ผลของการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ต่อชั้นที่ถูกพาสซิเวตด้วยไดโครเมตบนดีบุก

นาย สมมิตร เลิศวีระวัฒน์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2539

ISBN 974- 636 - 716 - 1

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 19111396

EFFECTS OF SODIUM CARBONATE SOLUTION ANODIC TREATMENT ON DICHROMATE PASSIVATED LAYERS OF TIN

Mr. Sommit Lertweerawat

A Thesis submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

For the Degree of Master of Engineering

Department of Metallurgical Engineering

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic Year 1996

ISBN 974-636 -716-1

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตต่อชั้นที่ถูกพาสซิเวตด้วยไดโครเมตบนดีบุก
โดย	นายสมมิตร เลิศวีระวัฒน์
ภาควิชา	วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ฉัตรชัย สมศิริ

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

(ศาสตราจารย์ นายแพทย์ ศุภวัฒน์ ชุติวงศ์) รักษาราชการแทน คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ประสงค์ ศรีเจริญชัย) ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ฉัตรชัย สมศิริ) อาจารย์ที่ปรึกษา

(อาจารย์ ดร.สุมาลี วงศ์จันทร์) กรรมการ

(อาจารย์ ชาคร จารุพิสิฐธร) กรรมการ

(อาจารย์ ดร. กอบบุญ หล่อทองคำ) กรรมการ

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

สมมิตร เลิศวีระวัฒน์ : ผลของการทำแอโนไดกทรีตเมนต์ในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตต่อชั้นที่ถูกพาสซิเวตด้วยไดโครเมตบนดีบุก อ.ที่ปรึกษา ผศ. ดร. ฉัตรชัย สมศิริ , 60 หน้า ISBN 974-636-716-1

การวิจัยครั้งนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อศึกษาผลของการทำแอโนไดกทรีตเมนต์ในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตก่อนที่จะทำไดโครเมตพาสซิเวชั่น ที่มีผลต่อชั้นพาสซิเวชั่นของดีบุกโดยพิจารณาองค์ประกอบทางเคมี และชั้นพาสซิเวชั่น ด้วยวิธี ESCA ใช้ร่วมกับวิธีการปาดชั้นของอะตอมโดยการกระแทกด้วยอิออนของธาตุอาร์กอนจากนั้นก็ทำการทดสอบความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อน

การทำแอโนไดกทรีตเมนต์ ชิ้นงานดีบุกในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ที่มีความเข้มข้น 10 กรัมต่อลิตรอุณหภูมิ 25 องศาเซนติเกรดโดยใช้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าในช่วง 1-67 มิลลิแอมป์แปร์ต่อตารางเซนติเมตรเมื่อชิ้นงานผ่านการทำแอโนไดกทรีตเมนต์แล้วก็จะทำไดโครเมตพาสซิเวชั่นในสารละลาย ซึ่งประกอบด้วยโซเดียมไดโครเมต และโครเมียมไตรออกไซด์โดยมีอัตราส่วน 4 ต่อ 1

การวิจัยพบว่าการทำแอโนไดกทรีตเมนต์ที่ค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า 40 มิลลิแอมป์แปร์ต่อตารางเซนติเมตร จะมีผลต่อองค์ประกอบของชั้นพาสซิเวชั่นโดยจะทำให้ออกไซด์ของโครเมียมมีความหนาเป็น 6 เท่าและออกไซด์ของดีบุกมีความหนาเป็น 3 เท่าและพบว่าออกซิเจนอะตอมสามารถเข้าไปในเนื้อชิ้นงานได้ลึก 3.6 เท่าโดยความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนมีค่า เป็น6 เท่า ของชิ้นงานที่ผ่านการทำไดโครเมตพาสซิเวชั่นเพียงอย่างเดียว และสามารถหาค่า อัตราการปาดชั้นอะตอมของชั้นพาสซิเวชั่น บนชิ้นงานดีบุก ที่ไม่ผ่านการทรีตเมนต์ได้ 19 อังสตรอมต่อนาที

ภาควิชา วิศวกรรมโลหการ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

C 617891 : MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORD : ANODIC TREATMENT / CATHODIC TREATMENT / PASSIVATION / ESCA / ARON ION SPUTTERING

SOMMIT LERTWEERAWAT : EFFECTS OF SODIUM CARBONATE SOLUTION ANODIC TREATMENT ON DICHROMATE PASSIVATED LAYERS OF TIN.

THESIS ADVISOR : ASST. PROF. CHATCHAI SOMSIRI, Ph.D. 60 PP.

ISBN 974-636-716-1

The main objectives are to study effects of sodium carbonate anodic treatment prior to cathodic treatment on dichromate passivated layers of tin.

The anodic treatment of tin samples were performed in 10 g/l sodium carbonate solution at 25 $^{\circ}$C. Current density applied was ranging from 1-67 mA/cm^{2}.The anodically treated tin samples were later passivated in aqueous solution containing $Na_2Cr_2O_7$ and CrO_3 at ratio of 4:1 .

It was found that the anodic treatment at the current density of 40 mA/cm^{2} had profound effects on the compositions of the passivated layers.The chromium oxide's thickness found to be 6 times thicker and the tin oxide's thickness was 3 times thicker and oxygen atoms were detected in the specimen from the surface's depth about 3.6 times and the corrosion resistance was 6 times better than in the sample which had not been anodically treated.The passivated layers were analysed by ESCA and Argon ion sputtering technique and it was found that the sputtering rate of Sn in SnO_2 was 19 A$^{\circ}$/min.

ภาควิชา วิศวกรรมโลหการ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งของ ผศ. ดร. ฉัตรชัย สมศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ อาจารย์ ดร.สุมาลี วงศ์จันทร์ อาจารย์ วิกรม วัชรคุปต์ อาจารย์ชาคร จารุพิสิฐธร ผศ. ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย และ อาจารย์ ดร.กอบบุญ หล่อทองคำ ซึ่งท่านได้ให้ คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ของการวิจัยมาด้วยดีโดยตลอด และเนื่องจากทุนการวิจัยครั้งนี้ได้รับมาจากทุนอุดหนุนการวิจัยของสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ จึงขอขอบพระคุณมา ณ. ที่นี้ด้วย

ท้ายนี้ผู้วิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณบิดา - มารดา ซึ่งสนับสนุนในด้านการเงินและให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยเสมอมาโดยตลอดจนกระทั่งสำเร็จการศึกษา

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... จ

กิตติกรรมประกาศ ..... ฉ

สารบัญตาราง ..... ญ

สารบัญภาพ ..... ฌ

คำอธิบายสัญญลักษณ์และคำย่อ ..... ฎ

บทที่

1.บทนำ 1

2.ทฤษฎีที่ใช้ในวิธีการวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชั่น 3

3.วิธีการที่ใช้ในการวิจัย 6

4.ผลการทดลอง 16

5.วิเคราะห์-สรุปการวิจัย และข้อเสนอแนะ 26

รายการอ้างอิง 43

ภาคผนวก 44

ภาคผนวก ก 45

ภาคผนวก ข 46

ประวัติผู้เขียน 48

สารบาญตาราง

หน้า

ตารางที่ 3.1.1 แสดงชิ้นงานทดสอบที่ใช้ในการวิจัย 8
ตารางที่ 3.2.1 แสดงการตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรง
ในการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ 9
ตารางที่ 3.4.1 แสดงการตั้งค่าตัวแปรต่างๆของเครื่อง ESCA ... .13
ตารางที่ 3.4.2 แสดงการกำหนดค่าตัวแปรช่วงของพลังงานยึดเหนี่ยว
ที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ของเครื่อง ESCA 14
ตารางที่ 4.1.1 สรุปผลการทำแอโนดิกทรีตเมนต์
ของชิ้นงานชุดที่ 1 ชุดที่ 2 ชุดที่ 3 16
ตารางที่ 4.2.1 ผลการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ที่ค่าความหนาแน่น
ของกระแสไฟฟ้าต่างๆ.....17
ตารางที่ 4.3.1 แสดงผลวิเคราะห์ชิ้นงานชุดที่ 2 19
ตารางที่ 4.4.1 ผลการทดสอบความสามารถในการต้านทาน
การกัดกร่อนที่ได้ 23
ตารางที่ 5.1.1 แสดงผลวิเคราะห์ชิ้นงานดีบุกที่ไม่ได้ผ่านการ
ทรีตเมนต์ด้วย ESCA .....
ตารางที่ 5.2.1 แสดงผลวิเคราะห์ชิ้นงานดีบุกที่ผ่านการทำแอโนดิก
ที่ 40 mA/cm^2 ด้วยเครื่อง ESCA .....
ตารางที่ 5.3.1 ผลวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชันที่ระดับความลึกต่างๆของ
ชิ้นงานที่ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์เพียงอย่างเดียว .....
ตารางที่ 5.4.1 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบของชั้นพาสซิเวชันชิ้นงานที่ผ่าน
การทำแอโนดิกที่ 40 mA/cm^2 ก่อนการทำแคโทดิกทรีตเมนต์ .....

สารบาญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1 แสดงขั้นตอนต่างๆของโฟโต้อิเล็กตรอนขณะที่เคลื่อนที่มาที่ผิวของชิ้นงาน 4
ภาพที่ 2.2 แสดงระดับพลังงานของโฟโต้อิเล็กตรอนที่ปลดปล่อยออกมาจากอะตอมคาร์บอน 5
ภาพที่ 3.2.1 แสดงการจัดเครื่องมือในการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ 10
ภาพที่ 3.3.1 แสดงการจัดเครื่องมือในการทำแคโทดิกทรีตเมนต์ 12
ภาพที่ 4.2.1 แสดงผลของการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ด้วยค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าต่างๆ 18
ภาพที่ 4.3.1 แสดงผลของการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ด้วยค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าต่างๆ แล้วจึงไปทำแคโทดิกทรีตเมนต์ 21
ภาพที่ 4.4..1 แสดงความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานต่างๆ 24
ภาพที่ 5.1.1 ผลวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชัน ด้วย ESCA ชิ้นงานดีบุกที่ไม่ผ่านการทรีตเมนต์ .....
ภาพที่ 5.1.2 ภาพจำลององค์ประกอบของชั้นพาสซิเวชันชิ้นงานดีบุกที่ไม่ผ่านการทรีตเมนต์ .....
ภาพที่ 5.2.1 ผลวิเคราะห์ชิ้นงานดีบุกที่ผ่านการทำแอโนดิกที่ 40 mA/cm^2 ด้วย ESCA .....
ภาพที่ 5.2.2 ภาพจำลององค์ประกอบของชั้นพาสซิเวชัน ที่ระดับความลึกต่างๆ จากผิวชิ้นงานที่ทำแอโนดิกที่ 40 mA/cm^2 .....
ภาพที่ 5.3.1 ผลวิเคราะห์ชั้นพาสซิเวชัน ชิ้นงานดีบุก ที่ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์เพียงอย่างเดียวด้วย ESCA .....
ภาพที่ 5.3.2 ภาพจำลององค์ประกอบของชั้นพาสซิเวชั่น ชิ้นงานดีบุกที่ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์เพียงอย่างเดียว.....
ภาพที่ 5.4.1 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบชั้นพาสซิเวชั่น ชิ้นงานที่ผ่านการทำแอโนดิกที่ 40 mA/cm^2 ก่อนการทำแคโทดิกทรีตเมนต์.....
ภาพที่ 5.4.2 ภาพแสดง Depth profiling ของชิ้นงานที่ผ่านการทำแอโนดิกที่ 40 mA/cm^2 ก่อนการทำแคโทดิกทรีตเมนต์วิเคราะห์ด้วย ESCA.....

สารบาญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 5.4.3 ภาพแสดง Depth profiling ของชิ้นงานที่ผ่านการทำ
แคโทดิกทรีตเมนต์เพียงอย่างเดียว วิเคราะห์ด้วยESCA.....
ภาพที่ 5.4.4 แสดงภาพจำลององค์ประกอบของชั้นพาสซิเวชัน
ชิ้นงานที่ผ่านการทำแอโนดิกที่ 40 mA/cm^2 ก่อนการทำ
แคโทดิกทรีตเมนต์ .....

คำอธิบาย สัญลักษณ์ และคำย่อ

กำหนดให้

ชิ้นงาน 1A0 = ชิ้นงานไม่ได้ผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์และไม่ได้ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน 2A1 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 2 โวลต์ และไม่ได้ผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน 3A2 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 3.5 โวลต์และไม่ได้ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน 4A3 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 5.5โวลต์ และไม่ได้ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน 5A4 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เตรื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 7.5 โวลต์และไม่ได้ผ่านการทำแคโทดิกทรีต์เมนต์

ชิ้นงาน 6A5 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า10โวลต์ และไม่ได้ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน 7AC0 = ชิ้นงานไม่ได้ผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 8AC1 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 2 โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 9AC2 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่ามีค่า 3.5 โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 10AC3 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 5.5โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่ามี 4.5โวลต์

ชิ้นงาน 11AC4 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่ามีค่า 7.5 โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 12AC5 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 10โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่

เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 13A0 = ชิ้นงานไม่ได้ผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ และไม่ได้ผ่านการทำแคโทดิกทรีตเมนต์

ชิ้นงาน 14AC0 = ชิ้นงานไม่ได้ผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์ ทรีตเมนต์โดยตั้งค่าที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 15AC1 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 2 โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5โวลต์

ชิ้นงาน 16AC2 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 3.5 โวลต์แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรง มีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 17 AC3 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 5.5 โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 18 AC4 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์ โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่ามีค่า 7.5 โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่ เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์

ชิ้นงาน 19AC5 = ชิ้นงานผ่านการทำแอโนดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 10โวลต์ แล้วมาทำแคโทดิกทรีตเมนต์โดยตั้งค่าโวลต์ที่เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงมีค่า 4.5 โวลต์