

การปรับปรุงคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบาง CrN โดยการ
อบที่อุณหภูมิ 400 °C

IMPROVEMENT IN MECHANICAL STRUCTURAL AND PROPERTIES
THIN FILM BY ANNEALING AT 400 °C



นางสาวจริยาพร วัฒนา
นางสาวโสภิตา จันทร์ศรี
นางสาวโสรัฎฐา กิ่งพุดรา

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

การปรับปรุงคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบาง CrN_x โดยการ
อบที่อุณหภูมิ 400 °C

IMPROVEMENT IN MECHANICAL STRUCTURAL AND PROPERTIE
THIN FILM BY ANNEALING AT 400 °C



นางสาวจริยาพร วัฒนา
นางสาวโสภิตา จันท์ศรี
นางสาวโสธรรญา กิ่งพุทรา

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานภายในเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้ง สสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ขอสงวนสิทธิ์ในการนำไปใช้

ปีการศึกษา 2557

IMPROVEMENT IN MECHANICAL STRUCTURAL AND PROPERTIES
OF THIN FILM BY ANNEALING AT 400 °C



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN APPLIED PHYSICS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ DEPARTMENT OF PHYSICS ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอก FACULTY OF SCIENCE ingsเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2014

หัวข้อโครงการพิเศษ การปรับปรุงคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบาง CrN_x โดยการอบที่อุณหภูมิ 400 °C

IMPROVEMENT IN MECHANICAL STRUCTURAL AND PROPERTIES OF THIN FILM BY ANNEALING AT 400 °C

ชื่อนักศึกษา นางสาวจริยาพร วัฒนา รหัสนักศึกษา 54050490
นางสาวโสภิตา จันทร์ศรี รหัสนักศึกษา 54050628
นางสาวโสรัฎฐา กิ่งพุทรา รหัสนักศึกษา 54050629

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์

ภาควิชา ฟิสิกส์

ปีการศึกษา 2557

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. อาภาภรณ์ สุกุลการะเวก

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
รศ. วิชิต ศิริโชติ	
ดร. กางปัญญา สุวรรณสุขโข	
ดร. ณัฐพร พรหมรส	
ดร. อาภาภรณ์ สุกุลการะเวก	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกไปเผยแพร่ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การปรับปรุงคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบาง CrN_x โดยการอบที่อุณหภูมิ 400 °C	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวจริยาพร วัฒนา	รหัสนักศึกษา 54050490
	นางสาวโสภิตา จันทรศรี	รหัสนักศึกษา 54050628
	นางสาวโสธญา กิ่งพุทรา	รหัสนักศึกษา 54050629
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์	
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
ปีการศึกษา	2557	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. อาภาภรณ์ สกฤตการะเวก	

บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 10%, 30% และ 50% โดยรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง จากนั้นอบที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และนำมาวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD (X-ray diffraction) วิเคราะห์ความเรียบของฟิล์มจากการวัดด้วย AFM (Atomic Force Microscopy) วัดความแข็ง (Hardness) โดยเทคนิคการวัดความแข็งแบบ Vickers hardness และทำการทดสอบกระบวนการกัดกร่อนกับสารละลายน้ำสับปะรด พบว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) มีคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลที่ดีขึ้น นั่นคือ ขนาดของผลึกใหญ่ขึ้น ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นและฟิล์มทนต่อการกัดกร่อนได้ดีขึ้น โดยฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ที่เคลือบด้วยอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% มีค่าความขรุขระน้อยและทนต่อการกัดกร่อนได้ดีเหมาะสำหรับชิ้นงานที่ต้องการความสามารถในการทนต่อการกัดกร่อนสูง

คำสำคัญ : CrN_x , ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอนสปีดเตอริง , อบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	IMPROVEMENT IN MECHANICAL STRUCTURAL AND PROPERTIES OF THIN FILM BY ANNEALING AT 400 °C		
Students	Ms. Jariyaporn	wattana	Student ID 54050490
	Ms. Sopida	Jansri	Student ID 54050628
	Ms.Soraya	Khingputsa	Student ID 54050629
Degree	Bachelor of Science in Applied Physics		
Department	Physics		
Academic Year	2014		
Advisor	Dr. Apaporn	Sakulkalavek	

ABSTRACT

In this work, Study the feasibility of improve the structural and mechanical properties of thin films of chromium nitride (CrN_x) the ratio of the partial pressure of nitrogen to a pressure of 10%, 30% and 50% by DC reactive mangnetron sputtering next annealing at 400 °C for 2 h and analyzed by using the XRD (X-ray diffiection) ,the surface roughness of the film measured by AFM (Atomic Force Microscopy) ,Hardness technique to measure hardness Vickers hardness and test the corrosion with pineapple solution ,The film of chromium nitride (CrN_x) structural features and improved mechanical that the result is the crystallite size larger, Increased hardness and corrosion resistant film better. The film of chromium nitride (CrN_x) coated with a ratio of the partial pressure of nitrogen to a pressure of 30% is a less rugged and resistant to corrosion, which are suitable for workpieces that require the ability to withstand corrosion

Keyword : CrN_x , DC reactive mangnetron sputtering , Annealing

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องจากคณะผู้จัดทำได้รับความช่วยเหลือจากบุคคลผู้มีพระคุณหลายท่านดังนี้

ขอขอบพระคุณ ดร. อาภาภรณ์ สุกุลการะเวก อาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษที่ได้ให้คำแนะนำให้คำปรึกษาแนวทางในการแก้ปัญหาต่างๆที่เกิดขึ้นระหว่างทำการศึกษา รวมทั้งตรวจแก้โครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ ที่ได้ให้คำแนะนำ และสอนการใช้เครื่องมือในการทำโครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณพี่ๆนักศึกษาปริญญาโทและเพื่อนนักศึกษาปริญญาตรี ภาควิชาฟิสิกส์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่คอยช่วยเหลือในเรื่องต่างๆจนโครงการพิเศษนี้เสร็จสมบูรณ์

สุดท้ายนี้ ขอน้อมรำลึกถึงพระคุณบิดา มารดา และทุกๆคนในครอบครัวที่ให้กำลังใจและสนับสนุนค่าใช้จ่ายในการศึกษา จนสามารถทำโครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

นางสาวจริยาพร	วัฒนา
นางสาวโสภิตา	จันทร์ศรี
นางสาวโสรัญา	กิ่งพุทรา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญรูป	ฉ
คำย่อและสัญลักษณ์	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 คุณสมบัติของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x)	3
2.2 ระบบการเตรียมฟิล์มบาง DC reactive magnetron sputtering	4
2.3 เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์ม	6
2.3.1 เทคนิค X-ray diffractometer (XRD)	6
2.3.2 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)	8
2.3.3 การวัดค่าความแข็งของวัสดุ (Hardness testing)	10
2.3.4 การกัดกร่อน (corrosion)	13
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	
3.1 อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมี	18
3.2 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุรองรับ	20
3.3 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x)	20
3.4 ขั้นตอนการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x)	29
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	
4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วย X-ray diffraction (XRD)	30
4.2 การวิเคราะห์ความเรียบของฟิล์มด้วย Atomic Force Microscopy (AFM)	33
4.3 การทดสอบความแข็ง (Hardness)	35
4.4 การทดสอบกระบวนการกัดกร่อน (Corrosion)	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้า ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
4.5 การวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วยกล้องไมโครสโคป (Microscope)	39
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการวิจัย	42
5.2 ข้อเสนอแนะ	42
เอกสารอ้างอิง	44
ภาคผนวก	



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของ Cr , Cr ₂ N และ CrN	3
3.1 เงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์	27
3.2 เวลาในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ลงบนแผ่นสแตนเลส 304	27
3.3 เวลาการเคลือบโครเมียมไนไตรด์ (CrN _x) ลงบนแผ่นสแตนเลส 304	28
4.1 ผลทดสอบความแข็งของแผ่นสแตนเลส 304 และ ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ	36
4.2 แสดงค่า E_{corr} ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ	39

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงรูปภาพของกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	4
2.2 แสดงระบบสปัตเตอร์ริง	5
2.3 ระบบ Magnetron sputtering	6
2.4 วิธี Dc reactive magnetron sputtering	6
2.5 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์	7
2.6 การเกิดรังสีเอ็กซ์	7
2.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผลึก	7
2.8 แสดงหลักการทํางานของ AFM	9
2.9 แสดงพื้นผิวที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AFM	10
2.10 แสดงเครื่องทดสอบความแข็งแบบ Rockwell Hardness Tester	11
2.11 แสดงลักษณะหัวกดแบบ Vickers	12
2.12 แสดงลักษณะของหัวกดแบบ Knoop	12
2.13 แสดงเครื่องมือวัดความแข็งแบบ Shore Scleroscope	12
2.14 เครื่องโพเทนชิโอสแตท พร้อมอุปกรณ์วัด และเซลล์การกักถ่วง	15
2.15 ส่วนต่างๆที่สำคัญของเส้นโค้งโพลาริเซชัน	15
2.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าการกักถ่วงกับความหนาแน่น ของกระแสไฟฟ้าการกักถ่วง	16
3.1 แผ่นสแตนเลส 304	18
3.2 สารเคมี (a) Trichloroethylene (b) Methanol (c) Acetone	18
3.3 แสดงส่วนต่างๆของระบบเครื่องสปัตเตอร์ริง (a) ห้องสุญญากาศ (b) ระบบทำความเย็น (c) แหล่งจ่ายไฟ	19
3.4 (a) เครื่อง X-ray diffraction (b) เครื่อง Scanning electron microscope(SEM) (c) เครื่อง Potentiostat (d) เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Vickers	19
3.5 ล้างแผ่นสแตนเลสด้วยน้ำยาล้างจาน	20

สารบัญญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.6 ระบบควบคุมการปั๊มสุญญากาศของห้องเคลือบ	21
3.7 เปิดตัวล็อกฝาห้องสุญญากาศ	21
3.8 ปรับระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าโครเมียม	22
3.9 ทำการปิดฝาห้องเคลือบและดูดอากาศออกจากห้องสุญญากาศ	22
3.10 การเปิดระบบทำความเย็น (cooling)	23
3.11 เปิด Division pump	23
3.12 การเปิดวาล์วแก๊สอาร์กอน และวาล์วควบคุมความดันแก๊สอาร์กอน	24
3.13 การเปิด-ปิดแหล่งจ่ายไฟ	24
3.14 ให้ความร้อนกับวัสดุรองรับ	25
3.15 หมุนแกนเหล็กเพื่อเปิดเข้าก่อนการเคลือบ	25
3.16 ปิดสวิตซ์แหล่งจ่ายไฟฟ้าและวาล์วควบคุมแรงดันแก๊สอาร์กอน	26
3.17 ขั้นตอนการปรับความดันและเปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าเพื่อเคลือบฟิล์มโครเมียม-ไนไตรด์ลงบนสแตนเลส 304	26
4.1 แสดงรูปแบบ XRD ของฟิล์ม (CrN_x) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% โดยที่ (a) ฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และ (b) ฟิล์มหลังกระบวนการอบ	30
4.2 แสดงรูปแบบ XRD ของฟิล์ม (CrN_x) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% โดยที่ (a) ฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และ (b) ฟิล์มหลังกระบวนการอบ	31
4.3 แสดงรูปแบบ XRD ของฟิล์ม (CrN_x) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 50% โดยที่ (a) ฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และ (b) ฟิล์มหลังกระบวนการอบ	31
4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างของฟิล์ม (CrN_x) และขนาดของผลึกที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10%(a) , 30%(b) , 50%(c)	33
4.5 แสดงภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อย	34

ของไนโตรเจนที่ 10%(a) , 30%(b) และ 50%(c) ก่อนกระบวนการอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า และภายหลังกระบวนการอบ

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขรุขระ กับ อัตราส่วนความดัน ย่อยของไนโตรเจน	35
4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนกับค่าความแข็ง	37
4.8 การกักกรองของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจน ต่อความดันรวม (a) 10%, (b) 30% และ (c) 50% ที่ไม่ผ่านกระบวนการ การอบและผ่านกระบวนการอบตามลำดับ	38
4.9 แสดงภาพตัวอย่างพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันไนโตรเจนต่อ ความดันรวมเป็น 10% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบเปรียบ เทียบกันระหว่างฟิล์มก่อนและหลังแช่สารละลายน้ำสัปปะรด	40
4.10 แสดงสภาพพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันไนโตรเจนต่อความดัน รวม (a) 10% และ (b) 30% ที่แช่สารละลายน้ำสัปปะรดเป็นเวลา 1 อาทิตย์ของ ฟิล์มก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อและสัญลักษณ์

คำย่อ	ความหมาย
GPa	กิกะปาสคาล
λ	ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์
Å	อังสตรอม
CrN _x	โครเมียมไนไตรด์
Cr	โครเมียม
LC	ขนาดของผลึก
E _{corr}	ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน
I _{corr}	ค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน
R _{mpy}	อัตราการกัดกร่อน (มิลลิเมตรต่อปี)
μm	ไมโครเมตร
mbar	มิลลิบาร์
W	วัตต์ (หน่วยของกำลังไฟฟ้า)
Kg	กิโลกรัม
FWHM	ค่าความกว้างของพีคที่ระยะเป็นครึ่งหนึ่งของ ระยะสูงสุด
nm	นาโนเมตร
N	นิวตัน (หน่วยของแรง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ปัจจุบันในทางอุตสาหกรรมมีการคิดหาวิธีและแนวทางที่จะลดค่าใช้จ่ายในด้านต่างๆ และปัญหาสำคัญที่ทำให้โรงงานอุตสาหกรรมมีค่าใช้จ่ายมากขึ้นก็คือ อุปกรณ์หรือเครื่องมือที่ใช้มีการชำรุดเสียหายเร็ว มีอายุการทำงานที่จำกัด จึงเกิดแนวความคิดที่จะหาแนวทางในการแก้ปัญหาดังกล่าว นั่นคือ การปรับปรุงผิวชิ้นงานโดยการเคลือบด้วยชั้นเคลือบหรือสารเคลือบที่เหมาะสม ซึ่งจะช่วยให้อายุการใช้งานของเครื่องจักรและอุปกรณ์นั้นได้

โครงการพิเศษนี้ได้ตระหนักถึงปัญหาดังกล่าวและเห็นว่าคุณสมบัติและโครงสร้างของสารที่จะใช้เป็นสารเคลือบจะเป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญที่จะบ่งบอกว่าสารดังกล่าวมีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นสารเคลือบหรือไม่ เมื่อคำนึงถึงคุณสมบัติต่างๆ แล้ว ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีสมบัติเชิงกลและไตรโบโลยีที่ดี มีค่าความแข็งสูงประมาณ 20-25 GPa (Bertrand *et al.*, 1997) ยึดเกาะผิวโลหะและทนต่อการขีดสีดี (Fornies *et al.*, 2006) ทนอุณหภูมิสูงและต้านการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี อีกทั้งมีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ (Zenghu *et al.*, 2003)

ในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN) โดยกระบวนการรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงบนแผ่นสแตนเลส AISI 304 ที่อัตราส่วนความดันย่อยของ N ค่าต่างๆ โดยผ่านกระบวนการอบในสภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชม. จากนั้นจึงทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกและผิวหน้าของฟิล์มบาง CrN โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทำการศึกษาความต้านทานการกัดกร่อนและความแข็งของฟิล์มบาง CrN โดยวิธีการวัดความแข็งแบบ Vickers hardness และศึกษาสภาพพื้นผิวของฟิล์มในระดับนาโนโดยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (AFM)

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1) เพื่อเคลือบฟิล์มบาง CrN_x โดยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงโดยมีอัตราส่วน

ความดันย่อยไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ของความดันรวมทั้งหมด

2) เพื่อศึกษาผลของการอบในสภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นระยะ

เวลา 2 ชั่วโมง ต่อคุณสมบัติโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของฟิล์ม

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) เคลือบฟิล์มบาง CrNx โดยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยมีอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ของความดันรวมทั้งหมด
- 2) วิเคราะห์โครงสร้างและคุณสมบัติเชิงกลของฟิล์มบาง CrN โดยผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
- 3) วิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มบาง CrN โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)
- 4) วิเคราะห์สภาพพื้นผิวของฟิล์มบาง CrN ในระดับนาโนโดยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscopy ,AFM)
- 5) วิเคราะห์คุณสมบัติความแข็งของฟิล์มบาง CrN โดยวิธีการวัดความแข็งแบบ Vickers hardness
- 6) วิเคราะห์คุณสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบาง CrN โดยวิธีการทางไฟฟ้าเคมีในสารละลายน้ำสับประรด
- 7) วิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มภายหลังจากกระบวนการกัดกร่อนด้วยกล้องไมโครสโคป

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ทราบถึงวิธีการเตรียมฟิล์มบางโดยกระบวนการดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง
- 2) ทราบถึงผลความต้านทานการกัดกร่อนของแผ่นสแตนเลส AISI 304
- 3) ทราบถึงโครงสร้างและรายละเอียดลักษณะพื้นผิวของแผ่นฟิล์ม
- 4) สามารถนำผลของการศึกษาในงานวิจัยนี้ไปประยุกต์ใช้และพัฒนาต่อเพื่อยืดอายุการใช้งานอุปกรณ์ต่างๆได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องโดยได้อธิบายถึงคุณสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และระบบการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ รวมทั้งหลักการของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ซึ่งจะมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1 คุณสมบัติของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x)

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีสมบัติเชิงกลและไดรไบโพลีที่ตี มีค่าความแข็งสูงประมาณ 20-25 GPa (Bertrand *et al.*, 1997) ยึดเกาะผิวโลหะและทนต่อการขีดสีตี (Forniés *et al.*, 2006) ทนอุณหภูมิสูงและต้านการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี อีกทั้งมีค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำ (Zenghu *et al.*, 2003) โดยทั่วไปอาจพบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ได้ใน 2 ลักษณะคือ CrN (Face-centred cubic; fcc) และ Cr_2N (Hexagonal closest packing; hcp) โดยฟิล์มแบบ Cr_2N มีความแข็งมากเนื่องจากมีโครงสร้างที่แน่น ส่วนฟิล์ม CrN มีความต้านทานการสึกหรอดีกว่า Cr_2N แต่มีค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำกว่า Cr_2N โดยสามารถเปรียบเทียบคุณสมบัติทางกายภาพของ Cr , CrN และ Cr_2N ได้ดังตารางที่ 1

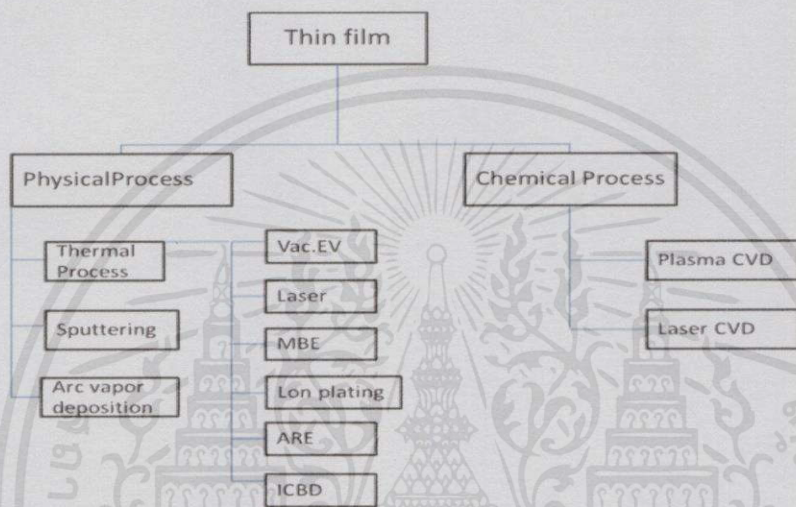
ตารางที่ 2.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของ Cr , Cr_2N และ CrN

	α -Cr	β - Cr_2N	CrN
Crystal system	Bcc	hcp	Fcc
Lattice parameter a,c (nm)	a = 0.288	a=0.496,c=0.447	a=0.417
CN (% at)	0	33±2	50
Young's modulus (GPa)	180	-	231-244

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะคิดค่าใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 ระบบการเตรียมฟิล์มบาง DC reactive magnetron sputtering

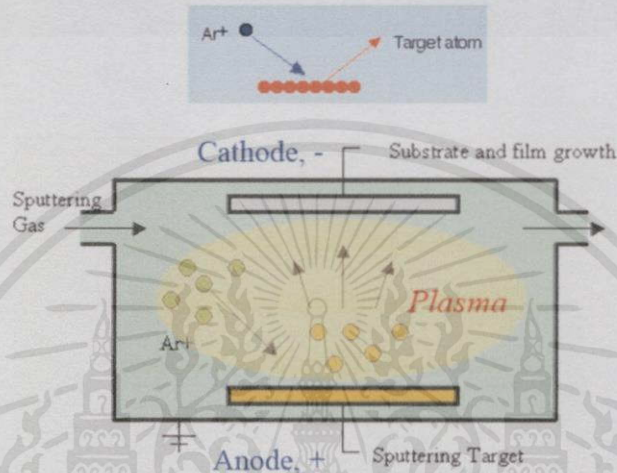
กระบวนการเคลือบฟิล์มบางนั้นแบ่งได้ 2 แบบ คือ 1. กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงฟิสิกส์ (physical vapor deposition process: PVD) 2. กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงเคมี (chemical vapor deposition process: CVD) ซึ่งแต่ละวิธีมีแยกย่อยออกไปอีกตามแผนภาพดังต่อไปนี้



รูปที่ 2.1 แสดงรูปภาพของกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

จากรูปที่ 2.1 แสดงรูปภาพของกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง ซึ่งจะเห็นได้ว่ากระบวนการเคลือบฟิล์มบางทั้ง 2 แบบนั้นสามารถแยกย่อยออกมาอีก คือ กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงเคมี ประกอบไปด้วย Plasma CVD และ Laser CVD แต่การเคลือบด้วยวิธีนี้มีข้อเสียคือ คุณภาพของผิวเคลือบต่ำอีกทั้งยังมีปัญหาด้านสิ่งแวดล้อม ส่วนอีกกระบวนการหนึ่ง คือ กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงฟิสิกส์ ซึ่งประกอบไปด้วย Thermal process, sputtering และ Arc vapor deposition โดยกระบวนการเคลือบโดยไอเชิงฟิสิกส์นี้ได้รับความนิยมเป็นส่วนใหญ่เนื่องจากการเป็นกระบวนการที่ไม่ใช้สารเคมีจึงไม่ทำให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมในกระบวนการเคลือบ และฟิล์มที่ได้ยังมีคุณภาพดีอีกด้วย ในที่นี้เราจะกล่าวถึงในเรื่องของการสปัตเตอร์ริงซึ่งอยู่ในหมวดของกระบวนการเคลือบโดยไอเชิงฟิสิกส์ และเป็นกระบวนการที่เราใช้ศึกษาในครั้งนี้ โดยการสปัตเตอร์ริงนั้นมีองค์ประกอบง่ายๆ คือ คู่ของขั้วไฟฟ้าแบบระนาบ โดยขั้วไฟฟ้าหนึ่งเป็นแคโทดเย็น (cold cathode) และอีกขั้วหนึ่งเป็น แอโนด (anode) ที่ผิวหน้าของแคโทดจะถูกปิดด้วยสารที่เป็นเป้าที่จะเป็นสารเคลือบ ส่วนชิ้นงานจะวางอยู่ไม่ต่ำกว่าครึ่งลิ้น ลึกทงหนมี หัดคปปลงเนือหา และต้องอ่างองกงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ ไปใช้ บนแอโนด จากนั้นดูตออากาศภายในแชมเบอร์ จนได้ความดันที่ต้องการ บ้อนแรงดันค่าสูงให้ระหว่างขั้วแคโทดและแอโนด โดยภายในแชมเบอร์จะถูกเติมด้วยแก๊สสปัตเตอร์โดยทั่วๆไปใช้แก๊สอาร์กอน

เป็นผลให้ได้อะตอมเป้าหลุดออกไปสู่ชั้นงาน โดยไอออนบวกจะวิ่งเข้าสู่ขั้วแคโทดที่ติดเป้าสารเคลือบไว้ ทำให้อิเล็กตรอนชุดที่สองและอะตอมที่ผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ ถูกชนหลุดออกมาจากเป้าสารเคลือบด้วย โดยอะตอมของสารเคลือบจะฟุ้งกระจายภายในระบบสุญญากาศ ซึ่งพร้อมที่จะตกลงบนแผ่นรองรับ และก่อตัวเป็นฟิล์มบางบนชิ้นงาน



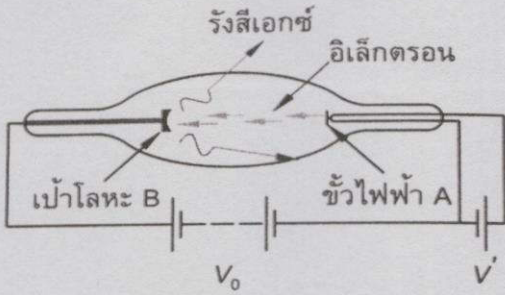
รูปที่ 2.2 แสดงระบบสเปตเตอริง

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสเปตเตอริงมี 2 ชนิดคือ วิธีดีซีสเปตเตอริง (DC sputtering) และวิธีอาร์เอฟสเปตเตอริง (RF sputtering) วิธีดีซีสเปตเตอริงใช้ไฟฟ้ากระแสตรงในการเคลือบสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้า วิธีอาร์เอฟสเปตเตอริงใช้ไฟฟ้ากระแสสลับความถี่สูงในการเคลือบสาร ซึ่งสามารถใช้ได้ทั้งสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้าและฉนวนไฟฟ้า เมื่อใส่สนามแม่เหล็ก เข้าไปในระบบสเปตเตอริงเรียกว่า วิธีแมกนีตรอนสเปตเตอริง (magnetron sputtering) ดังรูปที่ 2.3 ซึ่งเป็นวิธีเพิ่มประสิทธิภาพการเคลือบฟิล์มวิธีหนึ่งโดยกระบวนการจะใช้สนามแม่เหล็กช่วยให้เกิดการไอออไนซ์มากขึ้นโดยจะจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศทางตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้นโดยอำนาจสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งเข้าชนอะตอมของก๊าซเฉื่อยมากขึ้นเมื่อแก๊สเกิดการไอออไนซ์มากขึ้นทำให้ระบบมีอัตราการเคลือบ (deposition rate) สูงกว่าวิธีสเปตเตอริงธรรมดา

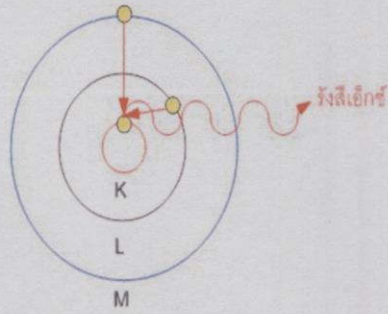
สมการที่ใช้หาขนาดของแรงที่ทำกับประจุคือ

$$F = qVB \sin \theta \dots\dots\dots (1)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 โดยที่ θ เป็นมุมระหว่าง V และ B (ระหว่าง 0° และ 180°) หลักการนี้ทำให้ระบบแมกนีตรอนสามารถควบคุมอิเล็กตรอนส่วนใหญ่ให้อยู่ภายในกรอบสนามแม่เหล็กจึงมีอิเล็กตรอนที่หลุดออกมา



รูปที่ 2.5 หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์

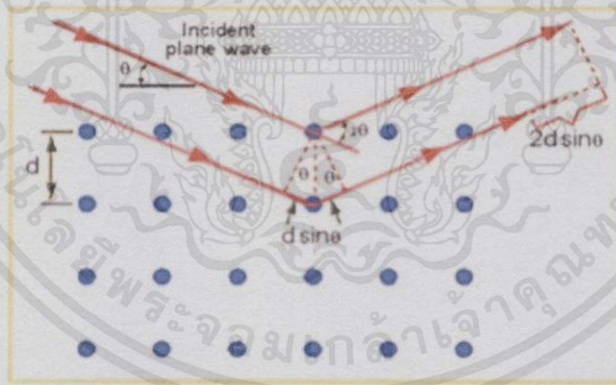


รูปที่ 2.6 การเกิดรังสีเอกซ์

ในกรณีของการวิเคราะห์ XRD อะตอมที่เป็นเป้าคือ อะตอมทองแดง (Cu) ดังนั้นเมื่ออิเล็กตรอน เปลี่ยนระดับชั้นพลังงานจาก L ไปแทนที่ K เรียกว่า $CuK\alpha$ มีค่า $\lambda = 0.1542 \text{ nm}$.

2. เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึก X-ray diffractometer (XRD)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายของสารตัวอย่างโดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน โดยเมื่อรังสีตกกระทบวัสดุหรืออนุภาคจะเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีสะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบ ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก

จากรูปที่ 2.7 เงื่อนไขการแทรกสอดแบบเสริม คือ

$$\text{Path different} = n\lambda \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad \dots\dots\dots (3)$$

สมการที่ (3) เรียกว่า สมการของ Bragg' law เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

โดยที่ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ไม่ว่าจะพิมพ์ใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ที่เห็นถึงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

n คือ ลำดับการสะท้อน

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

เนื่องจากองค์ประกอบในการเลี้ยวเบนของรังสี X จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้น ของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย การวิเคราะห์ผลที่ได้จะถูกถ่ายทอดออกมาในรูปแบบของสเปกตรัมและนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง โดยข้อมูลที่ได้สามารถนำมาคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบ (d) โดยใช้สมการที่ (3)

เมื่อทราบค่า d ในกรณีที่มีผลึกมีโครงสร้างแบบคิวบิกเราสามารถหาค่าคงที่แลตทิซได้จาก

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \dots\dots\dots (4)$$

โดยที่ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

$h k l$ คือ ระนาบผลึกซึ่งได้จากการเปรียบเทียบสเปกตรัมที่ได้จากข้อมูลที่วัดกับข้อมูล

มาตรฐาน

และวิเคราะห์ขนาดของผลึกจาก สูตรของเชอร์เรอร์แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของจุดผลึก (LC) กับค่าความกว้างของพีคที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสุดของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (Full Width at Half Maximum – FWHM) ดังนี้

$$LC = kx \lambda / \cos \theta \text{ (F.W.HM)} \dots\dots\dots (5)$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ มีหน่วยเป็นอังสตรอม (LC จึงมีหน่วยเป็น อังสตรอม)

K คือ ค่าคงที่ของเชอร์เรอร์ (0.89)

FWHM คือ ค่าความกว้างของพีคที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสุดของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

2.3.2 กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscopy ,AFM)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน โดยอาศัย

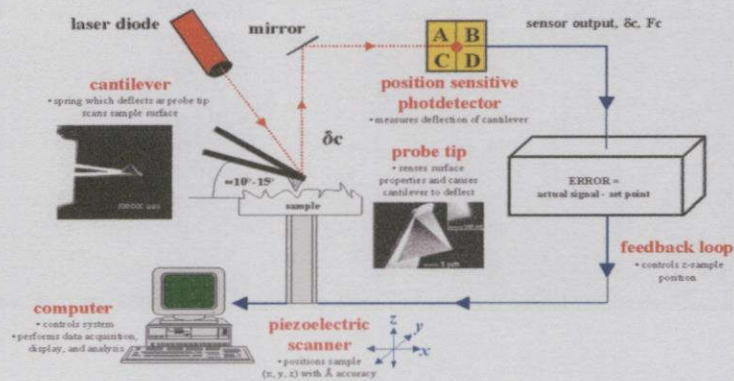
หลักการของอันตรกิริยาของแรงระหว่างอะตอม (atomic force) ระหว่างหัวเข็มวัดในระดับนาโนกับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ผู้โอนญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

พื้นผิวของสาร และจะทำการประมวลผลออกในลักษณะของภาพพื้นผิว

ไม่จำกัดใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Atomic Force Microscopy (AFM) : General Components and Their Functions



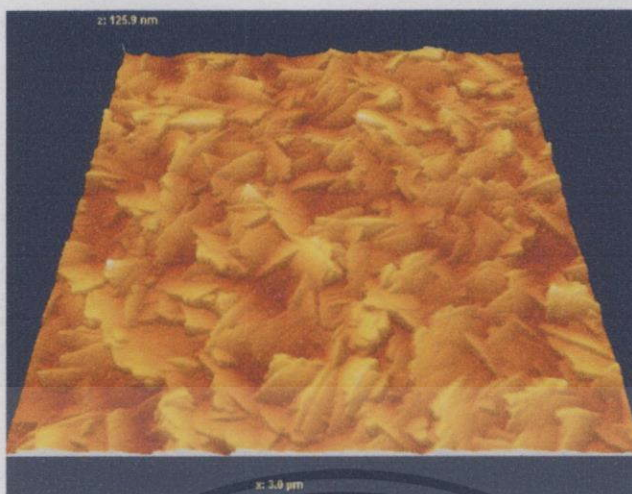
รูปที่ 2.8 แสดงหลักการการทำงานของ AFM

1. หลักการทำงานของ AFM

หลักการการทำงานของเครื่อง AFM การผ่านแสงเลเซอร์ไปที่กับส่วนปลายแหลม (tip) ของคานยื่นที่มีขนาดระดับอะตอมในระยะใกล้ ซึ่งส่วนปลายแหลมของคานนั้นจะไปสัมผัสแบบกระดกในทิศทางขึ้นและลงกับพื้นผิวของวัตถุ และเมื่อเครื่อง AFM ลากส่วนปลายแหลมผ่านโครงสร้างระดับนาโน แรงปฏิกิริยาที่กระทำในแนวตั้งฉากที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอมของพื้นผิวกับปลายแหลมจะดึงคานทำให้คานโก่งงอตัวทำให้สามารถตรวจวัดขนาดของแรงเชิงปฏิสัมพันธ์ ระหว่างความสัมพันธ์เชิงตำแหน่งของส่วนปลายแหลมและพื้นผิวของวัตถุ (ทำให้สามารถทราบถึงระดับพลังงานที่เกิดขึ้นได้) ซึ่งจะถูกนำมาแปรสัญญาณร่วมกันเพื่อนำมาสร้างเป็นภาพพื้นผิวที่เป็นลักษณะเชิงโครงสร้างระดับอะตอมที่มีกำลังขยายสูงไปแสดงบนจอภาพที่เป็นมอนิเตอร์เช่นเดียวกับเครื่อง STM (และโดยหลักการเดียวกันนี้ก็สามารถที่ใช้ปลายแหลมของคานนี้ในการสร้างแรงผลัก เพื่อเคลื่อนย้ายอะตอมแต่ละตัวของโครงสร้างวัสดุได้เช่นเดียวกันอีกด้วย) โดยวิธีการทำงานของเครื่อง AFM ที่นำมาใช้งานทางด้านวิทยาศาสตร์ระดับนาโนสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี ได้แก่

1. เป็นการสัมผัสพื้นผิวพร้อมกับการลากปลายแหลมไปบนพื้นผิวนั้นๆ ตลอดเวลา ข้อเสียของวิธีนี้คือ จะทำให้เกิดแรงต้านในแนวของการเคลื่อนที่ซึ่งขนานกับพื้นผิวขึ้น อันอาจทำให้คานของโพรบที่ใช้วัดเกิดการโก่งงอตัวหรือเกิดบิดเบี้ยวไป โดยที่มิได้เกิดจากแรงดึงดูดที่ปลายเนื่องจากแรงในแนวตั้งฉากเพียงอย่างเดียว จึงทำให้ข้อมูลความสูงของพื้นผิวที่วัดได้นั้นอาจผิดไปจากความสูงที่แท้จริง

2. เป็นการสัมผัสพื้นผิวโดยให้ปลายแหลมสัมผัสกับพื้นผิวเป็นระยะเวลาสั้นๆ ในแนวตั้งฉากกับพื้นผิว (คล้ายกับการใช้ปลายนิ้วเคาะโต๊ะเป็นจังหวะๆ นั่นเอง) ด้วยลักษณะการสัมผัสแบบนี้แรงต้านในแนวตั้งฉากจะไม่เกิดขึ้น แต่เนื่องจากปลายแหลมสัมผัสพื้นผิวเป็นระยะสั้นๆ จึงทำให้เกิดการสั่นของคาน ซึ่งจะส่งผลให้ค่าสัญญาณที่ตรวจวัดได้นั้นไม่คงที่หรือไม่แม่นยำได้



รูปที่ 2.9 แสดงพื้นผิวที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AFM

2.3.3 การวัดค่าความแข็งของวัสดุ (Hardness testing)

ค่าความแข็งของวัสดุเป็นสมบัติทางกลของสารที่มีความสำคัญต่อการควบคุมคุณภาพของวัตถุดิบ กระบวนการผลิต ไปจนถึงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ รอยกดบนชิ้นงานที่ได้จากเครื่องทดสอบความแข็งนั้นจะเป็นตัวบ่งบอกความแข็งแรง ความยืดหยุ่น ลักษณะโครงสร้างหรือองค์ประกอบของวัตถุดิบหรือผลิตภัณฑ์ได้เป็นอย่างดี การทดสอบคุณภาพของเครื่องทดสอบความแข็งจะเน้นในส่วนของการทดสอบความแข็งทางด้านโลหะและพลาสติก ซึ่งสามารถเป็นตัวช่วยในการพิจารณาเลือกเครื่องมือที่ถูกต้องเหมาะกับการใช้งาน เดิมเทคนิคในการทดสอบความแข็งมีด้วยกัน 3 วิธี คือ Brinell Hardness, Rockwell Hardness และ Vickers Hardness ซึ่งการทดสอบจะวัดความลึกของหัวกดที่จมลงไปบนเนื้อวัสดุ ภายใต้แรงกดและระยะเวลาที่กำหนด ในปัจจุบันวิธีการวัดความแข็งได้แก่ 1.Rockwell Hardness 2.Brinell Hardness, 3.Vickers Hardness 4.Knoop Hardness และ 5. Shore

1.Rockwell Hardness Test

เป็นวิธีการวัดความแข็งโดยการวัดและเปรียบเทียบความลึกของรอยกดบนพื้นผิวของวัสดุเมื่อมีแรงกดขนาดต่างๆ มากกระทำ ซึ่งจะแบ่งออกเป็น 2 ช่วง คือ แรงกดนำ (preload) ขนาด 10 กิโลกรัม สำหรับการทดสอบแบบปกติ และขนาด 3 กิโลกรัม เพื่อทำการทดสอบพื้นผิว และใส่เพิ่มเข้าไปให้ได้ แรงกดเต็ม (full load) เป็น 60, 100 หรือ 150 สำหรับการทดสอบแบบปกติ และ 15, 30 หรือ 45 เพื่อการทดสอบพื้นผิว แล้วทำการคำนวณค่าความแข็ง Rockwell หัวกดที่ใช้อาจเป็นลูกเหล็กกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดต่างๆ หรือรูปกรวยที่มีมุม 120 องศา และมีเพชอร์ทรงกลมขนาดรัศมี 0.2 มิลลิเมตรอยู่ที่ปลาย การทดสอบแบบนี้เป็นการทดสอบที่ง่าย รวดเร็ว เหมาะสำหรับชิ้นงานที่มีความแข็งสม่ำเสมอตลอดชิ้นงาน



รูปที่ 2.10 แสดงเครื่องทดสอบความแข็งแบบ Rockwell Hardness Tester

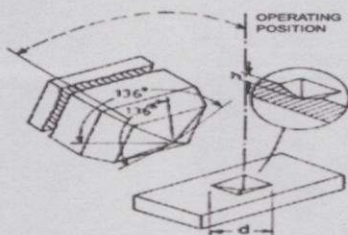
2. Brinell Hardness

เป็นวิธีการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของรอยกดที่เกิดจากหัวกดประเภทเหล็กหรือคาร์ไบด์ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมขนาดต่างๆ บนพื้นผิวของวัสดุ แต่โดยทั่วไปมักมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร และแรงกดขนาด 50-3,000 กิโลกรัม แล้วนำไปคำนวณค่าความแข็ง Brinell ตัวเลขต่างๆ ที่ได้จะบอกถึงเงื่อนไขที่ใช้ในการทดสอบ เช่น 75 HBW 10/500/30 หมายความว่า ความแข็ง Brinell มีค่าเท่ากับ 75 หัวกดที่ใช้มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 10 มิลลิเมตร ที่แรงกด 500 กิโลกรัม และใช้เวลาในการกด 30 วินาที เป็นต้น การทดสอบนี้มีข้อจำกัดของวัสดุที่นำมาใช้ทดสอบนั้นต้องมีค่าความแข็งไม่เกิน 650 HBW ถ้ามากกว่านี้ วิธีการแบบ Rockwell และ Vickers จะมีความเหมาะสมมากกว่า การทดสอบแบบ Brinell จะให้รอยกดที่มีความลึกและกว้างกว่าวิธีการอื่นๆ จึงเหมาะสำหรับการวัดค่าความแข็งของตัวอย่างที่มีขนาดใหญ่ และใช้ได้ทั้งวัสดุที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียว (homogeneous) หรือเนื้อผสม (heterogeneous) เนื่องจากขนาดของรอยกดจะครอบคลุมเฟสหรือองค์ประกอบทั้งหมดของเนื้อวัสดุ

3. Vickers Hardness Test

เทคนิคนี้เป็นการพัฒนามาจากการทดสอบแบบ Brinell เพื่อลดปัญหาของความถูกต้องในการวัดหัวกดที่ใช้ในวิธีการนี้ คือ เพชร ซึ่งมีรูปร่างเป็นปิระมิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส และมีมุมระหว่างผิวหน้าด้านตรงข้ามกันเท่ากับ 136 องศา แรงกดที่ใช้อยู่ระหว่าง 1 กรัม - 100 กิโลกรัม ใช้ระยะเวลากดประมาณ 10-15 วินาที รอยที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กในระดับไมครอนจึงต้องอาศัยกล้องจุลทรรศน์ในการช่วยคำนวณความแข็ง

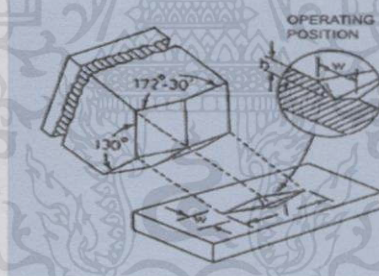
ค่าความแข็งที่ได้จะแสดงออกมามีค่าเช่น 800 HV/10 ซึ่งหมายถึง มีค่าความแข็ง Vickers 800 และใช้แรงกด 10 กิโลกรัม ค่าความแข็งที่ได้จากวิธีการนี้จะให้ผลที่ชัดเจนและเป็นรูปแบบมากกว่าวิธีการอื่นๆ และสามารถใช้ทดสอบวัสดุได้อย่างหลากหลายทั้งที่มีองค์ประกอบสม่ำเสมอและไม่สม่ำเสมอ



รูปที่ 2.11 แสดงลักษณะของหัวกดแบบ Vickers

4.KnoopHardnessTest

วิธีการนี้จะคล้ายคลึงกับวิธี Vickers แต่หัวกดที่ใช้เป็นเพชรรูปร่างปิระมิดที่มีมุมเป็น 130 องศา และ 172 องศา 30 ลิปดา เนื่องจากหัวกดมีลักษณะเรียวยาวจึงสร้างรอยกดที่มีความยาวของเส้นทแยงมุมมากกว่าวิธีการอื่นๆ ถึง 7 เท่า ทำให้สามารถเห็นภาพรอยกดได้อย่างชัดเจนแม้ใช้แรงกดต่ำ เทคนิคนี้จึงเหมาะสำหรับการทดสอบฟิล์มบาง หรือวัสดุที่เปราะแตกง่าย รวมถึงการทดสอบสมบัติที่ขึ้นอยู่กับทิศทาง (anisotropy) ได้



รูปที่ 2.12 แสดงลักษณะของหัวกดแบบ Knoop

5.Shore

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาก่อนได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 แสดงเครื่องมือวัดความแข็งแบบ Shore Scleroscope

Shore Scleroscope เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการคำนวณความแข็งของวัสดุในเทอมของความยืดหยุ่น โดยหัวกดที่มีปลายเป็นเพชรจะถูกปล่อยออกจากตำแหน่งความสูงที่กำหนดลงบนส่วนที่ต้องการทดสอบ ค่าความแข็งจะขึ้นอยู่กับความสูงของหัวกดที่กระดอนกลับ วัสดุที่มีความแข็งมาก หัวกดก็จะกระดอนสูง ค่าความแข็ง Shore จะหมายถึงค่าที่วัดความต้านทานของวัสดุที่จะทำให้เกิดรอย ยิ่งค่านี้มีค่าสูงมากเท่าไร จะยิ่งแสดงว่าวัสดุจะเกิดรอยได้ยาก การทดสอบด้วยวิธีนี้เป็นที่นิยมใช้ในการทดสอบ

ในการศึกษาครั้งนี้ใช้ การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ส (Vickers hardness test) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากผลหารของแรงกดในหน่วยกิโลกรัม (kgf) ด้วยพื้นที่ผิวภายใต้แรงกด ซึ่งถูกวัดทางอ้อมโดยการวัดเส้นทแยงมุมทั้งสองด้านของหลุมกดหลังถอนหัวกดออกแล้ว ดังนี้

$$HV = \text{Test Force (kgf)} / \text{Impression area (mm}^2\text{)} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$= 0.1891 \times F / d^2$$

$$\text{และ } d = d_1 + d_2 / 2$$

เมื่อ F = แรงกดในหน่วย (N)

d = เส้นทแยงมุมเฉลี่ยในหน่วย (mm)

d₁, d₂ = เส้นทแยงมุมของหลุมกดทั้ง 2 ด้าน ในหน่วย (mm)

2.3.4 การกัดกร่อน (corrosion)

การกัดกร่อน (corrosion) หมายถึงภาวะซึ่งวัตถุหรือสิ่งประดิษฐ์ทางด้านวิศวกรรมทำปฏิกิริยากับสภาพแวดล้อม ทำให้เกิดการเสื่อมสภาพของวัตถุนั้น ส่งผลให้ประสิทธิภาพการทำงานหรือวัตถุประสงค์การใช้งานลดลง

1. ประเภทการกัดกร่อน

ในสภาพแวดล้อมโดยทั่วไปสาเหตุการกัดกร่อนเกิดได้หลายอย่างเช่น ปฏิกิริยาเคมี ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี หรืออาจเกิดจากปฏิกิริยาทางกายภาพของวัตถุนั้นเอง ลักษณะการกัดกร่อนที่พบเราสามารถแบ่งออกเป็นหลายแบบ เช่น แบ่งตามกลไกของการกัดกร่อน แบ่งตามลักษณะทางกายภาพหรือตัวแปรที่ส่งผลต่อการกัดกร่อน

1.1 การกัดกร่อนแบบสม่ำเสมอ (Uniform Corrosion) เกิดขึ้นเนื่องจากวัสดุสัมผัสกับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับบริการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า สิ่งแวดล้อม โดยอัตราความสูญเสียพื้นผิวของวัตถุที่บริเวณที่สัมผัสปัจจัยให้เกิดการกัดกร่อนต่างๆ ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ โดยเฉลี่ยจะใกล้เคียงกัน

1.2 การกัดกร่อนเนื่องจากความต่างศักย์ (Galvanic Corrosion) เกิดจากวัสดุโลหะที่เป็นตัวนำไฟฟ้าได้ 2 ชนิดที่ต่างกันหรือวัสดุชนิดเดียวกันแต่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าต่างกัน มาเชื่อมต่อกัน จะเกิดความต่างศักย์ไฟฟ้าขึ้น ทำให้เกิดการไหลของ อิเล็กตรอนระหว่างวัสดุทั้งสองหากทำให้การสูญเสียอิเล็กตรอนของวัสดุที่มีค่าความต่างศักย์ต่ำกว่าและจะถูกกัดกร่อนในที่สุด

1.3 การกัดกร่อนแบบช่องแคบ (Crevice Corrosion) เกิดจากวัสดุสัมผัสสารละลายบางชนิดที่สามารถแตกตัวเป็นประจุไฟฟ้า หรือเกิดจากบริเวณพื้นผิวที่การถ่ายเทของเหลวไม่ดี ส่งผลต่อการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันแตกต่างกัน มักเกิดตามรอยแยกหรือตามซอกต่างๆ ของวัสดุ

1.4 การกัดกร่อนแบบเป็นหลุม (Pitting) ส่วนมากเกิดจากวัสดุอยู่สัมผัสสารละลายพวกคลอไรด์ เช่น น้ำทะเล เมื่อวัสดุถูกกัดกร่อน บริเวณกัดกร่อนจะเป็นรูหรือหลุม อาจถูกบดบังด้วยตัวกัดกร่อนเอง มักเกิดแบบเฉียบพลันตรวจพบได้ยาก มีขนาดเล็ก ส่วนใหญ่พบในวัสดุโลหะที่สามารถสร้างชั้นป้องกันได้

1.5 การกัดกร่อนตามขอบเกรน (Intergranular Corrosion) มักเกิดกับเหล็กกล้าไร้สนิม ในบริเวณที่มีการเชื่อมต่อ โดยเหล็กจะสูญเสีย โครเมียมในรูปคาร์ไบด์ เมื่อเกิดการสูญเสียจะขาดโครเมียมในการสร้างการป้องกันเนื้อเหล็ก

1.6 การผุกร่อนแบบเลือก (Selective Leaching or Dealloying) เกิดวัสดุที่เป็นโลหะผสม ที่ธาตุโลหะหนึ่งเสถียรกว่าธาตุหนึ่งเมื่อสัมผัสสภาพแวดล้อม เช่น การกัดกร่อนของทองเหลือง (Dezincification) โดยทองเหลืองจะสูญเสียสังกะสี เหลือแต่ทองแดงทำให้เป็นรูพรุน รูปทรงของวัสดุจะไม่เปลี่ยนแปลง แต่ความแข็งแรงจะลดลง สามารถลดการกัดกร่อนได้โดยเติมดีบุกลงไปประมาณร้อยละ 1 ในทองเหลือง

1.7 การกัดกร่อนแบบกัดเซาะ (Erosion Corrosion) เกิดจากปฏิกิริยาเคมีและการเคลื่อนที่ เช่น การไหลหรือเคลื่อนที่ของสารละลายหรือของเหลวที่มีผลต่อการกัดกร่อน

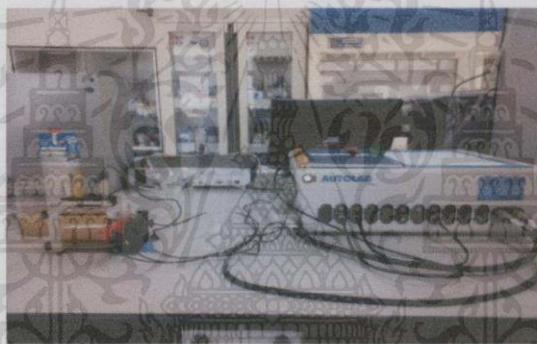
1.8 การกัดกร่อนโดยความเค้น (Stress corrosion) เกิดจากความเค้นหรือแรงเค้นของสภาพแวดล้อม เช่น การตัด การดัด ความร้อนภายนอก การสั่นสะเทือน หรือความเค้นจากภายในของวัสดุที่อาจหลงเหลือจากการขึ้นรูป การเย็นตัวที่ไม่สม่ำเสมอ

ในโครงการนี้จะกล่าวถึงเครื่องมือที่ใช้ทดสอบในการกัดกร่อน คือ การควบคุมศักย์ไฟฟ้า การวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้ ก็จะมีการให้ศักย์ไฟฟ้าชนิดกระแสตรงจากภายนอกเข้าไปในเซลล์เช่นกัน จึงจะทำให้เกิดการแยกของสารตัวอย่างในสารละลาย แต่ศักย์ไฟฟ้าที่ให้เข้าไปจะต้องมีการควบคุมเพื่อไม่ให้สารชนิดอื่นปะปนกับสารตัวอย่างในขั้นตอนการวิเคราะห์ ซึ่งทำให้การวิเคราะห์มีความถูกต้อง อุปกรณ์ที่ทำหน้าที่ควบคุมศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับเซลล์เรียกว่า โปเทนชิออสแตท (potentiostat)

2. หลักการทำงานของเครื่องโพเทนชิโอสแตท

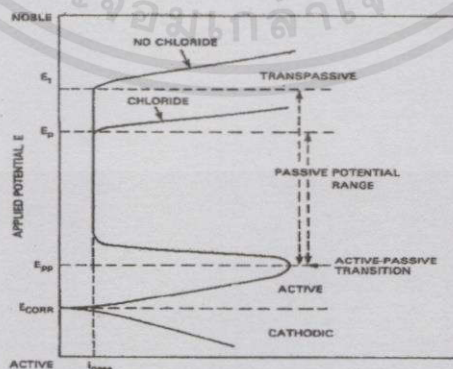
ประยุกต์มาจากสมการของเนินส์ โดยวัดค่าแรงขับเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive force, emf) หรือ ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมีโดยต่อเข้ากับแหล่งจ่ายศักย์ไฟฟ้า คือ เครื่องโพเทนชิโอสแตท ขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่ใช้มี 3 ส่วนดังนี้

1. Reference electrode เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ Working electrode จะได้ศักย์ไฟฟ้าของโลหะนั้น
2. Counter electrode เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ Working electrode จะได้กระแสไฟฟ้าของโลหะนั้น
3. Working electrode เป็นโลหะที่ต้องการทดสอบ



รูปที่ 2.14 เครื่องโพเทนชิโอสแตท พร้อมอุปกรณ์วัด และเซลล์การกักกร่อน

ส่วนต่างๆ ที่สำคัญในเส้นโค้งโพลาริเซชันที่ได้จากเครื่องโพเทนชิโอสแตท



รูปที่ 2.15 ส่วนต่างๆที่สำคัญของเส้นโค้งโพลาริเซชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เฉพาะงานวิจัยของสิ่งพิมพ์เท่านั้น ไม่แนะนำให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ จากเส้นโค้งโพลาริเซชัน สามารถแบ่งได้เป็น 3 ช่วงที่สำคัญ คือ

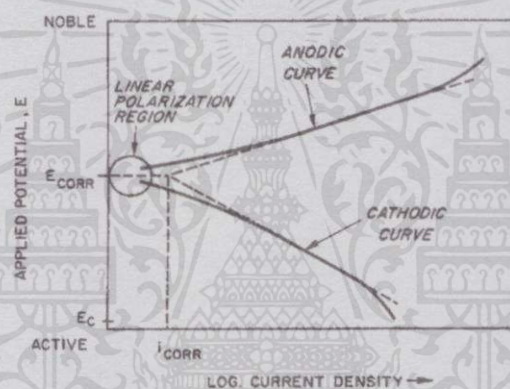
- 1) ช่วงที่โลหะเกิดความว่องไวต่อการกัดกร่อน Active region ตัวแปรสำคัญที่วัดได้ในช่วงนี้ คือ

ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

2) ช่วงที่โลหะไม่ว่องไวต่อการกัดกร่อน Passive region ตัวแปรสำคัญที่วัดได้ในช่วงนี้ คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าการเกิดพาสซีฟฟิล์ม

3) ช่วงที่โลหะเกิดการละลายสูญเสียเนื้อโลหะอีกครั้ง เนื่องจากการแตกออกของพาสซีฟฟิล์ม Trans passive region

ค่าสำคัญที่วัดได้จากเครื่องโพเทนชิโอสแตท คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density ในหน่วยแอมป์) และศักย์ไฟฟ้า (ในช่วงที่สนใจทดสอบมีหน่วยเป็นโวลต์) เมื่อนำค่าทั้งสองมาพล็อตกราฟแสดงความสัมพันธ์จะได้ Polarization curve ดังแสดงในรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนกับความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

จากรูปที่ 2.20 เราสามารถทราบค่าความต้านทานต่อการกัดกร่อนได้จากการสังเกตค่า ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (E_{corr} ในแนวแกน y) และค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr} ในแนวแกน x) โดยค่า E_{corr} และ I_{corr} จะเป็นตัวแปรที่บ่งบอกถึงความสามารถในการต้านทานต่อการกัดกร่อน นั่นคือ ถ้า E_{corr} มีค่าน้อยแสดงว่าฟิล์มจะมีการสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่าย จึงมีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนน้อยกว่าฟิล์มที่มีค่า E_{corr} มาก ในทางตรงกันข้าม หากสังเกตที่ค่า I_{corr} ถ้าค่า I_{corr} มีค่าน้อยแสดงว่าสารตัวอย่างมีการสูญเสียอิเล็กตรอนในการกัดกร่อนน้อยจึงทนต่อการกัดกร่อนได้ดีกว่าตัวอย่างที่มีค่า I_{corr} เยอะนั่นเอง และเมื่อทราบค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนแล้วจะสามารถคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนได้จากสมการ

$$R_{mpy} = \frac{0.31 i_{corr} e}{\rho} \dots\dots\dots (7)$$

- เมื่อ R_{mpy} คือ อัตราเกิดการกัดกร่อน (มิลต่อปี)
- i_{corr} คือ ความหนาแน่นของกระแสการกัดกร่อน (ไมโครแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร)
- e คือ น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะ
- ρ คือ ความหนาแน่นของโลหะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในการศึกษาครั้งนี้มีอุปกรณ์ เครื่องมือ สารเคมี และขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง CrN_x ดังนี้

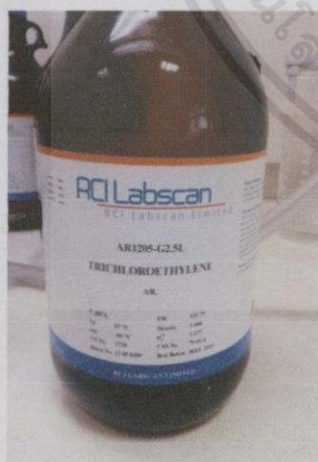
3.1 อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมี

1. แผ่นสแตนเลส 304 ขนาด 3 x 3 เซนติเมตร



รูปที่ 3.1 แผ่นสแตนเลส 304

2. สารเคมีที่ใช้ทำความสะอาดวัสดุรองรับ



(a)



(b)



(c)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีก รูปที่ 3.2 (a) Trichloroethylene (b) Methanol (c) Acetone ครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เครื่องที่ใช้ในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางและอบฟิล์มบาง



(a)

(b)

(c)

รูปที่ 3.3 แสดงส่วนต่างๆของระบบเครื่องสเปดเตอร์ริง (a) ห้องสุญญากาศ (b) ระบบทำความเย็น (c) แหล่งจ่ายไฟ

4. เครื่องที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ



(a)

(b)

(c)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานที่ (d) ปรึกษาเท่านั้น "ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 3.4 (a) เครื่อง X-ray diffraction (b) เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) (c)

เครื่อง Potentiostat (d) เครื่องทดสอบความแข็งแบบ Vickers

3.2 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุรองรับ

3.2.1 ตัดแผ่นสแตนเลสเกรด 304 (ขนาด 3x3 เซนติเมตร) ด้วยเลเซอร์เพื่อนำมาใช้เป็นพื้นผิวรองรับ

3.2.2 นำวัสดุรองรับ (ขนาด 3x3 เซนติเมตร) ที่ตัดเสร็จแล้วมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600 , 1,000 , 2,000 และ 4,000 ระยะเวลาในการขัดอย่างละ 30 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำมาขัดด้วยน้ำยาขัดเพชร (Monocrystalline Diamond Suspension) ความละเอียด 3 μm และ 0.1 μm เป็นเวลา 30 นาทีและ 10 นาที ตามลำดับ

3.2.3 นำวัสดุรองรับที่ขัดเสร็จแล้วไปล้างด้วยน้ำยาล้างจานเพื่อใช้ขจัดไขมันออกจากผิว



รูปที่ 3.5 ล้างแผ่นสแตนเลสด้วยน้ำยาล้างจาน

3.2.4 ล้างวัสดุรองรับด้วยสารเคมี ดังขั้นตอนต่อไปนี้

1. ทำความสะอาดวัสดุรองรับด้วยเครื่องอัลตราโซนิกใน trichloroethylene ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีสมบัติละลายไขมันได้ดีจึงนำมาทำความสะอาดคราบไขมันโดยใช้เวลา 10 นาที

2. เมื่อล้างวัสดุรองรับใน trichloroethylene เสร็จแล้วนำไปล้างใน acetone โดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที เพื่อขจัดคราบมันต่างๆ

3. นำวัสดุรองรับที่ผ่านขั้นตอนที่ 1 และ 2 แล้วไปล้างใน methanol โดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที เพื่อล้าง acetone ออกจากวัสดุรองรับ

4. นำวัสดุรองรับไปล้างด้วยน้ำกลั่นโดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที เช่นเดิม แล้วเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจนจนแห้ง จากนั้นนำไปเก็บไว้ในกล่องเก็บชิ้นงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

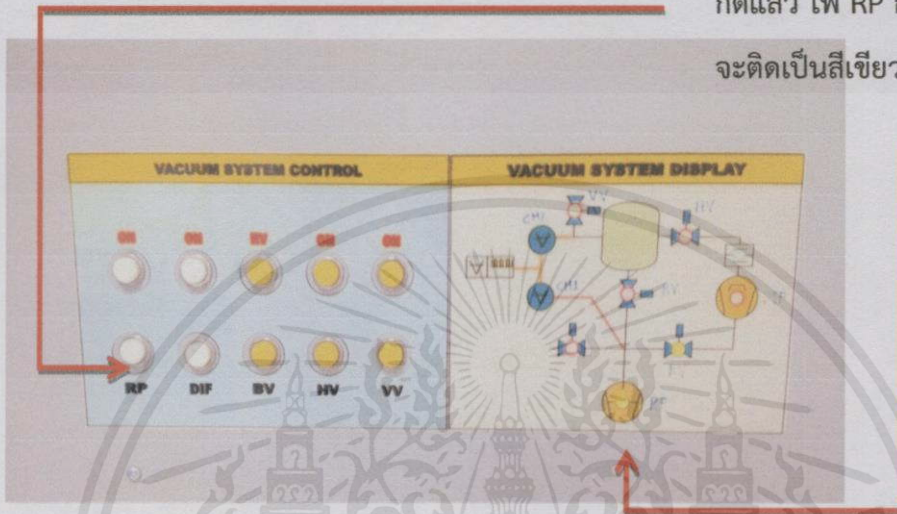
3.3 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x)

1. เปิดปั๊มลมที่ห้องควบคุม เนื่องจากเราจะใช้แรงดันลมในการเปิดปิดวาล์ว
2. กดปุ่ม RP (ON) เพื่อเปิดเครื่อง เมื่อกดแล้ว จะแสดงสถานะของไฟ RP กับ BV ติดเป็นสีเขียว

กดปุ่ม RP (ON) เมื่อ

กดแล้ว ไฟ RP กับ BV

จะติดเป็นสีเขียว



รูปที่ 3.6 ระบบควบคุมการปั๊มสุญญากาศของห้องเคลือบ

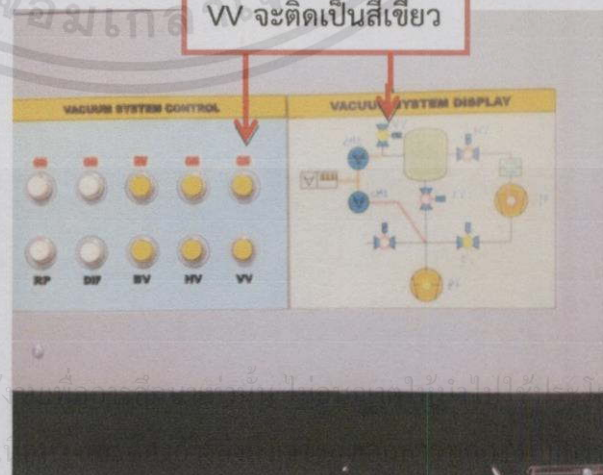
3. ทำการเปิดห้องเคลือบโดยหมุนตัวล็อกฝาห้องเคลือบ (Chamber) ออก แล้วกดปุ่ม VV (ON) ไฟ VV จะแสดงสถานะเป็นสีเขียว ทำให้อากาศไหลเข้าไปในห้องเคลือบเพื่อให้ความดันภายในเท่ากับความดันบรรยากาศ แล้วรอจนฝาห้องเคลือบจะเปิดออกและกดปิด VV (OFF) จะแสดงสถานะไฟเป็นสีแดง

กดปุ่ม VV (ON) ไฟ

VV จะติดเป็นสีเขียว



หมุนตัวล็อกฝา Chamber



รูปที่ 3.7 เปิดตัวล็อกฝาห้องสุญญากาศ

4. นำวัสดุรองรับ (สแตนเลส 304) ที่ใช้ในการเคลือบวางลงบนแท่นวางชิ้นงาน โดยระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ (โครเมียม) ห่างกันเป็นระยะ 7 เซนติเมตร



รูปที่ 3.8 ปรับระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าโครเมียม

5. เมื่อวางวัสดุรองรับลงบนแท่นวางชิ้นงานเสร็จแล้ว ทำการปิดฝาห้องเคลือบแล้วหมุนตัวล็อกฝาเข้า ดังรูปที่ 3.9 จากนั้นกด RV เพื่อดูดอากาศออกจากห้องเคลือบ ไฟแสดงสถานะ RV จะเป็นสีเขียว

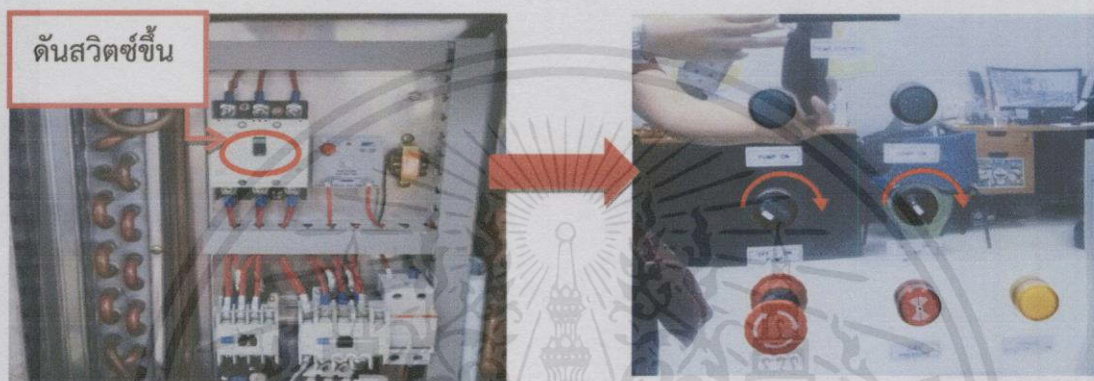


รูปที่ 3.9 ทำการปิดฝาห้องเคลือบและดูดอากาศออกจากห้องสุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรทำงานเพื่อประโยชน์เท่านั้น ไม่ควรเผยแพร่ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาหรือทำซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

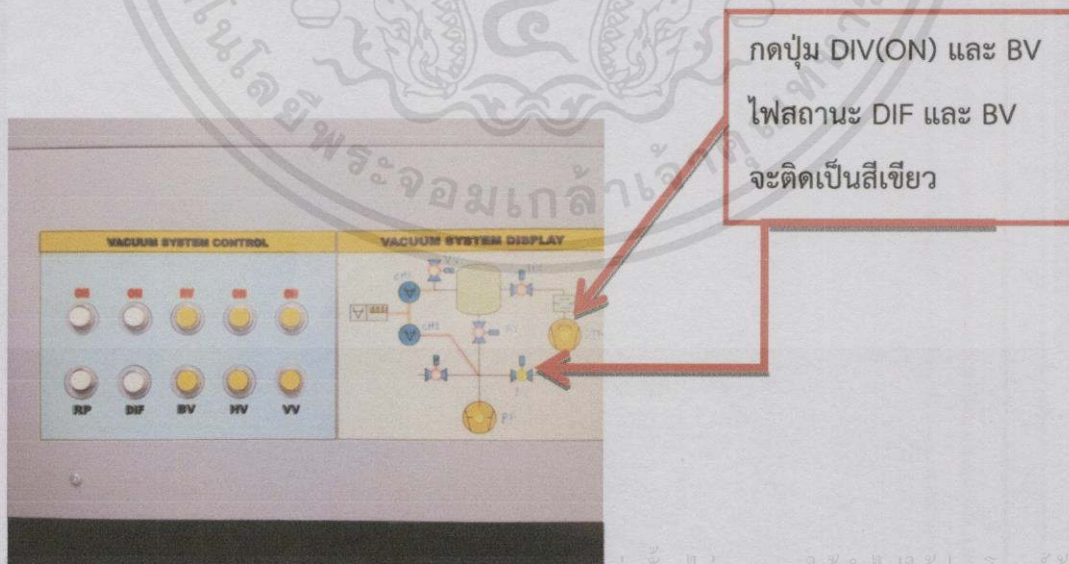
7. กด BV และ RV สลับกันจนกระทั่งความดันภายในห้องเคลือบ ลดลงเหลือประมาณ 3.0×10^{-2} mbar (BV คือการดูดเอาโมเลกุลของอากาศในส่วนของถังความร้อน (Boiler), RV คือ การดูดโมเลกุลของอากาศภายในห้องเคลือบ)

8. เปิดระบบทำความเย็น (cooling) เพื่อควบคุมอุณหภูมิของระบบการเคลือบฟิล์ม ให้ อุณหภูมิของระบบทำความเย็นอยู่ที่ 19 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.10 การเปิดระบบทำความเย็น (cooling)

9. หลังจากเปิดระบบทำความเย็นแล้วให้กด BV (ON) ไฟจะแสดงสถานะเป็นสีเขียว แล้วทำการกด DIF (ON) จะแสดงสถานะไฟเป็นสีเขียว ใช้เวลา 20 นาที เพื่อให้ขจัดลวดความร้อนในถังความร้อนมีอุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นจนน้ำมันระเหยกลายเป็นไอ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้เฉพาะในห้องปฏิบัติการเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอก รูปที่ 3.11 เปิด Division pump เอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. เมื่อไอน้ำมันที่ระเหยนั้นไปจับกับโมเลกุลของอากาศ แล้วไอระเหยของน้ำมันจะถูกควบแน่นโดยการลดอุณหภูมิของระบบหล่อเย็นภายในถังความร้อน และควบแน่นเป็นน้ำมันอีกครั้ง ส่วนโมเลกุลอากาศนั้นจะถูกดูดออกจากถังความร้อนโดยการกดปุ่ม HV(ON) เพื่อให้ความดันภายในห้องเคลือบลดลงจนใกล้เคียงกับสภาวะสุญญากาศ ที่ความดันต่ำกว่า 2.0×10^{-5} mbar

11. เมื่อความดันภายในห้องเคลือบลดลงต่ำกว่า 2.0×10^{-5} mbar แล้วทำความสะอาดห้องเคลือบโดยการเปิดวาล์วแก๊สอาร์กอน (Ar) และควบคุมความดันแก๊สอาร์กอนภายในห้องเคลือบให้มีความดัน 4.0×10^{-3} mbar โดยการปรับ CH2 (หมุนตามเข็มนาฬิกา) ดังรูปที่ 3.12 จากนั้น จับเวลา 5 นาที แล้วหยุดปล่อยแก๊สอาร์กอนภายในห้องเคลือบเป็นเวลา 5 นาทีโดยการปรับ CH2 (หมุนทวนเข็มนาฬิกา) ทำซ้ำอย่างนี้ 3 รอบ



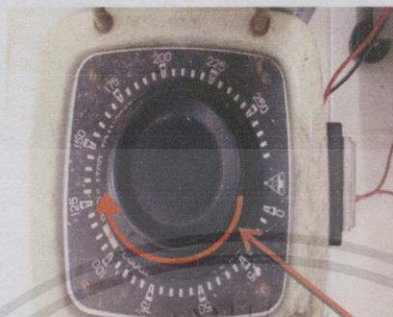
รูปที่ 3.12 การเปิดวาล์วแก๊สอาร์กอน และวาล์วควบคุมความดันแก๊สอาร์กอน

12. การทำความสะอาดภายในห้องเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนในรอบที่ 3 ให้ทำการสปีดเตอร์ที่ กำลังไฟฟ้า 100 W เพื่อทำความสะอาดผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ โดยการปรับชุดควบคุม กำลังไฟฟ้า ใช้เวลาในการสปีดเตอร์ 5 นาที โดยมีขั้นตอนการทำงานดังรูปที่ 3.13 แล้วปิดเครื่องโดย ปิดถอยหลังจากขั้นตอนที่ 4 ไปยังขั้นตอนที่ 1



รูปที่ 3.13 การเปิด-ปิดแหล่งจ่ายไฟ

13. ให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 100 V เป็นเวลา 30 นาที (อุณหภูมิประมาณ 320°C) โดยใช้หลอดฮาโลเจนเป็นแหล่งให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับ



หมุนตามเข็มนาฬิกาไปที่ 100 v เพื่อให้ความร้อนที่ 320 °C

รูปที่ 3.14 ให้ความร้อนกับวัสดุรองรับ

14. หมุนแกนเหล็กที่อยู่บนห้องเคลือบในทิศตามเข็มนาฬิกาเพื่อเปิดแผ่นที่กั้นระหว่างเป้ากับวัสดุรองรับก่อนทำการเคลือบ



หมุนแกนเหล็กเพื่อเปิดเป้าก่อนการเคลือบ

รูปที่ 3.15 หมุนแกนเหล็กเพื่อเปิดเป้าก่อนการเคลือบ

15. ทำการเคลือบโครเมียม (Cr) ก่อนเพื่อปรับสภาพพื้นผิวของวัสดุรองรับเพื่อให้ฟิล์มมีการยึดเกาะที่ดีขึ้น โดยปรับความดันของอาร์กอนให้มีความดันเป็น 4.0×10^{-3} mbar และใช้กำลังไฟฟ้าเอกสารถือเป็นเอกสารถือสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า 150 วัตต์ โดยการปรับชุดควบคุมแรงดันไฟฟ้าดัง (รูปที่ 3.13) เป็นเวลา 5 นาที เมื่อครบ 5 นาที ทำไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คิดแปลงเนื้อหา และห้องอ้างอิงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ การปิดสวิตซ์แหล่งจ่ายไฟฟ้า แล้วปิดวาล์วควบคุมแรงดันของแก๊สอาร์กอน พัก 5 นาที



รูปที่ 3.16 ปิดสวิตซ์แหล่งจ่ายไฟฟ้าและวาล์วควบคุมแรงดันแก๊สอาร์กอน

16. ทำการเคลือบโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เริ่มต้นที่ความดันย่อย N_2 10%, 30% และ 50% โดยความดันแก๊สไนโตรเจนที่ CH 1 ให้มีความดันเป็น 4.0×10^{-4} , 1.2×10^{-3} และ 2.0×10^{-3} mbar ตามลำดับ (เช่นที่ไนโตรเจน 30% ; $0.3 \times 4 \times 10^{-3} = 1.2 \times 10^{-3}$ mbar) และปรับความดันแก๊สอาร์กอน ให้มีความดันรวมเท่ากับ 4.0×10^{-3} mbar โดยทำการเคลือบที่กำลัง 300 วัตต์ ปรับ Modify ไปที่ 99 จับเวลาตามที่ได้คำนวณไว้ตามตารางที่ 3.



รูปที่ 3.17 ขั้นตอนการปรับความดันและเปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าเพื่อเคลือบฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ลงบน

เอกสารนี้เป็นเอกสารต้นฉบับเลข 304 ของการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

ตัวแปร	ค่าที่กำหนด
ความดันพื้นฐาน	2×10^{-5} mbar
ความดันรวม	4×10^{-3} mbar
ระยะห่างระหว่างเป้ากับพื้นผิวรองรับ	7 cm
อุณหภูมิที่ใช้ในการอบ	400 °C
อุณหภูมิพื้นผิวรองรับก่อนเคลือบโครเมียม	320 °C
กำลังไฟฟ้าขณะเคลือบโครเมียม	150 W
กำลังไฟฟ้าขณะเคลือบโครเมียมไนไตรด์	300 W
ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวม	10%, 30%, และ 50%
ความหนาของฟิล์ม	6 μ m

ตารางที่ 3.2 เวลาในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ลงบนแผ่นสแตนเลส 304

ปริมาณการเคลือบโครเมียม	เวลาการเคลือบโครเมียม(นาท)
10%	5
30%	5
50%	5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกสิ่งเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

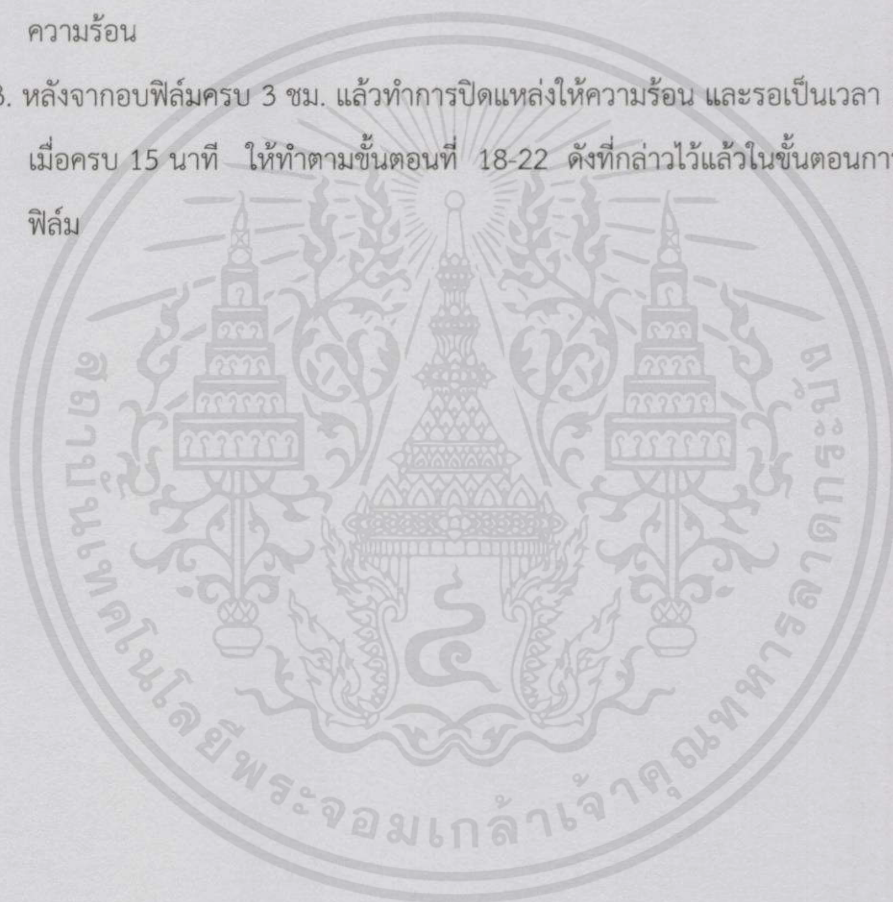
ตารางที่ 3.3 เวลาการเคลือบโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ลงบนแผ่นสแตนเลส 304

จำนวนครั้งที่	เวลาการเคลือบโครเมียมไนไตรด์ (นาที)		
	10%	30%	50%
1	10	10	10
2	10	10	10
3	10	10	10
4	10	10	10
5	10	10	10
6	10	10	10
7	-	10	10
8	-	10	10
9	-	-	10
10	-	-	10
11	-	-	10
12	-	-	10
13	-	-	10
14	-	-	10
15	-	-	10
16	-	-	10
17,18	-	-	10

17. หลังจากเคลือบโครเมียมไนไตรด์เสร็จแล้ว รอ 10 นาที แล้วทำการปิดวาล์วแก๊ส แล้วรออีก 15 นาที
18. เมื่อรอบครบ 15 นาทีจากนั้นกดปุ่ม DIF (OFF) ไฟแสดงสถานะจะเป็นสีแดง
19. เมื่อกดปิด DIF แล้ว รอจนความดันประมาณ E-3 mbar (20 นาที) แล้วทำการกดปิด HV ไฟแสดงสถานะจะเป็นสีแดง
20. เมื่อปิด HV แล้วรอจนเครื่องเริ่มเย็นแล้วปิดระบบทำความเย็น
21. เปิดฝาท้องเคลือบโดยทำเหมือนข้อ 3-4 จากนั้นนำวัสดุรองรับออกมา แล้วทำการปิดห้องเคลือบโดยการปิดฝาและหมุนตัวล็อกเข้า จากนั้น กด RV
22. กด RP (OFF) แล้วปิดสวิตช์เครื่องควบคุม

3.4 ขั้นตอนการอบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว

1. เนื่องจากกระบวนการอบเราใช้เครื่องสปัตเตอร์ริงเช่นเดียวกันกับการเคลือบฟิล์ม ดังนั้นขั้นตอนการอบจึงเริ่มจากขั้นตอนที่ 1-10 เช่นเดียวกับกระบวนการเคลือบฟิล์มดังกล่าวไว้แล้ว
2. เมื่อทำถึงขั้นตอนที่ 10 และความดันภายในห้องเคลือบลดลงจนใกล้เคียงกับสภาวะสูญญากาศ ที่ความดันต่ำกว่า 2.0×10^{-5} mbar จากนั้นจะเริ่มทำการอบโดยให้ความร้อนแก่ฟิล์มที่อุณหภูมิประมาณ 400°C เป็นเวลา 2 ชม. โดยใช้หลอดฮาโลเจนเป็นแหล่งให้ความร้อน
3. หลังจากอบฟิล์มครบ 3 ชม. แล้วทำการปิดแหล่งให้ความร้อน และรอเป็นเวลา 15 นาที เมื่อครบ 15 นาที ให้ทำตามขั้นตอนที่ 18-22 ดังที่กล่าวไว้แล้วในขั้นตอนการเคลือบฟิล์ม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

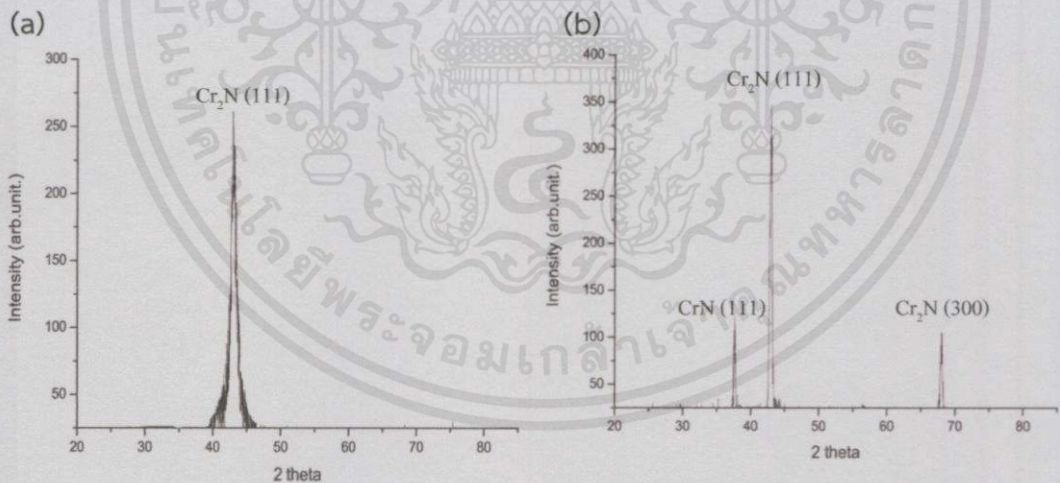
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

บทที่ 4 จะกล่าวถึงผลการทดลองและการวิเคราะห์ซึ่งได้แบ่งออกเป็น 5 ส่วน ประกอบไปด้วย (1) การวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD (X-ray diffraction) (2) การวิเคราะห์ความเรียบของฟิล์มจากการวัดด้วย AFM (Atomic Force Microscopy) (3) วัดค่าความแข็ง (Hardness) โดยเทคนิคการวัดความแข็งแบบ Vickers hardness (4) ทดสอบกระบวนการกัดกร่อนของฟิล์มกับสารละลายน้ำสับปรดด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท และ (5) วิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วยกล้องไมโครสโคป ซึ่งในแต่ละหัวข้อมียละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วย X-ray diffraction (XRD)

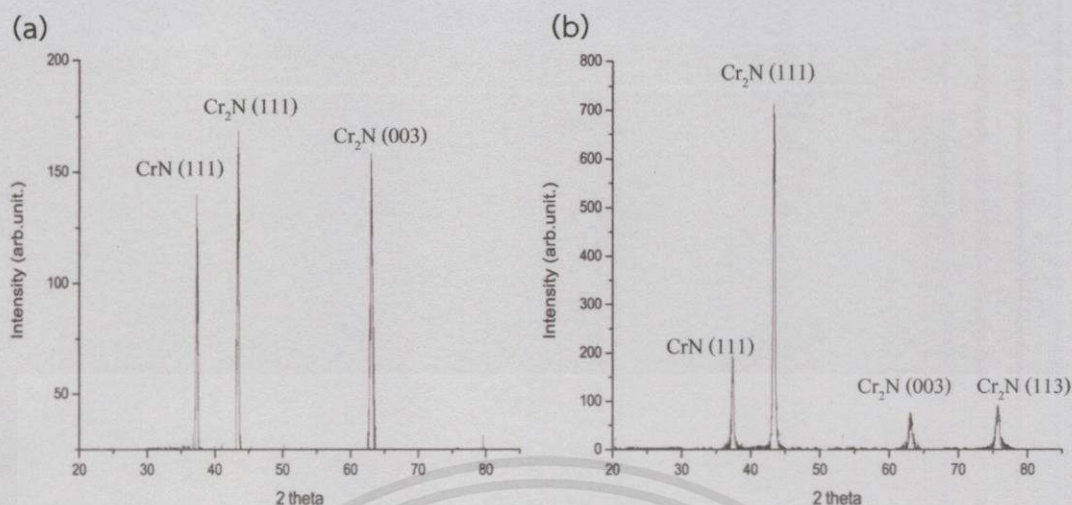
จากผลการทดลองจะวิเคราะห์ XRD ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (Cr_xN_y) ที่เคลือบลงบนแผ่นสแตนเลส 304 โดยมีอัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10%, 30%, และ 50 % และนำไปอบที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถสรุปผลได้ดังนี้



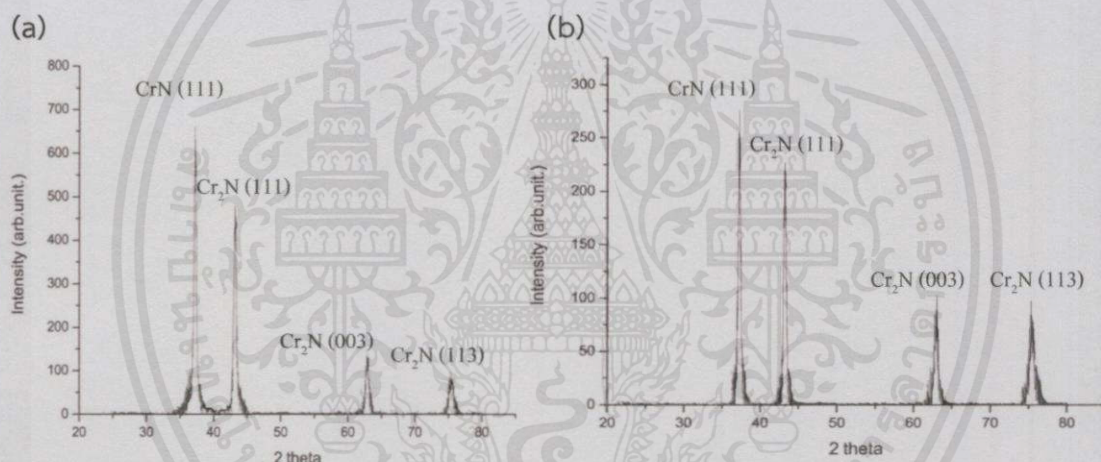
รูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบ XRD ของฟิล์ม (Cr_xN_y) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 10%

โดยที่ (a) ฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และ (b) ฟิล์มหลังกระบวนการอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบ XRD ของฟิล์ม (CrN_x) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% โดยที่ (a) ฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และ (b) ฟิล์มหลังกระบวนการอบ



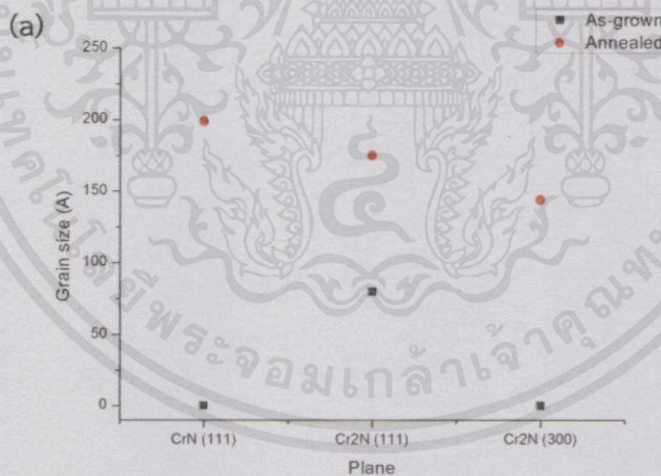
รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบ XRD ของฟิล์ม (CrN_x) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 50% โดยที่ (a) ฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และ (b) ฟิล์มหลังกระบวนการอบ

จากรูปที่ 4.1 , 4.2 และ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของฟิล์ม CrN_x ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10% , 30% และ 50% ตามลำดับ เมื่อนำมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มาเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS 00-011-0065 จะพบว่า ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์หลังการอบจะมีโครงสร้างที่เพิ่มขึ้นจาก Cr_2N (111) ไปเป็นโครงสร้างที่ผสมกันระหว่าง CrN (111) , Cr_2N (111) และ Cr_2N (300) ที่ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 30% ฟิล์มมีโครงสร้างคือ CrN (111), Cr_2N (111) และ Cr_2N (003) ภายหลังการอบจะปรากฏพีคของ Cr_2N (113) เพิ่มเข้ามา สุดท้ายที่ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 50% ไม่ว่าจะอบที่อุณหภูมิใดก็ตามก็ยังคงมีโครงสร้างเหมือนเดิมและไม่มีการเปลี่ยนแปลง และจากรูปที่ 4.1 และ 4.2 ที่ความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10% และ 30% จะเห็นได้ว่าฟิล์ม

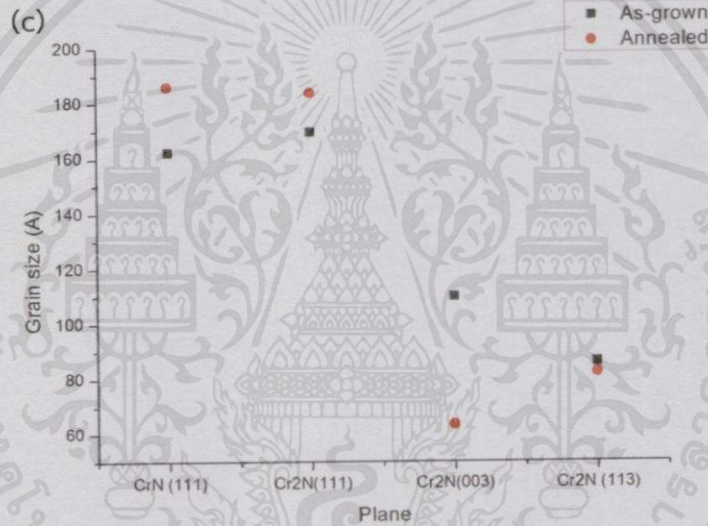
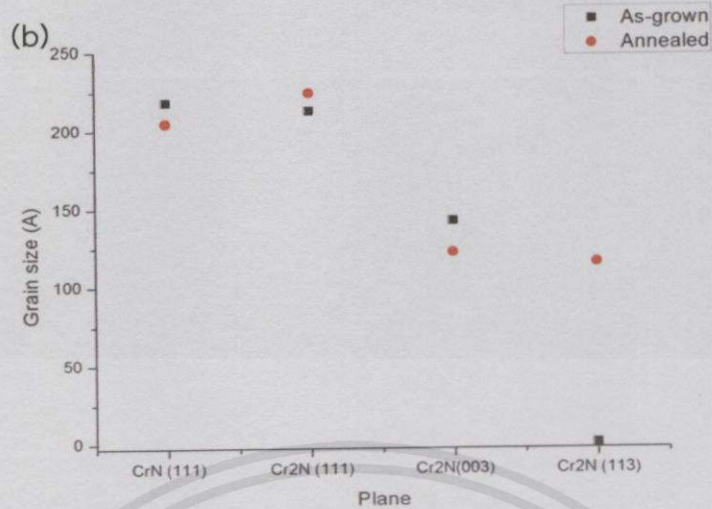
CrN_x ภายหลังจากกระบวนการอบความเข้มของพีคจะมีค่าเพิ่มขึ้น แสดงถึงการจัดเรียงตัวของผลึกที่เป็นระเบียบขึ้นเมื่อผ่านกระบวนการอบ ยกเว้นที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 50% ดังรูปที่ 4.3 ความเข้มของพีคภายหลังจากกระบวนการอบมีค่าลดลง โดยคาดว่าน่าจะเกิดจากการที่ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นโครเมียมไนไตรด์ที่สมบูรณ์ก่อนกระบวนการอบ เมื่อนำฟิล์มไปอบ อาจทำให้โครงสร้างที่สมบูรณ์อยู่แล้วเกิดความเสียหาย จึงทำให้ความเข้มของพีคมีค่าลดลง ซึ่งจะแตกต่างจากฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10% และ 30% ปริมาณของไนโตรเจนยังมีค่าน้อยจึงมีโครงสร้างโครเมียมไนไตรด์ที่ยังไม่สมบูรณ์ เมื่อนำไปอบ จะทำให้ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นโครเมียมไนไตรด์ที่สมบูรณ์ส่งผลให้ความเข้มของพีคเพิ่มขึ้น

ในการวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction (XRD) ในครั้งนี้ใช้แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ CuK_{α} ซึ่งมีความยาวคลื่นรังสีเอกซ์เท่ากับ 1.54056 Å สามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ค่าคงที่ผลึก (Lattice constance) และขนาดของผลึก (grain size) ได้จากสมการที่ 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ดังที่กล่าวไว้ในบทที่ 2

โดยจะแสดงผลการคำนวณขนาดของผลึกเปรียบเทียบกันระหว่างฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและภายหลังจากกระบวนการอบ ดังรูปที่ 4.4



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างของฟิล์ม (CrN_x) และขนาดของผลึก (Å) ที่ความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10%(a) , 30%(b) , 50%(c)

จากรูปที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบขนาดของผลึกของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% , 30% และ 50% จะเห็นได้ว่าที่ความดันย่อยไนโตรเจน 10% ขนาดของผลึกภายหลังกระบวนการอบมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นอย่างชัดเจน ในขณะที่ฟิล์มที่ความดันย่อยไนโตรเจน 30% และ 50% ขนาดผลึกของระนาบที่โดดเด่นไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจน

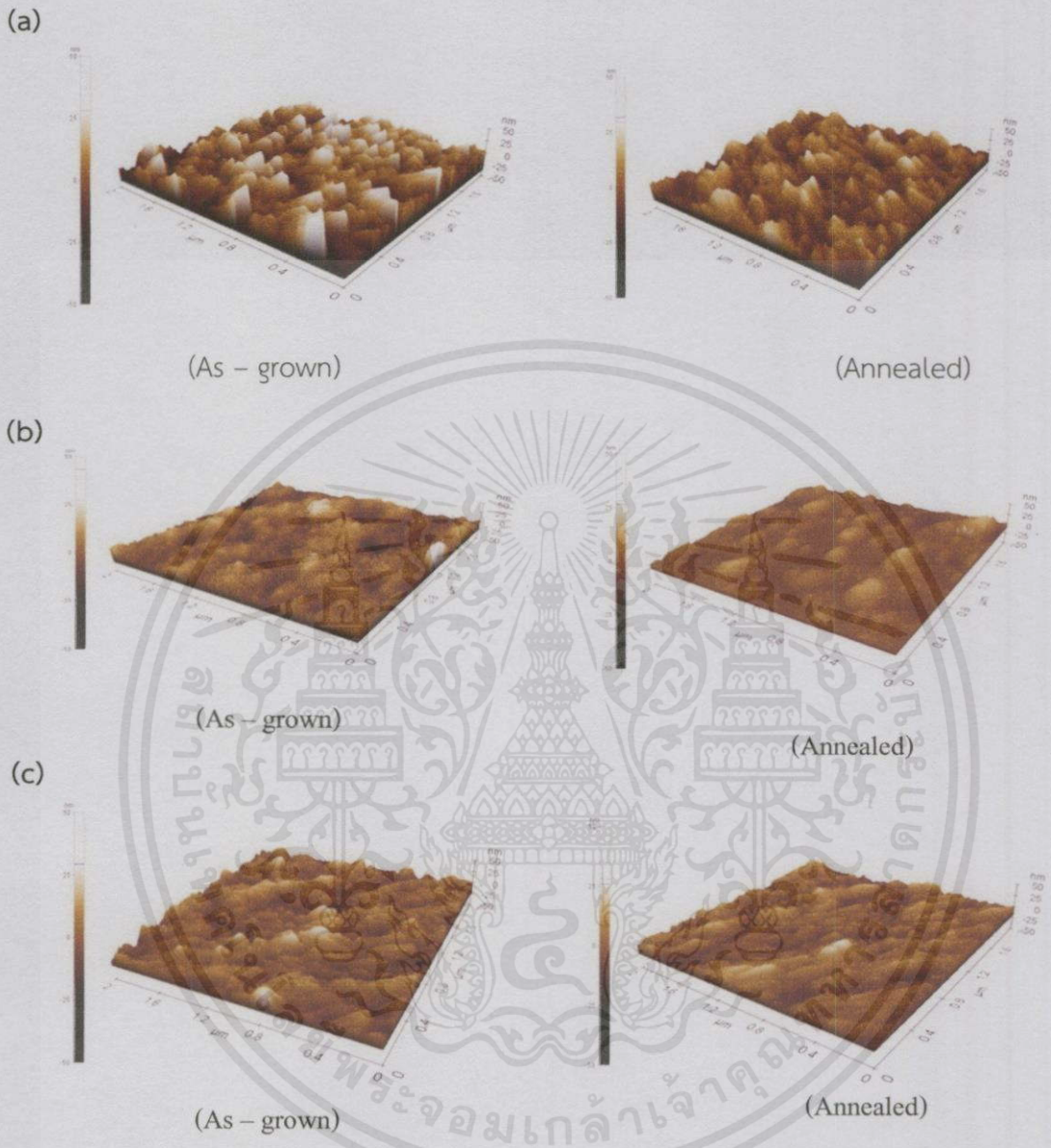
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

4.2 การวิเคราะห์ความเรียบของฟิล์มด้วย Atomic Force Microscopy (AFM)

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คิดเปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

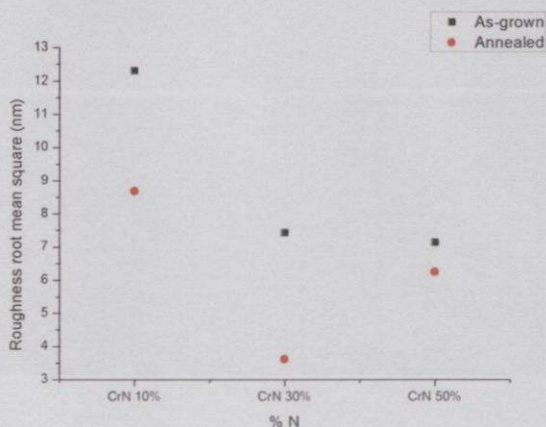
เมื่อนำฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10%, 30% และ 50% ทั้งก่อนและหลังกระบวนการอบ จำนวน 6 ชั้น ไปวัดความเรียบของผิวหน้าฟิล์มด้วย

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy) ผลที่ได้สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนที่ 10%(a) , 30%(b) และ 50%(c) ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ

รูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่ายแบบ 3D ที่ได้จากการวัดจากเครื่อง AFM โดยภาพถ่ายนี้ จะแสดงให้เห็นถึงระดับความสูงต่ำของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่กระจายตัวเคลือบบนแผ่นสแตนเลส ภายใต้เงื่อนไขของอัตราส่วนของความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10%, 30% และ 50% ก่อนอบและการอบและภายหลังกระบวนการอบที่ตามลำดับ ซึ่งฟิล์มก่อนกระบวนการอบและภายหลังการอบไม่ว่ากระบวนการอบภายใต้เงื่อนไขของความดันย่อยไนโตรเจนที่แตกต่างกันนี้ จะมีความเรียบของพื้นผิวใช้ของฟิล์มที่แตกต่างกันชัดเจน และเมื่อนำค่าความขรุขระบนพื้นผิวโดยเฉลี่ย (R_q) ที่ได้จากการวัดการวัด AFM สามารถแสดงความสัมพันธ์กับความดันย่อยไนโตรเจนได้ดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขรุขระ กับ อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจน ที่ 10%, 30% และ 50% ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ

จากรูปที่ 4.6 แสดงให้เห็นถึงค่าความขรุขระของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมค่าต่างๆ เปรียบเทียบกันระหว่างฟิล์มก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ ซึ่งพบว่า ค่าความขรุขระของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจน 50% มีค่าน้อยสุด ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจน 30% มีค่ามากที่สุด และเมื่อผ่านกระบวนการอบแล้วฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจน 10% มีความขรุขระน้อยสุด ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจน 30% มีค่ามากที่สุด อย่างไรก็ตามโดยภาพรวมจะเห็นว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์มีความขรุขระที่ลดลงเมื่อผ่านกระบวนการอบ

4.3 การทดสอบความแข็ง (Hardness)

การวิเคราะห์ความแข็งของพื้นผิวของฟิล์มบาง CrN_x ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้นำสแตนเลส 304 เคลือบด้วยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ในการทดสอบความแข็งนี้ได้ควบคุม อุณหภูมิ และและความชื้นสัมพัทธ์ของสภาพแวดล้อมให้เท่ากับ 24.7°C และ 57 %RH ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

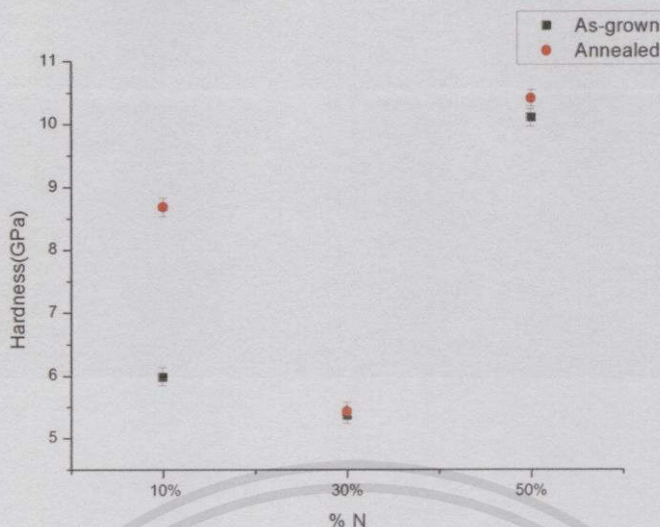
ตารางที่ 4.1 ผลทดสอบความแข็งของแผ่นสแตนเลส 304 และ फिल्मบางโครเมียมไนไตรด์อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ

จำนวนครั้ง	แรงกด (HV 0.05)					
	As -grown			Annealed		
	N 10%	N 30%	N 50%	N 10%	N 30%	N 50%
1	620.4	507.0	839.9	914.5	529.1	1029.1
2	605.9	565.4	1060.2	1028.6	541.1	1060.8
3	591.9	553.0	1093.9	649.6	565.9	1060.8
4	620.6	605.2	1060.8	864.8	565.9	1094.5
5	605.7	507.0	1093.3	969.0	565.7	1060.8
เฉลี่ย (HV)	608.9	547.5	1029.6	885.3	553.6	1061.2
เฉลี่ย (GPa)	5.971	5.369	10.097	8.682	5.428	10.407

*หมายเหตุ เปลี่ยน HV เป็น GPa คูณด้วย 0.009807

จากตารางที่ 4.1 แสดงค่าความแข็งของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 30% และ 50% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ จะพบว่า ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบมีค่าความแข็งคือ 5.971 GPa , 5.369 GPa และ 10.097 GPa ตามลำดับ และภายหลังกระบวนการอบมีค่าความแข็ง คือ 8.682 GPa , 5.428 GPa และ 10.407 GPa ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าความแข็งของฟิล์มจะลดลงที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนเป็น 30% คาดว่าน่าจะเกิดจากโครงสร้างของฟิล์มที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจน 10% ซึ่งปริมาณไนโตรเจนยังน้อย ยังไม่มีโครงสร้าง CrN โดยมีโครงสร้างเป็น Cr₂N คือมีโครงสร้างแบบ hcp ซึ่งจะมีความแข็งกว่าโครงสร้างของฟิล์มที่อัตราส่วนของไนโตรเจน 30% ฟิล์มมีโครงสร้าง CrN เพิ่มขึ้นโดยมีโครงสร้างแบบ fcc ในขณะเดียวกันจะเห็นได้ว่า ค่าความแข็งของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนที่ 50% คาดว่าน่าจะเกิดจากการที่ฟิล์มมีโครงสร้าง CrN ที่สมบูรณ์ และมีโครงสร้างที่ผสมกันของ CrN และ Cr₂N หลายเฟส ซึ่งทำให้ฟิล์มมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น

ไม่ว่าตรงกับงานวิจัยของ Kyung H. Nam และคณะ[1]ที่ได้ศึกษาไว้ว่าโครงสร้างของฟิล์มที่ผสมกันระหว่าง CrN และ Cr₂N หลายเฟส จะทำให้ฟิล์มมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น



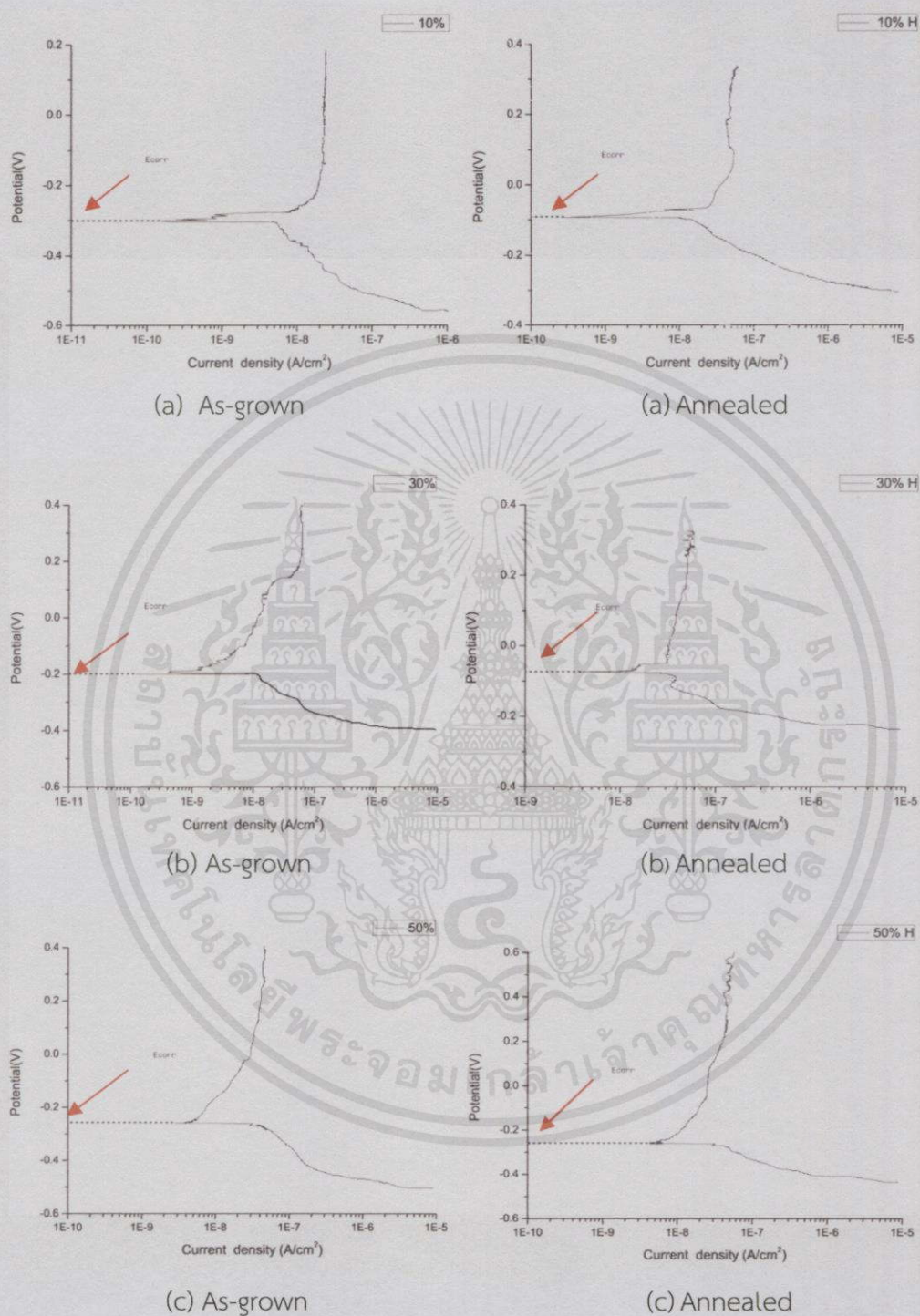
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนกับค่าความแข็ง

จากกราฟที่ 4.7 จะเห็นว่าฟิล์มที่ผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะมีค่าความแข็งที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากฟิล์มมีการจัดเรียงตัวที่ดีขึ้นส่งผลให้ความเป็นผลึกสูงขึ้น และทำให้ความแข็งของฟิล์มเพิ่มขึ้นด้วย สอดคล้องกับงานวิจัยของ นาย Berg และคณะ[2] ที่ได้สรุปไว้ว่า ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะทำให้ค่าความแข็งเพิ่มมากขึ้น โดยที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 30% และ 50% ค่าความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย แต่ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10% ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD ที่พบว่าฟิล์มที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจน 30% และ 50% โครงสร้างก่อนกระบวนการอบและหลังกระบวนการอบจะมีโครงสร้างที่เหมือนกัน และที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจน 10% ก่อนอบมีโครงสร้างเป็น Cr_2N เฟสเดียว แล้วเปลี่ยนไปเป็นโครงสร้างที่ผสมกันระหว่าง CrN และ Cr_2N หลายเฟสหลังอบ ค่าความแข็งของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันย่อยไนโตรเจน 10% จึงเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ตรงกับงานวิจัยของ Kyung H. Nam และคณะ[1] ที่ได้ศึกษาไว้ว่าโครงสร้างของฟิล์มที่ผสมกันระหว่าง CrN และ Cr_2N หลายเฟส จะทำให้ฟิล์มมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น

4.4 การทดสอบกระบวนการกัดกร่อน (Corrosion)

การทดสอบกระบวนการกัดกร่อนผู้ศึกษาได้นำฟิล์มบาง CrN_x ไปทดสอบการกัดกร่อนในเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า สารละลายน้ำส้มปดซึ่งมีค่า pH เท่ากับ 3.43 เพื่อจะได้ประยุกต์เคลือบใบมีดตัดสับประรด ผู้ศึกษาไม่ว่ากรณิดจกทั้งดิน อีกทั้งยังมีให้คิดแปลลงเนื้อหา และส่งอาจารย์ถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ จึงทำการทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มบาง CrN_x ตั้งแต่ที่อัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10%, 30% และ 50% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ ผลการทดสอบ

สอบแสดงดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 การกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันออกซิกเจนนี้เป็นการรวม (a) 10%, (b) 30% และ (c) 50% ที่ไม่ผ่านกระบวนการอบ และผ่านกระบวนการอบ การศึกษาไม่ว่ากรณีใดๆ นั้นสิ่งนี้ห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.8 จะเห็นได้ว่า ผลการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในสารละลายน้ำสับ

ประรดโดยมีอัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 30% , และ 50% ก่อนกระบวนการอบ และภายหลังกระบวนการอบ ตามลำดับ ค่ากระแสไฟฟ้ามีค่าลดลงเมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไปจนถึงค่าความต่างศักย์ที่เกิดการกัดกร่อน (E_{corr}) โดยค่า E_{corr} เป็นตัวแปรที่บ่งบอกถึงความสามารถในการต้านทานต่อการกัดกร่อน นั่นคือถ้า E_{corr} มีค่าน้อยแสดงว่าฟิล์มจะมีการสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่าย จึงมีความสามารถในการต้านทานต่อการกัดกร่อนน้อยกว่าฟิล์มที่มีค่า E_{corr} มาก โดยฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบที่อัตราส่วนความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 30% และ 10% มีค่า E_{corr} มากที่สุด และน้อยที่สุด ตามลำดับ หลังกระบวนการอบฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 30%, 10% และ 50% มีค่า E_{corr} มากที่สุด และน้อยที่สุด ตามลำดับ

ตารางที่ 4.2 แสดงค่า E_{corr} ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนที่ 10%, 30% และ 50% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบ

%N	E_{corr} (V)	
	As-grown	Annealed
10	-0.3	-0.1
30	-0.2	-0.1
50	-0.25	-0.25

จากตารางที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าฟิล์มก่อนกระบวนการอบ ที่อัตราส่วนความดันย่อยของไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10% , 30% และ 50% มีค่า E_{corr} เท่ากับ -0.3,-0.2,-0.25 V ตามลำดับ และเมื่อผ่านกระบวนการอบ พบว่ามีค่า E_{corr} เท่ากับ -0.1,-0.1,-0.25 V ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าค่า E_{corr} ของฟิล์มจะมีค่าเพิ่มขึ้นภายหลังกระบวนการอบ บ่งบอกว่าฟิล์มที่ผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดีขึ้น ซึ่งจะสอดคล้องกับผล XRD ที่พบว่าฟิล์มหลังกระบวนการอบจะมีขนาดของผลึกที่ใหญ่ขึ้นทำให้มีพื้นที่ผิวที่จะสัมผัสกับสารละลายได้น้อยจึงทำให้เกิดการกัดกร่อนได้น้อย โดยฟิล์ม CrN ที่ 30% มีขนาดของผลึกใหญ่ที่สุดจึงทนการกัดกร่อนได้ดีที่สุด

เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ลีอู๋ท่งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 วิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วยกล้องไมโครสโคป (Microscope)

เนื่องจากผลการทดสอบการกัดกร่อนพบว่า ฟิล์ม CrN ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจน

10% และ 30% ทนการกัดกร่อนได้ดีขึ้นภายหลังกระบวนการอบ ผู้วิจัยจึงเลือกฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนดังกล่าวมาเปรียบเทียบกัน เพื่อดูความแตกต่างของสภาพพื้นผิวของฟิล์ม โดยได้นำฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10% และ 30% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบมาแช่ในสารละลายน้ำสับปะรด ค่า PH = 3.43 เป็นเวลา 1 สัปดาห์ จากนั้นนำมาตรวจสอบด้วยกล้องไมโครสโคป โดยใช้กำลังขยายที่ 100 x เพื่อเปรียบเทียบสภาพพื้นผิวของฟิล์ม โดยได้ผลดังนี้



รูปที่ 4.9 แสดงภาพตัวอย่างพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวมเป็น 10% ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบเปรียบเทียบกันระหว่างฟิล์มก่อนและหลังแช่สารละลายน้ำสับปะรด

จากรูปที่ 4.9 แสดงภาพตัวอย่างพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ ก่อนกระบวนการอบและภายหลังกระบวนการอบเปรียบเทียบกันระหว่างฟิล์มก่อนและหลังแช่สารละลายน้ำสับปะรด จะเห็นได้ว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ผ่านกระบวนการอบ หลังแช่สารละลายน้ำสับปะรด มีร่องรอยการกัดกร่อนน้อยกว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบ ซึ่งจะเป็นเช่นเดียวกันทั้งอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจน 10% และ 30%

(a) 10%

หลังแช่สาร



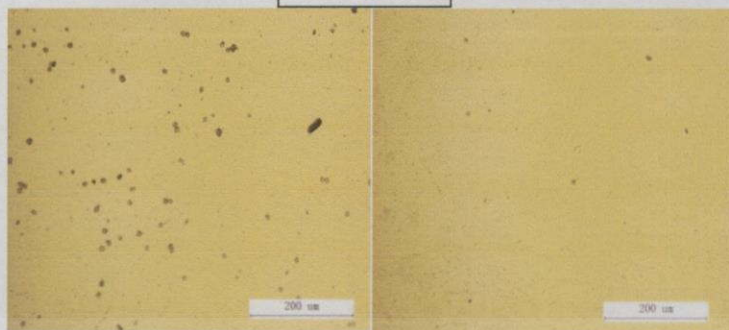
(As-grown)

(Annealed)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้คำปรึกษาเบื้องต้น และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(b) 30%

หลังแช่สาร



(As-grown)

(Annealed)

รูปที่ 4.10 แสดงสภาพพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวม (a) 10% และ (b) 30% ที่แช่สารละลายน้ำสัปเปอร์ดเป็นเวลา 1 อาทิตย์ของฟิล์มก่อนกระบวนการอบ และภายหลังกบวนการอบ

จากรูปที่ 4.10 แสดงสภาพพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ความดันไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% (a) และ 30%(b) ที่แช่สารละลายน้ำสัปเปอร์ดเป็นเวลา 1 สัปดาห์ของฟิล์มก่อนกระบวนการอบและภายหลังกบวนการอบ เมื่อนำมาดูความแตกต่างของสภาพพื้นผิวด้วยกล้องไมโครสโคป จะเห็นได้ว่า ฟิล์มภายหลังกบวนการอบทั้ง 2 เงื่อนไข พื้นผิวของฟิล์มมีความขรุขระและมีการกัดกร่อนน้อยกว่าฟิล์มก่อนกระบวนการอบ ซึ่งผลที่ได้จะสอดคล้องกับผลการวัดค่าการกัดกร่อนโดยใช้เครื่องโพเทนชิโอสแตทที่พบว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะทนการกัดกร่อนได้ดีกว่าฟิล์มที่ไม่ผ่านกระบวนการอบ เนื่องจากฟิล์มที่ผ่านกระบวนการอบจะมีขนาดของผลึกที่ใหญ่ขึ้น ทำให้พื้นที่ผิวที่จะสัมผัสกับสารละลายน้อยลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) โดยการอบที่อุณหภูมิ 400°C โดยมีอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวมที่ 10%, 30% และ 50% ผลการวิเคราะห์ XRD พบว่า ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ภายหลังกระบวนการอบ ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% มีขนาดของผลึกที่ใหญ่ขึ้นอย่างชัดเจน ที่ความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% และ 50% ขนาดของผลึกที่ระนาบโดดเด่นไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน เมื่อนำมาวัดความขรุขระของฟิล์มด้วย AFM (Atomic Force Microscopy) จะพบว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) มีค่าความขรุขระที่ลดลงภายหลังกระบวนการอบ โดยที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% มีค่าความขรุขระน้อยที่สุด จากการทดสอบความแข็ง(Hardness) พบว่า ค่าความแข็งของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นภายหลังกระบวนการอบ โดยที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% มีค่าความแข็งน้อยที่สุด และ 50% มีค่าความแข็งมากที่สุด จากการทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายน้ำสัปเปอร์ด พบว่า ที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% และ 30% จะมีค่า E_{corr} เพิ่มขึ้นภายหลังกระบวนการอบ โดยที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 10% มีค่า E_{corr} จาก -0.3 V เพิ่มขึ้นเป็น -0.1 V และที่อัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% มีค่า E_{corr} จาก -0.2 V เพิ่มขึ้นเป็น -0.1 V ภายหลังการอบ เมื่อนำมาวิเคราะห์พื้นผิวด้วยกล้องไมโครสโคป (Microscope) หลังจากแช่สารละลายน้ำสัปเปอร์ดเป็นเวลา 1 สัปดาห์ พบว่า ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่ผ่านกระบวนการอบมีร่องรอยการกัดกร่อนน้อยกว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ก่อนกระบวนการอบ ดังนั้น สามารถสรุปได้ว่าฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ที่ผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 400°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะมีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของผลึกที่เป็นระเบียบมากขึ้น ขนาดของผลึกใหญ่ขึ้น ทำให้ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นและฟิล์มทนต่อการกัดกร่อนได้ดีขึ้น โดยฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ที่เคลือบด้วยอัตราส่วนความดันย่อยไนโตรเจนต่อความดันรวม 30% มีค่าความขรุขระน้อยและทนต่อการกัดกร่อนได้ดีจึง

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการขัดผิวหน้าของวัสดุรองรับด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600, 1,000 , 2,000 และ 4,000

และน้ำยาขัดเพชร (Monocrystalline Diamond Suspension) ความละเอียด 3 μm และ 0.1 μm ควรขัดให้มีแรงและมีระยะเวลาที่เท่ากันทุกชั้น เพื่อให้ผิวหน้าของวัสดุรองรับมีความสม่ำเสมอ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

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.

G. Wei, A. Rar, J.A. Barnard. (2001) "Composition, structure, and nanomechanical properties of DC-sputtered CrN_x ($0 \leq x \leq 1$) thin films" *Surface & Coatings Technology*, 398 –399: 460–464

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.2556.การวิเคราะห์องค์ประกอบสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(ออนไลน์) : <http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/physics/16-x-ray-diffraction>

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง.2556.กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) (ออนไลน์) : <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/219-atomic-force-microscope-afm-.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางแสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ขนาดของผลึก และค่าคงที่ของผลึก ของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN_x) ก่อนกระบวนการอบ

%N	โครงสร้าง	ระยะห่างระหว่างระนาบ (nm)	ขนาดของผลึก (Å)	ค่าคงที่ของผลึก (nm)
10%	$\text{Cr}_2\text{N}(111)$	0.2100	79.7818	0.3637
30%	$\text{CrN}(111)$	0.2406	217.8450	0.4167
	$\text{Cr}_2\text{N}(111)$	0.2080	212.2818	0.4160
	$\text{Cr}_2\text{N}(003)$	0.1472	141.8834	0.3765
50%	$\text{CrN}(111)$	0.2413	162.2436	0.4179
	$\text{Cr}_2\text{N}(111)$	0.2095	169.4843	0.3629
	$\text{Cr}_2\text{N}(003)$	0.1477	109.7719	0.4431
	$\text{Cr}_2\text{N}(113)$	0.1259	85.8710	0.4176

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางแสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ ขนาดของผลึก และค่าคงที่ผลึก ของฟิล์มโครเมียม

ไนไตรด์ (CrN_x) หลังกระบวนการอบ

%N	โครงสร้าง	ระยะห่างระหว่าง ระนาบ (nm)	ขนาดของผลึก (Å)	ค่าคงที่ของผลึก (nm)
10%	CrN(111)	0.2387	198.8284	0.3376
	Cr ₂ N(111)	0.2104	174.9333	0.3644
	Cr ₂ N(300)	0.1377	144.0155	0.4131
30%	CrN(111)	0.2401	204.6449	0.4158
	Cr ₂ N(111)	0.2083	223.7116	0.4166
	Cr ₂ N(003)	0.1472	121.7404	0.4416
	Cr ₂ N(113)	0.1255	115.1583	0.4162
50%	CrN(111)	0.2413	186.0407	0.4176
	Cr ₂ N(111)	0.2090	183.7727	0.3619
	Cr ₂ N(003)	0.1475	63.4796	0.4425
	Cr ₂ N(113)	0.1259	82.2154	0.4176

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้