

วส/กฟ

๒๖ ๖๗

เอกสารผลงานที่เสนอขอประเมินเพื่อแต่งตั้งให้
ดำรงตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ ๖ว

การศึกษาเปรียบเทียบวิธีหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบน
ลวดเหล็ก โดยวิธีการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ
ส่องกราด กับวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์

โดย

นายคณัย กิจชัยนุกูล

ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานเทคโนโลยีผลิตภัณฑ์ 2

กองฟิสิกส์และวิศวกรรม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

วิธีหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ ตาม มอก. 71-2532 เป็นวิธีหาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบด้วยการชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบ ก่อน และหลังจากจุ่มชิ้นทดสอบลงในกรดเข้มข้น เพื่อละลายสังกะสีที่เคลือบออกไป การทดสอบทำได้โดยการตัดชิ้นทดสอบให้มีความยาวประมาณ 300 มม. ทำความสะอาด แล้วเช็ดให้แห้ง ชั่งน้ำหนักเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ นำไปจุ่มในกรดเข้มข้น ซึ่งมีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ผสมอยู่ จนกระทั่งสังกะสีถูกละลายออกไปจนหมด ล้างให้สะอาดแล้วเช็ดให้แห้ง ชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบอีกครั้ง น้ำหนักของชิ้นทดสอบที่หายไป คือ น้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนชิ้นทดสอบนั้น จากนั้นจึงหาเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของลวดเหล็ก น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนและหลังจุ่มในสารละลายกรด และความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของลวดเหล็ก จะถูกนำไปแทนค่าในสมการตามที มอก. กำหนด (สมการที่ (1) หน้า 1) เพื่อคำนวณหาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก มีหน่วยเป็นกรัมต่อตารางเมตร

น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก สามารถคำนวณจากความหนาของสังกะสีที่เคลือบบนลวดนั้นได้ วิธีหาความหนาของสังกะสีที่เคลือบจากภาพภาคตัดขวางของตัวอย่าง เป็นวิธีหนึ่งที่ทำให้ผลถูกต้อง แม่นยำ และเป็นที่ยอมรับโดยทั่วไป หลักการคือ ตัดตัวอย่างตามขวาง (Cross section) เตรียมตัวอย่างด้วยวิธีที่เหมาะสม แล้ววัดความหนาของสังกะสีที่เคลือบจากภาพภาคตัดขวางด้วยกล้องจุลทรรศน์ ที่มีสเกลซึ่งได้รับการสอบเทียบแล้ว

การทดลองในรายงานฉบับนี้ ได้หาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก จำนวน 3 ตัวอย่าง ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ แล้วนำตัวอย่างทั้งสามไปวัดความหนาของสังกะสีที่เคลือบ จากภาพภาคตัดขวางของตัวอย่าง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope , SEM) เพื่อคำนวณเป็นน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบ จากนั้นจึงนำผลที่ได้จากทั้งสองวิธีมาเปรียบเทียบกัน

ผลการทดลองที่ได้ สรุปได้ว่า การหาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ จะมีค่ามากกว่าการหาโดยวิธีการใช้ SEM อย่างไรก็ตาม วิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ยังคงเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก เพราะเสียเวลาและค่าใช้จ่ายในการทดสอบน้อยกว่า ขั้นตอน และความยุ่งยากในการทดสอบน้อยกว่า และค่าที่หาได้นั้น ได้มาจากการหาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนชิ้นทดสอบทั้งชิ้น ในขณะที่วิธีการใช้ SEM นั้น ค่าน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ได้มาจากการวัดความหนาผิวเคลือบเฉพาะแห่ง ดังนั้น ถ้าตัวอย่างมีความหนาผิวเคลือบไม่สม่ำเสมอ โอกาสผิดพลาดในการทดสอบเนื่องจากการสุ่มตัวอย่างจะมีสูง

สารบัญ

		หน้า
บทคัดย่อ		i
สารบัญตาราง		iv
สารบัญรูปภาพ		v
บทที่ 1	บทนำ	1
	1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง	1
	1.2 วัตถุประสงค์	2
	1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
	1.4 ระยะเวลาดำเนินการ	2
บทที่ 2	ทฤษฎี	3
บทที่ 3	วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ	5
	3.1 รายละเอียดตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง	5
	3.2 วัสดุ	5
	3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือ	5
	3.4 สารเคมี	5
	3.5 ขั้นตอนดำเนินการทดลอง	6
	3.6 วิธีทดลอง	6
	3.6.1 นำหน้าหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์	6
	3.6.2 นำหน้าหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีใช้ SEM	7
บทที่ 4	ผลการทดลอง และการคำนวณ	9
	4.1 ผลการทดลอง	9
	4.1.1 การนำหน้าหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์	9
	4.1.2 การนำหน้าหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีใช้ SEM	10
	4.2 การคำนวณ	13
	4.2.1 นำหน้าหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์	13
	4.2.2 คำนวณน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก โดยใช้วิธี SEM	14
บทที่ 5	วิจารณ์ และสรุปผลการทดลอง	15
	5.1 วิจารณ์ผลการทดลอง	15

เลขหมู่ ๖๗ กฟ
๖๖ ๖๔
เลขทะเบียน 11258
วันที่ 9 / 10 / 46 1

ด้วยอำนาจ
จาก
อ.ผอ. ก่อตั้งหอ
.....

5.2 สรุปผลการทดลอง	16
กิตติกรรมประกาศ	17
บรรณานุกรม	
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก.	20
การทำเรือนแบบร้อน (Hot mounting)	20
การทำเรือนแบบเย็น (Cold mounting)	20
การขัดระนาบและขัดละเอียด (Grinding)	20
การขัดระนาบ (Plane Grinding , PG)	21
การขัดละเอียด (Fine Grinding , FG)	21
การขัดมัน (Polishing)	21
ภาคผนวก ข.	22
ที่มาของสมการที่ (1)	22
ที่มาของสมการที่ (2)	24

สารบัญตาราง

ตารางที่ 1	ผลการวัดความหนาแน่นของสังกะสีที่เคลือบเหล็ก ตัวอย่างที่ 1 จากภาพภาคตัดขวาง ภาพที่ 1	10
ตารางที่ 2	ผลการวัดความหนาแน่นของสังกะสีที่เคลือบเหล็ก ตัวอย่างที่ 2 จากภาพภาคตัดขวาง ภาพที่ 2	11
ตารางที่ 3	ผลการวัดความหนาแน่นของสังกะสีที่เคลือบเหล็ก ตัวอย่างที่ 3 จากภาพภาคตัดขวาง ภาพที่ 3	12
ตารางที่ 4	แสดงผลการคำนวณน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์	13
ตารางที่ 5	แสดงเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดของวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์เทียบกับวิธีใช้ SEM	14

สารบัญรูปภาพ

ภาพที่ 1	ภาพภาคตัดขวางตัวอย่างที่ 1 จาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า	10
ภาพที่ 2	ภาพภาคตัดขวางตัวอย่างที่ 2 จาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า	11
ภาพที่ 3	ภาพภาคตัดขวางตัวอย่างที่ 3 จาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า	12

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง

ในแต่ละปี กองฟิสิกส์และวิศวกรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ ได้ทดสอบหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนตัวอย่างสวดเหล็กชนิดต่าง ๆ เป็นจำนวนมาก โดยใช้วิธีทดสอบตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก. 71-2532 เป็นหลัก และน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบ หาได้โดยการคำนวณจากสมการตามที่ มอก. กำหนด สมการที่ (1)¹

$$A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1960 \dots\dots\dots(1) \cdot$$

- เมื่อ A คือ น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ เป็น กรัมต่อตารางเมตร
W₁ คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนจุ่มในสารละลาย เป็น กรัม
W₂ คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังจุ่มในสารละลาย เป็น กรัม
d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นทดสอบหลังจากจุ่มในสารละลาย เป็นมิลลิเมตร

1960 คือ ตัวคงที่, (กรัมต่อตารางเมตร)*มิลลิเมตร⁻¹

แต่เนื่องจากวิธีหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ ตามที่มาตรฐานกำหนดนั้น จะต้องหาน้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนทดสอบ และน้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังจากละลายชั้นของสังกะสีที่เคลือบออกจนหมดด้วยสารละลายกรดเข้มข้น วัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางชิ้นทดสอบหลังจากจุ่มในสารละลายกรด แล้วนำน้ำหนักที่หายไปมาใช้เป็นหลักในการคำนวณ ซึ่งขั้นตอนการละลายสังกะสีที่เคลือบนี้ เป็นขั้นตอนที่นับว่ามีความสำคัญที่สุดต่อผลการทดสอบที่ได้ว่าจะมีความถูกต้อง แม่นยำ หรือจะเกิดความผิดพลาดคลาดเคลื่อนเล็กน้อยเพียงใด เพราะการนำชิ้นทดสอบขึ้นจากสารละลายกรดเร็วเกินไป ในขณะที่ชั้นสังกะสีที่เคลือบยังถูกลอกออกไปไม่หมด ผลการทดสอบที่คำนวณได้จะน้อยกว่าค่าที่ถูกต้องเป็นจริง แต่ถ้านำชิ้นทดสอบขึ้นจากสารละลายกรดช้าเกินไป เหล็กบางส่วนก็จะถูกละลายออกไปด้วย น้ำหนักชิ้นทดสอบหลังจากจุ่มในสารละลายกรดก็จะน้อยกว่าที่ควร ส่งผลให้ผลทดสอบที่ได้นั้นมากกว่าค่าที่ถูกต้องเป็นจริง และในทางปฏิบัติการที่จะสังเกตว่าปฏิกิริยาถึงจุดยุติเมื่อไรนั้น ก็กระทำยากค่อนข้างยาก และถึงแม้จะสามารถบอกจุดยุติของปฏิกิริยาได้ถูกต้องแม่นยำ ระยะเวลาที่ต้องใช้ในการนำชิ้นทดสอบขึ้นจากสารละลายกรดเข้มข้นแล้วนำไปล้าง ก็ยังมีส่วนทำให้ผลการทดสอบเกิดความผิดพลาดเพิ่มขึ้นได้อีก ดังนั้น

¹ ที่มาของสมการ ดูในภาคผนวก ข หน้า 22

จึงเกิดปัญหาคือ ผลการทดสอบที่ได้นั้นจะมีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือเพียงใด และผู้ที่ทำการทดสอบมีความสามารถ หรือความชำนาญในการทดสอบนั้นมากน้อยเพียงใด ด้วยเหตุนี้ จึงทำให้ผู้ทดลองเกิดความสนใจ และพยายามค้นคว้าศึกษาทดลอง เพื่อหาคำตอบให้กับปัญหาต่าง ๆ เหล่านี้

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อตรวจสอบความแม่นยำของวิธีหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ตาม มอก. 71-2532 ซึ่งใช้อยู่ในปัจจุบัน โดยเทียบกับวิธีใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM).

1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ

ผลที่ได้จากการทดลองในครั้งนี้ จะทำให้ทราบว่า วิธีหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็กด้วยวิธีแอนติโมนี(III)คลอไรด์ตาม มอก. 71-2532 มีความถูกต้อง หรือความผิดพลาด (error) มากน้อยเพียงใด ซึ่งจะช่วยให้ผู้ทดสอบนำผลที่ได้ไปใช้ในการพิจารณา ปรับปรุงและพัฒนาเทคนิควิธีวิเคราะห์ทดสอบให้ดียิ่งขึ้น เพื่อหาทางลดความผิดพลาดที่เกิดขึ้นให้เหลือน้อยที่สุดเท่าที่จะทำได้ และคาดว่า ผู้ที่ได้ศึกษารายงานการทดลองฉบับนี้ ยังอาจนำวิธีการทดลองนี้ไปประยุกต์ใช้เป็นแนวทางในการตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทดสอบอื่น ๆ ต่อไป

1.4 ระยะเวลาดำเนินการ

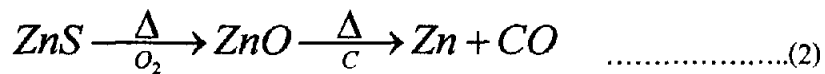
3 เม.ย. 2541 – 17 เม.ย. 2541	หาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็กด้วยวิธีตาม มอก. 71-2532
31 ส.ค. 2542 – 24 ก.ย. 2542	หาความหนาของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ด้วยวิธีใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แล้วคำนวณเป็นน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบ

บทที่ 2

ทฤษฎี

สังกะสี (Zinc) เป็นธาตุลำดับที่ 30 ตามตารางธาตุ (Periodic table) มีมวลอะตอม 65.37 จัดอยู่ในหมู่ IIB ของกลุ่มธาตุทรานซิชัน (Transition elements) เป็นของแข็งสีเทา ที่อุณหภูมิห้อง มีจุดหลอมเหลว 419.5 °C จุดเดือด 906 °C และความหนาแน่น 7.14 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ในธรรมชาติ สังกะสีที่เกิดขึ้น มักอยู่ในรูปแร่ซัลไฟด์ เช่น ซิงค์เบลนด์ (Zinc blend, ZnS) สามารถนำมาแยกให้เป็นโลหะบริสุทธิ์ได้ โดยการเผาในอากาศให้ได้ออกไซด์ แล้วรีดิวซ์ด้วยคาร์บอน



สังกะสีจัดเป็นธาตุที่ค่อนข้างเฉื่อยต่อปฏิกิริยา เพราะปกติจะมีชั้นออกไซด์บางๆ เคลือบผิวอยู่ ชั้นของออกไซด์นี้ จะช่วยป้องกันสังกะสีที่อยู่ในชั้นลึกลงไปไม่ให้เกิดปฏิกิริยาต่อไปอีก เช่นเดียวกับโครเมียม และนิกเกิล ส่วนเหล็กไม่มีคุณสมบัติเช่นนี้ เพราะ เมื่อเหล็กทำปฏิกิริยากับออกซิเจนและความชื้นในอากาศ จะเกิด Hydrate oxide ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) ซึ่งจะเร่งปฏิกิริยามากขึ้น เกิดเป็นสารสีน้ำตาลแดงที่เรียกกันว่า สนิมเหล็ก ชั้นของสนิมเหล็กนี้ จะแตกและหลุดออกจากผิวเหล็กได้ง่าย ทำให้ชั้นเหล็กที่อยู่ลึกลงไปสามารถเกิดปฏิกิริยาต่อไปเรื่อยๆ ผลก็คือเหล็กจะผุกร่อนไปอย่างรวดเร็ว นับเป็นผลเสียต่อการใช้งานเป็นอย่างมาก ด้วยเหตุนี้ จึงได้เกิดการนำสารหรือธาตุต่างๆ มาเคลือบบนผิวเหล็กก่อนนำไปใช้งาน เพื่อป้องกันไม่ให้ชั้นเหล็กสัมผัสกับออกซิเจน และความชื้นในอากาศ ช่วยยืดอายุการใช้งานของเหล็กนั้นได้

กระบวนการเคลือบผิวหรือฉาบผิวเหล็ก หรือเหล็กกล้า (steel) ด้วยโลหะสังกะสี เพื่อป้องกันการขึ้นสนิมของเหล็กหรือเหล็กกล้า เรียกว่า กัลวาไนซิง (galvanizing) ทำได้โดยการหลอมสังกะสีด้วยความร้อน แล้วผ่านเหล็กหรือเหล็กกล้าซึ่งทำความสะอาดผิวอย่างดีแล้ว ไปยังสังกะสีที่หลอมเหลว เพื่อให้สังกะสีเกาะเคลือบบนผิวเหล็ก

ลวดเหล็กเคลือบสังกะสี (galvanized steel wire) เป็นผลิตภัณฑ์ที่ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในชีวิตประจำวันของบุคคลโดยทั่ว ๆ ไปอย่างกว้างขวาง เพราะสิ่งของ เครื่องใช้หลายอย่าง มักจะมีลวดเหล็กเคลือบสังกะสีเป็นส่วนประกอบอยู่ด้วย คุณภาพของลวดเหล็กเคลือบสังกะสีจึงเป็นสิ่งสำคัญที่ผู้ใช้ต้องคำนึงถึง การนำลวดเหล็กเคลือบสังกะสีมาใช้งานแต่ละประเภท อาจต้องเลือกใช้ลวดซึ่งมีคุณสมบัติบางประการแตกต่างกันไปบ้างตามความเหมาะสมกับงานนั้น ๆ ตัวอย่างเช่น งานที่ต้องนำลวดมาทำเป็นโครงร่างต่าง ๆ ซึ่งต้องการความแข็งแรง สำหรับรับน้ำหนัก

หรือแรงกด แรงกระแทกต่าง ๆ ก็จำเป็นต้องเลือกใช้วัสดุซึ่งมีขนาดใหญ่ มีความแข็งแรง การต้านแรงดึงสูง ส่วนงานประเภทที่ใช้วัสดุสำหรับผูกหรือยึดสิ่งของเล็ก ๆ น้อย ๆ หรืองานที่ไม่ต้องใช้วัสดุเป็นตัวรับแรงต่าง ๆ มากนัก ก็จะต้องเลือกใช้วัสดุที่สามารถดัดงอให้เป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้ง่าย ไม่แข็งมาก เพื่อความสะดวกในการใช้งาน มีขนาดเล็ก และไม่จำเป็นต้องมีค่าการต้านแรงดึงสูงมากนัก แต่มีคุณสมบัติของลวดประการหนึ่ง ซึ่งงานทุกประเภทต้องการเหมือนกัน นั่นคืออายุการใช้งานที่ยาวนาน และสิ่งที่เป็นตัวบ่งบอกถึงอายุการใช้งานของลวดนั้น ก็คือ ชั้นผิวเคลือบสังกะสีบนเหล็ก ซึ่งเป็นตัวป้องกันเหล็กไม่ให้เกิดสนิมได้โดยง่าย เพราะคราบเทาที่ชั้นผิวเคลือบสังกะสียังคงมีสภาพดี ไม่หลุดลอกหรือปริแตก ก็จะไม่มีความชื้นหรือออกซิเจนในอากาศเข้าไปสัมผัสและทำปฏิกิริยากับเนื้อเหล็ก ชั้นของผิวเคลือบสังกะสีที่สามารถป้องกันการเกิดสนิมของเหล็กได้คือนั้น จะต้องมีปริมาณสังกะสีมากพอสมควร มีความสม่ำเสมอตลอดความยาวลวดทั้งเส้น และต้องเกาะติดแน่นกับเนื้อเหล็ก ไม่แตกหรือหลุดลอกง่าย ปริมาณสังกะสีที่เคลือบนี้ มักจะวัดออกมาในรูปของน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบต่อพื้นที่ผิวของชั้นเหล็ก มีหน่วยเป็นกรัมต่อตารางเมตร

จากการศึกษาจากเอกสารต่าง ๆ พบว่า น้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก จะมีความสัมพันธ์กับความหนาของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็กนั้น หากทราบค่าใดค่าหนึ่ง ก็จะสามารคลำานหาอีกค่าหนึ่งได้ จากสมการ (3)²

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ} = \frac{\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบต่อพื้นที่} \times (141 \times 10^{-3})}{(\text{กรัมต่อตารางเมตร}) (\text{ไมโครเมตร} \times \text{ตารางเมตร} \times \text{กรัม}^2)} \quad (3)$$

ความหนาของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก มีวิธีทดสอบได้หลายวิธี แต่ละวิธีจะให้ผลการทดสอบที่ถูกต้อง แม่นยำแตกต่างกันไป แต่วิธีใช้กล้องจุลทรรศน์ (Microscopical Method) นั้น เป็นวิธีที่ยอมรับกันโดยทั่วไปว่า ให้ผลการทดสอบที่ถูกต้อง แม่นยำ และในกรณีที่ผลการทดสอบที่ได้จากแต่ละวิธีเกิดความขัดแย้งกัน ก็มักจะใช้ผลที่ได้จากวิธีใช้กล้องจุลทรรศน์เป็นเกณฑ์ในการตัดสินใจความขัดแย้งที่เกิดขึ้น

วิธีใช้กล้องจุลทรรศน์ เป็นวิธีการวัดความหนาเฉพาะแห่ง (local thickness) ของผิวชุบเคลือบโลหะ โลหะออกไซด์ และพอร์ซเลน หรือสารเคลือบวิเทรียส โดยการตรวจสอบภาคตัดขวางด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบมีแสง (Optical Microscope) หรือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) หลักการคือ ตัดส่วนหนึ่งของตัวอย่าง หล่อด้วยเรซิน เตรียมภาคตัดขวางด้วยเทคนิคการขัด การขัดมัน และการกัดขึ้นรอยด้วยน้ำยากัดขึ้นรอยที่เหมาะสม แล้ววัดความหนาของผิวเคลือบตามภาคตัดขวาง ด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่มีผลซึ่งได้รับการสอบเทียบแล้ว

² ที่มาของสมการดูในภาคผนวก ข หน้า 24

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือและวิธีดำเนินการ

3.1 รายละเอียดตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 ตัวอย่างที่ 1 เป็นลวดเหล็กเคลือบสังกะสี ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.2 มม. ยาวประมาณ 4 เมตร จำนวน 1 ชุด
- 3.1.2 ตัวอย่างที่ 2 เป็นลวดเหล็กเคลือบสังกะสี ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.7 มม. ยาวประมาณ 3.5 เมตร จำนวน 1 ชุด
- 3.1.3 ตัวอย่างที่ 3 เป็นลวดเหล็กเคลือบสังกะสี ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.7 มม. ยาวประมาณ 3.5 เมตร จำนวน 1 ชุด

3.2 วัสดุ

- 3.2.1 ฟิล์มขาวดำ Kodak Professional T400CN 120
- 3.2.2 เรซิน ชนิด BAKELIT S
- 3.2.3 กระดาษทรายชนิด SiC-paper #320 , #500 และ #1000
- 3.2.4 ผ้าสักกะหลาด และผงขัดเพชร 3 μm

3.3 อุปกรณ์ และเครื่องมือ

- 3.3.1 เครื่องตัดตัวอย่าง รุ่น CUTO 10 บริษัท Jean Wirtz GmbH & Co.
- 3.3.2 เครื่องอัดตัวอย่าง รุ่น HYDROPRESS A บริษัท Jean Wirtz GmbH & Co.
- 3.3.3 เครื่องขัดตัวอย่าง รุ่น TF 250 บริษัท Jean Wirtz GmbH & Co.
- 3.3.4 เครื่องเคลื่อนผิวตัวอย่าง รุ่น JFC-110 บริษัท Jeol Ltd.
- 3.3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM) รุ่น JSM-T330A บริษัท Jeol Ltd.
- 3.3.6 กล้องถ่ายรูป MAMIYA รุ่น T220-CSII บริษัท Jeol Ltd.
- 3.3.7 เครื่องชั่งไฟฟ้า Sartorius ความละเอียด 0.0001 กรัม รุ่น A 200 S Scientific Promotion Co., Ltd.
- 3.3.8 บีกเกอร์ (Beaker) และแท่งแก้วคน
- 3.3.9 กระบอกตวง และปิเปต
- 3.3.10 คีมคีบตัวอย่าง

3.4 สารเคมี

- 3.4.1 มกเนเซียมออกไซด์ (MgO)
- 3.4.2 คลอโรฟอร์ม (CCl₄)

- 3.4.3 เอทิลแอลกอฮอล์ (C_2H_5OH) ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 95
- 3.4.4 กรดไฮโดรคลอริก (HCl conc.) เข้มข้นร้อยละ 36
- 3.4.5 กรดไนตริก (HNO_3 conc.) เข้มข้นร้อยละ 65
- 3.4.6 อะซิโตน (CH_3COCH_3)
- 3.4.7 แอนติโมนีไตรคลอไรด์ ($SbCl_3$)

3.5 ขั้นตอนดำเนินการทดลอง

- 3.5.1 ศึกษาข้อมูลทางวิชาการจากเอกสารอ้างอิง
- 3.5.2 กำหนดขั้นตอนการทดลอง
- 3.5.3 หาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ตัวอย่างที่ 1-3 ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ ตาม มอก. 71-2532
- 3.5.4 หาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ตัวอย่างที่ 1-3 ด้วย SEM
- 3.5.5 วิเคราะห์ และสรุปผลการทดลอง

3.6 วิธีทดลอง

- 3.6.1 หาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์
 - 3.6.1.1 ตัดตัวอย่างเป็นชิ้นทดสอบ ยาวชิ้นละ 300 มม. ตัวอย่างละ 3 ชิ้น
 - 3.6.1.2 เตรียมสารละลาย โดยผสมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 100 มล. กับแอนติโมนีไตรคลอไรด์ ($SbCl_3$) 3.2 กรัม
 - 3.6.1.3 ล้างชิ้นทดสอบด้วยคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (CCl_4)
 - 3.6.1.4 ภูชิ้นทดสอบเบา ๆ ด้วยมีกเนเซียมออกไซด์ (MgO) ล้างชิ้นทดสอบด้วยน้ำไหล แล้วนำไปล้างด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ เช็ดให้แห้ง
 - 3.6.1.5 ชั่งชิ้นทดสอบ ให้ละเอียดถึง 0.01 กรัม บันทึกผลเป็นน้ำหนักชิ้นทดสอบก่อนจุ่มในสารละลาย (W_1)
 - 3.6.1.6 นำสารละลายในข้อ 2. จำนวน 15 มล. ผสมกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 300 มล. (เตรียมทันทีก่อนการทดสอบ)
 - 3.6.1.7 จุ่มชิ้นทดสอบลงในสารละลาย ข้อ 6. โดยให้ชิ้นทดสอบจมอยู่ใต้สารละลายทั้งชิ้น เมื่อเกิดปฏิกิริยาให้ก๊าซไฮโดรเจนน้อยลงและผิวเคลือบของชิ้นทดสอบหายไป นำชิ้นทดสอบล้างน้ำทันที เช็ดให้แห้ง
 - 3.6.1.8 ชั่งชิ้นทดสอบ บันทึกผลเป็นน้ำหนักชิ้นทดสอบหลังจุ่มในสารละลาย (W_2)

- 3.6.1.9 ใช้เวอร์เนียสแคลิเปอร์ ความละเอียด ± 0.01 มม. วัดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นทดสอบ สองแห่งที่ห่างกันในลักษณะได้ฉากกัน แล้วหาค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (d เฉลี่ย)
- 3.6.1.10 นำค่า W_1 , W_2 และ d เฉลี่ย ไปคำนวณหาหน้าหนักสังกะสีที่เคลือบจากสมการที่ (1)

3.6.2 หาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีใช้ SEM

- 3.6.2.1 ตัดตัวอย่างลวด ขาวประมาณ 10 มม. ด้วยเครื่องตัดตัวอย่าง โดยให้ระนาบในการตัด ตั้งฉากกับชั้นผิวเคลือบของตัวอย่าง
- 3.6.2.2 ผึ่งตัวอย่างในเรซิน โดยใช้เทคนิค การทำเรซินแบบร้อน* (Hot mounting) ด้วย เครื่อง HYDROPRESS A
- 3.6.2.3 ขัดชิ้นงานที่ได้จากข้อ 2. ด้วยเครื่องขัด โดยใช้กระดาษทราย เบอร์ 320, 500 และ 1000 ตามลำดับ แล้วขัดมันด้วยผ้าสักกะหลาด และผงขัดเพชร ความละเอียด 3 ไมโครเมตร
- 3.6.2.4 กัดชิ้นรอย (etching) ด้วยสารละลาย HNO_3 conc. : H_2O อัตราส่วน 1:1 เป็นเวลา 5-10 วินาที ล้างด้วยน้ำกลั่น เช็ดให้แห้ง
- 3.6.2.5 เช็ดผิวชิ้นงานให้สะอาดด้วยอะซิโตน หลังจากขั้นตอนนี้ จะต้องไม่สัมผัสกับผิว ชิ้นงานด้วยมือเปล่า
- 3.6.2.6 นำชิ้นงานไปเคลือบด้วยทอง เพื่อให้หน้าไฟฟ้าได้ดี โดยใช้เครื่องเคลือบตัวอย่าง
- 3.6.2.7 นำชิ้นงานวางในส่วนยึดตัวอย่าง (Specimen Holder) แล้วใส่ในคอลัมน์ของเครื่อง SEM เปิดเครื่องทิ้งไว้ จนกระทั่งความดันในคอลัมน์ลดลงถึง 2.5×10^{-5} mbar หรือต่ำกว่า จึงเริ่มใช้งาน
- 3.6.2.8 ตั้ง Accelerating voltage ไปที่ 20 kV กระแส 0.4 mA กำลังขยาย 1,000 เท่า ปรับภาพให้ชัดเจน ตรวจสอบภาคตัดขวางผิวเคลือบของตัวอย่าง แล้วบันทึกภาพ ภาคตัดขวางผิวเคลือบด้วยกล้องถ่ายภาพ
- 3.6.2.9 ล้างฟิล์มและอัดภาพ
- 3.6.2.10 นำภาพที่ได้มาวัดความยาวของสเกล (เส้นสีขาว เหนือข้อความ "10 mm") ด้วยไม้บรรทัดเหล็ก ความละเอียด ± 0.5 มม. แล้ววัดความหนาผิวเคลือบจากภาพภาคตัดขวางของแต่ละตัวอย่าง ตัวอย่างละ 5 ตำแหน่ง โดยที่แต่ละตำแหน่ง จะต้องวัด ให้ตั้งฉากกับระนาบของชั้นเหล็ก
- 3.6.2.11 นำความหนาผิวเคลือบที่วัดได้จากภาพ (หน่วยเป็น มม.) คำนวณเป็นความหนาจริง (หน่วยเป็น ไมโครเมตร) โดยเทียบกับความยาวของสเกลที่วัดได้จากภาพ ซึ่งมี ความยาวจริงเท่ากับ 10 ไมโครเมตร แล้วคำนวณหาค่าความหนาผิวเคลือบเฉลี่ย (หน่วยเป็น ไมโครเมตร)

* ดูรายละเอียดในภาคผนวก

3.6.2.12 นำค่าความหนาแน่นของสารที่เคลือบเฉลี่ย มาคำนวณหาหน้าหนักของสารที่เคลือบ จาก
ความสัมพันธ์ในสมการที่ (3)

บทที่ 4

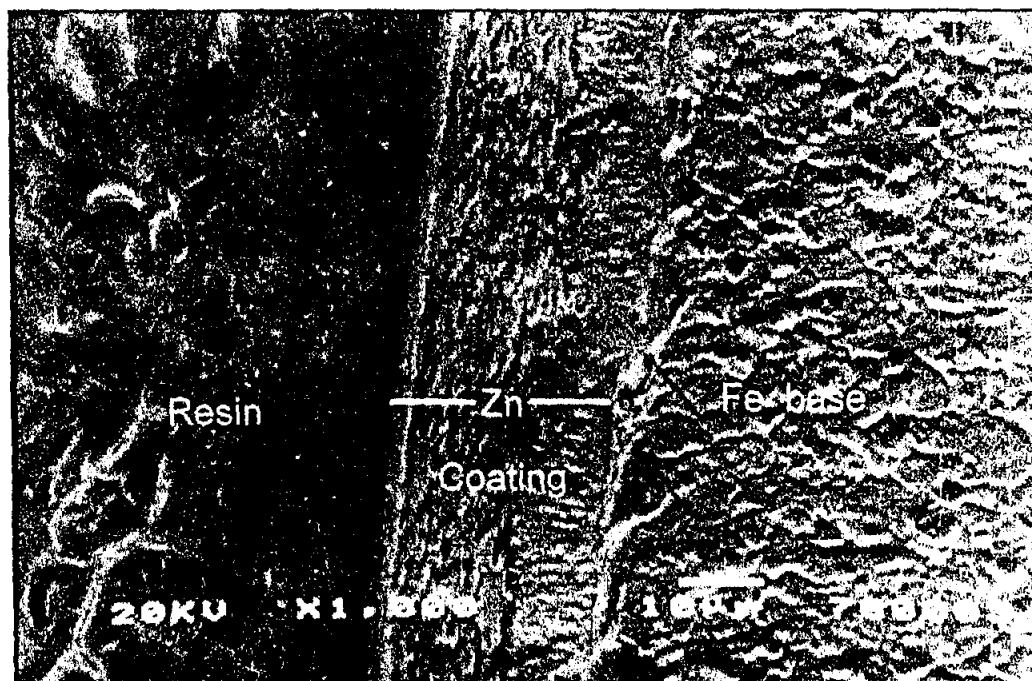
ผลการทดลอง และการคำนวณ

4.1 ผลการทดลอง

4.1.1 การหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ ได้ผลดังนี้

ตัวอย่างที่	ชั้นที่	น้ำหนักชิ้นทดสอบ , กรัม		ความยาวเส้นผ่านศูนย์กลาง (d) , มม.	
		ก่อนจุ่มในสารละลาย (W_1)	หลังจุ่มในสารละลาย (W_2)	เส้นที่ 1	เส้นที่ 2
1	1	9.1208	8.5928	2.15	2.15
	2	9.1226	8.6515	2.15	2.15
	3	9.1828	8.6899	2.16	2.15
2	1	13.7779	12.9288	2.63	2.63
	2	13.6905	12.8938	2.64	2.63
	3	13.7986	12.9679	2.63	2.63
3	1	13.8051	12.9876	2.63	2.63
	2	13.8538	13.0436	2.64	2.64
	3	13.8424	13.0281	2.64	2.64

4.1.2 การหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีใช้ SEM



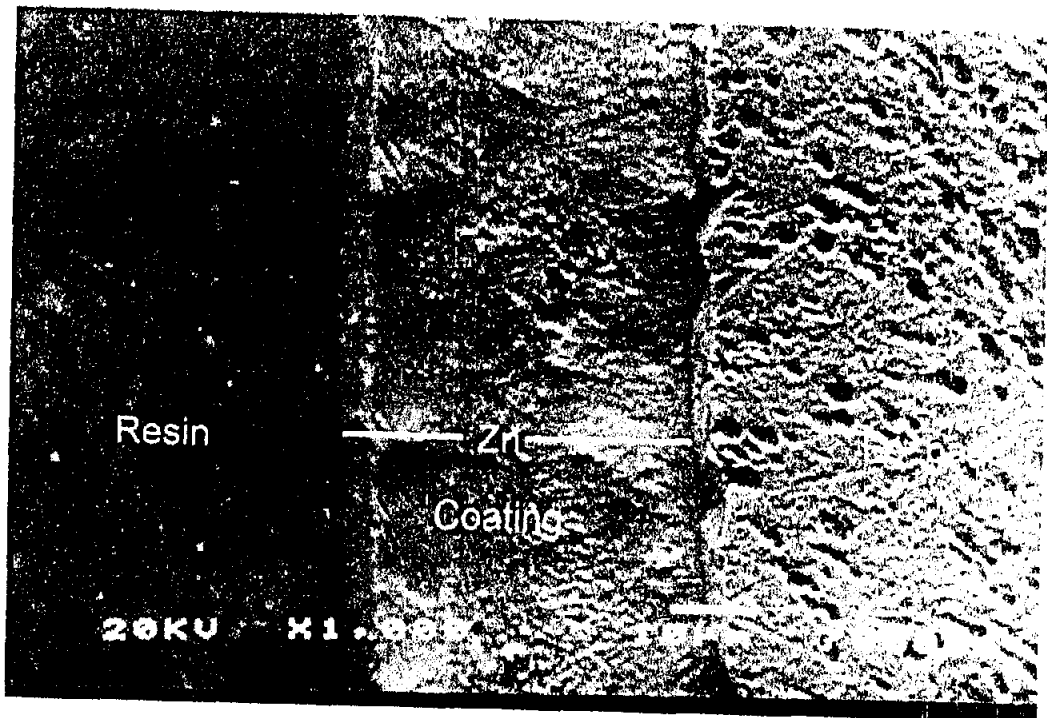
ภาพที่ 1 ภาพภาคตัดขวางตัวอย่างที่ 1 จาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

ความยาวสเกลในภาพ

11 มิลลิเมตร = 10 ไมโครเมตร

ความหนาสังกะสีที่เคลือบ ตัวอย่างที่ 1		
ตำแหน่งที่	วัดได้จากภาพ , มิลลิเมตร	ความหนาจริง , ไมโครเมตร
1	31.5	28.6
2	32.5	29.5
3	32.5	29.5
4	31.5	28.6
5	31.5	28.6
เฉลี่ย	31.9	<u>29.0</u>

ตารางที่ 1 ผลการวัดความหนาสังกะสีที่เคลือบเฉลี่ย ตัวอย่างที่ 1 จากภาพภาคตัดขวาง ภาพที่ 1



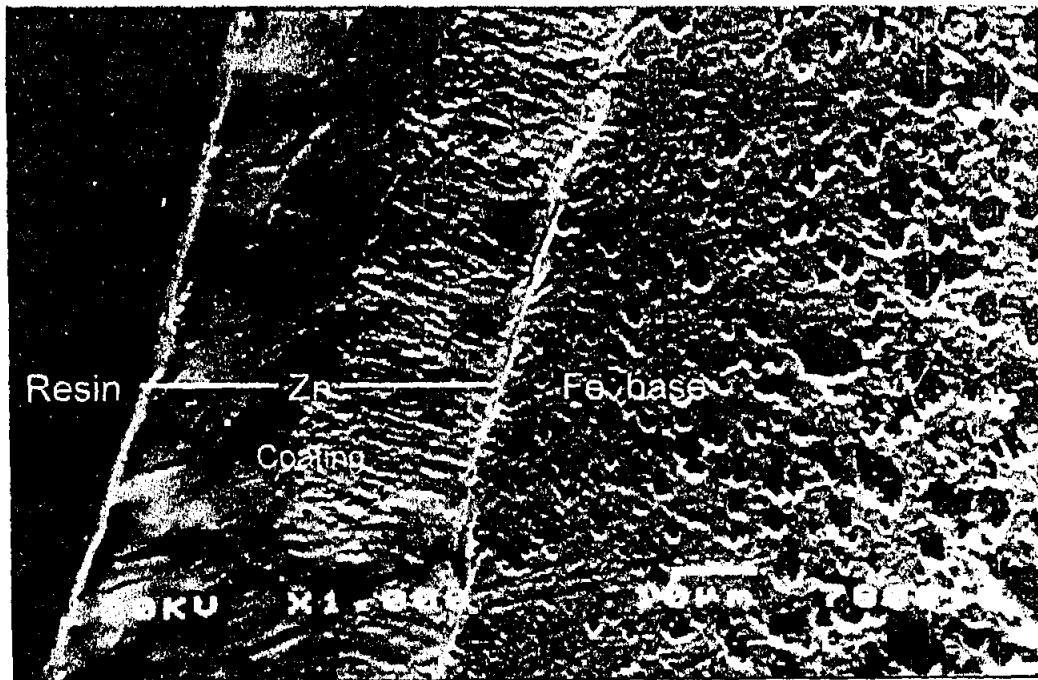
ภาพที่ 2 ภาพภาคตัดขวางตัวอย่างที่ 2 จาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

ความยาวสเกลรูปภาพ

11 มิลลิเมตร = 10 ไมโครเมตร

ความหนาสังกะสีที่เคลือบ ตัวอย่างที่ 2		
ตำแหน่งที่	วัดได้จากภาพ , มิลลิเมตร	ความหนาจริง , ไมโครเมตร
1	47.5	43.2
2	48.0	43.6
3	47.5	43.2
4	47.5	43.2
5	47.5	43.2
เฉลี่ย	47.6	43.3

ตารางที่ 2 ผลการวัดความหนาสังกะสีที่เคลือบเฉลี่ย ตัวอย่างที่ 2 จากภาพภาคตัดขวาง ภาพที่ 2



ภาพที่ 3 ภาคตัดขวางตัวอย่างที่ 3 จาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

ความยาวสเกลในภาพ

11 มิลลิเมตร = 10 ไมครอน

ความหนาสังกะสีที่เคลือบ ตัวอย่างที่ 3		
ตำแหน่งที่	วัดได้จากภาพ , มิลลิเมตร	ความหนาจริง , ไมครอน
1	46.5	42.3
2	46.5	42.3
3	46.0	41.8
4	45.5	41.4
5	46.5	42.3
เฉลี่ย	46.2	<u>42.0</u>

ตารางที่ 3 ผลการวัดความหนาสังกะสีที่เคลือบเฉลี่ย ตัวอย่างที่ 3 จากภาพภาคตัดขวาง ภาพที่ 3

4.2 การคำนวณ

4.2.1 น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์

จากผลการหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ ด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ นำค่าน้ำหนักของชั้นทดสอบก่อนจุ่ม (W_1) , หลังจุ่ม (W_2) ในสารละลาย และความยาวเส้นผ่านศูนย์กลาง (d) เฉลี่ย มาคำนวณหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ โดยแทนค่าต่าง ๆ ลงในสมการ (1)

$$A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1960$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ เป็น กรัมต่อตารางเมตร
 W_1 คือ น้ำหนักของชั้นทดสอบก่อนจุ่มในสารละลาย เป็น กรัม
 W_2 คือ น้ำหนักของชั้นทดสอบหลังจุ่มในสารละลาย เป็น กรัม
 d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของชั้นทดสอบหลังจากจุ่มในสารละลาย เป็นมิลลิเมตร

1960 คือ ตัวคงที่ , (กรัมต่อตารางเมตร)*มิลลิเมตร¹

คำนวณหาค่าน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบเฉลี่ย (X) , พิสัย (Range) และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation ; S.D.) ได้ผลตามตารางที่ 4

ตัวอย่าง ที่	ชั้นที่	W1 กรัม	W2 กรัม	d เฉลี่ย มม.	น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ , กรัมต่อตารางเมตร		พิสัย	S.D.
					แต่ละชั้น (Xi)	เฉลี่ย (X)		
1	1	9.1208	8.5928	2.15	259	243	30	12.39
	2	9.1226	8.6515	2.15	229			
	3	9.1828	8.6899	2.16	240			
2	1	13.7779	12.9288	2.63	339	330	19	7.76
	2	13.6905	12.8938	2.64	320			
	3	13.7986	12.9679	2.63	330			
3	1	13.8051	12.9876	2.63	324	323	3	1.25
	2	13.8538	13.0436	2.64	321			
	3	13.8424	13.0281	2.64	323			

ตารางที่ 4 แสดงผลการคำนวณน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์

4.2.2 จำนวนน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก โดยวิธีใช้ SEM

จากตารางที่ 1-3 ความหนาเฉลี่ยของสังกะสีที่เคลือบตัวอย่างที่ 1-3 เท่ากับ 29.0, 43.3 และ 42.0 ไมโครเมตร ตามลำดับ สามารถคำนวณเป็นน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบได้จากความสัมพันธ์ ตามสมการที่ (3)

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ (ไมโครเมตร)} = \frac{\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบต่อพื้นที่ (กรัมต่อตารางเมตร)}}{141 \times 10^{-3} \text{ (ไมโครเมตร*ตารางเมตร*กรัม}^{-1}\text{)}}$$

$$\therefore \text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบตัวอย่างที่ 1} = \frac{29.0 \times 10^3}{141} = 206 \text{ กรัมต่อตารางเมตร}$$

$$\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบตัวอย่างที่ 2} = \frac{43.3 \times 10^3}{141} = 307 \text{ กรัมต่อตารางเมตร}$$

$$\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบตัวอย่างที่ 3} = \frac{42.0 \times 10^3}{141} = 298 \text{ กรัมต่อตารางเมตร}$$

4.2.3 เปรอ์เซ็นต์ความผิดพลาดของวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ เทียบกับวิธีใช้ SEM

$$\text{ความผิดพลาด \%} = \frac{|\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ (วิธีใช้ SEM - วิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์)}|}{\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ โดยวิธีใช้ SEM}} \times 100$$

ตัวอย่างที่	น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ , กรัมต่อตารางเมตร		ความผิดพลาด %
	โดยวิธีใช้ SEM	โดยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์	
1	206	243	18.0
2	307	330	7.5
3	298	323	8.4

ตารางที่ 5 แสดงเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดของวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ เทียบกับวิธีใช้ SEM

บทที่ 5

วิจารณ์ และสรุปผลการทดลอง

5.1 วิจารณ์ผลการทดลอง

5.1.1 จากตารางที่ 4 ตัวอย่างที่ 1 มีค่าน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบเฉลี่ย (Mean, \bar{X}) เท่ากับ 243 กรัมต่อตารางเมตร มีค่าพิสัย (Range) และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, S.D.) มากที่สุด เท่ากับ 30 และ 12.39 ตามลำดับ เนื่องจากชั้นทดสอบแต่ละชั้นมีปริมาณสังกะสีที่เคลือบแตกต่างกันมาก แสดงว่า ตัวอย่างที่ 1 มีการเคลือบผิวตัวอย่างไม่สม่ำเสมอตลอดความยาวของตัวอย่าง บางช่วงเคลือบหนา บางช่วงเคลือบบางกว่า ดังนั้น เมื่อตัดตัวอย่างแล้วส่งมาทดสอบ 3 ชั้น แต่ละชั้นจึงมีค่าน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบต่างจากค่าเฉลี่ยค่อนข้างมาก ส่วนตัวอย่างที่ 2 มีค่าพิสัยเท่ากับ 19 ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 7.76 แสดงว่ามีการเคลือบผิวค่อนข้างสม่ำเสมอ ชั้นทดสอบแต่ละชั้น จึงมีน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบไม่แตกต่างกันมากนัก และตัวอย่างที่ 3 มีค่าพิสัย และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 3 และ 1.25 ตามลำดับ ซึ่งถือว่าน้อยมากเมื่อเทียบกับสองตัวอย่างข้างต้น แสดงว่า ตัวอย่างที่ 3 มีการเคลือบผิวสม่ำเสมอดี ตลอดความยาวของตัวอย่าง ดังนั้น ไม่ว่าจะสุ่มตัดชั้นทดสอบมาจากส่วนใดของตัวอย่าง ก็จะได้ผลการทดสอบใกล้เคียงกัน และแต่ละชั้นก็จะมีค่าต่างจากค่าเฉลี่ยเพียงเล็กน้อย

5.1.2 การหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวด โดยวิธีแอนติโมนิ (III) คลอไรด์ทั้งสามตัวอย่าง พบว่า ชั้นทดสอบทุกชั้นจะมีค่ามากกว่าการหาโดยวิธีใช้ SEM แสดงว่า การหาน้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบด้วยวิธีแอนติโมนิ (III) คลอไรด์นั้น เกิดความคลาดเคลื่อนในทางบวก (Positive error)

5.1.3 จากตารางที่ 5 ตัวอย่างที่ 1 มีเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดสูงมากถึง 18.0 % ในขณะที่ตัวอย่างที่ 2 และ 3 มีเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดน้อยกว่า 10 % ทั้งนี้ น่าจะเป็นเพราะว่าตัวอย่างที่ 1 มีการเคลือบผิวไม่สม่ำเสมอ ความหนาสังกะสีที่เคลือบแต่ละตำแหน่งบนตัวอย่าง จะมีความหนาบาง แตกต่างกันมาก ดังนั้น การสุ่มตัวอย่างมาทดสอบโดยวิธีใช้ SEM อาจจะได้ชั้นทดสอบที่เป็นตัวแทนทั้งหมดของตัวอย่าง คือ สุ่มได้ชั้นทดสอบที่มีความหนาสังกะสีที่เคลือบน้อยกว่าค่าเฉลี่ยความหนาที่แท้จริงของตัวอย่างมาก เมื่อนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดจึงได้ค่าสูงมาก

5.1.4 การทดสอบโดยวิธีใช้ SEM ถึงแม้จะมีความถูกต้องแม่นยำสูง แต่ยังมีข้อจำกัดบางประการ คือ มีค่าใช้จ่ายสูง เสียเวลาในการเตรียมตัวอย่างและการทดสอบมาก และเป็นการตรวจสอบได้เพียงเฉพาะแห่งเท่านั้น ไม่สามารถตรวจสอบชั้นทดสอบทั้งชั้นได้

5.2 สรุปผลการทดลอง

5.2.1 จากผลการหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก โดยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ ในตารางที่ 4 หน้า 13 ตัวอย่างที่ 2 และ 3 แต่ละชิ้น จะมีค่าน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็กอยู่ในช่วง 320-339 กรัมต่อตารางเมตร และมีค่า S.D. น้อยกว่า 10 กรัมต่อตารางเมตร เมื่อเทียบกับวิธีใช้ SEM จากผลในตารางที่ 5 หน้า 14 จะมีเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดน้อยกว่า 10% ซึ่งเป็นช่วงที่ยอมรับได้

5.2.2 จากตารางที่ 4 หน้า 13 การหาน้ำหนักสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก โดยวิธีแอนติโมนี (III) คลอไรด์ ของตัวอย่างที่ 1 แต่ละชิ้น จะมีค่าอยู่ในช่วง 229-259 กรัมต่อตารางเมตร และมีค่า S.D. มากกว่า 10 กรัมต่อตารางเมตร เมื่อเทียบกับวิธีใช้ SEM ดังผลในตารางที่ 5 หน้า 14 จะมีเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดมากกว่า 10% ซึ่งควรจะได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมในโอกาสต่อไปว่า อะไรเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดความผิดพลาดสูงมากเกินช่วงที่ยอมรับได้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ คุณสายพิน สืบสันติกุล ที่กรุณาให้คำปรึกษาทางด้านวิชาการ ในการศึกษา
ทดลอง และจัดทำรายงานฉบับนี้

บรรณานุกรม

1. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
ถวคเหล็กเคลือบสังกะสี. มอก. 71-2532
2. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
ตะปูเหล็กหัวกลมแบน. มอก. 113-2526
3. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
การวัดความหนาของผิวชุบเคลือบโดยวิธีการใช้กล้องจุลทรรศน์. มอก. 1083-2535

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การทำเรือนแบบร้อน (Hot mounting)

เรซินจะถูกอัดด้วยแรงกดสูงและให้ความร้อนจนแข็งตัวรอบชิ้นงาน เรซินที่ใช้มีอยู่ 2 ประเภท คือ

- เทอร์โมเซตติงเรซิน (Thermosetting resins) เป็นเรซินที่หลอมตัวภายใต้ความดันและอุณหภูมิที่สูงขึ้น บางครั้งเรียกว่า Duroplastics ถึงแม้เทอร์โมเซตติงเรซินจะสามารถนำออกมาจากเครื่อง Mounting ที่อุณหภูมิสูงได้ แต่ก็ควรให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องเสียก่อน เพื่อให้เกิดการหดตัวน้อยที่สุด และคงสภาพแรงยึดระหว่างเรซินกับชิ้นงาน
- เทอร์โมพลาสติกเรซิน (Thermoplastic resins) เป็นเรซินที่หลอมตัวภายใต้อุณหภูมิที่สูง และแข็งตัวเมื่อเย็นลง

การทำเรือนแบบเย็น (Cold mounting)

ชิ้นงานจะถูกวางอยู่ในแบบหล่อ แล้วจึงเทเรซินซึ่งผสมจากสาร 2-3 ชนิดตามอัตราส่วนน้ำหนักหรือปริมาณที่กำหนดและคนจนเป็นเนื้อเดียวกันลงในแบบหล่อ เรซินที่ใช้มี 3 ชนิด คือ

- อีพ็อกซีเรซิน (Epoxy resins) มีการหดตัวต่ำที่สุด ระยะเวลาในการเซทตัวนาน แต่แรงยึดเกาะระหว่างชิ้นงานกับเรซินจะดีมาก สามารถใช้กับระบบสูญญากาศได้ อีพ็อกซีเรซินนี้ จะเกิดปฏิกิริยาทางเคมีทำให้แข็งตัวหลังจากที่ผสมกันในสัดส่วนที่ถูกต้อง เมื่อแข็งตัวแล้ว จะเป็น duroplastic ทนความร้อนและสารเคมี
- อะคริลิก (Acrylic) มีความสะดวกในการใช้งาน เวลาในการเซทตัว และการหดตัวน้อย จะแข็งตัวโดยการเติมสารทำให้แข็งตัว (Hardener) เมื่อแข็งตัวแล้วจะเป็น Thermoplastic และทนสารเคมี
- โพลีเอสเตอร์ (Polyester) มีลักษณะคล้าย ๆ อะคริลิก เวลาในการแข็งตัวน้อย เมื่อแข็งตัวแล้วจะเป็น duroplastic

การขัดระนาบและขัดละเอียด (Grinding)

เป็นขั้นตอนที่ขจัดผิวของชิ้นงานที่เสียหาย หรือแปรรูปไปบ้างในขั้นตอนการตัดหรือทำเรือน ในขณะที่เดียวกันก็จะทำให้ผิวที่เกิดขึ้นใหม่ เกิดความเสียหายเพียงเล็กน้อย แบ่งออกเป็น 2 ขบวนการ คือ การขัดระนาบ และการขัดละเอียด

การขัดระนาบ (Plane Grinding, PG)

เป็นขั้นตอนแรกในการขัดผิวชิ้นงาน เพื่อปรับแต่งผิวชิ้นงานเดี่ยวหรือชิ้นงานหลายชิ้นซึ่งขัดในเวลาเดียวกัน ให้มีระนาบผิวที่ใกล้เคียงกันมากที่สุด อาจใช้ชนิดผงขัดต่างๆ กัน ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของตัวอย่างที่จะขัด

- SiC paper ใช้กับวัสดุที่มีความแข็งไม่มากนัก
- PG paper และหินขัดชนิดอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3 , grinding stone) ใช้กับโลหะกลุ่มเหล็ก (Ferrous materials)
- Diadiscs หรือ diamond grinding discs ใช้กับวัสดุที่มีความแข็งมาก เช่น เซรามิก ซินเตอร์คาร์ไบด์

การขัดละเอียด (Fine grinding, FG)

เป็นขั้นตอนที่ใช้ SiC paper ซึ่งมีความละเอียดต่างๆ กัน ขัดชิ้นงานเป็นขั้นตอนไป เริ่มจากใช้ SiC paper ซึ่งมีผงขัดหยาบจนถึงละเอียด ผิวที่ผ่านขั้นตอนนี้แล้ว จะเหลือความเสียหายอยู่เพียงเล็กน้อยเท่านั้น

การขัดมัน (Polishing)

เป็นขั้นตอนที่ขัดเพื่อขจัดผิวที่เสียหายเนื่องจากขั้นตอนขัดละเอียด (FG) ให้หมดไป โดยไม่ทำให้เกิดรอยเสียหายขึ้นอีก โดยใช้ผ้าขัดและสารหล่อลื่น (lubricant) ร่วมกับผงขัดที่มีความละเอียดมาก แบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ

- การขัดมันด้วยผงขัดเพชร (Diamond polishing, DP)
เป็นผงขัดที่มีอำนาจในการขัดสูง และได้ระนาบดีที่สุด ช่วยลดเวลาในการขัดลงได้มาก ทั้งนี้เนื่องจากผงขัดมีความแข็งประมาณ 8000 HV จึงสามารถใช้ขัดวัสดุได้ทุกชนิด โดยปกติการขัดมันขั้นตอนแรกมักใช้ผ้าขัดที่มีความนุ่มน้อย และสารหล่อลื่นที่มีความหนืดไม่มาก สำหรับขั้นตอนสุดท้าย ผ้าขัดควรเป็นชนิดที่มีความนุ่มมาก และใช้สารหล่อลื่นที่มีความหนืดสูง
- การขัดมันด้วยผงขัดออกไซด์ (Oxide polishing, OP)
สำหรับขัดมันวัสดุที่มีความเหนียวและนิ่ม

ภาคผนวก ข

ที่มาของสมการที่ (1)
$$A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1960$$

- เมื่อ A คือ น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบ เป็น กรัมต่อตารางเมตร
- W_1 คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนจุ่มในสารละลาย เป็น กรัม
- W_2 คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังจุ่มในสารละลาย เป็น กรัม
- d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นทดสอบหลังจุ่มในสารละลาย เป็น มิลลิเมตร
- 1960 คือ ค่าคงที่ เป็น (กรัมต่อตารางเมตร) * มิลลิเมตร⁻¹

น้ำหนักของชิ้นทดสอบที่หายไป หลังจุ่มในสารละลาย ($W_1 - W_2$) คือ น้ำหนักของสังกะสีที่เคลือบ ต่อพื้นที่ผิวของลวดเหล็ก (A) , และพื้นที่ผิวของลวดเหล็ก = $2\pi r l$ เมื่อ r คือ รัศมีของลวดเหล็ก , mm และ l คือ ความยาวของลวดเหล็ก , mm ดังนั้น

$$A = \frac{W_1 - W_2}{2\pi r l} \dots\dots\dots(1.1)$$

จาก $D = W/V$ (ความหนาแน่น = น้ำหนัก / ปริมาตร)

$$\therefore V_{Fe} = W_{Fe} / D_{Fe} \dots\dots\dots(1.2)$$

- เมื่อ V_{Fe} คือ ปริมาตรของลวดเหล็ก , cm³
- W_{Fe} คือ น้ำหนักของลวดเหล็ก (W_2) , g
- D_{Fe} คือ ความหนาแน่นของเหล็ก , (7.87 g/cm³)

เนื่องจาก ปริมาตรของลวดเหล็ก (V_{Fe}) = $\pi r^2 l$ ดังนั้น

$$V_{Fe} = W_{Fe} / D_{Fe} = \pi r^2 l$$

$$\therefore l = \frac{W_{Fe}}{D_{Fe} \cdot \pi r^2} \text{ หรือ } \frac{W_2}{D_{Fe} \cdot \pi r^2} \dots\dots\dots(1.3)$$

นำค่า l ในสมการที่ (1.3) แทนลงในสมการที่ (1.1)

$$A = \frac{W_1 - W_2}{2\pi r \left(\frac{W_2}{D_{Fe} \cdot \pi r^2} \right)} = \frac{W_1 - W_2}{2\pi r \cdot W_2} \times D_{Fe} \cdot \pi r^2 \dots\dots\dots(1.4)$$

สมการที่ (1.4) คำนวณมือ ยุ่งด้วย $\frac{2}{2}$ แล้วจัดเทอมใหม่ จะได้ว่า

$$A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times 2r \times \frac{D_{Fe}}{4} \dots\dots\dots(1.5)$$

แทนค่า $2r = d$ (เส้นผ่านศูนย์กลางของลวดเหล็ก, mm) และ $D_{Fe} = 7.87 \text{ g/cm}^3$ ลงในสมการที่ (1.5)

$$A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times \frac{7.87}{4} = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1.96, \left[\frac{\text{g}}{\text{g}} \times \text{mm} \times \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$$

$$A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1.96 \times 10^3, \left[\text{mm} \times \frac{\text{g}}{\text{mm} \cdot \text{m}^2} \right]$$

ดังนั้น $A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1960 \text{ g/m}^2$

ที่มาของสมการที่ (3)

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ (ไมโครเมตร)} = \frac{\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบต่อพื้นที่ (กรัมต่อตารางเมตร)}}{(141 \times 10^{-3})} \text{ (ไมโครเมตร*ตารางเมตร*กรัม}^{-1}\text{)}$$

ปริมาตรของสังกะสีที่เคลือบบนลวดเหล็ก (V_{zn}) มีค่าเท่ากับ พื้นที่ที่สังกะสีเคลือบบนลวดเหล็ก (หรือพื้นที่ผิวของลวดเหล็กซึ่งมีสังกะสีเคลือบอยู่, $2\pi rl$) คูณด้วย ความหนาสังกะสีที่เคลือบ

$$V_{zn} = 2\pi rl \times \text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ}$$

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ} = \frac{V_{zn}}{2\pi rl} \dots\dots\dots(3.1)$$

เมื่อ r คือ รัศมีของลวดเหล็ก, mm
 l คือ ความยาวของลวดเหล็ก, mm

$$\therefore V_{zn} = \frac{W_{zn}}{D_{zn}} = \frac{W_1 - W_2}{D_{zn}} \quad \text{และ} \quad l = \frac{W_2}{D_{Fe} \cdot \pi r^2} \quad [\text{จากสมการ (1.3)}]$$

\therefore สมการที่ (3.1) จะเปลี่ยนเป็น

$$\begin{aligned} \text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ} &= \frac{\frac{W_1 - W_2}{D_{zn}}}{2\pi r \left(\frac{W_2}{D_{Fe} \cdot \pi r^2} \right)} \\ &= \frac{W_1 - W_2}{D_{zn} \cdot 2\pi r \cdot W_2} \cdot D_{Fe} \cdot \pi r^2 \dots\dots\dots(3.2) \end{aligned}$$

แต่จากสมการที่ (1.4) และ (1) ได้ว่า

$$\frac{W_1 - W_2}{2\pi r \cdot W_2} \cdot D_{Fe} \cdot \pi r^2 = A = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times d \times 1960 \quad \text{g/m}^2$$

แทนค่าพจน์ $\frac{W_1 - W_2}{2\pi r \cdot W_2} \cdot D_{Fe} \cdot \pi r^2 = A$ ลงในสมการที่ (3.2)

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ} = A \times \frac{1}{D_{zn}} \cdot \left(\frac{\text{g}}{\text{m}^2} \times \frac{1}{\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} \right) \dots\dots\dots(3.3)$$

แทนค่า ความหนาแน่นของสังกะสี (D_{zn}) ด้วย 7.1 g/cm^3 ลงในสมการที่ (3.3)

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ} = A \times 0.141 \left(\frac{\text{g}}{\text{m}^2} \times \frac{1}{\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} \right)$$

หน่วย $\frac{\text{g}}{\text{cm}^2} = \frac{\text{g}}{(10^{-2} \text{ m})(10^{-2} \text{ m})(10^4 \text{ } \mu\text{m})}$ ดังนั้น

$$\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ} = A \times 141 \times 10^{-3} \left(\frac{\text{g}}{\text{m}^2} \times \frac{\text{m}^2 \cdot \mu\text{m}}{\text{g}} \right)$$

หรือ $\text{ความหนาสังกะสีที่เคลือบ (ไมโครเมตร)} = \frac{\text{น้ำหนักสังกะสีที่เคลือบต่อพื้นที่ (กรัมต่อตารางเมตร)}}{(141 \times 10^{-3})} \text{ (ไมโครเมตร*ตารางเมตร*กรัม}^{-1}\text{)}$