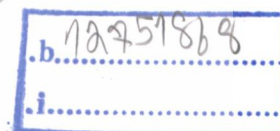


การปรับปรุงสมบัติเชิงโครงสร้าง พื้นผิว และการกัดกร่อนของฟิล์มบาง CrN
โดยกระบวนการอบ

IMPROVEMENT OF STRUCTURAL MORPHOLOGICAL AND
CORROSIVE PROPERTIES OF CrN THIN FILM BY ANNEALING
PROCESS



เลขหมู่ 2058
เลขทะเบียน 141275
วันเดือนปี ๒8 ส.ค. 2559



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

KMITL-2015-SC-M-030-069

IMPROVEMENT OF STRUCTURAL MORPHOLOGICAL AND
CORROSIVE PROPERTIES OF CrN THIN FILM BY ANNEALING
PROCESS



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN APPLIED PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2015

KMITL-2015-SC-M-030-069

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2015

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ “การปรับปรุงสมบัติเชิงโครงสร้าง พื้นผิว และการกัดกร่อนของฟิล์มบาง CrN โดยกระบวนการอบ”
 “IMPROVEMENT OF STRUCTURAL MORPHOLOGICAL AND CORROSIVE PROPERTIES OF CrN THIN FILM BY ANNEALING PROCESS”

ชื่อนักศึกษา นางสาววิชชุดา วงศ์ธนสารสิน
รหัสประจำตัว 56605101
ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์)
ภาควิชา ฟิสิกส์

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ดร.อาภาภรณ์ สกฤตการะเวก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ลายมือชื่อ
ดร.ประธาน บุรณศิริ ประธานกรรมการ	
ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี อาจารย์บัณฑิตประจำ (ในสาขาวิชาที่เกี่ยวข้อง)	
ผศ.ดร.จิตรา เกตุแก้ว ผู้ทรงคุณวุฒิจากภายนอกสถาบันฯ	
ดร.อาภาภรณ์ สกฤตการะเวก อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	
ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	

วัน/ เดือน/ ปี ที่สอบ 2 ธันวาคม พ.ศ.2558 เวลา 09.00-12.00 น.
 สถานที่สอบ ณ ห้อง 307 อาคารจุฬารามณ์วิทยาลัย ชั้น 1

คณะวิทยาศาสตร์รับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์ ดร.ดุจณี รัตนพิพัฒน์)
คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และวันที่ 21 เดือน ธ.ค. พ.ศ. 58

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การปรับปรุงสมบัติเชิงโครงสร้าง พื้นผิว และการกัดกร่อนของฟิล์มบาง CrN โดยกระบวนการอบ
ชื่อนักศึกษา	วิษชุดา วงศ์ธนสารสิน
รหัสประจำตัว	5605101
ปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
ภาควิชา	ฟิสิกส์
พ.ศ.	2558
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ดร.อาภาภรณ์ สุกุลการเวก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ได้รับความสนใจสำหรับใช้เป็นวัสดุปรับปรุงพื้นผิวของเครื่องมือจำพวกใบมีดตัดในงานด้านอุตสาหกรรมเกษตร วิทยานิพนธ์นี้ได้ทำการเคลือบฟิล์มบาง CrN_x ลงบนแผ่นรองรับสแตนเลส เกรด 304 ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยทำการศึกษาสองปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติการกัดกร่อนของฟิล์มบาง ได้แก่ ความดันย่อยไนโตรเจนและกระบวนการอบ ค่าความดันย่อยที่ใช้ในทดลองเท่ากับ 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar (แทนด้วยสัญลักษณ์ P1, P2, P3, P4 และ P5) ใช้กระบวนการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ $400^\circ C$ เป็นเวลา 2 h จากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มด้วยเทคนิคมาตรฐานต่าง ๆ เช่น การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ และการวัดด้วยเครื่องโพเทนซิโอสแตท ในการตรวจสอบสมบัติเชิงโครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว ความแข็งและการกัดกร่อนของฟิล์มตามลำดับ สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางแสดงโครงสร้างของ Cr_2N กับระนาบโดดเดน (111) ที่ความดันย่อย P1 และโครงสร้างมีการเปลี่ยนแปลงเป็น CrN กับระนาบโดดเดน (200) ที่ความดันย่อย P2 ถึง P5 โครงสร้างผลึกของฟิล์ม CrN_x เพิ่มขึ้นหลังจากกระบวนการอบในทุกเงื่อนไข ความดันย่อยไนโตรเจน ค่าความหยาบของพื้นผิวของฟิล์มมีค่าประมาณ 10-16 nm และมีค่าลดลงเหลือ 5-11 nm หลังจากผ่านกระบวนการอบ ค่าความแข็งสูงสุดของฟิล์ม CrN_x เท่ากับ 10 GPa ที่ค่าความดันย่อย P4 ซึ่งเป็นผลจากความหนาแน่นของเกรนที่เพิ่มขึ้น จากเครื่องโพเทนซิโอสแตทจะได้ผลเส้นโค้งทافلเพื่อนำมาพิจารณาค่า E_{corr} และค่า I_{corr} ซึ่งเป็นสองตัวแปรสำหรับการพิจารณาสมบัติการกัดกร่อนของฟิล์ม ค่า E_{corr} ของฟิล์ม CrN_x มีการเลื่อนเข้าสู่บริเวณแคโทดิกเมื่อเพิ่มความดันย่อยของไนโตรเจน หลังผ่านกระบวนการอบ พบว่าค่า E_{corr} และค่า I_{corr} ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มตอนเริ่มต้น จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่ากระบวนการอบมีส่วนช่วยเพิ่มสมบัติทางกายภาพและสมบัติการกัดกร่อนของฟิล์ม CrN_x

คำสำคัญ : โครเมียมไนไตรด์, ดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง, การกัดกร่อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	IMPROVEMENT OF STRUCTURAL MORPHOLOGICAL AND CORROSIVE PROPERTIES OF CrN THIN FILM BY ANNEALING PROCESS
Student Name	WICHUDA WONGTANASARASIN
Student ID	56605101
Degree	Master of Science
Department	Physics
Year	2015
Thesis Advisor	Dr. Aparpon Sakulkalavek
Thesis Co-advisor	Dr. Rachsak Sakdanuphab

Abstract

Chromium nitride (CrN_x) thin films have been interested to be surface improvement of cutting blade in agricultural industry. In this thesis, DC reactive magnetron sputtering was adopted to deposit CrN_x thin films on stainless steel (SUS304) substrate. Two main deposited factors, N₂ gas partial pressure and annealing process were employed in order to optimize physical and corrosion properties. The N₂ partial pressure was varied at 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} and 2.0×10^{-3} mbar (represented by P1, P2, P3, P4 and P5). The vacuum annealing process was treated at 400 °C for 2 h. The standard characterization techniques such as x-ray diffraction (XRD), atomic force microscope (AFM), Vicker hardness test and potentiostat measurement, were used to study the crystal structure, surface morphology, hardness and, corrosion property respectively. The XRD spectrum of as-deposited films show Cr₂N phase with (111) preferred orientation at P1 and then the structure change to CrN phase with (200) preferred orientation at P2 to P5. The crystal structure of CrN_x films increases after annealing process at all N₂ partial pressure. The surface roughness of as-deposited CrN_x films was about 10-16 nm and it was decreased to 5-11 nm after annealing process. The maximum hardness of CrN_x film was about 10 GPa at P4 as the result of increased grain density. Tafel curves were carried out by potentiostat measurement. E_{corr} and I_{corr} are two variables for determining corrosion property of the films. E_{corr} of as-deposited CrN_x films were displaced towards cathodic zone when the N₂ partial pressure increases. After annealing process, E_{corr} and I_{corr} decreased when compared with as-deposited CrN_x films. It could be concluded that the physical and corrosion properties of CrN_x films were enhanced by annealing process.

Keywords : Chromium nitride, dc reactive magnetron sputtering, corrosion

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดีได้ด้วยความอนุเคราะห์ของบุคคลหลายท่าน ได้รับความร่วมมือและช่วยเหลือ ซึ่งไม่อาจจะนำมากล่าวได้ทั้งหมด ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้ โดยมีบุคคลดังต่อไปนี้ ท่านแรก คือ ดร.อาภาภรณ์ สกุลการะเวก อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำและแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ด้วยความเอาใจใส่และทุ่มเททุกขั้นตอน เพื่อให้การเรียบเรียงวิทยานิพนธ์เล่มนี้สมบูรณ์ที่สุด รวมทั้งให้คำปรึกษาทั้งด้านการเรียนและด้านการใช้ชีวิต ท่านที่สองคือ ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล พระจอมเกล้าฯลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือในการทำวิจัย ให้คำแนะนำ และชี้แนวทางในการแก้ไขปัญหา รวมทั้งให้ความรู้ในด้านการทำงาน ต่อมาอาจารย์ทั้งสองท่าน คือ ดร.ประธาน บุรณศิริ และ ดร. ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ พระจอมเกล้าฯลาดกระบัง ให้คำแนะนำ และแนวทางในการแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ในการปรับปรุง และแก้ไขวิทยานิพนธ์นี้ ข้าพเจ้าใคร่ขอกราบขอบพระคุณทุกท่านเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

นอกจากนี้ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.จิตรา เกตุแก้ว อาจารย์ผู้ทรงคุณวุฒิจากสาขาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ที่ให้คำแนะนำ และช่วยเหลืออย่างมากในการตรวจสอบชิ้นงาน ซึ่งมีความสำคัญอย่างยิ่งในการทำวิทยานิพนธ์

ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ทุนสนับสนุนในการทำวิทยานิพนธ์เล่มนี้เป็นอย่างดีมาโดยตลอด และขอขอบพระคุณ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัยจนกระทั่งสำเร็จลุล่วง

สุดท้ายนี้ สำหรับคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ข้าพเจ้าขอมอบให้บิดามารดา อาจารย์ที่เคารพ และพี่น้อง ผู้ที่ให้การสนับสนุนทางการศึกษาเป็นอย่างยิ่ง ถ้าหากวิทยานิพนธ์เล่มนี้มีข้อบกพร่องประการใด ข้าพเจ้าขอภัยมา ณ ที่นี้

นางสาววิชชุดา วงศ์ธนสารสิน

สารบัญ

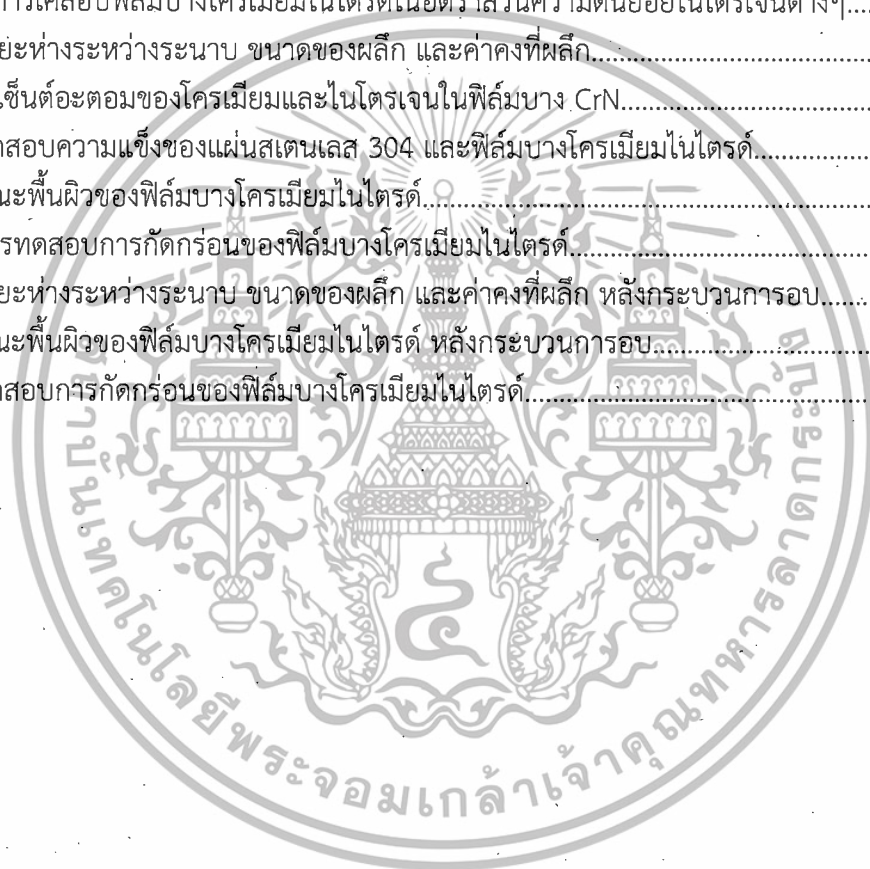
	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีดำเนินงาน.....	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบาง.....	4
2.2 การเคลือบฟิล์มด้วยกระบวนการสเป็คโตริง.....	6
2.2.1 ระบบเคลือบแบบดีซีสเป็คโตริง.....	6
2.2.2 ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสเป็คโตริง.....	7
2.2.3 ระบบเคลือบแบบรีแอคทีฟสเป็คโตริง.....	10
2.3 เทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ในโครงการวิจัย.....	11
2.3.1 หลักการทำงานของเครื่อง XRD.....	11
2.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM).....	15
2.3.3 การวัดความแข็ง (Hardness Testing).....	17
2.3.4 กระบวนการกัดกร่อน (Corrosion).....	21
2.3.5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy).....	26
2.4 คุณสมบัติฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และการทบทวนวรรณกรรม.....	27
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	30
3.1 การเตรียมวัสดุรองรับเพื่อใช้ในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	30
3.1.1 การเตรียมแผ่นซิลิกอนเป็นวัสดุรองรับ.....	30
3.1.2 การเตรียมแผ่นสแตนเลส 304 เป็นวัสดุรองรับ.....	32
3.2 เครื่องดีซีแมกนีตรอนสเป็คโตริง.....	35
3.3 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	36
3.4 การวิเคราะห์ผล.....	40
3.4.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	40
3.4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	41

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.4.3 การวัดความแข็งของผิวเคลือบ	42
3.4.4 การทดสอบการกัดกร่อน	42
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	44
4.1 การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอน	44
4.2 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304	47
4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD	48
4.2.2 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค FE-SEM	52
4.2.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX	53
4.2.4 การทดสอบความแข็ง	54
4.2.5 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค AFM	57
4.2.6 ผลการทดสอบการกัดกร่อน (Corrosion)	59
4.3 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ภายหลัง กระบวนการอบ	63
4.3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD	64
4.3.2 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค SEM	66
4.3.3 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค AFM	68
4.3.4 ผลการทดสอบการกัดกร่อน (Corrosion) หลังกระบวนการอบ	70
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	74
5.1 สรุปผลงานวิจัย	74
เอกสารอ้างอิง	76
ภาคผนวก	79
ประวัติผู้เขียน	96

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 แผนการดำเนินงานวิจัย.....	3
2.1 ฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS.....	14
2.2 พลังงานของรังสีเอกซ์จำเพาะ.....	17
2.3 แสดงน้ำหนักของห้วงแต่ละสเกลในการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์.....	20
3.1 ข้อมูลการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอน.....	39
3.2 ข้อมูลการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304.....	39
4.1 เวลาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่างๆ.....	47
4.2 ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ขนาดของผลึก และค่าคงที่ผลึก.....	51
4.3 เปอร์เซ็นต์อะตอมของโครเมียมและไนโตรเจนในฟิล์มบาง CrN.....	54
4.4 ผลทดสอบความแข็งของแผ่นสแตนเลส 304 และฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	55
4.5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	58
4.6 ผลการทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	62
4.7 ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ขนาดของผลึก และค่าคงที่ผลึก หลังกระบวนการอบ.....	65
4.8 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ หลังกระบวนการอบ.....	69
4.9 ผลทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	72



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ 5
2.2	ระบบสปีดเตอริงแบบดีซีสปีดเตอริง..... 7
2.3	การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก 8
2.4	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆโดย a, b, และ c เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ..... 8
2.5	การเกิดปฏิกิริยารวมตัวเป็นสารประกอบแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าสารเคลือบ..... 11
2.6	การทำงานของเครื่อง XRD 12
2.7	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 12
2.8	การหาค่าความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของกราฟ 14
2.9	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด..... 15
2.10	สัญญาณต่างๆที่เกิดอันตรกิริยาระหว่างสารตัวอย่างกับลำอิเล็กตรอน..... 16
2.11	ผลสเปกตรัมของชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ 17
2.12	(a)เครื่องทดสอบแบบ Brinell (b)แสดงภาพหวัคตและรอยกดในการทดสอบความแข็ง..... 18
2.13	เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Rockwell..... 19
2.14	(a)เครื่องทดสอบความแข็ง (b)ลักษณะรอยกดและการทดสอบความแข็งแบบ Vicker..... 19
2.15	แสดงลักษณะหวัคตและรอยกดของการทดสอบความแข็งแบบ Knoop..... 21
2.16	องค์ประกอบของกระบวนการเกิดการกัดกร่อนในโลหะ 22
2.17	การกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting corrosion)..... 23
2.18	หลักการการทำงานของเครื่องโพเทนชิโอสแตท..... 24
2.19	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนกับความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน 25
2.20	องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม..... 26
2.21	ลักษณะการวัดในรูปแบบ (a) Contact mode, (b) Non-Contact mode และ (d) Tapping mode..... 26
2.22	(a)การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแบบ fcc (b)การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแบบ hcp 28
3.1	แสดงการใช้ปากกาหัวเพชรขีดทำรอยบริเวณแผ่นซิลิกอน 30
3.2	แสดงขั้นตอนการทำความสะอาดชิ้นงาน (a)สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมกับกรดซัลฟิวริก (b)ทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนที่ได้ไปล้างด้วยน้ำ DI (c)เป่าแห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน..... 31
3.3	แผ่นซิลิกอนขนาด 3x3 เซนติเมตร..... 31
3.4	ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน..... 32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.5	น้ำยาขัดเพชร (Monocrystalline Diamond Suspension) ความละเอียด 3 μm และ 0.1 μm 33
3.6	(a) ขัดแผ่นสแตนเลสด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600,1000,2000 และ4000 (b)ล้างแผ่นสแตนเลสด้วยน้ำยาล้างจาน..... 33
3.7	เครื่องอัลตราโซนิคขณะที่กำลังทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนด้วยอะซิโตน..... 34
3.8	ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นสแตนเลส..... 34
3.9	ระบบการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง..... 35
3.10	เป้าสารเคลือบเป็นเป้าโครเมียมขนาด 3 นิ้ว มีความบริสุทธิ์ 99.99%..... 36
3.11	ระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ (โครเมียม) ห่างกันเป็นระยะ 7 เซนติเมตร. 36
3.12	(a)หน้าจอบันทึกผล (b)สวิตช์ Main Breaker (c)แผงควบคุมระบบสุญญากาศของเครื่องสปีดเตอริง..... 37
3.13	ให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับที่ความต่างศักย์ไฟฟ้ากระแสสลับ 100V..... 38
3.14	ลักษณะสีพลาสมาเมื่ออัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar..... 38
3.15	เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์..... 40
3.16	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN)..... 40
3.17	กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดรุ่น EVO-MA10..... 41
3.18	สัดสำหรับใส่สารตัวอย่าง..... 41
3.19	เครื่องทดสอบความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์..... 42
3.20	เครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat)..... 42
3.21	การกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยไนโตรเจน 1.6×10^{-3} mbar..... 43
4.1	ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar..... 45
4.2	อัตราการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar..... 46
4.3	ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่ความดันย่อยไนโตรเจนคือ (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar..... 47
4.4	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ที่เคลือบลงสแตนเลสเกรด 304 ที่มีอัตรา การเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของก๊าซระหว่างก๊าซไนโตรเจน (N_2) กับ อาร์กอน (Ar)..... 49

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.5 การเปรียบเทียบมุมการเลี้ยวเบนที่ระนาบ (111) และ (200) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่ออาร์กอนที่ 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ของการเคลือบฟิล์มบาง (CrN _x) บนสแตนเลสเกรด 304.....	50
4.6 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง FE-SEM ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar.....	52
4.7 ภาพถ่ายจาก SEM และ ผลสเปกตรัมของชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์.....	53
4.8 ตัวอย่างรอยกดลงบนฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบลงแผ่นสแตนเลส 304 แบบ Vickers.....	55
4.9 กราฟแสดงผลของความแข็งกับอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar.....	56
4.10 ภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar.....	57
4.11 กราฟการหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกักตรอน และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกักตรอนจากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ.....	58
4.12 ปรากฏการณ์ Shadowing effect.....	59
4.13 การหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกักตรอนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกักตรอนจากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ.....	60
4.14 ค่าความหยาบพื้นผิวและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกักตรอนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ.....	63
4.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) หลังกระบวนการอบ ที่เคลือบลงสแตนเลสเกรด 304 ที่มีอัตรา การเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของก๊าซระหว่างก๊าซไนโตรเจน (N ₂) กับ อาร์กอน (Ar).....	64
4.16 ขนาดของผลึกที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ.....	66
4.17 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่ความดันย่อยไนโตรเจนคือ (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar ภายหลังกระบวนการอบ.....	67

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

4.18	ภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ภายหลังจากกระบวนการอบ.....	68
4.19	ค่าความหยาบพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ.....	69
4.20	กราฟการหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อน และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนจากเส้นโค้งโพลาราไรเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ ภายหลังจากกระบวนการอบ.....	70
4.21	ค่าความหยาบพื้นผิวและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ หลังกระบวนการอบ.....	73
4.22	ค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ.....	73



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เศรษฐกิจของประเทศไทยมีรากฐานมาจากเกษตรกรรมมาเป็นเวลานานและมีการพัฒนาขึ้นเป็นลำดับ ปัจจุบันสามารถพัฒนาผลิตผลทางการเกษตรมาเป็นการผลิตสินค้าประเภทอาหารแปรรูป ซึ่งมีทั้งการผลิตเพื่อบริโภคภายในประเทศและเพื่อส่งออก ประเทศไทยเป็นประเทศผู้ผลิตและส่งออกสินค้าอาหารแปรรูปที่มีคุณภาพดีและมีชื่อเสียงที่สำคัญแห่งหนึ่งของโลก เนื่องจากมีความพร้อมด้านวัตถุดิบ อุตสาหกรรมการแปรรูปสับปะรดเป็นอีกหนึ่งอุตสาหกรรมที่สำคัญของประเทศ เนื่องจากประเทศไทยมีการส่งออกสับปะรดกระป๋องเป็นอันดับต้นของโลก [1] และในอุตสาหกรรมการแปรรูปสับปะรดนั้นต้องมีการนำเข้าเครื่องจักรจากต่างประเทศซึ่งมีราคาสูง และมีปัญหาเมื่อชิ้นส่วนเครื่องจักรเริ่มมีการเสื่อมสภาพ ทำให้เกิดการสูญเสียทางการผลิตโดยเฉพาะอย่างยิ่งใบมีดคว้านไส้สับปะรด ซึ่งใช้ในกระบวนการแปรรูปมีปัญหาเกี่ยวกับการผูกกร่อน การผูกกร่อนของใบมีดคว้านไส้สับปะรดเกิดจากการกระแทกและการกัดกร่อนของกรดในเนื้อสับปะรด การเคลือบผิวของใบมีดคว้านไส้สับปะรดด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จึงเป็นทางเลือกที่ดีเพื่อยืดอายุการใช้งานของใบมีดคว้านไส้สับปะรดให้ยาวนานยิ่งขึ้น

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เป็นฟิล์มบางที่ได้รับการสนใจในการเคลือบอุปกรณ์ต่างๆ เนื่องจากมีคุณสมบัติทางกายภาพที่ดีหลายประการ เช่น มีความแข็งสูง มีการยึดเกาะที่ดี และทนต่อการกัดกร่อนได้ดี [2] จึงได้มีการนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มาเคลือบลงบนชิ้นส่วนอุปกรณ์ตัดเจาะ (cutting tools) อุปกรณ์ต่างๆ เพื่อป้องกันการสึกหรอและป้องกันการกัดกร่อนจากสารละลายต่างๆ สำหรับกระบวนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์นี้ เคลือบด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (DC reactive magnetron sputtering) เนื่องจากการเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงสามารถควบคุมสัดส่วนขององค์ประกอบฟิล์มได้ง่ายโดยการควบคุมเงื่อนไขตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบ เช่น ความดันพื้น ความดันรวมขณะเคลือบ ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน กำลังไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบ ระยะห่างของเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับซึ่งเงื่อนไขของการเคลือบเหล่านี้มีผลต่อโครงสร้างและคุณสมบัติของฟิล์ม

งานวิจัยนี้ได้ตระหนักถึงความสำคัญในการป้องกันการกัดกร่อนของใบมีดคว้านไส้สับปะรดที่ใช้โรงงานอุตสาหกรรม จึงได้ศึกษาการนำโครเมียมไนไตรด์มาทำการเคลือบแบบดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงบนแผ่นรองรับสแตนเลส 304 ซึ่งเป็นวัสดุชนิดเดียวกับใบมีดคว้านไส้สับปะรด โดยในงานวิจัยนี้จะเป็นการศึกษาผลของความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ส่งผลต่อสมบัติเชิงโครงสร้าง สมบัติเชิงกล และความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบลงบนแผ่นสแตนเลส 304 เมื่อได้เงื่อนไขที่เหมาะสมจึงทำการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่ความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ดีที่สุดลงบนใบมีดคว้านไส้สับปะรด เพื่อนำมาทดสอบใช้งานจริง

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาและหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง เพื่อนำไปประยุกต์เคลือบบนโคมิลควานไส้สับประรด
- 2) เพื่อปรับปรุงสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์โดยกระบวนการอบ

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง ซึ่งมีการควบคุมความดันย่อยไนโตรเจนเป็น 4.0×10^{-4} mbar, 8.0×10^{-4} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar
- 2) อบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในสภาวะสุญญากาศ
- 3) วิเคราะห์ภาพตัดขวางและความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ด้วยการส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)
- 4) วิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD)
- 5) วิเคราะห์สมบัติเชิงกลของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ด้วยการวัดความแข็งแบบ Vicker
- 6) วิเคราะห์คุณสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ด้วยวิธีการทางไฟฟ้าเคมี ในสารละลายน้ำสับประรด
- 7) เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่ความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ดีที่สุดลงบนโคมิลควานไส้สับประรด

1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

- ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาทฤษฎีและทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้องของการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง
- ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาขั้นตอนการทำงานและกระบวนการเคลือบของเครื่องดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง
- ขั้นตอนที่ 3 ทดลองเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ เพื่อหาเงื่อนไขและพารามิเตอร์ที่เหมาะสมในการเคลือบ
- ขั้นตอนที่ 4 เมื่อได้เงื่อนไขและพารามิเตอร์ที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์มบางแล้ว ทำการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ตามเงื่อนไขที่กำหนดลงบนวัสดุรองรับที่เป็นสแตนเลส เบอร์ 304
- ขั้นตอนที่ 5 อบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในสภาวะสุญญากาศ
- ขั้นตอนที่ 6 ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ได้ถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกลและการกัดกร่อน
- ขั้นตอนที่ 7 สรุปผลของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ เพื่อนำเสนอผลงานประชุมวิชาการ
- ขั้นตอนที่ 8 เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนโคมิลควานไส้สับประรด
- ขั้นตอนที่ 9 จัดเตรียมเล่มวิทยานิพนธ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 1.1 แผนการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงาน	ปีการศึกษาที่ 1 (2556-2557)											
	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.
ขั้นตอนที่ 1												
ขั้นตอนที่ 2												
ขั้นตอนที่ 3												
ขั้นตอนที่ 4												
ขั้นตอนที่ 5												

การดำเนินงาน	ปีการศึกษาที่ 2 (2557-2558)											
	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.
ขั้นตอนที่ 6												
ขั้นตอนที่ 7												
ขั้นตอนที่ 8												
ขั้นตอนที่ 9												

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) องค์ความรู้ในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีการดีซีอาร์แอกทีฟแมกนีตรอนสเปตเตอริง
- 2) เพื่อประยุกต์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีดีซีอาร์แอกทีฟแมกนีตรอนสเปตเตอริงนำไปเคลือบลงบนใบมีดคว้านไส้สับปรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

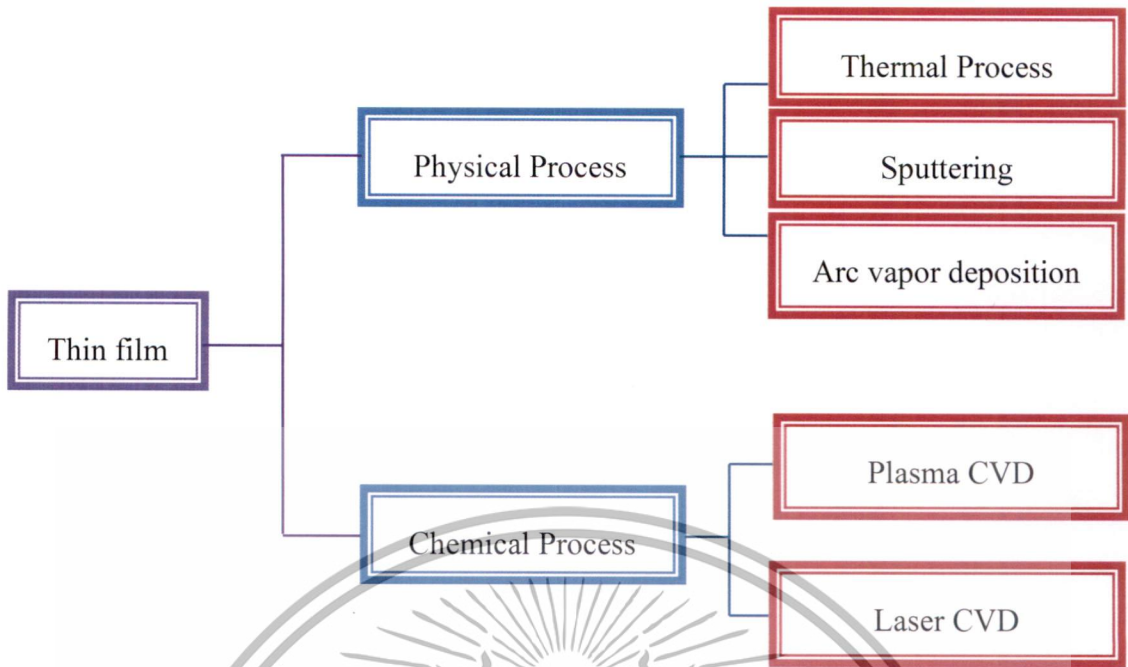
บทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องโดยจะแบ่งเนื้อหาออกเป็น 4 ส่วน ได้แก่ (1) เทคโนโลยีฟิล์มบาง (2) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (3) เทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ในงานวิจัย และ (4) การทบทวนวรรณกรรมและคุณสมบัติฟิล์มบางโครเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

2.1 เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบาง

การปรับปรุงผิววัสดุแนวทางหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรม คือ การเคลือบผิวด้วยสารเคลือบที่มีสมบัติเฉพาะในลักษณะของฟิล์มบาง โดยแนวคิดพื้นฐานของการเคลือบฟิล์มบางก็คือการเรียงตัว โดยการตกเคลือบ (deposition) ของสารเคลือบในลักษณะของอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบาง โดยฟิล์มที่ได้จะบางมาก (ระดับไมครอน) ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้ฟิล์มบางในงานด้านต่างๆ มากมาย เช่น อุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ เช่น สารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำและฟิล์มตัวต้านทาน หรือ อุปกรณ์ทางแสง เช่น เลนส์ กระจกเลเซอร์ กระจกสะท้อนแสง กระจกกรองแสงเฉพาะบางช่วงความถี่ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้เทคนิคการเคลือบฟิล์มบางนี้ในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางและมีความเป็นระเบียบสำหรับใช้ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของวัสดุต่างๆ ในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางประการไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน ข้อมูลเหล่านี้มีประโยชน์มากในการพัฒนาวัสดุเพื่อนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรม กระบวนการที่ทำให้สารเคลือบตกเคลือบบนวัสดุรองรับ โดยที่คุณสมบัติและคุณภาพของฟิล์มขึ้นกับวิธีการเคลือบฟิล์ม ซึ่งการเคลือบฟิล์มบางสามารถแบ่งเป็น 2 ประเภท ดังรูปที่ 2.1

1.การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical vapor deposition process, CVD) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของก๊าซและเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธี Plasma CVD และวิธี Laser CVD เป็นต้น

2.การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical vapor deposition process, PVD) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นต้น



รูปที่ 2.1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (PVD) อาศัยหลักการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วทิ้งกระจายวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางซึ่งเกิดขึ้นภายในภาวะสุญญากาศ ซึ่งเป็นกระบวนการที่สะอาด ไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม ไม่มีการใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายในกระบวนการเคลือบ แบ่งได้หลายวิธี ในที่นี้จะกล่าวถึง 2 วิธีหลักๆ คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ (ความดันประมาณ 10^{-6} mbar) ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะวิ่งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้า นอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (resistive heating) การระเหยแบบวาบ (flash evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (laser evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (electron beam evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (arc evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (radiofrequency heating) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้นิยมใช้เคลือบสารไดอิเล็กตริก (dielectric)

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบ ที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง (ความดันประมาณ 10^{-3} ถึง 10^{-1} mbar) การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด โดยจะกล่าวรายละเอียดในข้อ 2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การเคลือบฟิล์มด้วยกระบวนการสปัตเตอริง

สปัตเตอริง (Sputtering) เป็นวิธีการทางด้านฟิสิกส์ที่มีความสำคัญมากวิธีการหนึ่งในการเคลือบฟิล์มบางภายใต้ระบบสุญญากาศ ซึ่งกระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เป็นวิธีการที่อาศัยหลักการพื้นฐานทางด้านฟิสิกส์ของพลาสมา ซึ่งเป็นการปลุกฟิล์มที่เป็นโลหะ วัสดุสารกึ่งตัวนำหรือฉนวนก็ได้ ในปัจจุบันสปัตเตอริงใช้กับการปลุกฟิล์มบางเป็นหลัก โดยคำศัพท์ทางเทคนิคในกระบวนการสปัตเตอริงมีดังต่อไปนี้

โกลว์ดิสชาร์จ (Glow Discharge) คือ การแตกตัวเป็นพลาสมาของกลุ่มแก๊สรอบๆ ขั้วไฟฟ้า โดยเมื่อให้ความต่างศักย์กับขั้วไฟฟ้าสองขั้ว จะทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนเคลื่อนที่จากขั้วไฟฟ้าหนึ่งไปสู่ขั้วไฟฟ้าหนึ่ง ซึ่งเมื่อความต่างศักย์สูงมากพอจะทำให้แก๊สความดันต่ำรอบๆ ขั้วไฟฟ้าที่เกิดการไอออไนส์ แตกตัวเป็นพลาสมา และเรืองแสงออกมา ซึ่งสีของแสงจะขึ้นกับชนิดของแก๊สที่แตกตัวเป็นพลาสมา

เนกาทีฟโกลว์ (Negative Glow) คือ การแตกตัวของแก๊สเป็นพลาสมา และเรืองแสงด้วยความเข้มสูงที่สุด เมื่อเทียบกับการแตกตัวของแก๊สในแบบอื่นๆ เนื่องจากเป็นช่วงที่มีความหนาแน่นของประจุบวก และประจุลบมากที่สุด ซึ่งส่งผลทำให้เกิดการชนกันของประจุไฟฟ้ามากที่สุด ทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้น ซึ่งส่งผลให้แก๊สโดยรอบถูกไอออไนส์มากที่สุด และโดยทั่วไปจะมีระยะห่างจากขั้วไฟฟ้า 2-3 มิลลิเมตร

แอบนอร์มอลโกลว์ (Abnormal Glow) คือ สภาวะที่เกิดการขยายตัวของพลาสมา รอบพื้นที่ที่มีการแตกตัวของแก๊ส ซึ่งส่งผลให้ความต่างศักย์ และกระแสไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้ามีสูงกว่าค่าปกติทำให้เกิดการไอออไนเซชัน และแตกตัวเป็นพลาสมาของแก๊ส

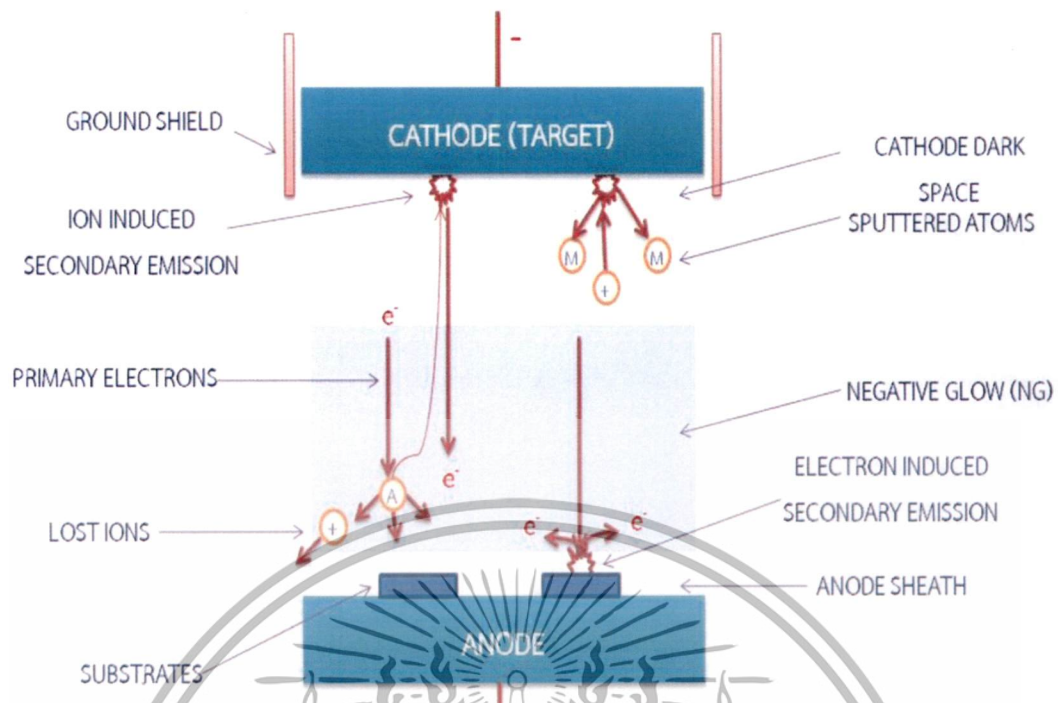
ระยะดาร์คสเปซ (Dark Space) คือ บริเวณที่ไม่เกิดการแตกตัวของไอออนและการชนของอิเล็กตรอน

สำหรับเครื่องมือสปัตเตอริงที่ใช้ทั่วไปสามารถแบ่งได้ดังนี้

2.2.1 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอริง

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอริง แบบง่ายที่สุดสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งประกอบด้วยคาโทดคือแผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนดใช้เป็นทิวางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4.0 - 10.0 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบออกด้านข้างหรือผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะดาร์คสเปซอยู่ระหว่าง 1.0 - 4.0 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลว์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานอยู่ในช่วงแอบนอร์มอลโกลว์ ก๊าซที่ใช้เป็นก๊าซเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบ (ปกติใช้ก๊าซอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดิสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออไนซ์จะรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้ครบที่ระยะดาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะดาร์คสเปซขยายตัวออก และแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสไฟฟ้าจะลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

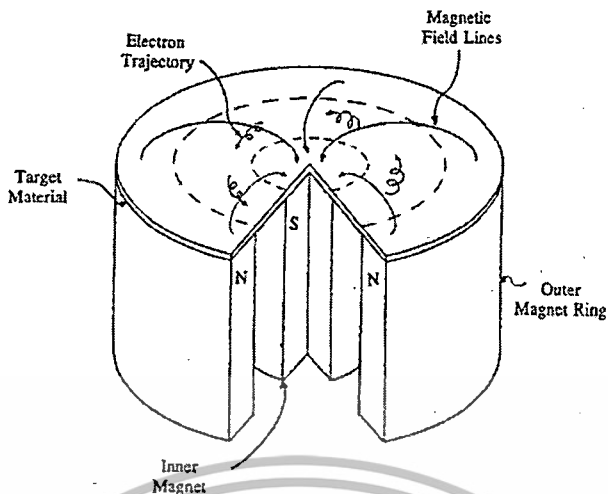


รูปที่ 2.2 ระบบสปัตเตอริงแบบดีซีสปัตเตอริง

2.2.2 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง

การเคลือบฟิล์มบางโดยวิธีสปัตเตอริงใช้ระบบดีซีสปัตเตอริงจะมีอัตราการเกิดสปัตเตอริงที่แปรผันตรงกับอัตราการสปัตเตอริงและปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบในระบบดีซีสปัตเตอริง สามารถทำได้โดยการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าและความดันก๊าซ โดยค่าความดันก๊าซที่ต้องใช้ในการทำงานมีค่าที่ค่อนข้างสูง ($10^{-2} - 10^{-1}$ mbar) ทำให้ค่าระยะปลดการชนเฉลี่ยมีค่าต่ำกว่า 10 nm เป็นผลให้อะตอมจากเป้าที่หลุดออกมาเกิดการชนกับอะตอมของก๊าซในระบบมาก ทำให้ค่าความต่างศักย์ที่ให้กับระบบจำเป็นต้องมีค่าสูงด้วย (อยู่ในระดับ kV) อัตราการสปัตเตอริงในการเคลือบฟิล์มจึงมีค่าที่ต่ำเมื่อใช้ระบบสปัตเตอริงแบบนี้ ต่อมาได้มีการพัฒนาระบบใหม่ที่เรียกว่า ระบบดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศขนานกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (รูปที่ 2.3) ทำให้การไอออนเนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมก๊าซเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

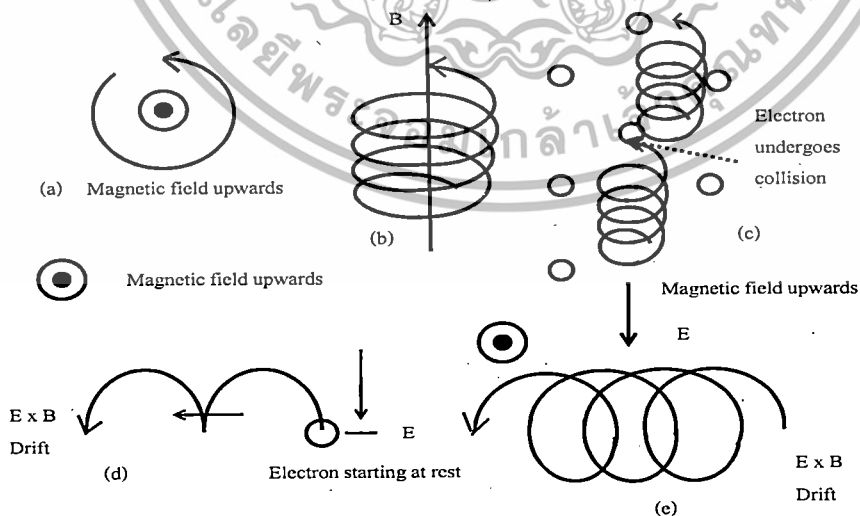


รูปที่ 2.3 การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก [3]

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (รูปที่ 2-4 (a)) ด้วยรัศมี

$$r = \frac{3.37(w)^{1/2}}{B} \tag{2.1}$$

เมื่อ W คือ พลังงานของอิเล็กตรอนในหน่วย eV
 B คือ ความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss



รูปที่ 2.4. การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็ก

และสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ [3] เอกสารนี้เขียนขึ้นเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่าเท่ากับ 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ 2.8×10^8 Hz รูปที่ 2.4 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็กอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมก๊าซ รูปที่ 2.4 (c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไปถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าเรียกว่า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (drift motion) มีค่าเท่ากับ

$$V_E = \frac{10^8 E}{B} \quad (2.2)$$

เมื่อ E คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/cm

B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss

กรณีสนามไฟฟ้าบริเวณคาร์คสเปซมีค่าประมาณ 1,000 V/cm และสนามแม่เหล็กประมาณ 100 gauss จะให้ค่าความเร็วลอยเลื่อนเท่ากับ 107 m/s ซึ่งเป็นค่าที่ค่อนข้างสูงกรณีพลังงานเริ่มต้นของอิเล็กตรอนมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเป็นรูปไซคลอยด์ (cycloid) ดังรูปที่ 2.4 (d) ถ้าอิเล็กตรอนมีพลังงานเริ่มต้นสูงกว่าพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนจะอยู่ในแนววงกลมซ้อนกันดังแสดงในรูปที่ 2.4 (e) พฤติกรรมที่ปรากฏต่ออิเล็กตรอนนี้เด่นชัดมาก แม้ใช้สนามแม่เหล็กมีค่าน้อย ระหว่าง 50-500 gauss แต่จะมีผลในการเบี่ยงเบนแนวทางการเดินของไอออน (ซึ่งมีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก) จะไม่เด่นชัด

ระบบสปัตเตอริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าจะเรียกว่า สนามตามยาว (longitudinal field) จะทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์สชาร์จเปลี่ยนแปลงไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวาง (transverse field) โดยกระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้ หลังจากไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมา อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกับรูปที่ 2.4 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักอยู่ในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้ผิวเป้าสารเคลือบและเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนไปตามแนวผิวหน้าของผิวเป้า (รูปที่ 2.4) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลก๊าซบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนตัวใดที่ไม่ชนโมเลกุลของก๊าซจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนทุติยภูมิมากขึ้น เป็นผลทำให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงมากและเกิดโกลด์สชาร์จ ทำให้เกิดสเปซชาร์จ (space charge) จากไอออนบวกสูงที่ผิวเป้าสารเคลือบ ซึ่งอาจสั้นกว่าระยะปลอดการชนของระบบ ดีซีสปัตเตอริงที่ความดันใช้งานมาก แรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้ และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณคาร์คสเปซใน ดีซี สปัตเตอริงขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ลดลง มีค่าประมาณ 300-800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนีตรอนทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอน สปัตเตอริง

ทรงกระบอก (cylindrical magnetron sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบดีซีสปีดเตอริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า พลาสมาแมกนีตรอนสปีดเตอริง (planar magnetron sputtering) ในระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ไอออนและพลาสมาที่เกิดขึ้นเข้มข้นมากบริเวณเป้าสารเคลือบทำให้อัตราการสปีดเตอริงมีค่าสูง ขณะที่ใช้ความดันต่ำและแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ที่ทุกค่าของอัตราการสปีดเตอริง แมกนีตรอนสปีดเตอริงทรงกระบอกทั่วไปมีอัตราการสปีดเตอริงสูงกว่า $1.0 \mu\text{m}/\text{min}$ และมีอัตราเคลือบสูงกว่า $0.2 \mu\text{m}/\text{min}$ ความหนาแน่นกระแสที่ผิวคาโทด ประมาณ $20.0 \text{ mA}/\text{cm}^2$ แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าระหว่าง $300\text{-}800 \text{ V}$ ที่ความดันประมาณ $5.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ ซึ่งแสดงถึงการเพิ่มประสิทธิภาพการเคลือบสูงขึ้นกว่า 10 เท่าตัว นอกจากนี้ยังสามารถขยายสเกลใช้กับระบบสปีดเตอริงขนาดใหญ่ได้ง่าย ส่วนข้อเสียของระบบแมกนีตรอนสปีดเตอริง คือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าต่ำ จึงมีข้อจำกัดในการเคลือบวัสดุบางชนิดที่ต้องการแรงดันไฟฟ้าสูงเพื่อควบคุมคุณภาพฟิล์ม แต่มีข้อได้เปรียบที่ระบบนี้สามารถคุมอิเล็กตรอนส่วนใหญ่ให้อยู่ภายในกรอบสนามแม่เหล็กจึงมีอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาและวิ่งเข้าสู่วัสดุรองรับปริมาณน้อยซึ่งช่วยลดปัญหาความร้อนบนวัสดุรองรับเนื่องจากการชนของอิเล็กตรอนลงได้มาก ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้ระบบดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

2.2.3 ระบบเคลือบแบบรีแอคทีฟสปีดเตอริง

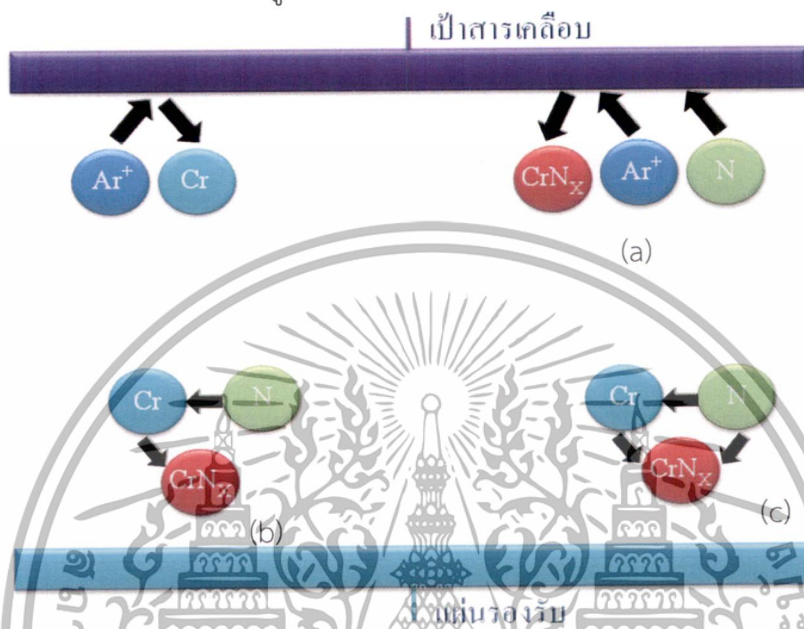
รีแอคทีฟสปีดเตอริง คือกระบวนการสปีดเตอริงที่ป้อนแก๊สไวปฏิกิริยาเข้าสู่ระบบ เพื่อให้เกิดการประกอบของฟิล์มเคลือบบนชิ้นงานหรือแผ่นรองรับการสปีดเตอริงที่มีเป้าสารเคลือบเป็นโลหะบริสุทธิ์ โดยการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive gas) อาจทำให้เกิดสารประกอบต่างๆ ของโลหะได้ เช่น การป้อนแก๊สไนโตรเจน อาจทำให้เกิดโลหะไนไตรด์ ป้อนแก๊สออกซิเจน อาจทำให้เกิดโลหะออกไซด์ ป้อนแก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2) หรือ (CH_4) อาจเกิดเป็นสารประกอบโลหะคาร์ไบด์ เป็นต้น โดยปกติความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่มีค่าค่อนข้างต่ำจนไม่เพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาในสภาวะปกติ อย่างไรก็ตามคาดกันว่า อิเล็กตรอนในพลาสมาที่มีส่วนในการกระตุ้น หรือไอออนไนซ์แก๊สไวปฏิกิริยาให้มีความสามารถในการทำปฏิกิริยากับโลหะได้สูงกว่าสภาพปกติมาก ในงานวิจัยนี้ใช้แก๊สไวปฏิกิริยา คือ แก๊สไนโตรเจน (N) รวมตัวกับอะตอมโลหะ คือ โครเมียม (Cr) แล้วเกิดเป็นสารประกอบโครเมียมไนไตรด์ (CrN) โดยสามารถแบ่งได้เป็น 3 ลักษณะดังนี้

1. แก๊สไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับอะตอมโครเมียมที่ผิวหน้าเป้าสารเคลือบกลายเป็นสารประกอบโครเมียมไนไตรด์ จากนั้นถูกสปีดเตอริงจนหลุดออกจากผิวหน้าของเป้าเคลือบลงบนแผ่นรองรับ ปฏิกิริยาเช่นนี้จะเกิดขึ้นเมื่อแก๊สไนโตรเจนในระบบมีปริมาณมากส่งผลค่าความดันย่อยสูง แต่การจ่ายแก๊สไนโตรเจนมากเกินไปจะส่งผลให้เกิดโครเมียมไนไตรด์เคลือบลงบนผิวของเป้าสารเคลือบ ทำให้ความนำไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบมีค่าต่ำลง ส่งผลให้อัตราการสปีดเตอริงต่ำลง ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า การเป็นพิษของเป้า (Target Poisoning) แสดงดังรูปที่ 2.5 (a)

2. แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับอะตอมโครเมียมขณะเคลื่อนที่ไปยังแผ่นรองรับในทางทฤษฎีถือว่าเกิดได้น้อยมาก เนื่องจากสภาวะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัม แต่เป็นไปได้ที่การรวมตัวของสารประกอบจะเกิดขึ้นในช่วงนี้เมื่อมีอนุภาคที่สามเข้ามาช่วยในการชน แสดงดังรูปที่ 2.5 (b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับอะตอมโครเมียม บนผิวของแผ่นรองรับหรือชิ้นงาน นอกจากนี้ยังพบว่า การทำ รีแอคทีฟ สปีดเตอริง โดยทั่วไปความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ เหมาะสมกับการเกิด สารประกอบที่ต้องการนั้น มีค่าต่ำกว่าช่วงการเกิดขบวนการโกลด์ดิซซาร์จ จึงต้องจ่ายแก๊สไนโตรเจน ผสมกับแก๊สเฉื่อยเพื่อรักษาสถานะโกลด์ดิซซาร์จไว้ ขณะเดียวกันยังทำให้ค่าอีลด์สปีดเตอริงสูงขึ้นด้วย นอกจากนี้ยังมีสิ่งที่จะต้องคำนึงถึงคือความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต้องมีค่าเหมาะสมกับการเกิดฟิล์ม สารประกอบโลหะที่ต้องการ แสดงดังรูปที่ 2.5 (c)



รูปที่ 2.5 การเกิดปฏิกิริยารวมตัวเป็นสารประกอบแก๊สไนโตรเจนกับอะตอมเป้าสารเคลือบ

2.3 เทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ในโครงการวิจัย

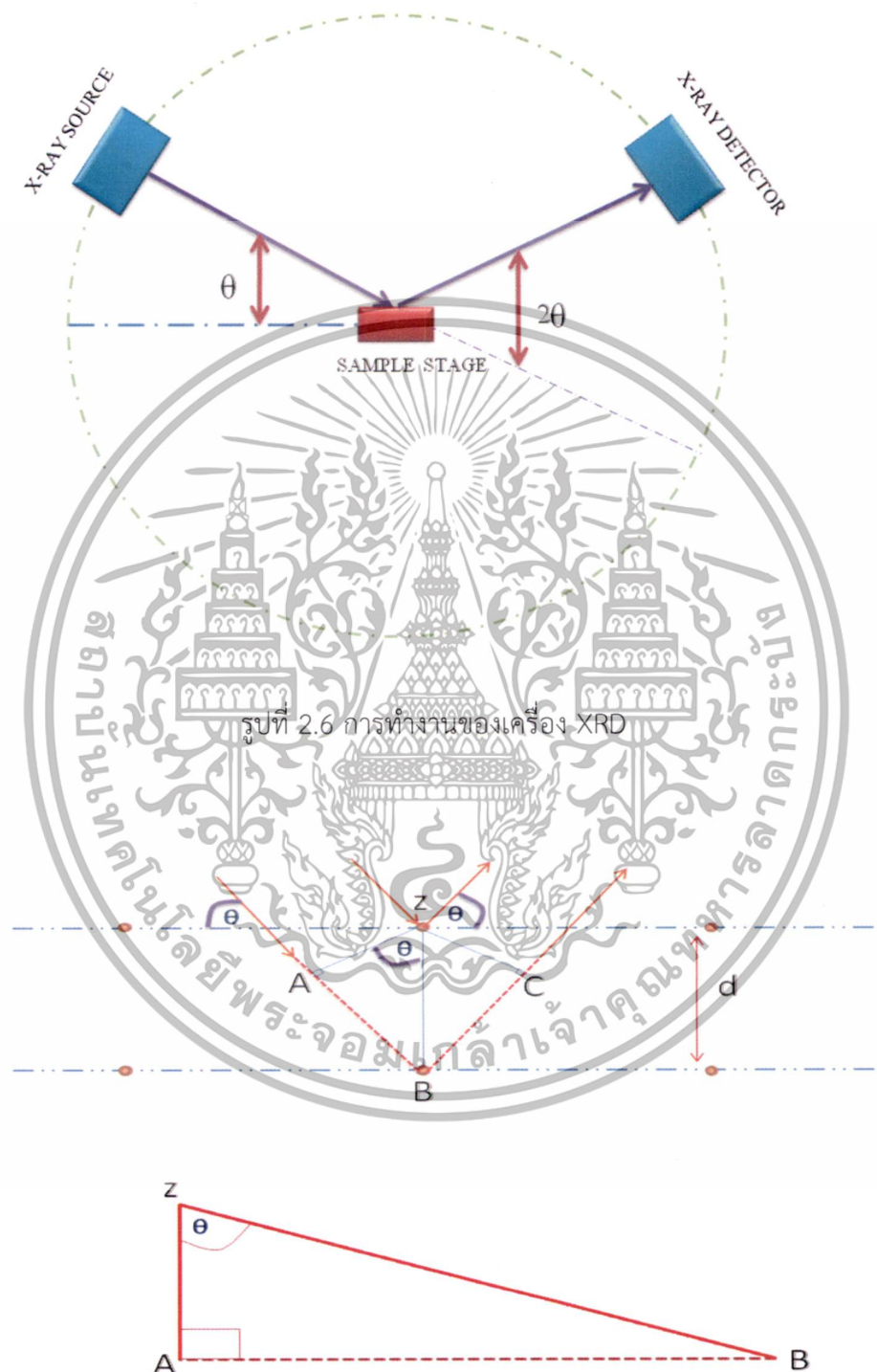
2.3.1 หลักการทำงานของเครื่อง XRD

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างซึ่งในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะทำให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นมีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง นอกจากนี้ผลการวิเคราะห์ของ XRD จะสามารถหาลักษณะของตัวอย่างได้แล้วนั้นยังสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่างคำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างได้อีกด้วย นอกจากนี้ยังสามารถทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มบางและคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบาง

เครื่อง XRD เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการ

เมื่อรังสีเอกซ์ถูกยิงตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ θ รังสีเอกซ์บางส่วนจะเอกลากรนี้เป็นเอกลากรที่ส่งวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยามให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สะท้อนกลับ (การเลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อนเท่ากับมุมตกกระทบ ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ยังผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่างโดยจะใช้ Detector รับความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ดังรูป 2.6



รูปที่ 2.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบอะตอมของผลึก
 θ คือ มุมที่ตกกระทบเทียบกับระนาบอะตอมของผลึก
 n คือ เลขจำนวนเต็มบวก ($n=1,2,3,\dots$)
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

จากรูปที่ 2.7 เมื่อรังสีตกกระทบทั้ง 2 ลำ มีเฟสตรงกันทำมุม θ กับระนาบ รังสีที่หนึ่งกระทบเข้ากับระนาบบนและสะท้อนออกมาทำมุม θ กับระนาบ ส่วนรังสีที่สองกระทบเข้ากับระนาบถัดไปและสะท้อนออกมาทำมุม θ กับระนาบที่สอง โดยรังสีที่สองจะเคลื่อนที่เป็นระยะทางเพิ่มขึ้น $AB + BC$ แทรกสอดกับคลื่นลำที่หนึ่ง ซึ่งคลื่นทั้งสองลำอาจจะแทรกสอดแบบเสริม หักล้างหรือแทรกสอดกันแบบไม่ตรงเฟสกันก็ได้ แต่ถ้าจะให้มีการแทรกสอดแบบเสริมกัน ผลต่างของระยะทางที่คลื่นเคลื่อนที่ขึ้นมานั้นจะต้องเท่ากับจำนวนเต็ม (n) คูณกับความยาวคลื่นดังสมการต่อไปนี้

$$n\lambda = AB + BC \quad (2.3)$$

พิจารณาสามเหลี่ยมมุมฉาก ABZ จะได้สมการ

$$AB = d \sin \theta \quad (2.4)$$

เนื่องจาก $AB = BC$ ดังนั้น (2.4) จะเป็น

$$n\lambda = 2AB \quad (2.5)$$

แทนสมการ (2.4) ในสมการ (2.5) จะได้

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.6)$$

ดังนั้น จากสมการที่ (2.6) เรียกว่า สมการของแบรกก์

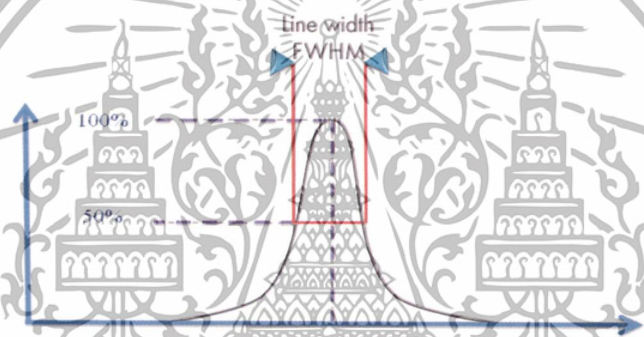
ในงานวิจัยนี้ นำ X-Ray Diffractometer (XRD) มาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของโครเมียมไนไตรด์ คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell, ค่าระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (d-spacing), ค่าคงที่ผลึก (Lattice Constant) และทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยผลที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) แสดงดังตารางที่ 2.1 ซึ่งในการวัดเพื่อหาขนาดของอนุภาค (Grain size) สามารถทำได้โดยการใช้สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังนี้

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.7)$$

เมื่อกำหนดให้ t คือ ขนาดของอนุภาค, λ คือความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ซึ่งโดยทั่วไปจะมีค่าเท่ากับ 0.154 นาโนเมตร, β คือ ความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของกราฟ (Full width at half maximum, FWHM) และ θ คือ มุมแบรกก์ (Bragg's angle)

ตารางที่ 2.1ฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard)

	JCPDS	2θ	hkl
CrN	76-2494	37.601	111
		43.694	200
		63.507	220
		76.209	311
Cr ₂ N	76-2159	29.238	101
		37.350	110
		42.611	111
		56.439	211



รูปที่ 2.8 การหาความกว้างพีคความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของกราฟ

ในการคำนวณด้วยวิธีใช้สมการเชอร์เรอร์นั้น เป็นวิธีคำนวณที่ไม่มีการนำความเครียดของฟิล์มตัวอย่างมารวมด้วย ใช้เพียงแค่ขนาดอนุภาคเพียงอย่างเดียว เนื่องจากสมการเชอร์เรอร์นั้นเป็นสมการที่ให้ค่าจากการวัดที่ใกล้เคียงกับอนุภาคจริง แต่จะใช้เมื่ออนุภาคมีขนาดไม่เกิน 100-200 นาโนเมตร และการคำนวณจะไม่รวมองค์ประกอบอื่นที่ส่งผลต่อขนาดความกว้างของกราฟ

สำหรับเทคนิคการกระเจิงรังสีเอกซ์นั้นใช้อาศัยหลักการของ Bragg ดังนั้นเมื่อทราบความยาวคลื่นและวัดมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ก็สามารถคำนวณหาค่าระยะระหว่างระนาบ (d-spacing) ของผลึกได้จากสมการที่ (2.6) ซึ่งจากกราฟที่ได้จากวิเคราะห์จะระบุระนาบซึ่งเป็นเลขดัชนี miller (hkl) ได้ สามารถคำนวณหาค่า d-spacing แล้ว นำไปคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ (lattice constant) ของวัสดุที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก แสดงดังสมการที่ (2.8)

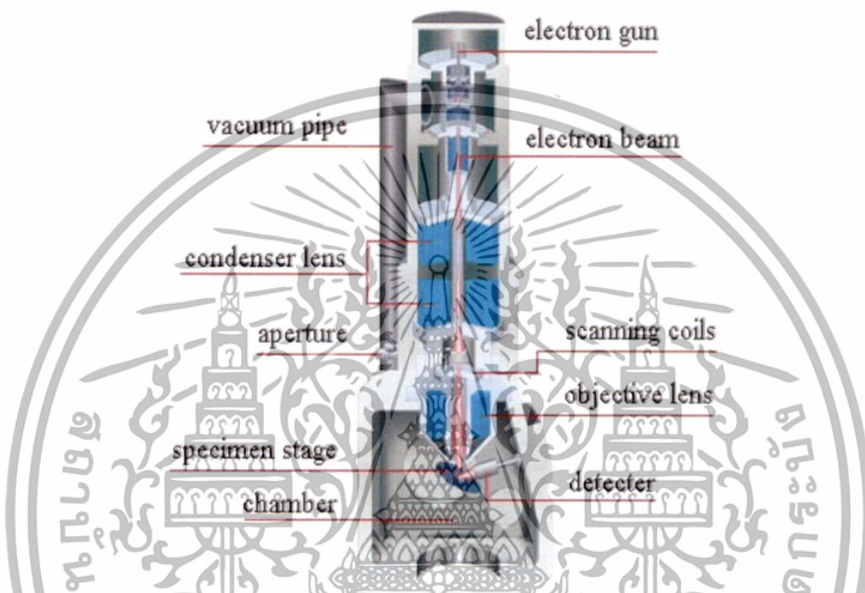
$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (2.8)$$

เมื่อกำหนดให้ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ , d คือ ค่าระยะระหว่างระนาบ (d-spacing)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

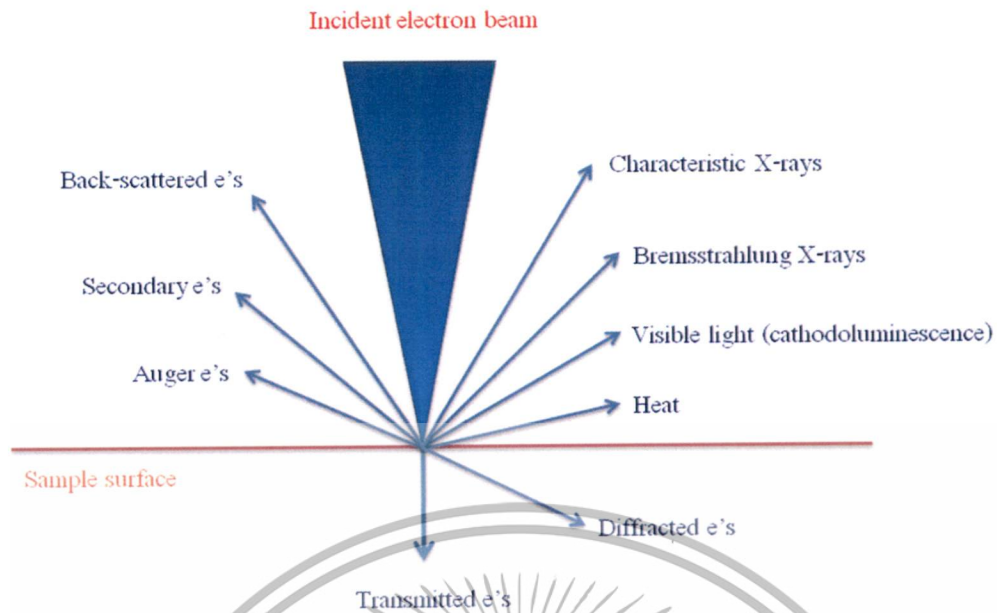
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นเครื่องมือสำคัญต่อการวิเคราะห์พื้นผิวของชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบ เนื่องจาก SEM มีกำลังขยายตั้งแต่ 20 ถึง 3,000 เท่า และสามารถวิเคราะห์ชั้นเคลือบได้ลึกถึง 300 เท่าของกล้องจุลทรรศน์ปกติ ทำให้ได้ผลดีต่อการวิเคราะห์ การวิเคราะห์ต้องทำความสะอาดชิ้นงานด้วยสารละลาย ชิ้นงานที่จะทำการทดสอบต้องอยู่ในสภาวะสุญญากาศ และถ้าหากชิ้นงานไม่นำไฟฟ้าต้องไปเคลือบด้วยทองคำบ่งกันไม่ให้อิเล็กตรอนไปสะสมที่บนผิวชิ้นงานได้ โดยทั่วไป SEM มักต่อพ่วงอยู่กับการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซ์ ทั้งนี้เพื่อวิเคราะห์ชนิดของธาตุของชิ้นงาน ซึ่งเรียกเทคนิคนี้ว่า Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS)



รูปที่ 2.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [4]

จากรูป 2.9 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะมีส่วนประกอบที่สำคัญดังนี้ ส่วนบนสุดเป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (electron gun) อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่ลงมาตามคอลัมน์ซึ่งมีสภาพเป็นสุญญากาศด้วยความต่างศักย์แรงในช่วง 0 ถึง 30 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ โดยทิศทางการเคลื่อนที่จะถูกควบคุมด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าด้วยกัน 2 ชุด และปริมาณของอิเล็กตรอนจะถูกควบคุมโดยแอฟเพอเจอร์ (aperture) ซึ่งมีขนาดต่างกัน ตามลักษณะการใช้งาน ส่วนเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าชุดแรกเรียกว่า เลนส์คอนเดนเซอร์ (condenser lens) นับว่าเป็นอุปกรณ์ที่มีความสำคัญที่สุดต่อการควบคุมลำอิเล็กตรอนเพราะเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่บีบลำอิเล็กตรอนที่วิ่งลงมาจากแหล่งกำเนิดให้เป็นลำที่มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเล็กลงสำหรับเลนส์วัตถุ (objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ชุดสุดท้ายจะทำหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอนให้ไปตกบนผิวตัวอย่างชิ้นงาน โดยมีขดลวดควบคุมลำแสงอิเล็กตรอน (scanning coils) ทำหน้าที่กวาดลำอิเล็กตรอนให้ไปบนผิวของชิ้นงานในกรอบพื้นที่สี่เหลี่ยมเล็กๆ ซึ่งพื้นที่ผิวของชิ้นงานบริเวณที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนนี้จะเกิดสัญญาณต่างๆ ขึ้นหลายชนิด ดังรูป 2.10 และในตัวเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดยังมีอุปกรณ์สำหรับตรวจจับสัญญาณ (detector) ชนิดต่างๆ เพื่อประมวลผลออกมาเป็นภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 สัญญาณต่างๆที่เกิดอันตรกิริยาระหว่างสารตัวอย่างกับลำอิเล็กตรอน

จากรูปที่ 2.10 จะเกิดสัญญาณขึ้นมาหลายชนิด แต่ในงานวิจัยนี้จะศึกษาสัญญาณอยู่ 2 สัญญาณ คือ

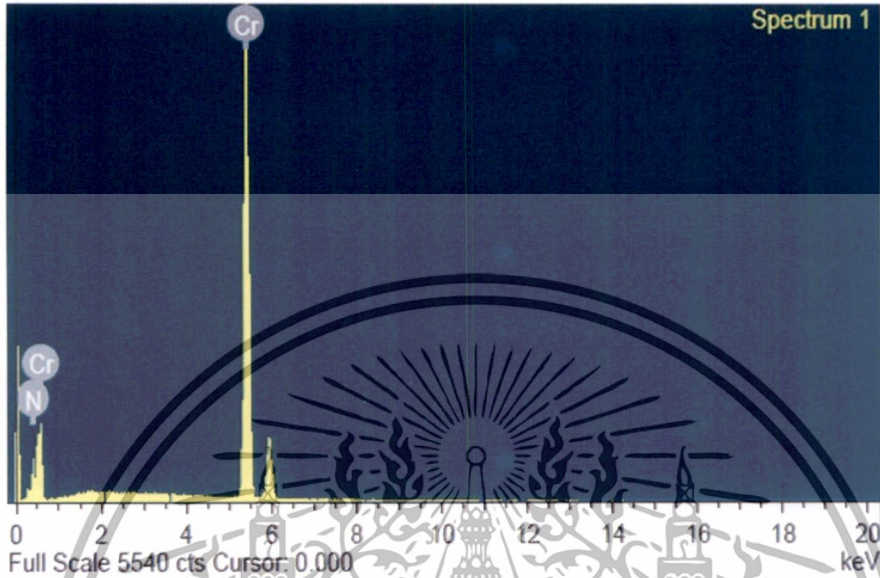
1. โหมดของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons) เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอน (primary electron) ตกกระทบบนผิวของชิ้นงาน แล้วไปชนกับอิเล็กตรอนที่อยู่บนผิวชิ้นงาน จึงเกิดการถ่ายโอนพลังงานจนทำให้เกิดการกระเจิงของอิเล็กตรอนขึ้น ซึ่งเรียกการกระเจิงแบบนี้ว่า การกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น ส่งผลให้อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons) ที่อยู่บนพื้นผิวหลุดออกมาจากบริเวณผิวบนชิ้นงาน จะแสดงถึงข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานแล้วแสดงออกมาเป็นภาพ

2. โหมดของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Back-scattered electrons) เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) ตกกระทบบนผิวของชิ้นงาน แล้วเกิดการสูญเสียพลังงานไปบางส่วนให้กับอิเล็กตรอนที่อยู่บนผิวชิ้นงาน จึงทำให้เกิดการเปลี่ยนทิศทางการเคลื่อนที่ ทำให้เกิดการกระเจิงกลับของอิเล็กตรอน ซึ่งเรียกการกระเจิงนี้ว่า การกระเจิงแบบยืดหยุ่น สัญญาณ Back-scattered electrons เป็นสัญญาณที่ให้ข้อมูลเกี่ยวกับส่วนประกอบทางเคมีบนผิวของชิ้นงาน และจะแสดงให้เห็นลักษณะสูงต่ำของพื้นผิวด้วย สัญญาณนี้เหมาะสมกับการวิเคราะห์แบบ EDS

นอกจากนี้ยังมีการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS) ซึ่งการทำงานอาศัยหลักการ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ใช้การเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานสูงพอเหมาะพุ่งเข้าชนชิ้นงานซึ่งประกอบไปด้วยอะตอมของธาตุที่อยู่ในสถานะพื้นจนทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานวงในได้รับพลังงานจากการชนจนหลุดออกไปจากอะตอม แล้วอิเล็กตรอนจากวงนอกจึงคายพลังงานออกมาบางส่วนพร้อมกับเปลี่ยนชั้นพลังงานเข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกไป พลังงานที่อิเล็กตรอนคายออกมานี้จะอยู่ในรูปร่างสีเอ็กซ์และมีค่าเฉพาะตามธาตุนั้น เมื่อวัดค่าพลังงานรังสีเอ็กซ์นี้ด้วย EDS จะสามารถวิเคราะห์ได้ว่าชิ้นงาน

ประกอบด้วยธาตุชนิดใดสามารถทำการวิเคราะห์ธาตุโดยกำหนดจุดหรือบริเวณที่สนใจบนชิ้นงานแล้วการคำนวณค่า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำการวิเคราะห์ว่าจุดหรือบริเวณนั้นประกอบด้วยธาตุชนิดใดบ้างโดยแสดงผลเป็นสเปกตรัมพลังงานของธาตุต่างๆพร้อมกับระบุสัดส่วนปริมาณของแต่ละส่วนประกอบ สามารถสร้างแผนที่ระบุได้ว่าแต่ละธาตุอยู่ในบริเวณใดบ้าง (Mapping) นอกจากนี้ยังสามารถจำลองสเปกตรัมได้ (Spectrum Synthesis) ชุดอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน



รูปที่ 2.11 ผลสเปกตรัมของชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

ตารางที่ 2.2 พลังงานของรังสีเอกซ์จำเพาะ (keV) ของธาตุ

ธาตุ	พลังงานรังสีเอกซ์จำเพาะ (keV)
Cr	5.4117
N	0.5249
Si	1.7398
O	0.5249
Ar	2.9571

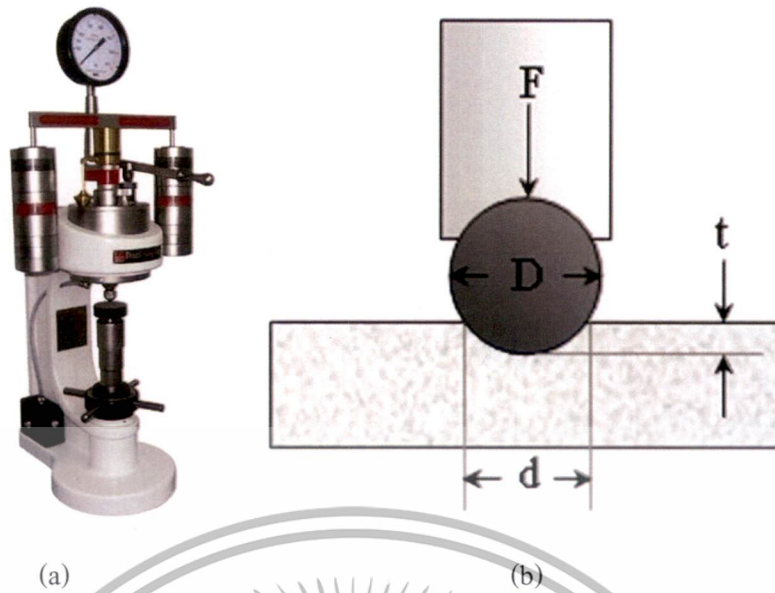
2.3.3 การวัดความแข็ง (Hardness Testing)

ความแข็งเป็นการแสดงคุณสมบัติของวัสดุที่บ่งบอกถึงความต้านทานต่อแรงกดของวัสดุ สามารถแยกการกระบวนทดสอบได้หลากหลายวิธี ดังนี้

1. การทดสอบความแข็งแบบ Brinell

เป็นการทดสอบความแข็งแบบหนึ่งที่ถูกใช้อย่างยาวนานที่สุด ซึ่งเป็นการทดสอบความแข็งแบบน้ำหนักกดที่ในการกด หัวกดเหล็กกล้าชุบแข็งลงบนพื้นผิวชิ้นที่จะทดสอบ ปกติจะใช้หัวกดลูกบอลเหล็กกล้าชุบแข็ง หรือทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 10 mm กดลงบนผิวชิ้นที่จะทำการทดสอบด้วยน้ำหนักกด 3000 kg สำหรับโลหะแข็ง 1500 kg สำหรับโลหะที่มีความแข็งปานกลาง และ 500 kg หรือต่ำกว่านั้นสำหรับวัสดุอ่อนนิ่ม

เอกสารนี้เป็นเอกสารสำหรับนักศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 (a) เครื่องทดสอบแบบ Brinell (b) แสดงภาพหัวกดและรอยกดในการทดสอบความแข็งแบบ Brinell [5]

จากรูป 2.12 (b) จะสามารถหาค่าความแข็ง Brinell ได้จากสูตร

$$BHN = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.9)$$

โดย BHN คือ ค่าความแข็ง Brinell (kg/mm^2)

F คือ น้ำหนักแรงกดที่กระทำ (kg)

D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของหัวกด (mm)

d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของรอยกด (mm)

2. การทดสอบความแข็งแบบ Rockwell

การทดสอบนี้เป็นแบบเดียวกับการทดสอบความแข็ง Brinell คือ หาค่าความแข็งหาได้จากขนาดความลึกรอยกดบนชิ้นทดสอบที่เกิดจากการกดด้วยหัวกดภายใต้น้ำหนักคงที่ แต่ที่ต่างกันก็คือ การทดสอบ Rockwell จะทดสอบด้วยน้ำหนักต่างกันสามชุด และ หัวกดสามขนาด ส่วนการทดสอบ Brinell จะมีขนาดหัวกดที่แตกต่างออกไปและน้ำหนักกดที่มากกว่ามาก การทดสอบ Rockwell จะมีรอยกดที่มีขนาดเล็กและตื้นกว่า ส่วนวัสดุที่นำมาทดสอบเป็นชนิดเดียวกันกับการทดสอบ Brinell ข้อดีของการทดสอบ Rockwell คือสามารถทำการทดสอบได้เร็วกว่า เพราะสามารถอ่านค่าความแข็งได้จากหน้าปัดเครื่องมือได้ทันที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Rockwell [5]

3. การทดสอบความแข็งแบบ Rockwell superficial

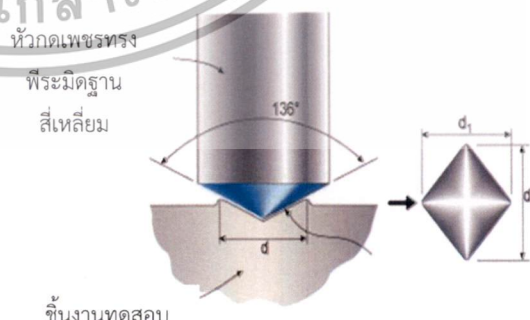
การทดสอบแบบ Rockwell superficial จะเป็นการทดสอบบนบริเวณพื้นผิวซึ่งที่เกิดจากการกัดมีรอยที่ตื้นๆ การทดสอบแบบนี้มีหลักการทำงานแบบเดียวกับการทดสอบ Rockwell เพียงแต่ใช้น้ำหนักกดที่น้อยลงกว่าเดิม แต่ค่าความแข็งที่วัดได้จะมีความลึกเท่ากับ 0.001 mm และใช้หัวกดแบบเดียวกับการทดสอบ Rockwell

4. การทดสอบความแข็งแบบ Vickers

การทดสอบความแข็ง Vickers เป็นการทดสอบความแข็งโดยใช้หัวกดเพชรรูปพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาดเล็ก ซึ่งมีองศาของปลายแหลม 136° และน้ำหนักกดที่ใช้จะอยู่ระหว่าง 5 - 120 กิโลกรัม โดยจะเพิ่มขึ้นครั้งละ 5 กิโลกรัม การทดสอบความแข็ง Vickers จะใช้หลักการเดียวกันกับการทดสอบความแข็ง Brinell คือค่าความแข็งที่ได้คิดจากน้ำหนักที่กระทำต่อพื้นที่ของรอยกด ในการทดสอบนำชิ้นงานที่จะทดสอบวางบนแท่นทดสอบ จากนั้นให้ยกแท่นวางชิ้นงานขึ้นจนชิ้นงานเข้าใกล้หัวกด ขั้นตอนต่อมาปลดลิ้อระบบคานน้ำหนักจะถูกส่งไปยังหัวกดในอัตรา 20:1 อย่างต่อเนื่อง และสุดท้ายน้ำหนักกดออก ลดระดับแท่นวางลง นำชิ้นงานไปส่องกล้องจุลทรรศน์ เพื่อทำการวัดค่าความยาวของเส้นทแยงมุมของรูรอยกดสี่เหลี่ยมที่ปรากฏขึ้นบนชิ้นงาน



(a)



(b)

รูปที่ 2.14 (a) เครื่องทดสอบความแข็ง (b) ลักษณะรอยกดและการทดสอบความแข็งแบบ Vickers

[5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.14 (b) สามารถหาพื้นที่ผิวรอยกดได้

$$\text{พื้นที่ผิวรอยกด (A)} = \frac{d^2}{2 \sin(136^\circ/2)} \quad \text{ซึ่งจะมีค่าโดยประมาณ} = \frac{d^2}{1.8544}$$

ดังนั้นค่าความแข็ง Vickers หัวกดเพชรพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส Diamond Pyramid Hardness (DPH) หรือ Vickers Hardness (HV) จะมีค่าดังสมการ

$$DPH = \frac{F}{A} \quad (2.10)$$

$$DPH = \frac{1.8544F}{d^2} \quad (2.11)$$

โดย DPH หรือ HV คือ ค่าความแข็ง Vickers (kg/mm^2)

F คือ น้ำหนักกด (kg)

d คือ ความยาวเส้นทแยงมุมเฉลี่ย (mm)

ในงานวิจัยนี้จะใช้การทดสอบความแข็งของชิ้นงานที่เคลือบด้วย CrN_x โดยวิธีของ micro vicker ค่าความแข็งสามารถคำนวณได้จากแรงกดต่อพื้นที่หน้าตัดของรอยกด ซึ่งค่าความแข็ง (HV) มีหน่วยเป็น kgf/mm^2 โดย $1 \text{ kgf/mm}^2 = 9.8 \times 10^{-3} \text{ GPa}$

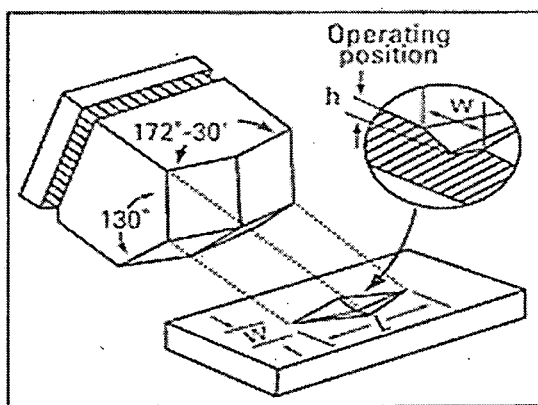
ตารางที่ 2.3 แสดงน้ำหนักของหัวกดแต่ละสเกลในการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์

Hardness symbol	Nominal value of the test force F (N)
HV 0.01	0.0980
HV 0.02	0.1961
HV 0.05	0.4903
HV0.01	0.9807

5. การทดสอบความแข็งแบบ Knoop

การทดสอบแบบความแข็งแบบ Knoop เป็นการวัดความต้านทานของพื้นที่วัสดุต่อการเกิดรอยกดหรือต่อการเสียรูปอย่างถาวรที่พื้นผิวของวัสดุแบบเดียวกัน ซึ่งต่างจากการทดสอบความแข็งแบบ Vickers ตรงที่หัวกดแบบ Knoop จะเป็นหัวกดเพชรพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูน โดยมีเส้นทแยงมุมด้านยาวกับด้านสั้นต่างกันเป็นอัตราส่วน 7:1 ดังรูป และใช้น้ำหนักกดในช่วง 25 -3600 กรัม การทดสอบแบบ Knoop จะใช้ประโยชน์ในการทดสอบความแข็งกับชิ้นงานที่มีขนาดเล็กและที่มีพื้นที่ผิวที่เล็กกว่าบนชิ้นงานที่จะทดสอบ โดยค่าความแข็งจะอยู่ในช่วงประมาณ 60 - 1000

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 แสดงลักษณะหัวกดและรอยกดของการทดสอบความแข็งแบบ Knoop [5]

ในการทดสอบให้นำชิ้นงานที่จะทำการทดสอบวางไว้บนแท่งทดสอบ จากนั้นปรับระยะโฟกัสของกล้องจุลทรรศน์ แล้วเลื่อนแท่งทดสอบเพื่อหาตำแหน่งที่จะทดสอบบนชิ้นงาน จากนั้นปล่อยน้ำหนักกดลง หลักการทำงานเหมือนกับการทดสอบความแข็งแบบ Vickers เสร็จแล้วทำการวัดค่าความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาวไปคำนวณหาสูตรความแข็งดังสมการ

$$KHN = \frac{1.43 \times F}{L^2} \quad (2.12)$$

โดย KHN คือ ค่าความแข็ง Knoop (kg/mm^2)
 F คือ น้ำหนักกด (kg)
 L คือ ความยาวเส้นทแยงมุมด้านยาวของรอยกด (mm)

2.3.4 กระบวนการการกัดกร่อน (Corrosion)

การกัดกร่อน คือ การสูญเสียเนื้อโลหะโดยการทำปฏิกิริยาทางเคมีกับสิ่งแวดล้อมอาจเป็นปฏิกิริยาเคมีหรือปฏิกิริยาไฟฟ้าทางเคมี การกัดกร่อนเป็นปรากฏการณ์ทางธรรมชาติอย่างหนึ่ง กล่าวคือ สินแร่ต่างๆที่อยู่บนโลกจะมีสภาพที่มีเสถียรภาพอยู่แล้ว เมื่อสินแร่ถูกถลุงให้ได้เนื้อโลหะบริสุทธิ์ จะทำให้โลหะนั้นอยู่ในสภาพที่ไม่เสถียรภาพมากขึ้น โลหะที่ไม่เสถียรภาพจะพยายามกลับคืนสู่สภาพเดิม คือสินแร่ตามธรรมชาติจะมีเสถียรภาพสูงกว่า ซึ่งคือกระบวนการกัดกร่อน จึงต้องใช้ความพยายามในการที่จะรักษาสภาพของโลหะเหล่านี้ให้เสื่อมสภาพเพราะการกัดกร่อนน้อยที่สุดและมีระยะเวลาการใช้งานที่ยาวนานที่สุด

กระบวนการการกัดกร่อนโลหะ จะเกิดได้เมื่อมีองค์ประกอบหลัก 4 องค์ประกอบดังนี้

1. แอโนด (Anode)
2. แคโทด (Cathode)
3. อิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte)
4. ตัวกลางในการถ่ายโอนอิเล็กตรอน (electron transfer) หรือให้กระแสไหลระหว่างขั้วแอโนดกับขั้วแคโทด (electron flow)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดกระบวนการกัดกร่อนจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะ คือ เป็นปฏิกิริยาที่โลหะแอโนด ซึ่งอะตอมของโลหะเกิดการไอออนและไอออนของโลหะจะเข้าไปยังสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ขณะที่อิเล็กตรอนจะออกจากแอโนดเนื่องจากไอออนของโลหะหลุดออกจากแอโนด ซึ่งทำให้เกิดการกระบวนการกัดกร่อนขึ้นตามสมการ



ปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะเกิดขึ้นที่ด้านขั้วแอโนด เพื่อทำให้เกิดสมดุลขึ้นภายในระบบจึงมีปฏิกิริยารีดักชันเกิดขึ้นด้านขั้วแคโทด โดยทั่วไปปฏิกิริยารีดักชันจะแบ่งออกเป็น 4 แบบดังนี้

1. มีไฮโดรเจนเกิดขึ้น (ภายในน้ำมีความเป็นกรด)



2. เกิดรีดักชันของออกซิเจน(ภายในน้ำมีพีเอชน้อยกว่า 5)



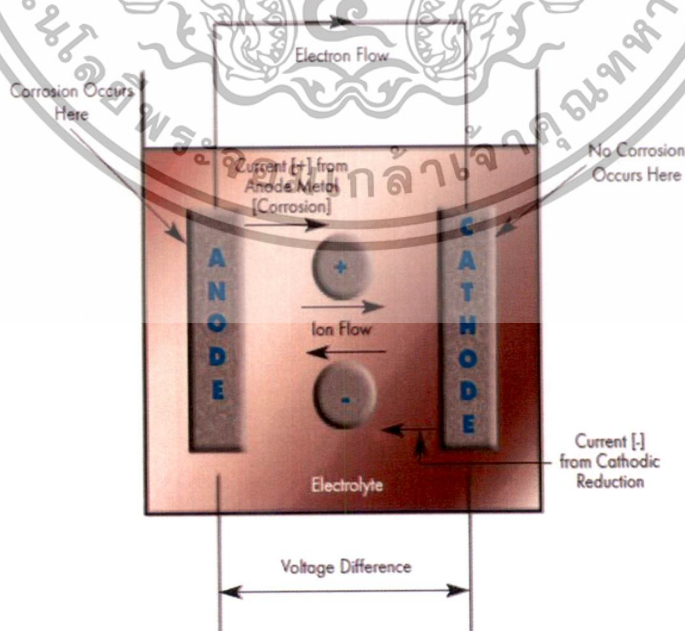
3. เกิดรีดักชันของออกซิเจน(ภายในน้ำมีพีเอชมากกว่า 5)



4. เกิดรีดักชันของไอออนของโลหะ



หลังจากเกิดปฏิกิริยาการกัดกร่อนเบื้องต้น ขั้นตอนต่อไป คือ การรวมตัวของไอออนในสารละลาย ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์จากการกัดกร่อน

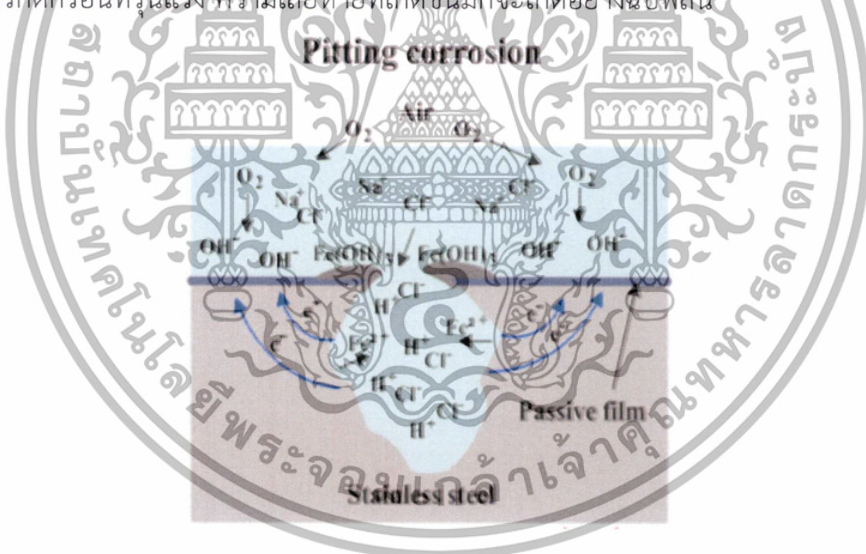


รูป 2.16 องค์ประกอบของกระบวนการเกิดกรกัดกร่อนในโลหะ [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.1 การกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting Corrosion)

การกัดกร่อนแบบรูเข็ม เป็นปัญหาที่เกิดขึ้นมากโดยเฉพาะกับโลหะที่มีการเคลือบฟิล์มลงไปบนโลหะ เพื่อจะป้องกันการกัดกร่อนแบบทั่วผิวหน้าได้แล้ว แต่เมื่อฟิล์มบางเริ่มแตกออกเฉพาะบางที่จะทำให้เกิดการกัดกร่อนเฉพาะ ที่กัดกร่อนจะถูกกัดกร่อนลึกลงไปเรื่อยๆ ทำให้สังเกตเห็นได้จากผลผลิตกัดกร่อนได้ปกคลุมเอาไว้ การกัดกร่อนแบบนี้ทำให้คาดการณ์ได้ยาก โดยทั่วไปจะเกิดสนิมในทิศทางเดียวกับแรงโน้มถ่วงโลก จะเกิดการกัดกร่อนแนวอื่นก็ได้แต่จะน้อย pitting เป็นลักษณะที่ทำให้เป็นรูหรือหลุมในเนื้อโลหะ รูเหล่านี้อาจมีขนาดเล็กหรือใหญ่ก็ได้ แต่โดยส่วนมากจะมีขนาดเล็ก บางครั้งจะเห็นรูกระจายอยู่ห่างกัน หรืออาจอยู่ใกล้กันจนดูคล้ายผิวโลหะที่ขรุขระ ดังรูปที่ 2.17 การกัดกร่อนแบบ Pitting เป็นการกัดกร่อนที่ ก่อให้เกิดความเสียหายและรุนแรงที่สุด ซึ่งทำให้อุปกรณ์ เครื่องมือ หรือชิ้นส่วนต่างๆ เกิดความเสียหายเนื่องจากการเจาะลึกด้วยเปอร์เซ็นต์การสูญเสีย น้ำหนักของโครงสร้างทั้งหมดที่น้อย ลักษณะนี้มักยากที่จะตรวจสอบพบเพราะมีขนาดเล็ก นอกจากนั้นยังยากที่จะตรวจวัดเชิงปริมาณและตรวจวัดการขยายตัวของสภาพการกัดกร่อนของ Pitting ได้เพราะความลึกและจำนวนของรูที่เปลี่ยนแปลงภายใต้สภาวะเฉพาะสภาวะใดสภาวะหนึ่ง การเกิด Pitting ยังยากที่จะคาดการณ์ได้จากการทดสอบในห้องทดลองอีกด้วย บางครั้งอาจใช้เวลานานจึงปรากฏสภาพของการกัดกร่อน การเกิด Pitting เป็น การเกิดเฉพาะที่และเป็นรูปแบบการกัดกร่อนที่รุนแรง ความเสียหายที่เกิดขึ้นมักเกิดอย่างฉับพลัน



รูปที่ 2.17 การกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting corrosion) [6]

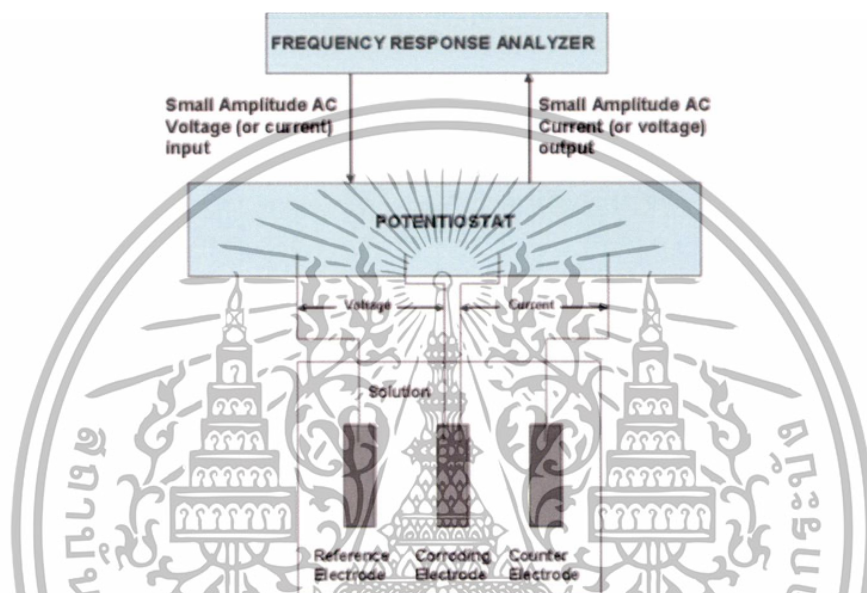
2.6.2 การวัดศักย์ไฟฟ้าในการกัดกร่อน ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อน

ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน(Corrosion potential, E_{corr}) คือ ศักย์ไฟฟ้าที่อัตราการรวมของปฏิกิริยาออกซิเดชันทั้งหมดเท่ากับปฏิกิริยารีดักชัน โดยความหนาแน่นของกระแสที่ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน เรียกว่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน(Corrosion current density, I_{corr}) ซึ่งเป็นค่าที่แสดงถึงอัตราการกัดกร่อน การวัดค่าศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าขณะเกิดการกัดกร่อนจะใช้เครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) ในการวิเคราะห์ โดยมีอิเล็กโทรด(electrode)ในการวัดมีอยู่ 3 ชนิด คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. อิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode)
2. อิเล็กโทรดกระแส (Counter electrode)
3. อิเล็กโทรดตัวอย่าง (Working electrode)

ค่าความศักย์ไฟฟ้าจะได้รับการวัดจะเกิดจากการเปรียบเทียบกับค่าศักย์ไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดอ้างอิงกับอิเล็กโทรดตัวอย่าง และ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจะเกิดการวัดเปรียบเทียบระหว่างอิเล็กโทรดกระแสกับอิเล็กโทรดอ้างอิง จากค่าศักย์ไฟฟ้าและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ เมื่อนำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทั้งสองจะได้กราฟที่เรียกว่ากราฟเส้นโพลาริเซชัน



รูปที่ 2.18 หลักการทำงานของเครื่องโพเทนชิโอสแตท [6]

จากรูปที่ 2.18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของปฏิกิริยาออกซิเดชัน (ปฏิกิริยาแอโนดิก) กับปฏิกิริยารีดักชัน (ปฏิกิริยาแคโทดิก) บนพื้นผิวของโลหะที่กำลังเกิดการกัดกร่อน เมื่อมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านขั้วไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์ของขั้วไฟฟ้าทั้งสอง จะเกิดการเปลี่ยนแปลงดังเส้นกราฟแอโนดิกกับเส้นกราฟแคโทดิกตามลำดับ โดยค่าความต่างศักย์ของแอโนดิกจะมีค่าไปทางค่าบวกแต่ค่าความต่างศักย์ของแคโทดิกจะมีค่าไปทางค่าลบ ในลักษณะเช่นนี้แสดงถึงการเกิดโพลาริเซชันของขั้วทั้งสองสามารถหาค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนได้จากจุดตัดของเส้นกราฟแอโนดิกและเส้นกราฟแคโทดิก

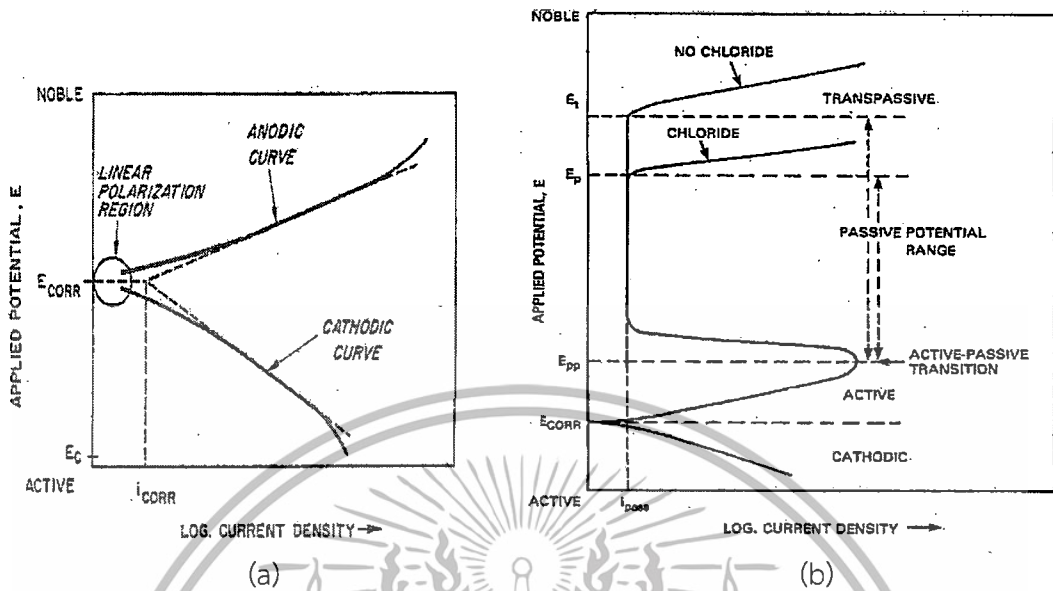
เมื่อทราบค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนแล้ว จะสามารถคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนได้จากสมการ

$$R_{mpy} = \frac{0.31i_{corr}e}{\rho} \quad (2.18)$$

เมื่อ R_{mpy} คือ อัตราเกิดการกัดกร่อน (มิลลิเมตรต่อปี)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- e คือ น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะ
 ρ คือ ความหนาแน่นของโลหะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)



รูปที่ 2.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนกับความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน [6]

2.6.3 เส้นโพลาริเซชัน

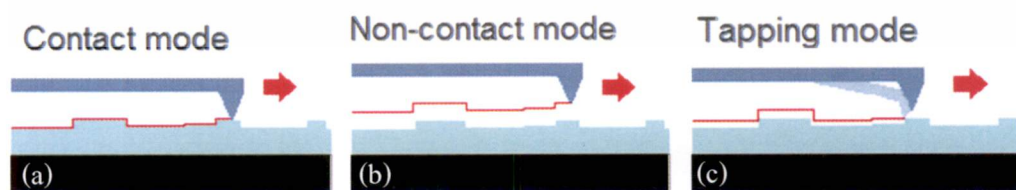
จากกราฟรูปที่ 2.19 (b) ทราบว่าจุดตัดของเส้นกราฟแอโนดกับเส้นกราฟแคโทดิก คือค่าศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อน (E_{CORR}) เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าต่อถึงจุดหนึ่ง กระแสกลับลดลงเนื่องจากเกิดชั้นฟิล์มพาสซีฟบนผิวโลหะ เรียกว่า ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดว่าเป็นจุดการเปลี่ยนแปลงแอคทีฟ-พาสซีฟและค่าศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าพาสซีฟเวชันปฐม (Primarily passive potentials) ใช้สัญลักษณ์ E_{PP} เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าต่อไปกระแสจะเริ่มลดลงจนคงที่ที่ค่าหนึ่งแม้จะเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้แก่เซลล์ต่อไป ความหนาแน่นของกระแสก็ยังคงไม่เปลี่ยนแปลงช่วงกราฟที่กระแสดังที่เรียกว่า ช่วงพาสซีฟ (Passive zone) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะที่แสดงถึงความทนทานของฟิล์มบนผิวโลหะ ถ้ายิ่งเพิ่มศักย์ไฟฟ้าต่อไปอีกจนถึงค่าหนึ่งที่ทำให้ชั้นฟิล์มพาสซีฟแตก จะทำให้กระแสเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เรียกช่วงนี้ว่า ช่วงทรานพาสซีฟ (transpassive zone) และเรียกศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้ว่า ศักย์ไฟฟ้าทรานพาสซีฟ (E_T) ศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้เป็นค่าที่โลหะเริ่มเกิดการกัดกร่อนเฉพาะที่ คือการกัดกร่อนแบบรูเข็ม (Pitting corrosion) ถ้าป้อนค่าศักย์ไฟฟ้าเกินค่า E_T จะเกิดการแตกของฟิล์มพาสซีฟจุดใหม่เพิ่มขึ้น และขนาดของการกัดกร่อนแบบรูเข็มก็จะมีขนาดใหญ่ขึ้น ถ้าเปรียบเทียบระหว่างเส้นโพลาริเซชันของสารละลายที่มีคลอไรด์กับสารละลายที่ไม่มีคลอไรด์ จะพบว่าในสารละลายที่มีคลอไรด์จะมีค่าศักย์การกัดกร่อนแบบรู (E_P) ต่ำกว่าค่าศักย์ไฟฟ้าพาสซีฟ (E_P) และจะมีความกว้างที่แคบกว่าอีกด้วย

2.. กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy)

เทคนิคการวิเคราะห์ที่ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy ; AFM) [7] เป็นเทคนิคประเภทหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy ซึ่งเป็นเทคนิคที่สามารถใช้ในการวัดพื้นผิวของวัสดุประเภทต่างๆ โดยมีหลักการพื้นฐาน คือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็ก (Probe Tip) เคลื่อนที่สแกนไปทั่วบริเวณต่างๆของผิววัสดุ โดยการควบคุมของตัวไพโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (Piezoelectric Scanner) ซึ่งสภาพผิวของวัสดุที่ต่างกันออกไปนั้นจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันออกไปตามสภาพผิวนั้นๆ โดยที่ตัวคานที่มีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอเกิดขึ้น เมื่อมีแรงกระทำระหว่างอะตอม ซึ่งอาจจะเป็นแรงดูดหรือแรงผลักก็ได้ ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มปลายแหลมและพื้นผิวตรงจุดนั้น สามารถวัดการโค้งงอได้จากการสะท้อนของเลเซอร์ที่ปลายเข็มไปยังโฟโตดีเทคเตอร์ (Photodiode) จึงทำให้ได้ภาพที่ออกมาสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณ



รูปแบบในการศึกษาของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมนั้น จะสามารถศึกษาได้จากการใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กเคลื่อนที่สแกนไปทั่วบริเวณต่างๆของผิววัสดุมี 3 แบบคือ (1) Contact mode, (2) Non-Contact mode และ (3) Tapping mode โดยมีรายละเอียดดังนี้



รูปที่ 2.21 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ (a) Contact mode, (b) Non-Contact mode และ (c) Tapping mode

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1) การวัดแบบสัมผัสพื้นผิว (Contact mode)

ในรูปแบบนี้เป็นการศึกษาการวัดรูปทรงของชิ้นงานโดยการขยับให้เข็มไกลไปบนผิวงาน (แสดงดังรูปที่ 2.14 (a)) ซึ่งจะทำให้มีแรงผลักรู้สึกขึ้น เนื่องจากเข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมากแค่ประมาณ 1-2 อังสตรอม จะทำให้คานมีการโค้งงอ และผลจะมีขนาดที่เปลี่ยนแปลงสอดคล้องกับรูปทรงของผิวงาน แต่วิธีนี้จะมีข้อเสีย คือ ในการที่จะลากเข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไปยังส่วนต่างๆของผิวงานนั้น อาจทำให้เกิดตำหนิ หรือพื้นผิววัสดุเปลี่ยนไปจากเดิม และเกิดความเสียหายบนพื้นผิวงานได้

2) การวัดแบบไม่สัมผัสพื้นผิว (Non-Contact mode)

ในรูปแบบนี้จะเป็นการวัดแบบไม่สัมผัสพื้นผิว โดยพัฒนามาจากการวัดแบบ Contact mode โดยที่ระยะห่างของเข็มกับพื้นผิววัสดุจะห่างกันประมาณ 10-100 อังสตรอม (แสดงดังรูปที่ 2.14 (b)) จึงทำให้ไม่มีปัญหาเรื่องความเสียหายที่อาจเกิดขึ้นกับชิ้นงาน และแรงที่กระทำระหว่างตัวคานกับผิวชิ้นงานจะเป็นแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนไปตามพื้นผิวของชิ้นงาน อย่างไรก็ตาม ในการวัดรูปแบบนี้จะมีข้อจำกัดในเรื่องของความละเอียดของภาพที่เกิดขึ้น ดังนั้น สัญญาณการเปลี่ยนแปลงจึงอาจไวต่อสิ่งแปลกปลอมที่อยู่บนผิวงาน

3) การวัดแบบผสม (Tapping mode)

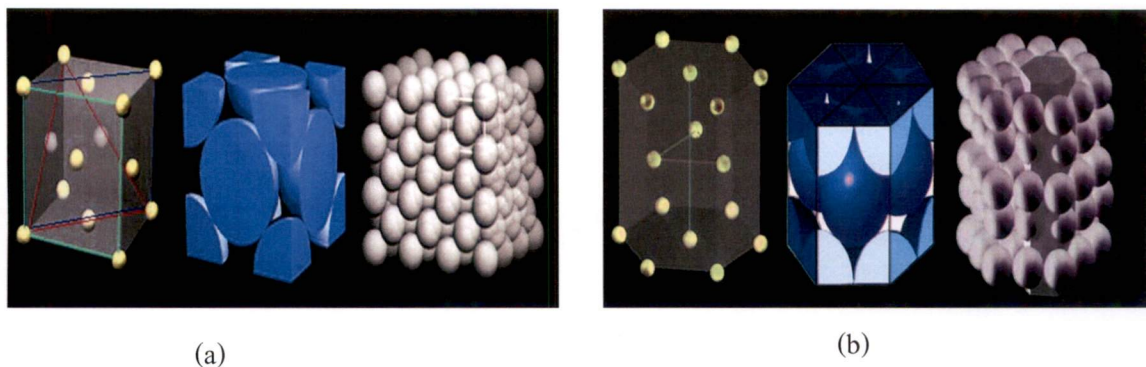
รูปแบบนี้เป็นรูปแบบการวัดที่เอาเทคนิค Contact mode กับ Non-Contact mode รวมกัน ทำให้การวัดด้วยเทคนิคนี้ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มผิวงานในระยะที่ใกล้กันมาก (แสดงดังรูปที่ 2.14 (c)) เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจนขึ้น ในขณะที่เดียวกัน ก็ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อมๆกับการเคลื่อนที่สแกนไปยังพื้นผิวบริเวณต่างๆบนผิวงาน จึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไกลเข็มไปบนผิวงานและเกิดความเสียหายต่อผิวงานได้

2.4 สมบัติฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และการทบทวนวรรณกรรม

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เป็นที่นิยมในการเคลือบลงบนชิ้นงานที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม ซึ่งฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จะช่วยให้อายุการใช้งานของอุปกรณ์และเครื่องจักรยาวนานยิ่งขึ้น เนื่องจาก ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีค่าความแข็งสูงประมาณ 20-25 GPa [8] ยึดเกาะกับผิวโลหะ และทนต่อการขัดสี ทนอุณหภูมิสูง และ ด้านการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี อีกทั้งมีค่าสัมประสิทธิ์ความต้านทานต่ำ [9] การเตรียมฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ มีหลายวิธีเช่น การเคลือบด้วย วิธีระเหยสาร (Evaporation) หรือ วิธีคาโทดิกอาร์ค [10] แต่ที่นิยมใช้กันใน ภาคอุตสาหกรรมคือการเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซีแมกนีตรอน สเปคเตอร์ริง (reactive DC magnetron sputtering) [11]

โดยทั่วไปอาจจะพบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ได้ 2 ลักษณะ คือ CrN และ Cr₂N มีการจัดเรียงโครงสร้างของผลึกที่แตกต่างกัน Cr₂N จะมีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal close-packed (hcp) แต่ในขณะเดียวกัน CrN จะมีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างของผลึกแบบ Face-centred cubic (fcc) [12] ค่าคงที่ผลึกของ Cr_xN_y จะมีประมาณ 4.10 อังสตรอม [13] การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกจะมีผลต่อฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ คือ ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ Cr₂N จะมีความแข็งแรงกว่า และมีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานสูงกว่า แต่จะมีความต้านทานการสึกหรอต่ำกว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ CrN [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.22 (a) การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแบบ fcc (b) การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแบบ hcp [14]

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเคลือบฟิล์มบางโครเนียมไนไตรด์มีดังต่อไปนี้

ในการที่จะช่วยยืดอายุการใช้งานของชิ้นส่วนเครื่องจักรต่างๆ (เช่น วาล์ว, แท่นขึ้นรูปชิ้นงาน หัวชุดเจาะ หรือ ใบมีดตัดต่างๆ) ปัจจัยที่สำคัญอย่างยิ่งคือการเพิ่มประสิทธิภาพในการทนต่อการสึกหรอและการกัดกร่อน ซึ่งจากการวิจัยและค้นคว้าทางด้านวิทยาศาสตร์พบว่า การเคลือบชิ้นส่วนโลหะด้วย Chromium Nitride (CrN) จะช่วยเพิ่มความแข็งให้กับชิ้นส่วนโลหะได้เป็นอย่างดี นอกจากนี้ยังช่วยทำให้ชิ้นส่วนโลหะมีความทนต่อความร้อน และการกัดกร่อนได้ดีอีกด้วย โดยทั่วไปแล้ว โครงสร้างโมเลกุลพื้นฐานของ โครเมียม และไนโตรเจน (Cr-N) จะมีลักษณะเป็นของแข็งซึ่งมีลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างกันออกไป โดยขึ้นกับอัตราส่วนโมลของไนโตรเจนในระบบ ซึ่งโครงสร้างที่สามารถเป็นไปได้มี 3 โครงสร้างได้แก่ Body Center Cubic Cr, Hexagonal Cr_2N และ Face Center Cubic CrN

จากการศึกษาและค้นคว้าพบว่ามิงงานวิจัยต่างๆ มากมายที่ศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการกัดกร่อนของวัสดุที่มีการเคลือบด้วย CrN โดยพบว่า การพัฒนาโครงสร้างฟิล์มบาง CrN มีอยู่ด้วยการหลายวิธีการไม่ว่าจะเป็น การสร้างโครงสร้าง CrN แบบหลายชั้น (Multi-layer) เช่น CrN/Cr [15] หรือ TiN/CrN [16] หรือ การลดความหยาบของพื้นผิวและเพิ่มขนาดของเกรน ซึ่งจากงานวิจัยของ W. Wongtanarasarin และคณะ[17] พบว่า การเคลือบโลหะ AISI 304 ด้วย CrN ที่มีความหนาแน่นสูง และมีขนาดของเกรนที่ใหญ่จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการป้องกันการกัดกร่อนได้ และจากการวิจัยของ C. Keawchan และคณะ[18] พบว่าลักษณะของพื้นผิวมีผลต่ออัตราการถูกกัดกร่อนของโลหะ ซึ่งทดสอบโดยการนำโลหะ AISI 4140 มาเคลือบด้วย CrN และนำไปแช่ในสารละลาย NaCl ซึ่งพบว่าอัตราการกัดกร่อนสูงขึ้นเมื่อความหยาบของพื้นผิวของสารเคลือบสูงขึ้น โดยทั่วไป หลังจากปลูกฟิล์มบางด้วยกระบวนการระเหยสาร (Physical Vapor Deposition) เช่นการ sputtering และการระเหยสารด้วยพลาสมา [19,20] แล้ว ฟิล์มบางจะมีความเค้นหลงเหลือ (Residual Stress) ในฟิล์มบาง ซึ่งสามารถทำให้หลุดลงได้โดยการนำฟิล์มบางไปผ่านกระบวนการอบ [21] โดย F.H. Lu และ H.Y. Chen ได้ทำการวิจัยและศึกษาการเปลี่ยนแปลงของฟิล์มบาง CrN หลังจากปลูกลงบนซิลิกอนด้วยวิธีการปลูก Cathodic Arc Plasma Deposition ภายใต้แก๊สไนโตรเจน ความดัน 3 Pa ซึ่งจากการวิจัยพบว่า ฟิล์มบาง CrN จะมีการเปลี่ยนแปลงหลังจากผ่านการแอนนูลที่อุณหภูมิสูงภายใต้ความดันบรรยากาศค่าหนึ่ง โดยในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของความเค้นของฟิล์มบาง จะใช้การวัดรัศมี

ความโค้งของฟิล์มบาง ซึ่งจากผลการวัดพบว่าค่าความเค้นของฟิล์มบางมีค่าลดลงอย่างชัดเจนไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากผ่านการแอนนัลในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส อีกทั้งยังส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของฟิล์มบางจาก CrN ไปเป็น Cr₂N ด้วย นอกจากนี้ G. Wei และคณะ[13] ยังได้ทำการวิจัยและพบว่า ค่าความแข็ง และ ขนาดของโครงสร้างของฟิล์มบาง Cr, CrN และ Cr₂N ยังมีค่าสูงขึ้นเมื่อนำฟิล์มบางไปผ่านกระบวนการแอนนัลภายใต้สุญญากาศที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากงานวิจัยที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นได้ว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีคุณสมบัติหลายอย่างที่น่าสนใจ เช่น มีการยึดเกาะที่ดี, คุณสมบัติความแข็งของฟิล์ม และการต้านทานการกัดกร่อน เป็นต้น เมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้นจะส่งผลต่อคุณสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีความแข็งเพิ่มขึ้น และความหยาบของพื้นผิววัสดุก็เป็นอีกหนึ่งตัวแปรที่สำคัญเนื่องจากถ้าความหยาบผิวละเอียดจะส่งผลให้ได้ชั้นเคลือบที่เรียบและมีการยึดเกาะที่มีความหนาแน่นและสม่ำเสมอสามารถป้องกันการกัดกร่อนได้ดีขึ้น ซึ่งฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ Cr₂N จะมีความแข็งแรงกว่าและมีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานสูงกว่า แต่จะมีความต้านทานการสึกหรอต่ำกว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ CrN เพราะฉะนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่มีคุณสมบัติที่มีค่าความแข็งสูง ทนต่อการต้านทานการกัดกร่อนที่ดี ซึ่งจากคุณสมบัติข้างต้นสามารถที่จะนำไปประยุกต์เคลือบลงใบมีดคว้านไส้ลับประด เนื่องจากโครเมียมไนไตรด์มีคุณสมบัติที่ต้านทานต่อการกัดกร่อนสูง และมีความแข็ง ซึ่งสามารถยืดอายุในการใช้งานที่นานขึ้น เหมาะสมกับงานในอุตสาหกรรมที่ใช้กันอยู่อย่างมากในปัจจุบัน

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึง อุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีการทดลอง ประกอบด้วย 4 ส่วน ได้แก่ (1) การเตรียมวัสดุรองรับเพื่อใช้ในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (2) เครื่องดีซีแมกนีตรอนสเปดเตอริง (3) ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปดเตอริง (4) การวิเคราะห์ผล ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 การเตรียมวัสดุรองรับเพื่อใช้ในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

3.1.1 การเตรียมแผ่นซิลิกอนเป็นวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์นี้ต้องหาอัตราการเคลือบฟิล์มที่เหมาะสม โดยเบื้องต้น การเตรียมชิ้นงานสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ผู้วิจัยได้ใช้วัสดุรองรับเป็นซิลิกอนเพื่อใช้ในการเคลือบ โดยมีอุปกรณ์และวิธีการเตรียมชิ้นงานสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ดังต่อไปนี้

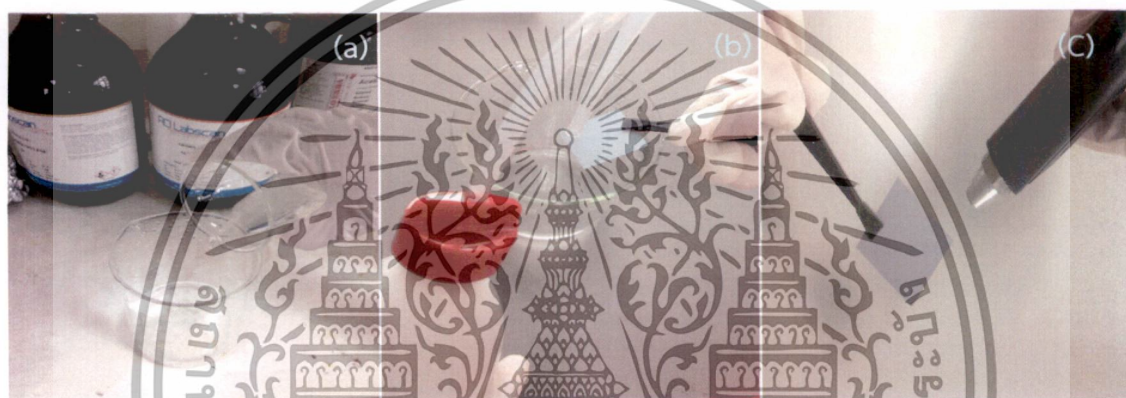
1. ขั้นตอนการตัดแผ่นซิลิกอนให้ใช้คีมคีบแผ่นซิลิกอนวางลงบนกระดาษ A4 โดยให้ด้านที่ขัดเงาอยู่บน ให้วัดจากฝั่งด้านตรงเข้ามา 3 เซนติเมตร ใช้ปากกาหัวเพชรขีดทำรอยบริเวณตรงขอบไว้ 2-3 มิลลิเมตร (รูปที่ 3.1) หลังจากนั้นใช้คีมพลาสติกสองอันจับแผ่นซิลิกอนไว้ พยายามจับให้ใกล้กับรอยที่ขีดไว้มากที่สุด และระวังไม่ให้คีมเข้าไปลึกจนเกินไป ทำการบิดข้อมือออกจากกันเล็กน้อยจะทำให้แผ่นซิลิกอนหักออกจากกันได้ตามแนวที่ขีดเอาไว้และวัดซิลิกอนจากริมสุดของซิลิกอนเข้ามา 3 เซนติเมตร ทำรอยบนซิลิกอนแล้วใช้คีมคีบหักซิลิกอนออกจากกัน โดยแผ่นรองรับนั้นมีขนาด 3x3 ตารางเซนติเมตร



รูปที่ 3.1 แสดงการใช้ปากกาหัวเพชรขีดทำรอยบริเวณแผ่นซิลิกอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ขั้นตอนการทำความสะอาดชิ้นงาน เริ่มจากเตรียมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมกับกรดซัลฟิวริก ในอัตราส่วน 1:3 โดยที่เทกรดซัลฟิวริกลงในบีกเกอร์ก่อน 3 ส่วน แล้วค่อย ๆ เทไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ช้า ๆ จนกระทั่งได้อัตราส่วนเท่ากับ 1 ส่วน (รูปที่ 3.2 (a)) จากนั้นนำแผ่นซิลิกอนลงไปแช่ เป็นเวลา 10 นาที ต่อกันนำไปล้างด้วยอะซิโตน (Acetone) โดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 10 นาที เสร็จแล้วนำแผ่นซิลิกอนที่ได้ไปล้างด้วยน้ำ DI แล้วนำไปล้างด้วยอะซิโตน (Acetone) โดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 10 นาที อีกครั้ง แล้วนำไปล้างต่อด้วยเมทานอลโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 10 นาที นำชิ้นงานขึ้นล้างด้วยน้ำ DI อีกครั้ง นำกรดไฮโดรฟลูออริกเตรียมลงในถ้วยพลาสติกผสมกับน้ำกลั่นในอัตราส่วน 1:10 แล้วนำแผ่นซิลิกอนมาแกว่งในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกใช้เวลาประมาณ 1 นาที เพื่อเป็นการปรับสภาพพื้นผิวและล้างสารเคลือบผิวหน้าบนแผ่นซิลิกอนเมื่อเสร็จแล้วให้ทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนด้วยน้ำ DI และเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน (รูปที่ 3.2(c)) จากนั้นนำชิ้นงานใส่เข้าไปในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการทำความสะอาดชิ้นงาน (a) สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมกับกรดซัลฟิวริก (b) ทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนที่ได้ไปล้างด้วยน้ำ DI (c) เป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.3 แผ่นซิลิกอนขนาด 3 x 3 เซนติเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน

3.1.2 การเตรียมแผ่นสแตนเลสเกรด 304 เป็นวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

เมื่อได้อัตรากาเคลือบที่ต้องการสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ จากนั้นเป็นการเคลือบลงบนแผ่นสแตนเลสเกรด 304 เพื่อศึกษาและหาเงื่อนไขการเคลือบฟิล์ม โดยมีอุปกรณ์และวิธีการเตรียมชิ้นงานสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ การดังต่อไปนี้

1. ขั้นตอนการเตรียมแผ่นสแตนเลสเกรด 304 ทำการตัดแผ่นสแตนเลสเกรด 304 (ขนาด $3 \times 3 \text{ cm}^2$) ด้วยเลเซอร์หรือเครื่องตัด เพื่อนำมาใช้เป็นวัสดุรองรับในการเคลือบฟิล์ม
2. นำแผ่นสแตนเลสเกรด 304 ขนาด $3 \times 3 \text{ cm}^2$ มาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600, 1,000, 2,000 และ 4,000 (รูปที่ 3.6 (a)) ระยะเวลาในการขัดอย่างละ 30 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำมาขัดด้วยน้ำยาขัดเพชร (Monocrystalline Diamond Suspension) ความละเอียด $3 \mu\text{m}$ และ $0.1 \mu\text{m}$ (รูปที่ 3.5) เป็นเวลา 30 นาทีและ 10 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำแผ่นสแตนเลสที่ขัดเสร็จแล้วไปล้างด้วยน้ำยาล้างจาน เพื่อขจัดไขมันออกจากผิว และเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 น้ำยาขัดเพชร (Monocrystalline Diamond Suspension) ความละเอียด 3 μm และ 0.1 μm



รูปที่ 3.6 (a) ขัดแผ่นสแตนเลสด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600, 1,000, 2,000 และ 4,000 (b) ล้างแผ่นสแตนเลสด้วยน้ำยาล้างจาน

3. นำไปล้างในตัวทำละลายไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีสมบัติละลายไขมันได้ดีจึงนำมาทำความสะอาดคราบไขมัน โดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทำความสะอาดไตรคลอโรเอทิลีนออกด้วยสารละลายอะซีโตน โดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที (รูปที่ 3.7) แล้วนำไปล้างในสารละลายเมทานอลโดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที เพื่อใช้เป็นตัวทำละลายอะซีโตนออกจากแผ่นสแตนเลส และสุดท้ายนำแผ่นสแตนเลสไปแช่ในน้ำ DI อีกครั้ง โดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที แล้วเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน จากนั้นนำชิ้นงานใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ แสดงขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นสแตนเลส ดังรูปที่ 3.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 ภาพแสดงเครื่องอัลตราโซนิกขณะที่กำลังทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนด้วยอะซีโตน



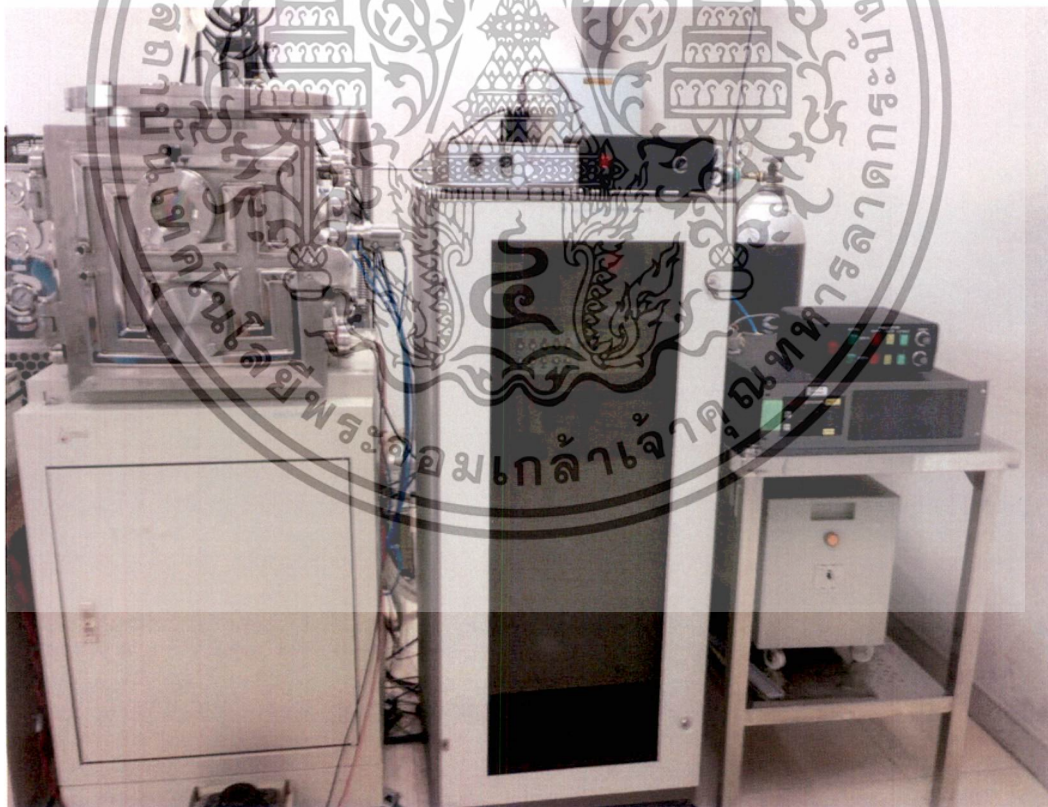
รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นสแตนเลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 เครื่องดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ด้วยเทคนิครีแอคทีฟสปัตเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} - 10^{-6} mbar ทั้งนี้ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

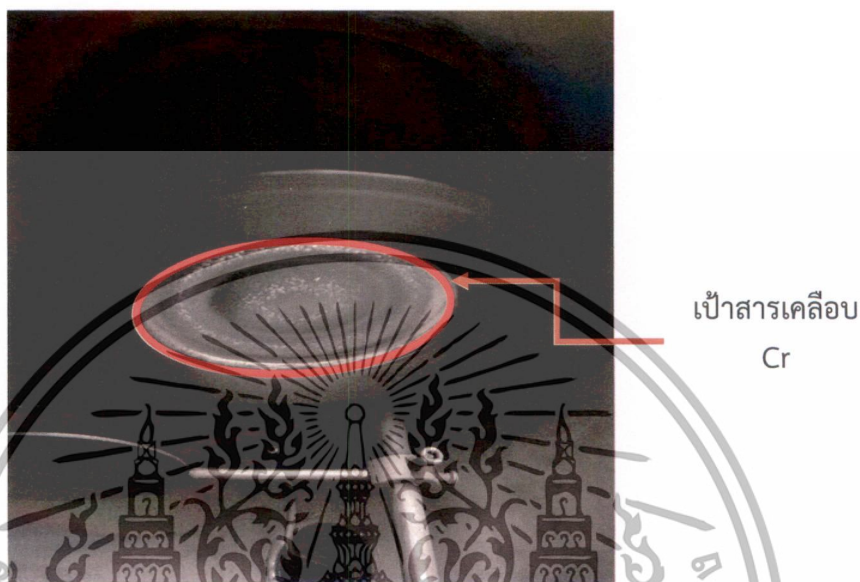
1. ส่วนของระบบสุญญากาศ เป็นส่วนในการสร้างสภาวะสุญญากาศ ประกอบด้วยห้องเคลือบทรงสี่เหลี่ยม ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศจะใช้ปั๊มสุญญากาศที่ประกอบด้วยปั๊มกลโรตารี (Rotary Pump) และปั๊มฟุ้งกระจาย (Diffusion Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุม เปิด-ปิด โดยในขั้นตอนต้นจะใช้ปั๊มกลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ซึ่งสามารถอ่านค่าความดันที่ได้จากหัววัดแบบพิรานี ต่อมาจะใช้ปั๊มฟุ้งกระจายเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} - 10^{-6} mbar โดยสามารถอ่านค่าความดันที่ได้จากหัววัดแบบ Cold Cathod Gauge



รูปที่ 3.9 ระบบการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด ระบายความร้อนด้วยน้ำ ติดตั้งเป่าโครเมียม (99.99%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ใช้ก๊าซอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นก๊าซสปัตเตอร์ใช้ก๊าซไนโตรเจนเจือความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นก๊าซไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายก๊าซอาร์กอนและก๊าซไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller



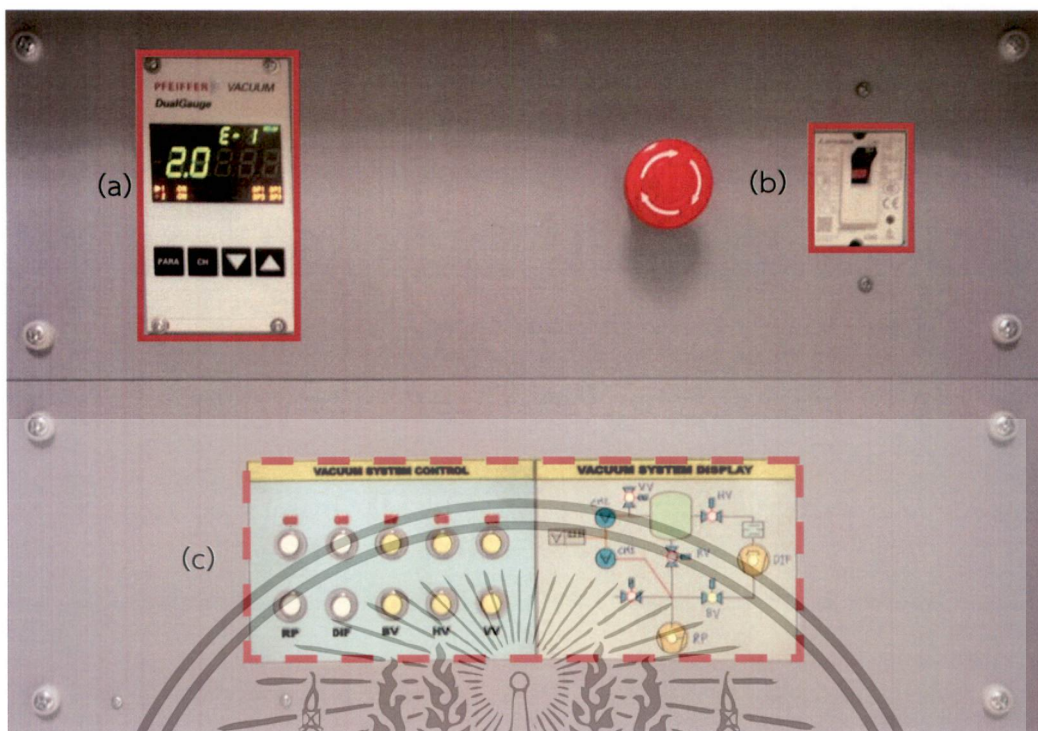
รูปที่ 3.10 เป่าสารเคลือบเป็นเป่าโครเมียมขนาด 3 นิ้ว มีความบริสุทธิ์ 99.99 %

3.3 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีอีวีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง

1. นำชิ้นงานที่ทำความสะอาดแล้ว ไปติดตั้งในห้องเคลือบ โดยให้ระยะห่างระหว่างเป่าสารเคลือบกับวัสดุรองรับที่ระยะ 7 ซม. (รูปที่ 3.11)



รูปที่ 3.11 ระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป่าสารเคลือบ (โครเมียม) ห่างกันเป็นระยะ 7 เซนติเมตร เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.12 (a) หน้าจอแสดงผลของ (b) สวิตช์ Main Breaker (c) แผงควบคุมระบบสุญญากาศของเครื่องสเปคโตริง

2. สร้างสถานะสุญญากาศในห้องเคลือบ

- เปิดสวิตช์ Main Breaker (รูปที่ 3.12 (b)) เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่างๆ หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้ Rotary Pump ทำงาน

- ใช้ Roughing Valve เพื่อปั๊มความดันให้มีความดันประมาณ 2×10^{-3} mbar

- เปิดสวิตช์ Cooling Diffusion เพื่อให้ น้ำจากระบบหล่อเย็น (water cooling system) ไประบายความร้อนให้แก่ระบบ

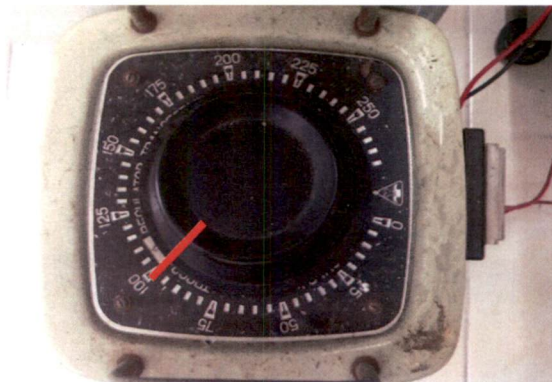
- จากนั้นจึงเปิด Backing Valve พร้อมกับ Diffusion Pump โดย Heater จะทำงานเพื่อทำการต้มน้ำมันเป็นเวลาประมาณ 45 นาที

- จึงทำการสร้างสถานะสุญญากาศสูง (High Vacuum) ในสถานะสุญญากาศโดยใช้ Diffusion Pump สูบอากาศออกจากสถานะสุญญากาศ เพื่อทำความดันในสถานะสุญญากาศให้อยู่ในช่วง 2×10^{-5} mbar

3. เมื่อความดันถึงระดับความดันพื้นแล้ว ทำความสะอาดห้องเคลือบโดยการล้างห้องเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนที่ความดัน 4×10^{-3} mbar เพื่อใช้แก๊สอาร์กอนดึงโมเลกุลอากาศที่ยังตกค้างภายในห้องเคลือบ ใช้เวลาประมาณ 5 นาที แล้วทำซ้ำสามครั้ง

4. ทำการสเปคโตริงที่กำลังไฟฟ้า 100 W ที่ความดันของแก๊สไนโตรเจน 4×10^{-3} mbar เป็นเวลา 5 นาที เพื่อทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 ให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับที่ความต่างศักย์ไฟฟ้ากระแสสลับ 100 V

5. ปิดแก๊สอาร์กอน แล้วลดความดันลงให้ถึงความดันพื้น และให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับที่ความต่างศักย์ไฟฟ้ากระแสสลับ 100 V (อุณหภูมิประมาณ 320°C) โดยใช้หลอดฮาโลเจน (Halogen lamp) เป็นแหล่งให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับ 30 นาที (รูปที่ 3.13)

6. เมื่อให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับเรียบร้อยแล้ว จะเริ่มกระบวนการเคลือบ Cr เพื่อเพิ่มคุณสมบัติการยึดติดระหว่างแผ่นรองรับกับชั้นฟิล์ม

7. จะเริ่มกระบวนการเคลือบโดยการปรับอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน (ในตารางที่ 3.1) และความดันของแก๊สอาร์กอนผสมกันที่ความดันรวม 4.0×10^{-3} mbar ทำการเคลือบที่กึ่งกลางไฟฟ้า 300 W ใช้เวลาในการเคลือบ 30 นาที ซึ่งในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มมากขึ้น ลักษณะของสัฟลาสมานั้นจะเกิดสีม่วงที่เข้มขึ้น ดังรูปที่ 3.14

8. หลังจากเคลือบเสร็จแล้ว ให้ปิดแก๊สที่ปล่อยเข้าไปในห้องเคลือบลดความดันและรอให้ชิ้นงานที่เคลือบเย็นตัวก่อนเปิดห้องเคลือบ นำชิ้นงานออกมาและนำไปวิเคราะห์ในขั้นต่อไป



รูปที่ 3.14 ลักษณะสัฟลาสมาเมื่ออัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 ข้อมูลการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอน

ตัวแปร	ค่าที่กำหนด
ความดันพื้นฐาน	2.0×10^{-5} mbar
ความดันรวม	4.0×10^{-3} mbar
ระยะห่างระหว่างเป้ากับพื้นผิวรองรับ	7 cm
อุณหภูมิพื้นผิวรองรับก่อนเคลือบโครเมียม	320 °c
กำลังไฟฟ้าขณะเคลือบโครเมียม	150 W
กำลังไฟฟ้าขณะเคลือบโครเมียมไนไตรด์	300 W
ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวม (mbar)	$0.4 \times 10^{-3}, 0.8 \times 10^{-3}, 1.2 \times 10^{-3},$ $1.6 \times 10^{-3}, 2.0 \times 10^{-3}$
เวลาในการเคลือบ	30 นาที

ตารางที่ 3.2 ข้อมูลการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304

ตัวแปร	ค่าที่กำหนด
ความดันพื้นฐาน	2.0×10^{-5} mbar
ความดันรวม	4.0×10^{-3} mbar
ระยะห่างระหว่างเป้ากับพื้นผิวรองรับ	7 cm
อุณหภูมิพื้นผิวรองรับก่อนเคลือบโครเมียม	320 °c
กำลังไฟฟ้าขณะเคลือบโครเมียม	150 W
กำลังไฟฟ้าขณะเคลือบโครเมียมไนไตรด์	300 W
ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวม (mbar)	$0.4 \times 10^{-3}, 0.8 \times 10^{-3}, 1.2 \times 10^{-3},$ $1.6 \times 10^{-3}, 2.0 \times 10^{-3}$
ความหนาของฟิล์ม	5 μ m

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การวิเคราะห์ผล

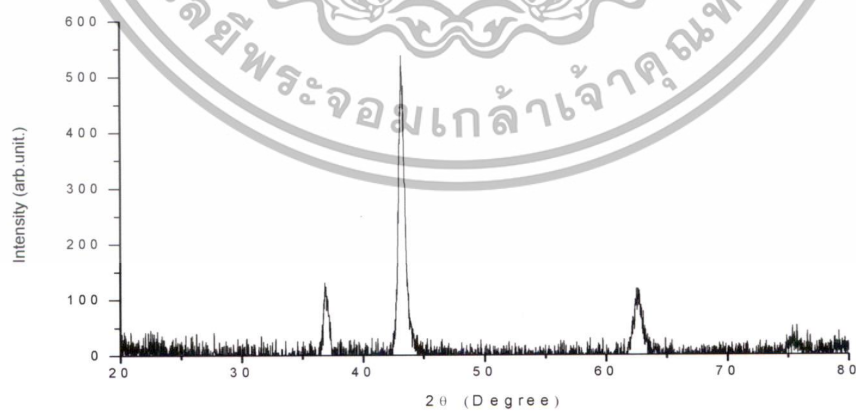
3.4.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD)

ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยใช้เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) ดังรูปที่ 3.15 ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้



รูปที่ 3.15 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์

1. นำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง (sample holder) โดยที่ผิวของสารตัวอย่างจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกับแผ่นบรรจุสาร
2. ใส่แผ่นบรรจุสารตัวอย่างในเครื่อง XRD
3. เริ่มเดินเครื่องโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เป็น 20° และมุมสุดท้ายมีค่า 2θ เป็น 80°
4. ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ นำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่ปรากฏ (รูปที่ 3.16)



รูปที่ 3.16 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

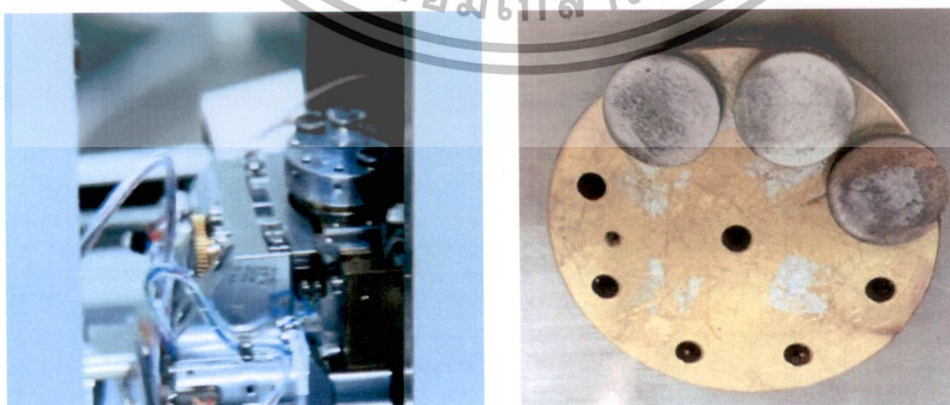
3.4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดรุ่น EVO-MA10 ดังรูปที่ 3.17 เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ มีการควบคุมการทำงานด้วยคอมพิวเตอร์ สามารถบันทึกรูปที่ถ่ายไมโครกราฟ ติดตั้งพร้อม Energy Dispersive X-ray (EDX) โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้



รูปที่ 3.17 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดรุ่น EVO-MA10

1. นำฟิล์มบางโครเมียมติดบนแท่นของตัวอย่าง (Stub) แล้วนำไปวางบน Specimen holder สอดตัวอย่างเข้าไปในเครื่อง
2. เมื่อนำตัวอย่างเข้าไปในเครื่องแล้วดูดอากาศออกให้ห้องเคลือบเป็นระบบสุญญากาศ
3. ทำระบบในห้องใส่สารตัวอย่างให้เป็นระบบสุญญากาศ เมื่อห้องใส่สารเป็นระบบสุญญากาศจะเริ่มทำการยิงอิเล็กตรอนไปที่ผิวของสารตัวอย่างบริเวณที่ต้องการ แล้วทำการเลือกโหมดที่ต้องการวัด



รูปที่ 3.18 สตับสำหรับใส่สารตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 การวัดความแข็งของผิวเคลือบ (Hardness)



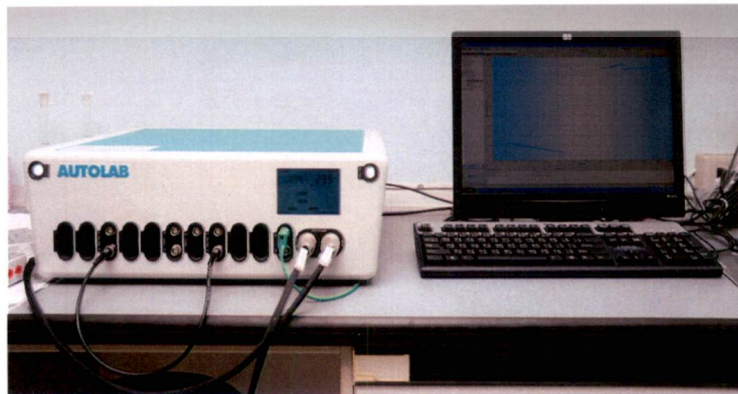
รูปที่ 3.19 เครื่องทดสอบความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์

ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์ค่าความแข็งของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vickers Hardness Test) ดังรูปที่ 3.19 โดยมีรายละเอียดขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. นำชิ้นงานวางบนแท่นทดสอบ
2. กดหัวเพชรลงบนผิวทดสอบโดยใช้แรงกด 0.9807 N
3. วัดความกว้างเส้นทแยงมุมจากรอยกด จากโปรแกรม hardtest ที่ติดอยู่กับเครื่องทดสอบความแข็ง
4. อ่านค่าความแข็งที่ได้จากการคำนวณในเครื่องทดสอบ
5. วัดค่าความแข็งของผิวเคลือบโดยแต่ละชิ้นทดสอบทำการกดจำนวน 5 ครั้ง เพื่อหาค่าเฉลี่ยความแข็งของผิวเคลือบ

3.4.4 การทดสอบการกัดกร่อน

ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์ค่าอัตราการกัดกร่อนด้วยเครื่อง Potentiostat เป็นเครื่องใช้ทดสอบการกัดกร่อนโดยควบคุมความต่างศักย์หรือกระแสให้กับระบบแล้วประมวลผลในรูปของเส้นโค้งโพลาริเซชัน หลังจากนั้นนำเส้นโค้งโพลาริเซชันไปหาค่าอัตราการกัดกร่อน ดังแสดงในรูปที่ 3.20



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้รูปที่ 3.20 เครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. นำชิ้นงานที่ถูกเคลือบผิวด้วยโครเมียมไนไตรด์ ไปทำการทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) ในสารละลายกรดสัลฟิวริก โดยน้ำหนักที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) เท่ากับ 3.5 โดยควบคุมสภาวะการทดลองให้คงที่ คือ
 - อัตราการแสกนเท่ากับ 1 มิลลิโวลต์ต่อวินาที
 - 2. แخذชิ้นงานลงในสารละลายกรดสัลฟิวริกให้ชิ้นงานสัมผัสกับสารละลาย
 - 3. แปลความหมายของเส้นกราฟที่ได้จากการทดลองเพื่อหาค่าศักย์ไฟฟ้า การกัดกร่อน (Corrosion potential, E_{corr}) (รูปที่ 3.21)



รูปที่ 3.21 การกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยไนโตรเจน $1.6 \times 10^{-3} \text{ mbar}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

ในบทที่ 4 เป็นการนำเสนอผลการวิจัยและการอภิปรายผลของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN) โดยมีหัวข้อในการนำเสนอ ดังนี้ คือ (1) ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอน เพื่อหาอัตราการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยการวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) (2) การวิเคราะห์การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ได้แก่ ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค SEM, ผลการวิเคราะห์อัตราส่วนของโครเมียมต่อไนโตรเจนด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDX), ผลการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค AFM, ผลการทดสอบความแข็ง และผลการทดสอบการกัดกร่อน (3) ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์หลังกระบวนการอบ ได้แก่ ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค SEM, ผลการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค AFM และผลการทดสอบการกัดกร่อน โดยหัวข้อทั้งหมดแสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอน

ในส่วนนี้จะเป็นการศึกษาเทคนิคและการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอน เพื่อหาอัตราการเคลือบ โดยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ถูกเตรียมด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งมีการควบคุมความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar และ 1.6×10^{-3} mbar โดยมีเวลาที่ใช้เคลือบนาน 30 นาที หลังจากนั้นนำฟิล์มบางที่ได้ไปวัดความหนาโดยภาพตัดขวางด้วยเทคนิค SEM เพื่อนำข้อมูลไปคำนวณหาอัตราการเคลือบ โดยใช้ความสัมพันธ์

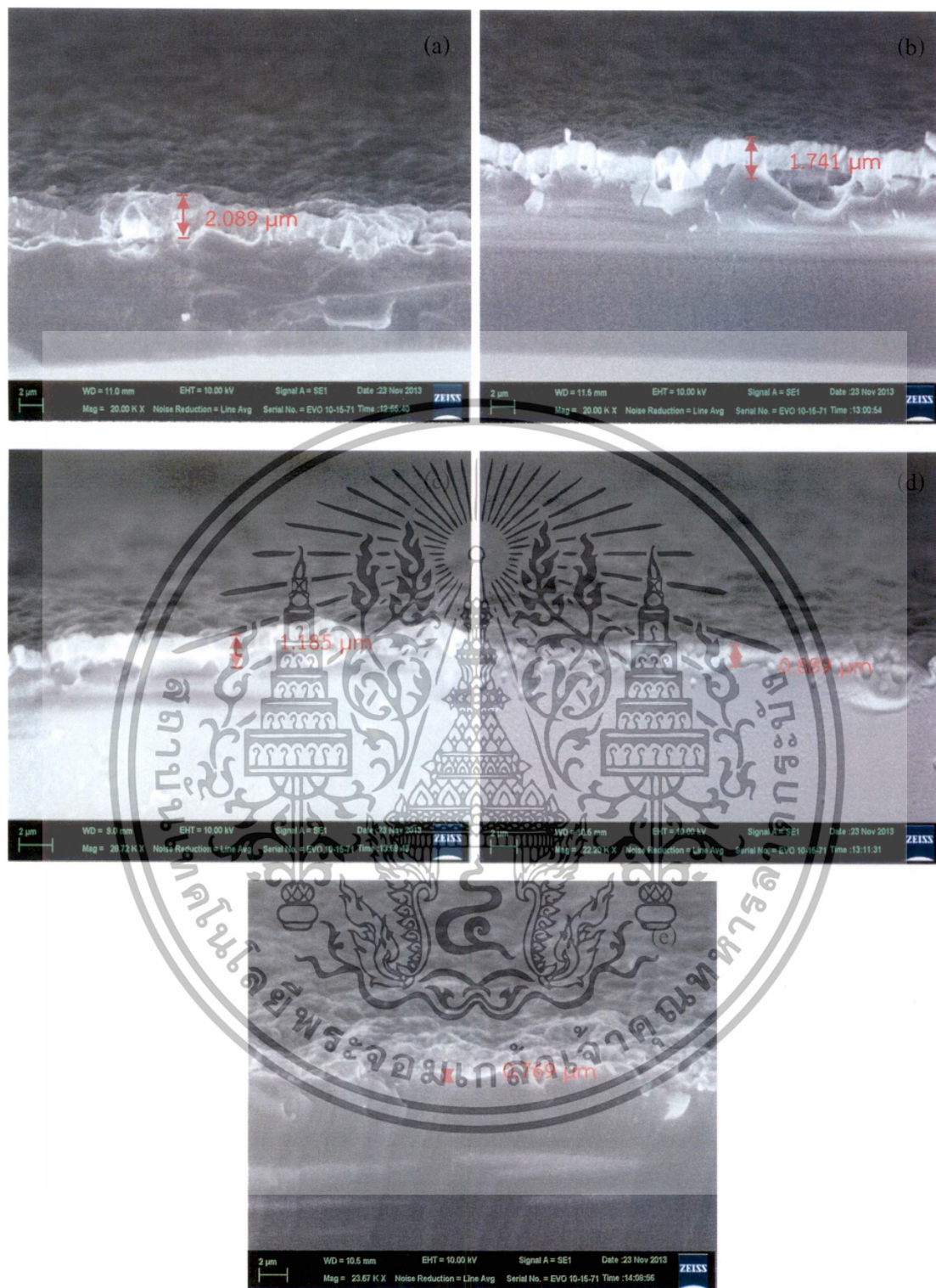
$$\text{Deposition rate (D)} = \frac{x}{t} \text{ (nm/min)} \quad (4.1)$$

เมื่อ D คือ อัตราการเคลือบ (nm/min)

x คือ ความหนาของฟิล์ม (nm)

t คือ เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (min.)

จากรูปที่ 4.1 แสดงความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar คือ $2.089 \mu\text{m}$, $1.741 \mu\text{m}$, $1.185 \mu\text{m}$, $0.889 \mu\text{m}$ และ $0.769 \mu\text{m}$ ตามลำดับ พบว่าเมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จะมีค่าที่ลดลง



รูปที่ 4.1 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar

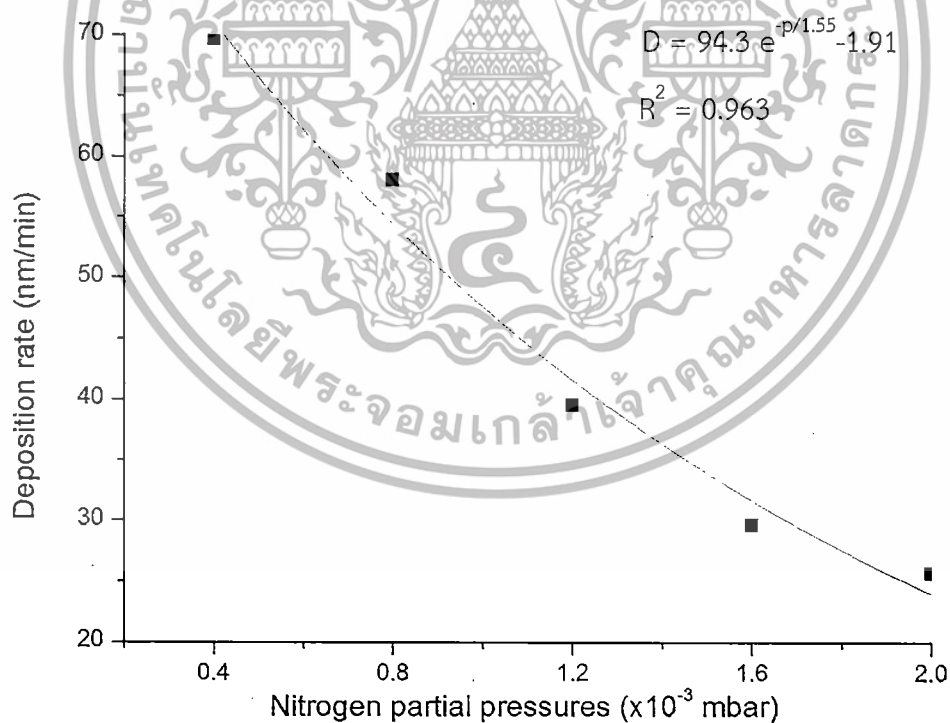
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นได้ว่า เมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้น ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จะมีค่าลดลงสามารถอธิบายได้ 2 แนวทางคือ แนวทางที่ 1 เนื่องจากอัตราส่วนปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่อปริมาณแก๊สอาร์กอนมีผลต่ออัตราการเคลือบของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ เมื่ออัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณของแก๊สอาร์กอนลดลง ทำให้ไอออนบวกของอาร์กอนที่ชนเป้าโครเมียมมีน้อยลง อนุภาคโครเมียมหลุดออกจากเป้าเคลือบจึงลดลงด้วย ทำให้อัตราการเคลือบฟิล์มลดลง และแนวทางที่ 2 เมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนในห้องเคลือบมีค่ามากขึ้น แก๊สไนโตรเจนจึงมีการรวมตัวกับอะตอมโครเมียมบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบแล้วเกิดเป็นชั้นบางๆ ของสารประกอบโครเมียมไนไตรด์ CrN เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Target Poisoning ทำให้ผิวหน้าเป้าสารเคลือบมีการนำไฟฟ้าลดลงส่งผลให้อัตราการสเปคเตอร์สารเคลือบ (Cr) มีค่าลดลงและความหนาของฟิล์มลดลงตามไปด้วย ลักษณะเส้นกราฟที่ได้เป็นกราฟของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียลที่ลดลง ทำให้สามารถหาสมการของกราฟได้คือ

$$D = 94.3 e^{-P/1.55} - 1.91 \quad (4.2)$$

เมื่อ P คือ ปริมาณความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน (mbar)

ในการเคลือบฟิล์มที่ปริมาณความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนอื่นๆ สามารถใช้สมการ (4.2) คำนวณหาอัตราการเคลือบ และเวลาที่ใช้ในการเคลือบตามความหนาที่กำหนด



รูปที่ 4.2 อัตราการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar

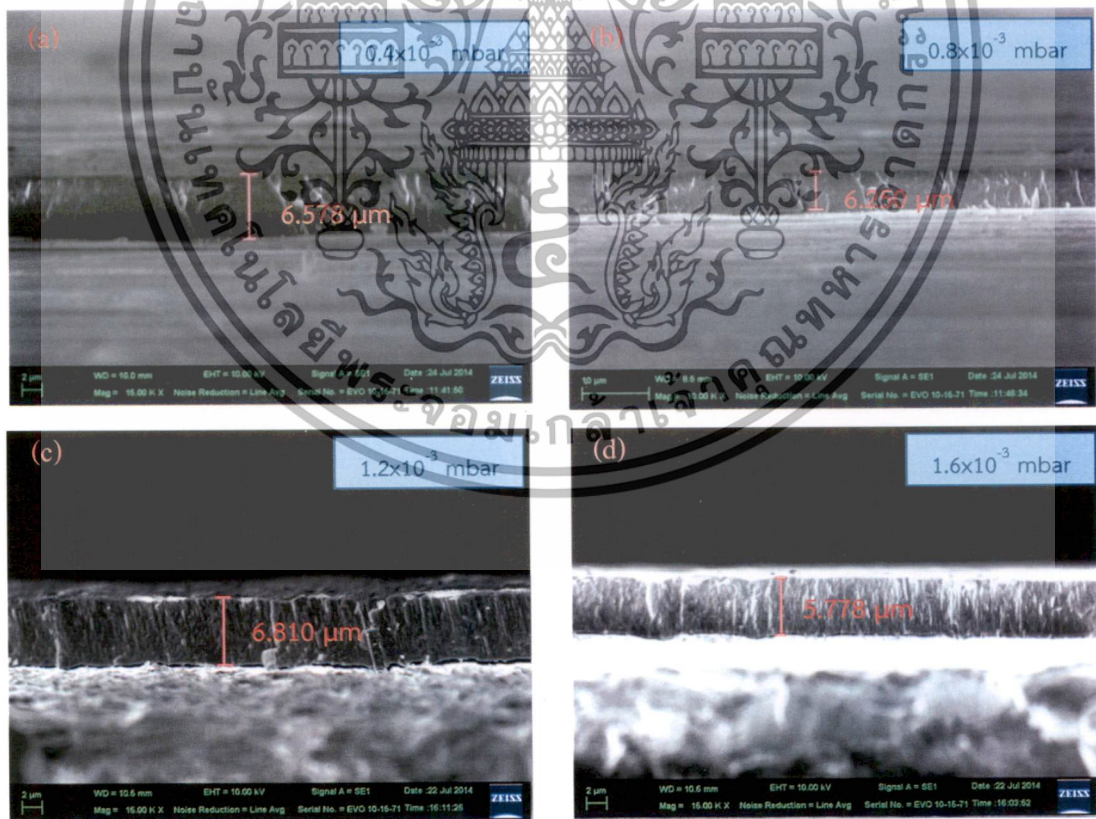
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เคลือบลงบนแผ่นสแตนเลส 304

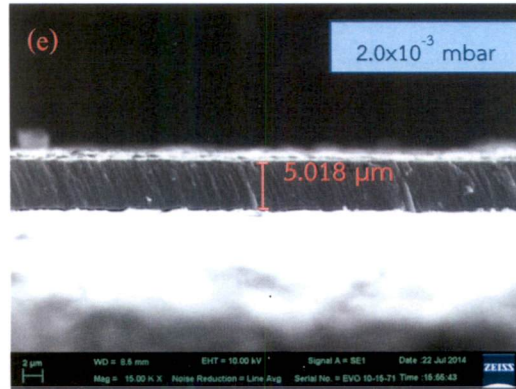
ในส่วนนี้เป็นฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบลงบนแผ่นสแตนเลส 304 โดยอาศัยแนวทางการเตรียมจากการศึกษาที่ผ่านมา ซึ่งผู้วิจัยต้องการควบคุมความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ $5 \mu\text{m}$ จึงได้คำนวณเวลาในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เหมาะสมในแต่ละความดันย่อยในโตรเจน และเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยในโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 เวลาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในอัตราส่วนความดันย่อยในโตรเจนต่างๆ โดยกำหนดให้ฟิล์มมีความหนา $5 \mu\text{m}$

ความดันย่อยในโตรเจน (mbar)	เวลาการเคลือบฟิล์ม CrN (นาที)
0.4×10^{-3}	70
0.8×10^{-3}	92
1.2×10^{-3}	120
1.6×10^{-3}	158
2.0×10^{-3}	208



รูปที่ 4.3 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่ความดันย่อยในโตรเจนคือ (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 (ต่อ) ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่ความดันย่อยไนโตรเจน คือ (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar

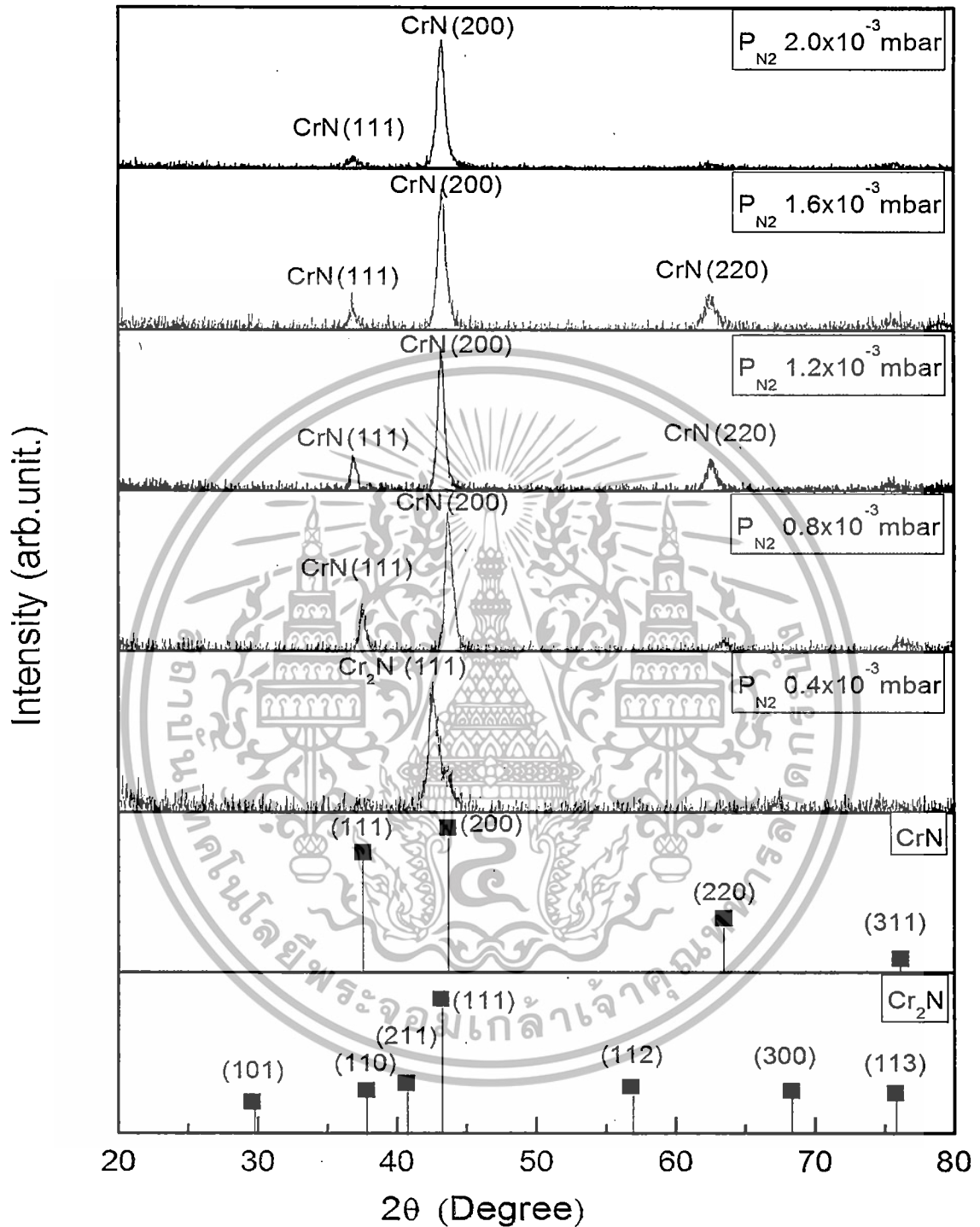
รูปที่ 4.3 แสดงภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยไนโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar โดยวัดได้จากเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) พบว่า ความหนาที่ได้แต่ละฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยไนโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar คือ $6.578 \mu\text{m}$, $6.250 \mu\text{m}$, $6.810 \mu\text{m}$, $5.778 \mu\text{m}$ และ $5.018 \mu\text{m}$ ตามลำดับ

4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD)

จากการทดลองจะวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) เคลือบลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ที่มีอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar โดยใช้เทคนิค XRD ได้ผลดังรูปที่ 4.4

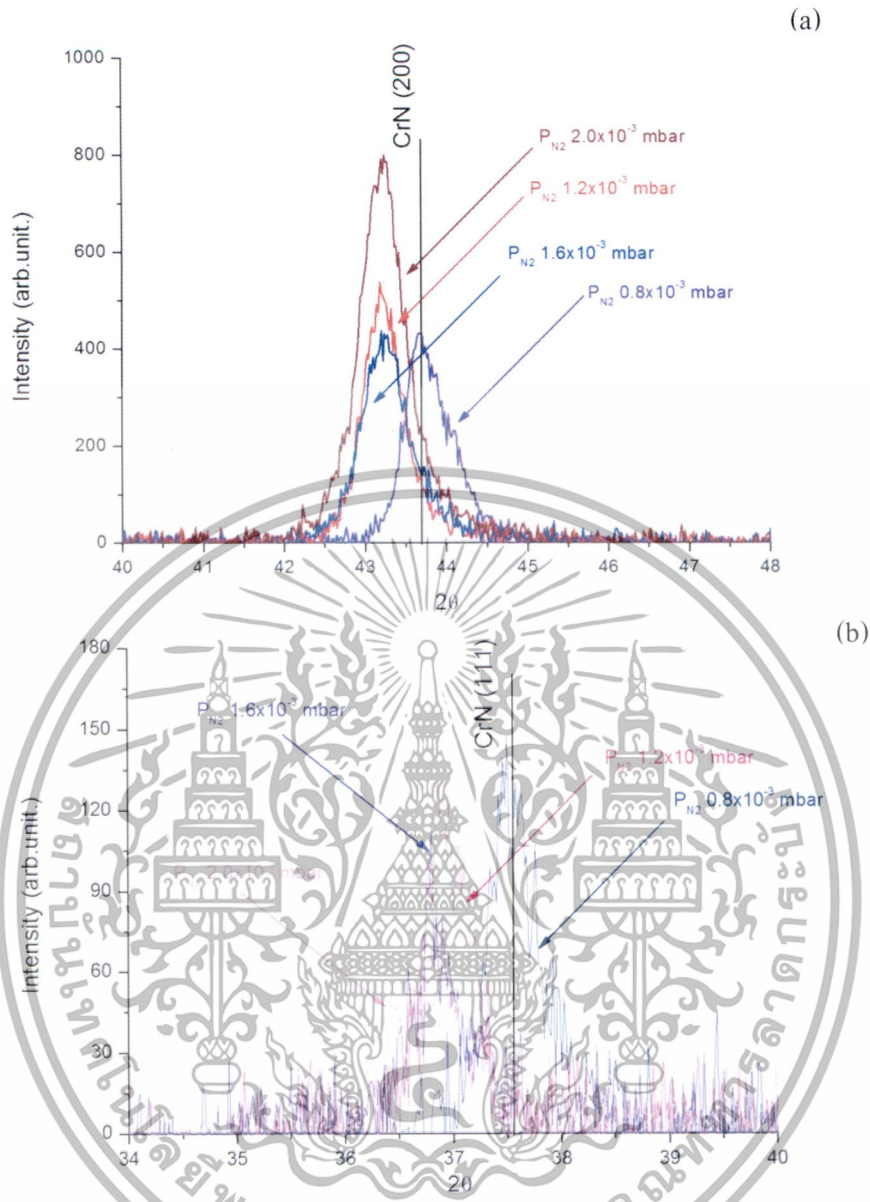
จากรูปที่ 4.4 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในการเคลือบฟิล์มบาง CrN_x พบว่าการเลี้ยวเบนตรงกับระนาบ (111), (200) และ (220) โดยมีมุมการเลี้ยวเบนคือ 37.60° , 43.77° และ 63.60° ตามลำดับ โดยมีระนาบโดดเด่นคือ (200) เช่นเดียวกับงานวิจัยของ Axel Ferrec [22] ซึ่งโครเมียมไนไตรด์มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิกเมื่อเทียบกับการเลี้ยวเบนจากฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS 00-011-0065 สังเกตได้ว่าเมื่อปริมาณของไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ความเข้มของพีคที่ระนาบ (111) ของโครเมียมไนไตรด์ลดลง และเมื่อปริมาณไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ความเข้มของพีคที่ระนาบ (200) ของโครเมียมไนไตรด์เพิ่มขึ้นด้วย จึงทำให้ระนาบ (200) เป็นระนาบที่โดดเด่นและเมื่อสังเกตที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar พบพีคที่ระนาบ (200) ของ Cr_2N และมีแนวโน้มจะเป็น CrN มีมุมการเลี้ยวเบนที่ 42.58° ซึ่งสาเหตุนี้เกิดจากปริมาณก๊าซไนโตรเจนที่น้อยทำให้มีการรวมตัวระหว่างอะตอมไนโตรเจนที่น้อยกว่าอะตอมของโครเมียมทำให้ไม่เกิดเป็นโครเมียมไนไตรด์ (CrN)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบลงสแตนเลสเกรด 304 ที่ความดันย่อยไนโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 การเปรียบเทียบมุมการเลี้ยวเบนที่ระนาบ (111) และ (200) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่ออาร์กอนที่ 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ของการเคลือบฟิล์มบาง (CrN_x) บนสแตนเลสเกรด 304

เนื่องจากความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่ 0.4×10^{-3} mbar จะยังไม่เกิดเป็นโครงสร้าง CrN ดังนั้นผู้ศึกษาจึงทำการเปรียบเทียบ XRD ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar จากรูปที่ 4.5 เป็นการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ระนาบ (111) และ (200) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar โดยที่รูป 4.5 (a) และ 4.5 (b) เป็นการเปรียบเทียบการเลี้ยวเบนที่ระนาบ (111) และ (200) ซึ่งมีมุมการเลี้ยวเบนของโครเมียมไนไตรด์ที่ 37.60° และ 43.77° ตามลำดับ สังเกตว่าเมื่อปริมาณความดันย่อยของไนโตรเจนเพิ่มขึ้นมุมในการเอกสเลี้ยวเบนลดลงแสดงให้เห็นถึงระยะห่างระนาบที่กว้างขึ้นและทำให้ค่าคงที่ผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งผลค่าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

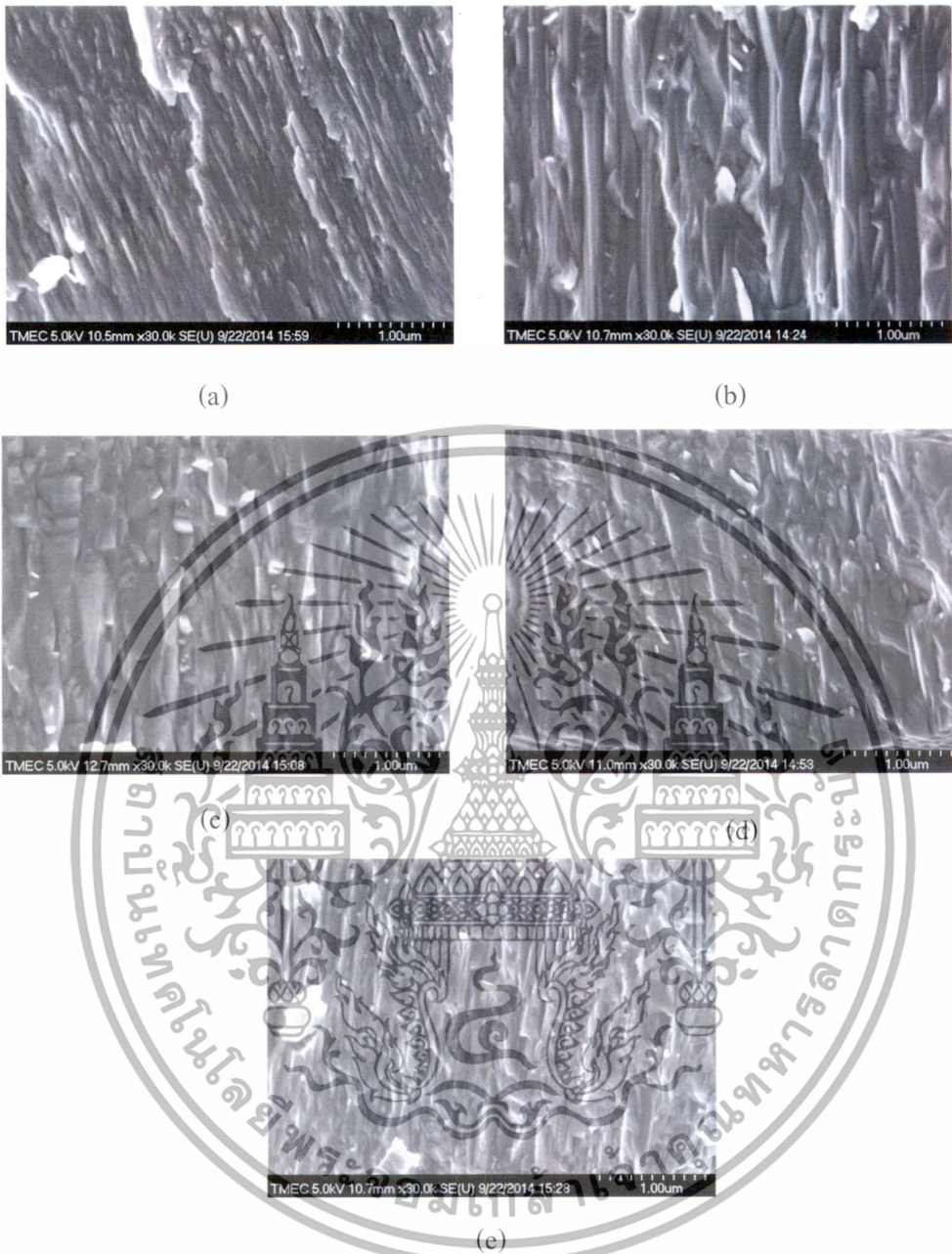
ดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ A.Ruden และคณะ [23] ที่ได้อธิบายว่าแนวโน้มของมุมของการเลี้ยวเบนน้อยลงเมื่อมีปริมาณไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ในงานวิจัยนี้พบว่าเมื่ออัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.8×10^{-3} mbar จะรวมตัวได้เป็นโครงสร้างโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ที่สมบูรณ์ ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ G.Wei และคณะ [13] ได้อธิบายไว้ว่า เมื่อให้อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10 - 15% ฟิล์มจะฟอร์มตัวอยู่ในรูป Cr₂N และเมื่ออัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 20% ฟิล์มจะฟอร์มตัวอยู่ในรูป CrN

ตารางที่ 4.2 ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ขนาดของผลึก และค่าคงที่ผลึก

โครงสร้าง	อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม (mbar)	ระยะห่างระหว่างระนาบ (nm)	ขนาดของผลึก (nm)	ค่าคงที่ผลึก (nm)
CrN (111)	0.8×10^{-3}	0.239	12.455	0.429
	1.2×10^{-3}	0.243	14.369	0.422
	1.6×10^{-3}	0.243	9.688	0.421
	2.0×10^{-3}	0.243	8.428	0.422
CrN (200)	0.8×10^{-3}	0.206	10.488	0.497
	1.2×10^{-3}	0.209	11.857	0.491
	1.6×10^{-3}	0.209	9.880	0.491
	2.0×10^{-3}	0.209	10.176	0.491

จากสมการของแบรกก์ $2d \sin \theta = n\lambda$ โดยในการวัดใช้ $CuK\alpha$ ที่มีความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ 1.54056 Å สามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ขนาดของผลึก (grain size) และ ค่าคงที่ผลึก (Lattice constant) ของ CrN_x ที่ระนาบ (111) และ (200) โดยที่ระนาบ (111) มีระยะห่างระหว่างระนาบอยู่ในช่วง 0.239 - 0.243 nm ที่ระนาบ (200) มีระยะห่างระหว่างระนาบอยู่ในช่วง 0.206 - 0.209 nm เมื่อพิจารณาขนาดของผลึก ที่ระนาบ (111) มีขนาดของผลึกอยู่ในช่วง 8.428 - 14.369 nm ที่ระนาบ (200) ขนาดของผลึกอยู่ในช่วง 9.880 - 11.857 nm ซึ่งจากตารางสรุปได้ว่าที่ระนาบ (111) และ (200) ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 1.2×10^{-3} mbar มีความเป็นผลึกมากที่สุด และเมื่อพิจารณาค่าคงที่ผลึกที่ระนาบ (111) อยู่ในช่วง 0.421 - 0.429 nm ที่ระนาบ (200) มีค่าคงที่ผลึกอยู่ในช่วง 0.491 - 0.497 nm ซึ่งค่าคงที่ผลึกมีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยของ G.Wei และคณะ [13] โดยมีค่าคงที่ผลึกของโครเมียมไนไตรด์เป็น 0.417 nm

4.2.2 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค FE-SEM



รูปที่ 4.6 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง FE-SEM ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar

รูปที่ 4.6 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง FE-SEM ที่กำลังขยาย 30K รูปที่ 4.6 (a) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.4×10^{-3} mbar มีขนาดเกรนเล็ก ความเป็นผลึกต่ำซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD ลักษณะการเกิดของเกรนเกิดขึ้นในแนวเฉียง รูปที่ 4.6 (b) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.8×10^{-3} mbar เกรนมีลักษณะค่อนข้างสมบูรณ์ การเกิดเกรนในแนวตั้ง (columnar) ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD โดยที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.8×10^{-3} mbar ฟิล์มจะฟอร์มตัวเป็นโครเมียมไนไตรด์ (CrN) อย่างสมบูรณ์ รูปที่ 4.6 (c) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.2×10^{-3} mbar ฟิล์มจะฟอร์มตัวเป็นโครเมียมไนไตรด์ (CrN) อย่างสมบูรณ์ รูปที่ 4.6 (d) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.6×10^{-3} mbar ฟิล์มจะฟอร์มตัวเป็นโครเมียมไนไตรด์ (CrN) อย่างสมบูรณ์ รูปที่ 4.6 (e) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 2.0×10^{-3} mbar ฟิล์มจะฟอร์มตัวเป็นโครเมียมไนไตรด์ (CrN) อย่างสมบูรณ์

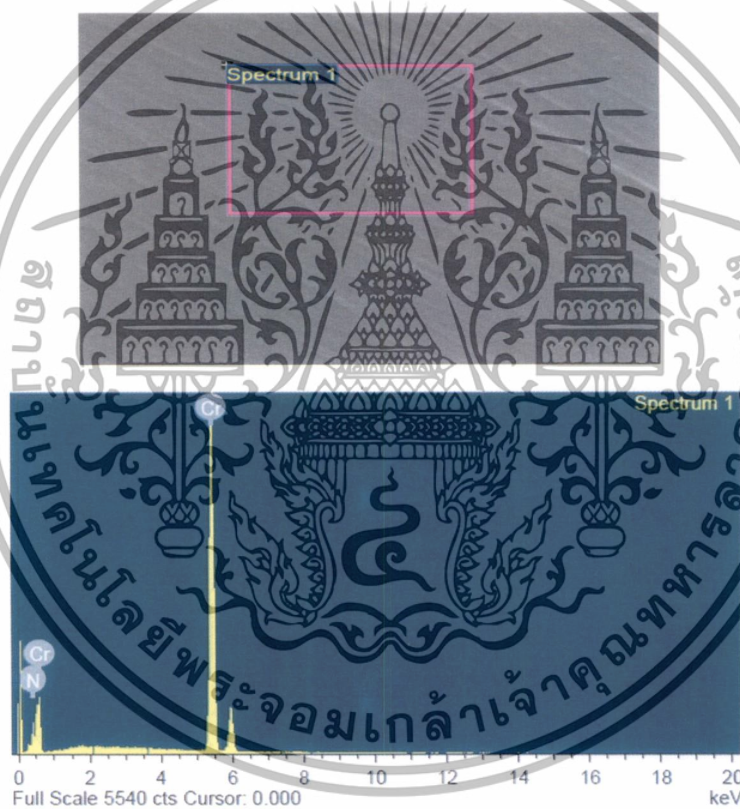
เอกสารที่ส่งเอกสารที่ส่งมาได้อาจมีการใช้ข้อมูลบางส่วนไปเพื่อวัตถุประสงค์อื่นโดยไม่แจ้งขออนุญาตจากผู้จัดทำเอกสารนี้

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10^{-3} mbar ขนาดของเกรนใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนอื่นๆ ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD ลักษณะเกรนในแนวตั้ง ความต่อเนื่องของเกรนลดลง รูปที่ 4.6 (d) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.6×10^{-3} mbar ขนาดของเกรนเล็กลง แต่มีความหนาแน่นสูงขึ้น ลักษณะการเกิดทั้งในแนวตั้งและแนวเฉียง และ รูปที่ 4.6 (e) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 2.0×10^{-3} mbar ความหนาแน่นลดลงเมื่อเทียบกับอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนที่ 1.6×10^{-3} mbar ลักษณะเกรนส่วนใหญ่อยู่ในแนวตั้ง มีแนวเฉียงบ้างเล็กน้อย

4.2.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDX)

การวิเคราะห์ EDS เพื่อหาอัตราส่วนของโครเมียมต่อไนโตรเจนในฟิล์มบาง CrN_x ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ซึ่งสามารถหาเปอร์เซ็นต์อะตอม Cr : N ดังตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจาก SEM และ ผลสเปกตรัมของชิ้นงานที่เคลือบผิวด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

จากรูปที่ 4.7 เป็นรูปพื้นผิวของฟิล์มบาง CrN_x ที่แสดงบริเวณที่เลือกมาวัดปริมาณสัดส่วนอะตอมของธาตุที่อยู่ในเนื้อฟิล์ม และรูปแสดงสเปกตรัมระหว่างอะตอมโครเมียมกับอะตอมของไนโตรเจน โดยแกนตั้งแสดงความเข้มของธาตุที่วัดได้และแกนนอนแสดงพลังงานจากการชนของรังสีเอกซ์กับอะตอมของโครเมียมและไนโตรเจนทำให้อิเล็กตรอนชั้น K-shell หลุดออกจากวงโคจรส่งผลให้อิเล็กตรอนวงนอกเข้ามาแทนที่และปลดปล่อยพลังงานออกมาในหน่วย keV ซึ่งจะเป็นค่าคงที่ของธาตุแต่ละชนิด โดยโครเมียมมีค่าพลังงานจากการเปลี่ยนวงโคจรของอิเล็กตรอนเป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$K_{\alpha} = 5.4117$ keV, $L_{\alpha} = 0.5729$ keV และ โนโตรเจนมีค่าพลังงานจากการเปลี่ยนวงโคจรของอิเล็กตรอนเป็น $K_{\alpha} = 0.3924$ keV

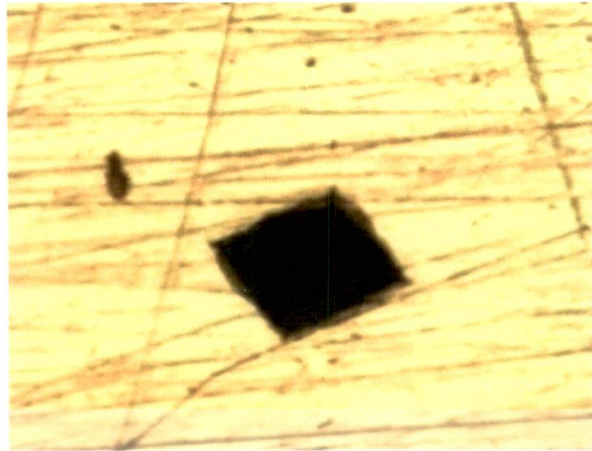
ตารางที่ 4.3 เปอร์เซนต์อะตอมของโครเมียมและไนโตรเจนในฟิล์มบาง CrN_x

อัตราส่วนความดันย่อย ไนโตรเจนต่อความดันรวม (mbar)	Cr (%atom)	N (%atom)	Cr : N
0.4×10^{-3}	65.11	34.89	1.00 : 0.53
0.8×10^{-3}	44.50	55.50	1.00 : 1.24
1.2×10^{-3}	43.50	56.50	1.00 : 1.29
1.6×10^{-3}	44.11	55.89	1.00 : 1.26
2.0×10^{-3}	43.93	56.07	1.00 : 1.27

จากตารางที่ 4.3 พบว่าที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.4×10^{-3} mbar มีอัตราส่วนอะตอมของโครเมียมต่อไนโตรเจนเป็น 1.00 : 0.53 อัตราส่วนดังกล่าวทำให้รู้ว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็น Cr_2N ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 0.8×10^{-3} mbar มีอัตราส่วนอะตอมของโครเมียมต่อไนโตรเจนเป็น 1.00 : 1.24 อัตราส่วนดังกล่าวทำให้รู้ว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็น CrN ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD และที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar มีอัตราส่วนอะตอมของโครเมียมต่อไนโตรเจนที่ใกล้เคียงกันทำให้รู้ว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็น CrN ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD ดังรูปที่ 4.4 โดยมีมุมการเลี้ยวเบนลดลงอยู่ในช่วงเดียวกัน

4.2.4 ผลการทดสอบความแข็ง

การวิเคราะห์ความแข็งของพื้นผิวของฟิล์มบาง CrN_x ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้นำสแตนเลส 304 เคลือบด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ในการทดสอบความแข็งนี้ได้ควบคุม อุณหภูมิ และและ ความชื้นสัมพัทธ์ของสภาพแวดล้อมให้เท่ากับ $24.5^{\circ}C$ และ 56 %RH ตามลำดับ จากนั้นจึงนำไปทดสอบแบบ Vickers ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ตัวอย่างรอยกดลงบนฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบลงแผ่นสแตนเลส 304 แบบ Vickers

รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากกล้อง microscope ที่ทำการกดด้วยหัวเพชรพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส ซึ่งเป็นการทดสอบความแข็งแบบ Vickers และทำการวัดเส้นทแยงมุมเพื่อที่จะหาค่าความแข็งของแผ่นสแตนเลส 304 และ ความแข็งของฟิล์มบาง CrN ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.4 ผลทดสอบความแข็งของแผ่นสแตนเลส 304 และฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar

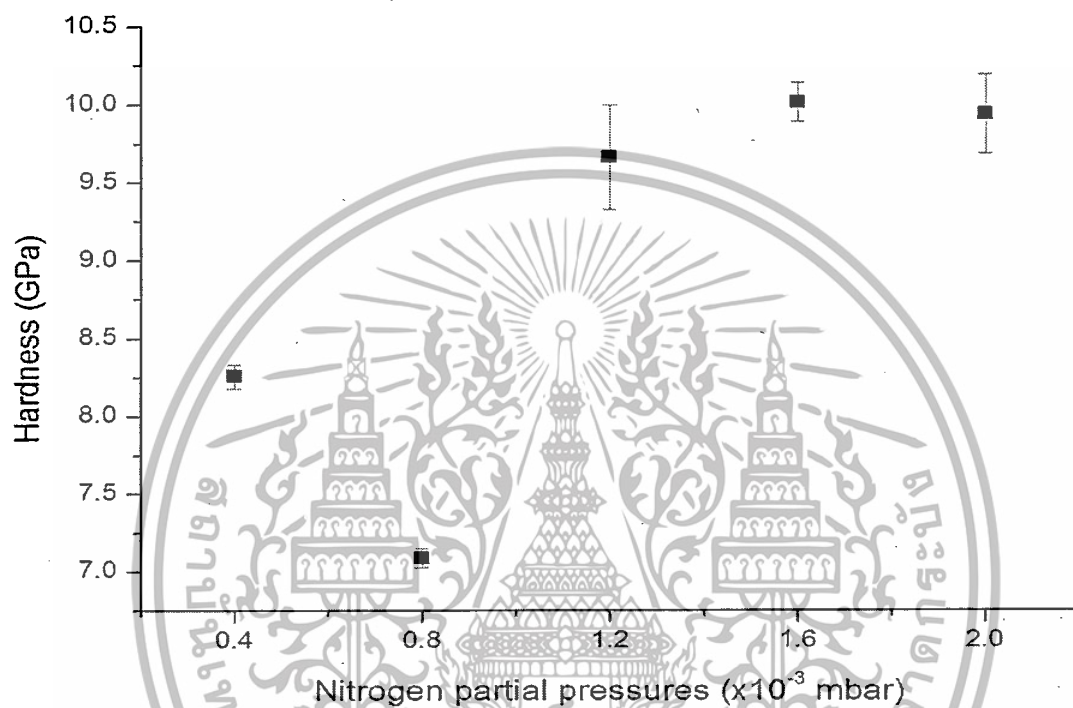
จำนวนครั้ง	แผ่นสแตนเลส 304	แรงกด (HV0.1)				
		CrN _x ที่ 0.4×10^{-3} mbar	CrN _x ที่ 0.8×10^{-3} mbar	CrN _x ที่ 1.2×10^{-3} mbar	CrN _x ที่ 1.6×10^{-3} mbar	CrN _x ที่ 2.0×10^{-3} mbar
1	163.8	861.2	740.5	972.5	1058.5	1014.3
2	161.1	813.1	714.5	992.9	993.3	1014.3
3	165.2	828.4	740.5	933.6	1036.1	1014.3
4	168.1	844.7	713.9	992.6	1058.5	1036.1
5	165.2	844.7	714.3	1131.7	1014.3	1131.3
เฉลี่ย (HV)	164.7	839.3	723.1	986.0	1036.3	1014.3
เฉลี่ย (GPa)	1.615	8.255	7.086	9.663	10.016	9.940

หมายเหตุ : (1) การคิดค่าเฉลี่ยจะตัดค่าสูงสุดและค่าต่ำสุดออก จากนั้นนำค่าที่เหลือทั้ง 3 มาหาค่าเฉลี่ย

(2) HV0.1 มีค่าเท่ากับ 9.80665 MPa

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.4 เห็นได้ว่าค่าความแข็งของแผ่นสแตนเลส 304 มีค่าเท่ากับ 1.615 GPa และค่าความแข็งของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar จะมีค่าความแข็งที่แตกต่างกัน ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.6×10^{-3} mbar มีค่าความแข็งสูงสุด และที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.8×10^{-3} mbar มีค่าความแข็งต่ำที่สุด



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงผลของความแข็งกับอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar

จากการวิเคราะห์ EDS สามารถหาเปอร์เซ็นต์ของอะตอมบนผิวชิ้นงาน จึงสามารถหาสูตรโครงสร้างของฟิล์มบาง CrN_x คือ CrN และ Cr_2N โครงสร้างแบบ Cr_2N จะมีความแข็งแรงมากกว่าโครงสร้างแบบ CrN [12] จากรูปที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.4×10^{-3} mbar จะมีค่าความแข็งสูงกว่าที่ 0.8×10^{-3} mbar แต่ในขณะเดียวกันมีค่าความแข็งต่ำกว่าอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar เนื่องจากปริมาณไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้ความหนาแน่นของอะตอมมีค่าเพิ่มมากขึ้น และทำให้ความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้น [13] จึงส่งผลให้ความแข็งของฟิล์มเพิ่มขึ้น จากการวิเคราะห์ XRD รูปที่ 4.1 พบว่าที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar มีค่าความเป็นผลึกที่ใกล้เคียงกัน แต่ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.8×10^{-3} mbar มีความเป็นผลึกต่ำกว่า จึงทำให้ความแข็งของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ต่ำกว่า และจากการวิเคราะห์ความหนาด้วยเครื่อง SEM รูปที่ 4.3(d) และรูปที่ 4.3(e) ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.6×10^{-3} mbar จะมีความหนาแน่นของอะตอมที่สูงกว่าที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 2.0×10^{-3} mbar

ดังนั้นความแข็งที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.6×10^{-3} mbar มีค่าสูงกว่าที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 2.0×10^{-3} mbar

4.2.5 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค AFM

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จะถูกนำไปวิเคราะห์สภาพพื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิคการวัดกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ในโหมดการวัดแบบ Non-contact ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้



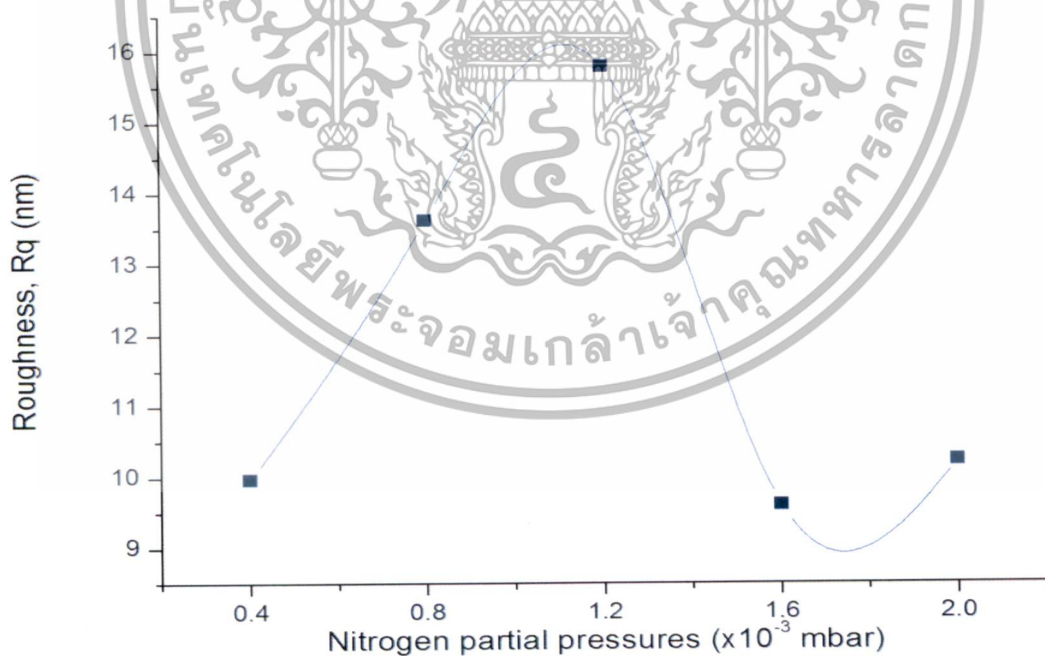
รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.10 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ แสดงให้เห็นถึงระดับความสูงต่ำของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่กระจายตัวเคลือบบนแผ่นสแตนเลส 304 ภายใต้เงื่อนไขที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar ตามลำดับ โดยความขรุขระของฟิล์มสังเกตได้จากค่าความหยาบ (Roughness root mean square, Rq)

ตารางที่ 4.5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

Nitrogen partial pressure (mbar)	Rq (nm)	Ra(nm)
0.4×10^{-3}	9.968	7.953
0.8×10^{-3}	13.617	10.818
1.2×10^{-3}	15.782	12.492
1.6×10^{-3}	8.606	6.757
2.0×10^{-3}	10.228	8.060

จากข้อมูลการวิเคราะห์ที่ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในตารางที่ 4.5 เมื่อพิจารณาที่ค่าความหยาบทั้งสองค่าของ Roughness root mean square, Rq หรือ Roughness average, Ra ทั้งสองพบว่าที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.2×10^{-3} mbar มีค่าความหยาบที่มากที่สุด และที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar มีค่าความหยาบ Rq อยู่ในช่วง 8.606-15.782 nm



รูปที่ 4.11 ความขรุขระของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.11 แสดงความขรุขระของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ พบว่าในช่วงที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} ถึง 1.2×10^{-3} mbar ฟิล์มจะมีความขรุขระเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้จากปรากฏการณ์ Shadowing effect คือเมื่ออะตอม CrN ตกลงมาที่พื้นผิวของฟิล์มดังแสดงในรูปที่ 4.12 ทำให้ฟิล์มเกิดการทับถมในส่วนยอดสูงมากขึ้นจึงทำให้ฟิล์มมีความขรุขระมากขึ้น และลักษณะของเกรนจะรวมตัวเป็นแบบ Columnar และในช่วงที่สองเมื่อปริมาณของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 1.2×10^{-3} ถึง 2.0×10^{-3} mbar แนวโน้มของค่าความขรุขระจะลดลงสามารถอธิบายได้ว่าเมื่ออัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนในระบบสเปตเตอริงมากขึ้นและอัตราส่วนความดันของแก๊สอาร์กอนกลับน้อยลง ทำให้จำนวนไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ชนกับเป้าโลหะโครเมียมจะมีจำนวนลดลงและอัตราการเคลือบที่น้อย ส่งผลให้อนุภาคของโครเมียมไนไตรด์มีเวลามากพอที่จะแพร่ไปตามผิวของวัสดุรองรับ ซึ่งทำให้ฟิล์มบางมีค่าความขรุขระลดลง

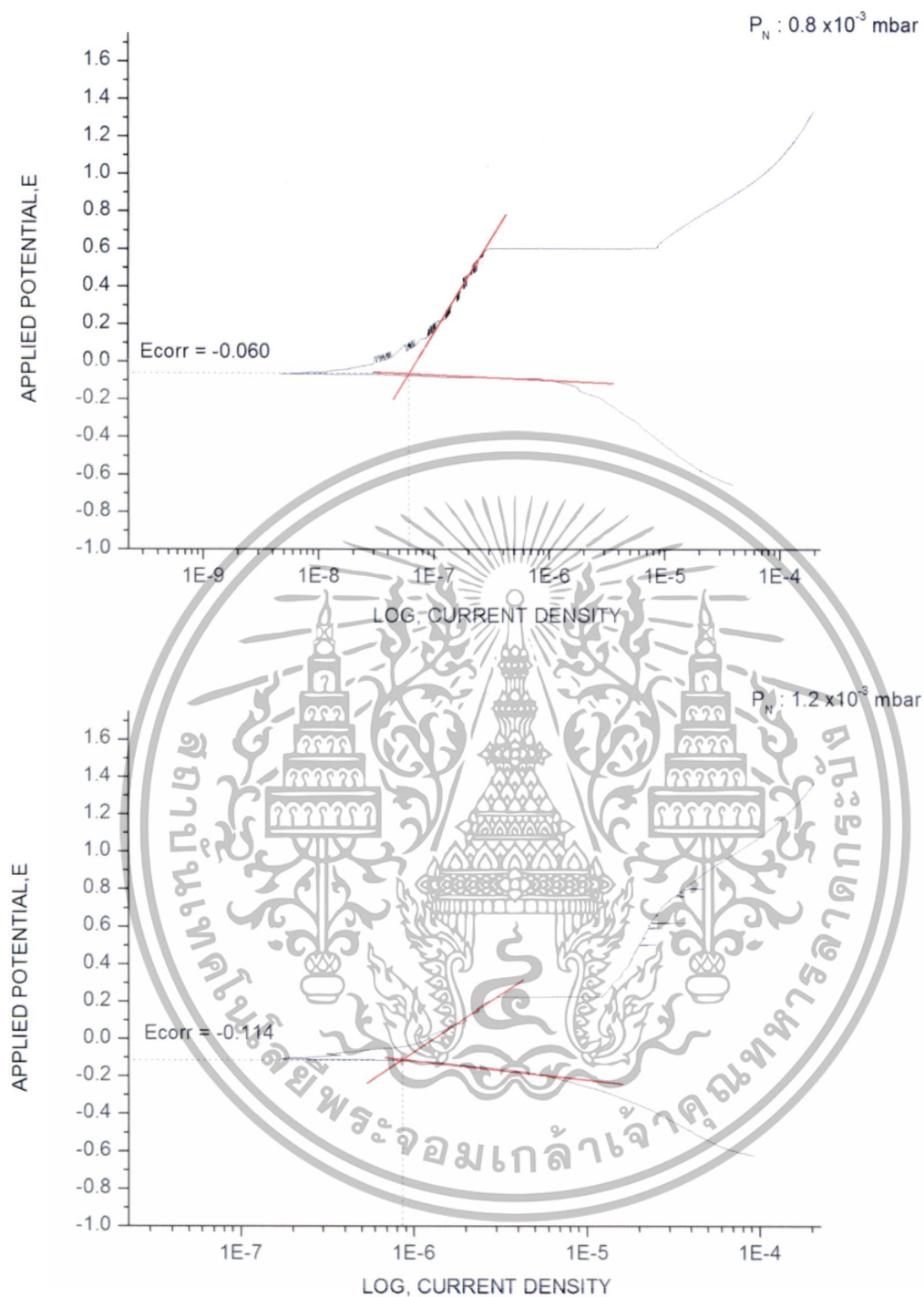


รูปที่ 4.12 ปรากฏการณ์ Shadowing effect

4.2.6 ผลการทดสอบการกัดกร่อน (corrosion)

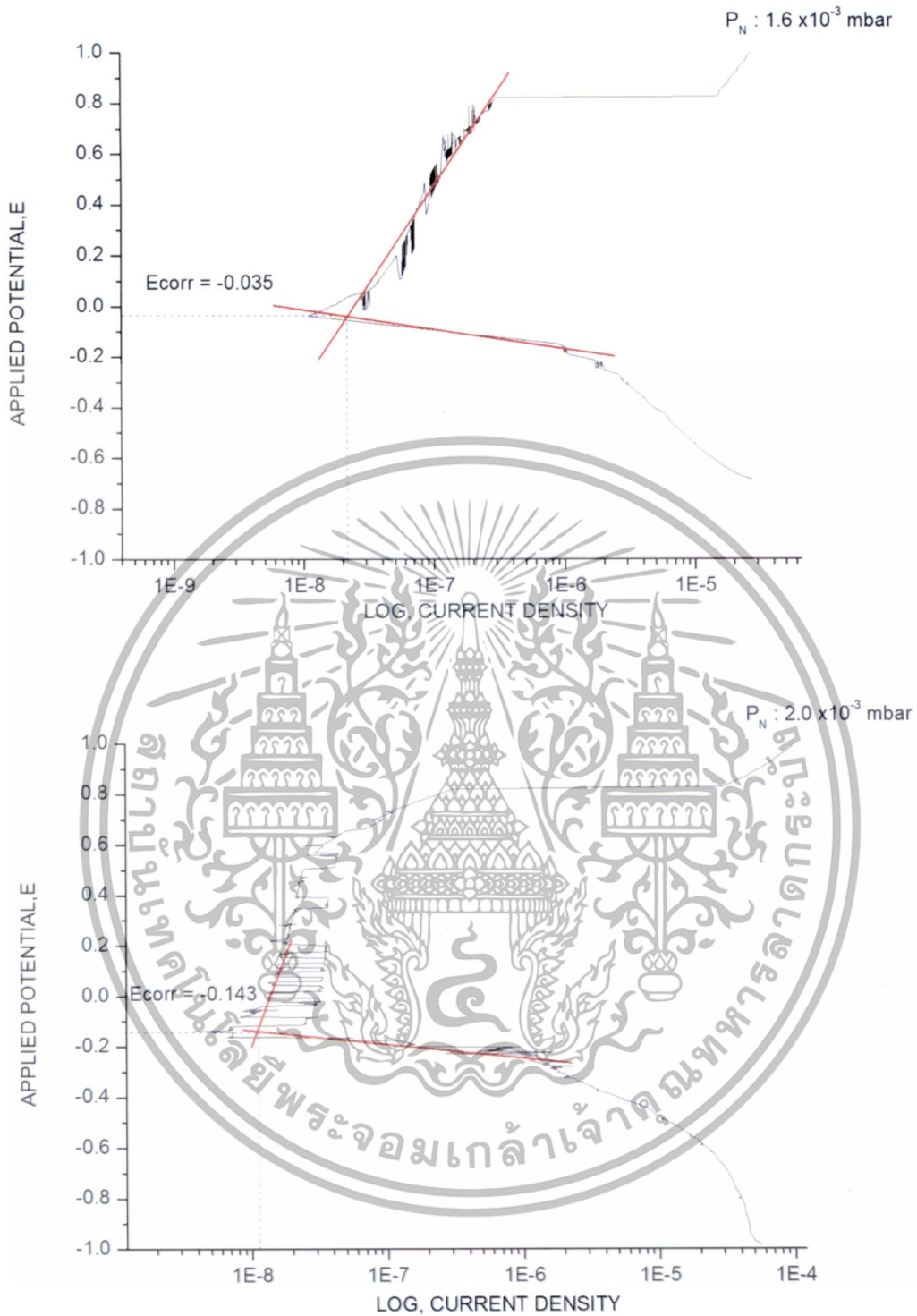
การทดสอบกระบวนการกัดกร่อนผู้ศึกษาได้นำฟิล์มบาง CrN ไปทดสอบการกัดกร่อนในน้ำสับปะรด เพื่อจะได้ประยุกต์เคลือบใบมีดคว้านไส้สับปะรด จากการวิเคราะห์ XRD พบว่าความดันแก๊สไนโตรเจนที่ 0.4×10^{-3} mbar จะยังไม่เกิดเป็นโครงสร้างโครเมียมไนไตรด์ ดังนั้นผู้ศึกษาจึงทำการทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มบาง CrN ตั้งแต่ที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 การหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนจากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



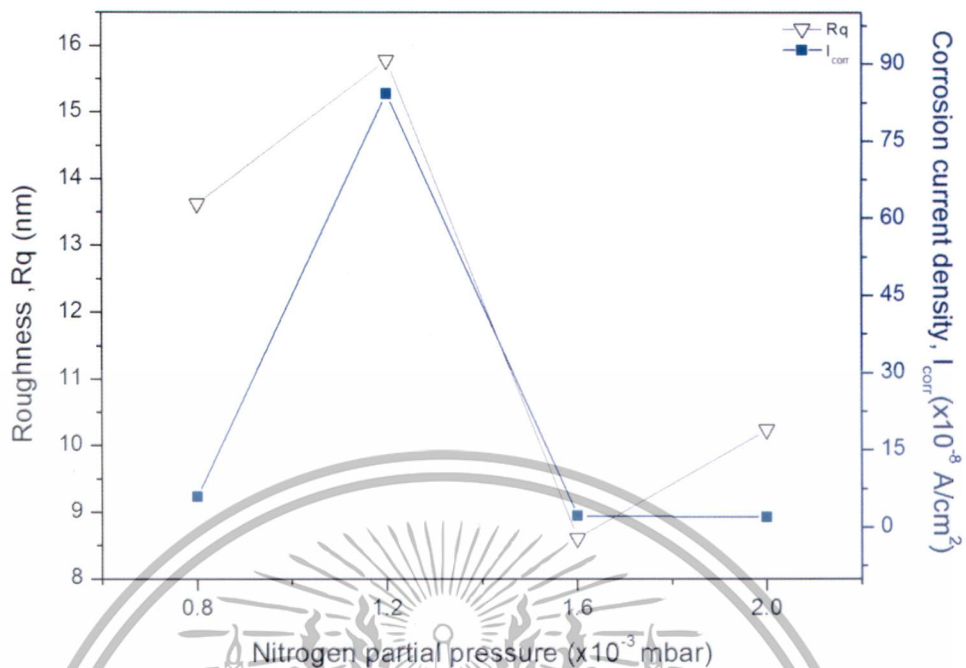
รูปที่ 4.13 (ต่อ) การหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน จากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.6 ผลการทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

Nitrogen partial pressure (mbar)	E_{corr} (V)	i_{corr} (A/cm ²)
Stainless 304	-0.408	8.529×10^{-7}
0.8×10^{-3}	-0.065	5.889×10^{-8}
1.2×10^{-3}	-0.115	8.417×10^{-7}
1.6×10^{-3}	-0.134	2.137×10^{-8}
2.0×10^{-3}	-0.134	1.947×10^{-8}

จากรูปที่ 4.13 จะเห็นได้ว่า ผลการวัดการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในน้ำ สับปรดโดยที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ตามลำดับค่ากระแสไฟฟ้ามีค่าลดลงเมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไปจนถึงค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อน (E_{corr}) ค่า E_{corr} จะเป็นตัวแปรที่บ่งบอกถึงความสามารถในการต้านทานต่อการกัดกร่อน นั่นคือถ้า E_{corr} มีค่าน้อยแสดงว่าฟิล์มจะมีการสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่าย จึงมีความสามารถในการต้านทานต่อการกัดกร่อนน้อยกว่าฟิล์มที่มีค่า E_{corr} มาก จากผลการวิเคราะห์จะเห็นได้ว่าค่า E_{corr} มีค่าที่ใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง และ -0.065 V ถึง -0.134 v และค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (i_{corr}) นั้นหมายถึงอัตราในการกัดกร่อนขึ้นงาน ซึ่งถ้ามีค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (i_{corr}) น้อย จะสามารถต้านทานต่ออัตราในการกัดกร่อนขึ้นงานได้มาก จากตารางที่ 4.6 พบว่าที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar มีค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อน (E_{corr}) ที่เท่ากัน และเมื่อสังเกตค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (i_{corr}) ที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 2.0×10^{-3} mbar สามารถต้านทานต่ออัตราในการกัดกร่อนได้ดีกว่าที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.6×10^{-3} mbar และที่ ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.2×10^{-3} mbar มีค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (i_{corr}) ที่มากที่สุดแสดงให้เห็นว่าสามารถต้านทานต่ออัตราในการกัดกร่อนขึ้นงานได้น้อยที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับผลของการวัด AFM เนื่องจากที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน 1.2×10^{-3} mbar มีค่าความขรุขระที่มากที่สุด ทำให้พื้นผิวของฟิล์มบางมีพื้นที่สัมผัสกับสารละลายมากจึงส่งผลต่ออัตราการกัดกร่อน



รูปที่ 4.14 ค่าความหยาบพื้นผิวและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ

จากรูปที่ 4.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหยาบพื้นผิวและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ จะพบว่าค่าความหยาบพื้นผิวของฟิล์มบางที่ลดลง ก็จะส่งผลถึงค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าในการกัดกร่อนลดลงด้วย เนื่องจากความหยาบของพื้นผิวที่ลดลงทำให้พื้นที่สัมผัสกับสารละลายลดน้อยลงทำให้มีการสูญเสียอิเล็กตรอนได้ยาก จึงส่งผลให้ค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนน้อยดังนั้นฟิล์มบางจึงมีอัตราการกัดกร่อนต่ำ (ทนทานต่อการกัดกร่อนได้ดีขึ้น) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ ชลธิชา แก้วหาญ[24] พบว่าความหยาบของผิวที่ลดลงส่งผลให้ชิ้นงานมีความต้านทานการกัดกร่อนดีขึ้น

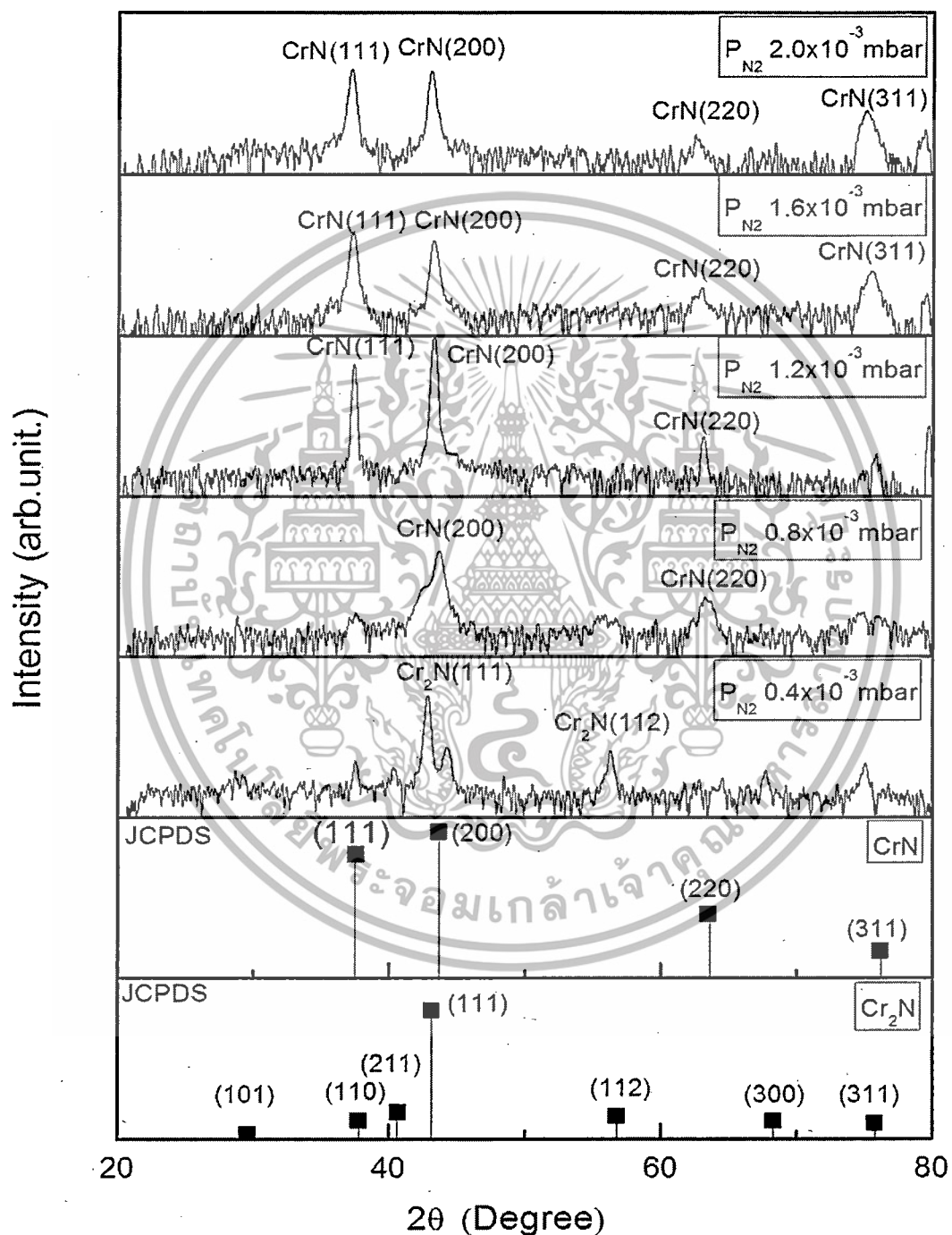
4.3 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ภายหลังกระบวนการอบ

ในส่วนนี้เป็นผลฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ที่ความดันย่อยไนโตรเจนเป็น 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar โดยทำการอบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ความดัน 2.0×10^{-5} mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD)

จากการทดลองจะวิเคราะห์ XRD ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) เคลือบลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ที่มีอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar, 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ได้ผลดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) หลังกระบวนการอบ ที่เคลือบลงบนสแตนเลสเกรด 304 ที่มีอัตราการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของก๊าซระหว่างก๊าซไนโตรเจน (N_2) กับอาร์กอน (Ar) ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น. อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.15 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) หลังกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่สภาวะสุญญากาศที่ความดัน 2.0×10^{-5} mbar เมื่อนำมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มาเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS 76-2494 จะพบว่า ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.4×10^{-3} mbar ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์หลังกระบวนการอบจะมีโครงสร้างที่เพิ่มขึ้นจาก Cr_2N (111) ไปเป็นโครงสร้างที่ผสมกันระหว่าง Cr_2N (111) และ Cr_2N (112) ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ฟิล์ม CrN มีโครงสร้างคือ CrN (111), CrN (200), CrN (220) และ CrN (311) จะพบว่าภายหลังจากกระบวนการอบ ความเข้มของพีคจะมีค่าเพิ่มขึ้น แสดงถึงการจัดเรียงตัวของผลึกที่เป็นระเบียบขึ้น ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นโครเมียมไนไตรด์ที่สมบูรณ์มากขึ้นส่งผลให้ความเข้มของพีคเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.7 ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ขนาดของผลึก และค่าคงที่ผลึก หลังกระบวนการอบ

โครงสร้าง	อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม (mbar)	ระยะห่างระหว่างระนาบ (nm)	ขนาดของผลึก (nm)	ค่าคงที่ผลึก (nm)
CrN (111)	0.8×10^{-3}	0.239	12.567	0.429
	1.2×10^{-3}	0.246	28.991	0.493
	1.6×10^{-3}	0.246	18.203	0.492
	2.0×10^{-3}	0.246	18.363	0.491
CrN (200)	0.8×10^{-3}	0.283	12.528	0.572
	1.2×10^{-3}	0.286	24.497	0.567
	1.6×10^{-3}	0.286	15.623	0.567
	2.0×10^{-3}	0.286	17.540	0.565

ตารางที่ 4.7 แสดงระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ขนาดของผลึก (grain size) และค่าคงที่ผลึก (Lattice constance) หลังกระบวนการอบ ของฟิล์มบาง CrN ที่ระนาบ (111) และ (200) โดยที่ระนาบ (111) มีระยะห่างระหว่างระนาบอยู่ในช่วง 0.239 – 0.246 nm ที่ระนาบ (200) มีระยะห่างระหว่างระนาบอยู่ในช่วง 0.283 – 0.286 nm เมื่อพิจารณาขนาดของผลึก ที่ระนาบ (111) มีขนาดของผลึกอยู่ในช่วง 12.567 – 28.991 nm ที่ระนาบ (200) ขนาดของผลึกอยู่ในช่วง 12.528 – 24.497 nm ซึ่งจากตารางสรุปได้ว่าที่ระนาบ (111) และ (200) ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเท่ากับ 1.2×10^{-3} mbar มีความเป็นผลึกมากที่สุด และเมื่อพิจารณาค่าคงที่ผลึกที่ระนาบ (111) อยู่ในช่วง 0.429 – 0.493 nm ที่ระนาบ (200) มีค่าคงที่ผลึกอยู่ในช่วง 0.565 – 0.572 nm จากรูปที่ 4.16 แสดงขนาดของผลึกที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ พบว่าภายหลังจากกระบวนการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ขนาดของเกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ F.H.Lu และ H.Y. Chen

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[21] เมื่อทำการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ความเครียดของฟิล์มจะลดลงและขนาดของเกรนจะใหญ่ขึ้น

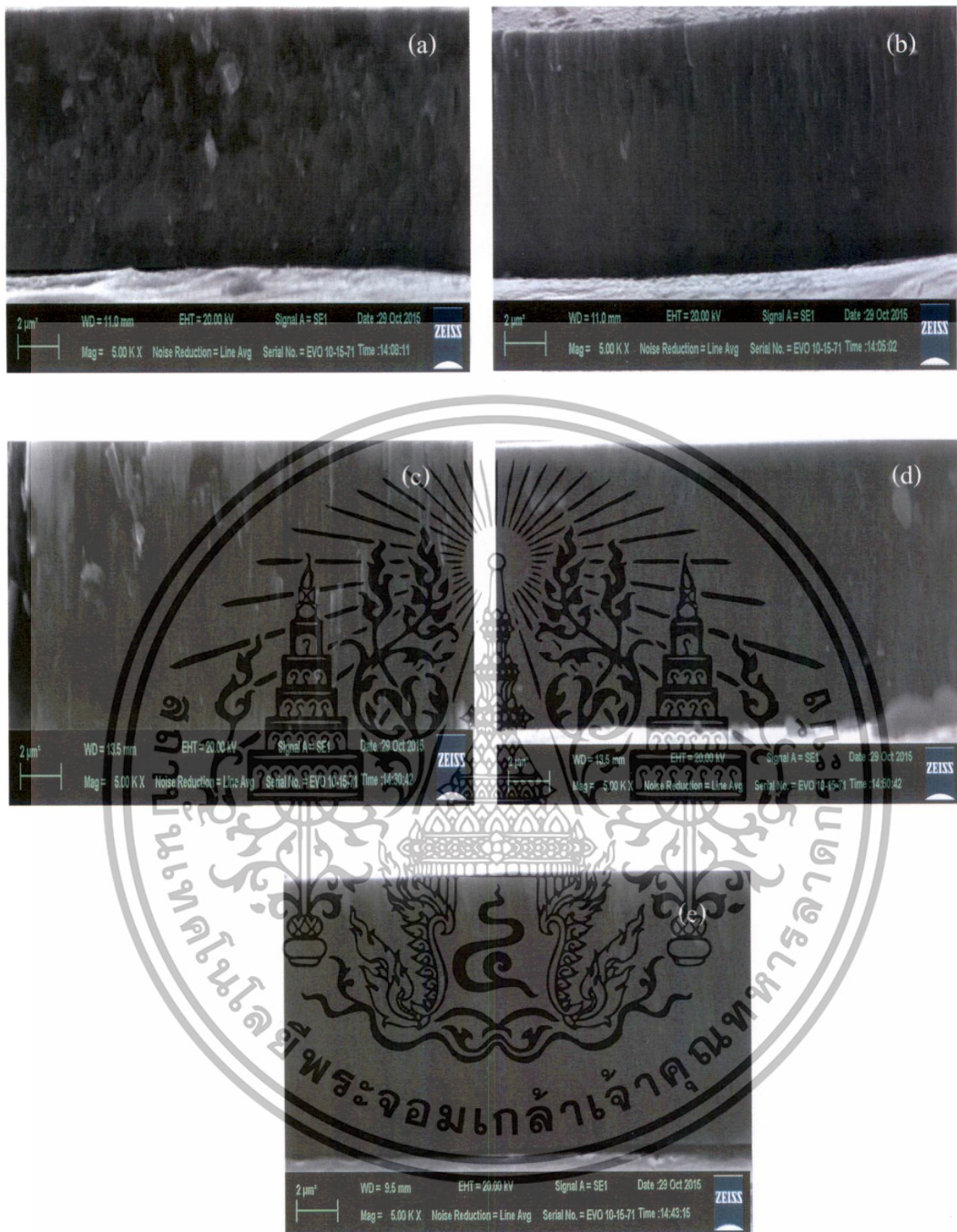


รูปที่ 4.16 ขนาดของผลึกที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ

4.3.2 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค SEM

รูปที่ 4.17 แสดงภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 5.0K รูป 4.17 (a) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.4×10^{-3} mbar มีลักษณะเกรนที่ยังไม่มีรูปร่างแน่ชัด รูปที่ 4.17 (b) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.8×10^{-3} mbar เกรนมีลักษณะค่อนข้างสมบูรณ์ การเกิดเกรนในแนวตั้ง (columnar) ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD โดยที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 0.8×10^{-3} mbar ฟิล์มจะฟอร์มตัวเป็นโครเมียมไนไตรด์ (CrN) อย่างสมบูรณ์ รูปที่ 4.17 (c) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.2×10^{-3} mbar ขนาดของเกรนใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนอื่นๆ ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD ลักษณะเกรนในแนวตั้ง ความต่อเนื่องของเกรนลดลง รูปที่ 4.17 (d) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 1.6×10^{-3} mbar และ รูปที่ 4.17 (e) อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 2.0×10^{-3} mbar ขนาดของเกรนเล็กลง แต่มีความหนาแน่นสูงขึ้น เมื่อทำการเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.6 พบว่าก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบมีลักษณะของเกรนที่ค่อนข้างมีเหมือนเดิม

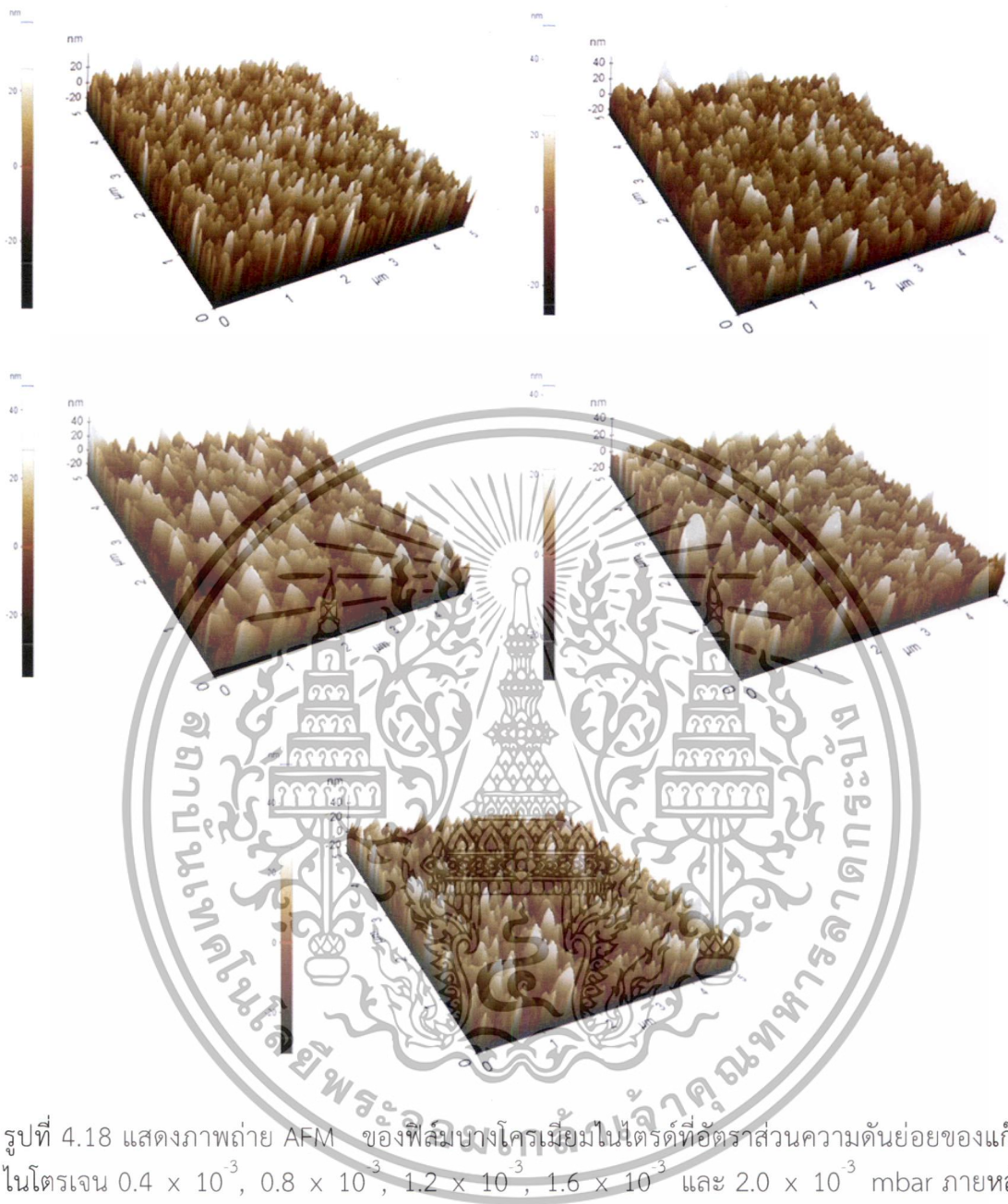
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์จากเครื่อง SEM ที่ความดันย่อยไนโตรเจนคือ (a) 0.4×10^{-3} mbar, (b) 0.8×10^{-3} mbar, (c) 1.2×10^{-3} mbar, (d) 1.6×10^{-3} mbar และ (e) 2.0×10^{-3} mbar ภายหลังกระบวนการอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 การวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วยเทคนิค AFM



รูปที่ 4.18 แสดงภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางโพลีเอไมด์ไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar ภายหลังจากกระบวนการอบ

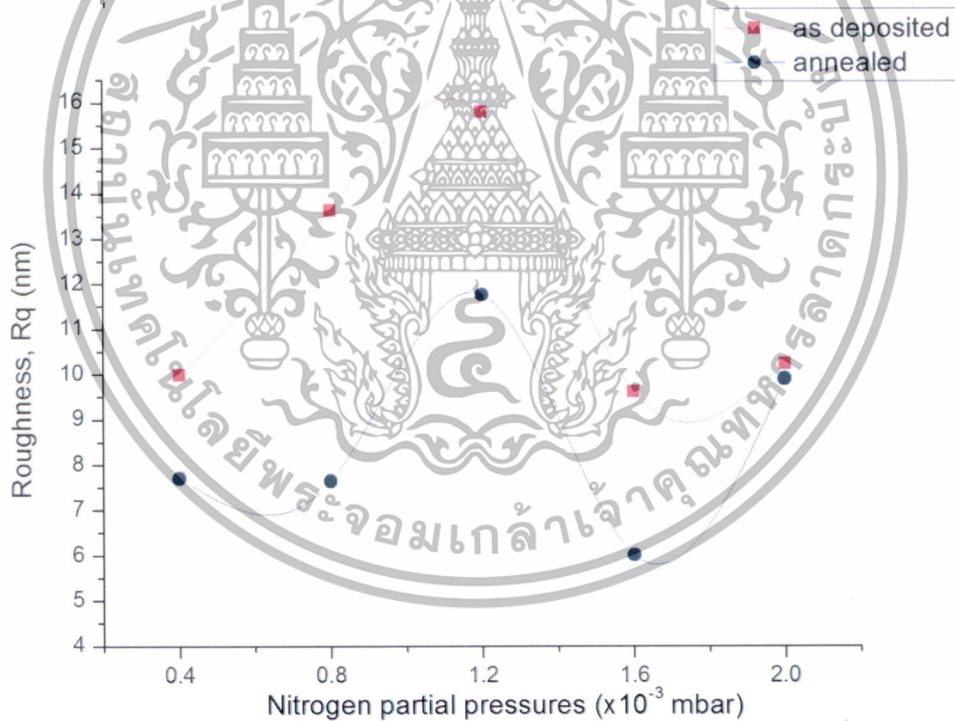
ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโพลีเอไมด์ไนไตรด์ (จากรูปที่ 4.18) เคลือบบนวัสดุรองรับที่เป็นสแตนเลส เมื่อหลังกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่สภาวะสุญญากาศที่ความดัน 2.0×10^{-5} mbar ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโพลีเอไมด์ไนไตรด์มีแนวโน้มเรียบขึ้น สังเกตได้จากค่าความหยาบ (Roughness root mean square, Rq) ในตารางต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.8 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ หลังกระบวนการอบ

Nitrogen partial pressure (mbar)	Annealed	
	Rq (nm)	Ra(nm)
0.4×10^{-3}	7.696	6.068
0.8×10^{-3}	7.641	6.151
1.2×10^{-3}	11.756	9.768
1.6×10^{-3}	6.429	5.051
2.0×10^{-3}	9.895	7.829

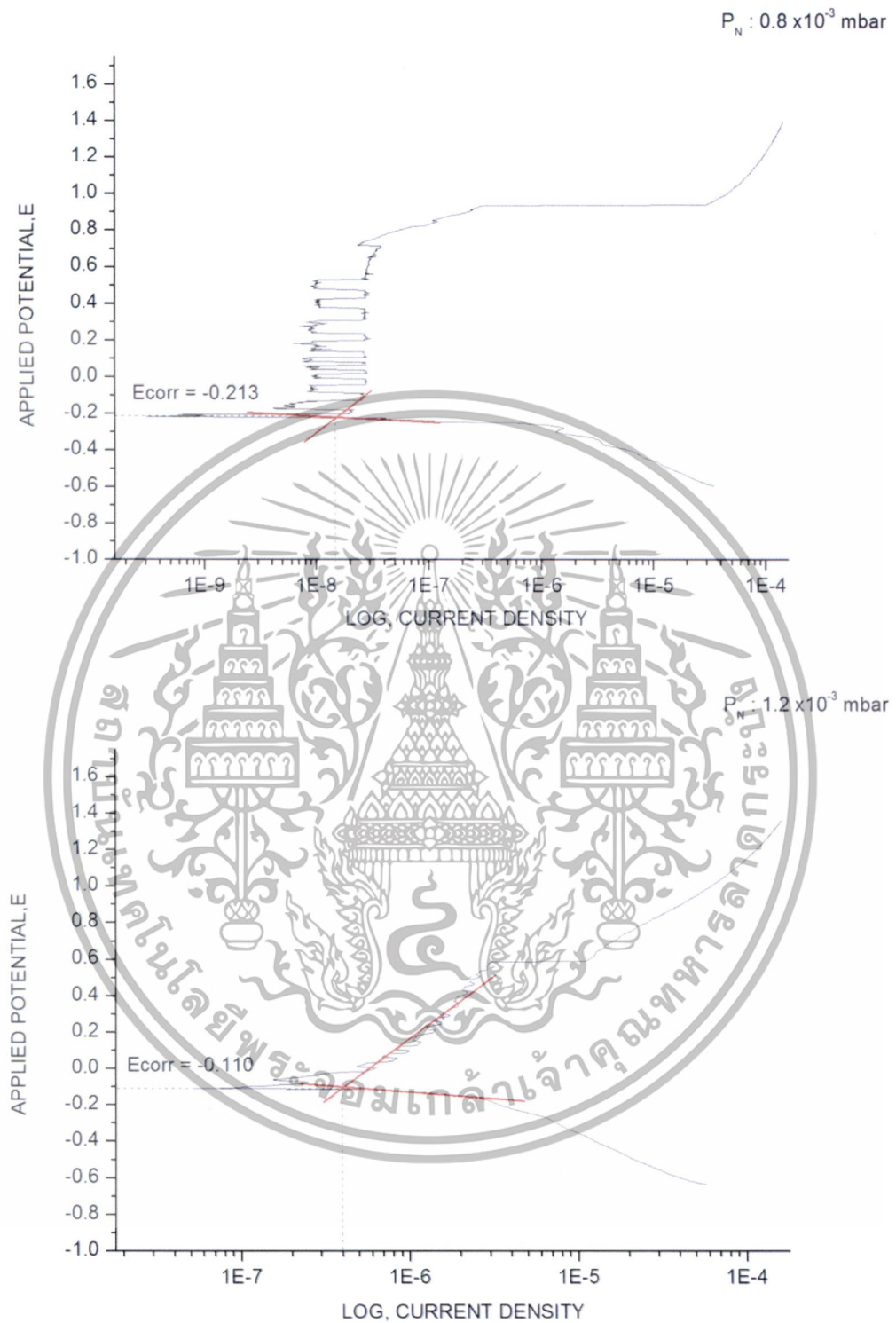
จากข้อมูลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในตารางที่ เมื่อพิจารณาที่ค่าความหยาบทั้งสองค่าของ Roughness root mean square, Rq หรือ Roughness average, Ra พบว่า โดยที่ความดันย่อยของไนโตรเจนเป็น 1.2×10^{-3} mbar มีค่าความขรุขระที่มากที่สุด ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนเป็น 1.6×10^{-3} mbar มีค่าความขรุขระที่น้อยที่สุด จากรูปที่ 4.19 แสดงค่าความหยาบพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบพบว่าความขรุขระของผิวมีค่าลดลง



รูปที่ 4.19 ค่าความหยาบพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ

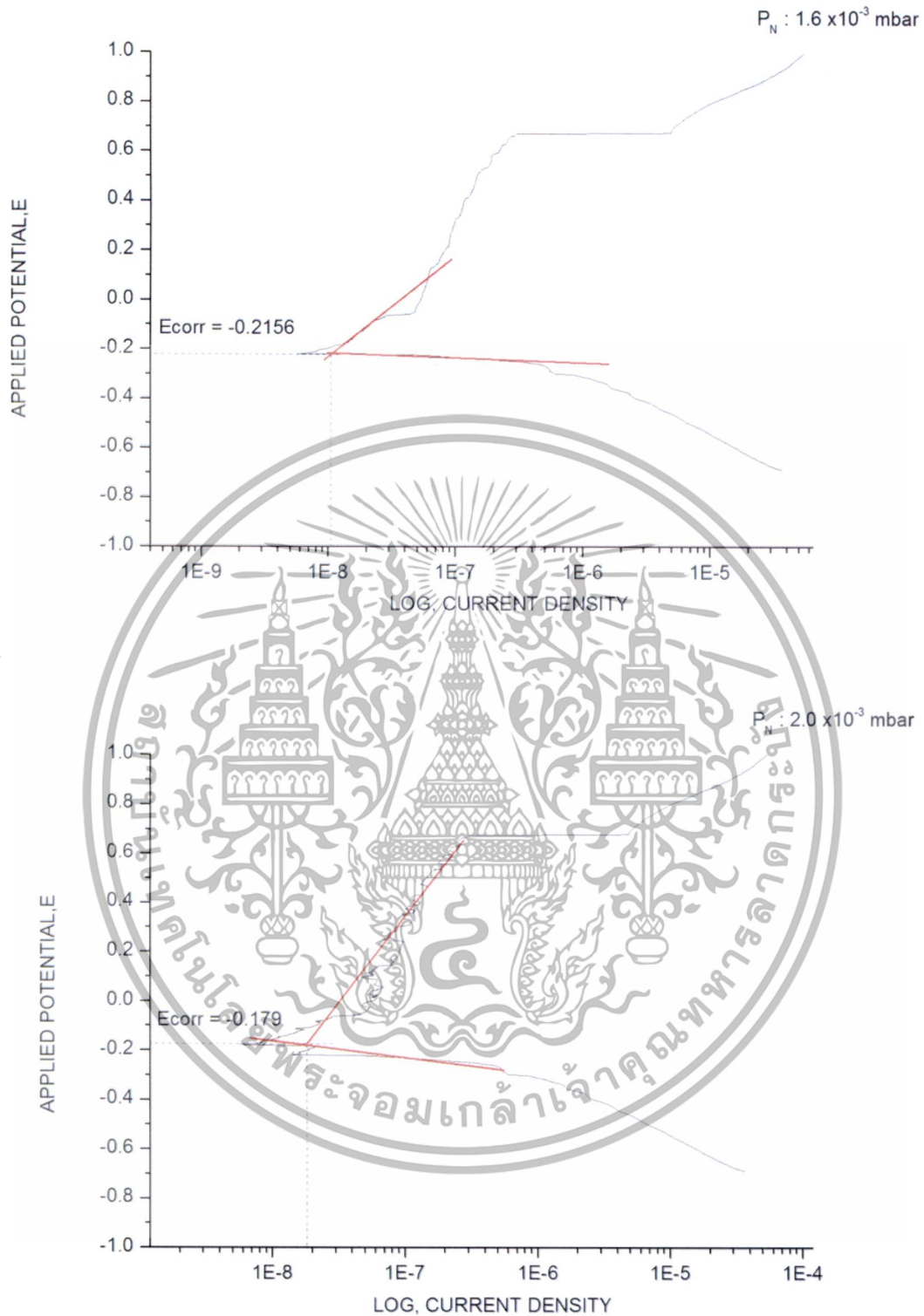
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.4 ผลการทดสอบการกัดกร่อน (corrosion) หลังกระบวนการอบ



รูปที่ 4.20 การหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนจากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ หลังกระบวนการอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.20 (ต่อ) การหาค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน จากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนต่างๆ หลังกระบวนการอบ

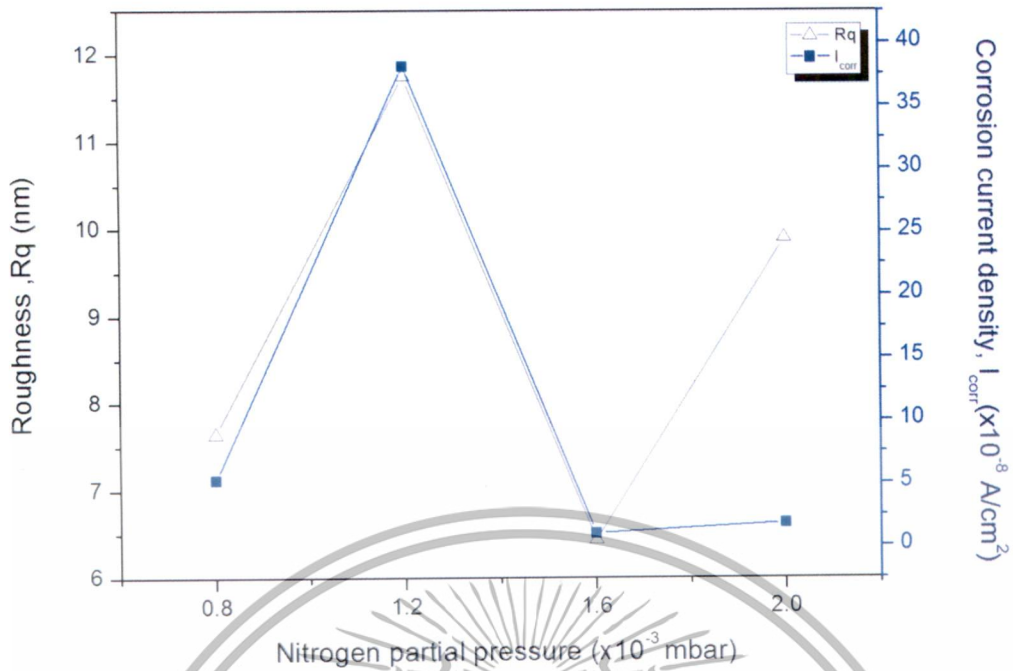
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.9 ผลการทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ หลังกระบวนการอบ

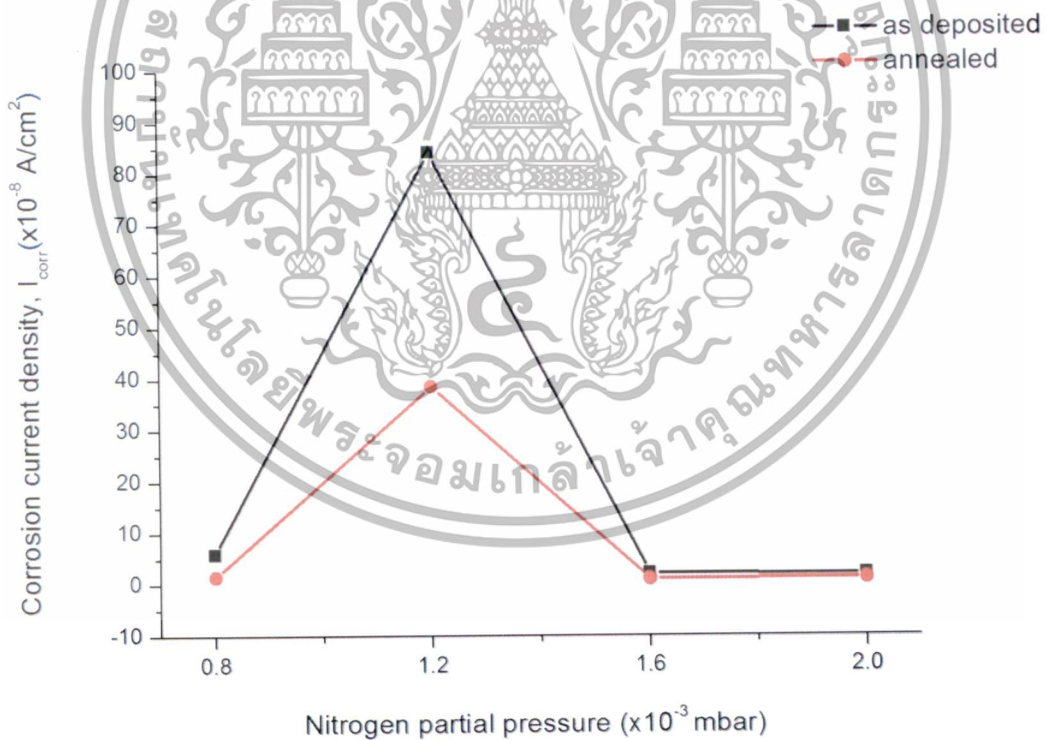
Nitrogen partial pressure (mbar)	E_{corr} (V)	i_{corr} (A/cm^2)	เปอร์เซ็นต์การต้านทานต่อการกัดกร่อน ก่อนและหลังกระบวนการอบ
0.8×10^{-3}	-0.213	1.462×10^{-8}	75.17
1.2×10^{-3}	-0.110	3.854×10^{-7}	54.21
1.6×10^{-3}	-0.215	1.049×10^{-8}	50.91
2.0×10^{-3}	-0.179	1.167×10^{-8}	40.06

จากรูปที่ 4.20 จะเห็นได้ว่าผลการวัดการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในน้ำสลับปรตโดยที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 0.8×10^{-3} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar ตามลำดับ ภายหลังจากกระบวนการอบพบว่าค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อน (E_{corr}) มีค่า E_{corr} มีค่าที่ใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง และ -0.110 V ถึง -0.215 v และจากตารางที่ 4.9 พบว่า ที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.6×10^{-3} mbar และ 2.0×10^{-3} mbar มีค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (i_{corr}) ที่ใกล้เคียงกันคือสามารถต้านทานต่ออัตราในการกัดกร่อนได้ดีที่สุดเมื่อเทียบกับความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนอื่นๆ และที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.2×10^{-3} mbar มีค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (i_{corr}) ที่มากที่สุดแสดงให้เห็นว่าสามารถต้านทานต่ออัตราในการกัดกร่อนขึ้นงานได้น้อยที่สุด

จากรูปที่ 4.21 ค่าความหยาบพื้นผิวและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ พบว่าค่าความหยาบพื้นผิวของฟิล์มบางที่ลดลง ก็จะมีผลถึงค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าในการกัดกร่อนลดลงด้วย และภายหลังจากกระบวนการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สามารถต้านทานต่อการกัดกร่อนได้ดีขึ้นโดยสังเกตจาก รูปที่ 4.22 แสดงค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ



รูปที่ 4.21 ค่าความหยาบพื้นผิวและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่างๆ หลังกระบวนการอบ



รูปที่ 4.22 ค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

จากการศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง ที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 0.4×10^{-3} , 0.8×10^{-3} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar ได้แบ่งผลการศึกษาและการวิเคราะห์ออกเป็น 2 ส่วนด้วยกันคือ ส่วนที่ 1 เตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ที่ความหนา 5 μm เพื่อทำการศึกษาคงโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง, ภาควัสดุของฟิล์มบาง, พื้นผิวของฟิล์มบาง, ทดสอบความแข็ง และการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ และส่วนที่ 2 การอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ($P = 2.0 \times 10^{-5}$ mbar) เพื่อทำการศึกษาคงโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง, ภาควัสดุของฟิล์มบาง, พื้นผิวของฟิล์มบาง และการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ เพื่อนำฟิล์มบางไปประยุกต์เคลือบลงบนใบมีดคว้านไส้สับประรด จากผลการวิเคราะห์ข้างต้นที่กล่าวมานั้นสามารถสรุปผลการวิจัยทั้ง 2 ส่วนได้ดังต่อไปนี้

ส่วนที่ 1 ผลการศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 โดยมีความหนา 5 μm

- 1) เมื่อความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนมากขึ้น ฟิล์มบางมีความหนาแน่นมากขึ้น ส่งผลทำให้ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีความแข็งเพิ่มมากขึ้น โดยพบว่าที่ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 1.6×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar ฟิล์มมีค่าความแข็งสูงประมาณ 9.940-10.016 GPa
- 2) ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่มีพื้นผิวเรียบจะสามารถต้านทานต่อการกัดกร่อนได้ดี ซึ่งการทดสอบคุณสมบัติต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบลงบนวัสดุรองรับสแตนเลส (SS304) ในสารละลายกรดสับประรด (PH 4.5) พบว่าที่อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 2.0×10^{-3} mbar จะสามารถต้านทานต่อการกัดกร่อนได้ดีที่สุด

ส่วนที่ 2 ผลการศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ลงบนแผ่นสแตนเลส 304 ภายหลังจากกระบวนการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

เมื่อทำการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ($P = 2.0 \times 10^{-5}$ mbar) พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้น ขนาดเกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นอย่างชัดเจน ความขรุขระที่ลดลง และส่งผลให้ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีสภาพต้านทานการกัดกร่อนที่ดีขึ้น

จากผลงานวิจัยที่กล่าวมาข้างต้น ทำให้หาเงื่อนไขและพารามิเตอร์หลักที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง เมื่อกำหนดให้อัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน 1.6×10^{-3} ถึง 2.0×10^{-3} mbar ความดันรวมของระบบ 4.0×10^{-3} mbar, ใช้กำลังไฟฟ้าในการเคลือบที่ 300 W, ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ 7.0 cm, และให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับ 320 องศาเซลเซียส พบว่าเป็นช่วงที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เพื่อนำไปประยุกต์เคลือบลงบนใบมีดคว้านไส้สับประรด นอกจากนี้พบว่าการนำการคำนวณการเปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ฟิล์มบางไปอบที่ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ($P = 2.0 \times 10^{-5}$ mbar) ทำให้เพิ่มความสามารถในการกัดกร่อนได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปคเตอรืง การที่จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้เคลือบลงบนใบมีดคว้านไส้ลับประรดได้นั้น ยังมีรายละเอียดและเงื่อนไขที่ต้องปรับปรุงแก้ไขให้เหมาะสม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1) ควรเพิ่มกำลังไฟฟ้าในการเคลือบฟิล์ม เนื่องจากช่วยเพิ่มอัตราการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ซึ่งส่งผลให้ใช้เวลาในการเคลือบฟิล์มน้อยลงโดยมีความหนาที่เท่าเดิม

2) ควรมีการทดสอบสมบัติเชิงกล เช่น ความสามารถในการยึดเกาะและอัตราการสึกหรอของชั้นฟิล์ม เพื่อประโยชน์ต่อการประยุกต์ใช้งานร่วมกับผลทางด้านกัดกร่อน

3) การที่จะเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ให้มีความหนาและคุณสมบัติที่ดีนั้น ต้องออกแบบระบบและป้อนสารเคลือบให้เหมาะสมกับขนาดของชิ้นงาน การควบคุมอัตราส่วนความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนนั้นเป็นสิ่งที่สำคัญ การเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยของแก๊สอาจทำให้ฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นมีคุณสมบัติไม่ได้ตามที่ต้องการ



อ้างอิง

- [1] วิมลนาฏ ศรีโอฬาร. 2553. “โครงสร้างอุตสาหกรรมสับปรดระป้องและการพยากรณ์แนวโน้มนูลค่าการส่งออกสับปรดระป้องของประเทศไทย” คณะเศรษฐศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [2] Kyung Nam, H., J. Min Jung and G. Jeon Han. 2000. A study on the high rate deposition of CrN_x films with controlled microstructure by magnetron sputtering. Surface & Coatings Technology 131: 222-227.
- [3] Hummel R.E. and Guenther K.H. 1995. Optical Properties Volume 1 Thin Films for Optical Coating, London, Boca Raton.
- [4] หัสวิภา หมายมัน. 2012. Scanning Electron Microscope. [Online]. Available : <http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/micro-analysis-instrument-menu/item/96-scanning-electron-microscope.html>
- [5] ทศนัย แสนพลพัฒน์. แนวทางการวัด ทดสอบความแข็ง. สถาบันมาตรวิทยาแห่งชาติ. P 41-49.
- [6] พรวิสา วงศ์ปัญญา. 2555. การทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอสเตท. [Online]. Available : http://eng.sut.ac.th/metal/images/stories/pdf/Lab_6_Corrosion_testing_by_Potentiostatic_technique.pdf
- [7] รศ. แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ, 2534. Principle and Techniques of Instrumental Analysis Spectroscopy. กรุงเทพฯ. ชวนพิมพ์.
- [8] Broszeit, E., C. Friedrich and G. Berg. 1999. “Deposition, properties and applications of PVD Cr_xN Coatings”. Surface and Coatings Technology. 115: 9-16
- [9] Fornis, E., R. Escobavhk, R. Galindo, O. S.nchez and J.M. Albella. (2006). Growth of CrN_x films by DC reactive magnetron sputtering at constant N₂/Ar flow. Surface & Coatings Technology. 200: 6047-6053.
- [10] Liua, C., A. Leylanda, S. Lyonb and A. Matthewa. 1995. Electrochemical impedance spectroscopy of PVD-TIN coatings on mild steel and AISI316 substrates. Surface and Coatings Technology 76-77: 615-622.
- [11] Zhang, Z.G., O. Rapaud, N. Bonasso, D. Mercs, C. Dong and C. Coddet. 2008. Control of microstructures and properties of dc magnetron sputtering deposited chromium nitride films. Vacuum 82: 501-509.
- [12] Broszeit, E., C. Friedrich and G. Berg. 1999. Deposition, properties and applications of PVD Cr_x N coatings. Surface and Coatings Technology 115: 9-16.
- [13] G. Wei, A. Rar, J.A. Barnard. 2001 “Composition, structure, and nanomechanical properties of DC-sputtered CrN_x (0 ≤ x ≤ 1) thin films” Surface & Coatings Technology, 398 -399: 460-464.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อ้างอิง (ต่อ)

- [14] ศรายุทธ ยงประพัฒน์. 2547. การจัดเรียงอนุภาคในผลึก. [Online]. Available : <http://www.tu.ac.th/org/science/chemistry/data/Event/solid/topictwelve.html>
- [15] Y.L. Chipatecua a , J.J. Olaya a, Diego F. Arias b. 2012. Corrosion behaviour of CrN/Cr multilayers on stainless steel deposited by unbalanced magnetron sputtering. 86: 1393-1401.
- [16] W. Aperador, A. Delgado and J. Duque, 2013. "Corrosion Resistance of the [TiN/CrN]_n Coatings Deposited on Steel AISI 4140" Int.J.Electrochem.Sci., 10711-10719.
- [17] Wichuda Wongtanasarasin, Rachsak Sakdanuphab, Kajpanya Suwansukho, Aparporn Sakulalavek. 2015. "Changes in structural, morphological and corrosion properties of CrN thin film effected by varying N₂ pressure in the sputtering process", Key Engineering Materials 659: 555-559.
- [18] C. Keawhan, P. Wongpanya, N. Witit-anun and P. Songsirisitthigul. 2012. Corrosion Behavior of AISI 4140 Steel Surface Coated by Physical Vapor Deposition .Journal of Metal, Materials and Minerals. 22(1) 69-76.
- [19] J.A. Thornton, D.W.Hofman. 1989. Thin Solid Films 171: 5.
- [20] M. Ohring. 1992. The Materials Science of Thin Films, Academic Press, San Diego. p. 432.
- [21] F.H. Lu, H.Y. Chen. 2011. Thin Solid Films. 398/399: 368.
- [22] Axel Ferrec, Frédéric Schuster, Pierre-Yves Jouan, Mohamed Abdou Djouadi. Nitrogen effect and thermal stability of Cr and CrN thin films deposited by HiPIMS. [Online]. Available : http://www.pse-conferences.net/tl_files/pse2012/abstractupload/PSE2012-PO3008-ext.pdf
- [23] A. Ruden, E. Restrepo-Parra, A.U. Paladines, F. Sequeda. (2013) "Corrosion resistance of CrN thin films produced by dc magnetron sputtering" Surface & Coatings Technology. 270: 150– 156
- [24] ชลธิชา แก้วหาญ. 2555. พฤติกรรมการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิวด้วยไอทางกายภาพ. สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีผลต่ออัตราการกัดกร่อนในน้ำสับปะรด ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบโดยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอน สเป็คเตอริง

Influence of N_2 partial pressure on corrosion properties in pineapple juice of CrN thin film deposited by DC reactive magnetron sputtering

ผู้วิจัย นางสาววิชุดา วงศ์ธนสารสิน (ผู้วิจัย), ดร.อาภาภรณ์ สกฤตกระเวก (อาจารย์ที่ปรึกษา), ดร.ราชศักดิ์ สักคานุกาฬ (อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม)

สาขาวิชาฟิสิกส์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอน สเป็คเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีต่ออัตราการเคลือบ โครงสร้างของฟิล์มและอัตราการกัดกร่อนในน้ำสับปะรด เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เคลือบผิวใบมีดอุตสาหกรรมสับปะรด กระบี่ป้องกันอายุการใช้งานของใบมีด อัตราส่วนของความดันแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวม ที่ใช้ศึกษาคือ 10%, 20%, 30% และ 40% โดยควบคุมความหนาของฟิล์มที่เท่ากัน คือ $2.0 \mu\text{m}$ จากการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) พบว่าฟิล์มบางแสดงระนาบที่โดดเด่น (Preferred Orientation) คือ ระนาบ (111) และ (200) ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ไนโตรเจน 10%, 20%, 30% และ 40% มีค่า d ของ CrN (200) อยู่ในช่วงระหว่าง $1.0577\text{-}2.4141 \text{ \AA}$ และค่าความเป็นผลึกอยู่ในช่วงระหว่าง $2.1731\text{-}4.8282 \text{ \AA}$ และจากการพิจารณาการกัดกร่อนของฟิล์มในน้ำสับปะรด พบว่าฟิล์มบางมีค่า E_{corr} ในช่วง -0.2 ถึง -0.6 โวลต์ โดยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่มีอัตราส่วนความดันแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 30% สามารถทนต่อการกัดกร่อนได้ดีที่สุด

คำสำคัญ : ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์, รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเป็คเตอริง, การกัดกร่อน

Abstract

In this paper, Chromium nitride thin films were deposited on silicon wafer substrates by DC reactive magnetron sputtering technique to study the result of nitrogen partial pressure to total pressure in deposition process on deposition rate, the crystal structure and the rate of corrosion in pineapple juice which was applied as coating on the blade used for cutting pineapple to extend life of blade. The ratio of nitrogen per total pressure is 10%, 20%, 30% and 40%. The controlled the thickness of film is 2.0 μm . The XRD results showed that the (111) and (200) preferred orientation. The d-spacing and lattice parameter of chromium nitride at the ratio of nitrogen per total pressure 10%-40% range between 1.0577-2.4141 \AA and 2.1731-4.8282 \AA respectively. Consideration of corrosion of the thin film has the E_{corr} from -0.2 to -0.06 volts. Chromium nitride at the ratio of nitrogen per total pressure 30% has the best corrosion resistance.

Key Words: CrN thin film, DC reactive magnetron sputtering, Corrosion

บทนำ

อุตสาหกรรมการเกษตรเป็นอุตสาหกรรมที่มีบทบาทในการพัฒนาเศรษฐกิจของประเทศ เป็นอย่างมากและปัจจุบันผู้ประกอบการในอุตสาหกรรมการเกษตรนั้น ยังมีปัญหาการเสื่อมคุณภาพเร็วเกินไปจนไม่สามารถใช้งานได้อีกของอุปกรณ์เครื่องจักรกล เครื่องมือเครื่องใช้ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ในอุตสาหกรรมด้านการแปรรูปสินค้าทางการเกษตร ซึ่งมีปัญหาการผุกร่อนของอุปกรณ์ จึงได้มีการนำเทคโนโลยีการปรับปรุงผิวโลหะด้วยสารเคลือบ เพื่อยืดอายุการใช้งานของเครื่องจักรและอุปกรณ์ทางการเกษตร ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เป็นฟิล์มบางอีกชนิดหนึ่งที่มีความสนใจอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมการเคลือบเช่นกัน เนื่องจากมีสมบัติทางกายภาพดีเยี่ยมหลายประการ เช่น มีความแข็งสูง มีการยึดเกาะที่ดี และทนการกัดกร่อน การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธีแต่ที่นิยมใช้กันในภาคอุตสาหกรรมคือ การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปคเตอริง (reactive DC magnetron sputtering) เนื่องจากการเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สามารถควบคุมสัดส่วนขององค์ประกอบฟิล์มได้ง่ายโดยการควบคุมเงื่อนไขตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบ เช่น ความดันพื้น ความดันรวมขณะเคลือบ ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน กำลังไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบ ระยะห่างของเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับซึ่งเงื่อนไขของการเคลือบเหล่านี้มีผลต่อโครงสร้างและคุณสมบัติของฟิล์ม [1]

งานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับ การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีดังต่อไปนี้ คือ วรรณทิวิ และคณะ[2] ได้ศึกษาฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีรีเอคทีฟดีซีสเปคเตอร์ริง จากการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่มุม 37.5° , 63.6° และ 76.2° ซึ่งตรงกับโครเมียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111), (220) และ (311) เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น มีผลให้ฟิล์มมีความเป็นผลึกสูงขึ้น โดยระนาบ (111) มีความเป็นผลึกสูงที่สุด ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีค่าในช่วง 30 nm ถึง 36 nm ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรวิภา วงศ์ปัญญา และคณะ[3] ได้ศึกษาความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 โดยวิธีการกระบวนกรเคลือบผิวด้วยไอทางกายภาพ โดยเหล็กกล้าถูกเคลือบผิวด้วยโครเมียมไนไตรด์และไทเทเนียมไนไตรด์ที่มีความหนา 914 นาโนเมตรและ 1,200 นาโนเมตรตามลำดับ โดยชิ้นงานก่อนเคลือบนั้นได้ผ่านการเตรียมผิวที่ความหนาต่างกัน แล้วศึกษาความต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานด้วยวิธีทางไฟฟ้าเคมี ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก ที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 2, 7 และ 10 พบว่าชิ้นงานที่ถูกเคลือบผิวด้วยโครเมียมไนไตรด์และไทเทเนียมไนไตรด์มีความต้านทานการกัดกร่อนที่ใกล้เคียงกันและดีกว่าชิ้นงานเหล็กกล้าที่ไม่ถูกเคลือบที่ทุกค่าพีเอช โดยเมื่อความหนาของชิ้นงานลดลงส่งผลให้ชิ้นงานมีความต้านทานการกัดกร่อนดีขึ้น จิกรพันธ์ ถาวรชิตรา และคณะ[4] ได้ศึกษาฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์โดยทำการเคลือบลงบนใบมีดตัดคว้านไส้สับปะรด โดยเปรียบเทียบอายุการใช้งานของชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และไม่เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และได้นำชิ้นงานไปตัดสับปะรดจริง พบว่า ชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สำหรับใบมีดสั้น นั้นมีอายุการใช้งานนานกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เคลือบสูงสุด 9 เท่า และสำหรับใบมีดยาว 6 เท่า แสดงให้เห็นว่าการเคลือบใบมีดด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สามารถช่วยยืดอายุการใช้งานใบมีดตัดสับปะรดได้

จากงานวิจัยข้างต้นที่ได้ศึกษาพบว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีสมบัติสามารถทนการกัดกร่อนได้ดีและสามารถนำไปเคลือบเพื่อยืดอายุการใช้งานของใบมีดตัดสับปะรดได้ แต่อย่างไรก็ตาม ยังไม่มีงานวิจัยที่ศึกษาอัตราการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในน้ำสับปะรด ซึ่งตัวแปรดังกล่าวมีความสำคัญในการนำมาเป็นข้อมูล เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ประยุกต์เคลือบบนใบมีดตัดสับปะรด ให้มีอายุการใช้งานที่ยาวนานมากขึ้น ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นศึกษาผลของอัตราส่วนความดันแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ส่งผลต่ออัตราการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในกรดสับปะรด เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สำหรับการประยุกต์เคลือบใบมีดตัดสับปะรดต่อไป

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

ศึกษาผลของอัตราส่วนความดันแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ส่งผลต่ออัตราการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในกรดสัลฟิวริก เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สำหรับการประยุกต์เคลือบโบนิตัดสัลฟิวริกต่อไป

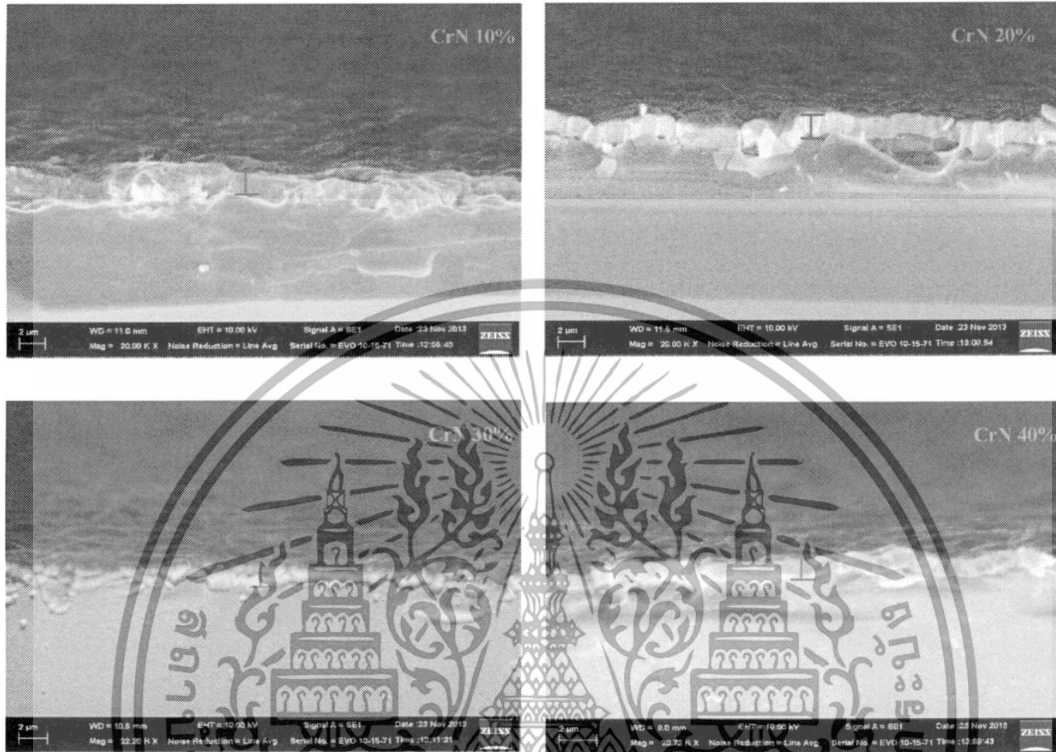
วิธีการวิจัย

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เตรียมลงบนแผ่นรองรับซิลิกอนเวเฟอร์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกเน็ตรอนสปัตเตอริง จากเป้าโลหะโครเมียม (ความบริสุทธิ์ 99.9%) โดยมีเงื่อนไขการปรับอัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (N_2) ต่อความดันรวม (N_2+Ar) ที่ 10% , 20% , 30% และ 40% ตามลำดับ โดยขั้นตอนแรกนำแผ่นซิลิกอนไปทำความสะอาดในสารละลายกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ที่ถูกเจือจางด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ในอัตราส่วน 5:1 จากนั้นจึงล้างทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI-Water) แล้วทำการแช่ด้วยสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) กับน้ำ (H_2O) ในอัตราส่วน 1:10 เพื่อทำการกำจัด SiO_2 ที่ผิวของแผ่นซิลิกอน แล้วล้างทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI-Water) อีกครั้ง เพื่อกำจัดสารละลายกรดออก หลังจากนั้นนำแผ่นซิลิกอนที่ทำความสะอาดแล้ววางบนแท่นรองรับชิ้นงานในภาชนะสุญญากาศ และลดความดันในภาชนะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้น 6.0×10^{-3} mbar ในการเคลือบฟิล์มบางทุกเงื่อนไขกำหนดความดันรวม 4.0×10^{-3} mbar โดยก่อนการเคลือบฟิล์มทุกครั้งได้ทำการสปัตเตอริงทำความสะอาดผิวหน้าเป้า (Cr) ด้วยแก๊สอาร์กอนที่ถ่วงไฟฟ้า 100 วัตต์ เป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นให้ความร้อนกับแผ่นซิลิกอนที่อุณหภูมิ 320 °C เป็นเวลา 30 นาที แล้วทำการเคลือบโครเมียมลงบนแผ่นซิลิกอนที่ถ่วงไฟฟ้าเท่ากับ 150 W เป็นเวลา 5 นาที เพื่อเพิ่มสภาพการยึดติดกับแผ่นรองรับ จากนั้นจึงเคลือบโครเมียมไนไตรด์ตามอัตราส่วนข้างต้นที่ถ่วงไฟฟ้า 300 W เป็นเวลา 30 นาที นำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์เพื่อหาค่า deposition rate จากความหนาของฟิล์ม ด้วยเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) จากนั้นจึงทำการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์อีกครั้ง โดยควบคุมความหนาของฟิล์มที่เท่ากัน เท่ากับ 2.0 μm แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) และทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) ในน้ำสัลฟิวริก 100 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

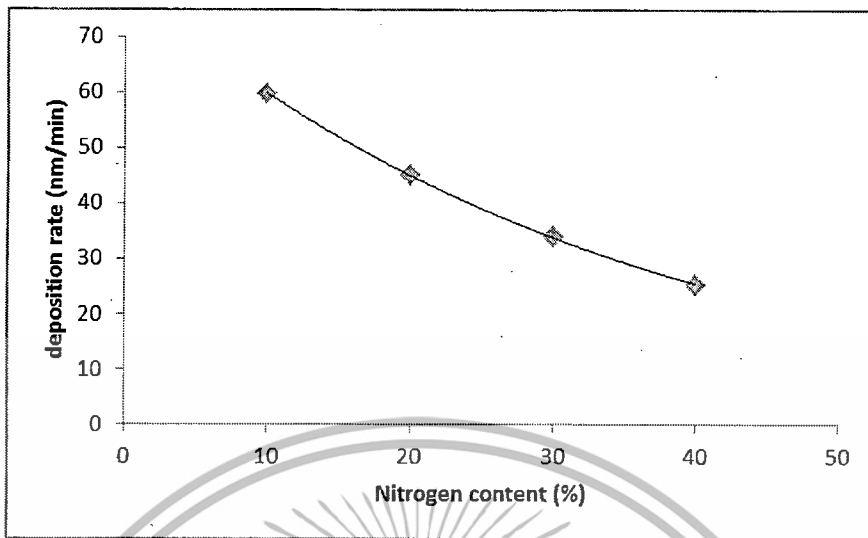
ไม่ก่อมลพิษใด ๆ แก่สิ่งแวดล้อม อีกทั้งยังเป็นให้ข้อมูลแก่ผู้สนใจ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกระบวนการใช้
การประชุมวิชาการบัณฑิตศึกษาระดับชาติและนานาชาติ ครั้งที่ ๕ 2970 บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ผลการวิจัย

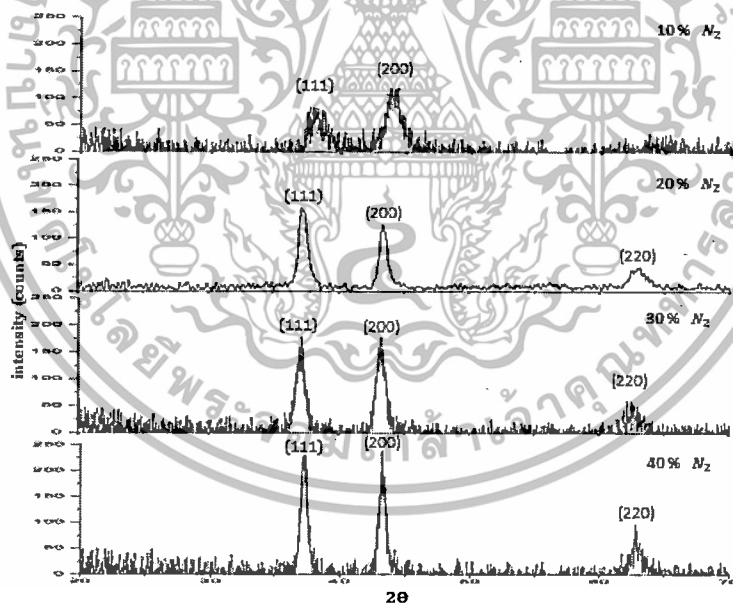


รูปที่ 1 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 20% , 30% และ 40%

รูปที่ 1 แสดงภาพตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 20% , 30% และ 40% โดยวัดได้จากเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) พบว่าที่ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีความหนาเฉลี่ยที่ 2.089 μm , 1.741 μm , 1.185 μm และ 0.889 μm ตามลำดับ จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่ออัตราส่วนปริมาณแก๊สไนโตรเจนต่อปริมาณแก๊สอาร์กอนมีผลต่ออัตราการเคลือบของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ จากเมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนในห้องเคลือบเพิ่มขึ้นจะทำให้อัตราการสปีดเตอร์ของเปปัสสารเคลือบ (Cr) ลดลง ส่งผลให้ความหนาฟิล์มลดลงตามไปด้วย และสามารถคำนวณหาอัตราการเคลือบของฟิล์มเทียบกับปริมาณแก๊สไนโตรเจน แสดงดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 อัตราการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ อัตราส่วน $N_2 : (N_2 + Ar)$ ที่ 10% , 20% , 30% และ 40%



รูปที่ 3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 20% , 30% และ 40%

จากรูปที่ 3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 20% , 30% และ 40%

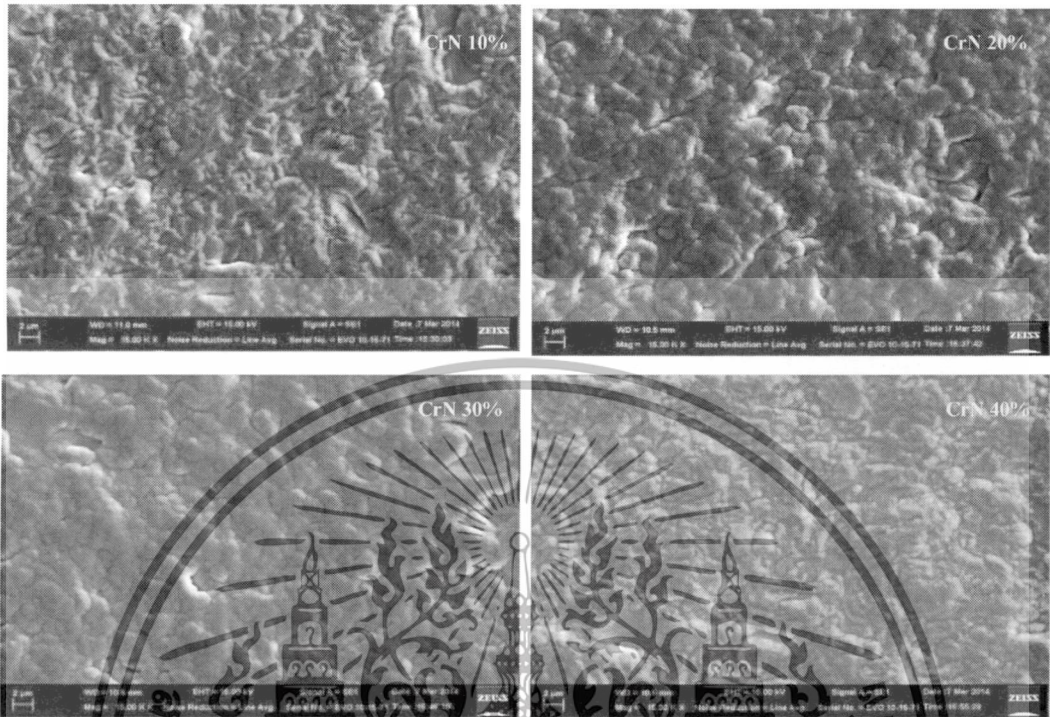
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ตามลำดับ โดยมีความหนาของฟิล์มที่ 2.0 μm พบลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มุม 37.5° , 43.7° และ 63.6° เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์มาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ตรงกับโครเมียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ โดยพบระนาบที่โดดเด่นที่ระนาบ (111) และ (200)

ตารางที่ 1 ค่าความเป็นผลึกและค่า d-spacing ของ CrN (200)

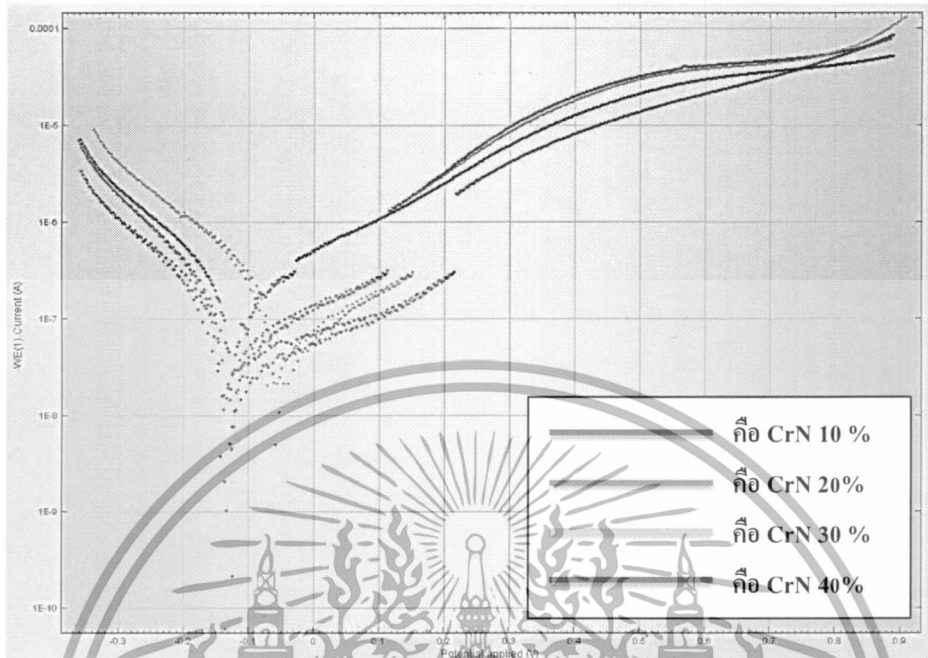
โครงสร้าง	Nitrogen content (%)	FHWM	d (\AA)	Lattice constant (\AA)
CrN (200)	10	1.3977	1.0577	2.1731
CrN (200)	20	0.6993	2.1138	4.2277
CrN (200)	30	0.8969	1.9234	3.8469
CrN (200)	40	0.6124	2.4141	4.8282

จากสมการของแบรกก์ $2d \sin\theta = n\lambda$ โดยในการวัดใช้ Cu K α ที่มีค่าความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์ 1.5418 \AA สามารถคำนวณหาค่า d ของ CrN (200) และค่าคงที่ผลึก ได้เท่ากับ 2.0717 \AA และ 4.2919 \AA ตามลำดับ จากข้อมูลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 1 พบว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ไนโตรเจน 10%, 20%, 30% และ 40% มีค่า d ของ CrN (200) อยู่ในช่วงระหว่าง 1.0577-2.4141 \AA และค่าความเป็นผลึกอยู่ในช่วงระหว่าง 2.1731-4.8282 \AA



รูปที่ 4 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมในไตรด์ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สในโตรเจนต่อความดันรวม ที่ 10% , 20% , 30% และ 40%

จากรูปที่ 4 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมในไตรด์ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สในโตรเจนต่อความดันรวม ที่ 10% , 20% , 30% และ 40% ด้วยเทคนิคการวัด Scanning Electron Microscope (SEM) พบว่าเมื่อปริมาณสัดส่วนของแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้น ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมในไตรด์จะเรียบขึ้น เนื่องจากเมื่อปริมาณสัดส่วนของแก๊สในโตรเจนในระบบสปีดเตอริงมากขึ้น จำนวนไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ชนกับเป้าโลหะโครเมียมจะมีจำนวนลดลง ส่งผลให้อุณหภูมิของโครเมียมในไตรด์มีเวลามากพอที่จะแพร่ไปตามผิวของวัสดุรองรับ ฟิล์มบางโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบจึงมีความเรียบมากขึ้น และเมื่อสังเกตขนาดของเกรนจะพบว่าที่ฟิล์มบางโครเมียมในไตรด์ 10 % มีขนาดของเกรนที่เล็กมากซึ่งสอดคล้องกับค่าความเป็นผลึกในตารางที่ 1



รูปที่ 5 ผลการวัดการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

รูปที่ 5 แสดงผลของการวัดการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในน้ำสลับประด โดยมีอัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (N_2) ต่อความดันรวม (N_2+Ar) ที่ 10% , 20% , 30% และ 40% จากผลการวัดพบว่า ในช่วงแรกค่ากระแสไฟฟ้ามีค่าลดลง เมื่อเพิ่มความต่างศักย์จนกระทั่งถึงค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อน (E_{corr}) จากนั้นในช่วงที่สอง พบว่าค่ากระแสไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความต่างศักย์เพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาความต่างศักย์ที่ทำให้ค่ากระแสมีค่าต่ำที่สุด (E_{corr}) พบว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (N_2) ต่อความดันรวม (N_2+Ar) ที่ 10% , 20% และ 40% มีค่า E_{corr} ที่ใกล้เคียงกันในช่วง -0.1 ถึง -0.2 โวลต์ และเมื่อพิจารณาที่ความดัน แก๊สไนโตรเจน (N_2) ต่อความดันรวม (N_2+Ar) ที่ 30% พบว่า มีค่า E_{corr} มากที่สุดประมาณ -0.06 โวลต์ ซึ่งสามารถทนต่อการกัดกร่อนได้ดีกว่า เนื่องจากถ้า E_{corr} มีค่าน้อยแสดงว่าฟิล์มมีการสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่าย ดังนั้นฟิล์มจะมีอัตราการกัดกร่อนที่สูง

สรุปผลการวิจัย

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริงบนแผ่นซิลิกอน เพื่อศึกษาอัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ พบว่าเมื่อปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการสเปคโตรริงเพิ่มขึ้น อัตราการเคลือบของฟิล์มบางจะลดลงและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีความเรียบมากขึ้น โดยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีค่าความหนาเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.889-2.089 μm จากอัตราการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์อัตราส่วน $\text{N}_2 : (\text{N}_2 + \text{Ar})$ ที่ 10% , 20% , 30% และ 40% โดยมีความหนาของฟิล์มที่ 2.0 μm โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นมีระนาบของโครงสร้างผลึกตรงกับฐานข้อมูลของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ คือ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ไนโตรเจน 10%, 20%, 30% และ 40% มีค่า d ของ CrN (200) อยู่ในช่วงระหว่าง 1.0577-2.4141 \AA และค่าความเป็นผลึกอยู่ในช่วงระหว่าง 2.1731-4.8282 \AA และจากการพิจารณารีกต์กร่อนพบว่าฟิล์มบางมีค่า E_{corr} ในช่วง -0.2 ถึง -0.6 โวลต์ ซึ่งที่โครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 30% มีค่า E_{corr} ประมาณ -0.06 โวลต์ ซึ่งถ้า E_{corr} มีค่าน้อยแสดงว่าฟิล์มมีการสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่าย ดังนั้นฟิล์มจะมีอัตราการกัดกร่อนที่สูง

บรรณานุกรม

[1] J.J Olaya, S.E. Rodil, S. Muhl, E. Sanchez. (2005) "Comparative study of chromium nitride coatings deposited by unbalanced and balanced magnetron sputtering." In Thin solid films , 119-126.

[2] วรรณิการ์ วรรณทวี และคณะ. (2554) "ผลของความดันย่อยแก๊สในโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอน สปีดเตอริง." การประชุมวิชาการมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 7.

[3] ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรวิสา วงศ์ปัญญา และคณะ. (2555) "ความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้า AISI 4140 ที่เคลือบผิว ด้วยไอทางกายภาพ." รายงานวิจัย มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.

[4] จักรพันธ์ ถาวรธิดา และคณะ. (2551) "การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนอุปกรณ์ตัดคว้านสำหรับอุตสาหกรรมแปรรูปผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร." รายงานวิจัย สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย.



Changes in structural, morphological, and corrosion properties of CrN thin film effected by varying N₂ pressure in the sputtering process

Wichuda Wongtanasarasin^{1,a*}, Rachsak Sakdanuphab^{2,b},
Kajpanya Suwansukho^{3,c}, Aparporn Sakulalavek^{4,d}

^{1,3,4}Faculty of Science King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang Chalongkrung Rd.
Ladkrabang Bangkok 10520, THAILAND

²College of Data Storage Innovation, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Chalongkrung Rd. Ladkrabang Bangkok 10520, THAILAND

^awichuda.wongt@gmail.com, ^brachsak.s@gmail.com, ^ckskajpan@kmitl.ac.th,
^dksaparpo@kmitl.ac.th

Key Words: CrN thin film, DC reactive magnetron sputtering, Corrosion

Abstract

In this study, we investigate a facet of the fabrication process of chromium nitride (CrN) film intended as a protective coating for pineapple blades. CrN thin films were deposited on unpolished stainless steel substrates (AISI304) by DC reactive magnetron sputtering in Ar+N₂ gases. In principle, the proportion of nitrogen partial pressure to the total pressure in the sputtering process should have considerable effects on the CrN film's chemical composition, its crystal structure, its hardness, and its corrosion resistance. We tested this supposition out by using several different nitrogen partial pressures in the sputtering process and observed the films deposited. The coatings were deposited at five different nitrogen partial pressures of 4.0×10^{-4} mbar, 8.0×10^{-4} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar, and 2.0×10^{-3} . The deposition times were controlled to achieve 5- μ m thick films in each deposition. The films were analyzed by several analytical methods, such as X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope, micro-hardness and potentiostat in pineapple juice. The XRD spectra of the films showed face-centered cubic structure with (200) preferred orientation, positively identifying them as Cr₂N and CrN thin films. The calculated d-spacing and lattice parameter of the CrN films increased with increasing nitrogen partial pressure; the ranges were 0.283–0.287 nm and 0.491–0.497 nm, respectively. The cross-section morphology of the CrN films reveals the columnar grain growth with a high density. The crystal structure and the grain texture correspond with the hardness property. The films corrosion potential, an indicator of their corrosion property, was varied from -0.14 to -0.05 volts with varying nitrogen pressure. The most corrosion resistant and the good hardness were the film fabricated at the nitrogen partial pressure of 1.2×10^{-3} mbar.

Introduction

Entrepreneurs of agricultural industry, an important industry in Thailand, have been struggling with the problem of rapid corrosion of machinery equipment in industrial processing of agricultural products for quite some time. One way to handle it is to coat their equipment with a metal hard-coating to extend its usable life. Chromium nitride thin film is commonly used for this purpose because of its excellent physical properties (hardness, adhesion, corrosion resistant). Chromium nitride thin film can be prepared by several methods, such as chemical vapor deposition (CVD), filtered cathodic arc, and reactive magnetron sputtering. The reactive magnetron sputtering method has many advantages over other methods because various parameters in the method's coating process can be easily controlled to achieve desired film properties. In addition, the technique is scalable and yields homogeneous coat even over a large surface area [1].

A previous study by G. Wei *et al.* showed that chromium nitride thin film can be deposited on silicon wafer substrates by DC reactive magnetron sputtering. Their d-spacing, lattice parameter and hardness were results 0.288 nm, 0.417 nm and 15 GPa, respectively [2]. In another study, Pornwasa Wongpanya *et al.* investigated the corrosion resistance of AISI 4140 steel coated with chromium nitride (CrN) and titanium nitride (TiN) thin films prepared by physical vapor deposition [3]. The film thicknesses of CrN and TiN were controlled to be 914 nm and 1200 nm respectively. The corrosion resistance of the samples was electrochemically tested in an air-saturated 3.5 wt % NaCl solution at pH 2, 7, and 10. The CrN and TiN coats on the samples showed effective resistance at all pHs tested. Chakapun Thawornthira *et al.* conducted a study on CrN thin film coating of pineapple cutting knife as a means to extend its usable life [4]. They found that a short knife coated with CrN lasted longer than an uncoated one, one to six times longer. Therefore, CrN thin film is a good candidate for coating knife to extend its usable life.

Previous studies on CrN film's corrosion property were done in NaCl solution. For the purpose of extending the life of pineapple blades, crucial information about the film's corrosion property in fruit juices containing several organic acids is still lacking. Hence, we conducted this study to investigate not only the influence of varying nitrogen partial pressure in the deposition process on the CrN film's general properties but also its influence on the film's corrosion property in pineapple juice in particular. Our findings can be used to optimize the deposition process of corrosion resistant film on cutting blades for pineapple industry.

Experimental

Our experiment involved depositing chromium nitride thin film on stainless steel 304 substrates by DC reactive magnetron sputtering of pure chromium target (99.95%). The coatings were deposited at five different nitrogen partial pressures of 4.0×10^{-4} mbar, 8.0×10^{-4} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar and 2.0×10^{-3} mbar. The substrate was cleaned chemically by using a trichloroethylene (TCE), acetone, and methanol, respectively. Then, the substrates were rinsed with deionized water (DI), and blow dried with nitrogen gas (N_2). Our sputtering system consisted of a 3-inch magnetron gun, a 1-kW dc power supply, two mass flow controllers and a halogen lamp heater. A vacuum was created in a chamber at a base pressure of 6.0×10^{-6} mbar before deposition of CrN film. During the deposition process, the total pressure ($Ar + N_2$) in the chamber was 4.0×10^{-3} mbar. A Cr target was pre-sputtered with an argon gas source for 5 minutes at 100W. After that, the substrate was heated up to 320 °C for 30 minutes. An adhesive interface layer of Cr was deposited on the substrate, using 150W of power for 5 minutes. Then, a CrN thin film was deposited at a specified nitrogen partial pressure, using 300W of power. The deposition times were calibrated by scanning electron microscope to determine the film's thickness. The total film thickness was about 5 μ m. The structural, cross-section morphological and hardness properties of these CrN thin films were then determined by x-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope, and Vickers micro-hardness, respectively. The chemical composition was obtained by energy dispersive electron spectroscopy (EDS). Their corrosion property in pineapple juice was measured with a potentiostat. The corrosion potential (E_{corr}) and corrosion current (I_{corr}) were used to determine the corrosion resistance.

Result and Discussion

Figure 1(a) shows the crystal structure of CrN thin films at different nitrogen partial pressures of 4.0×10^{-4} , 8.0×10^{-4} , 1.2×10^{-3} , 1.6×10^{-3} , and 2.0×10^{-3} mbar. The XRD results show the characteristic peaks of CrN at $2\theta = 37.60^\circ$, 43.77° and 63.60° mbar corresponding to the (111), (200), and (220) orientations, respectively. These peaks are the CrN reference peaks in the JCPDS 00-011-0065. The XRD spectra show that the (200) orientation was the preferred orientation. Also, the degree of crystal increased with increasing nitrogen partial pressure. Fig. 1(b) show

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

magnification of the peaks that correspond to the (200) plane, it can be concluded that the peaks tend to shift toward lower angles as the flow of nitrogen increases. Our result agrees with the A. Ruden *et al.* that may imply the compression of crystal lattice in the CrN film [5].

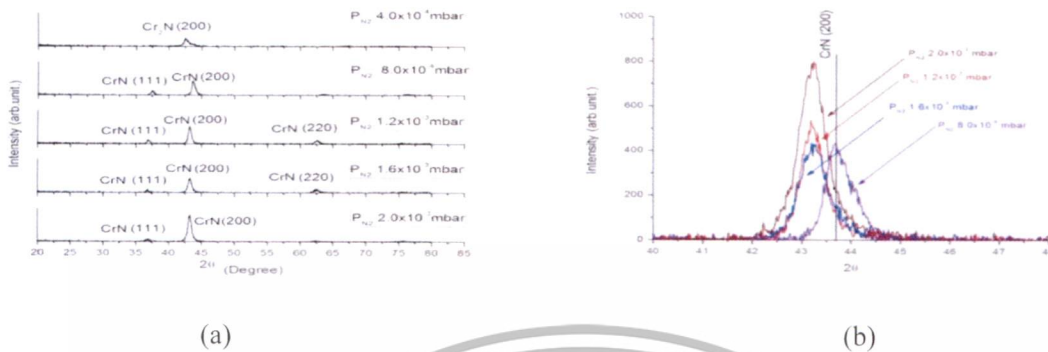


Figure 1. (a) X-ray diffraction spectra of CrN thin films at nitrogen partial pressures of 4.0×10^{-4} mbar, 8.0×10^{-4} mbar, and 1.2×10^{-3} and 1.6×10^{-3} mbar and 2.0×10^{-3} (b) Magnification of the peaks that correspond to the 200 plane of CrN coatings grown on AISI 304 substrates.

According to Bragg's law ($2d \sin \theta = n\lambda$) with an X-ray source of $\text{CuK}\alpha$ radiation (1.5418 \AA), the d-spacing and lattice parameter of the standard CrN reference are 0.288 nm and 0.417 nm , respectively [2]. The d-spacing and lattice parameter of the CrN thin films prepared with different nitrogen partial pressures between 4.0×10^{-4} mbar and 2.0×10^{-3} mbar; they were $0.283 - 0.287 \text{ nm}$ and $0.491 - 0.497 \text{ nm}$, respectively. By using the Scherrer's formula, the grain size of CrN thin films prepared with different nitrogen partial pressures; they were $98.807 - 118.573 \text{ \AA}$ as shown in Tab. 1. At nitrogen partial pressures of 1.2×10^{-3} mbar have the largest grain size.

Table 1.

The grain size of different nitrogen partial pressures between 8.0×10^{-4} mbar to 2.0×10^{-3} mbar.

P_{N_2} (mbar)	8.0×10^{-4}	1.2×10^{-3}	1.6×10^{-3}	2.0×10^{-3}
Grain size (\AA)	104.881	118.573	98.807	101.767

Table 2.

Compositions of CrN films and their depositing Nitrogen partial pressure

P_{N_2} (mbar)	4.0×10^{-4}	8.0×10^{-4}	1.2×10^{-3}	1.6×10^{-3}	2.0×10^{-3}
Cr (%At)	65.11	47.50	43.50	44.11	43.93
N (%At)	34.89	52.50	56.50	55.89	56.07
Cr : N	1.00 : 0.53	1.00 : 1.10	1.00 : 1.29	1.00 : 1.26	1.00 : 1.27

Table 2 shows the chemical compositions of CrN thin films deposited with different nitrogen partial pressure. The film deposited at nitrogen partial pressures of 4.0×10^{-4} mbar has a non-stoichiometric CrN whereas the film exhibit Cr_2N composition (Cr:N ~ 2:1). While the film deposited at the nitrogen partial pressures of 8.0×10^{-4} mbar has a nearly stoichiometric CrN composition (Cr:N ~ 1:1). The nitrogen content is slightly increased with the increasing of nitrogen partial pressure because of the nitrogen-rich from the high ratio of the reaction gas, restraining the formation of crystalline phases. This result corresponds to the XRD spectrum of Cr_2N and CrN obtained by depositing with the lower and the higher nitrogen partial pressure, respectively.

Figure 2 shows cross-sectional images of the CrN thin films at different nitrogen partial pressures. It can be seen that the film textures were different: at 4.0×10^{-4} mbar, the film shows a

small columnar grain 2(a), at 8.0×10^{-4} mbar, the film shows a large columnar grain with homogeneity 2(b), at 1.2×10^{-3} mbar, the grain size becomes larger with lower homogeneity 2(c), and at 1.6×10^{-3} to 2.0×10^{-3} , the films enhance the packing density 2(d)-(e). The crystal and film density usually affect to hardness of the film that will be described in the next section.

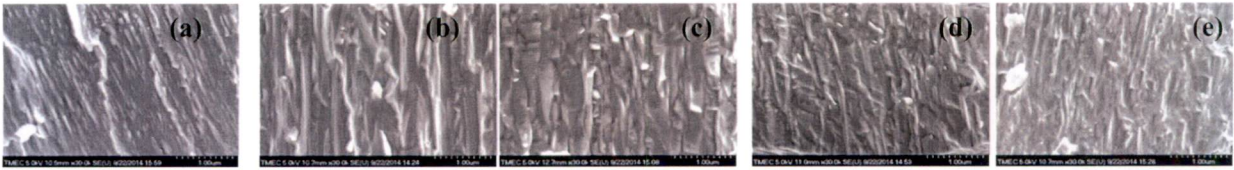


Figure 2(a-d). Cross sectional images of CrN films deposited at different nitrogen partial pressures of 4.0×10^{-4} mbar, 8.0×10^{-4} mbar, 1.2×10^{-3} mbar, 1.6×10^{-3} mbar and 2.0×10^{-3} mbar, respectively.

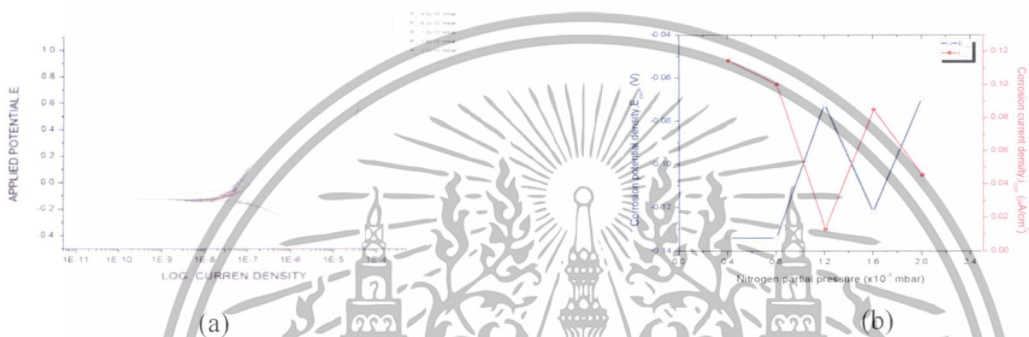


Figure 3. Electrochemical corrosion measurements (a); E_{corr} and I_{corr} of CrN thin films prepared with different nitrogen partial pressures (b).

Figure 3(a) shows electrochemical corrosion measurements of CrN thin films in pineapple juice (electrolyte solution). In the first region, the electric current decreased as the potential difference increased to a corrosion potential (E_{corr}). E_{corr} is the potential that caused the minimum current. The CrN thin films prepared with the nitrogen partial pressures between 4.0×10^{-4} mbar to 2.0×10^{-3} mbar have an E_{corr} of around -0.14 to -0.05 volt. In the second region, the electric current increased as the potential difference increased from E_{corr} . The lower current at a given potential has the higher corrosion resistance, simplified by Ohm law. In Fig. 3(b), the most corrosion resistance of CrN film was prepared by the nitrogen partial pressure of 1.2×10^{-3} mbar. The film exhibits the highest E_{corr} and the lowest corrosion current (I_{corr}). The corrosion resistance could be explained by the surface area touch to the solution. The film deposited at the nitrogen partial pressure of 1.2×10^{-3} mbar has the largest grain size corresponding with the lowest surface area (as seen in Tab. 1). As a result of less surface area touch to the solution, indicating that it is the best film for corrosion resistant coating.

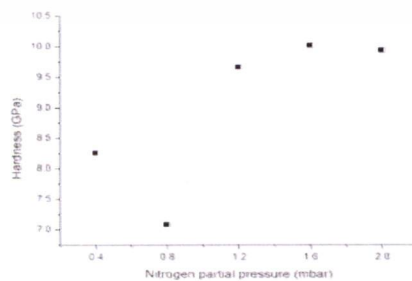


Figure 4. Micro-hardness of CrN_x thin films as a function of nitrogen partial pressures.

Figure 4 shows the micro-hardness of CrN_x thin films as a function of nitrogen partial pressures. In Fig. 4, the hardness of the film deposited at nitrogen partial pressure of 0.4×10^{-4} mbar is higher than that of the film deposited at nitrogen partial pressure of 0.8×10^{-4} mbar. Usually, the Cr₂N structure is higher hardness than the CrN structure [6]. However, the increasing of nitrogen

partial pressure between 1.2×10^{-3} mbar to 2.0×10^{-3} mbar affect to the increased crystal and density that enhance the hardness of the CrN films as seen in Fig.4. The hardness is not quite difference when increase the nitrogen partial pressure more than 1.2×10^{-3} mbar.

Conclusion

Chromium nitride (CrN) thin films were deposited on stainless steel substrates by reactive DC magnetron sputtering. The effects of nitrogen partial pressures in the sputtering process on crystal structure chemical composition, cross-sectional morphology, hardness, and corrosion property of CrN film were determined. Our experimental results show that as nitrogen partial pressure increased the crystal structure change from Cr₂N to CrN structure, crystal increased and the film texture became denser. The high density and the grain size of the CrN thin film enhanced the hardness and corrosion properties of thin film, respectively. The hardness and electrochemical corrosion test indicated that the best corrosion resistant CrN thin film was the one prepared at nitrogen partial pressure of 1.2×10^{-3} mbar.

References

- [1] J.J Olaya, S.E. Rodil, S. Muhl, E. Sanchez, Comparative study of chromium nitride coatings deposited by unbalanced and balanced magnetron sputtering, *Thin solid films* 474 (2005) 119-126.
- [2] G. Wei, A. Rar, J.A. Barnard, Composition, structure, and nanomechanical properties of DC-sputtered CrN_x ($0 \leq x \leq 1$) thin films, *Thin solid films* 398-399 (2001) 460-464.
- [3] C. Keawhan ,P. Wongpanya, N. Witit-anun, P. Songsiririthigul, Corrosion behavior of AISI 4140 steel surface coated by physical vapor deposition, *J. Metals, Materials and Minerals.* 22 (2012) 69 – 76.
- [4] C. Thawontira, S. Chaikhun, S. Tungkasamit, Research and development of chromium nitride thin films on cutting tools for agricultural products, Institute of research and development Suranaree University of Technology, Thailand, 2012.
- [5] A. Ruden, E. Restrepo-Parra, A.U. Paladines, F. Sequeda, Corrosion resistance of CrN thin films produced by dc magnetron sputtering, *Applied Surface Science* 270 (2013) 150– 156.
- [6] Kyung H. NamU, Min J. Jung, Jeon G. Han, A study on the high rate deposition of CrN_x films with controlled microstructure by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology* 131 (2000) 222-227.

Materials Science and Technology VIII

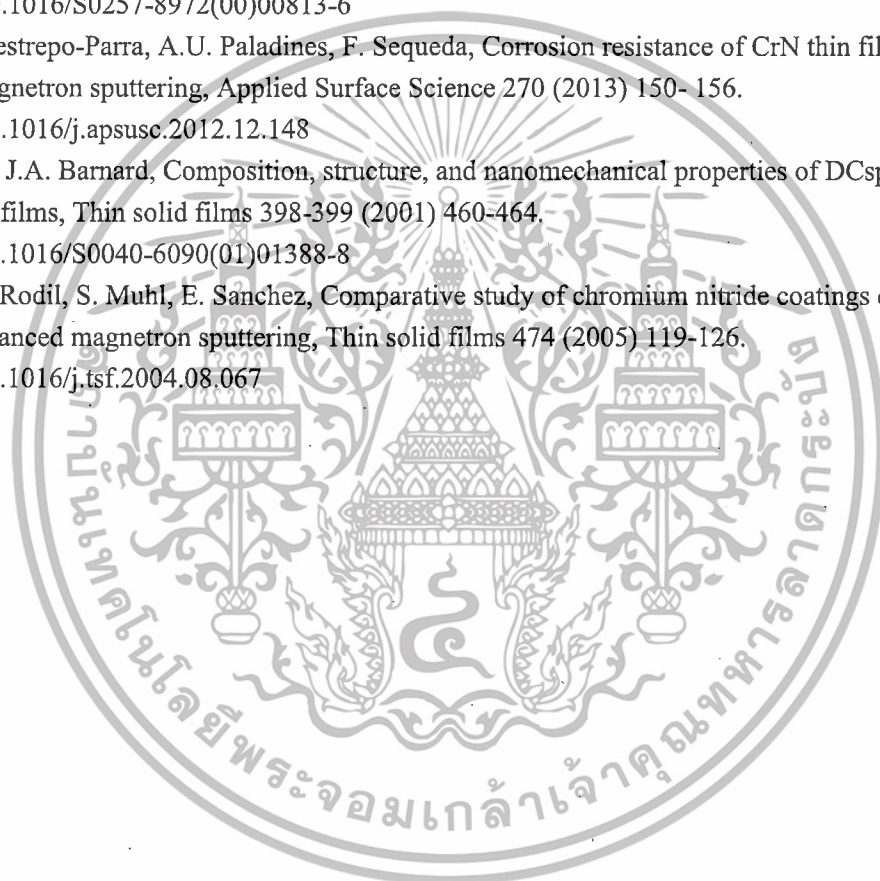
10.4028/www.scientific.net/KEM.659

Changes in Structural, Morphological, and Corrosion Properties of CrN Thin Film Effected by Varying N₂ Pressure in the Sputtering Process

10.4028/www.scientific.net/KEM.659.555

DOI References

- [6] Kyung H. NamU, Min J. Jung, Jeon G. Han, A study on the high rate deposition of CrN_x films with controlled microstructure by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology* 131 (2000) 222-227.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00813-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00813-6)
- [5] A. Ruden, E. Restrepo-Parra, A.U. Paladines, F. Sequeda, Corrosion resistance of CrN thin films produced by dc magnetron sputtering, *Applied Surface Science* 270 (2013) 150-156.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.12.148>
- [2] G. Wei, A. Rar, J.A. Barnard, Composition, structure, and nanomechanical properties of DCsputtered CrN_x (0≤x≤1) thin films, *Thin solid films* 398-399 (2001) 460-464.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090\(01\)01388-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090(01)01388-8)
- [1] J. J Olaya, S.E. Rodil, S. Muhl, E. Sanchez, Comparative study of chromium nitride coatings deposited by unbalanced and balanced magnetron sputtering, *Thin solid films* 474 (2005) 119-126.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2004.08.067>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้