



รายงานการวิจัย

การชุบเคลือบผิวนาโนคอมพอสิต Zn-Ni-TiO₂ ด้วยไฟฟ้า (ปีที่ 2)
Electrodeposition of Zn-Ni-TiO₂ nanocomposite coatings (Year II)

โดย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะผู้วิจัย

นางสาวกนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ	หัวหน้าโครงการ
นางสาวปราณี รัตนวลีโรจน์	นักวิจัย
รศ.ดร.ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์	นักวิจัย
นายอดิศักดิ์ ถือพลอย	นักวิจัย

กุมภาพันธ์ 2562

กิตติกรรมประกาศ

การดำเนินโครงการวิจัยเรื่อง การชุบเคลือบผิวนาโนคอมพอสิต Zn-Ni-TiO₂ ด้วยไฟฟ้า (ปีที่ 2) ตามสัญญาเลขที่ GB-A_61_051_62_01 สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาฯ ในการสนับสนุนการดำเนินงานวิจัย

ขอขอบคุณ บริษัท สยามยูไนเต็ดสตีล (1995) จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์แผ่นเหล็กสำหรับการศึกษาทดลอง ขอขอบคุณบริษัท โคทเทค จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมีในการศึกษาทดลอง

ขอขอบคุณ คณะผู้ประเมินผลงานวิจัยของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ ที่กรุณาให้ข้อเสนอแนะและคำแนะนำอันเป็นประโยชน์ต่อการพัฒนางานวิจัย และเนื่องจากโครงการวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยทั้งหมดจากทุนอุดหนุนการวิจัยจากรัฐบาลประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 คณะผู้วิจัยจึงขอขอบพระคุณอย่างสูงมา ณ ที่นี้

คณะผู้วิจัย

กุมภาพันธ์ 2562

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ทำการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ บนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้าเพื่อปรับปรุงสมบัติด้านความต้านทานการกัดกร่อนและความแข็งของผิวชุบ โดยนำ TiO₂ Sol ที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลเจลมาเติมในสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni จากนั้นได้ศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของผิวเคลือบโดยทำการปรับเปลี่ยนตัวแปรในการชุบเคลือบ ซึ่งได้แก่ ความเข้มข้นของนิกเกิลไอออนและสังกะสีไอออน ค่า pH ปริมาณ TiO₂ Sol รวมถึงศึกษาผลของการชุบด้วยกระแสตรงและกระแสพัลส์ จากการศึกษาพบว่า สามารถทำการเตรียมผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่ประกอบด้วย 81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti ได้จากสารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl₂ ความเข้มข้น 10 g/l NiCl₂ ความเข้มข้น 20 g/l TiO₂ Sol 10 ml/l ที่ pH 3 โดยชุบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงความหนาแน่นกระแส 3 A/dm² ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาของผิวเคลือบ ZnNi-TiO₂ ที่ได้จาก SEM แสดงให้เห็นว่า การชุบด้วยกระแสพัลส์ให้เกรนที่มีความละเอียดกว่าการชุบด้วยกระแสตรง อย่างไรก็ตามยังคงตรวจไม่พบการเคลือบติดของ TiO₂ Sol บนผิวเคลือบ ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่า ผิวเคลือบดังกล่าวประกอบด้วยเฟส γ -Ni₅Zn₂₁ เพียงเฟสเดียว โดยมีการจัดเรียงโครงสร้างผลึกในระนาบ 330 และ 600 สำหรับการตรวจสอบสมบัติของผิวเคลือบพบว่า ผิวเคลือบ 81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti ที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้มีสมบัติต้านทานการกัดกร่อนได้ดีที่สุด ซึ่งผลการวัดด้วยเทคนิคโพเทนชิโอสแตติกโพลาริเซชันให้ค่าอัตราการกัดกร่อนอยู่ที่ 0.051 mmpy และการทดสอบด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโคปีได้ให้ผลที่สอดคล้องกัน การมีสมบัติสะท้อนน้ำได้ดียิ่งขึ้นของผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ยังเป็นการบ่งชี้ว่าผิวเคลือบดังกล่าวมีแนวโน้มต้านทานการกัดกร่อนในสภาวะแวดล้อมที่มีความชื้นได้ดี นอกจากนี้ยังพบว่าผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ให้ค่าความแข็งที่สูงกว่าผิวเคลือบ Zn-Ni อีกด้วย

Abstract

Zn-Ni-TiO₂ coated steel was prepared by electrodeposition process in order to improve corrosion resistance and hardness properties. TiO₂ sol synthesized by sol-gel technique was added in the Zn-Ni plating solution. The physical and chemical properties of the coating were studied by investigation of the plating parameters including nickel ion and zinc ion concentrations, pH, the amount of TiO₂ sol and the effect of direct and pulse currents. From this work, it was found that Zn-Ni-TiO₂ coating with 81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti was successfully prepared from the solution bath composed of 10 g/L ZnCl₂, 20 g/L NiCl₂ and 10 ml/L TiO₂ sol at a pH of 3 plated using direct current at 3 A/dm². The surface morphology of Zn-Ni-TiO₂ coated steel obtained from SEM revealed that the pulse current provided the finer grains of coatings compared with the direct current; however, the existence of TiO₂ sol could not be identified. Moreover, the XRD characterization showed that only γ -Ni₅Zn₂₁ phase was found with the orientation of 330 and 600. As for the coating properties, 81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti coating prepared in this work showed the highest corrosion resistance with a corrosion rate of 0.051 mm/year measured by potentiodynamic polarization. Moreover, the electrochemical impedance spectroscopy was investigated and the corresponded results were obtained. Furthermore, the increased hydrophobicity of Zn-Ni-TiO₂ coating indicating that this coating potentially has high corrosion resistance in the moist environment. Eventually, higher hardness of Zn-Ni-TiO₂ coating was obtained compared with the Zn-Ni coating.

สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อ	ii
Abstract	iii
สารบัญเรื่อง	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญรูป	vii
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (Information) ที่เกี่ยวข้อง	2
1.1.1 การชุบเคลือบ Zn-Ni	2
1.1.2 กระบวนการโซล-เจล	3
1.1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย	7
2.1 วัสดุและสารเคมี	7
2.2 การชุบสังกะสี-นิกเกิลบนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้า	7
2.2.1 การเตรียมน้ำยาชุบ Zn-Ni เกรดการค้า	7
2.2.2 การเตรียมน้ำยาชุบ Zn-Ni ในห้องปฏิบัติการ	8
2.2.3 การเตรียมสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂	8
2.3 วิธีการชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO ₂	9
2.3.1 การเตรียมชิ้นงาน	9
2.3.2 การชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO ₂ บนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้า	9
2.4 การวิเคราะห์ทดสอบ	10
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	12
3.1 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสและรูปแบบกระแสต่อลักษณะของผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂	12
3.1.1 การชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงที่ความหนาแน่นกระแสระดับต่างๆ	12
3.1.2 การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสพัลส์ที่ % duty cycle ต่างๆ	14
3.2 อิทธิพลของปริมาณความเข้มข้น Zinc ion และ Nickel ion	17
3.3 อิทธิพลของปริมาณ TiO ₂ sol ที่ใช้เติมในสารละลายชุบเคลือบ	19
3.4 อิทธิพลของค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบ	20
3.5 สันฐานวิทยาและองค์ประกอบของผิวเคลือบ Zn-Ni (ระบบที่ไม่เติม TiO ₂ sol)	20
3.5.1 ผิวเคลือบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารเกรดการค้า	21
3.5.2 ผิวเคลือบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นจากการทดลอง	23
3.6 การศึกษาสมบัติของผิวเคลือบ	26
3.6.1 ผลการศึกษาอัตราการชุบเคลือบ	28

สารบัญเรื่อง (ต่อ)

	หน้า
3.6.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผิวเคลือบ	28
3.6.3 การศึกษาสมบัติความต้านทานต่อการกัดกร่อนของผิวเคลือบ	30
3.6.4 ผลการทดสอบความสามารถในการเปียกของพื้นผิว	34
3.6.5 ผลการทดสอบค่าความแข็งของผิวเคลือบ	34
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	36
บรรณานุกรม	37
ภาคผนวก	40
ประวัติคณะผู้วิจัย	41

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบของน้ำยาชุบ Zn-Ni เกรดการค้า	7
ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบของน้ำยาชุบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ	8
ตารางที่ 2.3 ส่วนประกอบของสารละลายชุบเคลือบ สำหรับการศึกษาศึกษาปัจจัยในการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂	9
ตารางที่ 3.1 ธาตุองค์ประกอบของผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ จากการชุบเคลือบแผ่นเหล็ก โดยใช้ น้ำยาชุบที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	13
ตารางที่ 3.2 ธาตุองค์ประกอบบนแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ จากการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ % duty cycle ต่างๆ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L และเติม TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที เปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการชุบด้วยกระแสตรง	15
ตารางที่ 3.3 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ จากการชุบเคลือบโดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	16
ตารางที่ 3.4 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบที่ได้จากการชุบโดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น ZnCl ₂ และ NiCl ₂ ที่ระดับต่างๆ โดยเติม 10 ml/L TiO ₂ sol และทำการชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสตรงที่ 3 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	18
ตารางที่ 3.5 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ ที่เตรียมขึ้นจากการใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 20 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ทำการชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ % duty cycle ระดับต่างๆ	19
ตารางที่ 3.6 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 20 g/L ที่มีการเติม TiO ₂ sol ปริมาณต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	20
ตารางที่ 3.7 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 20 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ที่ pH ต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	21
ตารางที่ 3.8 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni ที่ชุบด้วยสารเกรดการค้า ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสตรง ที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² และใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที	23
ตารางที่ 3.9 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni จากการชุบเคลือบบนแผ่นเหล็ก โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย NiCl ₂ 20 g/L ผสมร่วมกับ ZnCl ₂ ที่ระดับความเข้มข้น 5 และ 10 g/L ภายใต้การชุบเคลือบด้วยกระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	24

สารบัญตาราง (ต่อ)

หน้า

ตารางที่ 3.10	ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย $ZnCl_2$ 10 g/L และ $NiCl_2$ 20 g/L ที่ pH 3 โดยใช้กระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² และกระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที	25
ตารางที่ 3.11	ระบบการเตรียมแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ที่มีการเติมและไม่เติม TiO_2 sol ที่เลือกนำมาศึกษาเปรียบเทียบสมบัติของผิวเคลือบ	27
ตารางที่ 3.12	ค่า E_{corr} , I_{corr} และอัตราการกัดกร่อนจากเส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ด้วยระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol	31
ตารางที่ 3.13	ค่า E_{corr} , I_{corr} และอัตราการกัดกร่อนของแผ่นเหล็ก แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni โดยใช้สารกรดการค่า และแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni- TiO_2 ที่เตรียมขึ้นจากการทดลอง	33

สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 2.1	เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า และเซลล์ที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO ₂ บนแผ่นเหล็ก	10
รูปที่ 2.2	ชุดอุปกรณ์ทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่อง potentiostat	11
รูปที่ 3.1	ลักษณะพื้นผิวแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ จากการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงที่ความหนาแน่นกระแสระดับต่างๆ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L ร่วมกับ NiCl ₂ 34.5 g/L และเติม TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	12
รูปที่ 3.2	ภาพถ่าย SEM และภาคตัดขวางของชั้นเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ ที่ชุบด้วยสารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	13
รูปที่ 3.3	แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้นเคลือบและความหนาแน่นของไฟฟ้ากระแสตรงที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3	14
รูปที่ 3.4	ลักษณะแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ จากการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ % duty cycle ต่างๆ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L และเติม TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที เปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการชุบด้วยกระแสตรง	15
รูปที่ 3.5	ภาพถ่าย SEM และภาคตัดขวางของแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ จากการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ % duty cycle ต่างๆ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L และเติม TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที เปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการชุบด้วยกระแสตรง	15
รูปที่ 3.6	ลักษณะพื้นผิวแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ ด้วยกระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L ร่วมกับ NiCl ₂ 34.5 g/L และเติม TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	16
รูปที่ 3.7	ภาพถ่าย SEM และภาคตัดขวางชั้นเคลือบของแผ่นเหล็กที่ผ่านการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 34.5 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	16
รูปที่ 3.8	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO ₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ ที่ความเข้มข้นต่างๆ ผสมร่วมกับ NiCl ₂ 34.5 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	17

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 3.9	ลักษณะพื้นผิวและภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂ ที่ผ่านการชุบโดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ ที่ความเข้มข้น 5 และ 10 g/L ผสมร่วมกับ NiCl ₂ 20 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	18
รูปที่ 3.10	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO ₂ ที่เตรียมขึ้นจากการใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 20 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ทำการชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ % duty cycle ระดับต่างๆ	19
รูปที่ 3.11	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO ₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 20 g/L ที่มีการเติม TiO ₂ sol ปริมาณต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	20
รูปที่ 3.12	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO ₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 5 g/L NiCl ₂ 20 g/L TiO ₂ sol 10 ml/L ที่ pH ต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	21
รูปที่ 3.13	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni ด้วยสารกรดการค่า โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	22
รูปที่ 3.14	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni ด้วยสารกรดการค่า ทำการชุบโดยใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที	22
รูปที่ 3.15	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni จากสารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย NiCl ₂ 20 g/L ผสมร่วมกับ ZnCl ₂ ที่ระดับความเข้มข้น 5 และ 10 g/L ภายใต้การชุบเคลือบด้วยกระแสตรง 3 A/dm ² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที	24
รูปที่ 3.16	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 10 g/L และ NiCl ₂ 20 g/L ที่ pH 3 ทำการชุบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm ² เป็นเวลา 30 นาที	25
รูปที่ 3.17	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 10 g/L และ NiCl ₂ 20 g/L ที่ pH 3 ทำการชุบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที	25
รูปที่ 3.18	ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl ₂ 15 g/L และ NiCl ₂ 20 g/L ที่ pH 3 ทำการชุบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm ² ที่ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที	26

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.19	28
<p>ชั้นความหนาของผิวเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol ที่ผ่าน การชุบด้วยไฟฟ้า 3 A/dm^2 ชนิดกระแสตรง และกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle เป็น ระยะเวลา 30 นาที</p>	
รูปที่ 3.20	29
<p>XRD patterns ของผิวเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol จาก การชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสพัลส์ 80% duty cycle ความหนาแน่น กระแส 3 A/dm^2 ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที</p>	
รูปที่ 3.21	31
<p>เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ด้วยระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol จากการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสพัลส์ 80% duty cycle ความหนาแน่นกระแส 3 A/dm^2 ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที ทำการวิเคราะห์ทดสอบใน สารละลาย 3.5% NaCl</p>	
รูปที่ 3.22	32
<p>เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็ก แผ่นเหล็กชุบเคลือบ 100% Zn แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni โดยใช้สารกัดการกัด และแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO_2 ที่เตรียมขึ้นจากการ ทดลอง จากการทดสอบในสารละลาย 3.5 %NaCl</p>	
รูปที่ 3.23	33
<p>Nyquist plot ของแผ่นเหล็กชุบสังกะสี แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็ก เคลือบ Zn-Ni-TiO_2 จากการทดสอบในสารละลาย 3.5 %NaCl</p>	
รูปที่ 3.24	34
<p>ค่าเฉลี่ยของมุมสัมผัสจากการทดสอบแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO_2</p>	
รูปที่ 3.25	35
<p>ค่าความแข็งของผิวเคลือบชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับแผ่นเหล็กก่อนชุบเคลือบ</p>	

บทที่ 1

บทนำ

สังกะสีเป็นโลหะที่นิยมนำมาใช้ชุบเคลือบบนชิ้นงานเหล็กเพื่อป้องกันการกัดกร่อน เนื่องจากเป็นผิวเคลือบที่มีต้นทุนการผลิตต่ำในขณะที่ให้สมบัติผู้กร่อนแทนเหล็กได้ (sacrificial protection) การพัฒนาที่ผ่านมามีการผลิตผิวเคลือบสังกะสีอัลลอย (zinc alloy) โดยวิธีการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้าเพื่อปรับปรุงสมบัติต่างๆ ของผิวเคลือบทั้งทางกายภาพ เคมี และเชิงกลให้ตอบสนองต่อการใช้งาน สังกะสีอัลลอยที่มีการศึกษาและมีการใช้งานกันโดยส่วนใหญ่ ได้แก่ สังกะสี-นิกเกิล (Zn-Ni) สังกะสี-โคบอลต์ (Zn-Co) สังกะสี-เหล็ก (Zn-Fe) เป็นต้น ซึ่งผลจากการพัฒนาที่ผ่านมามีพบว่า Zn-Ni เป็นผิวเคลือบที่ได้รับความนิยมในการใช้งาน เช่น ในอุตสาหกรรมผลิตชิ้นส่วนยานยนต์ อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น โดยพบว่าผิวเคลือบที่ให้สมบัติทนทานต่อการกัดกร่อนดีกว่าผิวเคลือบสังกะสีบริสุทธิ์และผิวเคลือบสังกะสีอัลลอยหลายชนิด [1]

การเตรียมผิวเคลือบลักษณะคอมพอสิตโดยผสมอนุภาคขนาดนาโนเข้าไปในผิวเคลือบอีกแนวทางหนึ่งในการปรับปรุงสมบัติให้แก่ผิวเคลือบ Zn-Ni ซึ่งอนุภาคเหล่านี้ได้แก่ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (titanium dioxide, TiO_2) อลูมินา (alumina, Al_2O_3) ซิลิกา (silica, SiO_2) ซิลิกอนไนไตรด์ (silicon nitride, Si_3N_4) [2,3,4,5] โดยที่ TiO_2 นั้นเป็นวัสดุเซรามิกที่สามารถช่วยเสริมสมบัติด้านความต้านทานการกัดกร่อนและสมบัติเชิงกลให้แก่ผิวเคลือบดังกล่าวได้ อย่างไรก็ตาม ในขั้นตอนการผสมอนุภาค TiO_2 เข้าไปในสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni ในงานวิจัยที่ผ่านมาพบปัญหาเรื่อง agglomeration ของอนุภาค TiO_2 ที่ส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีสมบัติด้อยลงกว่าที่ควรจะเป็น อันเนื่องมาจากความไม่สม่ำเสมอในการกระจายตัวของอนุภาคบนผิวเคลือบ [6]

ในงานวิจัยนี้จึงทำการแก้ไขปัญหาดังกล่าวโดยการนำไทเทเนียมไดออกไซด์โซล (TiO_2 sol) ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) มาใช้ในขั้นตอนการชุบเคลือบ เนื่องจากอนุภาค TiO_2 sol ที่เตรียมได้จากรีเอเจนต์สังกะสีมีขนาดเล็กในระดับนาโนจึงสามารถกระจายตัวในสารละลายชุบเคลือบได้ดี ส่งผลให้อนุภาค TiO_2 sol ถูกฝังแทรกตัวและทำให้มี nucleation sites อยู่ในโครงสร้างของโลหะ Zn-Ni เพิ่มมากขึ้น จึงคาดว่าจะได้โครงสร้างผลึกที่มีขนาดเล็กและมีความสม่ำเสมอ ส่งผลทำให้ได้สมบัติของผิวเคลือบที่ดีทั้งในด้านความต้านทานการกัดกร่อนและความแข็งผิว โดยในการวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาถึงระบบของสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni ที่สามารถใช้ร่วมกับ TiO_2 sol ได้ และศึกษาปัจจัยต่างๆ ของสารละลายชุบเคลือบ ซึ่งได้แก่ ปริมาณสังกะสีไอออน ปริมาณนิกเกิลไอออน ปริมาณ TiO_2 sol และค่า pH รวมถึงศึกษาสมบัติของผิวเคลือบ Zn-Ni- TiO_2 ที่เตรียมได้

จากผลการดำเนินโครงการในปีที่ 1 พบว่า ระบบที่สามารถทำการชุบเคลือบ Zn-Ni- TiO_2 ด้วยไฟฟ้ากระแสตรงที่ $3 A/dm^2$ แล้วให้ผิวเคลือบที่มีความสม่ำเสมอคือ ระบบที่มีการใช้ TiO_2 sol ที่เตรียมจาก $Ti(OBu)_4$ โดยการชุบเคลือบที่สามารถตรวจพบ TiO_2 sol ในผิวเคลือบได้นั้นคือระบบที่มีการเติม TiO_2 sol ปริมาณ 10 ml/L ในสารละลายที่ประกอบด้วย $ZnCl_2$ ที่ความเข้มข้น 5 g/L และ $NiCl_2$ ที่ความเข้มข้น 34.5 g/L และพบว่า การปรับค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบให้สูงขึ้นในช่วง pH 2 - 4 เป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีลักษณะพื้นผิวเรียบ มีเกรนละเอียด โดยผิวเคลือบที่ได้จากการชุบเคลือบที่ pH 3 และ 4 นั้นเป็นระบบที่น่าสนใจ

สำหรับการดำเนินโครงการในปีที่ 2 เป็นการนำระบบสารละลายชุบเคลือบที่ได้จากผลการทดลองปีที่ 1 มาทำการศึกษาต่อยอด โดยศึกษาการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เน้นในเรื่องการปรับปริมาณส่วนผสมทางเคมีของสารละลายชุบเคลือบเพื่อให้ได้ผิวเคลือบที่มีปริมาณ Zn และ Ni ใกล้เคียงกับสารชุบเกรดการค้า และศึกษาถึงรูปแบบกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการชุบเคลือบทั้งไฟฟ้ากระแสตรง (direct current, DC) และกระแสพัลส์ (pulse current) รวมทั้งทำการศึกษาเพิ่มเติมในปัจจัยด้านค่า pH และปริมาณ TiO₂ sol ในสารละลายชุบเคลือบ จากนั้นทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมี รวมถึงศึกษาสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนและค่าความแข็งของผิวเคลือบ เพื่อมุ่งพัฒนาให้ได้ผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่มีสมบัติที่ดีสำหรับการประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องต่อไปในอนาคต

1.1 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (Information) ที่เกี่ยวข้อง

1.1.1 การชุบเคลือบ Zn-Ni

การชุบเคลือบเหล็กด้วยโลหะสังกะสีเป็นวิธีการป้องกันการกัดกร่อนของชิ้นงานเหล็กที่นิยมใช้กันมาช้านาน เนื่องจากสังกะสีเป็นผิวเคลือบที่มีสมบัติผู้กร่อนแทนเหล็ก อันเนื่องมาจากการที่สังกะสีมีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชัน (reduction potential) ที่ต่ำกว่าเหล็ก ($Zn = -0.76\text{ V}$, $Fe = -0.44\text{ V}$) อีกทั้งยังมีต้นทุนการผลิตต่ำเมื่อเทียบกับผิวเคลือบชนิดอื่น เมื่ออยู่ภายใต้ภาวะที่ก่อให้เกิดการกัดกร่อน สังกะสีซึ่งสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่ายกว่าจึงเกิดการกัดกร่อนก่อนเนื้อเหล็ก ทั้งนี้จากค่าศักย์ไฟฟ้าดังกล่าวจะเห็นได้ว่ามีความแตกต่างระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันของสังกะสีและเหล็กอยู่ค่อนข้างมาก จึงทำให้การกัดกร่อนของชั้นเคลือบสังกะสีเกิดขึ้นเร็ว ดังนั้นความสามารถในการป้องกันการกัดกร่อนของผิวเคลือบซึ่งประกอบด้วยธาตุสังกะสีเพียงชนิดเดียวนั้นจึงขึ้นอยู่กับความหนาของชั้นเคลือบสังกะสีเป็นหลัก

ปัจจุบันสังกะสีอัลลอยได้ถูกพัฒนาและนำมาใช้แทนผิวเคลือบสังกะสีแบบเดิมมากขึ้น ซึ่งวัตถุประสงค์ที่สำคัญคือการผลิตผิวเคลือบที่ยังคงต้องมีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันที่ต่ำกว่าเหล็ก เพื่อให้สามารถทำหน้าที่ป้องกันเนื้อเหล็กด้วยสมบัติ sacrificial protection ได้ แต่จะมีความแตกต่างระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าของผิวเคลือบและเหล็กที่ลดลง ซึ่งจะส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีอัตราการกัดกร่อนช้าลง ทั้งนี้โลหะที่นิยมนำมาใช้ผสมร่วมกับสังกะสีมักได้แก่โลหะใน iron-group เช่น Ni, Fe, Co เป็นต้น [1,7,8] โดยวิธีการเคลือบที่นิยมใช้โดยทั่วไปคือการชุบเคลือบแบบใช้ไฟฟ้า โดยที่ชิ้นงานหลังการชุบเคลือบอาจทำพาสซีเวชัน (passivation) ต่อได้เช่นเดียวกับผิวเคลือบสังกะสี

ทั้งนี้ Zn-Ni เป็นผิวเคลือบที่ได้รับความนิยมในการพัฒนาเพื่อนำไปใช้ในอุตสาหกรรมที่สำคัญ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมยานยนต์ เนื่องจากเป็นผิวเคลือบที่มีสมบัติที่ดีในด้านการป้องกันการกัดกร่อน [9] รวมถึงสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความคงทนต่อการสึกกร่อน (wear resistance) และความแข็งผิวที่ดี [10] อันเนื่องมาจากสมบัติของนิกเกิลที่เป็นองค์ประกอบ ทั้งนี้ปริมาณนิกเกิลในผิวเคลือบควรอยู่ในระดับที่เหมาะสม เพราะหากมีน้อยเกินไปจะส่งผลให้ผิวเคลือบมีสมบัติในการเป็นชั้นกั้นเพื่อปกป้องวัสดุภายใน (barrier protection) ได้ไม่ดี และชั้นเคลือบยังคงเกิดการกัดกร่อนได้เร็ว แต่หากมีปริมาณนิกเกิลที่สูงเกินไป เช่น สูงเกินกว่า 25-30% ก็จะทำให้สมบัติการเป็น sacrificial anode ของชั้นเคลือบนั้นหมดไป ดังนั้นการผลิตผิวเคลือบ Zn-Ni โดยทั่วไปจึงมักมีปริมาณนิกเกิลอยู่ในช่วง 10-17% [11,12,13] โดยการชุบในระบบกรดมักให้ปริมาณนิกเกิลในผิวเคลือบสูงกว่าการชุบในระบบด่าง [12]

ส่วนประกอบของสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni โดยทั่วไปประกอบด้วย แหล่งของสังกะสีไอออน ซึ่งได้แก่ ZnSO₄, ZnCl₂ แหล่งของนิกเกิลไอออน ได้แก่ NiSO₄, NiCl₂ สารที่ให้สมบัติบัฟเฟอร์ เช่น boric

acid สารที่ช่วยเพิ่มการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์ เช่น NH_4Cl , Na_2SO_4 และอาจมีการเติมสารเติมแต่ง (additives) ต่างๆ เพื่อช่วยให้เกิดการเคลือบติดของผิวเคลือบอย่างสม่ำเสมอ ได้เกรนละเอียดขึ้น และทำให้ผิวเคลือบมีความมันเงา [14,15]

จากการศึกษาที่ผ่านมามีพบว่า โครงสร้างผลึกของผิวเคลือบ Zn-Ni ที่ได้จากการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้านั้นอาจพบได้หลายเฟส เช่น เฟสอีตา (η -phase) เฟสแกมมา (γ -phase) เฟสแอลฟา (α -phase) โดยปริมาณนิเกิลที่มีอยู่ภายในผิวเคลือบ Zn-Ni มีผลโดยตรงต่อการเปลี่ยนแปลงเฟส [16] ทั้งนี้เฟสที่ให้สมบัติเชิงกลและความต้านทานการกัดกร่อนได้ดีนั้นคือ γ - $\text{Ni}_5\text{Zn}_{21}$ ที่มีลักษณะโครงสร้างแบบ body-centered cubic ซึ่งโครงสร้างดังกล่าวมักพบในผิวเคลือบที่มีปริมาณนิเกิลอยู่ในช่วง 10-14% ทั้งนี้การเตรียมผิวให้ได้โครงสร้างดังกล่าวขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ปริมาณสัดส่วนของนิเกิลไอออนและสังกะสีไอออน ความหนาแน่นกระแส และอุณหภูมิที่ใช้ในการชุบเคลือบ [10]

โดยปกติการชุบเคลือบที่มีไอออนโลหะหลายชนิดในสารละลายชุบเคลือบนั้นโลหะที่มีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันสูงกว่ามักจะเกิดการเคลือบติดบนชิ้นงานได้ดีกว่าโลหะที่มีค่าศักย์ต่ำ แต่สำหรับการชุบเคลือบสังกะสีร่วมกับโลหะใน iron-group นั้นกลับเกิดการชุบเคลือบในทางตรงกันข้ามคือ สังกะสีซึ่งมีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันที่ต่ำกว่าโลหะใน iron-group กลับมีการเคลือบติดบนชิ้นงานได้ดีกว่า จึงทำให้ผิวเคลือบที่ได้มีปริมาณสังกะสีสูงกว่า ซึ่งเรียกการชุบเคลือบอัลลอยแบบนี้ว่าเป็น การชุบเคลือบแบบผิดปกติ (anomalous deposition) [17] โดยการศึกษาวิจัยที่ผ่านมาได้อธิบายปรากฏการณ์ดังกล่าวว่าเกิดจากกลไก hydroxide suppression คือมีการตกตะกอน hydroxide ของโลหะที่มีความเสถียรน้อยกว่านั้นคือเกิด $\text{Zn}(\text{OH})_2$ ที่บริเวณขั้วคาโทดอันเนื่องมาจากการเพิ่มขึ้นของค่า pH ณ บริเวณดังกล่าว ซึ่งจะเกิดการรีดิวซ์ต่อไปเป็นโลหะ Zn เคลือบติดบนชิ้นงาน โดยที่ปฏิกิริยาดังกล่าวมีผลกีดขวางการเคลือบติดของโลหะที่มีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันสูงกว่า ในขณะที่การศึกษาปฏิกิริยา codeposition ของ Zn-Ni ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าโดย Chassaign และ Wiart [18] ได้นำเสนอกลไกว่า การเคลือบติดของโลหะนิเกิลซึ่งเกิดขึ้นที่ low cathodic polarization (เกิดการชุบเคลือบแบบปกติ) นั้นเกิดผ่านสารมัธยันตร์ (intermediate) คือ ZnNi^+_{ad} ซึ่งมีผลช่วยเร่งปฏิกิริยารีดักชันของ Ni^{2+} ส่วนที่ high cathodic polarization (เกิดการชุบเคลือบแบบผิดปกติ) นั้นจะเกิดการเคลือบติดของ Zn เป็นส่วนใหญ่ส่งผลทำให้ได้เฟสที่มีปริมาณ Zn สูงโดยเกิดผ่าน Zn^+_{ad} ซึ่งมีผลช่วยเร่งปฏิกิริยาดังกล่าว

1.1.2 กระบวนการโซล-เจล

การเตรียมอนุภาค TiO_2 ที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนสามารถเตรียมได้โดยอาศัยกระบวนการ sol-gel ซึ่งเป็นกระบวนการหนึ่งที่ใช้ในการเตรียมวัสดุเซรามิก ขั้นตอนจะเริ่มจากการเตรียม sol ซึ่งเป็นการกระจายตัวของอนุภาค metal oxide หรือ metal hydroxide ขนาดคอลลอยด์อยู่ในของเหลว ตามด้วยขั้นตอนของการเปลี่ยนสภาพจาก sol กลายเป็น gel โดยทั่วไปสารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการ sol-gel มักเป็นสารประเภท metal organic เช่น metal alkoxide ซึ่งมักจะละลายอยู่ในสารประเภทแอลกอฮอล์หรือตัวทำละลายอินทรีย์ สำหรับปฏิกิริยาของกระบวนการ sol-gel จะประกอบด้วยปฏิกิริยาที่สำคัญ 2 ขั้นตอนคือ [19,20]

- ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ซึ่งเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่าง metal alkoxide ($\text{M}(\text{OR})_x$) ที่อยู่ในรูปมอนอเมอร์ (monomer) กับน้ำ ได้ผลิตภัณฑ์เป็น metal alkoxide ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล

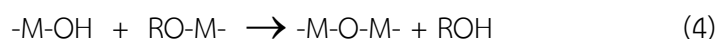
(hydroxyl group, -OH) อยู่ในโครงสร้าง และมีสารประเภทแอลกอฮอล์เกิดขึ้น ตามสมการ (1) และ (2) ดังนี้



โดยที่ M ได้แก่ Si, Ti, Zr, Al เป็นต้น

R ได้แก่ หมู่อัลคิล (alkyl group) (C_xH_{2x+1})

- ปฏิกิริยาควบแน่น (condensation) ระหว่างหมู่ -OH ด้วยกัน หรือระหว่างหมู่ -OH กับหมู่ -OR บนโครงสร้างของ metal alkoxide ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสข้างต้น ทำให้เกิดการหลุดออกไปของ โมเลกุลน้ำ (สมการ 3) หรือแอลกอฮอล์ (สมการ 4) ได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิเมอร์อินทรีย์ที่ประกอบด้วย พันธะ -M-O-M- อยู่ในโครงสร้าง การดำเนินไปของปฏิกิริยาควบแน่นจะทำให้เกิดการก่อตัวของ อนุภาค sol จนกระทั่งสายโซ่หรือโครงสร้าง network ของพอลิเมอร์มีการเติบโตและขยายออกไปมากขึ้น แล้วทำให้สภาพของเหลวที่มีความเข้มข้นมากขึ้นจนกลายเป็น gel ในที่สุด



1.1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Feng และคณะ [21] ศึกษาการชุบเคลือบ Zn-Ni บนเหล็กกล้าคาร์บอนด้วยไฟฟ้าโดยใช้ สารละลายระบบต่าง (pH 9-10) พบว่า ในกรณีที่มี Ni ในผิวเคลือบต่ำกว่า 11.73% จะได้ผิวเคลือบที่มีเฟส ผสมกันระหว่าง η -phase กับ γ -phase แต่ถ้ามีปริมาณ Ni อยู่ในช่วง 12.87 – 19.11% จะได้ผิวเคลือบ ที่เป็น γ -phase เพียงเฟสเดียว และพบว่าปริมาณ Ni ในผิวเคลือบมีบทบาทสำคัญต่อสมบัติความต้านทาน การกัดกร่อนของผิวเคลือบ โดยผิวเคลือบ Zn-Ni ที่มีปริมาณ Ni อยู่ในช่วง 9.62 – 19.54% นั้นยังคงให้ค่า E_{corr} ต่ำกว่าเหล็ก ซึ่งหมายถึงยังคงสามารถป้องกันการกัดกร่อนของเหล็กคาร์บอนได้ด้วยสมบัติการผุกร่อน แทน ทั้งนี้ผิวเคลือบที่มีปริมาณ Ni 13.31% นั้นให้สมบัติต้านทานการกัดกร่อนได้ดีที่สุดโดยให้ค่า E_{corr} เท่ากับ -0.792 V (vs. SCE) และ i_{corr} เท่ากับ 40.14 $\mu A.cm^{-2}$

ตัวอย่างงานวิจัยที่ศึกษาการเตรียมผิวเคลือบโลหะประเภทนาโนคอมพอสิตโดยอาศัยการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า ได้แก่

งานวิจัยของ Sajjadnejad และคณะ [22] ที่ทำการศึกษาการเติม SiC ขนาด 50 nm ลงไป ในขณะชุบสังกะสีด้วยกระแสพัลส์ ส่วน Hino และคณะ [4] ได้ศึกษาการเตรียมผิวเคลือบ Zn-Ni-SiO₂ บนแผ่นเหล็กรีดเย็น โดยใช้ไอออนูภาคนาโนซิลิกา (SiO₂) ขนาด 20 nm เติมลงในสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni ระบบซัลเฟตที่ pH 2 จากการทดสอบด้วย salt spray test พบว่า ผิวเคลือบ 84.3%Zn-15.7%Ni-1.00%SiO₂ ที่มีความหนาเพียง 5 ไมครอนนั้นสามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดีกว่าผิวเคลือบ 81.5%Zn-18.5%Ni ที่มีความหนา 10 ไมครอน และผลการตรวจสอบภาคตัดขวางของชั้นเคลือบ Zn-Ni-SiO₂ ด้วย TEM พบว่าการเคลือบติดของอนุภาค SiO₂ จะสะสมอยู่เป็นจำนวนมากที่ความหนาประมาณ 50 นาโนเมตรจากใต้ผิวหน้าของชั้นเคลือบ

Ghaziof และ Gao [3] ศึกษาการเตรียมผิวเคลือบ Zn-Ni-Al₂O₃ บนแผ่นเหล็กโดยวิธีการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรง โดยศึกษาปัจจัยของระดับความเข้มข้น Al₂O₃ ที่เตรียมได้จากกรรมวิธี sol-gel ซึ่งพบว่า การเติม Al₂O₃ ช่วยปรับปรุงสมบัติของผิวเคลือบ Zn-Ni ทั้งในด้านค่าความแข็งและความต้านทานการกัดกร่อน โดยปริมาณ Al₂O₃ ที่เหมาะสมอยู่ที่ระดับความเข้มข้น 6 mL หากใช้ที่ความเข้มข้นสูงเกินไปจะมีผลทำให้สมบัติดังกล่าวของผิวเคลือบด้อยลง อันเป็นผลเนื่องมาจากปริมาณ Ni ในผิวเคลือบที่น้อยลงและเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผิวเคลือบโดยมีความพรุนตัวสูงขึ้น นอกจากนี้ทีมวิจัยดังกล่าว ยังได้ทำการศึกษาถึงรูปแบบกระแสที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni-Al₂O₃ อีกด้วย [23] โดยพบว่า การใช้กระแสพัลส์ในการชุบเคลือบมีผลทำให้ปริมาณ Ni ในผิวเคลือบและค่าความแข็งสูงขึ้น นอกจากนี้ผิวเคลือบที่ดียังมีความสม่ำเสมอและมีโครงสร้างที่แน่นกว่าการชุบเคลือบโดยใช้กระแสตรง

สำหรับงานวิจัยเกี่ยวกับการพัฒนาผิวเคลือบโลหะด้วยการเติม TiO₂ พบว่า ส่วนใหญ่เป็นการใช้ TiO₂ ในรูปผงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโน ซึ่งได้แก่

งานวิจัยของ Arunsunai Kumar และคณะ [2] ที่ศึกษาการเติม TiO₂ ขนาด 200-500 nm ลงไปในขณะชุบ Ni-W ด้วยกระแสตรงและกระแสพัลส์ โดยพบว่า การเติม TiO₂ มีผลช่วยปรับปรุงสมบัติความแข็งและความต้านทานการกัดกร่อนของผิวเคลือบ Ni-W ในขณะที่การชุบด้วยกระแสพัลส์จะส่งผลช่วยเสริมสมบัติดังกล่าวของผิวเคลือบให้ดีขึ้นและได้ผิวเคลือบที่มีความสม่ำเสมอมากขึ้น

Sajjadnejad และคณะ [24] ได้ศึกษาการชุบเคลือบ Zn-TiO₂ บนแผ่นเหล็กโดยใช้วิธีเติมอนุภาค TiO₂ ขนาด 50 nm ในขณะที่ทำการชุบเคลือบสังกะสีด้วยกระแสตรงและกระแสพัลส์ โดยพบว่า การใช้กระแสตรงในการชุบเคลือบนั้นผิวเคลือบ Zn-TiO₂ จะมีปริมาณ TiO₂ ในผิวเคลือบลดลงเมื่อใช้ TiO₂ ความเข้มข้นสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเกิด agglomeration ของอนุภาค TiO₂ ในสารละลายชุบเคลือบ ส่วนในกรณีที่ชุบด้วยกระแสพัลส์นั้นการใช้ความหนาแน่นกระแสระดับต่ำและความถี่ของพัลส์สูง จะทำให้ได้ผิวเคลือบที่มีความเรียบสม่ำเสมอและมีความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้น นอกจากนี้ยังได้ปริมาณ TiO₂ สูงซึ่งส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีค่าความแข็งสูงขึ้น นอกจากนี้ Vlasa และคณะ [25] ก็ได้ทำการศึกษาการชุบเคลือบ Zn-TiO₂ บนแผ่นเหล็กเช่นกัน ซึ่งพบว่า การเติมอนุภาคขนาดนาโนของ TiO₂ เข้าไปในระบบการชุบเคลือบส่งผลทำให้โครงสร้างผลึกของผิวเคลือบมีขนาดเล็กลงในขณะที่มีสมบัติต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้น แต่การเติม TiO₂ ในสารละลายมากเกินไปจะมีผลทำให้ความต้านทานการกัดกร่อนลดลงได้ เนื่องจากความไม่สม่ำเสมอในการกระจายตัวของ TiO₂ ในผิวเคลือบ

ในขณะที่งานวิจัยของ Katampour และคณะ [6] ได้ศึกษาการเตรียมผิวเคลือบ Ni-Zn-TiO₂ บนแผ่นเหล็ก โดยใช้วิธีเติมอนุภาค TiO₂ ขนาด 25 nm ลงไปในสารละลายขณะทำการชุบเคลือบ Ni-Zn ด้วยไฟฟ้า ทั้งนี้การชุบเคลือบดำเนินภายใต้ระบบ sonication พร้อมทำการปั่นกววนไปด้วยเพื่อเพิ่มการกระจายตัวของอนุภาค TiO₂ จากการศึกษาพบว่า การใช้ sonication ในระดับที่เหมาะสมสามารถช่วยปรับปรุงให้ผิวเคลือบที่มีความสม่ำเสมอ และอนุภาค TiO₂ สามารถเคลือบติดในชั้นเคลือบได้มากขึ้นโดยมีการกระจายตัวได้ดี ส่งผลให้ผิวเคลือบมีสมบัติความแข็งและความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้น

สำหรับงานวิจัยที่ทำการพัฒนาสมบัติของผิวเคลือบโลหะโดยการเติม TiO₂ ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซล-เจล นั้นพบว่า ยังไม่มีงานวิจัยที่ศึกษาการเติม TiO₂ ที่อยู่ในรูปของโซลเข้าไปในสารละลายชุบเคลือบโดยตรง แต่เป็นการนำตะกอน TiO₂ ที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลไปผ่านการกรองและทำให้แห้งก่อนจากนั้นจึงเติม TiO₂ ในรูปผงเข้าไปในระบบของการชุบเคลือบ ดังในงานวิจัยของ Praveen และ Venkatesha [26] ที่ศึกษาการเตรียมผิวเคลือบ Zn-TiO₂ บนแผ่นเหล็กโดยวิธีชุบเคลือบ

ด้วยไฟฟ้า โดยเริ่มจากการสังเคราะห์อนุภาค TiO_2 ที่มีขนาด 100-200 nm ด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้ Titanium isopropoxide ($\text{Ti}(\text{OiPr})_4$) เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับ ethanol และตกตะกอนด้วย ethanol/น้ำ จากนั้นจึงนำส่วนที่กรองได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำผง TiO_2 ดังกล่าวมาเติมลงในสารละลายในขั้นตอนการชุบเคลือบสังกะสีโดยใช้ cetyltrimethyl ammonium bromide เป็นสารช่วยกระจายตัว จากการทดลองพบว่า TiO_2 มีการกระจายตัวบนผิวเคลือบได้ดี ผิวเคลือบ Zn- TiO_2 มีขนาดโครงสร้างผลึกที่เล็กลง ซึ่งผลการทดสอบพบว่าผิวเคลือบดังกล่าวมีความต้านทานการกัดกร่อนและความแข็งที่สูงกว่าผิวเคลือบ Zn ที่ไม่ได้เติม TiO_2

นอกจากนี้ Praveen และ Venkatesha [27] ยังได้ศึกษาการเติม TiO_2 ด้วยวิธีเดียวกันนี้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni ซึ่งผลจากการตรวจสอบผิวเคลือบพบว่า การเติม TiO_2 ที่ความเข้มข้น 3 g/L ส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีขนาดเกรนลดลงและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น ในขณะที่ให้ค่า microhardness สูงขึ้นและมีความต้านทานการกัดกร่อนได้ดีขึ้น

บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 วัสดุและสารเคมี

ชิ้นงานที่ใช้ในการทดลองชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO₂ คือแผ่นเหล็กความหนา 0.4 มิลลิเมตร ขนาดกว้าง x ยาว เท่ากับ 2 x 9 เซนติเมตร สำหรับสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายชุบเคลือบแบ่งออกเป็น 2 ชุด คือสารละลายชุบเคลือบเกรดการค้า ได้แก่ Ni-Z-POSIT Make-up, Ni-Z-POSIT Replenisher, Ni-Z-POSIT Brightener และ Ni-Z-POSIT LCD Booster จาก บริษัท Coattech จำกัด และสารละลายชุบเคลือบที่เตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ ได้แก่ ZnO, ZnSO₄.7H₂O, ZnCl₂, NiSO₄.6H₂O, NiCl₂.6H₂O, H₃BO₃, Na₂SO₄, NH₄Cl, Lactic acid, NaOH จากบริษัท Ajax Finechem และ กรด HCl จากบริษัท Merck ส่วนขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานใช้ Ace Clean A-110 ซึ่งเป็น alkaline soak cleaner เกรดการค้า

สำหรับสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ TiO₂ sol ได้แก่ Titanium(IV) butoxide (Ti(OBu)₄) จากบริษัท Acros Organic จำกัด Diethanolamine จากบริษัท Dr. Th Schuchardt & Co และ ethanol จากบริษัท Merck โดยที่สารเคมีทุกชนิดที่ใช้ในการเตรียมสารชุบเคลือบ (ยกเว้นสารชุบเคลือบ Zn-Ni เกรดการค้า) และการสังเคราะห์ TiO₂ sol เป็นชนิด analytical grade

2.2 การชุบสังกะสี-นิกเกิลบนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้า

2.2.1 การเตรียมน้ำยาชุบ Zn-Ni เกรดการค้า

เตรียมน้ำยาชุบปริมาตร 250 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง (25±2 องศาเซลเซียส) ด้วยส่วนผสมดังตารางที่ 2.1 ทำได้โดยเริ่มจากการละลาย ZnO ด้วยน้ำ DI ปริมาณน้อยๆ จากนั้นเติม NaOH และน้ำลงไป ปริมาตร 1 ใน 3 ของปริมาตรสุดท้าย เพื่อละลาย ZnO กวนจนกระทั่งได้สารละลายใส แล้วจึงเติมน้ำ DI ลงไปปริมาตร 3 ใน 4 ของปริมาตรสุดท้าย จากนั้นเติม Ni-Z-POSIT Make-up, Ni-Z-POSIT Replenisher, Ni-Z-POSIT Brightener และ Ni-Z-POSIT LCD Booster ตามลำดับ โดยกวนให้สารละลายเข้ากันดี แล้วจึงปรับปริมาตรให้ครบตามต้องการด้วยน้ำ DI

ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบของน้ำยาชุบ Zn-Ni เกรดการค้า

ส่วนประกอบสารชุบ	ความเข้มข้น
Zinc oxide	11.2 g/L
NaOH	112.0 g/L
Ni-Z-POSIT Make-up	120.0 ml/L
Ni-Z-POSIT Replenisher	10.0 ml/L
Ni-Z-POSIT Brightener	1.0 ml/L
Ni-Z-POSIT LCD Booster	1.0 ml/L

2.2.2 การเตรียมน้ำยาซุบ Zn-Ni ในห้องปฏิบัติการ

ทำการเตรียมน้ำยาซุบ Zn-Ni ตามวิธีของ M.E. Soares [15] โดยน้ำยาซุบมีส่วนประกอบ แสดงดังตารางที่ 2.2 ซึ่งวิธีเตรียมน้ำยาซุบทำได้โดยเติมสารเคมีแต่ละชนิดลงในน้ำ DI ทำการกวนให้ละลาย ก่อนที่จะเติมสารชนิดต่อไป และในขั้นตอนสุดท้ายจึงเติมน้ำ DI เพื่อปรับปริมาตรให้ครบตามต้องการ รวมทั้งปรับค่า pH ของสารละลายซุบเคลือบ

ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบของน้ำยาซุบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ

ส่วนประกอบ	ความเข้มข้น
H ₃ BO ₃	20 g/L
NH ₄ Cl	150 g/L
NiCl ₂ .6H ₂ O	34.5 g/L
ZnCl ₂	38.5 g/L
pH	4-5
Temp	40 °C

2.2.3 การเตรียมสารละลายซุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂

■ การเตรียม TiO₂ sol

เตรียม TiO₂ sol ตามวิธีที่ระบุในงานวิจัยของ Qiu และคณะ [28] โดยนำ Ti(OBu)₄ 34.72 ml เติมลงในสารผสมระหว่าง ethanol 140 ml และ diethanolamine 11.28 ml กวนด้วย magnetic stir เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นค่อยๆ หยดสารผสมระหว่าง ethanol 18 ml และน้ำ DI 1.8 ml ลงไปในสารข้างต้นขณะที่กำลังกวน เมื่อหยดหมดแล้วกวนต่อไปอีก 2 ชั่วโมง

■ การเตรียมสารละลายซุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂

การเตรียมสารละลายซุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ทำได้โดยการเติม TiO₂ sol ลงในสารละลายซุบเคลือบ Zn-Ni ซึ่งส่วนประกอบของสารละลายซุบเคลือบสำหรับการศึกษาปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของ NiCl₂ ความเข้มข้นของ ZnCl₂ ปริมาณ TiO₂ sol และ ค่า pH ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.3 วิธีการเตรียมสารละลายซุบเคลือบเริ่มจากการเติมสารเคมีแต่ละชนิดลงในบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำ DI ตามลำดับ และวิธีการเช่นเดียวกับที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น หลังจากที่สารต่างๆ ละลายหมดแล้วจึงเติม lactic acid จากนั้นจึงเติม TiO₂ sol ตามปริมาตรที่กำหนดพร้อมทำการกวน ในขั้นตอนสุดท้ายจึงเติมน้ำ DI เพื่อปรับปริมาตรให้ครบตามต้องการ รวมทั้งปรับค่า pH ของสารละลายซุบเคลือบด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

ตารางที่ 2.3 ส่วนประกอบของสารละลายชุบเคลือบ สำหรับการศึกษาศึกษาปัจจัยในการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂

ส่วนประกอบ	ความเข้มข้น
H ₃ BO ₃	20 g/L
NH ₄ Cl	150 g/L
NiCl ₂ ·6H ₂ O	20 หรือ 34.5 g/L
ZnCl ₂	5, 7.5, 10, 15 g/L
Lactic acid*	2.05, 4.1, 6.15, 8.2 g/L
TiO ₂ sol	5, 10, 15, 20 ml/L
pH	3, 4, 5

หมายเหตุ - ตัวเลขตัวหนา คือระดับที่ใช้ในกรณีที่มีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงปริมาณของตัวแปรหนึ่งๆ

- *การเติม lactic acid จะใช้ควบคู่กับการใช้ TiO₂ sol โดยกรณีที่ใช้ TiO₂ sol 5, 10, 15, 20 ml/L จะใช้ lactic acid 2.05, 4.1, 6.15 และ 8.2 g/L ตามลำดับ

2.3 วิธีการชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO₂

2.3.1 การเตรียมชิ้นงาน

นำแผ่นเหล็กมาล้างไขมันด้วยการแช่ใน alkaline soak cleaner ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วล้างด้วยน้ำประปาและน้ำ DI จากนั้นกำจัดสนิมและทำการกระตุ้นผิวเหล็กด้วยการแช่ในสารละลาย 14% w/w HCl ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5 นาที ล้างด้วยน้ำประปาและน้ำ DI ตามลำดับ

2.3.2 การชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO₂ บนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้า

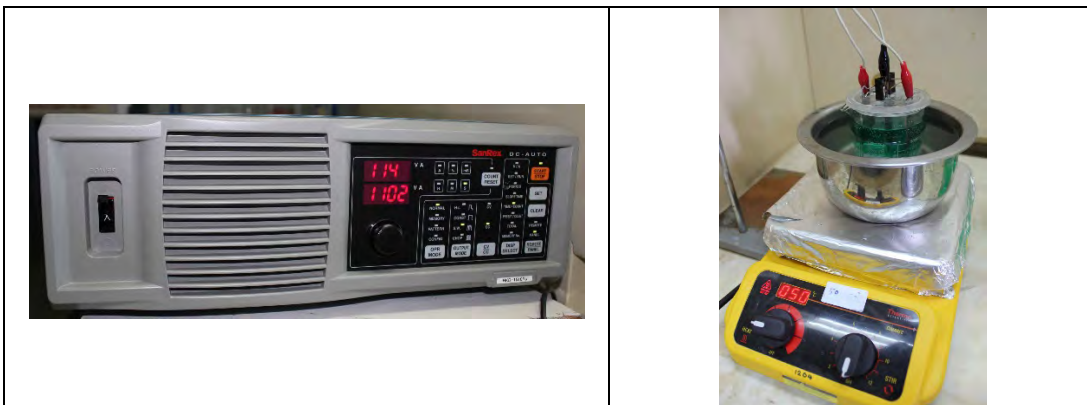
นำแผ่นเหล็กที่เตรียมผิวแล้วแช่ลงในสารละลายชุบเคลือบปริมาตร 250 มิลลิลิตร จากนั้นต่อวงจรไฟฟ้าเข้ากับเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า (SANREX: Model HKD-1510FU) เพื่อทำการชุบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO₂ โดยใช้แผ่นนิกเกิลจำนวน 2 แผ่น ขนาดกว้าง x ยาว เท่ากับ 3.2 x 5.0 เซนติเมตร เป็นขั้วแอโนด และให้แผ่นเหล็กที่ต้องการชุบเป็นขั้วแคโทด โดยให้แผ่นเหล็กอยู่ตรงกลางระหว่างขั้วแอโนด มีระยะห่างระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดเท่ากับ 2 เซนติเมตร และจุ่มแผ่นเหล็กลงในสารละลายความลึก 5 เซนติเมตร (ได้พื้นที่ผิวชุบรวมหน้า-หลัง เท่ากับ 2 x 5 x 2 = 20 ตารางเซนติเมตร) แสดงในรูปที่ 2.1 ทำการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสตรง หรือกระแสพัลส์ที่ 25%, 50% และ 80% Duty cycle โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1, 3 และ 5 A/dm² ระยะเวลาการชุบเท่ากับ 30 นาที โดยการจ่ายกระแสพัลส์นั้นใช้วิธีจ่ายหยุดกระแสด้วยช่วงเวลาดังนี้

25% % Duty cycle หมายถึง T_{on} = 1 ms, T_{off} = 4 ms

50% Duty cycle หมายถึง T_{on} = 1 ms, T_{off} = 1 ms

80% Duty cycle หมายถึง T_{on} = 4 ms, T_{off} = 1 ms

เมื่อชุบเสร็จแล้วจึงนำชิ้นงานออกจากสารละลาย ล้างน้ำ แล้วเป่าลมร้อนจนกระทั่งชิ้นงานแห้งสนิท



รูปที่ 2.1 เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า และเซลล์ที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni และ Zn-Ni-TiO₂ บนแผ่นเหล็ก

2.4 การวิเคราะห์ทดสอบ

2.4.1 ตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคและวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของชั้นเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) พร้อม Energy dispersive X-ray spectrometer จากบริษัท Jeol รุ่น JSM-6610LV ทั้งนี้การตรวจสอบลักษณะของชั้นเคลือบทำได้โดยตัดชิ้นงานทดสอบภาคตัดขวาง แล้วอัดขึ้นรูปชิ้นงานแบบร้อนเพื่อขัดเตรียมชิ้นงานดูโครงสร้างทางจุลภาค ทำการขัดด้วยกระดาษทรายเป็นลำดับตั้งแต่เบอร์ 320, 400, 600, 800, 1000 และ 1200 ตามด้วยผ้าขัดและผงขัดเพชรขนาด 6, 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ

2.4.2 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกของชั้นเคลือบด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) จากบริษัท Bruker AXS Model D8 โดยตั้งค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ดังนี้ Discover : Target = Cu, ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 kV, ค่ากระแส 40 mA, ช่วงมุมในการวัดตั้งแต่ 5 – 80 °2θ, การเพิ่มค่ามุม 0.02 degree/step, อัตราการสแกน 0.5 sec/step

2.4.3 ทดสอบค่าความแข็งของชิ้นงานก่อนและหลังการชุบเคลือบด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบ Vickers (Micro Vickers hardness testing machine) ของบริษัท Mitutoyo รุ่น HM122 โดยใช้น้ำหนักกด 100 กรัม ระยะเวลาในการกด 15 วินาที

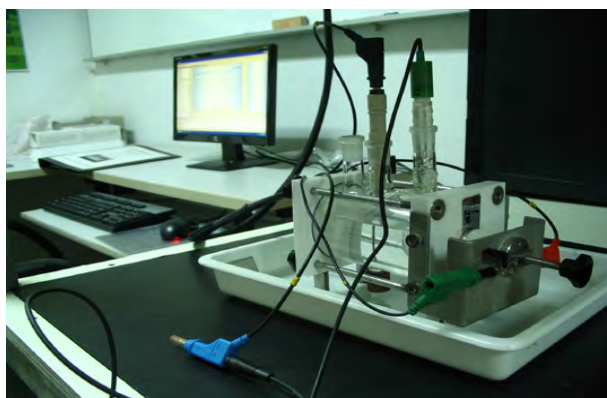
2.4.4 การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า

ตรวจสอบสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 3.5% โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่อง Potentiostat Model : μAutolab Type III และใช้โปรแกรม NOVA version 1.11.2 ด้วยเทคนิคการวัด 2 เทคนิคดังนี้

1. Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) มีค่าพารามิเตอร์ ดังนี้
 - วัดค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด (OCP) เป็นเวลา 600 วินาที
 - วัดความถี่ในช่วง 100,000 Hz ถึง 0.01 Hz
 - ค่าแอมพลิจูด 0.01 โวลต์
 - Integration time 0.125 วินาที
2. Potentiodynamic polarization มีค่าพารามิเตอร์ ดังนี้
 - เลือกใช้เทคนิคการวัดแบบ Linear polarization

- การวัดค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด (OCP) เป็นเวลา 600 วินาที
- ค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น (start potential) เท่ากับ -0.25 โวลต์จากค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด
- อัตราการเพิ่มความต่างศักย์ (scan rate) 0.001 โวลต์/วินาที
- ตั้งค่ากระแสไฟฟ้าสิ้นสุด (cut off current) ที่ 0.009 A

วิธีการทดสอบทำได้โดยติดตั้งชิ้นงานที่เซลล์ทดสอบ โดยใช้ Platinum Rod เป็น Counter electrode ใช้ Saturated calomel electrode (SCE) เป็น Reference electrode และติดตั้งผ่านสะพานเกลือ (Salt bridge) แล้วเทสารละลาย 3.5% NaCl ปริมาตร 300 ml ลงในเซลล์ทดสอบ (รูปที่ 2.2) จากนั้นเริ่มทำการทดสอบ



รูปที่ 2.2 ชุดอุปกรณ์ทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่อง potentiostat

2.4.5 การวัดค่ามุมสัมผัส (contact angle, θ) เพื่อทดสอบความสามารถในการเปียกของพื้นผิว

การทดสอบนี้ทำได้ใช้วิธี sessile drop โดยหยดของเหลวออกจากปลาย syringe แบบ static ลงบนพื้นผิวของแผ่นชิ้นงาน แล้ววัดค่ามุมสัมผัส ซึ่งเป็นมุมระหว่างเส้นสัมผัสของหยดของเหลวกับพื้นผิว ด้วยเครื่อง Goniometer รุ่น 200-K1 (Rame-hart Instrument, USA) สำหรับของเหลวที่ใช้ในการทดสอบนี้คือน้ำ Milli Q โดยในแต่ละชิ้นงานจะทำการวัดค่ามุมสัมผัส 3 ตำแหน่งๆ ละ 10 ครั้ง

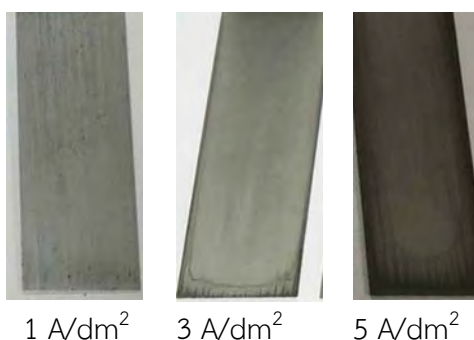
บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

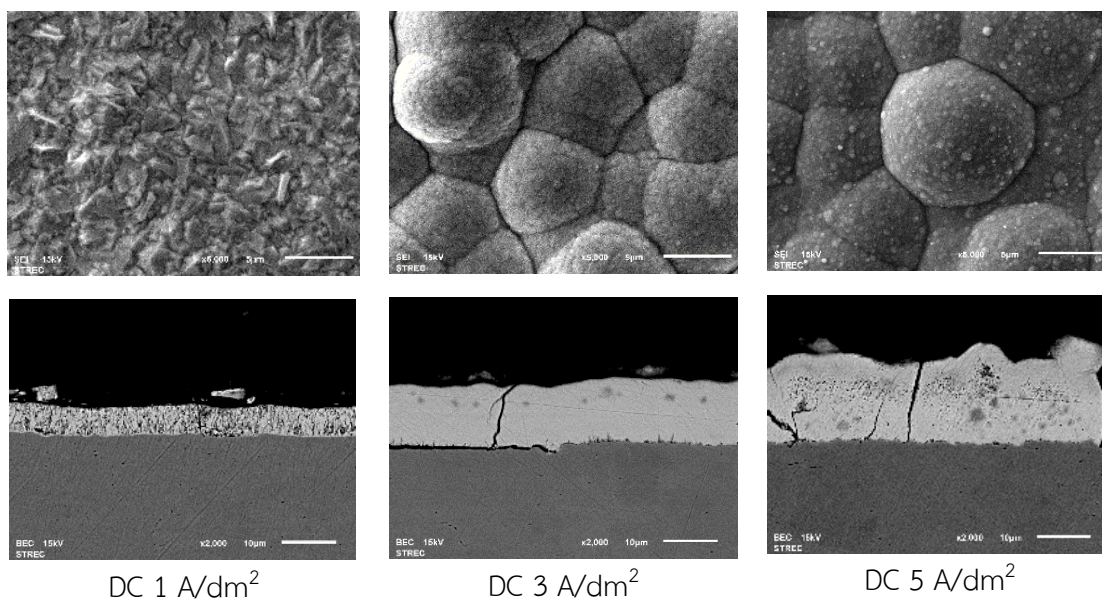
3.1 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสและรูปแบบกระแสต่อลักษณะของผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂

3.1.1 การชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงที่ความหนาแน่นกระแสระดับต่างๆ

จากการศึกษาทดลองการเปลี่ยนแปลงค่าความหนาแน่นกระแสที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ด้วยระบบสารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L ร่วมกับ NiCl₂ 34.5 g/L และเติม TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที พบว่า การใช้ค่าความหนาแน่นกระแสเพียง 1 A/dm² ได้ผิวเคลือบที่มีสีเทาไม่สม่ำเสมอโดยมีลักษณะเป็นริ้วฟองอากาศ (รูปที่ 3.1) เมื่อตรวจสอบด้วย SEM พบว่าโครงสร้างประกอบด้วยเม็ดที่เป็นเหลี่ยมมุมขนาดประมาณ 2 μm อยู่ชิดกันแน่น แต่ยังคงตรวจพบปริมาณเหล็กซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากผิวเคลือบที่บางมาก (รูปที่ 3.2 และตารางที่ 3.1) โดยมีอัตราการชุบเคลือบอยู่ที่ 0.18 μm/min ซึ่งจะสังเกตเห็นได้ว่าผิวเคลือบดังกล่าวมีปริมาณ Zn สูงถึง 79.76% และมี Ni อยู่เพียง 18.88% และตรวจไม่พบ Ti สำหรับการตรวจพบธาตุ Ti นั้นสามารถตรวจพบได้ในปริมาณสูงถึง 1% ในกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสที่ 3 และ 5 A/dm² โดยโครงสร้างที่ได้จากการชุบทั้งสองภาวะนี้มีลักษณะคล้ายกันคือเป็น nodule ขนาดประมาณ 8 μm ซึ่งมีเกรนละเอียดอยู่ภายใน ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในชั้นเคลือบพบว่า ปริมาณ Ni ในผิวเคลือบมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้ความหนาแน่นกระแสสูงขึ้น โดยการใช้ความหนาแน่นกระแส 3 และ 5 A/dm² จะมีปริมาณ Ni อยู่ที่ 24.96% และ 29.43% ตามลำดับ ทั้งนี้การชุบด้วยความหนาแน่นกระแส 3 A/dm² มีอัตราการชุบเคลือบอยู่ที่ 0.38 μm/min และได้ผิวเคลือบสีเทาค่อนข้างสม่ำเสมอ พื้นผิวเรียบ และเมื่อเพิ่มความหนาแน่นกระแสเป็น 5 A/dm² จะมีอัตราการชุบเคลือบเร็วขึ้นเป็น 0.5 μm/min โดยจะเห็นได้ว่า ความหนาของชั้นเคลือบแปรผันตรงตามปริมาณความหนาแน่นกระแสที่ใช้ (รูปที่ 3.3) อย่างไรก็ตามจากการตรวจสอบลักษณะผิวชิ้นงานพบว่า ชิ้นงานที่ได้จากการชุบเคลือบโดยใช้ความหนาแน่นกระแส 5 A/dm² มีสีเทาดำอย่างเห็นได้ชัดโดยเฉพาะที่บริเวณขอบชิ้นงาน ดังนั้นจึงเลือกใช้ความหนาแน่นกระแส 3 A/dm² สำหรับการศึกษาทดลองในลำดับถัดไป



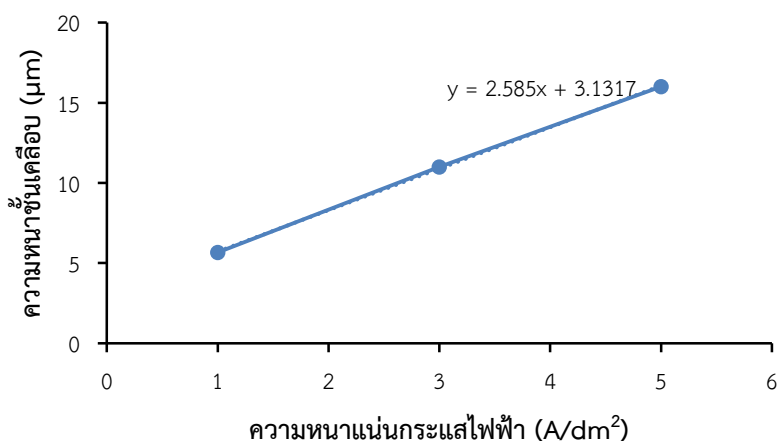
รูปที่ 3.1 ลักษณะพื้นผิวแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ จากการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงที่ความหนาแน่นกระแสระดับต่างๆ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L ร่วมกับ NiCl₂ 34.5 g/L และเติม TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 3.2 ภาพถ่าย SEM และภาคตัดขวางของชั้นเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่ชุบด้วยสารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 34.5 g/L TiO₂ sol 10 mL ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.1 ธาตุองค์ประกอบของผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ จากการชุบเคลือบแผ่นเหล็ก โดยใช้น้ำยาชุบที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 34.5 g/L TiO₂ sol 10 mL ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที

กระแสไฟฟ้า	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	Zn	Ni	Fe	Ti
กระแสตรง 1 A/dm ²	79.76	18.88	1.36	-
กระแสตรง 3 A/dm ²	74.03	24.96	-	1.02
กระแสตรง 5 A/dm ²	69.53	29.43	-	1.05

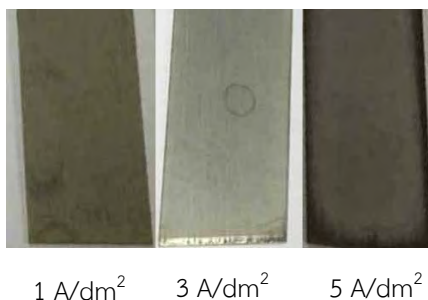


รูปที่ 3.3 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของชั้นเคลือบและความหนาแน่นของไฟฟ้ากระแสตรงที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 34.5 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3

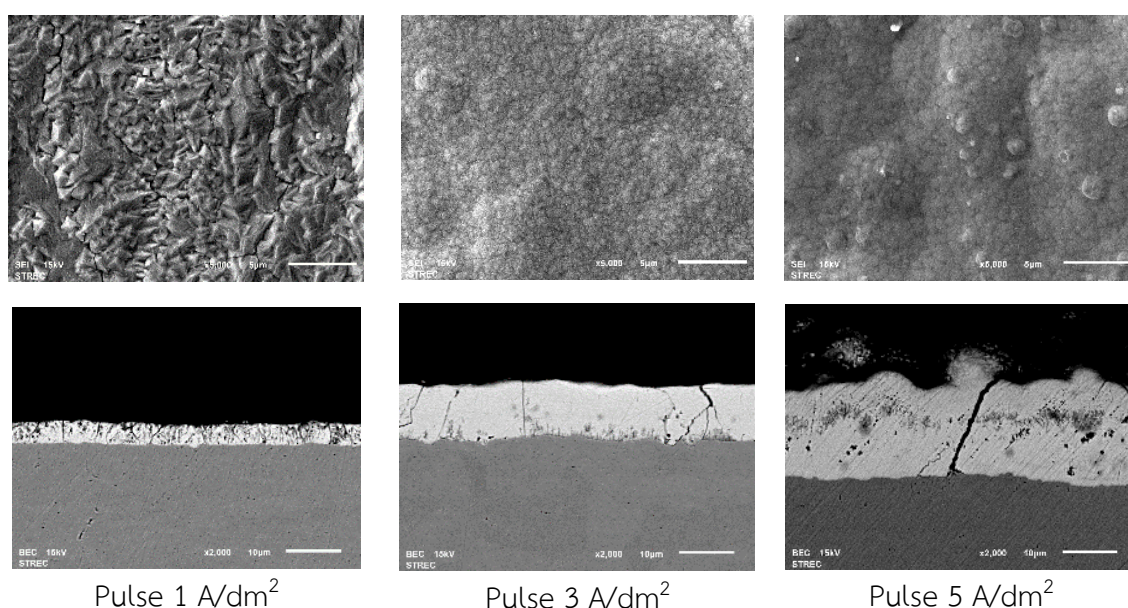
3.1.2 การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสพัลส์ที่ % duty cycle ต่างๆ

การศึกษาถึงรูปแบบกระแสในการชุบเคลือบที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะโครงสร้างผิวเคลือบ ได้ทำการศึกษาทดลองการชุบด้วยกระแสพัลส์ที่ % duty cycle ต่างๆ โดยใช้ความหนาแน่นกระแส 3 A/dm² ภายใต้ระบบสารละลายเดียวกับหัวข้อ 3.1.1 พบว่า การชุบด้วยกระแสพัลส์ โดยการใช้ T_{on} ต่ำ หรือ % duty cycle ต่ำ เช่นที่ 20% duty cycle มีผลทำให้อัตราการชุบเคลือบช้า ได้ผิวเคลือบที่ไม่สม่ำเสมอ ดังแสดงในรูปที่ 3.4 จากการตรวจสอบด้วย SEM (รูปที่ 3.5 และตารางที่ 3.2) พบลักษณะผิวเคลือบที่ขรุขระไม่สม่ำเสมอ โดยมีปริมาณการเคลือบติดของนิกเกิลน้อย ซึ่งมีแนวโน้มส่งผลทำให้ TiO₂ sol เกิดการเคลือบติดในชั้นเคลือบได้น้อยลงด้วย การชุบโดยใช้กระแสพัลส์ที่ 50% duty cycle พบว่าได้ชั้นเคลือบที่มีความหนาเพิ่มขึ้นโดยโครงสร้างผิวเคลือบมีลักษณะเป็นเหลี่ยมมุม และเมื่อเพิ่มเป็น 80% duty cycle จะส่งผลทำให้ได้โครงสร้างที่ประกอบด้วยเกรนที่มีความละเอียดสูง ความขรุขระจากการเป็นปุ่มปมของ nodule ลดน้อยลง โดยมีอัตราการชุบเคลือบต่ำกว่าการใช้กระแสตรงเล็กน้อยคืออยู่ที่ 0.33 µm/min จากผลการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบในผิวเคลือบพบว่า แม้ชั้นเคลือบดังกล่าวจะมีปริมาณ Ni สูงถึง 23.27% แต่ยังคงตรวจไม่พบการเคลือบติดของ TiO₂ sol

เมื่อทดลองทำการชุบเคลือบด้วยกระแสพัลส์โดยใช้ 80% duty cycle ด้วยค่าความหนาแน่นกระแสที่ระดับต่างๆ คือ 1, 3 และ 5 A/dm² พบว่า การใช้กระแสเพิ่มขึ้นส่งผลทำให้อัตราการชุบเคลือบเพิ่มสูงขึ้นตามลำดับ ทั้งนี้พบว่า การชุบด้วยกระแส 1 A/dm² ได้ผิวเคลือบลักษณะขรุขระ โดยการตรวจพบ Ti นั้นสามารถตรวจพบได้ (1.11%) เมื่อใช้ความหนาแน่นกระแส 5 A/dm² โดยที่โครงสร้างผิวเคลือบมีความใกล้เคียงกับการชุบด้วยกระแส 3 A/dm² คือประกอบด้วยเกรนละเอียด พื้นผิวโครงสร้างมีความเรียบมากขึ้น แต่การชุบเคลือบที่ 5 A/dm² ยังคงมีผลทำให้ชิ้นงานมีสีเทาดำโดยเฉพาะที่บริเวณขอบชิ้นงาน ดังนั้นการชุบด้วยกระแสพัลส์สำหรับการศึกษาการเตรียมผิวเคลือบในระบบที่จะได้กล่าวต่อไป จึงเลือกใช้ที่ 80% duty cycle ความหนาแน่นกระแส 3 A/dm² (รูปที่ 3.6 - 3.7 และตารางที่ 3.3)



รูปที่ 3.6 ลักษณะพื้นผิวแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ด้วยกระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 1, 3 และ 5 A/dm² โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L ร่วมกับ NiCl₂ 34.5 g/L และเติม TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 3.7 ภาพถ่าย SEM และภาคตัดขวางชั้นเคลือบของแผ่นเหล็กที่ผ่านการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 34.5 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 1, 3 และ 5 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที

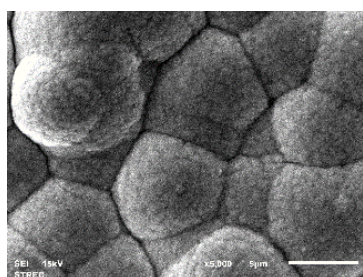
ตารางที่ 3.3 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ จากการชุบเคลือบโดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 34.5 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 1, 3 และ 5 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที

กระแสพัลส์	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	Zn	Ni	Fe	Ti
1 A/dm ²	75.99	21.60	2.41	-
3 A/dm ²	76.25	23.27	0.52	-
5 A/dm ²	75.41	23.49	-	1.11

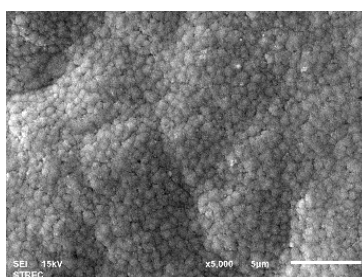
3.2 อิทธิพลของปริมาณความเข้มข้น Zinc ion และ Nickel ion

จากการศึกษาทดลองเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ $ZnCl_2$ ที่ระดับต่างๆ คือ 5, 7.5 และ 10 g/L ในระบบการชุบ Zn-Ni-TiO₂ ด้วยสารละลายที่ประกอบด้วย $NiCl_2$ ความเข้มข้น 34.5 g/L และ TiO₂ sol 10 ml/L โดยทำการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที พบว่า ปริมาณความเข้มข้นของ zinc ion ในสารละลายชุบเคลือบมีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของลักษณะโครงสร้างผิวเคลือบดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยการเพิ่มปริมาณ zinc ion จาก 5 g/L เป็น 7.5 g/L มีผลทำให้โครงสร้างผิวเคลือบมีความเรียบขึ้นอย่างเห็นได้ชัด และเมื่อเพิ่มปริมาณเป็น 10 g/L พบว่าได้ผิวเคลือบที่มีโครงสร้างประกอบด้วยเม็ดลักษณะเป็นเหลี่ยมมุมอยู่ชิดกันแน่น ทั้งนี้ปริมาณ Ni บนผิวเคลือบมีแนวโน้มลดลงเมื่อใช้ความเข้มข้น zinc ion สูงขึ้น

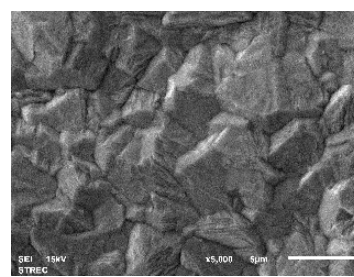
แม้จะตรวจพบการเคลือบติดของ TiO₂ sol ในระบบที่ใช้ $ZnCl_2$ ที่ความเข้มข้น 5 และ 7.5 g/L แต่ปริมาณ Ni นั้นยังคงสูงคืออยู่ที่ประมาณ 23-25% (ตารางที่ 3.4) ซึ่งเป็นปริมาณที่สูงกว่าการผลิตผิวเคลือบ Zn-Ni ทั่วไปที่ส่วนใหญ่มี Ni อยู่ไม่เกิน 17% การศึกษาครั้งนี้จึงได้ทำการปรับสูตรสารละลายชุบเคลือบเพื่อให้มีปริมาณ Ni ในผิวเคลือบไม่เกิน 17% ในขณะที่สามารถทำให้เกิดการเคลือบติดของ TiO₂ sol ได้ โดยในที่นี้ได้ทดลองปรับลดปริมาณ $NiCl_2$ ลงเป็น 20 g/L สำหรับใช้ผสมร่วมกับ $ZnCl_2$ ที่ความเข้มข้น 5 และ 10 g/L เมื่อตรวจสอบด้วย SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.9 พบว่า ผิวเคลือบที่เตรียมได้ประกอบด้วยเกรนลักษณะเป็นเหลี่ยมมุมมีขนาดอยู่ในช่วง 0.3-4 ไมครอน จากการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วย EDS พบว่า การใช้ 20 g/L $NiCl_2$ ร่วมกับ $ZnCl_2$ ที่ความเข้มข้น 5 g/L สามารถเตรียมผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่มีปริมาณ Ni อยู่ที่ 17.09% และตรวจพบการเคลือบติดของ TiO₂ sol โดยพบ Ti 0.59% ส่วนระบบที่ชุบโดยใช้ $ZnCl_2$ ความเข้มข้น 10 g/L พบว่า ผิวเคลือบมีปริมาณ Ni 14.12% แต่ตรวจไม่พบการเคลือบติดของ TiO₂ sol ดังนั้นจึงเลือกระบบสารละลายที่ประกอบด้วย 5 g/L $ZnCl_2$ ร่วมกับ 20 g/L $NiCl_2$ และ 10 ml/L TiO₂ sol สำหรับนำมาใช้ในการศึกษาปัจจัยต่างๆ ในการชุบ ได้แก่ การชุบด้วยกระแสพัลส์ ปริมาณ TiO₂ sol ที่ใช้เติมในสารละลายชุบเคลือบ และค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบ ในลำดับต่อไป



$ZnCl_2$ 5 g/L

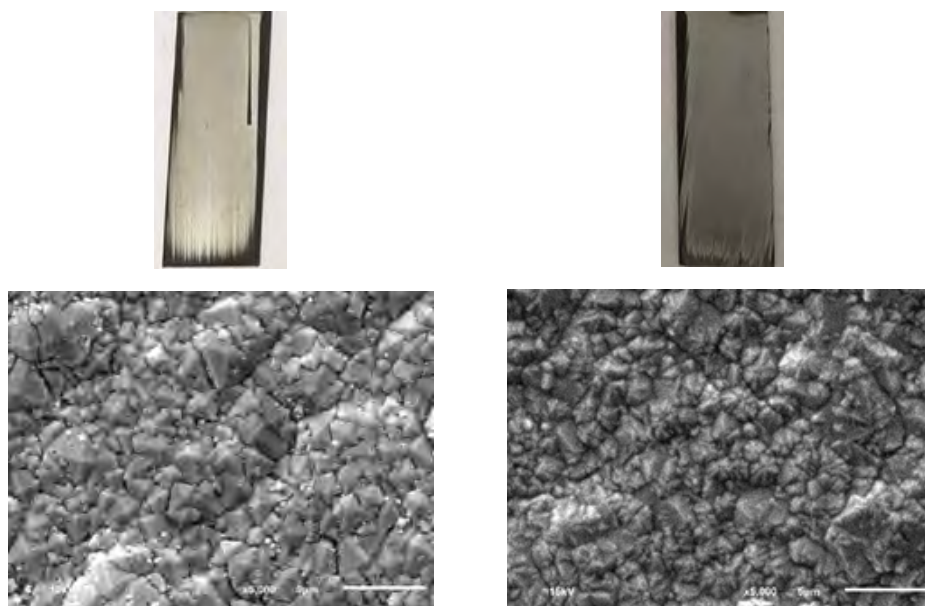


$ZnCl_2$ 7.5 g/L



$ZnCl_2$ 10 g/L

รูปที่ 3.8 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย $ZnCl_2$ ที่ความเข้มข้นต่างๆ ผสมร่วมกับ $NiCl_2$ 34.5 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

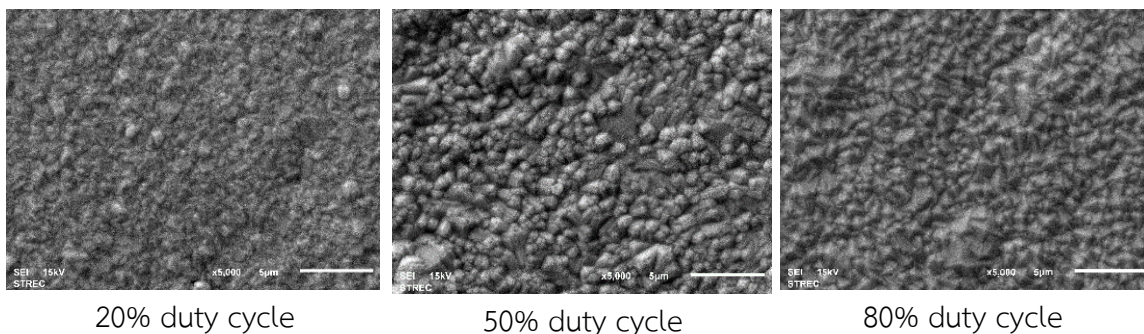


รูปที่ 3.9 ลักษณะพื้นผิวและภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่ผ่านการชุบโดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ ที่ความเข้มข้น 5 และ 10 g/L ผสมร่วมกับ NiCl₂ 20 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.4 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบที่ได้จากการชุบโดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น ZnCl₂ และ NiCl₂ ที่ระดับต่างๆ โดยเติม 10 ml/L TiO₂ sol และทำการชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสตรงที่ 3 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที

ระบบของสารละลายชุบเคลือบ	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	Zn	Ni	Ti	Fe
5 g/L ZnCl ₂ + 34.5 g/L NiCl ₂ + 10 ml/L TiO ₂ sol	74.03	24.96	1.02	-
7.5 g/L ZnCl ₂ + 34.5 g/L NiCl ₂ + 10 ml/L TiO ₂ sol	76.52	23.01	0.48	-
10 g/L ZnCl ₂ + 34.5 g/L NiCl ₂ + 10 ml/L TiO ₂ sol	82.03	17.97	-	-
5 g/L ZnCl ₂ + 20 g/L NiCl ₂ + 10 ml/L TiO ₂ sol	81.31	17.09	0.59	1.01
10 g/L ZnCl ₂ + 20 g/L NiCl ₂ + 10 ml/L TiO ₂ sol	85.88	14.12	-	-

เมื่อนำสารละลายระบบนี้มาทำการศึกษาถึงรูปแบบกระแสพัลส์ที่ใช้ในการชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ บนแผ่นเหล็กที่ pH 3 ด้วยความหนาแน่นกระแส 3 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที พบว่า การชุบด้วยกระแสพัลส์ที่ 20%, 50% และ 80% duty cycle ให้ผิวเคลือบที่ประกอบด้วยเกรนลักษณะเป็นเหลี่ยมมุม (รูปที่ 3.10) โดยมีขนาดเกรนเล็กกว่าและมีพื้นผิวเรียกว่าการชุบด้วยกระแสตรง โดยผลจากการวิเคราะห์ผิวเคลือบด้วย EDS ซึ่งแสดงไว้ในตารางที่ 3.5 พบว่า การชุบด้วยกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle ให้ผิวเคลือบที่มีปริมาณ Ni ใกล้เคียงกับการชุบด้วยกระแสตรง โดยการลด % duty cycle ของกระแสพัลส์มีผลทำให้นักเกิดการเคลือบติดบนชิ้นงานได้น้อยลง ทั้งนี้พบว่า การชุบด้วยกระแสพัลส์ในทุกภาวะการทดลองนั้นตรวจไม่พบการเคลือบติดของ TiO₂ sol ในผิวเคลือบ



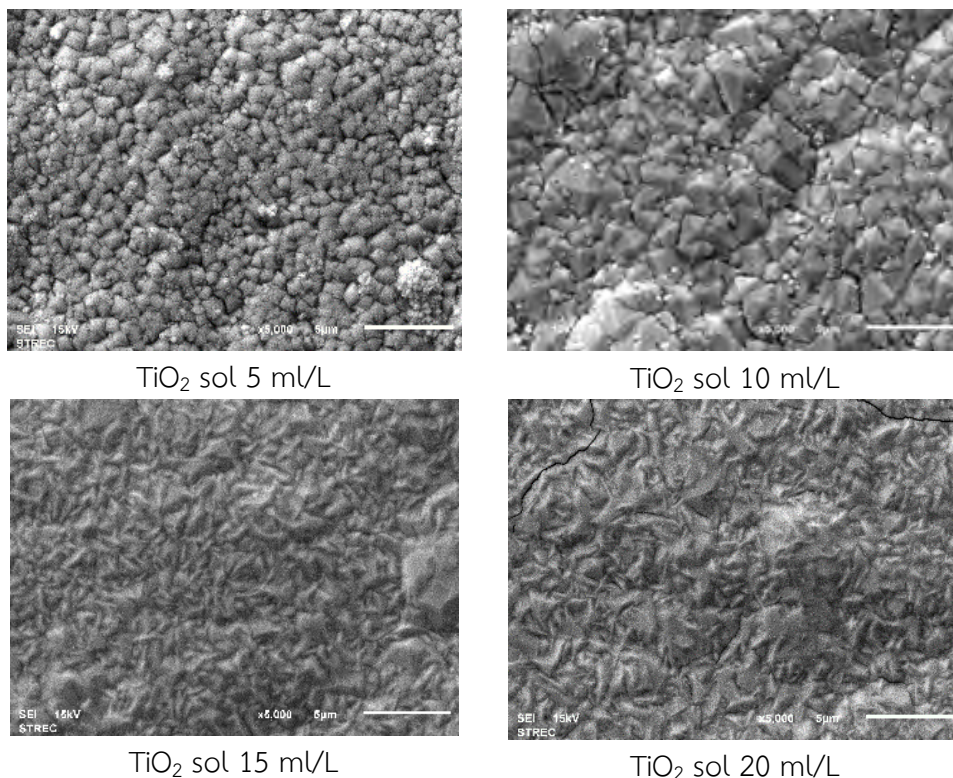
รูปที่ 3.10 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมขึ้นจากการใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 20 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ทำการชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm² ที่ % duty cycle ระดับต่างๆ

ตารางที่ 3.5 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมขึ้นจากการใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 20 g/L TiO₂ sol 10 ml/L ทำการชุบเคลือบที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm² ที่ % duty cycle ระดับต่างๆ

ระบบของสารละลายชุบเคลือบ	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	Zn	Ni	Ti	Fe
Pulse 25% duty cycle	84.12	12.33	-	3.55
Pulse 50% duty cycle	83.82	14.77	-	1.41
Pulse 80% duty cycle	81.97	17.06	-	0.96

3.3 อิทธิพลของปริมาณ TiO₂ sol ที่ใช้เติมในสารละลายชุบเคลือบ

ได้ทำการศึกษาการเติม TiO₂ sol ปริมาณต่างๆ คือ 5, 15 และ 20 ml/L ในสารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L ร่วมกับ NiCl₂ 20 g/L แล้วทำการชุบเคลือบลงบนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที เมื่อตรวจสอบด้วยกล้อง SEM พบว่า ผิวเคลือบประกอบด้วยเกรนลักษณะทรงเหลี่ยมปิรามิด (รูปที่ 3.11) โดยการเพิ่มปริมาณ TiO₂ sol จาก 5 เป็น 10 ml/L มีผลทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ TiO₂ sol ต่อไปเป็น 15 และ 20 ml/L พบว่าเกรนทรงเหลี่ยมรูปปิรามิดกลับผสานอยู่ชิดเป็นเนื้อเดียวกันจนไม่เห็นขอบเกรน โดยพบรอยแตกบนผิวเคลือบในกรณีที่ใช้ TiO₂ sol 20 ml/L จากการตรวจวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วย EDS (ตารางที่ 3.6) พบว่าปริมาณ TiO₂ sol ที่ใช้เติมในสารละลายไม่มีผลต่อปริมาณ Zn และ Ni ในผิวเคลือบ ทั้งนี้การเคลือบติดของ TiO₂ sol บนผิวเคลือบนั้นสามารถตรวจพบได้เฉพาะในระบบที่มีการเติม TiO₂ sol ที่ระดับ 10 ml/L เท่านั้น โดยตรวจพบ Ti ที่ 0.59%



รูปที่ 3.11 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 20 g/L ที่มีการเติม TiO₂ sol ปริมาณต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.6 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 20 g/L ที่มีการเติม TiO₂ sol ปริมาณต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

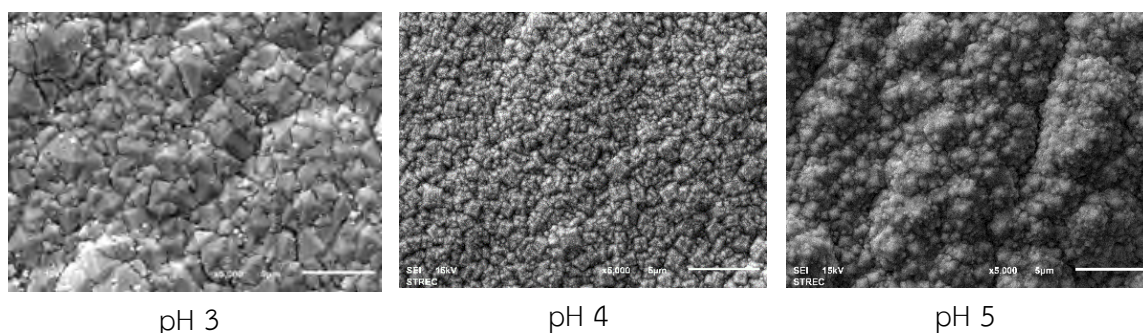
ปริมาณ TiO ₂ sol ที่ใช้เติม ในสารละลายชุบเคลือบ	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	Zn	Ni	Ti	Fe
5 mL/L	81.42	18.58	-	-
10 mL/L	81.31	17.09	0.59	1.01
15 mL/L	81.29	17.91	-	0.79
20 mL/L	81.40	18.60	-	-

3.4 อิทธิพลของค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบ

ในงานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการศึกษาถึงปัจจัยของค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L NiCl₂ 20 g/L และ TiO₂ sol 10 mL/L โดยทำการปรับค่า pH ที่ระดับต่างๆ คือ pH 3, 4 และ 5 แล้วทำการชุบเคลือบลงบนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที พบว่า การเพิ่มค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบมีผลทำให้ผิวชิ้นงานเปลี่ยนจากสีเทาขาวเป็นเทาดำมากขึ้นตามลำดับ

โดยในระบบที่ใช้ค่า pH 5 พบว่ามีการตกตะกอนสีขาวขุ่นในสารละลาย ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นตะกอนไฮดรอกไซด์ของโลหะหรือเกิดจากการที่ TiO_2 sol ถูกล้อมรอบด้วยไฮดรอกไซด์ไอออนและน้ำทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่และเกิดการรวมตัวตกตะกอนออกมาในระบบ

จากภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 3.12 จะเห็นได้ว่า ผิวเคลือบที่ผ่านการชุบที่ pH 3 มีลักษณะเกรนเป็นทรงเหลี่ยมปิรามิด ในขณะที่การชุบที่ pH 4 ให้ลักษณะเกรนทรงสี่เหลี่ยม ส่วนการชุบที่ pH 5 นั้นให้เกรนเหลี่ยมมุมที่มีความละเอียดและอยู่ชิดกันแน่นเป็นกลุ่มก้อน จากการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วย EDS (ตารางที่ 3.7) พบว่าการเพิ่มค่า pH มีผลทำให้ปริมาณ Ni ในผิวเคลือบมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น โดยที่การเคลือบติดของ TiO_2 sol นั้นตรวจพบได้ในกรณีที่ใช้ค่า pH เท่ากับ 3 และ 4



รูปที่ 3.12 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni- TiO_2 โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl_2 5 g/L NiCl_2 20 g/L TiO_2 sol 10 ml/L ที่ pH ต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.7 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni- TiO_2 โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl_2 5 g/L NiCl_2 20 g/L TiO_2 sol 10 ml/L ที่ pH ต่างๆ ภายใต้การชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

ค่า pH ของสารละลายชุบเคลือบ	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)			
	Zn	Ni	Ti	Fe
pH 3	81.31	17.09	0.59	1.01
pH 4	81.26	17.67	1.07	-
pH 5	78.32	21.68	-	-

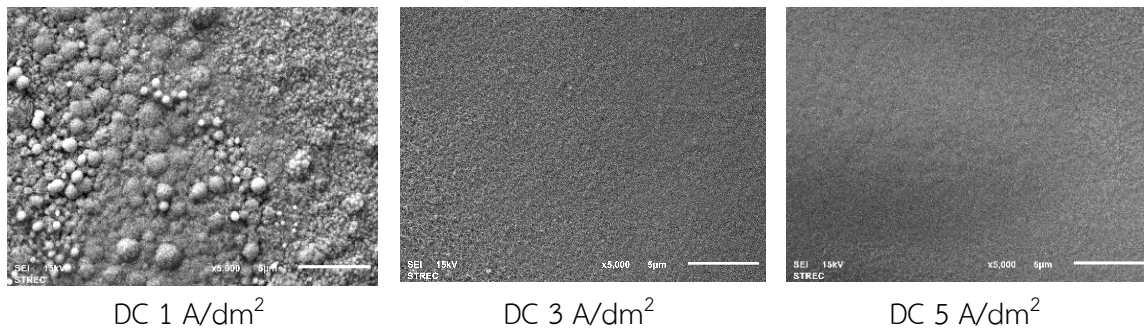
3.5 สันฐานวิทยาและองค์ประกอบของผิวเคลือบ Zn-Ni (ระบบที่ไม่เติม TiO_2 sol)

3.5.1 ผิวเคลือบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารกรดการคำ

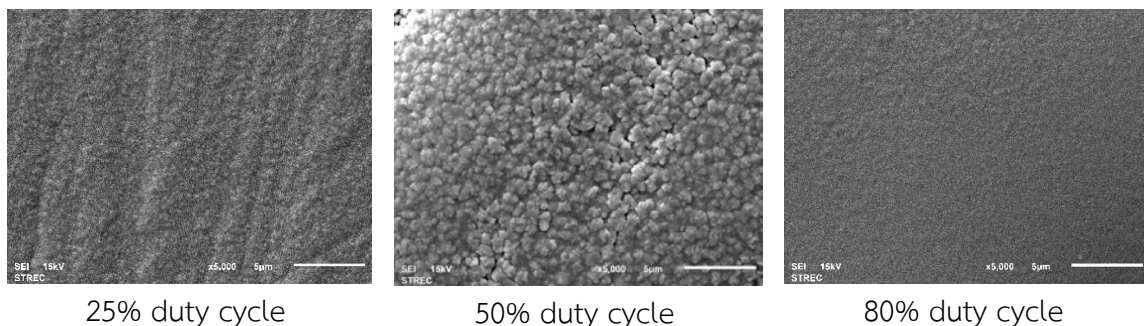
การชุบ Zn-Ni บนแผ่นเหล็กด้วยสารกรดการคำ โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm² เป็นเวลา 30 นาที พบว่า ผิวเคลือบมีองค์ประกอบของนิกเกิลอยู่ในช่วง 11.91-14.09% และมีสังกะสีอยู่ในช่วง 85.91-87.43% โดยการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1 A/dm² นั้นให้ผิวเคลือบที่มีลักษณะเป็น nodule ส่วนการชุบที่ 3 และ 5 A/dm² ให้ผิวเคลือบที่มีเกรนละเอียด ผิวเรียบและมีความสม่ำเสมอ (รูปที่ 3.13 และตารางที่ 3.8) อย่างไรก็ตามการชุบที่ 5 A/dm² ทำให้บริเวณขอบชิ้นงานเกิดรอยไหม้

เนื่องจากกระแสไฟฟ้าที่สูงเกิน ส่วนการใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1 A/dm^2 เป็นเวลา 30 นาที นั้นให้ผิวเคลือบมีลักษณะด้าน มีความไม่สม่ำเสมอ และยังคงตรวจพบเหล็กบนผิวเคลือบ

สำหรับการชุบด้วยกระแสพัลส์ 80% duty cycle ที่ 3 A/dm^2 ให้พื้นผิวที่เรียบและมีโครงสร้างละเอียดกว่าการชุบด้วย 25% และ 50% duty cycle โดยปริมาณ Ni มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตาม % duty cycle ทั้งนี้สามารถสังเกตได้ว่า ชิ้นงานที่ผ่านการชุบ Zn-Ni ด้วยกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle มีลักษณะพื้นผิวใกล้เคียงกับการชุบด้วยกระแสตรงแต่ได้ผิวเคลือบที่มีปริมาณ Ni สูงกว่า (รูปที่ 3.14)



รูปที่ 3.13 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni ด้วยสารเกรดการค้า โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm^2 เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 3.14 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni ด้วยสารเกรดการค้า ทำการชุบโดยใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm^2 ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที

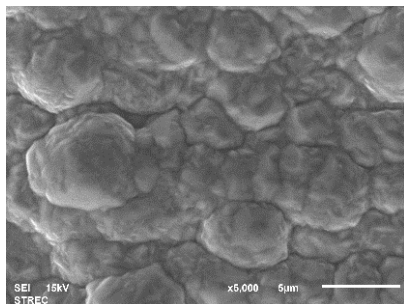
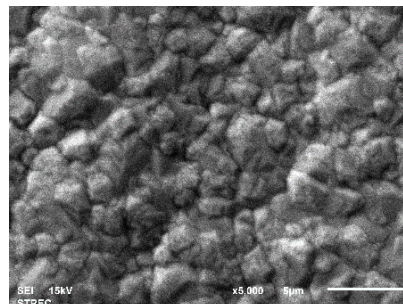
ตารางที่ 3.8 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni ที่ชุบด้วยสารเกรดการค้า ภายใต้การชุบเคลือบที่ pH 3 โดยใช้กระแสตรง ที่ 1, 3 และ 5 A/dm² และใช้กระแสพัลส์ 3 A/dm² ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที

กระแส	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)		
	Zn	Ni	Fe
DC 1 A/dm ²	87.02	11.91	1.07
DC 3 A/dm ²	87.43	12.57	-
DC 5 A/dm ²	85.91	14.09	-
Pulse 25% duty cycle	84.90	12.39	2.71
Pulse 50% duty cycle	85.43	13.26	1.31
Pulse 80% duty cycle	86.06	13.94	-

3.5.2 ผิวเคลือบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นจากการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมชิ้นงานแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่ไม่เติม TiO₂ sol คือใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 5 g/L และ NiCl₂ 20 g/L จากนั้นทำการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที เมื่อทำการตรวจสอบด้วย SEM (รูปที่ 3.15 และตารางที่ 3.9) พบว่าผิวเคลือบมีลักษณะเป็น nodule ที่ประกอบด้วยเกรนทรงเหลี่ยมอยู่ภายใน โดยมีปริมาณ Zn ในผิวเคลือบ 71.72% และมีปริมาณ Ni สูงถึง 27.41% ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงาน Zn-Ni-TiO₂ ที่ผ่านการชุบด้วยภาวะเดียวกันแต่มีการเติม TiO₂ sol 10 ml แล้วจะเห็นได้ว่า การเติม TiO₂ sol ในสารละลายชุบเคลือบมีผลทำให้นิกเกิลเคลือบติดบนชิ้นงานน้อยลงอย่างเห็นได้ชัด (81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti) ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยในโครงการปีที่ 1 และงานวิจัยที่ผ่านมา [4] โดยสันนิษฐานว่า เป็นผลเนื่องมาจากมีอันตรกิริยาเกิดขึ้นระหว่างประจุบวกของนิกเกิลไอออนกับ TiO₂ sol ทำให้นิกเกิลไอออนถูกดูดซับไว้บนอนุภาค TiO₂ sol ส่งผลทำให้การเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ขั้วแคโทด (พื้นผิวแผ่นเหล็ก) เพื่อกลายเป็นโลหะนิกเกิลนั้นมีการชะลอลง

ดังนั้นสำหรับกรณีการเตรียมชิ้นงานเพื่อใช้ศึกษาเปรียบเทียบด้านสมบัติของผิวเคลือบ จึงจำเป็นต้องทำการปรับสูตรสารละลายชุบเคลือบเพื่อให้ได้ผิวเคลือบที่มีปริมาณ Zn และ Ni ใกล้เคียงกับชิ้นงาน Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมได้ ซึ่งจากการทดลองใช้สารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 10 g/L และ NiCl₂ 20 g/L ที่ pH 3 มาทำการชุบด้วยกระแสตรงที่ภาวะเดียวกันพบว่า ได้ผิวเคลือบที่ประกอบด้วยเกรนลักษณะเป็นเหลี่ยมมุม โดยมีปริมาณ Zn 82.18% และ Ni 17.82% จึงเลือกใช้ชิ้นงานดังกล่าวในการศึกษาเปรียบเทียบกับชิ้นงาน Zn-Ni-TiO₂

5 g/L ZnCl₂ + 20 g/L NiCl₂10 g/L ZnCl₂ + 20 g/L NiCl₂

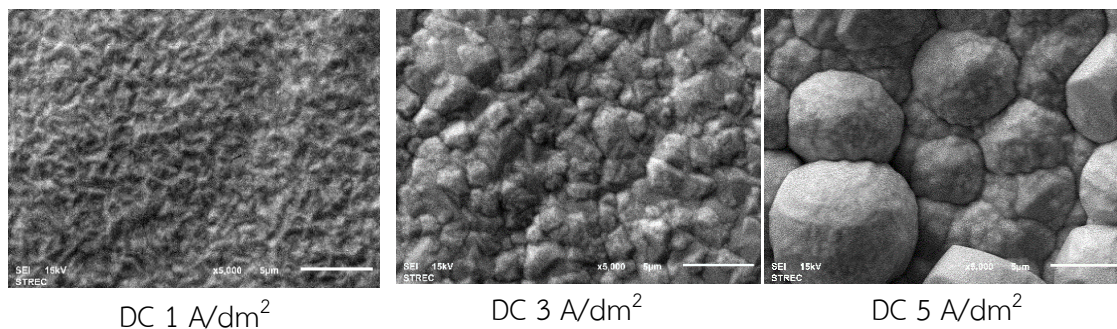
รูปที่ 3.15 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni จากสารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย NiCl₂ 20 g/L ผสมร่วมกับ ZnCl₂ ที่ระดับความเข้มข้น 5 และ 10 g/L ภายใต้การชุบเคลือบด้วยกระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.9 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni จากการชุบเคลือบบนแผ่นเหล็ก โดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วย NiCl₂ 20 g/L ผสมร่วมกับ ZnCl₂ ที่ระดับความเข้มข้น 5 และ 10 g/L ภายใต้การชุบเคลือบด้วยกระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

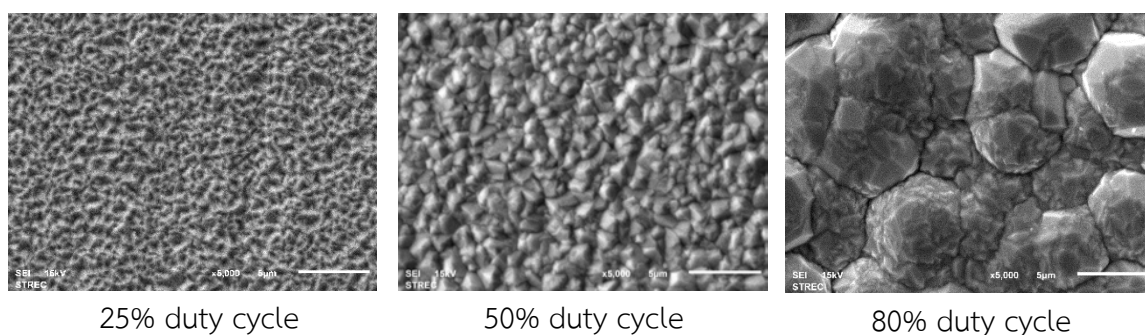
ระบบของสารละลายชุบเคลือบ	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)		
	Zn	Ni	Fe
5 g/L ZnCl ₂ + 20 g/L NiCl ₂	71.72	27.41	0.87
10 g/L ZnCl ₂ + 20 g/L NiCl ₂	82.18	17.82	-

เมื่อนำระบบสารละลายที่ประกอบด้วย ZnCl₂ 10 g/L และ NiCl₂ 20 g/L ที่ pH 3 มาใช้ในการศึกษาความหนาแน่นกระแสและรูปแบบกระแสที่ใช้ในการชุบเคลือบพบว่า การชุบด้วยกระแสตรงที่ 1 A/dm² ให้ชิ้นงานพื้นผิวเรียบ สีเทาดำน เมื่อใช้กระแสที่ 3 A/dm² พบว่าได้ผิวเคลือบสีเทาดำน ขอบเริ่มใหม่เล็กน้อย และเมื่อใช้กระแสที่ 5 A/dm² พบว่าได้ผิวเคลือบสีเทาดำและบริเวณขอบใหม่ จากการตรวจสอบด้วย SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.16 จะเห็นได้ว่าการเพิ่มกระแสในการชุบทำให้โครงสร้างซึ่งประกอบด้วยเกรนทรงเหลี่ยมนั้นมีความขรุขระของพื้นผิวมากขึ้นและเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยผิวเคลือบในกรณีที่ใช้กระแส 1 และ 5 A/dm² นั้นพบว่าปริมาณ Ni สูงเกิน 25% ในขณะที่การใช้กระแส 3 A/dm² นั้นตรวจพบปริมาณ Ni อยู่ที่ 17.82% (ตารางที่ 3.10)

สำหรับการชุบด้วยกระแสพัลส์ที่ 3 A/dm² โดยใช้ % duty cycle ที่ระดับต่างๆ นั้นพบว่า การเพิ่ม % duty cycle มีผลทำให้เกรนผลึกของโครงสร้างบนผิวเคลือบมีขนาดใหญ่ขึ้น (รูปที่ 3.17) และปริมาณนิเกิลในผิวเคลือบมีแนวโน้มสูงขึ้น โดยการชุบด้วยกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle นั้นให้ผิวเคลือบที่มีขนาดเกรนใหญ่กว่าและมีปริมาณ Ni สูงกว่าการชุบด้วยกระแสตรงค่อนข้างมากคืออยู่ที่ 20.98% ดังนั้นในการเตรียมชิ้นงานชุบเคลือบ Zn-Ni สำหรับใช้ศึกษาเปรียบเทียบกับผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่ผ่านการชุบด้วยกระแสพัลส์ 80% duty cycle จึงจำเป็นต้องทำการทดลองปรับสูตรน้ำยาชุบ โดยพบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้น ZnCl₂ เป็น 15 g/L จะได้ปริมาณ Zn ในชั้นเคลือบเท่ากับ 82.70% และ Ni 17.30% จึงนำชิ้นงานนี้ไปใช้สำหรับการวิเคราะห์ทดสอบเปรียบเทียบสมบัติกับชิ้นงาน Zn-Ni-TiO₂ ต่อไป (รูปที่ 3.18)



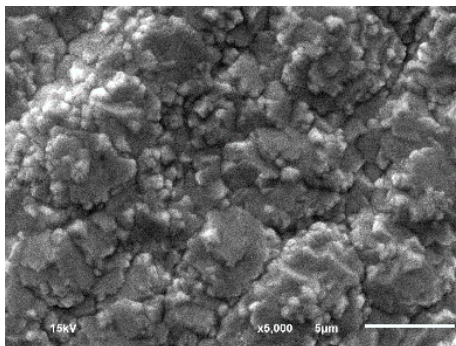
รูปที่ 3.16 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl_2 10 g/L และ NiCl_2 20 g/L ที่ pH 3 ทำการชุบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm^2 เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 3.17 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl_2 10 g/L และ NiCl_2 20 g/L ที่ pH 3 ทำการชุบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm^2 ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.10 ธาตุองค์ประกอบบนผิวเคลือบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl_2 10 g/L และ NiCl_2 20 g/L ที่ pH 3 โดยใช้กระแสตรงที่ 1, 3 และ 5 A/dm^2 และกระแสพัลส์ 3 A/dm^2 ที่ 25%, 50% และ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที

กระแส	ธาตุองค์ประกอบ (wt%)		
	Zn	Ni	Fe
DC 1 A/dm^2	73.91	25.12	0.98
DC 3 A/dm^2	82.18	17.82	-
DC 5 A/dm^2	71.39	28.61	-
Pulse 25% duty cycle	79.29	17.95	2.77
Pulse 50% duty cycle	80.45	18.59	0.95
Pulse 80% duty cycle	79.02	20.98	-



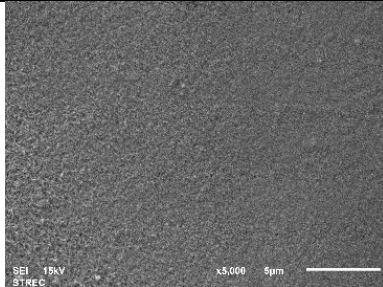
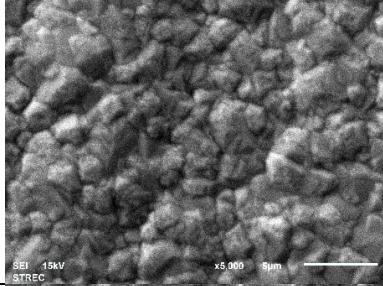
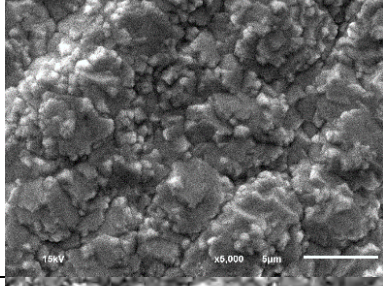
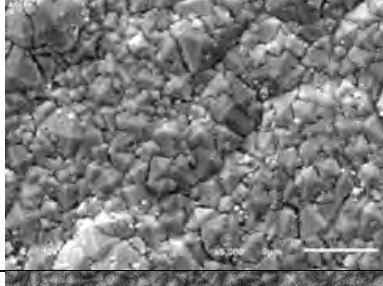
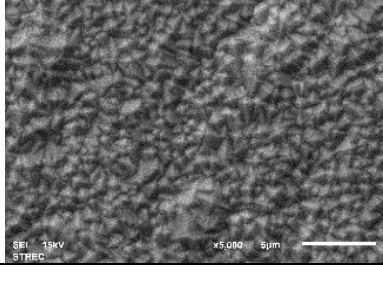
Zn 82.70% Ni 17.30%

รูปที่ 3.18 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารละลายชุบเคลือบที่ประกอบด้วย ZnCl_2 15 g/L และ NiCl_2 20 g/L ที่ pH 3 ทำการชุบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสพัลส์ 3 A/dm² ที่ 80% duty cycle เป็นเวลา 30 นาที

3.6 การศึกษาสมบัติของผิวเคลือบ

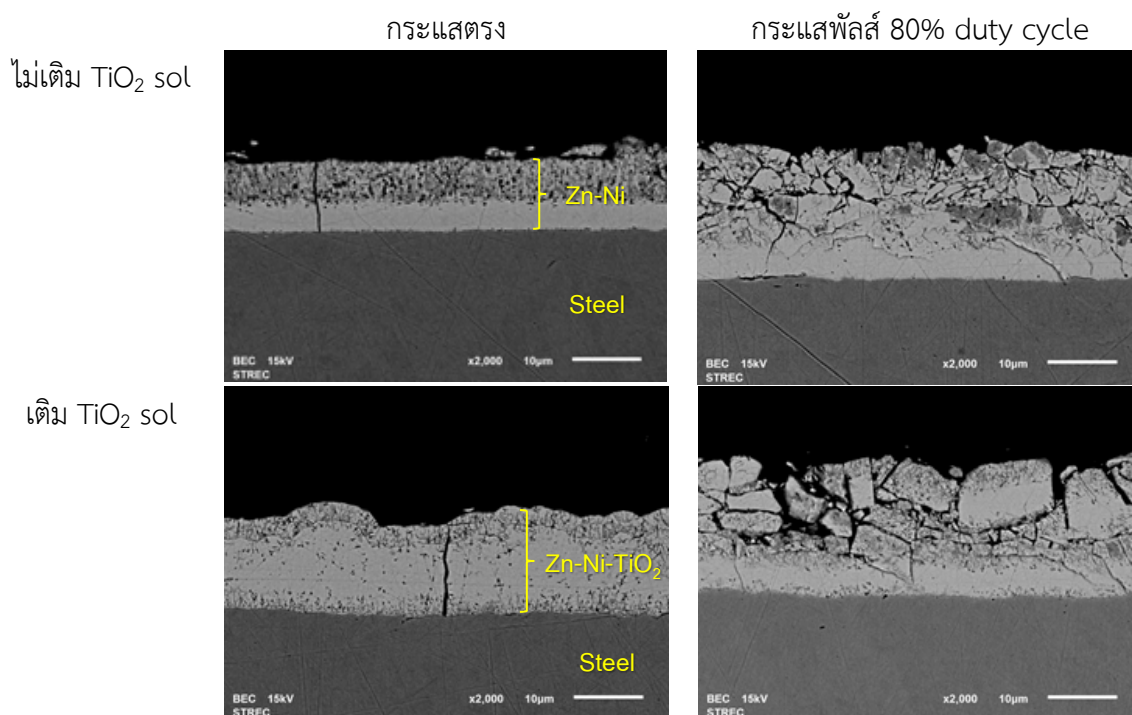
จากการศึกษาทดลองการเตรียมชิ้นงานด้วยระบบต่างๆ ดังที่ได้กล่าวมา จึงได้เลือกชิ้นงานที่ผ่านการชุบเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่มีการเติมและไม่เติม TiO_2 sol ซึ่งเตรียมได้จากการชุบเคลือบโดยใช้ไฟฟ้า 3 A/dm² ชนิดกระแสตรงและกระแสพัลส์ 80% duty cycle ทำการชุบที่ pH 3 เป็นระยะเวลา 30 นาที โดยที่ผิวเคลือบดังกล่าวมีปริมาณ Zn และ Ni เป็นองค์ประกอบในชั้นเคลือบในระดับที่ใกล้เคียงกันมาทำการวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ซึ่งได้แก่ ความหนาชั้นเคลือบเพื่อหาอัตราการชุบเคลือบ การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย XRD และวิเคราะห์ทดสอบสมบัติของผิวเคลือบ ได้แก่ ความต้านทานการกัดกร่อน ความแข็งผิว และความสามารถในการเปียกของผิวเคลือบ โดยระบบที่เลือกมาทำการศึกษาได้สรุปไว้ในตารางที่ 3.11

ตารางที่ 3.11 ระบบการเตรียมแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ที่มีการเติมและไม่เติม TiO₂ sol ที่เลือกนำมาศึกษาเปรียบเทียบสมบัติของผิวเคลือบ

ระบบการชุบเคลือบ	ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบ	ภาพถ่าย SEM ของผิวเคลือบ
ไม่เติม TiO ₂ sol ใช้สารกรดการค้า กระแสตรง 3 A/dm ²	87.43%Zn-12.57%Ni	
ไม่เติม TiO ₂ sol ใช้ ZnCl ₂ 10 g/L + NiCl ₂ 20 g/L กระแสตรง 3 A/dm ²	82.18%Zn-17.82%Ni	
ไม่เติม TiO ₂ sol ใช้ ZnCl ₂ 15 g/L + NiCl ₂ 20 g/L กระแสพัลส์ 80% duty cycle 3 A/dm ²	82.70%Zn-17.30%Ni	
เติม TiO ₂ sol 10 mL/L ใช้ ZnCl ₂ 5 g/L + NiCl ₂ 20 g/L กระแสตรง 3 A/dm ²	81.31%Zn-17.09%Ni- 0.59%Ti-1.01%Fe	
เติม TiO ₂ sol 10 mL/L ใช้ ZnCl ₂ 5 g/L + NiCl ₂ 20 g/L กระแสพัลส์ 80% duty cycle 3 A/dm ²	81.97%Zn-17.06%Ni- 0.96%Fe	

3.6.1 ผลการศึกษาอัตราการชุบเคลือบ

จากการตรวจสอบความหนาของชั้นเคลือบด้วยวิธีตัด-ขัดชิ้นงานภาคตัดขวางแล้วนำมาตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน พบว่า การใช้ไฟฟ้ากระแสตรงในการชุบเคลือบ Zn-Ni สำหรับระบบที่ไม่เติม TiO_2 sol มีอัตราการชุบเคลือบประมาณ 0.33 ไมครอน/นาทีก ในขณะที่การชุบเคลือบในระบบที่เติม TiO_2 sol (81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti) นั้นให้อัตราการชุบเคลือบที่เร็วกว่าคืออยู่ที่ 0.47 ไมครอน/นาทีก สำหรับการชุบเคลือบด้วยกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle พบว่า ให้อัตราการชุบเคลือบเร็วกว่าการชุบด้วยกระแสตรง โดยการชุบทั้งระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol ให้อัตราการชุบที่ใกล้เคียงกันคืออยู่ที่ประมาณ 0.63 ไมครอน/นาทีก ทั้งนี้เป็นที่สังเกตได้ว่าผิวเคลือบที่ได้จากการชุบด้วยกระแสพัลส์นั้นมีความเปราะสูง เกิดการแตกได้ง่ายกว่าการชุบด้วยกระแสตรง (รูปที่ 3.19)



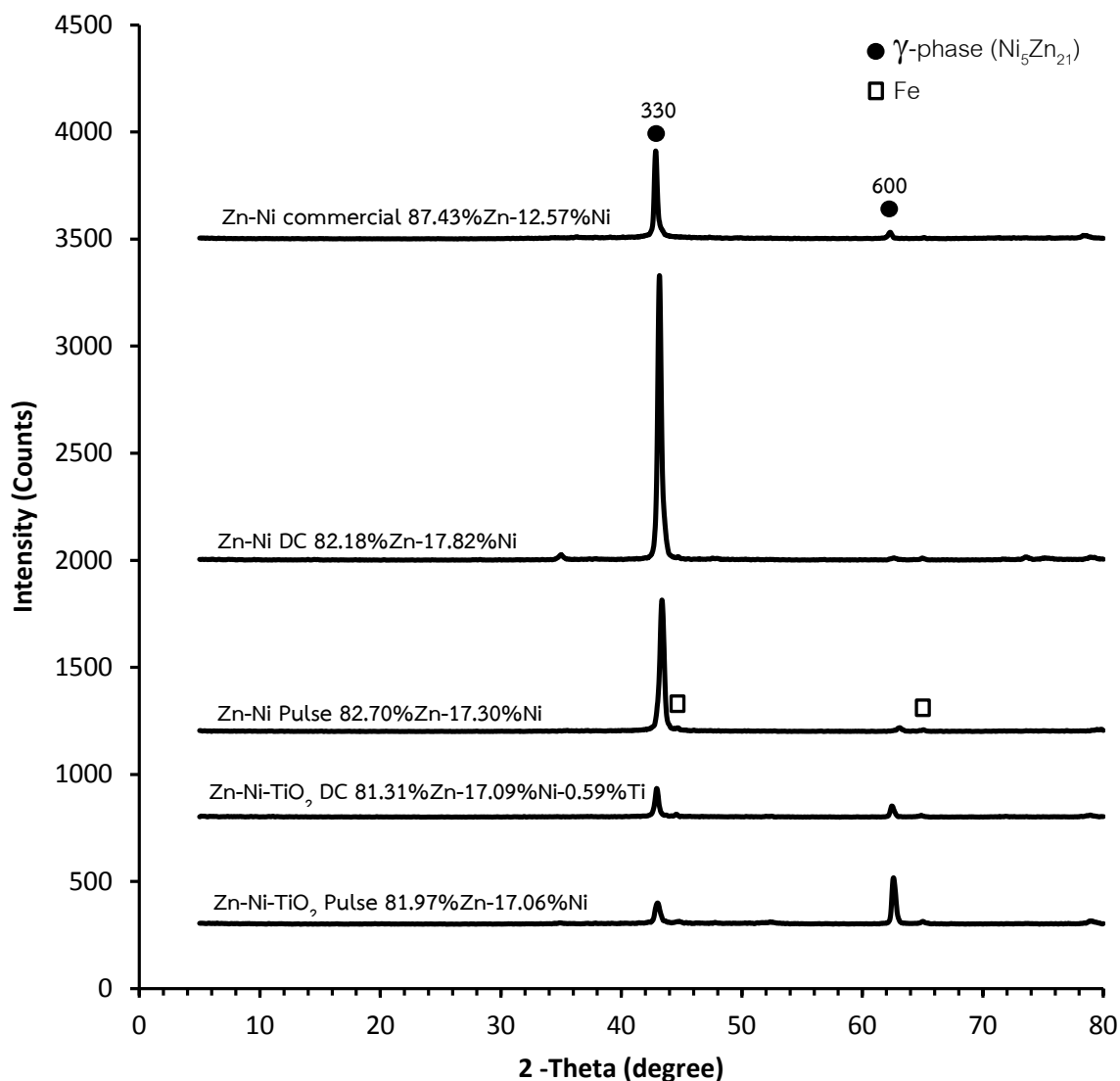
รูปที่ 3.19 ชั้นความหนาของผิวเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol ที่ผ่านการชุบด้วยไฟฟ้า 3 A/dm^2 ชนิดกระแสตรง และกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle เป็นระยะเวลา 30 นาที

3.6.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผิวเคลือบ

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผิวเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol เปรียบเทียบกับผิวเคลือบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นจากการใช้สารเกรดการค้าพบว่า XRD patterns ของผิวเคลือบทุกระบบแสดงพีกที่สำคัญที่มุม (2θ) 43° และ 62.7° ซึ่งเป็นพีกของระนาบ 330 และ 600 ของเฟส $\gamma\text{-Ni}_5\text{Zn}_{21}$ ตามลำดับ โดยเป็นเฟสที่ตรวจพบได้เพียงเฟสเดียวในการทดลองนี้ (รูปที่ 3.20)

ทั้งนี้จะสังเกตเห็นได้ว่า ผิวเคลือบที่ได้จากระบบสารละลายชุบเคลือบที่ไม่เติม TiO_2 sol ทั้งชนิดที่เป็นการใช้สารที่เตรียมขึ้นและชนิดที่ใช้สารเกรดการค้า นั้นจะปรากฏพีกที่ 43° เป็นพีกหลัก และมีพีกความเข้มต่ำที่ 62.7° ซึ่งบ่งชี้ว่าโครงสร้างผลึกของผิวเคลือบดังกล่าวแสดงระนาบ 330 เป็นส่วนใหญ่

โดยมีบางส่วนที่แสดงระนาบ 600 แต่สำหรับระบบที่มีการเติม TiO_2 sol ในสารละลายชุบเคลือบนั้นพบว่า ความเข้มของพีคที่ 62.7° จะเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งแสดงถึงโครงสร้างผลึกของผิวเคลือบที่อยู่ในระนาบ 600 มากขึ้น โดยจะเห็นได้ว่าผิวเคลือบที่ได้จากการชุบด้วยกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle นั้นให้โครงสร้างที่แสดงระนาบ 600 มากกว่า 330 ในการวิเคราะห์ครั้งนี้ตรวจพบพีคของเหล็กปริมาณเล็กน้อยบนชิ้นงาน แต่ตรวจไม่พบพีคของ TiO_2 sol ทั้งนี้อาจเป็นผลจากการที่ TiO_2 sol มีขนาดอนุภาคที่เล็กมากในระดับนาโนและมีอยู่บนผิวเคลือบในปริมาณที่น้อยมาก

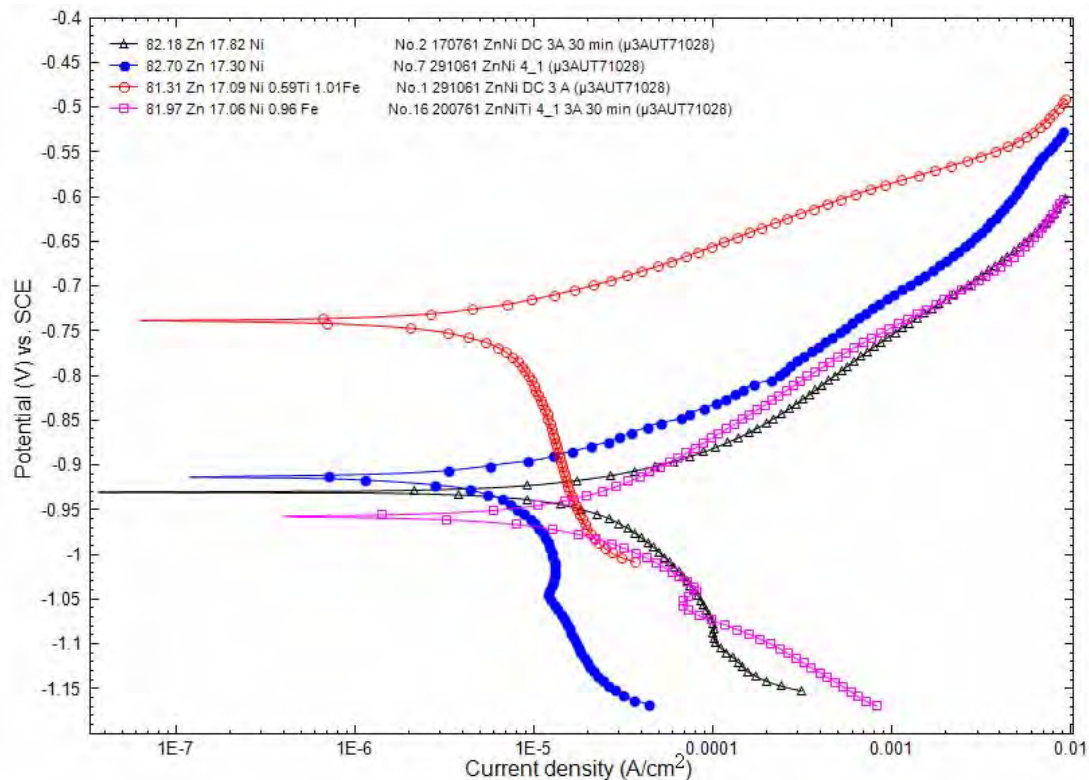


รูปที่ 3.20 XRD patterns ของผิวเคลือบ Zn-Ni จากระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol จากการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสพัลส์ 80% duty cycle ความหนาแน่นกระแส 3 A/dm^2 ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที

3.6.3 การศึกษาสมบัติความต้านทานต่อการกัดกร่อนของผิวเคลือบ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนของผิวเคลือบที่เตรียมได้จาก ระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol ที่ผ่านการชุบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle โดยทำการศึกษาวิเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค potentiodynamic polarization ใน สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 3.5% โดยน้ำหนัก โดยใช้ขั้ว SCE เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และใช้ค่าศักย์ไฟฟ้า เริ่มต้นเท่ากับ -0.25 V จากค่า OCP (ตั้งค่ากระแสไฟฟ้าสิ้นสุดที่ 0.01 A) แล้ววัดค่าความหนาแน่นกระแส ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานจะได้เส้นโพลาริเซชันดังรูปที่ 3.21 จะเห็นได้ว่า ระบบสารละลายที่ไม่เติม TiO_2 sol นั้น ชิ้นงาน 82.70%Zn-17.30%Ni ซึ่งได้จากการชุบด้วยกระแสพัลส์ให้ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr}) สูงกว่า และให้ค่ากระแสการกัดกร่อน (I_{corr}) ต่ำกว่าชิ้นงาน 82.18%Zn-17.82%Ni ที่ผ่านการชุบด้วย กระแสตรง (ตารางที่ 3.12) ดังนั้นการชุบด้วยกระแสพัลส์จึงมีแนวโน้มช่วยปรับปรุงสมบัติความต้านทาน การกัดกร่อนของผิวเคลือบ Zn-Ni ได้

สำหรับระบบสารละลายที่เติม TiO_2 sol นั้นพบว่า แผ่นเหล็กชุบเคลือบ 81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti ซึ่งได้จากการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงเป็นชิ้นงานที่ให้ค่า E_{corr} ไปในทิศ ทางบวกสูงสุด และให้ค่า I_{corr} ต่ำที่สุด เมื่อนำค่าทั้งสองมาคำนวณหาค่าอัตราการกัดกร่อนพบว่า ผิวเคลือบ ดังกล่าวมีค่าอัตราการกัดกร่อนต่ำที่สุดในจำนวนผิวเคลือบทุกระบบคืออยู่ที่ 0.051 mm/year ซึ่งเป็น อัตราที่ต่ำกว่าผิวเคลือบในระบบที่ไม่เติม TiO_2 sol (82.18%Zn-17.82%Ni) ประมาณ 7.5 เท่า ส่วนกรณี การชุบเคลือบด้วยกระแสพัลส์ซึ่งตรวจไม่พบการเคลือบติดของ TiO_2 นั้นพบว่า ผิวเคลือบดังกล่าวมีค่า อัตราการกัดกร่อนที่ไม่ต่างไปจากผิวเคลือบ Zn-Ni ที่ไม่มีการเติม TiO_2 sol ดังนั้นการชุบเคลือบโดยใช้ รูปแบบกระแสพัลส์ที่ 80% duty cycle ในระบบที่เติม TiO_2 sol จึงไม่มีผลต่อการปรับปรุงสมบัติความ ต้านทานการกัดกร่อนของผิวเคลือบ จากผลการวิเคราะห์จะเห็นได้ว่า การมี TiO_2 sol อยู่ภายในชั้นเคลือบ Zn-Ni- TiO_2 ส่งผลทำให้ชิ้นงานมีสมบัติต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้เนื่องจาก TiO_2 sol เป็นวัสดุที่มีความเฉื่อยต่อปฏิกิริยา จึงส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีความว่องไวต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันลดลง

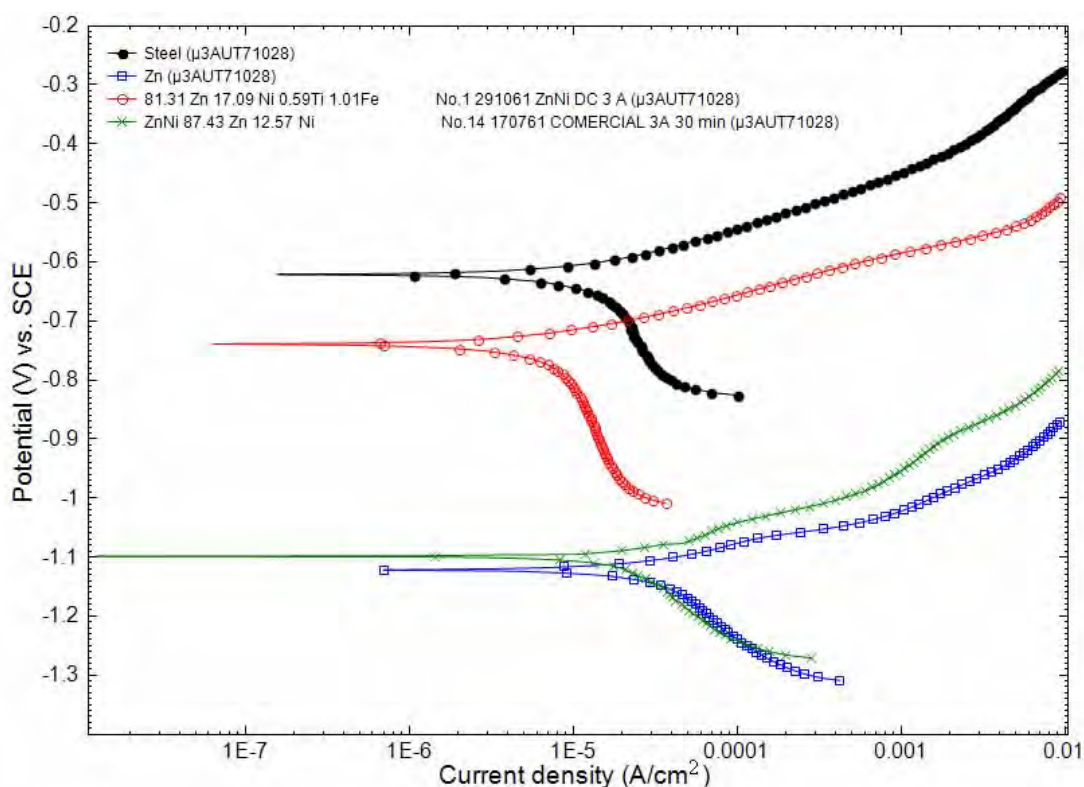


รูปที่ 3.21 เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ด้วยระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol จากการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสพัลส์ 80% duty cycle ความหนาแน่นกระแส 3 A/dm^2 ที่ pH 3 เป็นเวลา 30 นาที ทำการวิเคราะห์ทดสอบในสารละลาย 3.5% NaCl

ตารางที่ 3.12 ค่า E_{corr} , I_{corr} และอัตราการกัดกร่อนจากเส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ด้วยระบบที่ไม่เติมและระบบที่เติม TiO_2 sol

ระบบการชุบเคลือบ Zn-Ni/ Zn-Ni- TiO_2 บนแผ่นเหล็ก	ปริมาณธาตุองค์ประกอบ ของผิวเคลือบ	Corrosion parameter		
		E_{corr} (V)	I_{corr} ($\mu\text{A/cm}^2$)	Corrosion rate (mm/year)
ไม่เติม TiO_2 sol กระแสตรง	Zn 82.18% Ni 17.82%	-0.927	33.200	0.386
ไม่เติม TiO_2 sol กระแสพัลส์ 80% duty cycle	Zn 82.70% Ni 17.30%	-0.910	9.666	0.112
เติม TiO_2 sol กระแสตรง	Zn 81.31% Ni 17.09% Ti 0.59% Fe 1.01%	-0.737	4.426	0.051
เติม TiO_2 sol กระแสพัลส์ 80% duty cycle	Zn 81.97% Ni 17.06% Fe 0.96%	-0.901	35.375	0.411

เมื่อนำชิ้นงานแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมได้มาทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับแผ่นเหล็ก แผ่นเหล็กชุบเคลือบ 100% Zn แผ่นเหล็กชุบเคลือบ 87.43%Zn-12.57%Ni (ใช้สารเกรดการค้ำ) ดังแสดงในรูปที่ 3.22 พบว่า การชุบเคลือบด้วย 100% Zn ตรวจวัดค่า E_{corr} ได้เท่ากับ -1.122 (ตารางที่ 3.13) ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำมากจึงเป็นผิวเคลือบที่สามารถปกป้องแผ่นเหล็กจากการกัดกร่อนได้ดีด้วยสมบัติผู้กร่อนแทนเหล็ก (E_{corr} แผ่นเหล็ก = -0.621 V) โดยการผู้กร่อนนั้นจะเกิดขึ้นด้วยอัตราที่เร็วเนื่องจากค่าศักย์ไฟฟ้าระหว่างเหล็กกับชั้นเคลือบมีความแตกต่างกันมาก ส่วนกรณีของผิวเคลือบ 87.43%Zn-12.57%Ni ที่ผ่านการชุบด้วยสารเกรดการค้ำจะเห็นว่าค่า E_{corr} จะขยับขึ้นไปในทิศทางบวกมากขึ้น เนื่องจากการมี Ni ซึ่งเป็นโลหะที่มีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันที่สูงกว่า Zn อยู่ภายในโครงสร้าง สำหรับการศึกษาวิจัยครั้งนี้พบว่า แผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมได้นั้นให้ค่า E_{corr} ที่ขยับเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัดแต่ยังคงมีค่าที่ต่ำกว่าแผ่นเหล็กจึงสามารถป้องกันการกัดกร่อนของแผ่นเหล็กด้วยสมบัติผู้กร่อนแทนเหล็กได้ ในขณะที่ความแตกต่างของศักย์ไฟฟ้าระหว่างเหล็กกับผิวเคลือบที่น้อยลง และการมีค่า I_{corr} ในระดับต่ำนั้นแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานดังกล่าวมีอัตราการกัดกร่อนที่ต่ำลงด้วย ทั้งนี้ผลจากการคำนวณค่าอัตราการกัดกร่อนพบว่า แผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมได้จากการทดลองนี้สามารถป้องกันการกัดกร่อนได้ดี โดยมีอัตราการกัดกร่อนต่ำกว่าแผ่นเหล็กชุบเคลือบ 87.43%Zn-12.57%Ni ที่ผ่านการชุบด้วยสารเกรดการค้ำประมาณ 23 เท่า

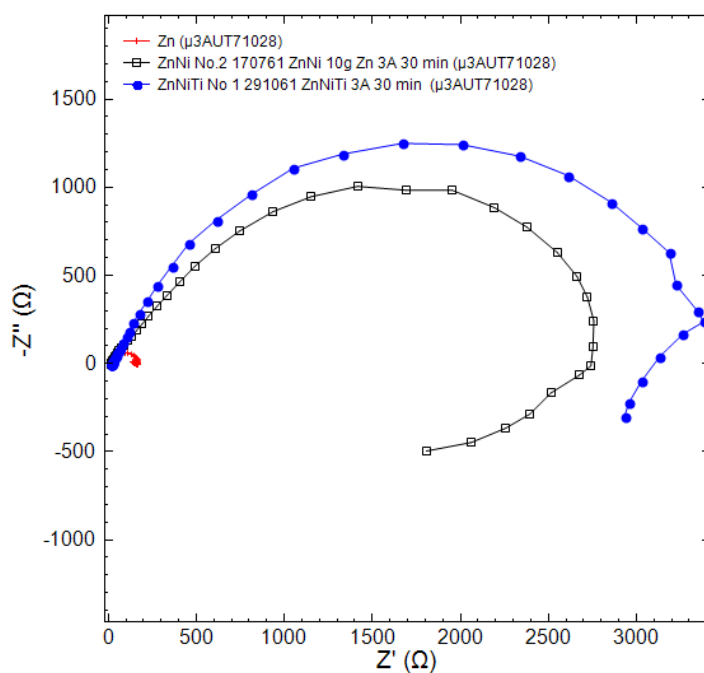


รูปที่ 3.22 เส้นโพลาริเซชันของแผ่นเหล็ก แผ่นเหล็กชุบเคลือบ 100% Zn แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni โดยใช้สารเกรดการค้ำ และแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมขึ้นจากการทดลอง จากการทดสอบในสารละลาย 3.5 %NaCl

ตารางที่ 3.13 ค่า E_{corr} , I_{corr} และอัตราการกัดกร่อนของแผ่นเหล็ก แผ่นเหล็กชุบ Zn แผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารเกรดการค้ำ และแผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมขึ้นจากการทดลอง

ชิ้นงาน	ปริมาณธาตุองค์ประกอบของผิวเคลือบ	Corrosion parameter		
		E_{corr} (V)	I_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Corrosion rate (mm/year)
แผ่นเหล็ก		-0.621	27.302	0.317
แผ่นเหล็กชุบ Zn	Zn 100%	-1.122	184.400	2.143
แผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni ด้วยสารเกรดการค้ำ	Zn 87.43% Ni 12.57%	-1.101	99.339	1.154
แผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO ₂	Zn 81.31% Ni 17.09% Ti 0.59% Fe 1.01%	-0.737	4.426	0.051

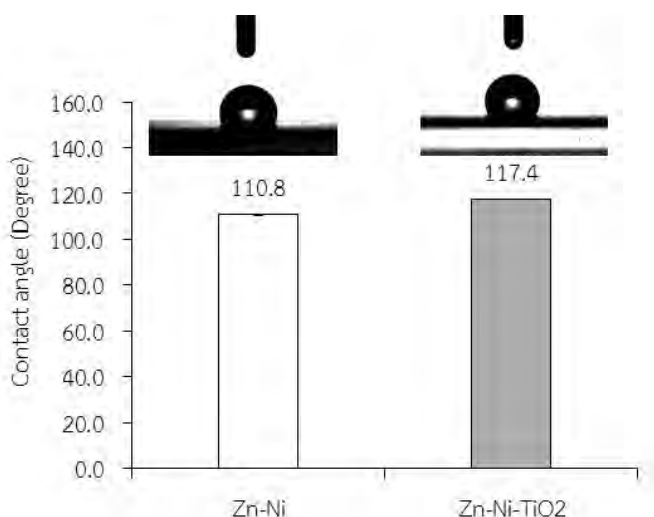
นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนของผิวเคลือบในสารละลาย 3.5% NaCl ด้วยเทคนิค EIS โดยศึกษาเปรียบเทียบระหว่างแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn แผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ซึ่งผลของ Nyquist plot ได้แสดงไว้ดังรูปที่ 3.23 จะเห็นได้ว่า capacitive loop ของผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ และ Zn-Ni นั้นมีขนาดวงรัศมีที่กว้างกว่าผิวเคลือบ Zn อย่างเห็นได้ชัด โดยที่ผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ให้ capacitive loop ที่กว้างกว่าผิวเคลือบ Zn-Ni จากการมีค่าความต้านทานที่สูงกว่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ มีแนวโน้มต้านทานการกัดกร่อนได้ดีกว่าชิ้นงานอื่น ทั้งนี้ผลดังกล่าวมีความสอดคล้องกับผลการทดสอบด้วยเทคนิค potentiodynamic polarization ที่กล่าวมาแล้วข้างต้น



รูปที่ 3.23 Nyquist plot ของแผ่นเหล็กชุบสังกะสี แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ จากการทดสอบในสารละลาย 3.5 %NaCl

3.6.4 ผลการทดสอบความสามารถในการเปียกของพื้นผิว

การวัดความสามารถในการเปียกของพื้นผิวทำได้โดยการหยดของเหลวหรือน้ำลงบนผิวเคลือบ แล้ววัดค่ามุมสัมผัส (θ) ระหว่างหยดของเหลวกับพื้นผิว ในกรณีที่พื้นผิวมีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) และมีการเปียกที่สมบูรณ์ หยดน้ำจะมีลักษณะแผ่ราบไปกับพื้นผิว ดังนั้นมุม θ จึงมีค่าเข้าใกล้ 0° แต่กรณีที่พื้นผิวมีการเปียกน้ำได้ไม่ดีหรือมีสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) หยดน้ำจะมีแนวโน้มคงรูปร่างเป็นหยดอยู่บนพื้นผิวโดยให้ค่ามุม $0 < \theta \leq 180^\circ$ โดยค่ามุมที่สูงขึ้นแสดงถึงพื้นผิวที่มีสมบัติสะท้อนน้ำได้มากขึ้น สำหรับการศึกษาคั้งนี้ได้ทำการทดสอบโดยหยดน้ำลงบนแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ พบว่า ค่าเฉลี่ยของการวัดมุมสัมผัส 3 ตำแหน่งบนพื้นผิวแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ มีค่าเท่ากับ 117.4° ซึ่งเป็นค่าที่มากกว่ากรณีแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni (110.8°) แสดงให้เห็นว่าพื้นผิวแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ มีสมบัติไม่ชอบน้ำสูงกว่าแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ดังนั้นผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ จึงมีความสามารถในการสะท้อนน้ำหรือลดการเปียกน้ำได้ดีกว่า จึงมีโอกาสดเกิดการกัดกร่อนได้น้อยกว่าผิวเคลือบ Zn-Ni (รูปที่ 3.24)

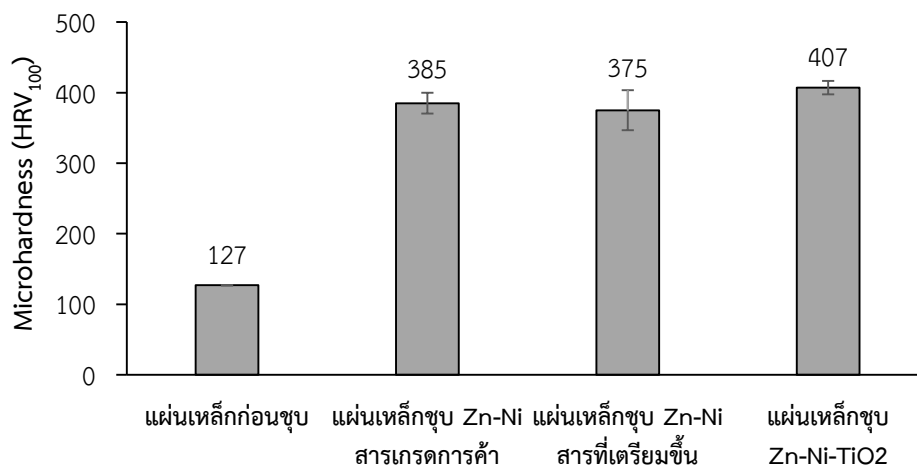


รูปที่ 3.24 ค่าเฉลี่ยของมุมสัมผัสจากการทดสอบแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็กเคลือบ Zn-Ni-TiO₂

3.6.5 ผลการทดสอบค่าความแข็งของผิวเคลือบ

การศึกษาค่าความแข็งของผิวเคลือบได้จากการทดสอบค่าความแข็งแบบ Vickers ด้วยเครื่อง Micro Vickers hardness โดยใช้น้ำหนักกด 100 กรัม ระยะเวลาในการกด 15 วินาที โดยใช้ชิ้นงานที่ได้จากการชุบเคลือบ พบว่า แผ่นเหล็กก่อนการชุบเคลือบมีค่าความแข็งเท่ากับ 126 HRV (รูปที่ 3.25) ส่วนแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ด้วยสารเกรดการค้า (87.43%Zn-12.57%Ni) และแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ที่เตรียมขึ้นจากสารเคมีในห้องปฏิบัติการ (82.18%Zn-17.82%Ni) ให้ค่าความแข็งสูงกว่าแผ่นเหล็กที่ไม่ผ่านการชุบเคลือบประมาณ 3 เท่า สำหรับการชุบเคลือบ Zn-Ni ที่มีการเติม TiO₂ sol พบว่า แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ (81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti) มีค่าความแข็งเท่ากับ 406 HRV ซึ่งเป็นค่าที่สูงกว่าแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ในระบบที่ไม่เติม TiO₂ sol (375 HRV) แม้จะมีปริมาณสังกะสีและนิกเกิลใน

ผิวเคลือบใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นว่าการเติม TiO_2 Sol 10 ml/L ในสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni ที่ประกอบด้วย ZnCl_2 ความเข้มข้นของ 5 g/L และ NiCl_2 20 g/L ส่งผลทำให้ผิวเคลือบมีความแข็งเพิ่มขึ้น



รูปที่ 3.25 ค่าความแข็งของผิวเคลือบชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับแผ่นเหล็กก่อนชุบเคลือบ

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

การพัฒนาผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ สำหรับการชุบเคลือบบนแผ่นเหล็กด้วยไฟฟ้า เพื่อปรับปรุงสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนและความแข็งผิว ทำได้โดยนำ TiO₂ sol ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซล-เจลมาเติมในสารละลายชุบเคลือบ Zn-Ni

จากการศึกษาพบว่า การเติม TiO₂ sol ในระบบการชุบเคลือบ Zn-Ni มีผลทำให้นิกเกิลเคลือบติดบนชิ้นงานได้น้อยลง โดยคาดว่า เป็นผลเนื่องมาจากอนุภาค TiO₂ sol มีการดูดซับนิกเกิลไอออนเอาไว้ทำให้ปฏิกิริยารีดักชันชะลอลง ในขณะที่การเคลือบติดของ TiO₂ sol มีแนวโน้มตรวจพบได้ในผิวเคลือบที่มีปริมาณนิกเกิลสูง

การชุบด้วยกระแสพัลส์มีแนวโน้มให้ผิวเคลือบที่มีขนาดเกรนเล็กกว่าการชุบด้วยกระแสตรง อย่างไรก็ตาม ไม่พบการเคลือบติดของ TiO₂ sol ในผิวเคลือบที่ผ่านการชุบด้วยกระแสพัลส์ในภาวะที่เลือกมาทำการศึกษา

ภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ บนแผ่นเหล็กด้วยวิธีชุบไฟฟ้า คือการใช้สารละลายที่ประกอบด้วย 5 g/L ZnCl₂ ร่วมกับ 20 g/L NiCl₂ และ 10 ml/L TiO₂ sol และทำการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้ากระแสตรง 3 A/dm² ที่ pH 3 ซึ่งผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของผิวเคลือบพบว่าประกอบด้วย 81.31%Zn-17.09%Ni-0.59%Ti

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผิวเคลือบทั้งระบบที่เติมและไม่เติม TiO₂ sol พบว่าประกอบด้วยเฟส γ -Ni₅Zn₂₁ เพียงเฟสเดียวโดยมีระนาบหลักคือ 330 และ 600 ทั้งนี้พบว่าผิวเคลือบของระบบที่เติม TiO₂ sol มีการจัดเรียงอยู่ในระนาบ 600 มากขึ้น

ผลการศึกษาวิเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค potentiodynamic polarization และเทคนิค EIS พบว่า แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ที่เตรียมได้จากการทดลองนี้มีสมบัติในการป้องกันการกัดกร่อนได้ดีกว่าแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni ทั้งชนิดที่เตรียมขึ้นด้วยสารในห้องปฏิบัติการและสารเกรดการค้า ในขณะที่ยังคงมีสมบัติผู้กร่อนแทนเหล็กได้ โดยผลการวัดค่ามุมสัมผัสยังแสดงให้เห็นว่า ผิวเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ มีความสามารถในการสะท้อนน้ำหรือลดการเปียกน้ำได้ดีกว่า จึงมีโอกาสเกิดการกัดกร่อนได้น้อยกว่าผิวเคลือบ Zn-Ni นอกจากนี้ผลการทดสอบยังพบว่า แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂ ให้ค่าความแข็งที่สูงกว่าแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni อีกด้วย

บรรณานุกรม

- [1] R. Ramanauskas, P. Quintana, L. Maldonado, R. Pomés, M.A. Pech-Canul, Corrosion resistance and microstructure of electrodeposited Zn and Zn alloy coatings, *Surface and Coatings Technology* 92 (1997): 16–21.
- [2] K. Arunsunai Kumar, G.ParuthimalKalaigan, V.S. Muralidharan. Direct and pulse current electrodeposition of Ni-W-TiO₂ nanocomposite coatings. *Ceramics International* 39 (2013): 2827-2834.
- [3] S. Ghaziof, W. Gao. Zn-Ni-Al₂O₃ nano-composite coatings prepared by sol-enhanced electroplating. *Applied Surface Science* 351 (2015): 869-879.
- [4] M. Hino, K. Murakami, K. Muraoka, N. Nagata, T. Kanadani. Effects of silica nanoparticle co-deposition on macrothrowing power of zinc-nickel alloy plating from an acid sulfate bath. *Materials Transactions* 56 (2015): 85-90.
- [5] B. Li, D. Li, W. Xia, W. Zhang. Synthesis and characterization of a novel Zn-Ni/Zn-Ni/Si₃N₄ composite coating by pulse electrodeposition. *Applied Surface Science* 458 (2018): 665-677.
- [6] A. Katamipour, M. Farzam, I. Danaee. Effects of sonication on anticorrosive and mechanical properties of electrodeposited Ni-Zn-TiO₂ nanocomposite coatings. *Surface and Coatings Technology* 254 (2014): 358-363.
- [7] E. Budman, R.R. Sizelove. Zinc alloy plating. *Metal Finishing* 93 (1995): 324, 326-329.
- [8] M. A. Pech-Canul, R. Ramanauskas, L. Maldonado. An electrochemical investigation of passive layers formed on electrodeposited Zn and Zn-alloy coatings in alkaline solutions. *Electrochimica Acta* 42 (1997): 255-260.
- [9] S. Rashmi, L. Elias, A. C. Hegde. Multilayered Zn-Ni alloy coatings for better corrosion protection of mild steel. *Engineering Science and Technology, an International Journal* 20 (2017): 1227-1232.
- [10] S. Ghaziof, W. Gao. Electrodeposition of single gamma phased Zn-Ni alloy coatings from additive-free acidic bath. *Applied Surface Science* 311 (2014): 635–642.
- [11] A. Conde, M.A. Arenas, J.J. de Damborenea. Electrodeposition of Zn-Ni coatings as Cd replacement for corrosion protection of high strength steel. *Corrosion Science* 53 (2011): 1489-1497.
- [12] G.D. Wilcox and D.R. Gabe. Electrodeposited zinc alloy coatings. *Corrosion Science* 35 (1993): 1251-1258.

[13] Y. Boonyongmaneerat, S. Saenapitak, K. Saengkiettiyut. Reverse pulse electrodeposition of Zn-Ni alloys from a chloride bath. *Journal of Alloys and Compounds* 487 (2009): 479-482.

[14] R. Rizwan, M. Mehmood, M. Imran, J. Ahmad, M. Aslam, J.I. Akhter. Deposition of nanocrystalline zinc-nickel alloys by D.C. plating in additive free chloride bath. *Materials Transactions* 48 (2007): 1558-1565.

[15] M. E. Soares, C. A. C. Souza, S. E. Kuri. Corrosion resistance of a Zn-Ni electrodeposited alloy obtained with a controlled electrolyte flow and gelatin additive. *Surface and Coatings Technology* 201 (2006): 2953-2959.

[16] A. Petrauskas, L. Grincevičienė, A. Češūnienė, R. Juškėnas. Studies of phase composition of Zn-Ni alloy obtained in acetate-chloride electrolyte by using XRD and potentiodynamic stripping. *Electrochimica Acta* 50 (2005): 1189-1196.

[17] A. Brenner. *Electrodeposition of alloys*, Academic Press, New York and London, 1963.

[18] E. Chassaing and R. Wiat. Electrocrystallization mechanism of Zn-Ni alloys in chloride electrolytes. *Electrochimica Acta* 37 (1992): 545-553.

[19] D. Wang, G.P. Berwagen. Sol-gel coatings on metals for corrosion protection. *Progress in Organics Coatings* 64 (2009): 327-338.

[20] J. Livage, C. Sanchez, M. Henry, S. Doeuff. The chemistry of the sol-gel process. *Solid State Ionics* 32/33 (1989): 633-638.

[21] Z. Feng, Q. Li, J. Zhang, P. Yang, H. Song, M. An. Electrodeposition of nanocrystalline Zn-Ni coatings with single gamma phase from an alkaline bath. *Surface and Coatings Technology* 270 (2015): 47-56.

[22] M. Sajjadnejad, A. Mozafari, H. Omidvar, M. Javanbakht. Preparation and corrosion resistance of pulse electrodeposited Zn and Zn-SiC nanocomposite coatings. *Applied Surface Science* 300 (2014): 1-7.

[23] S. Ghaziof, W. Gao. The effect of pulse electroplating on Zn-Ni alloy and Zn-Ni- Al_2O_3 composite coatings. *Journal of Alloys and Compounds* 622 (2015): 918-924.

[24] M. Sajjadnejad, M. Ghorbani, A. Afshar. Microstructure-corrosion resistance relationship of direct and pulse current electrodeposited Zn-TiO₂ nanocomposite coatings. *Ceramics International* 41 (2015): 217-224.

[25] A. Vlasa, S. Varvara, A. Pop, C. Bulea, L.M. Muresan. Electrodeposited Zn-TiO₂ nanocomposite coatings and their corrosion behavior. *Journal of Applied Electrochemistry* 40 (2010): 1519-1527.

[26] B. M. Praveen, T. V. Venkatesha. Electrodeposition and properties of Zn-nanosized TiO₂ composite coatings. *Applied Surface Science* 254 (2008): 2418-2424.

[27] B.M. Praveen and T.V.Venkatesha. Electrodeposition and corrosion resistance properties of Zn-Ni/TiO₂ nano composite coatings. *International Journal of Electrochemistry* (2011): In Press

[28] J. Qiu, Z. Jin, Z. Liu, X. Liu, G. Liu, W. Wu, X. Zhang, X. Gao. Fabrication of TiO₂ nanotube film by well-aligned ZnO nanorod array film and sol-gel process. *Thin Solid Films* 515 (2007): 2897-2902.

ภาคผนวก

ตารางที่ ภ1 ค่าความแข็งของผิวเคลือบ

ชิ้นงาน	HRV ₁₀₀			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
แผ่นเหล็ก	127	126	127	127±0.2
แผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารเกรดการค้า	393	394	368	385±14.7
แผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni โดยใช้สารที่เตรียมขึ้น	343	395	388	375±28.5
แผ่นเหล็กชุบ Zn-Ni-TiO ₂	405	417	398	407±9.4

ตารางที่ ภ2 ค่าเฉลี่ยของมุมสัมผัสจากการทดสอบแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni และแผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO₂

ชิ้นงาน	ค่าเฉลี่ยของมุมสัมผัส (°)			
	บริเวณที่ 1	บริเวณที่ 2	บริเวณที่ 3	ค่าเฉลี่ยรวม
แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni	111.1	110.8	110.6	110.8±0.24
แผ่นเหล็กชุบเคลือบ Zn-Ni-TiO ₂	117.5	117.4	117.2	117.4±0.19

ประวัติคณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

1. ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) นางสาวกนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ
(ภาษาอังกฤษ) Miss Kanokwan Saengkiattiyut
2. ตำแหน่งปัจจุบัน นักวิจัย (ชำนาญการ) P5
3. หน่วยงานที่สังกัดและสถานที่ติดต่อ
สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ซอยจุฬาลงกรณ์ 12 ถนนพญาไท แขวงวังใหม่
เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330
โทร. 0-2218-4233 โทรสาร 0-2611-7586 E-mail : Kanokwan.s@chula.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สาขาวิชา	มหาวิทยาลัย	ปีที่ได้รับ
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต	วิศวกรรมโลหการ	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2542
วิทยาศาสตร์บัณฑิต	วัสดุศาสตร์	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่	2538

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

การวิเคราะห์ความต้านทานการกัดกร่อนของโลหะด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมีและเครื่องทดสอบการกัดกร่อนแบบละอองเกลือ การเคลือบผิวโลหะ การทดสอบความแข็งของวัสดุ

6. ผลงานวิจัย

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการ

- 1) K. Saengkiattiyut, P. Rattanawaleedirojn, A. Thueploy, J. Wanichsampan and Y. Boonyongmaneerat. Study of microstructure and corrosion resistance of zinc electrodeposits before and after black chromating. *Key Engineering Materials*. 751 (2017): 119-124.
- 2) P. Rattanawaleedirojn, K. Saengkiattiyut, Y. Boonyongmaneerat and J.Wanichsampan. Factors affecting on the corrosion resistance of electroless Ni-Zn-P coated steel. *Key Engineering Materials*. 751 (2017): 125-130.
- 3) P. Rattanawaleedirojn, K. Saengkiattiyut, Y. Boonyongmaneerat, S. Saenapitak, N. Promphet, and N. Rodthongkum. TiO₂ sol-embedded in electroless Ni-P coating: A novel approach for an ultra-sensitive sorbitol sensor. *RCS Advances*. 6(73) (2016): 69261-69269.
- 4) W. Asumpinwong, K. Saengkiattiyut and V. Srimaneepong. Different constant voltages of anodization on the corrosion behavior of Ti-6Al-4V Alloy. *Chiang Mai Journal of Science*. 42(1) (2015): 238-247.

- 5) C. Phetphaisit, J. Namahoot, **K. Saengkiattiyut**, J. Ruamcharoen and P. Ruamcharoen. Green metal organic coating from recycled PETs and modified natural rubber for the automobile industry. *Progress in Organic Coatings*. 86 (2015): 181-189.
- 6) P. Eutrarak, V. Srimaneepong and **K. Saengkiattiyut**. Corrosion behavior of soldered and laser-welded Ni-free Co-Cr alloy joints in sodium chloride solution. *Advanced Materials Research*. 970 (2014): 93-96.
- 7) Y. Boonyongmaneerat, **K. Saengkiattiyut**, S. Saenapitak. and S. Sangsuk. Corrosion Behavior of Reverse-Pulse Electrodeposited Zn-Ni Alloys in Saline Environment. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 23 (2014): 302-307.
- 8) P. Rattanawaleedirojn, **K. Saengkiattiyut**, Y. Boonyongmaneerat, N. Chuankrerkkul, S. Saenapitak. Effects of complexing agent concentration and bath pH on electroless nickel deposition for tungsten carbide powders. *Advanced Materials Research*. 970 (2014): 240-243.
- 9) N. Chuankrerkkul, Y. Boonyongmaneerat, **K. Saengkiattiyut**, P. Rattanawaleedirojn and S. Saenapitak. Injection Moulding of Tungsten Carbide- Nickel Powders Prepared by Electroless Deposition. *Key Engineering Materials*. 545 (2013): 148-152.
- 10) Y. Boonyongmaneerat, **K. Saengkiattiyut**, S. Saenapitak. and S. Sangsuk. Pulse co-electrodeposition and characterization of NiW-WC composite coatings. *Journal of Alloys and Compounds*. 506 (2010): 151-154.
- 11) Y. Boonyongmaneerat, **K. Saengkiattiyut**, P. Rattanawaleedirojn, C. Angkaprasert, J. Wanichsampan, and S. Saenapitak. Effect of NiCl₂-Based Fluxes on Interfacial Layer Formation of Hot Dip Galvanized Steels. *Journal of Iron and Steel Research International*. 17(8) (2010): 74-78.
- 12) Y. Boonyongmaneerat, **K. Saengkiattiyut**, S. Saenapitak and S. Sangsuk. Effects of WC addition on structure and hardness of electrodeposited Ni-W. *Surface & Coatings Technology*. 203 (2009): 3590-3594.
- 13) Boonyongmaneerat Y, Saenapitak S and **Saengkiattiyut K**. Reverse pulse electrodeposition of Zn- Ni alloys from a chloride bath. *Journal of Alloys and Compounds*. 487 (2009): 479-482.

ผลงานวิจัยที่นำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

- 1) P. Rattanawaleedirojn, **K. Saengkiattiyut**, Y. Boonyongmaneerat and J. Wanichsampan. Factors Affecting on the Corrosion Resistance of Electroless Ni-Zn-P Coated Steel. *9th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-9)*, December 14-15, 2016, Swissôtel Le Concorde, Bangkok, Thailand. (Best Poster Award)
- 2) **K. Saengkiattiyut**, P. Rattanawaleedirojn, A. Thueploy, J. Wanichsampan and Boonyongmaneerat Y. Influence of Plating Formulations on Microstructure and Corrosion Resistance of Electrodeposited Zinc Coatings. *2nd International Conference on Smart Materials & Surfaces*, March 23-25, 2016, Songdo Convensia, Incheon, Korea.
- 3) **Kanokwan Saengkiattiyut**, Yuttanant Boonyongmaneerat, Sawalee Saenapitak, and Pranee Rattanawaleedirojn. Effects of Acid Solution's Temperature on Inhibition Activity of Chitosan-based Inhibitor for Steel. *The 6th Thailand Metallurgy Conference*, December, 2012, Thailand.
- 4) Viriyah Chobaomsup, **Kanokwan Saengkiattiyut**, Sawalee Saenapitak, Pranee Rattanawaleedirojn and Supin Sangsuk. Effect of Titania Sol-Gel Coating on Steel for Corrosion Protection. *The 6th Thailand Metallurgy Conference*, December, 2012, Thailand.
- 5) Theerajit Pornprutthipan, **Kanokwan Saengkiattiyut** and Supin Sangsuk. Hybrid Sol-Gel Coating on Galvanized Steel for Corrosion Protection. *The 6nd Thailand Metallurgy Conference*, December, 2012, Thailand.
- 6) Pranee Rattanawaleedirojn, **Kanokwan Saengkiattiyut** and Tanit Singhaboonpong. Preparation and properties of carboxymethyl cellulose hydrogels chemically crosslinked by citric acid". *Proceeding in "Asian International Conference on Materials, Minerals and Polymer 2012*, March 23–24, 2012, Vistana Hotel, Penang, Malaysia.
- 7) **Kanokwan Saengkiattiyut**, Pranee Rattanawaleedirojn, Yuttanant Boonyongmaneerat and Sawalee Saenapitak. Corrosion Inhibition of Mild Steel by Chitosan in Hydrochloric Acid Solution, *Proceeding in Asian International Conference on Materials, Minerals and Polymer 2012*, March 23–24, 2012, Vistana Hotel, Penang, Malaysia. (Best Poster Award)
- 8) S Sangsuk, **K Saengkiattiyut** and P Laiwan. Sol-gel Titanai and Silica Coating on Steel for Corrosion Protection. *Proceeding in Asian International Conference on Materials, Minerals and Polymer 2012*, March 23–24, 2012, Vistana Hotel, Penang, Malaysia.
- 9) Nutthita Chuankrerkkul, Yuttanant Boonyongmaneerat, **Kanokwan Saengkiattiyut**, Pranee Rattanawaleedirojn, Sawalee Saenapitak. Injection Moulding of Tungsten

- Carbide-Nickel Powders Prepared by Electroless Deposition. *Abstract book in 7th International Conference on Materials Science and Technology*. June 7-8, 2012, Swissotel Le Concorde, Bangkok, Thailand.
- 10) Pranee Rattanawaleedirojn and **Kanokwan Saengkiattiyut**. Recovery of zinc from ash and dross generated in galvanizing process. *The 5th Thailand Metallurgy Conference*, January, 2012, Thailand.
- 11) Supin Sangsuk, **Kanokwan Saengkiattiyut** and Umaporn Pie-raham. Sol-gel titania coating on steel for corrosion protection. *The 5th Thailand Metallurgy Conference*, January, 2012, Thailand.
- 12) Jutatip Namahoot, Chor. Wayakorn Phetphaisit and **Kanokwan Saengkiattiyut**. Physical properties of steel coated with polyester polyurethane elastomer. *6th Pure and Applied Chemistry International Conference 2012*, January 11- 13, 2012, The Empress convention center, Chiang Mai, Thailand.

สิทธิบัตร / อนุสิทธิบัตร

- 1) ชื่ออนุสิทธิบัตร : สารยับยั้งการกัดกร่อนของโลหะ
 ชื่อเจ้าของอนุสิทธิบัตร: ปราณี รัตนวลิตโรจน์, **กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ**, ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์ และ สวลี เสนาพิทักษ์.
 เลขที่อนุสิทธิบัตร: 6449, 4 สิงหาคม 2554
- 2) ชื่อสิทธิบัตร: กรรมวิธีการเตรียมพอลิเมอร์ดูดซับน้ำที่มีสมบัติยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: **กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ**, ปราณี รัตนวลิตโรจน์, ธนิต สิงหบุญพงศ์
 เลขที่สิทธิบัตร: สิทธิบัตรไทย เลขที่ขอยื่นจดสิทธิบัตร 1101000207, กุมภาพันธ์ 2554
- 3) ชื่อสิทธิบัตร: เหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนที่ประกอบด้วยชั้นเคลือบสังกะสีนิกเกิลความต้านทานการกัดกร่อนสูง.
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์, **กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ**, ปราณี รัตนวลิตโรจน์, สวลี เสนาพิทักษ์ และรัชชนิ สงวนหมู่
 เลขที่สิทธิบัตร: สิทธิบัตรไทย เลขที่ขอยื่นจดสิทธิบัตร 1001000114, กุมภาพันธ์ 2553
- 4) ชื่อสิทธิบัตร: กรรมวิธีการเตรียมสิ่งทอยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ที่มีอนุภาคเงินอยู่บนเส้นใย
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: ปราณี รัตนวลิตโรจน์, **กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ** และ สุพิณ แสงสุข
 เลขที่สิทธิบัตร: สิทธิบัตรไทย เลขที่ขอยื่นจดสิทธิบัตร 0601005442, 3 พฤศจิกายน 2549
- 5) ชื่อสิทธิบัตร: สิ่งทอยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ที่มีอนุภาคเงินอยู่บนเส้นใย
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: ปราณี รัตนวลิตโรจน์, **กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ** และ สุพิณ แสงสุข
 เลขที่สิทธิบัตร: สิทธิบัตรไทย เลขที่ขอยื่นจดสิทธิบัตร 098599, 15 มีนาคม 2548

ผู้ร่วมวิจัย

- ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) นางสาวปราณี รัตนวลีดีโรจน์
(ภาษาอังกฤษ) Miss Pranee Rattanawaleedirojn
- ตำแหน่งปัจจุบัน นักวิจัย (ชำนาญการ) P5
- หน่วยงานที่สังกัดและสถานที่ติดต่อ
สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ซอยจุฬาลงกรณ์ 12 ถนนพญาไท แขวงวังใหม่
เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330
โทร. 0-2218-4221 โทรสาร 0-2611-7586 E-mail : Pranee.r@chula.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สาขาวิชา	มหาวิทยาลัย	ปีที่ได้รับ
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์ และเทคโนโลยีสิ่งทอ	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2539
วิทยาศาสตรบัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	2536

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

การเคลือบผิววัสดุด้วยกระบวนการทางเคมี เช่น การตกแต่งสำเร็จสิ่งทอ การเคลือบผิวโลหะแบบไม่ใช้ไฟฟ้า

6. ผลงานวิจัย

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการ

- N. Promphet, **P. Rattanawaleedirojn**, N. Rodthongkum. Electroless NiP-TiO₂ sol-RGO: A smart coating for enhanced corrosion resistance and conductivity of steel. *Surface and Coatings Technology* **2017**, 325, 604-610. **(2016 Impact Factor: 2.589)**
- P. Rattanawaleedirojn**, K. Saengkiettiyut, Y. Boonyongmaneerat, J. Wanichsampan. Factors affecting on the corrosion resistance of electroless Ni-Zn-P coated steel. *Key Engineering Materials* **2017**, 751, 125-130.
- K. Saengkiettiyut, **P. Rattanawaleedirojn**, A. Thueploy, J. Wanichsampan, Y. Boonyongmaneerat. Study of microstructure and corrosion resistance of zinc electrodeposits before and after black chromating. *Key Engineering Materials* **2017**, 751, 119-124.
- N. Akkarachainon, **P. Rattanawaleedirojn**, O. Chailapakul, N. Rodthongkum. Hydrophilic graphene surface prepared by electrochemically reduced micellar graphene oxide as a platform for electrochemical sensor. *Talanta* **2017**, 165, 692-701. **(2016 Impact Factor: 4.162)**
- P. Rattanawaleedirojn**, K. Saengkiettiyut, Y. Boonyongmaneerat, S. Sangsuk,

- N. Promphet, N. Rodthongkum. TiO₂ sol-embedded in electroless Ni-P coating: a novel approach for an ultra-sensitive sorbitol sensor. *RSC Advances* **2016**, 6 (73), 69261-69269. **(2016 Impact Factor: 3.289)**
- 6) **P. Rattanawaleedirojn**, K. Saengkiattiyut, Y. Boonyongmaneerat, N. Chuankrerkkul, S. Saenapitak. Effects of complexing agent concentration and bath pH on electroless nickel deposition for tungsten carbide powders. *Advanced Materials Research* **2014**, 970, 240-243.
- 7) N. Chuankrerkkul, Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, **P. Rattanawaleedirojn** and S. Saenapitak. Injection Moulding of Tungsten Carbide- Nickel Powders Prepared by Electroless Deposition. *Key Engineering Materials* **2013**, 545, 148-152.
- 8) Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, **P. Rattanawaleedirojn**, C. Angkaprasert, J. Wanichsampan, and S. Saenapitak. Effect of NiCl₂-based fluxes on interfacial layer formation of hot-dip galvanized steels. *Journal of Iron and Steel Research, International* 2010, 17(8), 74-78. **(2016 Impact Factor: 0.836)**
- 9) **P. Rattanawaleedirojn**, K. Saengkiattiyut and S. Sangsuk. Antibacterial Efficacy of Nano Silver Finished Fabric and Preliminary Test on Its Safety. *CMU. J. Nat. Sci. Special Issue on Nanotechnology* **2008**, 7(1), 75-79.
- 10) K. Saengkiattiyut, **P. Rattanawaleedirojn** and S. Sangsuk. A Study on Antimicrobial Efficacy of Nano Silver Containing Textile. *CMU. J. Nat. Sci. Special Issue on Nanotechnology* **2008**, 7(1), 33-36.

ผลงานวิจัยที่นำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

- 1) N. Promphet, **P. Rattanawaleedirojn**, N. Rodthongkum. "A Novel Electrochemical Sensor Based on NiP-TiO₂ sol-RGO Modified Electrode", PITTCON 2017, Chicago, IL, USA. (5-9 March, 2017)
- 2) **P. Rattanawaleedirojn**, K. Saengkiattiyut, Y. Boonyongmaneerat and J. Wanichsampan. Factors Affecting on the Corrosion Resistance of Electroless Ni-Zn-P Coated Steel. 9th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-9), Swissôtel Le Concorde, Bangkok, Thailand, 14-15 December, 2016. (Best Poster Award)
- 3) K. Saengkiattiyut, **P. Rattanawaleedirojn**, A. Thueploy, J. Wanichsampan and Boonyongmaneerat Y. Influence of Plating Formulations on Microstructure and Corrosion Resistance of Electrodeposited Zinc Coatings. 2nd International Conference on Smart Materials & Surfaces, 23-25 March 2016, Songdo Convensia, Incheon, Korea.

- 4) N. Akkarachanchainon, **P. Rattanawaleedirojn**, N. Rodthongkum, O. Chailapakul, Electrochemically reduced graphene oxide modified carbon electrode for pesticide determination. PACCON Proceedings 2016: Materials Chemistry & Nanotechnology (MCN-0406), ISBN (e-book): 978-616-407-033-2, pp. 702-706.
- 5) Kanokwan Saengkiattiyut, Yuttanant Boonyongmaneerat, Sawalee Saenapitak, and **Pranee Rattanawaleedirojn***. Effects of Acid Solution's Temperature on Inhibition Activity of Chitosan-based Inhibitor for Steel. *The 6nd Thailand Metallurgy Conference, December, 2012, Thailand.*
- 6) **Pranee Rattanawaleedirojn**, Kanokwan Saengkiattiyut and Tanit Singhaboonpong. Preparation and properties of carboxymethyl cellulose hydrogels chemically crosslinked by citric acid". *Proceeding in "Asian International Conference on Materials, Minerals and Polymer 2012, March 23 – 24, 2012. Vistana Hotel, Penang, Malaysia.*
- 7) Kanokwan Saengkiattiyut, **Pranee Rattanawaleedirojn**, Yuttanant Boonyongmaneerat and Sawalee Saenapitak. Corrosion Inhibition of Mild Steel by Chitosan in Hydrochloric Acid Solution, *Proceeding in Asian International Conference on Materials, Minerals and Polymer 2012, March 23 – 24, 2012. Vistana Hotel, Penang, Malaysia. (Best Poster Award)*
- 8) **Pranee Rattanawaleedirojn** and Kanokwan Saengkiattiyut. One-step synthesis and characterization of hydrophobic zinc borate. *The 37th Congress on Science and Technology of Thailand, October 10-12, 2011, Thailand.*
- 9) Kanokwan Saengkiattiyut, **Pranee Rattanawaleedirojn** and Tanit Singhaboonpong. Preparation and antimicrobial activity of silver nanoparticles stabilized by polyvinylpyrrolidone. *The 37th Congress on Science and Technology of Thailand, October 10-12, 2011, Thailand.*
- 10) Kanokwan Saengkiattiyut, **Pranee Rattanawaleedirojn**, Weera Chukrachan and Adisak Thueploy. Effect of surface finishing methods on corrosion resistance of aluminium alloy. *The 3rd International Conference of Processing materials for Properties, Aug. 11, 2009, Thailand.*
- 11) Yuttanant Boonyongmaneerat, Kanokwan Saengkiattiyut, Charttanong Angkaprasert, **Pranee Rattanawaleedirojn**, Nutthita Chuankrerkkul, Jumpot Wanichsampan, Sawalee Saenapitak, Adisak Thueploy and Run Sa-nguanmoo. Effects of Surface Pretreatment in Hot-Dip Galvanizing Process. *The 2nd Thailand Metallurgy Conference, October, 2008, Thailand.*
- 12) Kanokwan Saengkiattiyut, Charttanong Angkaprasert, **Pranee Rattanawaleedirojn**, Sawalee Saenapitak, Adisak Thueploy, Jumpot

Wanichsampan, Sutthirat Lisnunt, Nutthita Chuankrerkkul and Yuttanant Boonyongmaneerat. Corrosion Resistance of Hot-Dip Galvanized Steels in Saline and Swine Urine Environments. *The 2nd Thailand Metallurgy Conference, October, 2008, Thailand.*

- 13) Kanokwan Saengkiattiyut, **Pranee Rattanawaleedirojn** and Adisak Thueploy. Effect of nitric acid treatment on pitting corrosion resistance of stainless steel. *The 1st Thailand Metallurgy Conference, October 15- 16, 2007, Thailand.*

สิทธิบัตร / อนุสิทธิบัตร

- 1) ชื่อสิทธิบัตร : ขั้วไฟฟ้าโลหะนาโนคอมพอสิตสำหรับเป็นตัวรับรู้ทางเคมีไฟฟ้า และกรรมวิธีการเตรียม
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร : ดร. นาฏนัตดา รอดทองคำ, รองศาสตราจารย์ ดร. ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์, **นางสาวปราณี รัตนวลิตโรจน์**, ศาสตราจารย์ ดร. อรวรรณ ชัยลภากุล, นางสาวสิรประภา บุษพาหอม.
 เลขที่สิทธิบัตร : สิทธิบัตรไทย เลขที่คำขอ 1701006894, 22 พฤศจิกายน 2560
- 2) ชื่อสิทธิบัตร : ขั้วไฟฟ้าแกรไฟน์สำหรับเป็นตัวรับรู้ทางเคมีไฟฟ้า และกรรมวิธีการเตรียม
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร : นายนลทพล อัครชาญชัยนนท์, นางสาวอรวรรณ ชัยลภากุล, นางสาวนาฏนัตดา รอดทองคำ, **นางสาวปราณี รัตนวลิตโรจน์**.
 เลขที่สิทธิบัตร : สิทธิบัตรไทย เลขที่คำขอ 1601000423, 26 มกราคม 2559
- 3) ชื่ออนุสิทธิบัตร : สารยับยั้งการกัดกร่อนของโลหะ
 ชื่อเจ้าของอนุสิทธิบัตร: **ปราณี รัตนวลิตโรจน์**, กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ, ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์ และ สวลี เสนาพิทักษ์.
 เลขที่อนุสิทธิบัตร : 6449, 4 สิงหาคม 2554
- 4) ชื่อสิทธิบัตร : กรรมวิธีการเตรียมพอลิเมอร์ดูดซับน้ำที่มีสมบัติยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ, **ปราณี รัตนวลิตโรจน์**, ธนิต สิงหบุญพงศ์
 เลขที่สิทธิบัตร : สิทธิบัตรไทย เลขที่คำขอ 1101000207, กุมภาพันธ์ 2554
- 5) ชื่อสิทธิบัตร : เหล็กชุบสังกะสีแบบจุ่มร้อนที่ประกอบด้วยชั้นเคลือบสังกะสีนิกเกิล ความต้านทานการกัดกร่อนสูง
 ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์, กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ, **ปราณี รัตนวลิตโรจน์**, สวลี เสนาพิทักษ์ และรัชชน์ สงวนหมู่.
 เลขที่สิทธิบัตร : สิทธิบัตรไทย เลขที่คำขอ 1001000114, กุมภาพันธ์ 2553

- 6) ชื่อสิทธิบัตร : กรรมวิธีการเตรียมสิ่งทอยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ที่มีอนุภาคเงินอยู่บนเส้นใย
ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: **ปราณี รัตนวลิตโรจน์**, กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ และ สุพิณ แสงสุข
เลขที่สิทธิบัตร : สิทธิบัตรไทย เลขที่คำขอ 0601005442, 3 พฤศจิกายน 2549
- 7) ชื่อสิทธิบัตร : สิ่งทอยับยั้งเชื้อจุลินทรีย์ที่มีอนุภาคเงินอยู่บนเส้นใย
ชื่อเจ้าของสิทธิบัตร: **ปราณี รัตนวลิตโรจน์**, กนกวรรณ แสงเกียรติยุทธ และ สุพิณ แสงสุข
เลขที่สิทธิบัตร : สิทธิบัตรไทย เลขที่คำขอ 098599, 15 มีนาคม 2548

ผู้ร่วมวิจัย

1. ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) รศ.ดร.ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์
(ภาษาอังกฤษ) Assoc. Prof. Dr. Yuttanant Boonyongmaneerat
2. ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์
3. หน่วยงานที่สังกัดและสถานที่อยู่ที่ติดต่อได้สะดวก
สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ซอยจุฬาลงกรณ์ 12 ถนนพญาไท แขวงวังใหม่
เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330
โทร. 0-2218-4243 โทรสาร 0-2611-7586 E-mail : Yuttanant.b@chula.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สาขาวิชา	มหาวิทยาลัย	ปีที่ได้รับ
Doctor of Philosophy	Materials Science and Engineering	Massachusetts Institute of Technology, USA	2549
Bachelor of Science	Materials Science and Engineering	Brown University, USA	2545

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

วิศวกรรมวัสดุ (Materials Engineering); โฟมโลหะ (Metallic Foam); เทคโนโลยีการเคลือบผิวโลหะ (Surface Coating Technology)

6. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการ

1. Z.F. Wang, Y. Boonyongmaneerat, K.S. Kumar, and C.L. Briant, "Hydride Formation in Grade 2 Titanium Exposed to Sea Water for Extended Times," *Corrosion/2001, NACE*, p. 11, 2001.
2. Y. Boonyongmaneerat and C.A. Schuh, T.W. Eagar, "Strategies for Bonding W and Al₂O₃ at Low Temperatures," *Advances in Ceramic Coatings and Ceramic-Metal Systems, CESP*, vol. 26, 3, pp. 399-406, 2005
3. Y. Boonyongmaneerat and C.A. Schuh, "Contributions to the Interfacial Adhesion in Co-Sintered Bilayers," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37A, pp. 1435-42, 2006.
4. A. Martinez, D. Blankenship, Y. Boonyongmaneerat, and C.A. Schuh, "Improvement of a Tungsten Facecoat for Titanium Casting", *Proceedings of the 54th Annual Technical Conference on Investment Casting*, Investment Casting Institute, 2006.

5. Y. Boonyongmaneerat, "Mechanical Properties of Partially-Sintered Materials," *Materials Science and Engineering A*, vol. 452-453, pp. 773-780, 2007.
6. J.M. LeBeau and Y. Boonyongmaneerat, "Comparison Study of Aqueous Binder Systems for Slurry-Based Processing," *Materials Science and Engineering A*, vol. 458, pp. 17-24, 2007.
7. Y. Boonyongmaneerat, M. Chmielus, D.C. Dunand, and P. Müllner, "Increasing magnetoplasticity in polycrystalline Ni-Mn-Ga by reducing internal constraints through porosity," *Physical Review Letters*, 99, 247201, 2007.
8. Y. Boonyongmaneerat and D.C. Dunand, "Ni-Mo-Cr Foams Processed by Casting Replication of Sodium Aluminate Preforms," *Advanced Engineering Materials*, Vol. 10, No. 4, pp. 379-383, 2008.
9. Y. Boonyongmaneerat, C.A. Schuh, and D.C. Dunand, "Mechanical Properties of Reticulated Aluminum Foams with Electrodeposited Ni-W Coatings," *Scripta Materialia*, Vol. 59, Issue 3, pp. 336-339, 2008.
10. Y. Boonyongmaneerat, "Effects of Low-Content Activators on Low-Temperature Sintering of Tungsten," *Journal of Materials Processing Technology*, 209 (8), pp. 4084-4087, 2009.
11. Y. Boonyongmaneerat and D.C. Dunand, "Effects of Strut Geometry and Pore Fraction on Creep Properties of Cellular Materials," *Acta Materialia*, Vol.57, pp.1379-1384, 2009.
12. S. Asavavisithchai, E. Nisaratanaporn, and Y. Boonyongmaneerat, "A novel method to produce silver foams with multi-level porosities," *Chiang Mai Journal of Science*, 36(3), pp.296-301, 2009.
13. Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, S. Saenapitak, and S. Sangsuk, "Effects of WC addition on structure and hardness of electrodeposited Ni-W," *Surface & Coatings Technology*, vol. 203, pp. 3590-4, 2009.
14. Y. Boonyongmaneerat, S. Saenapitak, and K. Saengkiattiyut, "Reverse pulse electrodeposition of Zn-Ni alloys from a chloride bath," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 487, pp. 479-482, 2009.
15. Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, P. Rattanawaleedirojn, C. Angkaprasert, J. Wanichsampan, S. Saenapitak, "Effect of NiCl₂-based fluxes on interfacial layer formation of hot dip galvanized steels", " *Journal of Iron and Steel Research, International*, 17(8), pp. 74-78, 2010.

16. P. Mullner, X. Zhang, Y. Boonyongmaneerat, C. Witherspoon, M. Chmielus, D.C. Dunand, "Recent developments in Ni-Mn-Ga foam research," *Materials Science Forum*, Vol. 635, pp. 119-124, 2010.
17. Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, S. Saenapitak, S. Sangsuk, "Pulse co-electrodeposition and characterization of NiW-WC composite Coatings," , 506, pp.151-154, 2010.
18. R. Sa-nguanmoo, E. Nisarattanaporn, Y. Boonyongmaneerat, "Hot-dip galvanization with pulse-electrodeposited nickel pre-coatings," *Corrosion Science*, 53, pp. 122-126, 2011.
19. S. Sukkasi, U. Sahapatsombut, C. Sukjamsri, S. Saenapitak, Y. Boonyongmaneerat, "Electroless Ni-based coatings for biodiesel containers," *Journal of Coatings Technology and Research*, 8(1) , pp. 141-147, 2011.
20. Y. Boonyongmaneerat, U. Sahapatsombut, C. Sukjamsri, S. Saenapitak, S. Sukkasi, "Investigation of Electrodeposited Ni-based Coatings for Biodiesel Storage," *Applied Energy*, 88, pp. 909-913, 2011.
21. A. Issariyapat, P. Swangsak, Y. Boonyongmaneerat, P. Visuttiptukul, "Effects of Heat Treatment on the Interfacial Structure of Nickel-Aluminum Coating Composites," *Advanced Materials Research*, Vol. 154-155, pp. 1462-1467, 2011.
22. A. Chianpairot, G. Lothongkum, C.A. Schuh, and Y. Boonyongmaneerat, "Corrosion of nanocrystalline Ni-W alloys in alkaline and acidic 3.5 wt.% NaCl solutions," *Corrosion Science*, 53, pp. 1066-1071, 2011.
23. N. Sunwang, P. Wangyao, Y. Boonyongmaneerat, "The Effects of heat treatments on hardness and wear Resistance in Ni-W alloy coatings," *Surface and Coating Technology*, 206(6), pp. 1096-1101, 2011.
24. S. Akamphon, S. Sukkasi, Y. Boonyongmaneerat, "Reduction of zinc consumption with enhanced corrosion protection in hot-dip galvanized coatings: A process-based cost analysis," *Resources, Conservation and Recycling*, 58, pp.1-7, 2012.
25. S. Ploypech, Y. Boonyongmaneerat, P. Jearanaisilawong, "Crack initiation and propagation of galvanized coatings hot-dipped at 450°C under bending loads," *Surface and Coatings Technology*, 206(18), pp. 3758-3763, 2012.
26. A. Changvittaya, Y. Boonyongmaneerat, P. Anuntvoranich, "Value creation through design: Goal and constraint – Case study Thailand's furniture industry, *International Journal of the Computer, the Internet, and Management*, 19 (2) pp. 10-15, 2011.

27. E. Wichianrat, Y. Boonyongmaneerat, S. Asavavisithchai, "Microstructural examination and mechanical properties of replicated aluminium composite foams," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(7), pp. 1674-1679, 2012.
28. E. Wichianrat, Y. Boonyongmaneerat, S. Asavavisithchai, "A comparative study of replicated pure Al and AC3A composite foams," *Procedia Engineering*, 32, pp. 621-627, 2012.
29. Y. Boonyongmaneerat, P. Jearanaisilawong, S. Ploypech, "Crack initiation and propagation of galvanized coatings under bending loads," *AISTech*, pp. 1839-1845, 2012.
30. S. Srikomol, Y. Boonyongmaneerat, R. Techapiesancharoenkij, "Electrochemical codeposition and heat treatment of nickel-titanium alloy layers," *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, 44(1), pp. 53-62, 2013.
31. N. Chuankrerkkul, Y. Boonyongmaneerat, k. Saengkiattiyut, P. Rattanawaleedirojn, S. Saenapitak, "Injection moulding of tungsten carbide-nickel powders prepared by electroless deposition," *Key Engineering Materials*, 5454, pp.148-152, 2013.
32. S. Ploypech, P. Jearanaisilawong, Y. Boonyongmaneerat, "Influence of thickness of intermetallic layers on fracture resistance of galvanized coatings," *Surface and Coatings Technology*, 223, pp.1-5, 2013.
33. R. Techapiesancharoenkij, P. Janetaisong, Y. Boonyongmaneerat, A. Laobuthee, "Electrochemical codeposition of Ti-dispersed Ni-matrix layers by pulse-form current," *PRICM 8*, 3, pp. 1909-1916, 2013.
34. P. Janetaisong, R. Techapiesancharoenkij, Y. Boonyongmaneerat, "Microstructural and corrosion characterizations of nickel-titanium coatings produced by electrochemical codeposition and heat treatment," *PRICM 8*, 3, pp. 2075-2082, 2013.
35. K. Theeratpong, S. Danchaivijit, Y. Boonyongmaneerat, "Effects of Co content and heat treatment on mechanical properties of electrolessly deposited Ni-Co-P alloys," *Surface and Interface Analysis*, 46, 4, pp. 276-282, 2014.
36. Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, S. Saenapitak, S. Sangsuk, "Corrosion behavior of reverse-pulse electrodeposited Zn-Ni alloys in saline environment," *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23, 1, pp. 302-307, 2014.

37. C. Somphotch, E. Nisarattanaporn, Y. Boonyongmaneerat, "Influence of bath formulations on low-temperature electroless deposition of Ni-P alloys," *Chiang Mai Journal of Science*, 41(5.2), pp. 1332-1340, 2014.
38. W. Janphongsri, Y. Boonyongmaneerat, P. Jearanaisilawong, "Compressive response of polyurethane open-cell foam with electrodeposited copper coatings," *Advanced Materials Research*, 931-932, pp. 381-385, 2014.
39. J. Sittikun, Y. Boonyongmaneerat, P. Weerachawanasak, P. Praserttham, J. Panpranot, "Pd/TiO₂ catalysts prepared by electroless deposition with and without SnCo₂ sensitization for the liquid-phase hydrogenation of 3-hexyn-1-ol," *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*, 111, 1, pp. 123-135, 2014.
40. S. Riyapan, Y. Boonyongmaneerat, O. Mekasuwandumrong, H. Yoshida, S.-I. Fujita, M. Arai, J. Panpranot, "Improved catalytic performance of Pd/TiO₂ in the selective hydrogenation of acetylene by using H₂-treated sol-gel TiO₂," *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 383-384, pp. 182-187, 2014.
41. L. Kanapa, Y. Boonyongmaneerat, M. Supradist, "Finite difference kinetics modeling for galvanized steels with post heat treatments," *Advanced Materials Research*, 1025-1026, pp. 723-730, 2014.
42. T. Chotibhawaris, T. Luangvaranunt, P. Jantaratana, Y. Boonyongmaneerat, "Influence of the electrodeposited Co-Fe alloys' characteristics on their magnetic properties," *Advanced Materials Research*, 1025-1026, pp. 709-716, 2014.
43. N. Udompanit, P. Wangyao, S. Henpraserttae, Y. Boonyongmaneerat, "Wear response of composition-modulated multilayer Ni-W coatings," *Advanced Materials Research*, 1025-1026, pp. 302-309, 2014.
44. T. Lertjirakul, Y. Boonyongmaneerat, P. Visuttipitukul, "Effect of Cr plating and plasma nitriding on hardness and corrosion resistance of H13 steel," *Advanced Materials Research*, 1025-1026, pp. 737-744, 2014.
45. P. Rattanawaleedirogn, K. Saengkiattiyut, Y. Boonyongmaneerat, N. Chuankrerkkul, S. Saenapitak, "Effects of complexing agent concentration and bath pH on electroless nickel deposition for tungsten carbide powders," *Advanced Materials Research*, 970, pp. 240-243, 2014.
46. J. Qin, X. Zhang, Y. Xue, M.K. Das, A. Thueploy, S. Limpanart, Y. Boonyongmaneerat, M. Ma, R. Liu, "The high concentration and uniform distribution of diamond particles in Ni-diamond composite coatings by sediment co-deposition," *Surface and Interface Analysis*, 47(3), pp. 331-339, 2015.

47. S. Riyapan, Y. Boonyongmaneerat, O. Mekasuwandumrong, P. Prasertdam, J. Panpranot, "Effect of surface Ti³⁺ on the sol-gel derived TiO₂ in the selective acetylene hydrogenation on Pd/TiO₂ catalysts," *Catalysis Today*, 245, pp.134-138, 2015.
48. P. Rattanawaleedirojn, K. Saengkiattiyut, Y. Boonyongmaneerat, S. Sangsuk, N. Promphet, N. Rodthongkum, TiO₂ sol-embedded in electroless Ni-P coating: a novel approach for an ultra-sensitive sorbitol sensor, *RSC Advances*, 6, 69261-69269, 2016.
49. N. Jantaping, C. Banjongprasert, T. Chairuangsi, U. Patakham, Y. Boonyongmaneerat, "Challenges and strategies of surface modification of electrogalvanized coatings for electron microscopy analysis," *Micron*, 86, pp. 48-53, 2016.
50. K. Saengkiattiyut, P. Rattanawaleedirojn, A. Thueploy, J. Wanichsampan, Y. Boonyongmaneerat, "Study of microstructure and corrosion resistance of zinc electrodeposits before and after black chromating," *Key Engineering Materials*, 751, pp. 119-124, 2017.
51. N. Jantaping, C.A. Schuh, Y. Boonyongmaneerat, "Influences of crystallographic texture and nanostructural features on corrosion properties of electrogalvanized and chromate conversion coatings," *Surface and Coatings Technology*, 329, pp. 120-130, 2017.
52. T. Chotibhawaris, T. Luangvaranunt, P. Jantaratana, Y. Boonyongmaneerat, "Effects of thermal annealing on microstructure and magnetic properties of electrodeposited Co-Fe alloys," *Intermetallics*, in press (2017).
53. T. Wanotayan, J. Panpranot, J. Qin, Y. Boonyongmaneerat, "Microstructures and photocatalytic properties of ZnO films fabricated by Zn electrodeposition and heat treatment," *Materials Science in Semiconductor Processing*, 74, pp. 232-237, 2018.

สิทธิบัตร / อนุสิทธิบัตร

1. Y. Boonyongmaneerat, T.W. Eagar, and C.A. Schuh, "Transient Migrating Phase Low Temperature Joining of Co-Sintered Particulate Materials Including a Chemical Reaction," Provisional patent, U.S.S.N 60/646,808, 25 Jan. 2005.

2. P. Müllner, D.C. Dunand, Y. Boonyongmaneerat, and M. Chmielus, “Magnetic shape-memory foams with large magnetically-induced deformation” Patent No.: US 7,964,290 B2, 21 Jun., 2011.
3. Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, P. Rattanawaleedirojn, S. Saenapitak, and Run Sa-nguanmoo, “Hot-dip galvanized steels with high corrosion resistant zinc-nickel layer and processing method thereof” Thai patent pending, filed Feb. 2010 (1001000114).
4. P. Rattanawaleedirojn, K. Saengkiattiyut, , S. Saenapitak, Y. Boonyongmaneerat, “Chemical Inhibiting Corrosion in Metals” Thai petty patent, #1003000720, 9 Aug. 2010.
5. P. Müllner, M. Chmielus, C. Witherspoon, D.C. Dunand, X.X. Zhang, and Y. Boonyongmaneerat, “Polycrystalline Foams Exhibiting Giant Magnetic-Field-Induced Deformation and Methods of Making and Using Same” US 8586194, 19 Nov. 2013

ผู้ร่วมวิจัย

1. ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) นายอดิศักดิ์ ถือพลอย
(ภาษาอังกฤษ) Mr. Adisak Thueploy
2. ตำแหน่งปัจจุบัน เจ้าหน้าที่บริการวิทยาศาสตร์
3. หน่วยงานที่สังกัดและสถานที่ติดต่อ
สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ซอยจุฬาลงกรณ์ 12 ถนนพญาไท แขวงวังใหม่
เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330
โทร. 0-2218-4241 โทรสาร 0-2611-7586 E-mail : Adisak.t@chula.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สาขาวิชา	มหาวิทยาลัย	ปีที่ได้รับ
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	เทคโนโลยีเซรามิก	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2552
ครุศาสตรอุตสาหกรรม บัณฑิต	วิศวกรรม อิเล็กทรอนิกส์ และโทรคมนาคม	สถาบันเทคโนโลยีปทุมวัน	2546

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

งานอิเล็กทรอนิกส์ System control , Kiln and firing process และการวิเคราะห์ทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของโลหะด้วยเครื่องทดสอบการกัดกร่อนแบบละอองเกลือ

6. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการ

1 Kanokwan Saengkiattiyut , Pranee Rattanawaleedirojn, **Adisak Thueploy**, Jumpot Wanichsampan, Yuttanant Boonyongmaneerat "Study of Microstructure and Corrosion Resistance of Zinc Electrodeposits before and after Black Chromating", Key Engineering Materials, 2017, Vol. 751, pp. 119-124.

2. J. Qin, X. Zhang, Y. Xue, M.K. Das, **A. Thueploy**, S. Limpanart, Y. Boonyongmaneerat, M. Ma, R. Liu. The high concentration and uniform distribution of diamond particles in Ni-diamond composite coatings by sediment co-deposition. *Surface and Interface Analysis* 47, 2015, pp. 331-339.

3 Malay Kumar Das, Ekachai Srikaen, **Adisak Thueploy**, Sarintorn Limpanart, Yuttanat Boonyongmaneerat, Jiaqian Qin. "Effect of Saccharin Sodium on the Microstructure and Hardness of Electrodeposited Ni-W Coatings", Key Engineering Materials, 2015, Vol. 659, pp. 535-539.

4 Yutthana Kaewtabut, Wansika Sirimongkol, **Adisak Thueploy**, Siriphan Nilpairach "Utilization of Rice Husk Ash and Waste Sludge from Cutting Glass Manufacturing with Angthong Pottery", Key Engineering Materials, Vol. 608, pp. 103-107, 2014

ผลงานวิจัยที่นำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

Nadtinan Promphet, Ratthapol Rangkupan, Poomrat Rattanarat, **Adisak Thueploy**, Nadnudda Rodthongkum, Orawon Chailapakul. Electrospun graphene/polyaniline modified carbon electrode for heavy metal detection. *Pure and Applied Chemistry International Conference*. 8-10 January, 2014. Thailand.