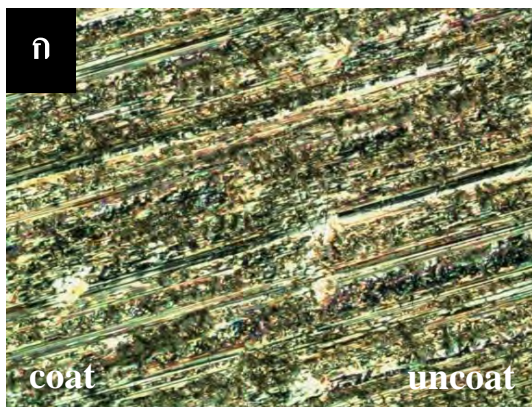
รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีโยลความเข้มข้น 0.05 M
(ก) บริเวณรอยต่อของชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 100 เท่า (ข) บริเวณชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 200 เท่า



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททานีโยลความเข้มข้น 0.1 M
(ก) บริเวณรอยต่อของชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 100 เท่า (ข) บริเวณชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 200 เท่า



รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทิลีนความเข้มข้น 0.15 M
(ก) บริเวณรอยต่อของชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 100 เท่า (ข) บริเวณชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 200 เท่า



รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทิลีนความเข้มข้น 0.5 M
(ก) บริเวณรอยต่อของชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 100 เท่า (ข) บริเวณชั้นเคลือบที่กำลังขยาย 200 เท่า

ตารางที่ 4.1 ลักษณะของผิวเคลือบเมื่อใช้สารละลายโซลที่ความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้น (M)	ลักษณะของผิวเคลือบที่บริเวณรอยต่อ	ลักษณะผิวเคลือบที่บริเวณชั้นเคลือบ
0.025	ไม่พบรอยแตกของชั้นผิวเคลือบ	ผิวเคลือบเป็นสีรุ้ง ไม่พบรอยแตกของชั้นผิวเคลือบ
0.05	บริเวณผิวเคลือบไม่พบรอยแตก	ผิวเคลือบเป็นสีรุ้ง ไม่พบรอยแตกของชั้นผิวเคลือบ
0.1	พบรอยแตกของชั้นเคลือบเล็กน้อยใกล้เคียงกับบริเวณรอยต่อ	ผิวเคลือบเป็นสีรุ้ง พบรอยแตกเล็กน้อย
0.15	พบรอยแตกของชั้นเคลือบเล็กน้อยชัดเจน ทั้งใกล้เคียงกับบริเวณรอยต่อ และบริเวณที่ห่างออกมา	ผิวเคลือบเป็นสีรุ้ง พบรอยแตกที่บริเวณผิวเคลือบ และมีความต่อเนื่องกัน
0.5	พบรอยแตกที่กำลังขยาย 200 เท่า ร่องของรอยแตกมีความกว้างมากขึ้น	ผิวเคลือบเป็นสีรุ้งพบน้อยลง และพบรอยแตกที่กำลังขยาย 200 เท่า ร่องของรอยแตกมีความกว้างมากขึ้น

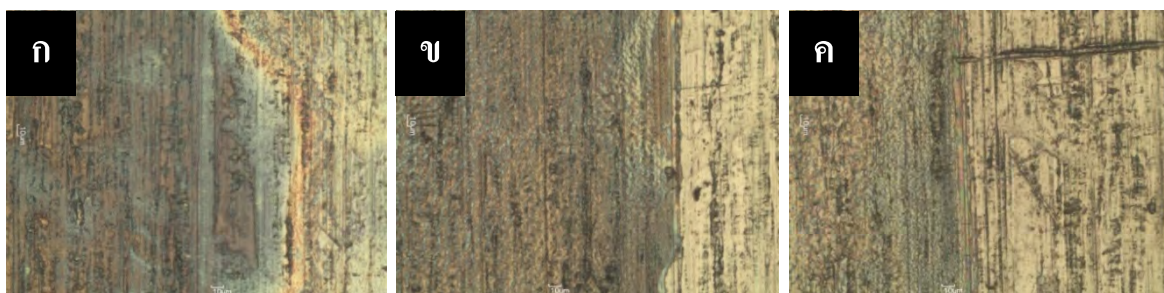
จากตารางที่ 4.1 พบว่าระดับความเข้มข้นของไททาเนียโซลที่เคลือบผิวชิ้นงานเหล็กมีผลต่อลักษณะของผิวเคลือบที่เกิดขึ้นคือ เมื่อความเข้มข้นของไททาเนียโซลสูงขึ้นทำให้ผิวเคลือบหนาขึ้นจึงส่งผลให้พบรอยแตกของผิวเคลือบมากขึ้น ซึ่งรอยแตกที่เกิดขึ้นไม่เป็นผลดีต่อการป้องกันการกัดกร่อนของผิวเหล็กเนื่องจากความชื้นและออกซิเจนมีโอกาสแทรกเข้าไประหว่างรอยแตกของชั้นเคลือบทำให้เกิดเป็นเหล็กออกไซด์หรือสนิมเหล็กได้ จากผลการทดลองข้างต้นเห็นได้ผิวเคลือบที่ไม่มีรอยแตกหรือมีรอยแตกน้อยเมื่อใช้ไททาเนียโซลที่ระดับความเข้มข้น 0.025 และ 0.05 M

4.3.2 ผลของจำนวนชั้นของผิวเคลือบ

การศึกษาความเข้มข้นของไททาเนียโซลที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบผิวชิ้นงานเหล็ก โดยการสังเกตจากลักษณะผิวเคลือบที่ได้จากการทดลองข้างต้นทำให้ทราบว่าระดับความเข้มข้นของไททาเนียโซลที่ให้ลักษณะผิวเคลือบที่ดีที่สุดคือไม่มีรอยแตกหรือมีรอยแตกน้อย ได้แก่ ความเข้มข้นของโซลที่ 0.025 M และ 0.05 M อย่างไรก็ตามด้วยระดับความเข้มข้นของไททาเนียโซลที่ต่ำอาจทำให้ผิวชั้นเคลือบมีความหนาไม่เพียงพอต่อการป้องกันการกัดคั่งนั้นแนวทางหนึ่งในเพิ่มความหนาของชั้นเคลือบคือ การเคลือบผิวชิ้นงานมากกว่า 1 ชั้น ซึ่งผลการเคลือบผิวชิ้นงานเหล็กจำนวน 1, 2 และ 3 ชั้นเมื่อใช้โซลความเข้มข้น 0.025 M แสดงได้ดังรูปที่ 4.8-4.9 และตารางที่ 4.2 ส่วนผลการของการเคลือบผิวชิ้นงานเหล็กจำนวน 1, 2 และ 3 ชั้น เมื่อใช้โซลความเข้มข้น 0.05 M



รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.025 M ที่จำนวนชั้นต่างๆกัน (ก) 1 ชั่วโมง (ข) 2 ชั่วโมง (ค) 3 ชั่วโมง

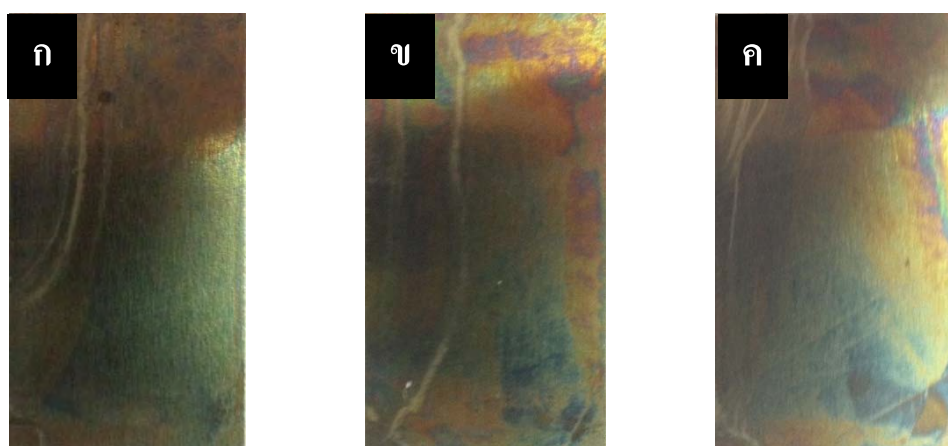


รูปที่ 4.9 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.025 M ที่จำนวนชั้นเคลือบต่าง ๆ (ก) 1 ชั่วโมง (ข) 2 ชั่วโมง (ค) 3 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 200 เท่า

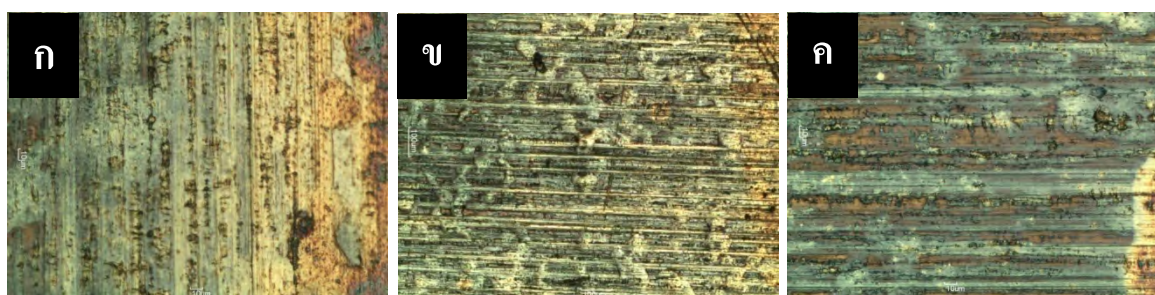
ตารางที่ 4.2 ลักษณะของผิวเคลือบที่จำนวนชั้นของผิวเคลือบต่างกัน เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.025 M

จำนวนชั้นของผิวเคลือบ (ชั้น)	ลักษณะของผิวเคลือบเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า	ลักษณะผิวเคลือบเมื่อสังเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์
1	มีลักษณะเป็นสีรุ้ง พบคราบสีเหลืองบริเวณด้านข้าง และสามารถเห็นรอยต่อระหว่างชั้นเคลือบกับชิ้นงานได้	บริเวณผิวเคลือบและบริเวณรอยต่อไม่พบรอยแตกของชั้นผิวเคลือบ
2	มีลักษณะเป็นสีรุ้ง พบคราบสีเหลืองบริเวณด้านข้างชัดเจนขึ้น และสามารถเห็นรอยต่อระหว่างชั้นเคลือบกับชิ้นงานได้	บริเวณผิวเคลือบไม่พบรอยแตก บริเวณรอยต่อพบรอยแตกเล็กน้อย
3	มีลักษณะเป็นสีรุ้ง พบคราบสีเหลืองบริเวณด้านข้างชัดเจนมาก และสามารถเห็นรอยต่อระหว่างชั้นเคลือบกับชิ้นงานได้	บริเวณผิวเคลือบไม่พบรอยแตก บริเวณรอยต่อพบรอยแตกเล็กน้อย

จากตารางที่ 4.2 จำนวนชั้นของการเคลือบที่มากขึ้นทำให้ลักษณะผิวเป็นคราบสีเหลืองมากขึ้น โดยเฉพาะบริเวณที่ขอบของชิ้นงานและบริเวณรอยต่อของชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยโซลและที่ไม่ได้เคลือบผิวด้วยโซล คราบสีเหลืองที่เกิดขึ้นเป็นลักษณะการตกตะกอนของไททาเนียโซลเมื่อโซลมีความเข้มข้นสูงทำให้การเปลี่ยนเป็นเจลเกิดขึ้นได้ช้ากว่าการระเหยของตัวทำละลาย ซึ่งการตกตะกอนทำให้ผิวเคลือบมีโอกาสเกิดรอยแตกได้ดังที่พบได้บริเวณขอบของชิ้นงานและรอยต่อระหว่างผิวที่เคลือบและไม่ได้เคลือบผิวอย่างไรก็ตามการเพิ่มจำนวนของผิวเคลือบจาก 1 ชั้น เป็น 2 ชั้น และ 3 ชั้น สำหรับการผลิตนี้ยังไม่พบการแตกบริเวณผิวเคลือบกลางชิ้นงาน พบเพียงรอยแตกเล็กน้อยบริเวณรอยต่อของบริเวณที่เคลือบและไม่เคลือบผิว



รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยไททาเนียโซลที่ความเข้มข้น 0.05 M ที่จำนวนชั้นต่างๆ กัน (ก) 1 ชั้น (ข) 2 ชั้น (ค) 3 ชั้น



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยไททาเนียโซลความเข้มข้น 0.05 M ที่จำนวนชั้นเคลือบต่าง ๆ (ก) 1 ชั้น (ข) 2 ชั้น (ค) 3 ชั้น ที่กำลังขยาย 200 เท่า

ตารางที่ 4.3 ลักษณะของผิวเคลือบที่จำนวนชั้นของผิวเคลือบต่างกัน เมื่อใช้ไททาเนียโซลที่ความเข้มข้น 0.05 M

จำนวนชั้น ของผิวเคลือบ (ชั้น)	ลักษณะของผิวเคลือบ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า	ลักษณะผิวเคลือบ เมื่อสังเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์
1	มีลักษณะเป็นสีรุ้ง พบคราบสีเหลืองบริเวณ ด้านข้าง และสามารถเห็นรอยต่อระหว่าง ชั้นเคลือบกับชิ้นงาน ได้	บริเวณผิวเคลือบไม่พบรอยแตก บริเวณรอยต่อพบรอยแตกเล็กน้อย
2	มีลักษณะเป็นสีรุ้ง พบคราบสีเหลืองบริเวณ ด้านข้าง และสามารถเห็นรอยต่อระหว่าง ชั้นเคลือบกับชิ้นงาน ได้	บริเวณผิวเคลือบและบริเวณรอยต่อ พบรอยแตกเล็กน้อย
3	มีลักษณะเป็นสีรุ้ง พบคราบสีเหลืองบริเวณ ด้านข้าง และสามารถเห็นรอยต่อระหว่าง ชั้นเคลือบกับชิ้นงาน ได้	บริเวณผิวเคลือบและบริเวณรอยต่อ พบรอยแตกเล็กน้อย

จากตารางที่ 4.3 เมื่อใช้สารละลายไททาเนียโซลที่ความเข้มข้น 0.05 M พบว่าผิวเคลือบ 2 ชั้น และ 3 ชั้น มีรอยแตกมากกว่าผิวเคลือบที่ใช้โซลที่ระดับความเข้มข้นของโซลต่ำกว่าทั้งนี้เนื่องจากความเข้มข้นของโซลที่สูงขึ้น ทำให้ผิวเคลือบหนาขึ้น ดังนั้นผิวเคลือบจึงมีโอกาสแตกมากขึ้น

4.4 การทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบไททาเนียเจลบนผิวชิ้นงานเหล็ก

การยึดติดของผิวเคลือบเป็นการทดสอบความคงทนของผิวเคลือบต่อการหลุดลอกเมื่อได้รับแรงดึงจากภายนอก โดยสังเกตลักษณะของผิวเคลือบภายหลังการทดสอบด้วยเทคนิค Tape test หรืออาจสังเกตจากเทปที่ถูกลอกออกมา เพื่อให้ทราบถึงประสิทธิภาพในการยึดติดของผิวเคลือบไททาเนียเจลบนผิวชิ้นงานเหล็ก

สำหรับชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวด้วยสารละลายไททาเนียโซลที่ความเข้มข้น 0.025 M เมื่อทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบไททาเนียเจลบนผิวเหล็กด้วยเทคนิค Tape test พบว่าจากเทปที่ใช้ทดสอบนั้นผิวเคลือบไททาเนียเจลมีการหลุดลอกออกจากผิวเหล็กเพียงเล็กน้อยโดยเฉพาะบริเวณขอบของชิ้นงานซึ่งเป็นบริเวณที่มีความหนาของผิวเคลือบหนากว่าบริเวณกลางชิ้นงาน และเมื่อเพิ่มจำนวนชั้นของการเคลือบมากขึ้นการหลุดลอกของบริเวณขอบจะสังเกตได้ชัดเจนขึ้น ส่วนลักษณะของผิวเคลือบบนชิ้นงานเหล็กไม่พบการเปลี่ยนที่ชัดเจนนัก คือลักษณะของผิวโลหะยังคงเป็นสีรุ้งเช่นเดิม แสดงให้เห็นว่าไททาเนียเจลยึดติดได้ดีกับผิวเหล็ก ซึ่งทั้งลักษณะภายหลังการทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบและเทปสรุปได้ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ลักษณะของผิวเคลือบ ซึ่งเคลือบโดยใช้โซลที่มีความเข้มข้น 0.025 M และเทปที่ใช้ในการทดสอบ หลังจากการทดสอบการยึดติด

จำนวนชั้น ในการจุ่มเคลือบ	ลักษณะภายหลังการทดสอบการยึดติด	
	ผิวเคลือบ	เทป
1	ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง 2 ด้าน	มีคราบติดออกมาเล็กน้อยที่บริเวณขอบของชิ้นงาน
2	ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง 2 ด้าน	มีคราบติดออกมามากขึ้น ที่บริเวณขอบ และบริเวณที่เกิดจากตตะกอนของโซล
3	ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง 2 ด้าน	มีคราบติดออกมามากขึ้น ที่บริเวณขอบ และบริเวณที่เกิดจากตตะกอนของโซล

แม้ว่าความเข้มข้นที่ใช้ของไททาเนียโซลสูงขึ้นคือ เมื่อใช้สารละลายโซลที่ความเข้มข้น 0.05 M แต่ผลการสังเกตลักษณะผิวเคลือบและเทปพบว่า ทั้งลักษณะผิวเคลือบและเทปจากการทดสอบไม่แตกต่างจากผลการทดลองที่ใช้ความเข้มข้นของโซลที่ระดับความเข้มข้นต่ำมากนักคือ ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของผิวเคลือบทั้ง 2 ด้าน และเทปมีคราบติดเล็กน้อยโดยเฉพาะบริเวณขอบของชิ้นงาน ซึ่งสรุปได้ตารางที่ 4.5

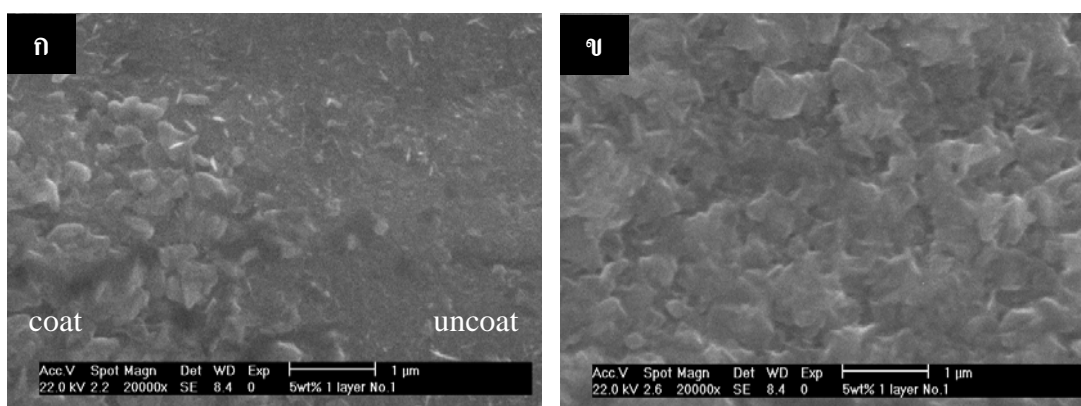
ตารางที่ 4.5 ลักษณะของผิวเคลือบ ซึ่งเคลือบโดยใช้โซลที่มีความเข้มข้น 0.05 M และเทปที่ใช้ในการทดสอบ หลังจากการทดสอบการยึดติด

จำนวนชั้น ในการจุ่มเคลือบ	ลักษณะภายหลังการทดสอบการยึดติด	
	ผิวเคลือบ	เทป
1	ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง 2 ด้าน	ด้านหนึ่งมีคราบติดออกมาเล็กน้อยที่บริเวณขอบของชิ้นงาน แต่อีกด้านมีคราบติดออกมามากกว่า
2	ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง 2 ด้าน	มีคราบติดออกมามากขึ้น ที่บริเวณขอบและบริเวณที่เกิดจากตตะกอนของโซล
3	ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทั้ง 2 ด้าน	มีคราบติดออกมามากขึ้น ที่บริเวณขอบและบริเวณที่เกิดจากตตะกอนของโซล

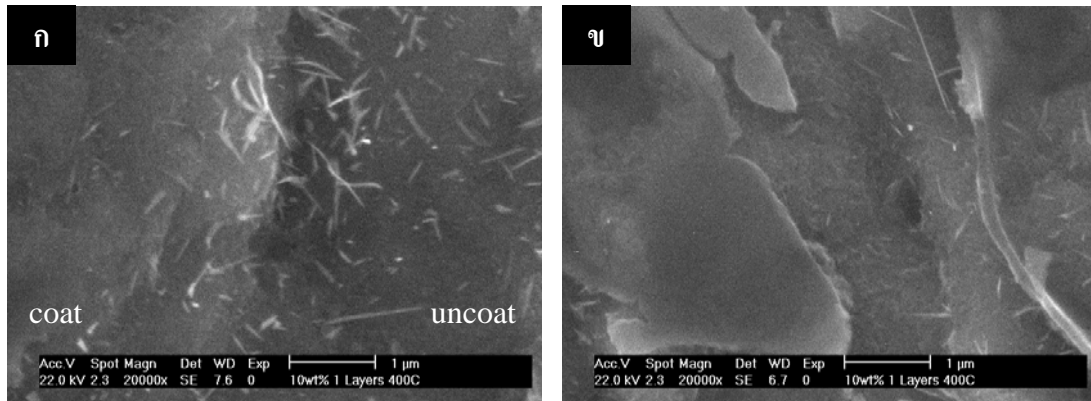
4.5 ผลการตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากผลการตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบด้วยไทเทเนียมเจล พบว่ามีเพียงชิ้นงานตัวอย่างที่เคลือบผิวด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ระดับความเข้มข้น 0.025 M และ 0.05 M เท่านั้นที่ไม่พบรอยแตกของผิวเคลือบเมื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์ ดังนั้นจึงเป็นเพียงชิ้นงานตัวอย่าง 2 ชนิด ที่นำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ในบรรยากาศของอากาศ เมื่อตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ซ้อนกันอยู่บนชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยโซลที่ความเข้มข้น 0.025 M ดังรูปที่ 4.12 สำหรับชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยโซลความเข้มข้น 0.05 M (รูปที่ 4.13) พบว่าผิวเคลือบผิวเคลือบมีความเรียบมากกว่า ไม่เห็นเป็นอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

เนื่องจากความเข้มข้นของโซลที่ใช้สูงกว่าทำให้มีความหนาแน่นของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์มากกว่าและอนุภาคอยู่ใกล้ชิดกันมากขึ้น อย่างไรก็ตามผิวเคลือบที่ความเข้มข้นนี้พบรอยแตกขนาดเล็ก (microcrack) ที่ไม่สามารถสังเกตได้จากกล้องจุลทรรศน์ แต่พบได้เมื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายสูงถึง 20000 เท่า นอกจากนี้ยังพบผลึกรูปเข็มของเหล็กออกไซด์รูปแบบ hematite (Fe_2O_3) (17) บริเวณรอยแตกของผิวเคลือบ ทั้งนี้เนื่องจากชิ้นงานถูกเผาที่อุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศของอากาศเหล็กจึงถูกออกซิไดซ์ด้วยออกซิเจนในอากาศทำให้เกิดเป็นเหล็กออกไซด์ได้

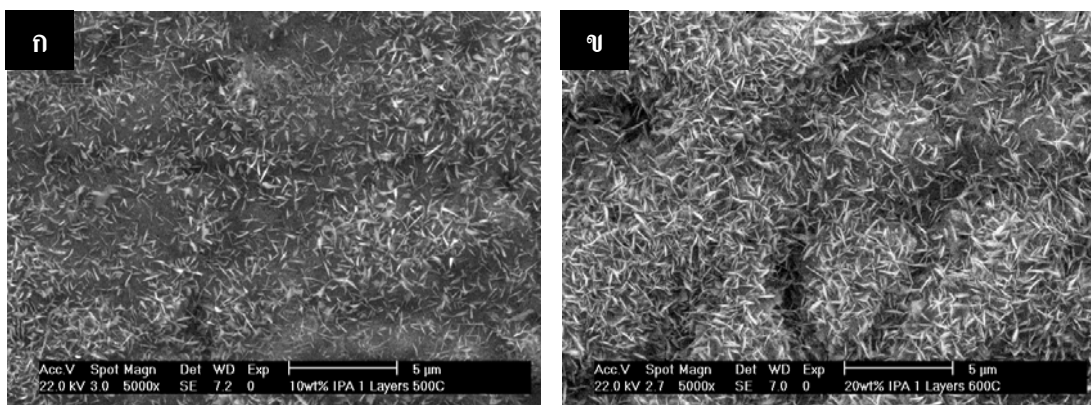


รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.025 M ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า (ก) บริเวณรอยต่อระหว่างผิวเคลือบ (ข) บริเวณกลางชิ้นงาน



รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.05 M ที่กำลังขยาย 20000 เท่า (ก) บริเวณรอยต่อระหว่างผิวเคลือบ (ข) บริเวณกลางชิ้นงาน

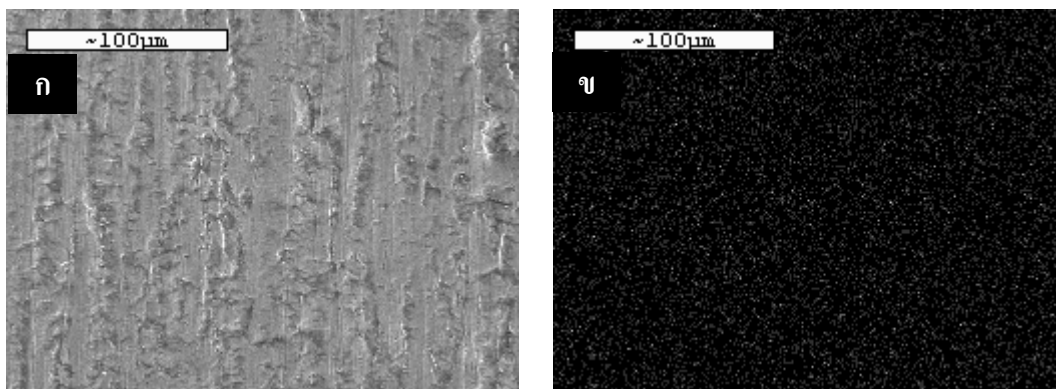
ผลการวิเคราะห์ไทเทเนียมเจลด้วยเทคนิค TGA และ XRD พบว่า เจลเปลี่ยนเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์สมบูรณ์เมื่อใช้อุณหภูมิการเผาที่ 600 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตามผลจากการวิเคราะห์ชิ้นงานหลังเผาที่เคลือบผิวด้วยโซลแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของอากาศ พบว่า เกิดเหล็กออกไซด์จำนวนมากบนชิ้นงาน ดังรูปที่ 4.13 ดังนั้นการเผาชิ้นงานเหล็กที่เคลือบผิวแล้วที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส จึงเป็นสถานะที่ไม่เหมาะสำหรับการทดลองนี้



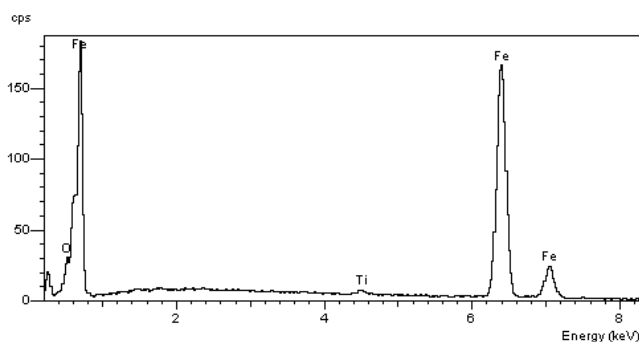
รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.05 M บริเวณกลางชิ้นงาน ที่กำลังขยาย 5000 เท่า (ก) เผาที่ 500°C (ข) เผาที่ 600°C

4.6 ผลการตรวจสอบการกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวเคลือบ

การตรวจสอบการกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพร้อมด้วย EDS พบว่า อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบนผิวเหล็กดังรูปที่ 4.14 และ 4.16 โดยองค์ประกอบของธาตุที่อยู่บนผิวเหล็กแสดงได้ดังรูปที่ 4.15 และ 4.17 และปริมาณอะตอมของไทเทเนียมแสดงได้ดังตารางที่ 4.6 และ 4.7 ซึ่งองค์ประกอบที่พบได้แก่ ออกซิเจน เหล็ก และไทเทเนียม โดยปริมาณอะตอมของไทเทเนียมมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นของไทเทเนียมไดออกไซด์โซลสูงขึ้น



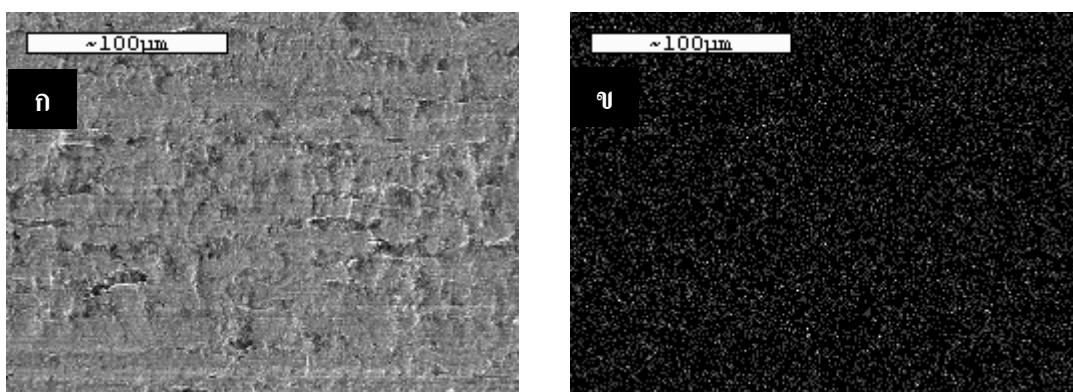
รูปที่ 4.15 โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.025 M บริเวณกลางชิ้นงาน (ก) SEM micrograph (ข) EDS mapping



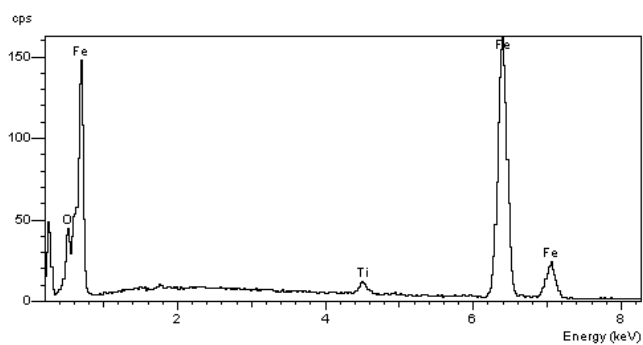
รูปที่ 4.16 EDS spectrum ของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.025 M

ตารางที่ 4.6 ปริมาณของธาตุบนผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.025 M

Element	Atomic (%)
O K	15.38
Ti K	0.86
Fe K	83.76
Total	100



รูปที่ 4.17 โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.05 M บริเวณกลางชิ้นงาน (ก) SEM micrograph (ข) EDS mapping



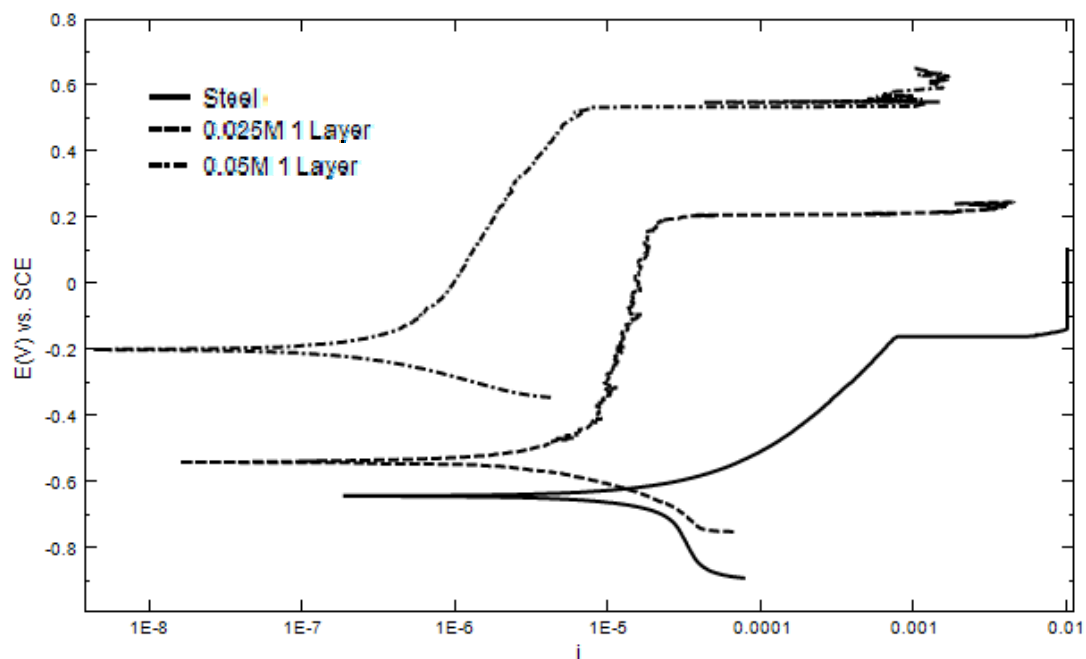
รูปที่ 4.18 EDS spectrum ของผิวเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.05 M

ตารางที่ 4.7 ปริมาณของธาตุนับผิวด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ โซลที่ความเข้มข้น 0.05 M

Element	Atomic (%)
O K	27.63
Ti K	1.76
Fe K	70.61
Total	100

4.7 การตรวจสอบสมบัติการต้านทานการกัดกร่อน

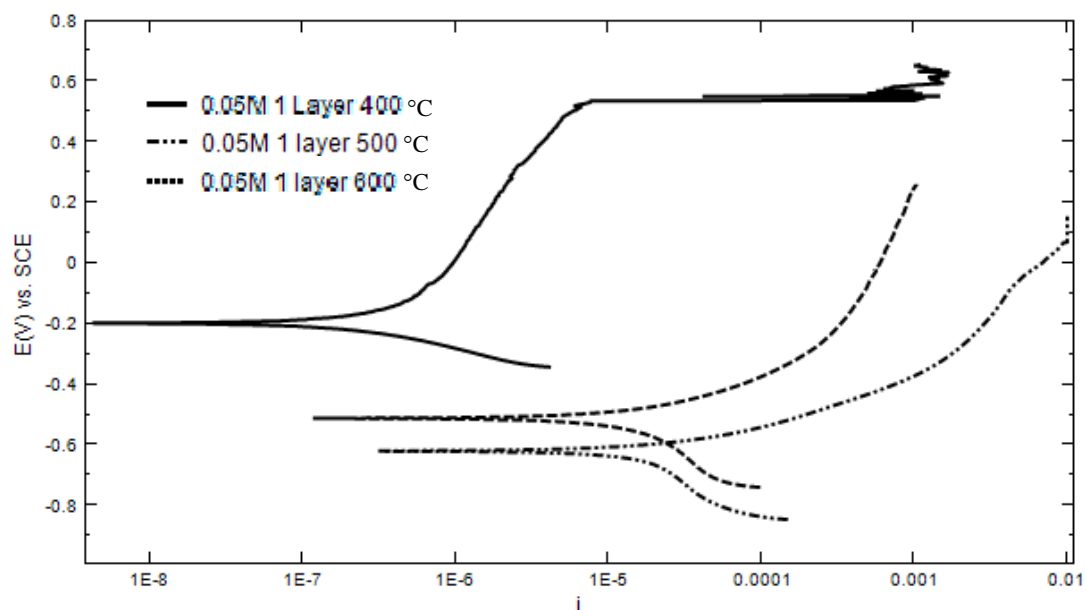
4.7.1 ผลของความเข้มข้นของโซลต่อความต้านทานการกัดกร่อน



รูปที่ 4.19 เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กและแผ่นเหล็กเคลือบผิวด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 M และ 0.05 M ใช้ระยะเวลาในการจุ่มเคลือบ 2 วินาที และเผาที่อุณหภูมิ 400°C จากการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.19 แสดงเส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็ก และแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล พบว่า แผ่นเหล็กในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก มีค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนประมาณ -0.64 โวลต์ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนประมาณ $30 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ โดยมีอัตราการกัดกร่อนเท่ากับ $0.3508 \text{ mm}/\text{year}$ เมื่อทำการเคลือบแผ่นเหล็กด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 และ 0.05 M ที่ระยะเวลาการเคลือบ 2 วินาที แล้วเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสในบรรยากาศของอากาศ พบว่า ผิวเคลือบทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนของแผ่นเหล็กเคลือบสูงขึ้น และยังทำให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนซึ่งแปรผันโดยตรงกับอัตราการกัดกร่อนมีค่าลดลงอยู่ที่ 0.0585 และ $0.0092 \text{ mm}/\text{year}$ ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแผ่นเหล็กที่ผ่านการเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.025 และ 0.05 M สามารถต้านทานการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก ได้ดีกว่าแผ่นเหล็กที่ไม่ผ่านการเคลือบผิว โดยแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.05 M จะมีอัตราการกัดกร่อนต่ำกว่าแผ่นเหล็กที่เคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ความเข้มข้น 0.025 M

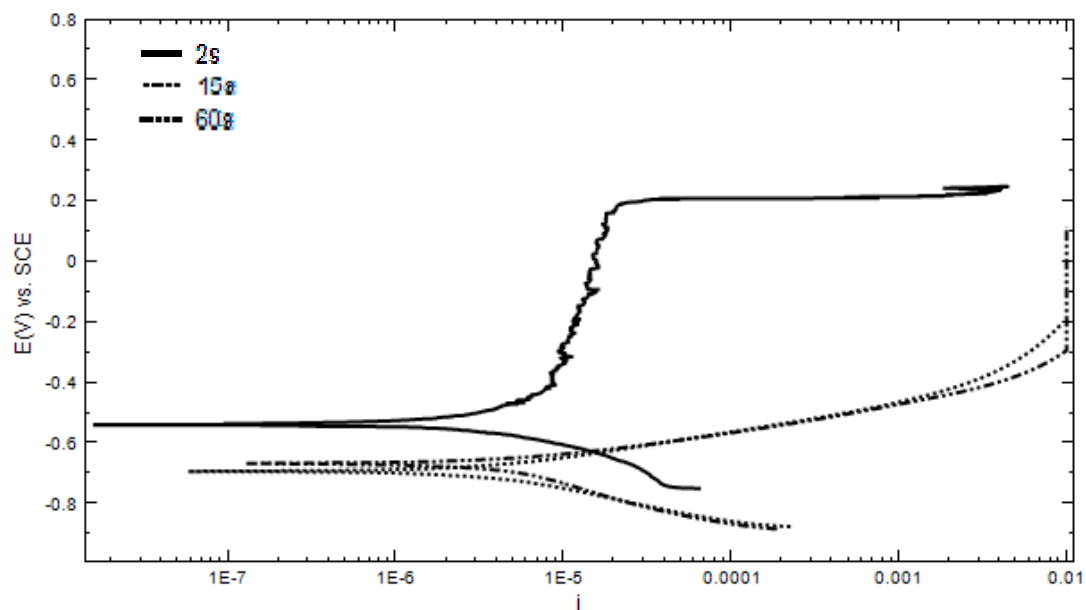
4.7.2 ผลของอุณหภูมิการเผาต่อการต้านทานการกัดกร่อน



รูปที่ 4.20 เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเคลือบเหล็กด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.05 M เผาที่อุณหภูมิ 400 , 500 และ 600°C ใช้ระยะเวลาในการจุ่มเคลือบ 2 วินาที จากการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก

ภายหลังการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนักของแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.05 M ระยะเวลาการจุ่มเคลือบ 2 วินาที โดยมีอุณหภูมิการเผาที่แตกต่างกัน พบว่า เมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้น จะมีผลทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนของแผ่นเหล็กเคลือบลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยในกรณีการเผาแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่อุณหภูมิ 600 และ 500 องศาเซลเซียส มีค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนอยู่ที่ -0.511 และ -0.619 โวลต์ ตามลำดับ สำหรับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนนั้น พบว่า การเผาแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส จะมีอัตราการกัดกร่อนสูงกว่าการเผาชิ้นงานที่เคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ทั้งนี้จากการวิเคราะห์สารประกอบที่เกิดขึ้นบนแผ่นเหล็กด้วยเครื่อง SEM พบว่า การเผาแผ่นเหล็กที่อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้มีเฟสเฮมาไทต์เพิ่มมากขึ้น ซึ่งส่งผลต่อประสิทธิภาพการป้องกันการกัดกร่อน ดังนั้นอุณหภูมิการเผาชิ้นงานที่เหมาะสม คือ 400 องศาเซลเซียส

4.7.3 ผลของระยะเวลาการจุ่มเคลือบต่อการต้านทานการกัดกร่อน



รูปที่ 4.21 เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเคลือบเหล็กด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โซล ที่ความเข้มข้น 0.025 M เเผาที่อุณหภูมิ 400°C ที่ระยะเวลาในการจุ่มเคลือบ 2, 15, 60 วินาที จากการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 5% โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.21 แสดงเส้นโพลาริเซชันของแผ่นเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โพลีที่ความเข้มข้น 0.025 M ที่อุณหภูมิการเผา 400 องศาเซลเซียส โดยมีระยะเวลาการจุ่มเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โพลีบนแผ่นเหล็กที่แตกต่างกัน ผลการศึกษาพบว่า ระยะเวลาการเคลือบ 2, 15, และ 60 วินาที มีค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนอยู่ที่ -0.535, -0.691 และ -0.668 โวลต์ โดยค่าความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนซึ่งแสดงถึงอัตราการกัดกร่อนของแผ่นเหล็กเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โพลีนั้น พบว่า การจุ่มเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โพลี ที่เวลาการเคลือบ 2, 15, และ 60 วินาที นั้น ไม่มีผลต่ออัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานมากนัก ดังนั้นระยะเวลาการเคลือบที่ 2 วินาที จึงเหมาะสมสำหรับการเคลือบด้วยสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โพลีบนแผ่นเหล็ก เนื่องจากใช้เวลาน้อยที่สุดในการทำงาน ทั้งนี้เป็นเพราะสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้เปียกผิว (wetting) ได้ดีบนผิวเหล็ก ทำให้ไม่ต้องใช้เวลานานในการจุ่มเคลือบผิว

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ไททานีโยไซด์ที่สังเคราะห์ได้สำหรับการทดลองนี้เปลี่ยนเป็นไททานีโยไซด์โดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยไททานีโยไซด์ที่อยู่ในรูปแบบอนาเทส

การเคลือบผิวชิ้นงานเหล็กด้วยสารละลายไททานีโยไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ เมื่อตรวจสอบลักษณะผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์พบว่า ผิวเคลือบที่ใช้โซลที่ระดับความเข้มข้น 0.025, และ 0.05 M ไม่พบรอยแตกที่ผิวเคลือบ มีเพียงรอยแตกเล็กน้อยที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวที่เคลือบโซลและไม่เคลือบโซล และบริเวณขอบของชิ้นงานเหล็ก ส่วนการเพิ่มขึ้นเคลือบสามารถทำได้เมื่อใช้โซลที่ระดับความเข้มข้น 0.025 M โดยผิวเคลือบ 2 ชั้น และ 3 ชั้นยังไม่พบรอยแตก

การทดสอบการยึดติดของผิวเคลือบบนผิวเหล็กพบว่า ไททานีโยไซด์ยึดติดกับผิวเหล็กได้ดีสังเกตได้จากเทปที่มีการหลุดของผิวเคลือบเพียงเล็กน้อย และไม่พบการเปลี่ยนแปลงของผิวเคลือบบนชิ้นงานเหล็กที่ชัดเจนนัก คือลักษณะชิ้นงานหลังการเคลือบผิวยังคงเป็นสีรุ้ง

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบผิวเหล็กด้วยไททานีโยไซด์ที่เตรียมได้ คือ ใช้โซลที่ระดับความเข้มข้นไม่เกิน 0.05 M จุ่มเคลือบผิวด้วยอัตราเร็วในการจุ่ม 1600 มิลลิเมตรต่อนาที ระยะเวลาในการจุ่มเคลือบผิว 2 วินาที ทิ้งไว้ให้เกิดเจลที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 คืน และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ที่บรรยากาศอากาศ

การศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคของผิวเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบรอยแตกขนาดเล็กบริเวณกลางชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยโซลความเข้มข้น 0.05 M

ผลการทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนด้วยวิธี Potentiodynamic polarization method พบว่า ชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยโซลที่ความเข้มข้น 0.025 M และ 0.05 M ให้ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) ที่สูงกว่าชิ้นงานที่ไม่เคลือบผิว และให้ค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr}) ที่ต่ำกว่าชิ้นงานที่ไม่เคลือบผิวดังนั้นอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงานที่เคลือบผิวจึงต่ำกว่าชิ้นงานเหล็กที่ไม่เคลือบผิว

ข้อเสนอแนะ

การเลือกใช้ไซลในการเคลือบผิวโลหะควรคำนึงถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับโลหะชนิดนั้นๆ เช่น การเคลือบผิวเหล็กไม่ควรใช้ไซลที่ต้องการการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส เนื่องจากจะทำให้เกิดเหล็กออกไซด์ อย่างไรก็ตามหากจำเป็นต้องเผาชิ้นงานโลหะที่อุณหภูมิดังกล่าวอาจต้องเผาภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรืออาร์กอน

เอกสารอ้างอิง

1. R.W. Jones, *Fundamental Principles of Sol-Gel Technology*, The Institute of Metals, London. 1989.
2. M. Atik, P. L. Neto, L.A. Avacaa and M.A. Aegertera, *Ceram. Int.* 1995, **21**, 403.
3. R. Di Maggio, L. Fedrizzi, S. Rossi and P. Scardi, *Thin Solid Films*, 1996, **286**, 127.
4. R.L. Parkhill, E.T. Knobbe and M.S. Donley, *Prog. Org. Coat.*, 2001, **41**, 261.
5. T.L. Metroke, O.Kachurina and E.T. Knobbe, *Prog. Org Coat.*, 2002, **44**, 295.
6. M. Fallet, H. Mahdjoub, B. Gautier and J.-P. Bauer, *J. Non-Cryst. Solids.*, 2001, **293**, 527.
7. Y.Chen, L. Jin and Y. Xie, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 1998, **13**, 735.
8. P. Galliano, J.J.D. Damborenea, M.J. Pascual, A. Duran, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 1998, **13**, 723.
9. D.C.L. Vasconcelos, J.A.N. Carvalho, M. Mantel, W.L. Vasconcelos, *J. Non-Cryst. Solids.*, 2000, **273**, 135.
10. H.Li, K. Liang, L. Mei, S. Gu, S. Wang, *J. Mater. Sci. Lett.*, 2001, **20**, 1081.
11. L. Fedrizzi, F.J. Rodriguez, S. Rossi, F. Deflorian, R.D. Maggio, *Electrochim. Acta.*, 2001, **46**, 3715.
12. F. Perdomo, P.D. Lima, M.A. Aegerter, L.A. Avaca, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 1999, **15**, 87.
13. J. Masalski, J. Gluszek, J. Zabrzski, K. Nitsch, P. Gluszek., *Thin Solid Film.*, 1999, **349**, 186.
14. P. A. Schweitzer, *Fundamentals of corrosion : mechanisms, causes, and preventative methods.* pp. 5-6. CRC Press, 2010.
15. P.R. Roberge, *Corrosion engineering : principles and practice.* 1st ed. pp. 19-33. The McGraw-Hill Companies, Inc., USA, 2008.
16. D. Landolt, *Corrosion and surface chemistry of metals.* pp.1-13. EFPL Press, 2007.
17. J. A. Szpunai, & B-K. Kim, *Materials Science Forum*, 2007, **539**, 223-227.