

บทที่ 2

การทดลองและผลการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสสลับเป็นกระแสตรง (Rectifier) 2 แอมแปร์
2. ขั้วโลหะดีบุกขนาด 6.35 x 6.35 ตร.ซม.
3. เครื่องทำความร้อนพร้อมเครื่องคนโดยใช้การหมุนของแท่งแม่เหล็ก (Hot plate with magnetic stirrer) และแท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
4. ฮัลล์เซลล์ (Hull cell) ขนาด 267 มิลลิลิตร
(รายละเอียดดูในภาคผนวก ก.)
5. ปีกเกอร์พลาสติกหรือสแตนเลส (Stainless steel) ใช้ในการเคลือบ
6. เทอร์มิเตอร์
7. เครื่องวัดพีเอช (pH meter)
8. โถแก้ว
9. สเปรย์ แชมเบอร์ (Spray chamber)
10. ขวดแก้วมีฝาปิด (Kilner jar)
11. เซลล์สำหรับวิเคราะห์โดยวิธีคูโลมเมตริก (Analysis cell)
(รายละเอียดดูในภาคผนวก ข.)
12. ขั้วอ้างอิงมาตรฐาน (Standard Calomel Electrode)
13. ขั้วช่วย (Auxiliary Electrode)
14. เครื่องโพเทนชิโอสแตท/กัลวานอสแตท (Potentiostat/Galvanostat
Autopolarization System Model HZ - 1A ของบริษัท
Hokuto Denko co.,ltd.) (ภาพเครื่องมือดูในภาคผนวก ค.)
15. เครื่องสเปกโตรเมตรี (Milton Roy spectronic 3000)

1. การศึกษาการเคลือบดีบุกบนแผ่นเหล็กด้วยกระแสไฟฟ้า

1.1. การเตรียมอิเล็กโทรไลต์

สารเคมีที่ใช้ประกอบด้วย

ทิน(II)คลอไรด์ ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	34.02	กรัม/ลิตร
โซเดียมฟลูออไรด์ (NaF)	33.57	"
แอมโมเนียมไฮดรเจนไตฟลูออไรด์ (NH_5F_2)	13.78	"
โซเดียมคลอไรด์ (NaCl)	25.04	"
โซเดียมเฮกซาไซยาโนเฟอร์เรต ($\text{NaFe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	1.29	"
เฮลเจนทินแอคติชันเอเจนต์	0.60	ลบ.ชม/ลิตร

(Halogen Tin Addition agent)

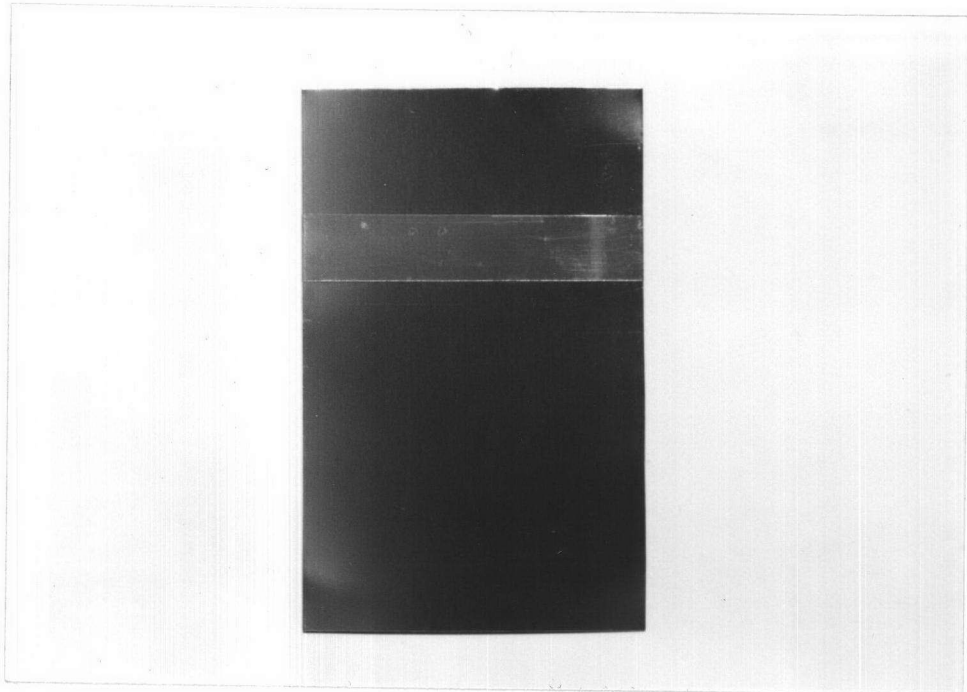
วิธีเตรียมอิเล็กโทรไลต์

ใส่น้ำกลั่นปริมาตรพอควรลงในบีกเกอร์พลาสติกขนาด 2 ลิตร อุณหภูมิ 65°C ใสโซเดียมเฮกซาไซยาโนเฟอร์เรต จากนั้นใสแอมโมเนียมไฮดรเจนไตฟลูออไรด์และโซเดียมฟลูออไรด์ลงไปประมาณครึ่งหนึ่ง แล้วใส่ ทิน(II)คลอไรด์ลงไป คนด้วยเครื่องคนแม่เหล็กจนละลายหมดแล้วจึงเติมแอมโมเนียมไฮดรเจนไตฟลูออไรด์ และโซเดียมฟลูออไรด์ที่เหลือ และโซเดียมคลอไรด์ลงไป คนด้วยเครื่องคนจนละลายหมด จากนั้นเติมเฮลเจนทินแอคติชันเอเจนต์และน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 ลิตร แล้วคนต่อจนกระทั่งได้สารละลายใสที่อุณหภูมิ 65°C ทิ้งไว้ประมาณ 30 นาทีก่อนนำไปใช้

1.2 ความหนาแน่นกระแส(Current density)

1.2.1 การเตรียมแผ่นเหล็ก

นำแผ่นเหล็กชนิดคาร์บอนต่ำ ความหนาประมาณ 0.2 - 0.3 มม. ขนาด 6.35 x 10.16 ตร.ซม. มาเตรียมพื้นที่สำหรับเคลือบดีบุกขนาด 6.35 x 6.35 ตร.ซม. โดยใช้แผ่นเทปใสปิดลงบนแผ่นเหล็กดังรูป



รูปที่ 1 แสดงแผ่นเหล็กที่นำมาจากรัดพื้นที่ก่อนเคลือบ



การเตรียมผิวเหล็กก่อนเคลือบ

ก่อนที่จะนำแผ่นเหล็กมาเคลือบผิวควรนำมาทำความสะอาดดังนี้

1) การล้างไขมัน (Degreasing)

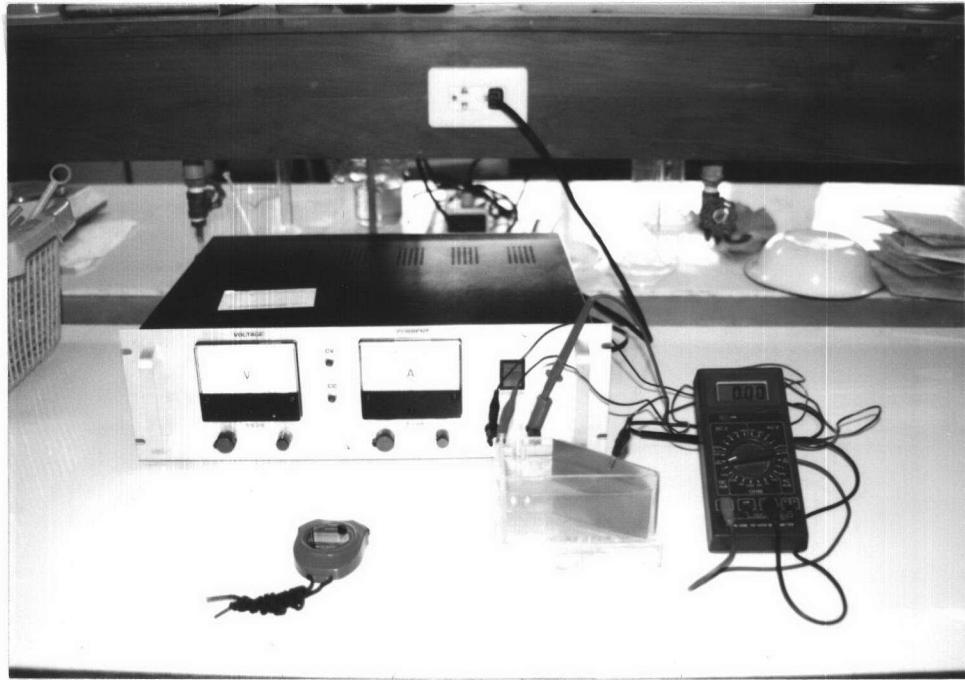
นำแผ่นเหล็กที่เตรียมพื้นที่แล้วมาจุ่มล้างในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น

2) การล้างสนิม (Pickling)

นำแผ่นเหล็กที่ล้างไขมันแล้วมาจุ่มล้างในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10 เปอร์เซ็นต์ หรือสารละลายกรดซัลฟูริก 10 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วจึงนำมาเคลือบ

1.2.2 การศึกษาด้วยฮัลล์เซลล์ (Hull cell test)

1) จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ในการเคลือบดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 แสดงการจัดอุปกรณ์ในการศึกษาโดยใช้ ฮัลล์ เซลล์

- 2) นำอิเล็กโตรไลต์ที่เตรียมได้ในข้อ 1.1 ที่มีอุณหภูมิ 62°C เกลงในฮัลล์เซลล์ปริมาตร 267 ลบ.ซม.
- 3) เปิดเครื่องแปลงกระแสไฟฟ้า ผ่านกระแสตรง 3 แอมแปร์เป็นเวลา 30 วินาทีโดยไม่มีภาระคน
- 4) นำแผ่นเหล็กที่เคลือบดีบุกแล้วจากขั้วแคโรต ล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วปล่อยให้แห้ง
- 5) พิจารณาผิวเคลือบที่ได้ เลือกบริเวณผิวเคลือบที่มีลักษณะเป็นเงาวาวมากที่สุดที่มุม 15° จากระนาบ วัดระยะทางจากด้านที่ใกล้แอโนดจนถึงจุดที่เลือกเพื่อนำไปคำนวณความหนาแน่นกระแสสำหรับการเคลือบต่อไป

ผลการศึกษาความหนาแน่นกระแส

ผิวดีบุกเคลือบที่ได้จากการเคลือบโดยใช้ฮัลล์เซลล์มีลักษณะดังรายละเอียดในตาราง

ตารางที่ 1 แสดงลักษณะชิ้นงานที่ได้จากการศึกษาด้วยอัลสเซล

ระยะทาง(ซม.)	ลักษณะชิ้นงานหลังการเคลือบ
1.27	ผิวเคลือบเป็นสีเทา-ขาว
2.54	ผิวเคลือบสีขาวขุ่น
3.80	ผิวเคลือบสีขาวขุ่น เป็นมันเล็กน้อย
5.07	ผิวเรียบเป็นมัน
6.34	การเคลือบติดจะเบาบาง ผิวเรียบเป็นมัน

จากบริเวณที่มีลักษณะเป็นเงาเรียบและสม่ำเสมอ วัดระยะทางแล้วนำมาคำนวณค่าความหนาแน่นกระแสจากสมการ

$$CD = I(5.1 - 5.24 \log L)$$

โดยที่ CD = ความหนาแน่นกระแสที่จุดใดๆบนแผ่นเคลือบที่เคลือบโดยใช้ อัลสเซล (แอมแปร์/ตร.ซม.)

I = กระแสไฟฟ้ารวม (แอมแปร์)

L = ระยะจากขอบด้านที่มีความหนาแน่นกระแสสูงสุด (ด้านที่ใกล้แอโนด) ไปยังจุดที่เลือก (ซม.)

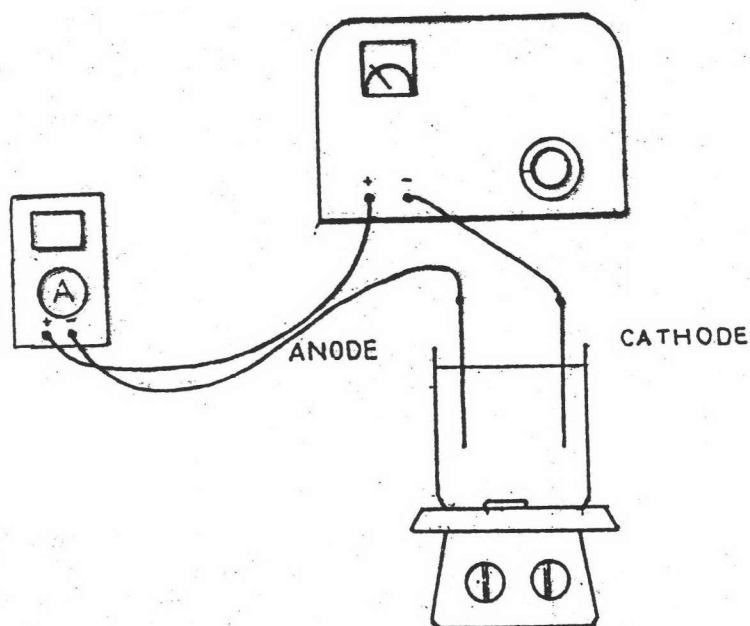
ความหนาแน่นกระแสที่คำนวณได้ที่ระยะทาง (L) มีค่าดังตารางที่ 2 สามารถนำไปใช้หาความหนาแน่นกระแสที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบดีบุกต่อไป

ตารางที่ 2 แสดงค่าความหนาแน่นกระแส และกระแสต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. ที่คำนวณได้จากระยะ (L)

ระยะ L (ซม.)	ความหนาแน่นกระแส (แอมแปร์/ตร.ซม.)	กระแสต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. (แอมแปร์)
1.27	13.67	5.51
2.54	8.94	3.61
3.80	6.19	2.49
5.07	4.22	1.70
6.34	2.69	1.08

1.2.3 การทดสอบความหนาแน่นกระแสที่เหมาะสม

- 1) เตรียมแผ่นเหล็กตามรายละเอียดในข้อ 1.2.1
- 2) จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ในการเคลือบดีบุกดังรูปที่ 3 โดยจัดระยะให้แอโนดห่างจากแคโทด 3 ซม.

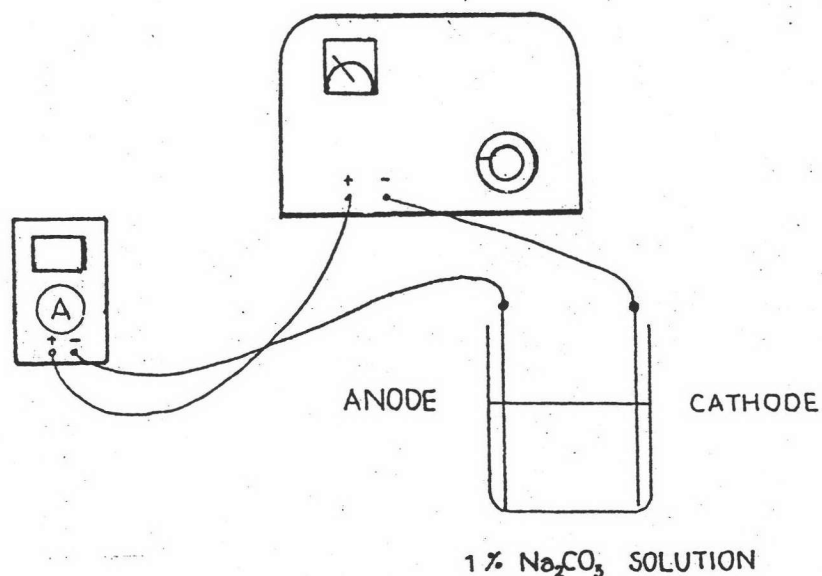


รูปที่ 3 แสดงการจัดอุปกรณ์ในการเคลือบ

- 3) ใส่สารละลายที่มีอุณหภูมิ 57 - 62°C ปริมาตร 1 ลิตร ลงในภาชนะพลาสติกหรือสแตนเลส (Stainless steel)
- 4) เปิดเครื่องแปลงไฟฟ้าทดลองเคลือบตีบุก ผ่านกระแส 5.51 3.61 2.49 1.70 และ 1.08 แอมแปร์ตามลำดับ สำหรับการเคลือบแต่ละครั้งใช้เวลา ครั้งละ 60 วินาที จากนั้นนำแผ่นเคลือบที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นและเป่าให้แห้ง แล้วนำมา เปรียบเทียบผล
- 5) นำแผ่นเคลือบที่ได้ไปทำให้หลอมละลาย (Reflow หรือ Remelt) ในอ่างซิลิโคน (Silicone oil) ที่มีอุณหภูมิ 265 - 280°C เป็นเวลา 22 วินาที แล้วจุ่มลงในน้ำที่มีอุณหภูมิ 40°C เป็นการระงับ (Quench)
- 6) นำแผ่นเหล็กนิโครสจาก ข้อ 5) ไปกำจัดซิลิโคนออก โดย ล้างในไตรคลอโรเอทีลีน (Trichloroethylene) จากนั้นเป่าให้แห้งก่อนนำไปทดสอบการ ทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂)

การทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ประกอบด้วยขั้นตอนดังนี้

- 1) ทำความสะอาดผิวของแผ่นเหล็กนิโครส โดยใช้ในสารละลาย โซเดียมคาร์บอเนต (Na₂CO₃) 1 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิห้องใช้ความต่างศักย์ 4 โวลต์เป็น เวลา 3 นาที จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ดังรูป



รูปที่ 4 แสดงการทำความสะอาดแผ่นเหล็กนิโครสด้วยกระแสไฟฟ้า



2) นำชิ้นงานแขวนไว้เหนือสารละลายผสมระหว่าง โซเดียมซัลไฟต์ (Na₂S₂O₃) 1 เปอร์เซ็นต์ 100 ลบ.ซม. และกรดซัลฟูริก (H₂SO₄) 2 รมลาร์ 10 ลบ.ซม. ในโถแก้วกลมที่มีปริมาตร 10 ลบ.ซม. ที่มีฝาปิดตั้งทิ้งไว้ 17 ชั่วโมง แล้วนำแผ่นตัวอย่างมาประมาณร้อยละของการเกิดสนิมโดยใช้แผ่นพลาสติกใสขนาด 6.35 x 6.35 ตร.ซม. ที่ถูกขีดแบ่งไว้เป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสที่มีขนาดเท่ากันจำนวน 100 ช่อง มาวางทาบบนแผ่นตัวอย่างแล้วใช้สายตาประมาณปริมาณสนิมที่เกิดขึ้นเปรียบเทียบกับ

ผลการทดลอง

ผิวเคลือบที่ได้จากการเคลือบด้วยความหนาแน่นกระแสต่างกันมีลักษณะดังตารางที่ 3 และผลการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ นามาประมาณค่าการเกิดสนิมเป็นเปอร์เซ็นต์ แล้วได้รายละเอียดดังตารางที่ 4

ตารางที่ 3 แสดงลักษณะของผิวเคลือบดีบุกจากการเคลือบด้วยกระแสต่างกันก่อนการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์

กระแสต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. (แอมแปร์)	ลักษณะชิ้นงานหลังการเคลือบ
5.51	ผิวเคลือบมีลักษณะพรุนสีขาวขุ่นและบริเวณขอบเป็นสีเทาดำ
3.61	ผิวเคลือบมีลักษณะพรุนสีขาวขุ่นและบริเวณขอบเป็นสีเทา
2.49	ผิวเคลือบเป็นสีขาวขุ่น
1.70	ผิวเคลือบเป็นมันเล็กน้อย
1.08	ผิวเคลือบเรียบเป็นเงา

ตารางที่ 4 แสดงปริมาณการเกิดสนิมของผิวเคลือบดีบุกจากการเคลือบด้วยกระแสต่างกัน
หลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์

กระแสต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. (แอมแปร์)	ปริมาณการเกิดสนิม
5.51	เกิดสนิมประมาณ 20%
3.61	เกิดสนิมประมาณ 38%
2.49	เกิดสนิมประมาณ 25%
1.36	เกิดสนิมน้อย ประมาณ 5%
1.08	เกิดสนิมเป็นบางส่วน ประมาณ 5%

จากตารางที่ 3 พบว่าการใช้ความหนาแน่นกระแสสูงจะทำให้ดีบุกเกาะติดเหล็กพื้น
ในอัตราสูงทำให้ผิวเคลือบมีลักษณะพรุนและเห็นเป็นสีขาวขุ่นหรือสีเทา ผิดกับการใช้ความ
หนาแน่นกระแสต่ำที่จะทำให้ผิวเคลือบเกาะติดเหล็กพื้นได้ช้ากว่าแต่จะทำให้ผิวเคลือบมีลักษณะ
เรียบเป็นมันมากกว่า และเมื่อนำไปทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์แล้วพบว่าผิวเคลือบ
ที่ได้จากการเคลือบที่ความหนาแน่นต่ำจะทนต่อการเกิดสนิมได้ดีกว่า ดังนั้นจึงเลือกใช้ความ
หนาแน่นกระแส 2.69 แอมแปร์/ตร.ซม. ในการทดลองขั้นต่อไป

1.3 ระยะระหว่างขั้วแอโนดและแคโทด

1) เตรียมแผ่นเหล็กตั้งในข้อ 1.2.1

2) จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ในการเคลือบดีบุกดังรูปที่ 3 จัดระยะขั้วให้แอโนด

ห่างจากแคโทด 2 ซม.

3) ใส่สารละลายที่ใช้ในการเคลือบดีบุกอุณหภูมิ 57 - 62°C 1 ลิตรลงใน

ภาชนะพลาสติกหรือสแตนเลส (Stainless steel)

- 4) เปิดเครื่องแปลงไฟฟ้าผ่านกระแส 1.08 แอมแปร์เป็นเวลา 60 วินาที
- 5) ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนระยะระหว่างแอโนดและแคโทดเป็น 3
4 5 6 7 และ 8 ซม. ตามลำดับ
- 6) นำแผ่นเหล็กนิโครสที่ได้ไปรีไฟล์ ทำความสะอาด และทดสอบความทนต่อ
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามรายละเอียดข้อ 1.2.3

ผลการศึกษาระยะห่างระหว่างขั้ว

เมื่อเคลือบดีบุกด้วยระยะห่างระหว่างแอโนด-แคโทดต่างกัน ผิวเคลือบดีบุกก่อน
การทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์มีลักษณะใกล้เคียงกันมาก เมื่อทดสอบการทนต่อ
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 แสดงลักษณะการเกิดสนิมบนผิวเคลือบ จากการเคลือบที่ระยะห่างระหว่างขั้ว
แอโนด-แคโทดต่างกัน

ระยะห่าง (ซม.)	ปริมาณการเกิดสนิม
2	เกิดสนิมเกือบทั่วแผ่น พื้นที่สนิมประมาณ 90% ของพื้นที่
3	เกิดสนิมเกือบทั่วแผ่น พื้นที่สนิมประมาณ 85% ของพื้นที่
4	เกิดสนิมเล็กๆกระจายเป็นจุด พื้นที่สนิมประมาณ 5% ของพื้นที่
5	เกิดสนิมบริเวณขอบและกระจายเป็นจุด พื้นที่สนิมประมาณ 15% ของพื้นที่
6	เกิดสนิมบริเวณกลางแผ่น พื้นที่สนิมประมาณ 50% ของพื้นที่
7	เกิดสนิมเกือบทั้งแผ่น
8	เกิดสนิมเกือบทั้งแผ่น

จากผลการทดลองเมื่อเปรียบเทียบการทนต่อการเกิดสนิมของผิวเคลือบที่เคลือบด้วยระยะระหว่างซี่ต่างกันพบว่าระยะที่เกิดสนิมน้อยที่สุดคือระยะ 4 ซม. และจะเห็นว่าระยะที่ใกล้และไกลเกินไปจะทำให้ผิวเคลือบมีความทนต่อการเกิดสนิมต่ำ

1.4 อิทธิพลของอุณหภูมิของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

- 1) เตรียมแผ่นเหล็กดังในข้อ 1.2.1
- 2) จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ในการเคลือบดีบุกดังรูปที่ 3 จัดระยะให้แอโรนห่างจากแคโรด 4 ซม.
- 3) ใส่สารละลายที่ใช้ในการเคลือบดีบุกอุณหภูมิ 50°C ปริมาตร 1 ลิตรในภาชนะพลาสติกหรือสแตนเลส (Stainless steel)
- 4) เปิดเครื่องแปลงไฟฟ้าผ่านกระแส 1.08 แอมแปร์เป็นเวลา 60 วินาที
- 5) ททำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 4) โดยเปลี่ยนใช้สารละลายที่มีอุณหภูมิ 55 60 65 70 75 และ 80°C ตามลำดับ
- 6) นำแผ่นเหล็กที่วัดได้ไปรีฟิล ทำความสะอาด และทดสอบความทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามรายละเอียดข้อ 1.2.3

ผลการศึกษาอุณหภูมิของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ผิวเคลือบที่ได้จากการเคลือบที่อุณหภูมิต่างกันก่อนที่จะถูกรีฟิลมีลักษณะไม่แตกต่างกัน เมื่อนำไปทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์แล้วได้ผลดังรายละเอียดในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 แสดงลักษณะของผิวเคลือบดีบุกจากการเคลือบที่อุณหภูมิต่างกันหลังการทดสอบ การทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์

อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณการเกิดสนิมโดยประมาณ
50	สนิมกระจาย 65%
55	สนิมสีเข้มกระจาย 50%
60	สนิมบางๆกระจาย 22%
65	สนิมสีเข้มกระจายทั่วทั้งแผ่น 58%
70	สนิมกระจาย 54%
75	สนิมสีเข้มกระจาย 32%
80	สนิมสีเข้มกระจาย 38%

จากผลการทดลองพบว่าการใช้อุณหภูมิในช่วง 55 ถึง 80°C จะให้ผิวเคลือบที่มีความทนต่อการเกิดสนิมไม่แตกต่างกันมาก แต่อย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิ 60°C น่าจะทนทานต่อการเกิดสนิมได้ดีที่สุด

1.5 ประสิทธิภาพของกระแส (Current Efficiency) ในการเคลือบดีบุก

- 1) นำแผ่นเหล็กที่ทำความสะอาดแล้วมาชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด จากนั้นกำหนดพื้นที่ตามรายละเอียดข้อ 1.2.1
- 2) ใช้สีที่ไม่นำไฟฟ้าทาลงบนด้านหลังของแผ่นเหล็กในข้อ 1 แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง
- 3) นำแผ่นเหล็กที่กำหนดพื้นที่และทาสีแล้วจากข้อ 2 มาเคลือบดีบุกด้วยกระแส 1.08 แอมแปร์ เป็นเวลา 60 วินาที ที่อุณหภูมิ 60°C และจัดให้แผ่นเหล็กอยู่ห่างจากขั้วดีบุก 4 ซม.
- 4) นำแผ่นเหล็กที่เคลือบดีบุกแล้วมาล้างด้วยน้ำกลั่น ทาให้แห้ง กวาดแผ่นเทพ

าสและสีที่ทาไว้ด้านหลังออก ทาให้แห้งอีกครั้งแล้วนำไปขังน้ำหนักอย่างละเอียด

5) ทำการทดลองซ้ำจากข้อ 1 โดยเปลี่ยนค่ากระแสที่ใช้ในการเคลือบเป็น 1.70 2.49 3.61 และ 5.10 แอมแปร์ตามลำดับ

6) คำนวมน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ เทียบกับน้ำหนักที่ควรจะได้ตามทฤษฎี ดังตัวอย่างในภาคผนวก ง.

ผลการศึกษาประสิทธิภาพของกระแส

น้ำหนักดีบุกที่เคลือบด้วยการใช้กระแสต่างกัน เมื่อกำหนดเป็นเปอร์เซ็นต์เทียบกับน้ำหนักตามทฤษฎี มีค่าดังรายละเอียดในตารางที่ 7

ตารางที่ 7 ประสิทธิภาพของกระแสคิดเป็นร้อยละที่กระแสต่างๆ

ครั้งที่	กระแส (แอมแปร์)				
	1.08	1.70	2.49	3.61	5.51
ดีบุกที่เคลือบติด(กรัม) #1	0.0367	0.0605	0.0844	0.1065	0.1156
ดีบุกที่เคลือบติด(กรัม) #2	0.0394	0.0587	0.0850	0.1098	0.1289
ดีบุกที่เคลือบติด(กรัม) #3	0.0380	0.0570	0.0837	0.1091	0.1082
น้ำหนักดีบุกเฉลี่ย (กรัม)	0.0380	0.0587	0.0844	0.1085	0.1176
ประสิทธิภาพคิดเป็นร้อยละ	95.24	93.62	91.84	81.46	62.49

จากการศึกษาประสิทธิภาพของกระแสจะเห็นได้ว่าการเคลือบดีบุกที่ใช้กระแสต่างๆ นั้นมีประสิทธิภาพของกระแสสูง นั่นคือ การเกาะติดของดีบุกมีค่าใกล้เคียงกับที่ควรจะได้ตามทฤษฎี ส่วนการเคลือบที่ใช้กระแสสูงขึ้นนั้นมีแนวโน้มว่าประสิทธิภาพของกระแสจะลดลงตามลำดับ

2. การศึกษาสภาวะในการแพชชีเวชัน

2.1 ความหนาแน่นกระแสในการแพชชีเวชัน

- 1) นำแผ่นเคลือบดีบุกที่ผ่านการรีโพล์แล้วมาทำความสะอาดในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 1 เปอร์เซ็นต์ที่มีอุณหภูมิ 45°C โดยใช้กระแส 0.08 แอมแปร์ เป็นเวลา 10วินาที จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น
- 2) นำแผ่นเคลือบดีบุกที่ทำความสะอาดแล้วจากข้อ 1 มาแพชชีเวชันในสารละลายโซเดียมโครเมต 3 เปอร์เซ็นต์ที่มีอุณหภูมิ 45°C โดยใช้แผ่นเหล็กเป็นขั้วบวกและแผ่นเคลือบดีบุกเป็นขั้วลบ จัดให้ขั้วทั้งสองอยู่ห่างกัน 4 ซม.
- 3) เปิดหม้อแปลงไฟฟ้าผ่านกระแส 0.04 แอมแปร์ต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. เป็น

เวลา 10 วินาที ซึ่งตรงกับความหนาแน่นกระแส 1 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตร เสร็จแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและเป่าให้แห้ง

4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนกระแสเป็น 0.12 0.20 0.28 0.40 และ 0.81 แอมแปร์ ซึ่งตรงกับความหนาแน่นกระแส 3 5 7 10 และ 20 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตรตามลำดับ

5) นำแผ่นเหล็กนิโครสที่ได้ไปทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามรายละเอียดการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ข้อ 1.2.3 และการทนต่อไอเกลือ (Salt Spray)

การทดสอบการทนต่อไอเกลือ ประกอบด้วยขั้นตอนดังนี้

1) ตัดแผ่นเหล็กนิโครสให้มีขนาด 6.35 x 6.35 ตร.ซม. แล้วใช้แผ่นเทปใสปิดริมรอยรอบทั้ง 4 ด้าน

2) นำแผ่นเหล็กนิโครสจากข้อ 1 ไปเรียงในสเปรย์แชมเบอร์ (Spray Chamber) และพ่นสารละลายเกลือ 5 เปอร์เซ็นต์ ในอัตรา 0.8 ลิตรต่อชั่วโมง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเปรียบเทียบผลที่ได้ด้วยวิธีการเดียวกับข้อ 2) ในรายละเอียดการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ หัวข้อ 1.2.3

ผลการทดลอง

หลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และการทดสอบการทนต่อไอเกลือ ได้ผลดังรายละเอียดตามตารางที่ 8 และ ตารางที่ 9 ตามลำดับ

ตารางที่ 8 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กกล้าสที่หาพบจริงเว้นรอยใช้ความหนาแน่นกระแสด่างกัน
หลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอรัคออกไซด์

ความหนาแน่นกระแสด่าง/ พื้นที่ 40.20 ตร.ซม. (แอมแปร์)	การเกิดสนิมโดยประมาณ		
	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3
0.04	สนิมสีน้ำตาลเข้มกระจายทั่วแผ่น +++++ +++++ +++ (52%)	สนิมสีน้ำตาลเข้มกระจาย ++++ (17%)	สนิมสีน้ำตาลอ่อนกระจายทั่วแผ่น +++++ +++++ +++++ (61%)
0.12	สนิมกระจาย +++++ + (24%)	สนิมกระจาย +++++ +++++ +++++ (60%)	สนิมสีน้ำตาลเข้มกระจายบางๆ ++ (8%)
0.20	สนิมสีน้ำตาลบางๆ ++ (8%)	สนิมสีน้ำตาลบางๆ +++ (14%)	สนิมสีน้ำตาลบางๆ + (5%)
0.28	สนิมสีน้ำตาลเข้ม + (5%)	สนิมสีน้ำตาล ++ (8%)	สนิมเล็กน้อย +
0.40	สนิมสีน้ำตาลเข้มบางๆ ++ (8%)	สนิมสีน้ำตาลน้อยที่สุด + (5%)	สนิมสีน้ำตาลบางๆ ++ (8%)
0.81	สนิมสีน้ำตาลเข้ม +++++ ++ (28%)	สนิมสีน้ำตาลอ่อนทั่วแผ่น +++++ +++++ (68%)	สนิมสีน้ำตาลบางๆ ++ (10%)

+ เทียบกับปริมาณสนิมประมาณ 4 %

ตารางที่ 9 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กเวลาสี่ห้าปีตามพหุคูณเวชันรอยใช้ความหนาแน่นกระแสต่างกัน

หลังการทดสอบการทนต่อไอเกลือ

ความหนาแน่นกระแส/ พื้นที่ 40.20 ตร.ซม. (แอมแปร์)	การเกิดสนิมโดยประมาณ			
	ครั้งที่ 1		ครั้งที่ 2	
0.04	เกิดสนิมบางมาก	0.5%	สนิมกระจาย	20%
0.12	เกิดจุดสนิมเป็นกลุ่ม	5%	สนิมกระจาย	10%
0.20	เกิดจุดสนิม จุด	0.1%	สนิมกระจาย	13%
0.28	เกิดจุดสนิมกระจาย	0.3%	สนิมน้อยมาก	3%
0.40	เกิดจุดสนิมกระจาย	0.5%	สนิมกระจาย	17%
0.81	เกิดจุดสนิมกระจาย	0.5%	เกิดสนิมกระจาย	5%

เมื่อพิจารณาปริมาณสนิมที่ได้จากการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ความหนาแน่นกระแสที่ทำให้ผิวเคลือบเกิดสนิมน้อยอยู่ในช่วง 0.20 ถึง 0.28 แอมแปร์ต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. หรือ 5 - 7 ลูกอมป์ต่อตารางเดซิเมตร เนื่องจากแผ่นเหล็กวิลาสที่แพนซีเวชันด้วยกระแสดังกล่าวเกิดสนิมในปริมาณน้อย จึงอาจกล่าวได้ว่าทนต่อการเกิดสนิมหรือทนต่อการทดสอบได้ดี ส่วนผลการทดสอบการทนต่อไอเกลือนั้นก็ให้ผลไปในทางเดียวกัน ดังนั้น ความหนาแน่นกระแสที่เหมาะสมในการแพนซีเวชันอยู่ในช่วง 5 - 7 ลูกอมป์ต่อตารางเดซิเมตร

2.2 ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมโครโครเมต

- 1) นำแผ่นเหล็กวิลาสมาทำความสะอาดตามรายละเอียดข้อย่อยที่ 1) หัวข้อ 2.1
- 2) นำแผ่นเหล็กวิลาสจากข้อ 1) มาแพนซีเวชันในสารละลาย โซเดียมโครโครเมตเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตร ที่มีอุณหภูมิ 45°C และจัดทำให้ขั้วทั้งสองห่างกัน 4 ซม.
- 3) เปิดเครื่องแปลงไฟฟ้าผ่านกระแส 0.20 แอมแปร์ เป็นเวลา 10 วินาที จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นและเป่าให้แห้ง
- 4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 3) โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมโครโครเมตเป็น 5 10 20 30 และ 40 กรัมต่อลิตรตามลำดับ
- 5) นำแผ่นเหล็กวิลาสที่ได้ไปทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามรายละเอียดการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ข้อ 1.2.3 และการทนต่อไอเกลือตามรายละเอียดข้อ 2.1

ผลการทดสอบ

หลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และ การทดสอบการทนต่อไอเกลือ ได้ผลดังรายละเอียดตามตารางที่ 10 และ ตารางที่ 11 ตามลำดับ

ตารางที่ 10 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กวาลาสที่แพซซิเวชันรอยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ความเข้มข้น กรัม/ลิตร	การเกิดสนิมโดยประมาณ	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
1	เกิดสนิม +++++ +++++ +++++ 60%	เกิดสนิม +++++ 20%
5	เกิดสนิม +++ 11%	เกิดสนิม ++++ 18%
10	เกิดสนิม + 5%	เกิดสนิม +++ 11%
20	เกิดสนิม + 5%	เกิดสนิม ++ 10%
30	เกิดสนิม + 2%	เกิดสนิม +++ 11%
40	เกิดสนิม +++++ +++++ 40%	เกิดสนิม ++++ 12%

ตารางที่ 11 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กวาลาสที่แพซซิเวชันรอยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อไอเกลือ

ความเข้มข้น กรัม/ลิตร	การเกิดสนิมโดยประมาณ	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
1	เกิดสนิม เล็กน้อย + 4%	เกิดสนิม +++++ +++++ ++ 50%
5	เกิดสนิม เล็กน้อย + 3%	เกิดสนิม เล็กน้อย + 4%
10	เกิดสนิม เล็กน้อย 2%	เกิดสนิม ++++ 15%
20	เกิดสนิม เล็กน้อยมาก 1%	เกิดสนิม เล็กน้อย + 4%
30	เกิดสนิม เล็กน้อย + 4%	เกิดสนิม +++++ 20%
40	เกิดสนิม เล็กน้อย + 4%	เกิดสนิม +++++ 20%

จากการศึกษาการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์พบว่าแผ่นเหล็กวลาสที่เตรียมโดยจัดใช้ความเข้มข้น 20 - 30 กรัม/ลิตร จะสามารถทนต่อการเกิดสนิมได้ดีที่สุด ส่วนผลการทดสอบการทนต่อไอเกลือ ความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ 20 กรัม/ลิตร

2.3 ระยะห่างระหว่างขั้วแอโนดและแคโทด

- 1) นำแผ่นเหล็กวลาสมาทำความสะอาดตามรายละเอียดข้อย่อยที่ 1)

หัวข้อ 2.1

- 2) นำแผ่นเหล็กวลาสจากข้อ 1) มาแพซซีเวชันในสารละลายโซเดียมไดโครเมต ความเข้มข้น 30 กรัมต่อลิตร และอุณหภูมิ 45°C

- 3) จัดให้ขั้วทั้งสองอยู่ห่างกัน 2 ซม. แล้วผ่านกระแส 0.20 แอมแปร์ต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. เป็นเวลา 10 วินาที จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วเป่าให้แห้ง

- 4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 3) โดยเปลี่ยนให้ระยะห่างระหว่าง

ขั้วเป็น 3 4 5 6 และ 7 ซม. ตามลำดับ

- 5) นำแผ่นเหล็กวลาสที่ได้ไปทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามรายละเอียดการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ข้อ 1.2.3 และการทนต่อไอเกลือตามรายละเอียดในข้อ 2.1

ผลการศึกษาระยะห่างระหว่างขั้วแอโนด-แคโทด

แผ่นเหล็กวลาสที่แพซซีเวชันด้วยระยะห่างระหว่างขั้วต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และการทดสอบการทนต่อไอเกลือได้ผลดังรายละเอียดตามตารางที่ 12 และ ตารางที่ 13 ตามลำดับ

ตารางที่ 12 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กวิลาสที่แพซซิ เวชันโดยใช้ระยะห่างระหว่างขั้ว
ต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ระยะห่าง (ซม.)	การเกิดสนิมโดยประมาณ	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2	เกิดสนิม +++++ + 44%	เกิดสนิม ++++ 14%
3	เกิดสนิม +++++ 35%	เกิดสนิม ++++ 14%
4	เกิดสนิม +++++ 37%	เกิดสนิม ++++ 14%
5	เกิดสนิม +++++ 36%	เกิดสนิม +++ 13%
6	เกิดสนิม ++ 10%	เกิดสนิม +++ 12%
7	เกิดสนิม +++++ + 25%	เกิดสนิม +++ 13%

ตารางที่ 13 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กวิลาสที่แพซซิ เวชันโดยใช้ระยะห่างระหว่างขั้ว
ต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อไอเกลือ

ระยะห่าง (ซม.)	การเกิดสนิมโดยประมาณ	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2	เกิดสนิมเป็นกลุ่ม ++ 8%	เกิดสนิมบางๆ ++++ 15%
3	เกิดสนิม+++++ +++++ +++++60%	เกิดสนิมบางๆ + 3%
4	เกิดสนิม 2 จุด 1%	ไม่เกิดสนิม
5	เกิดสนิม 2 จุด 1%	เกิดสนิมเป็นจุด ++ 8%
6	เกิดสนิมเล็กน้อย + 2%	ไม่เกิดสนิม
7	เกิดสนิม 2 จุด 1%	เกิดสนิม +++++ 20%

จากการศึกษาการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์พบว่าแผ่นเหล็กวิลาสที่เตรียมโดยจัดให้มีระยะระหว่างขั้ว 6 ซม. น่าจะทนต่อการเกิดสนิมได้ดีที่สุด ส่วนผลการทดสอบการทนต่อไอเกลือ ระยะที่เหมาะสมจะอยู่ในช่วง 4 - 6 ซม.

2.4 อุณหภูมิของสารละลายโซเดียมไตรโครเมต

- 1) นำแผ่นเหล็กวิลาสมาทำความสะดวกตามรายละเอียดข้อย่อยที่ 1)

หัวข้อ 2.1

- 2) นำแผ่นเหล็กวิลาสจากข้อ 1) มาแพชชีเวชันในสารละลายโซเดียมไตรโครเมต ความเข้มข้น 30 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง (33°C)
- 3) จัดให้ขั้วทั้งสองอยู่ห่างกัน 6 ซม. แล้วผ่านกระแส 0.20 แอมแปร์ต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. เป็นเวลา 10 วินาที จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วเป่าให้แห้ง
- 4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 3) โดยเปลี่ยนใช้สารละลายที่มีอุณหภูมิ 40 45 50 55 และ 60°C ตามลำดับ
- 5) นำแผ่นเหล็กวิลาสที่ได้ไปทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามรายละเอียดการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ข้อ 1.2.3 และการทนต่อไอเกลือตามรายละเอียดในข้อ 2.1

ผลการศึกษาอุณหภูมิ

แผ่นเหล็กวิลาสที่แพชชีเวชันด้วยอุณหภูมิต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และ การทดสอบการทนต่อไอเกลือได้ผลดังรายละเอียดตามตารางที่ 14 และ ตารางที่ 15 ตามลำดับ

ตารางที่ 14 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กวิลาสที่แพซซิเวชันโดยใช้อุณหภูมิของสารละลายต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อซัลเฟอร์ไดออกไซด์

อุณหภูมิ (°C)	การเกิดสนิมโดยประมาณ	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
33	สนิม +++++ +++++ +++++ ++ 70%	สนิม +++++ +++++ +++++ 61%
40	เกิดสนิมน้อยมาก 1%	เกิดสนิมน้อย 2%
45	เกิดสนิมน้อย + 4%	เกิดสนิมน้อย + 5%
50	เกิดสนิมน้อยมาก 0.5%	เกิดสนิม +++++ + 24%
55	เกิดสนิมน้อย + 4%	เกิดสนิมน้อยมาก +++ 0.5%
60	เกิดสนิมน้อยมาก 1%	เกิดสนิม +++++ +++++ ++ 50%

ตารางที่ 15 แสดงปริมาณสนิมบนแผ่นเหล็กวิลาสที่แพซซิเวชันโดยใช้อุณหภูมิของสารละลายต่างกันหลังการทดสอบการทนต่อไอเกลือ

อุณหภูมิ (°C)	การเกิดสนิมโดยประมาณ	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
33	เกิดสนิมน้อย 2%	ไม่เกิดสนิม
40	ไม่เกิดสนิม	เกิดสนิมบางๆ กระจาย ++ 7%
45	เกิดสนิมน้อย + 4%	ไม่เกิดสนิม
50	เกิดสนิมน้อยมาก 0.5%	เกิดสนิมกระจาย ++ 5%
55	เกิดสนิมเล็กน้อยมาก 1%	เกิดสนิม ++ 6%
60	เกิดสนิมน้อย 5%	ไม่เกิดสนิม

จากผลการทดสอบการทนต่ออัลเพอร์ไดออกไซด์พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมอยู่ในช่วง 40 - 55°C ส่วนผลการทดสอบการทนต่อไอเกลืออุณหภูมิที่เหมาะสมอยู่ในช่วง 33 - 50°C

สรุปสถานะในการแพชชีเวชันที่เหมาะสม

- | | | |
|--|-------------|--------------------------------|
| 1. ความหนาแน่นกระแส | 5 - 7 | คูมบ์ต่อตารางเดซิเมตร |
| หรือกระแส | 0.20 - 0.28 | แอมแปร์ต่อพื้นที่ 40.32 ตร.ซม. |
| 2. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไดโครเมต | 20 - 30 | กรัมต่อลิตร |
| 3. ระยะห่างระหว่างขั้วแอโนด-แคโทด | 4 - 6 | เซนติเมตร |
| 4. อุณหภูมิของสารละลายโซเดียมไดโครเมต | 33 - 55°C | |

จากสถานะข้างต้น สถานะที่ดีที่สุดที่จะทำให้เกิดแพชชีเวชันฟิล์มที่มีทั้งคุณสมบัติต้านการทนต่อการกัดกร่อนในตัวกลางต่างๆได้ดี การเกาะติดของแลคเกอร์ และการเติบโตของชั้นออกไซด์ต่ำ โดยนำไปทดสอบการทนต่อการเกิดซัลไฟด์สแตน การเกาะติดของแลคเกอร์ ตลอดจนวัดการเติบโตของชั้นออกไซด์ของครีเมียม ซึ่งจะได้ทำการทดสอบดังต่อไปนี้

การทดสอบการทนต่อการเกิดคราบซัลไฟด์

- 1) เตรียมแผ่นเหล็กนิสที่ผ่านการแพชชีเวชันที่สถานะต่างๆดังต่อไปนี้

ตารางที่ 16 แสดงสภาวะในการแพซซิเวชัน

สภาวะ	ความเข้มข้นของ โซเดียมไตรโครเมต (กรัมต่อลิตร)	อุณหภูมิ สารละลาย (°C)	ระยะห่างระหว่างซี่ แอนด-แคโรด (ซม.)	ความหนาแน่นกระแส (คูอมป์ต่อตร.ซม.)
C1	20	45	6	5
C2	30	45	6	5
D1	30	45	4	5
D2	30	45	5	5
D3	30	45	6	5
T1	30	30	6	5
T2	30	45	6	5
T3	30	55	6	5
CD5	30	45	6	5
CD7	30	45	6	7

2) ตัดแผ่นตัวอย่างให้มีขนาด 4 x 4 ตร.ซม. แล้วนำไปบรรจุลงในโถแก้ว (Kilner jar) ที่มีปลาทูน่าในน้ำมันพืช (Sandwich Tuna in oil) จากนั้นปิดฝาแล้วนำไปนึ่งในหม้ออัดความดัน (Autoclave) ที่อุณหภูมิ 121°C เป็นเวลา 30 นาที

3) นำแผ่นตัวอย่างออกจากขวด กะจัดน้ำมันออก ล้างด้วยน้ำกลั่นจากนั้นเป่าให้แห้งแล้วเปรียบเทียบผลที่ได้รอยาใช้สายตาคิดปริมาณคราบที่เกิดขึ้นต่อพื้นที่ทั้งหมด

ผลการทดสอบ

แผ่นเหล็กกล้าที่ได้จากการทดสอบจะเกิดคราบ (Stain) สีม่วงในปริมาณต่างกัน
ดังตารางที่ 17

ตารางที่ 17 แสดงปริมาณคราบที่เกิดจากการทดสอบการทนต่อการเกิดคราบขี้เถ้า

สถานะในการแพชชีเวชั่น	ปริมาณคราบ (%)		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	เฉลี่ย
C20	10	40	25
C30	5	10	7.5
D4	6	20	13
D5	12	38	25
D6	5	10	7.5
T30	9	60	34.5
T45	5	10	7.5
T55	20	50	35
CD5	5	5	5
CD7	9	8	8.5

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้น 20 และ 30 กรัมต่อลิตร พบว่าแผ่นเหล็กวิลาสที่แพชชีเวชั่นที่ความเข้มข้น 30 กรัมต่อลิตรเกิดคราบน้อยกว่า นั่นหมายความว่าฟิล์มที่เกิดจากการแพชชีเวชั่นจะสามารถปกคลุมผิวดีบุกได้ดีกว่า ดังนั้นจึงทำให้เกิดดีบุกขี้เถ้าได้น้อยซึ่งทำให้เกิดคราบน้อย สำหรับในแง่ของระยะห่างระหว่างขั้วแล้วระยะที่ทำให้แผ่นเหล็กวิลาสเกิดคราบน้อยที่สุดคือ ที่ระยะ D6 ซึ่งหมายถึง 6 เซนติเมตร เมื่อเปรียบเทียบระหว่างอุณหภูมิก็พบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 45°C และระหว่างความหนาแน่นกระแส 5 และ 7 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตร พบว่าที่ความหนาแน่นกระแส 5 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตรจะดีกว่าที่ความหนาแน่นกระแส 7 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตร

การทดสอบการเกาะติดของแลคเกอร์

1) เตรียมแผ่นเหล็กวิลาสที่ผ่านการแพชชีเวชันที่สภาวะต่างๆ

2) นำแลคเกอร์ที่ใช้สำหรับเคลือบภายในกระป๋องบรรจุอาหาร ชนิด

หมายเลข Q290 - 38531 ของบริษัท ICI PAINTS (THAILAND) LIMITED เคลือบลงบนแผ่นเหล็กวิลาส ให้มีความหนา 60 ไมครอนเมตร ด้วยบาร์โคทเตอร์ (Bar coater) แล้วทิ้งไว้ประมาณ 3 ชั่วโมง

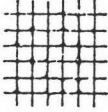
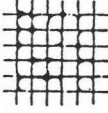

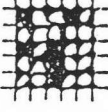
3) ใช้มีดคัทเตอร์กรีดลงบนพื้นผิวที่เคลือบแลคเกอร์โดย ให้รอยกรีดแต่ละเส้นขนานกันและห่างจากกัน 1 มิลลิเมตร จำนวน 11 เส้น ทั้งแนวตั้งและแนวนอน

4) ใช้สก็อตเทปที่มีความกว้าง 24 มิลลิเมตร ปิดลงบนตารางรอยกรีดแล้วดึง จากนั้นตรวจสอบดูการหลุดของแลคเกอร์ แล้วเปรียบเทียบกับตารางเทียบระดับมาตรฐานดังนี้



ตารางที่ 18 ระดับมาตรฐานในการวัดการเกาะติดจากการทดสอบด้วยเทป

Classification of Adhesion Test Results

Classification	Surface of cross-cut area from which flaking has occurred. (Example for six parallel cuts)
5B	None
4B	
3B	
2B	
1B	
0B	Greater than 65%

ที่มา : Standard test Methods for Measuring Adhesion by Tape test
ASTM 3359 - 90

ผลการทดสอบ

หลังการกรีดจะได้ตารางสี่เหลี่ยมจัตุรัสที่มีพื้นที่ช่องละ 1 ตารางมิลลิเมตร ประกอบกันจำนวน 100 ช่อง หลังการตรวจสอบดูการหลุดของแลคเกอร์คิดเป็นจำนวนช่องที่หลุด และเทียบระดับ ดังในตารางที่ 19

ตารางที่ 19 แสดงผลการทดสอบการเกาะติดของแลคเกอร์

สภาวะ ในการแพชชีเวชั่น	จำนวนช่องที่หลุด		ระดับ		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	เฉลี่ย
C1	95	40	0B	1B	1B
C2	7	3	3B	3B	3B
D1	60	13	1B	1B	1B
D2	37	45	1B	1B	1B
D3	3	7	3B	3B	3B
T1	87	90	0B	0B	0B
T2	3	3	3B	4B	4B
T3	4	8	3B	2B	3B
CD5	3	7	3B	3B	3B
CD7	15	11	2B	2B	2B

ผลจากการทดสอบอาจกล่าวได้ว่าการแพชชีเวชั่นที่ใช้สารละลายโซเดียมไดโครเมต ความเข้มข้น 30 กรัมต่อลิตรจะทำให้ฟิล์มที่แลคเกอร์เกาะติดได้ดีกว่า ที่ความเข้มข้น 20 กรัมต่อลิตร ที่ระยะ 6 เซนติเมตรจะทำให้ฟิล์มที่แลคเกอร์เกาะติดได้ดีกว่าที่ระยะ 4 และ 5 เซนติเมตร ที่อุณหภูมิ 45°C จะทำให้ฟิล์มที่แลคเกอร์เกาะติดได้ดีกว่าอุณหภูมิห้อง และ 55°C และที่ความหนาแน่นกระแส 5 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตรจะทำให้ฟิล์มที่แลคเกอร์เกาะติดได้ดีกว่า 7 คูลอมป์ต่อตารางเดซิเมตร

การศึกษาการเติบโตของชั้นประกอบออกไซด์

- 1) เตรียมแผ่นเหล็กที่ผ่านการแพชชีเวชันที่สภาวะต่าง ๆ ดังรายละเอียดในตารางที่ 14
- 2) วิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมออกไซด์ด้วยวิธีคัลเลอริเมตริก โดยเตรียมแผ่นตัวอย่างตามรายละเอียดในข้อ 1) หัวข้อ 3.1.1 จากนั้นนำไปต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ จำนวน 25 มิลลิลิตร ที่มีอุณหภูมิ 75°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 90 วินาที นำแผ่นตัวอย่างขึ้น ล้างด้วยน้ำกลั่น สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ได้ นำไปเติมกรดซัลฟุริก 1 : 3 จำนวน 25 มิลลิลิตร แล้วนำไปหาปริมาณโครเมียมตามรายละเอียด ข้อ 4) - 6) หัวข้อ 3.1.1
- 3) นำแผ่นตัวอย่างที่ได้จากข้อ 2) มาประกอบเข้ากับเซลล์สำหรับวิเคราะห์ทดสอบสารละลายโพสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.4 จำนวน 50 มิลลิลิตร (วิธีเตรียมดูในหัวข้อ 3.1.1) ลงในเซลล์สำหรับวิเคราะห์ หลังจากเป่าไล่ออกซิเจนด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์เป็นเวลา 3 นาที แล้วทำการทดลองบันทึกกราฟพเทน เชียลกับ เวลาโดยใช้ความหนาแน่นกระแส 250 ไมโครแอมแปร์ เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นนำกราฟที่ได้มาคำนวณหาปริมาณโครเมียมตามวิธีในภาคผนวก ข.
- 4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 2) - 3) โดยเปลี่ยนเป็นแผ่นเหล็กวิลาสที่แพชชีเวชันที่สภาวะเดียวกับข้อ 1) แต่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 210°C เป็นเวลา 10 นาที
- 5) หลังการหาปริมาณโลหะโครเมียม ทดสอบสารละลายโพสเฟตบัฟเฟอร์ออกจากเซลล์ ล้างด้วยน้ำกลั่น และสารละลายกรดไฮดรอกซิดริกเข้มข้น 0.001 โมลาร์ ลงในเซลล์สำหรับวิเคราะห์ จำนวน 50 มิลลิลิตร เป่าไล่ออกซิเจนด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ 5 นาที แล้วบันทึกกราฟพเทน เชียลกับ เวลาที่ความหนาแน่นกระแส 50 ไมโครแอมแปร์ เป็นเวลา 3 นาที
- 6) คำนวณปริมาณออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น

ผลการทดลอง

ปริมาณโครเมียมออกไซด์หลังการอบแผ่นเหล็กวิลาสในแต่ละสภาวะ แสดงในตารางที่ 20

ตารางที่ 20 แสดงการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของฟิล์มแพซซีเวชันหลังการอบ

สภาวะ	ปริมาณโครเมียมก่อนอบ (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)		ปริมาณโครเมียมหลังอบ (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)		ΔCrO_x (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)
	$(\text{CrO}_x)_1$	Cr^0	$(\text{CrO}_x)_2$	Cr^0	
C ₁	4.25	0.117	4.30	0.067	0.05
C ₂	3.55	0.351	3.58	0.321	0.03
D ₁	2.66	0.423	2.71	0.383	0.05
D ₂	3.66	0.369	3.69	0.339	0.03
D ₃	3.55	0.351	3.59	0.311	0.04
T ₁	3.40	0.279	3.47	0.209	0.07
T ₂	3.55	0.351	3.58	0.331	0.03
T ₃	2.43	0.291	2.48	0.303	0.05
CD5	3.55	0.351	3.57	0.321	0.02
CD7	2.49	0.486	2.52	0.456	0.03

จากผลการทดลอง พบว่าการเพิ่มของโครเมียมออกไซด์อยู่ในช่วง 0.2 - 0.5 ไมโครกรัม/ตร.ซม. ส่วนผลการหาปริมาณดีบุกออกไซด์ จากการทดลองบันทึกกราฟเพนเซียลกับเวลา พบว่า กราฟที่ได้มีลักษณะดังรูปที่ 7 ในหัวข้อ 3.3.2 ซึ่งไม่ตรงกับทฤษฎี ดังนั้นปริมาณดีบุกออกไซด์จึงไม่สามารถคำนวณได้ในขั้นนี้

3. การศึกษาปริมาณโครเมียมในชั้นแพทช์เวชันด้วยวิธีอัลเลอริเมตริกและคูลอมเมตริก

3.1 โครเมียมส่วนที่ละลายในสารละลายต่างโรเซียมไฮดรอกไซด์

3.1.1 การศึกษาความเข้มข้นของสารละลายต่างโรเซียมไฮดรอกไซด์ในการสกัด การเตรียมสารละลาย

สารละลายโครเมตมาตรฐาน ก. (1 มิลลิลิตร = 0.5 มิลลิกรัม Cr)

ละลายโพแทสเซียมโครเมต 1.410 กรัมด้วยน้ำกลั่นแล้วเจือจางให้มีปริมาตรรวม 1.0 ลิตร

สารละลายโครเมตมาตรฐาน ข. (1 มิลลิลิตร = 10.0 ไมโครกรัม Cr)

ปิเปตสารละลายมาตรฐาน ก. 20 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1.0 ลิตร จากนั้นเจือจางให้มีปริมาตรรวม 1.0 ลิตร

สารละลายไดฟีนิลคาร์บาไซด์

ละลายไดฟีนิลคาร์บาไซด์ 0.25 กรัม ด้วยสารละลายอะซีโตน 50 เปอร์เซ็นต์ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นเก็บสารละลายไว้ในที่มืด

การสกัด

1) ใช้สิชนิดเดียวกับข้อ 1.2.6 ทาที่ด้านหลังของแผ่นเหล็กวลาสที่งไว้ให้แห้งแล้วนำมาตัดเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 3 x 3 ตร.ซม.

2) เทสารละลายโรเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 มิลลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตรใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร นำไปต้มจนเดือดแล้วจึงใส่แผ่นตัวอย่างลงไปต้มต่อเป็นเวลา 90 วินาที จากนั้นล้างแผ่นตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น แล้วเทสารละลายโรเซียมไฮดรอกไซด์ลงในบีกเกอร์อีกใบหนึ่ง

3) เทสารละลายกรดซัลฟูริก 1:3 ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ใบเดิม นำไปต้มจนเดือดแล้วจึงนำแผ่นตัวอย่างจากข้อ 2) มาต้มเป็นเวลา 60 วินาที จากนั้นเทสารละลายกรดที่ได้ออกมาพร้อมกับบีกเกอร์ใบแรก ล้างแผ่นตัวอย่างและบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่น

4) นำสารละลายผสมไปต้มจนกระทั่งเดือด แล้วจึงหยดสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตอิมตัว 2 หยด ต้มสารละลายต่อไปเป็นเวลา 5 นาทีเพื่อให้โครเมียมเกิดออกซิเดชันอย่างสมบูรณ์ จากนั้นเติมกรดไฮดรอกลอร์ิกเข้มข้น 5 หยด เป็น

การกำจัดฟอสเฟตในน้ำโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

5) เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นทำให้มีอุณหภูมิประมาณ 21°C เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

6) ตั้งสารละลายทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที ก่อนนำสารละลายไปวัดการดูดกลืนแสงที่ 540 นาโนเมตร

7) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 6) โดยเปลี่ยนใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2 โมลาร์ และหลังจากต้มตัวอย่างในสารละลายกรดซัลฟูริกแล้ว ควรเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เพื่อปรับพีเอชให้ใกล้เคียงกับกรณีที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์

ผลการทดลอง

ปริมาณครีเมียมที่ได้คิดเป็นไมโครกรัมต่อตารางเซนติเมตรดังแสดงในตารางที่ 21

ตารางที่ 21 ผลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อปริมาณครีเมียมที่สกัดได้

NaOH (M)	ปริมาณครีเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
1	7.93	7.93	7.62	7.82
2	7.59	7.71	7.78	7.69

จากผลการศึกษาพบว่าการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ สามารถสกัดได้ครีเมียมมากกว่ากรณีที่ใช้ความเข้มข้น 2 โมลาร์

3.1.2 การศึกษาเวลาที่ใช้ในการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

- 1) นำแผ่นตัวอย่างที่เตรียมด้วยวิธีการเดียวกับข้อ 1) หัวข้อ 3.1.1 มาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 รมลาร์ เป็นเวลา 30 60 90 และ 120 วินาทีตามลำดับ จากนั้นล้างแผ่นตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น เทสารละลายลงในปิเปตอร์อีกใบหนึ่ง
- 2) นำแผ่นตัวอย่างจากข้อ 1) มาต้มในกรดซัลฟูริก 1:3 ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เป็นเวลา 60 วินาที เทสารละลายที่ได้รวมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จากข้อ 1)
- 3) ทำการทดลองเหมือนข้อ 4) - 6) ในหัวข้อ 3.1.1

ผลการทดลอง

ปริมาณครีเมียมที่ได้คิดเป็นไมโครกรัมต่อลิตร ดังแสดงในตารางที่ 22 ดังนี้

ตารางที่ 22 ผลของเวลาในการสกัดต่อปริมาณครีเมียมที่สกัดได้

เวลาในการสกัด (วินาที)	ปริมาณครีเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
30	6.70	6.09	5.69	6.16
60	7.11	7.01	6.90	7.00
90	7.93	7.59	7.31	7.61
120	6.30	6.13	5.28	5.90

จากผลการศึกษาเวลาในการสกัดครีเมียมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 รมลาร์ พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์จาก 30 วินาที เป็น 60 และ 90 วินาที ปริมาณครีเมียมที่สกัดได้จะเพิ่มขึ้นตามลำดับ ส่วนเวลา 120 วินาทีจะสกัดได้น้อยที่สุด และจากตารางจะเห็นว่าเมื่อใช้เวลา 90 วินาทีจะสกัดครีเมียมได้มากที่สุด

3.1.3 การศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์
 นำแผ่นตัวอย่างที่เตรียมด้วยวิธีการเดียวกับข้อ 1) หัวข้อ 3.1.1
 มาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 รมลาร์ ที่อุณหภูมิ 50 75 และ
 อุณหภูมิที่จุดเดือด จากนั้นนำไปต้มในกรดแล้วนำไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยวิธีการเดียวกับข้อ 3)
 ถึงข้อ 6) ในหัวข้อ 3.1.1

ผลการทดลอง

ปริมาณครีเมียมที่ได้คิดเป็นไมโครกรัมต่อลิตร ดังแสดงในตารางที่ 23 ดังนี้

ตารางที่ 23 ผลของอุณหภูมิต่อปริมาณครีเมียมที่สกัดได้

อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณครีเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
50	8.20	8.27	8.78	8.41
75	8.78	8.72	8.54	8.68
เดือด	8.37	8.21	7.59	8.06

จากการศึกษาอุณหภูมิในการสกัดพบว่าสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอุณหภูมิทั้ง 3
 สามารถสกัดครีเมียมได้ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน แต่ที่อุณหภูมิ 75°C จะสกัดครีเมียมได้
 มากที่สุด

3.2 วัตรเตรียมส่วนที่ไม่ละลายในสารละลายต่างวัตรเตรียมไฮดรอกไซด์

3.2.1 พีเอชของสารละลายบัฟเฟอร์

สารละลาย

NaH_2PO_4 pH 5.1

ละลาย $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 44.23 กรัมด้วยน้ำกลั่น จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 + \text{NaOH}$ pH 6.0

ละลาย $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 44.23 กรัมด้วยน้ำกลั่น จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร แล้วนำสารละลายที่ได้ไปปรับพีเอชด้วยวัตรเตรียมไฮดรอกไซด์

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ pH 7.4

เตรียมได้โดยผสม สารละลายวัตรเตรียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Sodium dihydrogen phosphate) 8 กรัมต่อลิตร จำนวน 200 มิลลิลิตร กับสารละลายวัตรเตรียมไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Disodiumhydrogen phosphate) 9.5 กรัมต่อลิตรจำนวน 800 มิลลิลิตร

วิธีการทดลอง

1) ตัดแผ่นเหล็กวิลาสให้มีขนาดประมาณ 2 x 2 ตร.ซม. (พื้นที่ที่จะทำการทดลอง 1 ตร.ซม.) แล้วประกอบเข้ากับเซลล์สำหรับวิเคราะห์

2) เทสารละลายผสมของวัตรเตรียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตกับวัตรเตรียมไฮดรอกไซด์ พีเอช 5 จำนวน 50 มิลลิลิตร ลงในเซลล์ เป่าไล่ออกซิเจนด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ประมาณ 3 นาที

3) ทำการทดลอง บันทึกกราฟพเทนเทียบกับเวลาโดยตั้งให้กระแสคงที่ 250 ไมโครแอมแปร์ เป็นเวลา 3 นาที

4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึง 3) โดยเปลี่ยนใช้สารละลายผสมของวัตรเตรียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต กับ วัตรเตรียมไฮดรอกไซด์ พีเอช 6 และสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.4 ตามลำดับ จากนั้นเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้

ผลการทดลอง

นํากราพระหว่างโพเทนเชียลกับเวลาที่ไ้จากการเกิดแอนดิกออกซิเดชันของโลหะโครเมียมในสารละลายที่มี พีเอช 5 6 และ 7 มาคำนวณตามรายละเอียดในภาคผนวก จ. ได้ค่าตามตารางที่ 24

ตารางที่ 24 แสดงปริมาณโลหะโครเมียมที่เกิดแอนดิกออกซิเดชันในสารละลายพีเอชต่างกัน

พีเอช	ปริมาณโลหะโครเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
5.1	1.35	1.41	1.39	1.38
6.0	1.30	1.35	1.34	1.33
7.4	1.50	1.35	1.51	1.45

จากตารางปริมาณโครเมียมที่เกิดแอนดิกออกซิเดชัน คำนวณไ้จากการใช้สารละลายที่มี พีเอช 7 จะมากกว่า กรณีที่ใช้พีเอช 5 และพีเอช 6 ตามลำดับ

3.2.2 ความหนาแน่นกระแสในการเกิดออกซิเดชัน

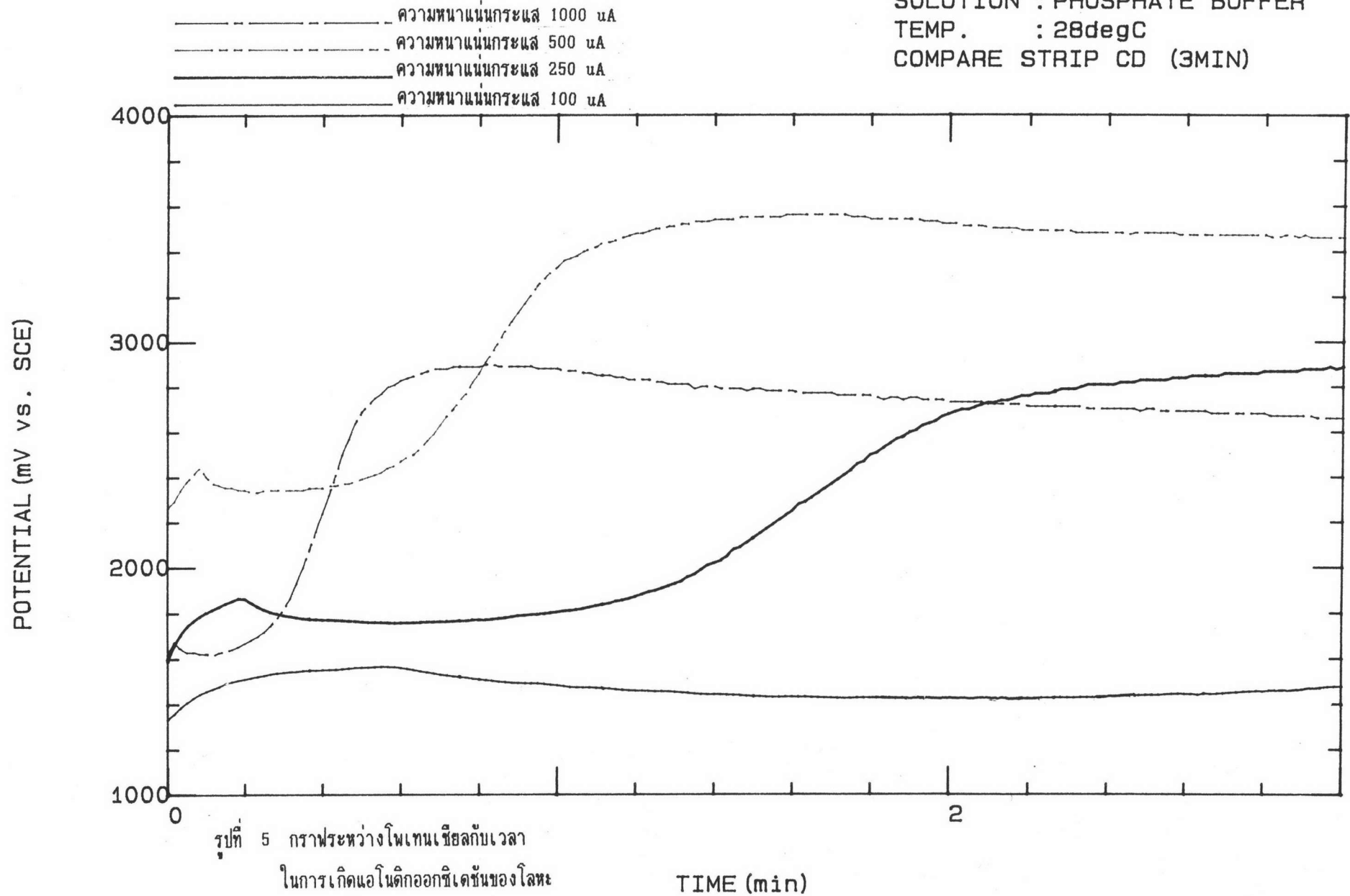
- 1) ตัดแผ่นเหล็กวิลลาสาให้มีขนาดประมาณ 2 x 2 ตร.ซม. (พื้นที่ที่จะทำการทดลอง 1 ตร.ซม.) แล้วประกอบเข้ากับเซลล์สำหรับวิเคราะห์
- 2) เทสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.4 จำนวน 50 มิลลิลิตรลงในเซลล์ เป่าไล่ออกซิเจนด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ประมาณ 3 นาที
- 3) ทำการทดลองบันทึกกราฟโพเทนเชียลกับเวลา อดยาศัยความหนาแน่นกระแส 100 250 500 และ 1000 ไมโครแอมแปร์ตามลำดับเป็นเวลา 3 นาที จากนั้นเปรียบเทียบกราฟที่ไ้

ผลการทดลอง

กราฟระหว่างค่าพหุคูณเชื่อมกับเวลา ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ มีลักษณะดัง
รูปที่ 5

SAMPLING INTERVAL: 1 sec

SPECIMEN : TINPLATE
SOLUTION : PHOSPHATE BUFFER
TEMP. : 28degC
COMPARE STRIP CD (3MIN)



รูปที่ 5 กราฟระหว่างโพเทนเชียลกับเวลา
ในการเกิดแอนโอดออกซิเดชันของโลหะ
โดยเป็นศักย์ความหนาแน่นกระแสต่าง ๆ

3.2.3 การมือออกซิเจนในระบบและในอิเล็กโตรไลต์

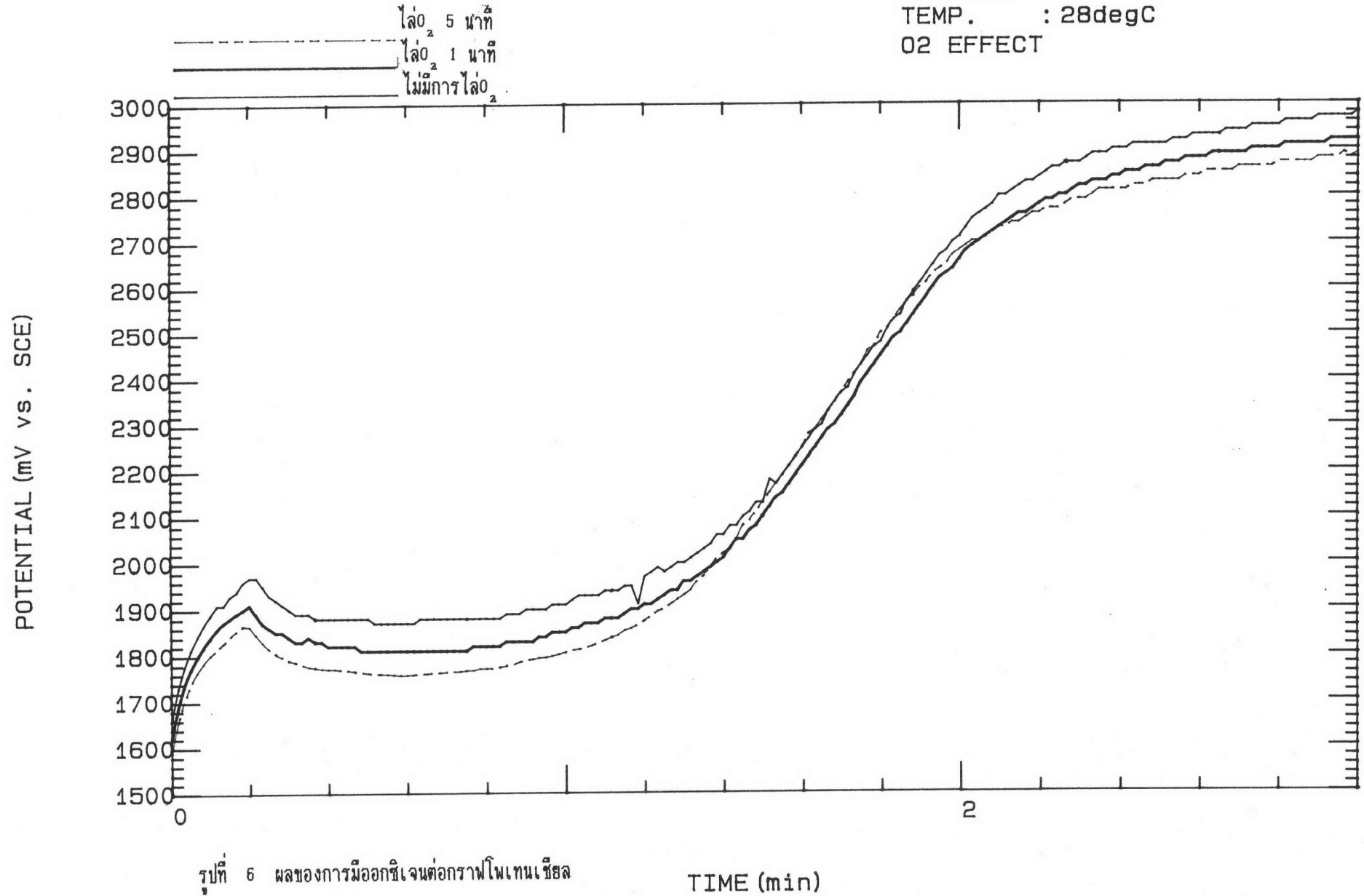
- 1) ตัดแผ่นเหล็กกิวลาสาให้มีขนาดประมาณ 2×2 ตร.ซม. (พื้นที่ที่จะทำการทดลอง 1 ตร.ซม.) แล้วประกอบเข้ากับเซลล์สำหรับวิเคราะห์
- 2) เทสารละลายโพสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.4 จำนวน 50 มิลลิลิตรลงในเซลล์ โดยไม่มีการเป่าไล่ออกซิเจน
- 3) ทำการทดลองบันทึกกราฟโพเทนเชียลกับเวลา โดยใช้ความหนาแน่นกระแส 250 ไมโครแอมแปร์ เป็นเวลา 3 นาที
- 4) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึง 3) โดยเปลี่ยนให้มีการเป่าไล่ออกซิเจนเป็นเวลา 1 และ 5 นาที ตามลำดับ จากนั้นเปรียบเทียบผลที่ได้

ผลการทดลอง

กราฟระหว่างค่าโพเทนเชียลกับเวลา ที่ความหนาแน่นกระแสต่างๆ มีลักษณะดังรูปที่ 6 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้เวลานานในการเป่าไล่ออกซิเจนนานขึ้นจะทำให้กราฟที่ได้มีลักษณะเรียบขึ้น

SAMPLING INTERVAL: 1 sec

SPECIMEN : TINPLATE
SOLUTION : PHOSPHATE BUFFER
TEMP. : 28degC
O₂ EFFECT



รูปที่ 6 ผลของการมีออกซิเจนต่อกราฟโพเทนเชียล

TIME (min)

3.3 การศึกษาการใช้อิทธิพลของกระแสไฟฟ้า

3.3.1 ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชัน $\text{Cr(0)} \rightarrow \text{Cr(VI)}$

1) เตรียมแผ่นเหล็กกล้าด้วยรายละเอียดข้อ 1) ในหัวข้อ

3.1.1 (แผ่นตัวอย่างขนาด 3 x 3 ตร.ซม)

2) นำแผ่นตัวอย่างไปต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ จำนวน 25 มิลลิลิตร ที่มีอุณหภูมิ 75°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 90 วินาที จากนั้นนำแผ่นตัวอย่างขึ้น ล้างด้วยน้ำกลั่น

3) นำแผ่นตัวอย่างจากข้อ 2) มาประกอบเข้ากับเซลล์สำหรับวิเคราะห์ เทสสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์ พีเอช 7.4 จำนวน 50 มิลลิลิตร ลงในเซลล์เพื่อใส่ ออกซิเจนด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ประมาณ 3 นาที

4) ทำการทดลอง บันทึกกราฟพเทนเทียบกับเวลา โดยใช้เวลาหนาแน่นกระแส 250 ไมครอมแปร์ เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นนำกราฟที่ได้มาคำนวณค่า Q ที่ใช้ในการเกิดแอนดิกออกซิเดชัน

5) นำสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์หลังการทดลองในข้อ 4) มาปรับพีเอชด้วยกรดซัลฟูริกให้มีพีเอช 1 เทสสารละลายที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วนำไปทำให้มีอุณหภูมิประมาณ 21°C

6) เติมสารละลายไดฟิโนคาร์บาไซด์ 0.25 เปอร์เซ็นต์ ในสารละลายอะซิโตน 50 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 3 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

7) นำสารละลายไปวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร คำนวณปริมาณโลหะโครเมียมที่ได้ (ไมครกรัม ต่อ ตร.ซม) เพื่อไปใช้หาค่า Q_1 ด้วยวิธีการตามรายละเอียดในภาคผนวก ข.

8) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 4) จากนั้นนำสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์ที่ได้มาปรับพีเอชด้วยกรดซัลฟูริกให้มีพีเอช 1 แล้วนำไปต้มจนกระทั่งเดือด แล้วหยดสารละลายอิมตัวของแพลตตินัมเปอร์มังกานีส 2 หยด ต้มสารละลายต่อไปเป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้โครเมียมเกิดออกซิเดชันอย่างสมบูรณ์ จากนั้นเติมกรดไฮดรคลอริกเข้มข้น 5 หยด เพื่อกำจัดแพลตตินัมเปอร์มังกานีสส่วนเกิน ต้มสารละลายต่อจนสีจางหายไป

9) เทสสารละลายในข้อ 8) ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100

มิลลิลิตร จากนั้นทำหำที่มีอุณหภูมิประมาณ 21°C เติมสารละลายไตฟีนอลคาร์บาไซด์ 3 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

10) นำสารละลายไปวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร คำนวณปริมาณโครเมียมที่ได้ เพื่อนำไปหาปริมาณโครเมียม (III)

ผลการทดลอง

ปริมาณโครเมียมในสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์ หาด้วยวิธีคัลเลอร์เมตริก คำนวณได้ดังแสดงในตารางที่ 25

ตารางที่ 25 แสดงปริมาณโครเมียมในสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์

หลังการเกิดแอนติออกซิเดชัน

ครั้งที่	ปริมาณ Cr ₁ (หลังออกซิไดซ์) (Cr(VI) + Cr(III)) (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)	ปริมาณ Cr ₂ (Cr(VI)) (ไมโครกรัม)	Cr(III) (Cr ₁ - Cr ₂) (ไมโครกรัม)
1	2.041	0.544	1.497
2	2.962	0.607	2.355
3	3.305	0.192	3.113
เฉลี่ย	2.769	0.448	2.322

ปริมาณกระแส Q ที่คำนวณได้จากกราฟ และปริมาณกระแสที่ทำให้เกิดแอนติออกซิเดชันของโลหะโครเมียม Q₁ ที่คำนวณได้เปรียบเทียบกับกันดังในตารางที่ 26

ตารางที่ 26 แสดงค่า Q ที่คำนวณได้จากกราฟและ Q_1 ที่ได้จากการหา Cr(VI)

ในสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์

ครั้งที่	Q (มิลลิกรัม)	$Q_1 = 11.1 \times Cr_1^*$ (มิลลิกรัม)
1	7.50	23.66
2	8.57	32.88
3	3.65	36.69
เฉลี่ย	6.57	30.74

* Cr ในหน่วย ไมโครกรัม/ตร.ซม.

3.3.2 ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ทำให้เกิดหินออกไซด์ขณะทำการวิเคราะห์

การหาปริมาณหิน (II) ออกไซด์ด้วยวิธีไทลอมเมตริก (3, 12, 13)

- 1) นำแผ่นเหล็กวลาสที่รีฟส์แล้ว แต่ยังไม่ผ่านการแพชซีเวชัน ไปอบที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 2) นำแผ่นเคลือบดีบุกจากข้อ 1 มาตัดให้เป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 2 x 2 ตร.ซม. (พื้นที่ที่ถูกวิเคราะห์ 1 ตร.ซม.) แล้วประกอบเข้ากับเซลล์สำหรับวิเคราะห์
- 3) เทสารละลายกรดไฮโดรโบรมิก เข้มข้น 0.001 โมลาร์ลงในเซลล์สำหรับวิเคราะห์จำนวน 50 มิลลิลิตร เป่าไล่ออกซิเจนด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ประมาณ 5 นาที
- 4) ทำการทดลองบันทึกกราฟเพเทนเซียลกับเวลาโดยตั้งให้กระแสคงที่ 50 ไมโครแอมแปร์ เป็นเวลา 3 นาที
- 5) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) ถึงข้อ 4) โดยเปลี่ยนใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.001 โมลาร์

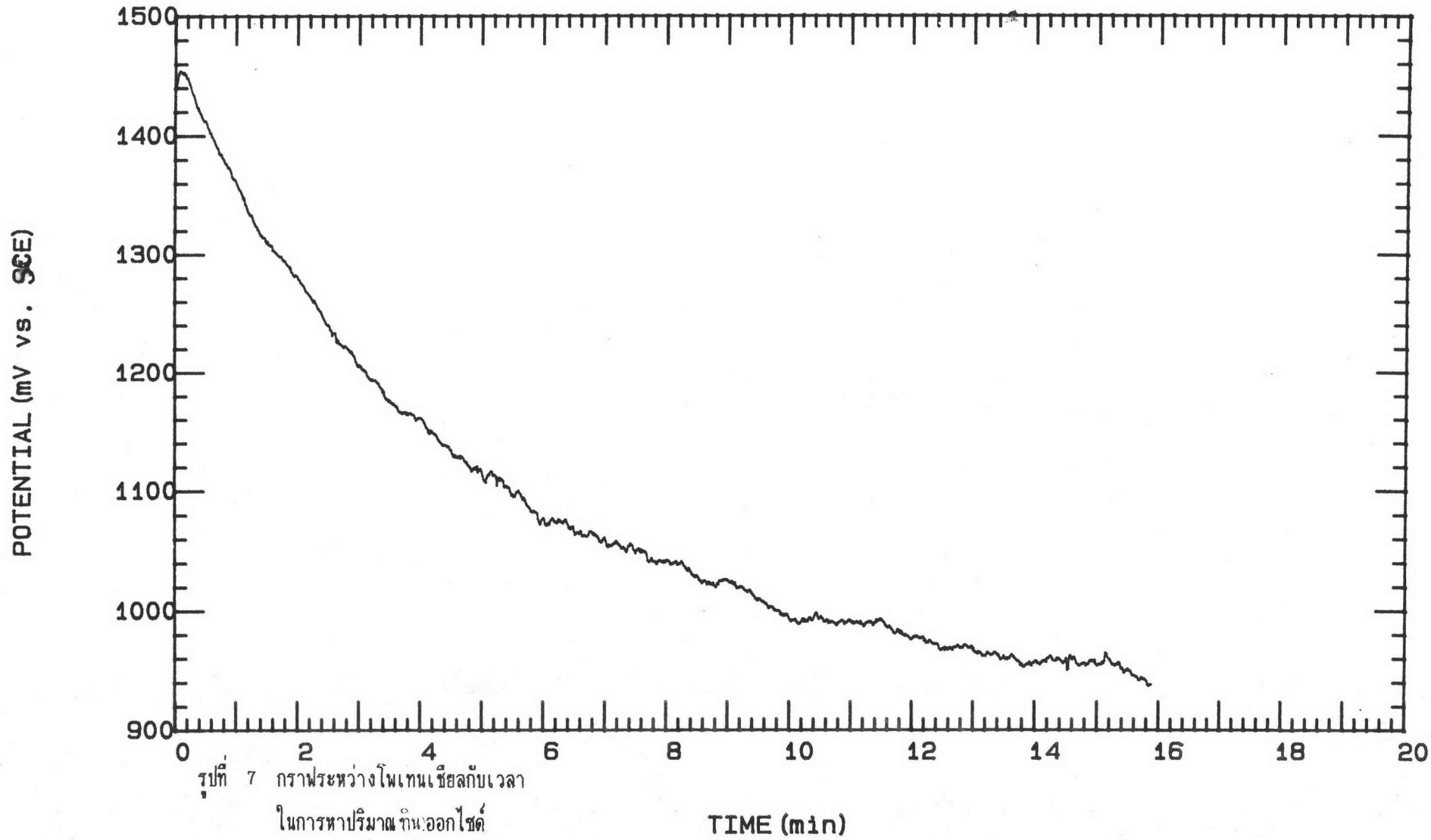
ผลการทดลอง

กราฟระหว่างโพเทนเชียลกับเวลาที่ได้จากการใช้สารละลายกรดไฮโดรโบรมิก และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกได้ผลคล้ายกัน ซึ่งไม่ตรงกับกราฟโพเทนเชียลกับเวลา ดังปรากฏในเอกสารอ้างอิง ส่วนกราฟที่ได้ดังในรูปที่ 7 และ 8



SAMPLING INTERVAL: 1 sec

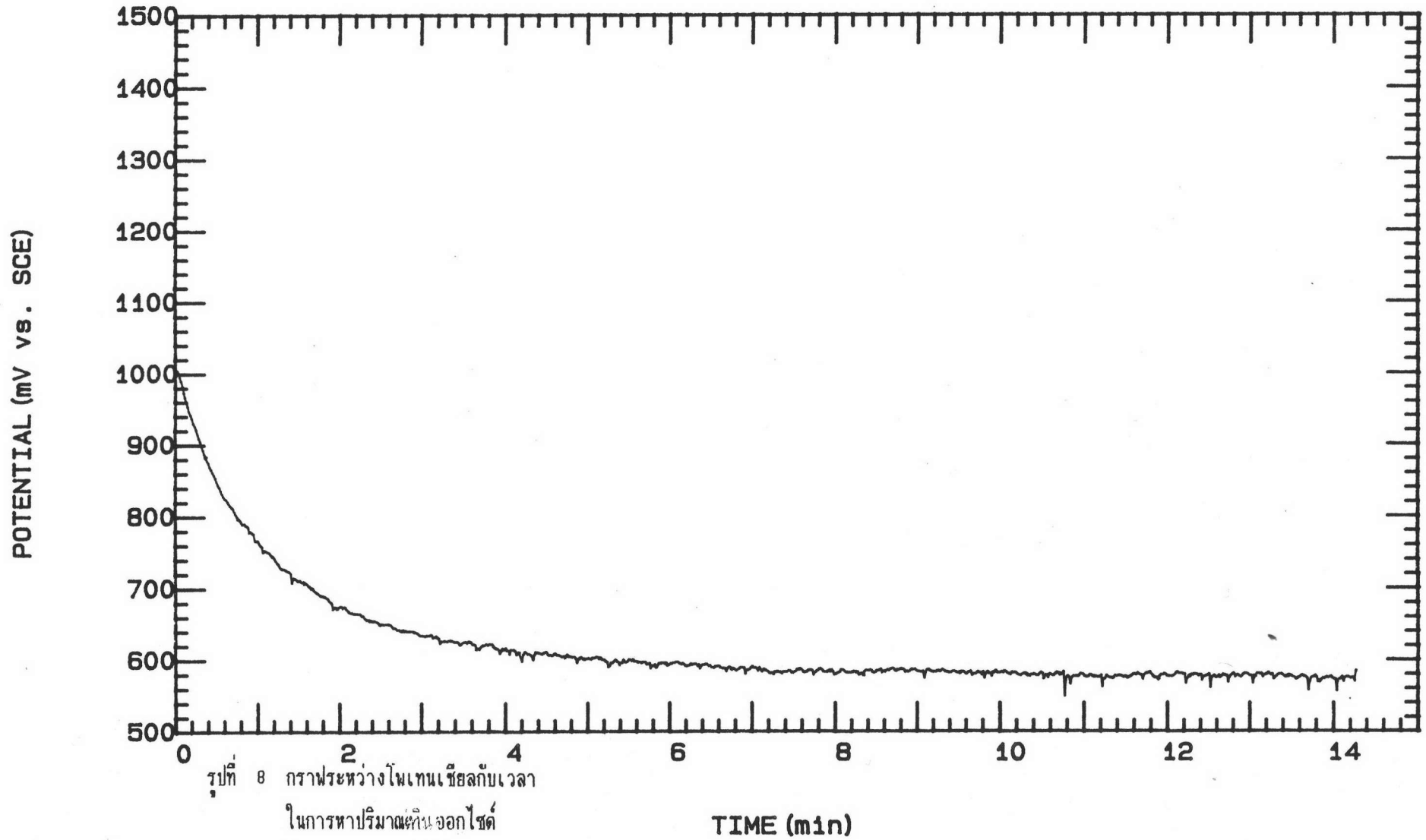
SPECIMEN : TINPLATE
SOLUTION : 0.001M HBr
TEMP. : 26degC
AREA 1cm2



รูปที่ 7 กราฟระหว่างโพเทนเชียลกับเวลา
ในการหาปริมาณ ก๊าซออกไซด์
ในสารละลายกรดไฮโดรโบรอมิก

SAMPLING INTERVAL: 1 sec

SPECIMEN : TINPLATE
SOLUTION : 0.001M HCl
TEMP. : 28degC
TEST EX



3.4 ปริมาณโครเมียมที่หาด้วยวิธีคลอริเมตริกและคูอมเมตริก

- 1) เตรียมแผ่นเหล็กวลาสตังรายละเอียด ข้อ 1) หัวข้อ 3.1.1 (แผ่นตัวอย่างขนาด 3 x 3 ตร.ซม.)
- 2) ทำการทดลองตามรายละเอียด ข้อ 2) - 4) หัวข้อ 3.3.1
- 3) สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นำไปหาปริมาณโครเมียมออกไซด์โดยการเติมกรดซัลฟูริก 1 : 3 จำนวน 25 มิลลิลิตร แล้วนำไปต้มเพื่อออกซิไดส์โครเมียมตามรายละเอียดข้อ 4) - 6) หัวข้อ 3.1.1 กำหนดปริมาณโครเมียมต่อพื้นที่ 1 ตารางเซนติเมตร

ผลการทดลอง

เนื่องจากการศึกษาการใช้กระแสไฟฟ้าไม่สามารถหาปริมาณไฟฟ้าที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาของทิน(II)ออกไซด์ทั้งหมดได้ ดังนั้นจึงไม่สามารถเปรียบเทียบระหว่าง Q และ $Q_1 + Q_2$ เพื่อหาประสิทธิภาพในการเกิดออกซิเดชันของ $Cr(0) \rightarrow Cr(VI)$ ได้ ดังนั้นในการคำนวณปริมาณโลหะโครเมียมด้วยวิธีคูอมเมตริกจึงคำนวณจากค่า Q

ปริมาณโครเมียมที่อยู่ในรูปโครเมียมออกไซด์ และโลหะโครเมียมที่ได้จากวิธีรวมระหว่างคลอริเมตริกและคูอมเมตริกแสดงในตารางที่ 27 ดังต่อไปนี้

ตารางที่ 27 แสดงปริมาณโครเมียมที่อยู่ในรูปโครเมียมออกไซด์และโลหะโครเมียม หาด้วยวิธี
คัลเลอรีเมตริกและกลอมเมตริก

ตัวอย่าง ที่	ปริมาณโครเมียม ที่อยู่ในรูป CrO_x (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)	ปริมาณโครเมียม จากกราฟ (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)	ปริมาณโครเมียมรวม (ไมโครกรัม/ ตร.ซม.)
1	2.25	1.48	3.73
2	1.98	1.51	3.49
3	1.73	1.51	3.24
เฉลี่ย	1.99	1.50	3.49

4. การศึกษาปริมาณโครเมียมในชั้นฟิล์มแพซซีเวชันด้วยวิธีคัลเลอรีเมตริก

4.1 โครเมียมส่วนที่สามารถละลายในสารละลายต่างที่ร้อน

1) นำแผ่นตัวอย่างที่เตรียมด้วยวิธีการเดียวกับข้อ 1) หัวข้อ 3.1.1 มาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ที่มีอุณหภูมิ 75°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 90 วินาที จากนั้นล้างแผ่นตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น เทสารละลายลงในปิកเกอร์อีกใบหนึ่ง

2) เติมกรดซัลฟูริก 1 : 3 ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จากข้อ 1)

3) ทำการทดลองตามรายละเอียดข้อ 4) - 6) ในหัวข้อ 3.1.1

ผลการทดลอง

ปริมาณโครเมียมที่ได้คิดเป็นไมโครกรัม ต่อตร.ชม. ดังแสดงในตารางที่ 28

ตารางที่ 28 ปริมาณโครเมียมที่ละลายในสารละลายต่าง

ครั้งที่	ปริมาณโครเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ชม.)
1	0.76
2	0.50
3	1.02
เฉลี่ย	0.76

4.2 โครเมียมส่วนที่ไม่ละลายในสารละลายต่างที่ร้อน

- 1) นำแผ่นตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1) หัวข้อ 4.1 มาต้มในสารละลายกรดซัลฟูริก 1 : 3 ที่เดือดเป็นเวลา 60 นาที ล้างแผ่นตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น
- 2) เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ จำนวน 25 มิลลิลิตรลงในสารละลายกรดจากข้อ 1) แล้วทำการทดลองตามรายละเอียดข้อ 4) - 6) ในหัวข้อ 3.1.1

ผลการทดลอง

ปริมาณโครเมียมที่ได้คิดเป็นไมโครกรัม/ตร.ชม. ดังแสดงในตารางที่ 29

ตารางที่ 29 ปริมาณโครเมียมที่ไม่ละลายในสารละลายต่าง

ครั้งที่	ปริมาณโครเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)
1	6.69
2	6.17
3	6.39
เฉลี่ย	6.41

ปริมาณโครเมียมรวม หาได้จากผลรวมของปริมาณโครเมียมที่ละลายในสารละลายต่าง และปริมาณโครเมียมที่ไม่ละลายในสารละลายต่าง ดังในตารางที่ 30

ตารางที่ 30 ปริมาณโครเมียมรวมที่หาได้จากวิธีคัลเลอรีเมตริก

ครั้งที่	Cr ในรูปโครเมียมออกไซด์ (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)	โลหะโครเมียม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)	โครเมียมรวม (ไมโครกรัม/ตร.ซม.)
1	0.76	6.69	7.45
2	0.60	6.17	6.67
3	1.02	6.39	7.41
เฉลี่ย	0.76	6.41	7.17

5. การศึกษาปริมาณโครเมียมในชั้นฟิล์มแพซซีเวชันด้วยวิธีอินดักทีฟ คับเปิล พลาสมา

1) นำแผ่นตัวอย่างที่เตรียมด้วยวิธีการเดียวกับข้อ 1) หัวข้อ 3.1.1 มาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ที่มีอุณหภูมิ 75°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 90 วินาที จากนั้นล้างแผ่นตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น เทสารละลายที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

2) นำแผ่นตัวอย่างจากข้อ 1 มาต้มในสารละลายกรดซัลฟูริก 1 : 3 ที่เดือดเป็นเวลา 60 วินาที ล้างแผ่นตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นเทสารละลายที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3) นำสารละลายในสภาพต่าง และกรดจากข้อ 1) และข้อ 2) ไปวิเคราะห์หาโครเมียมด้วยวิธีอินดักทีฟ คับเปิล พลาสมา โดยการใช้สารละลายมาตรฐาน 2 ชุด คือ สารละลายมาตรฐานของโครเมียมในกรด และสารละลายมาตรฐานของโครเมียมในต่างตามลำดับ

ผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีอินดักทีฟ คับเปิล พลาสมา เตรียมสารละลายมาตรฐานและกราฟมาตรฐาน (Standard Curve) แยกระหว่างกราฟมาตรฐานของโครเมียมในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกราฟมาตรฐานของโครเมียมในสารละลายกรดซัลฟูริก ดังในตารางที่ 31 และ ตารางที่ 32 ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP Perkin-Elmer Plasma - 1000
ซึ่งมีสถานะในการวิเคราะห์ ดังนี้

Power levels - Forward : 1214 watts
True : 1214 watts
Reflected 0 watts

Argon Flows - Nebulizer : 1.000 L/min
Auxiliary : 0.4 L/min
Plasma : 14 L/min

Pump Rate 1.0 mL/min

Element Name : Cr 205

Wavelengths : 205.549

Heights : 14 mm

ตารางที่ 31 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณโครเมียมมาตรฐานในสารละลาย
โซเดียมไฮดรอกไซด์กับความเข้ม (Intensity) เฉลี่ย

ปริมาณโครเมียม (ไมโครกรัม)	ความเข้ม	% CV*
0	685.6326	1.04
10	1128.374	0.37
20	1583.735	0.94
100	5195.092	0.96

CV* = coefficient of variation จากการวิเคราะห์ตัวอย่างเดียวกัน 4 ครั้ง

ตารางที่ 32 แสดงปริมาณโครเมียมในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP

ลำดับตัวอย่าง	ความเข้มข้น (PPM)	% CV*	ปริมาณโครเมียม
1	<0.006	73.44	<0.6
2	0.0051	29.92	0.51
3	0.0105	6.89	1.05

ปริมาณโครเมียมมาตรฐานในสารละลายกรด นามาหาความเข้มข้นสำหรับกราฟ
มาตรฐานได้ดังตารางที่ 33 และหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างในสารละลายกรดได้ผลดังตาราง
ที่ 34

ตารางที่ 33 แสดงความเข้มข้นของสารละลายโครเมียมมาตรฐานในสารละลายกรด

ความเข้มข้น (ppm)	ความเข้มเฉลี่ย	% CV
Blank (0)	654.25	0.40
10	1066.260	0.46
20	1455.881	0.32
100	4720.945	0.52

ตารางที่ 34 แสดงปริมาณโครเมียมในสารละลายกรดซัลฟูริก วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP

ลำดับตัวอย่าง	ความเข้มข้น (ppm)	% CV	ปริมาณโครเมียม (ไมโครกรัม)
1	0.0678	2.11	6.78
2	0.0572	3.28	5.72
3	0.0581	0.71	5.81

นำผลการทดลองมาเปรียบเทียบปริมาณโครเมียมที่อยู่ในรูปสารประกอบกับโลหะโครเมียม ดังตารางที่ 35

ตารางที่ 35 แสดงปริมาณโครเมียมที่อยู่ในรูปสารประกอบและโลหะโครเมียม วิเคราะห์ด้วย ICP

ลำดับตัวอย่าง	ปริมาณCr(III) (ไมโครกรัม)	ปริมาณ Cr(0) (ไมโครกรัม)	ปริมาณโครเมียมรวม (ไมโครกรัม)
1	<0.6	6.78	<6.84
2	0.51	5.72	6.23
3	1.05	5.81	6.86