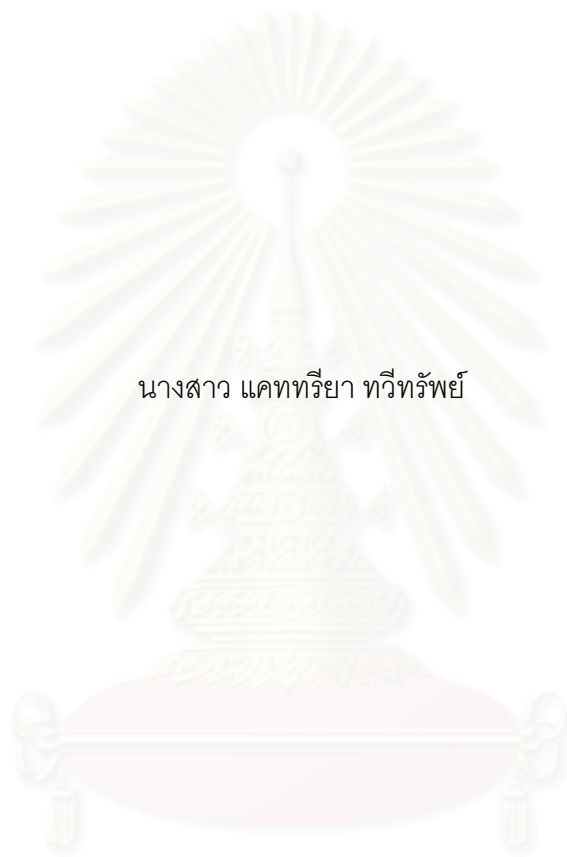


การหาคุณลักษณะของโลหะผสมอะลูมิเนียมทองแดงที่ทำในทรายดิงพลาสมา
ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ



นางสาว แคททีรียา ทวีทรัพย์

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

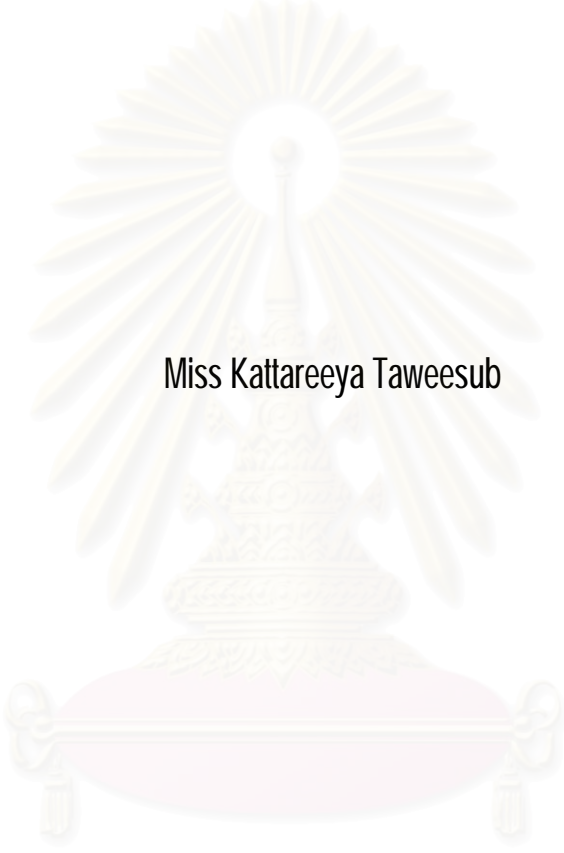
สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM-COPPER ALLOY
NITRIDED BY RADIO FREQUENCY PLASMA NITRIDING



Miss Kattareeya Taweesub

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Metallurgical Engineering
Department of Metallurgical Engineering
Faculty of Engineering
Chulalongkorn University
Academic year 2008
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การหาคุณลักษณะของโลหะผสมอะลูมิเนียมทองแดงที่ทำ
ในทรายดิงพลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

โดย

นางสาวแคททีรียา ทวีทรัพย์

สาขาวิชา

วิศวกรรมโลหการ


อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

อาจารย์ ดร. ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

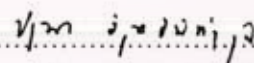
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุคนเณศ ตุงคะสมิต

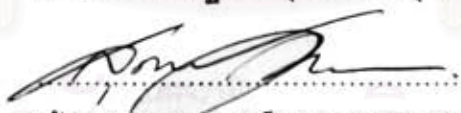
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต



..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศนिरองศ์)

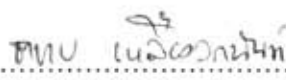
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(อาจารย์ ดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุคนเณศ ตุงคะสมิต)


..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร. เอกรัตน์ ไวยนิตย์)


..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร. ธาชาย เหลืองวรานันท์)

แคลทรียา ทวีทรัพย์ :การหาคุณลักษณะของโลหะผสมอะลูมิเนียมทองแดงที่ทำในตรายดิงพลาสมา ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ. (CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM-COPPER ALLOY NITRIDED BY RADIO FREQUENCY PLASMA NITRIDING) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก :ดร.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผศ.ดร.สุคคณศ ตุงคะสมิต, 80 หน้า.

อะลูมิเนียมและโลหะอะลูมิเนียมผสมถูกนำมาใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย เพราะอะลูมิเนียมมีคุณสมบัติพิเศษ คือ ความแข็งแรงจำเพาะและต้านทานการกัดกร่อนสูง อย่างไรก็ตามในการนำอะลูมิเนียมและโลหะอะลูมิเนียมผสมไปประยุกต์ใช้มีขีดจำกัด เนื่องจากโลหะอะลูมิเนียมผสมมีความแข็งผิวต่ำและความต้านทานการสึกหรอต่ำ วิธีใหม่ที่จะปรับปรุงความแข็งผิวและความต้านทานการสึกหรอคือ การทำในตรายดิงพลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุ ในงานวิจัยนี้จะศึกษาอิทธิพลของตัวแปร ได้แก่ อุณหภูมิ, เวลา และความต่างศักย์ ในการเกิดขึ้นในตรายดิง

การทำในตรายดิงพลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุเป็นกระบวนการที่เหมาะสมในการปรับปรุงความแข็งผิวของอะลูมิเนียมผสมทองแดง6%โดยน้ำหนักเนื่องจากการเกิดขึ้นอะลูมิเนียมในตรายดิงบนผิว ความหนาของชั้นในตรายดิงที่เกิดขึ้นมีความบางระดับนาโนเมตร ซึ่งประกอบด้วย Al, Al(OH)₃ และ AlN ชั้นในตรายดิงที่เกิดขึ้นนี้เพิ่มความแข็งผิวให้กับอะลูมิเนียมผสมทองแดง6% โดยน้ำหนักจาก 3.98 GPa. เป็น 14.63 GPa.

การเพิ่มเวลาและอุณหภูมิในการทำในตรายดิงสามารถเพิ่มความหนาของชั้นในตรายดิงได้ เพราะไอออนไนโตรเจนสามารถแพร่เข้าสู่ผิวอะลูมิเนียมได้มากขึ้น การเพิ่มความต่างศักย์ให้กับชิ้นงานจะทำให้ความหนาของชั้นในตรายดิงเพิ่มมากขึ้นเนื่องจากจะเพิ่มพลังงานจลน์ให้กับไอออนไนโตรเจน เป็นผลให้ไอออนไนโตรเจนสามารถแทรกเข้าไปได้ลึกมากขึ้น อย่างไรก็ตามการเพิ่มความต่างศักย์ทำให้การกระจายของไอออนไนโตรเจนกว้างขึ้น ดังนั้นค่าความเข้มข้นสูงสุดของไนโตรเจนในอะลูมิเนียมจะลดลง ความหยาบผิวชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นเมื่อให้ความต่างศักย์กับชิ้นงานสูงขึ้นโดย Ra ที่วัดได้จาก 3.76 GPa. เป็น 4.50 GPa. เมื่อเพิ่มความต่างศักย์จาก 100 โวลต์เป็น 250 โวลต์ ตามลำดับ สำหรับพารามิเตอร์อื่นที่ส่งผลต่อความหยาบผิวได้แก่ อุณหภูมิโดยความหยาบผิวจะเพิ่มจาก 4.64 นาโนเมตรเป็น 8.06 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องเป็น 350 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ความหยาบผิวที่เกิดขึ้นมาจากการเกิด Hydrogen etching เป็นหลัก

ภาควิชา.....วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อนิสิต.....แคลทรียา ทวีทรัพย์.....
 สาขาวิชา.....วิศวกรรมโลหการ..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....ดร.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล.....
 ปีการศึกษา.....2551..... ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....Sukcarn Suttapitakul.....

#4970244221 : MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEY WORD: PLASMA NITRIDING / RADIO FREQUENCY / NITRIDED LAYER

KATTAREEYA TAWEESUB: CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM- COPPER ALLOY NITRIDED BY RADIO FREQUENCY PLASMA NITRIDING.THESIS PRINCIPAL ADVISOR: PATAMA VISUTTIPITUKUI Ph.D., THESIS CO- ADVISSOR: ASST.PROF.SUKKANESTE TUNGASMITA, Ph.D. 80 pp.

Aluminium and Its alloys have been widely used due to their superior properties: high specific strength and high corrosion resistance. However, the application of aluminium and its alloys are limited because of low surface hardness and low wear resistance. A new method to improve surface hardness and wear resistance is a radio frequency plasma nitriding process. In this research, the effects of parameter, which are nitriding temperature, nitriding time and bias voltage, on formation of nitride layer are studied

The radio frequency plasma nitriding is a suitable process to improve surface hardness of aluminium-6wt% copper alloy by formation of aluminium nitride on the surface. Thickness of nitrided layer formed at the surface is in nanometer ranges which consists of Al, Al(OH)₃ and AlN. This layer increase the surface hardness of aluminium-6wt% copper alloy from 3.98 GPa to 14.63 GPa.

Increasing of the nitriding time and the the nitriding temperature can increase the thickness of nitrided layer since the nitrogen atoms can diffuse further into the aluminium matrix. Increasing the bias voltage of specimen shows the thicker nitrided layer due to the higher kinetic energy of the nitrogen ions resulting in deeper penetration depth of the nitrogen ions. However, with increasing the bias voltage, distribution of nitrogen ions larger; therefore, the maximum concentration of nitrogen in aluminium matrix is reduced. The applied bias voltage also affects on surface roughness of specimens after plasma nitriding. The surface roughness is slightly increased with increasing the bias voltage from Ra 3.76 nm. to 4.50 nm. When the bias voltage is increased from 100 volt to 250 volt. Another parameter affects on surface roughness is nitriding temperature. The surface roughness, Ra increase from 4.64 nm. to 8.06 nm. for nitriding temperature of room temperature to 350 °C respectively. The main phenomena roughen the surface is hydrogen etching.

Department: ...Metallurgical Engineering Student's signature:..... *Wattana W. Wattana*
Field of study:.... Metallurgical Engineering...Principal Advisor's signature:..... *Patama V.*
Academic year:.....2008.....Co-advisor's signature:..... *Sukkaneste Tungasmita*

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีจากความช่วยเหลือหลายๆ ฝ่ายผู้วิจัยขอกราบ
 ขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ดร.ปฐมมา วิสุทธิพิทักษ์กุล ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือ
 พร้อมทั้งให้คำปรึกษาและดูแลเป็นอย่างดี ตลอดจนให้คำแนะนำแนวทางที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่ง
 ต่องานวิจัยนี้ และ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ผศ.ดร. สุศุคนเสศ ตุงคสมิต ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือ
 ตลอดจนให้คำแนะนำแนวทางที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่องานวิจัยนี้ ขอขอบพระคุณคณะกรรมการ
 การสอบวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย ดร.ธาทาย เหลืองวรานันท์ และ ดร.เอกรัตน์
 ไวยนิตย์ ที่ให้ความรู้คำแนะนำและข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัย ขอขอบพระคุณ
 ผศ.ดร.บุญโชติ เผ่าสวัสดิ์ยรรยง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้
 ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือทดลอง ขอขอบพระคุณ ดร. ดุสิต งามรุ่งโรจน์ ที่ให้ความ
 ช่วยเหลือรวมทั้งการแก้ปัญหาและแนะนำการใช้เครื่องมือในการทดลอง ขอขอบคุณคณาจารย์
 ตลอดจนเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมโลหการทุกท่านที่ได้ให้การสนับสนุนผู้วิจัยในทุกด้าน
 ด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, ศูนย์เครื่องมือวิทยา
 ศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผู้ประดิษฐ์โปรแกรม **Trim Calculation** และ บริษัท
 ไทยปาร์คเกอร์โรซึ่งจำกัดที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือทดสอบตลอดมาจนเสร็จสิ้นงาน
 วิจัยด้วยดี ขอขอบคุณทุนอุดหนุนการศึกษาขางบประมาณแผ่นดินโครงการจัดการศึกษา สาขาวิชา
 วิศวกรรมศาสตร์ เพื่อเพิ่มศักยภาพทางวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีอุตสาหกรรม

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ บิดา-มารดา และ น้องชาย ที่ให้การสนับสนุนและ
 เป็นกำลังใจให้กับข้าพเจ้าตลอดมาจนสำเร็จการศึกษา ขอกราบขอบพระคุณ คุณครูและอาจารย์
 ทุกท่านที่อบรมสั่งสอนข้าพเจ้ามาตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบันและขอบคุณพี่ เพื่อน และน้องนิสิตทุก
 ท่านโดยเฉพาะ กลุ่มวิจัยทางด้านพลาสมา ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ และด้านวิศวกรรม
 พื้นผิวคณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่การช่วยเหลือให้กับผู้วิจัยด้วยดีเสมอมา
 จนสำเร็จการศึกษา

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ

บทที่

1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของงานวิจัย.....	2
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
2 ปรีทรรศน์วรรณกรรม.....	3
2.1 อะลูมิเนียมและโลหะผสมอะลูมิเนียม.....	3
2.2 การปรับปรุงผิวอะลูมิเนียม.....	4
2.2.1 การเคลือบแบบสเปรย์ร้อน (thermal spray coating).....	4
2.2.2 กระบวนการฝังอิออน.....	6
2.3 ไนโตรรายดิงจากก๊าซ.....	8
2.4 ไนโตรรายดิงจากพลาสมา.....	9
2.5 การสเปคโตรสโกปี.....	10
2.6 การสร้างพลาสมาจากไฟฟ้ากระแสตรง (DC).....	16
2.7 การสร้างพลาสมาจากความถี่คลื่นวิทยุ (RF).....	19
2.8 อิทธิพลจากส่วนผสมของก๊าซต่อการทำพลาสมาไนโตรรายดิง.....	22
2.9 คุณสมบัติความต้านทานการสึกหรอและความต้านทานการกัดกร่อนของAIN.....	22

บทที่

3 ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง.....	25
3.1 วัสดุที่ใช้ในการวิจัย.....	25
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย.....	26

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย	26
3.3.1 การเตรียมชิ้นงานก่อนทำในตรายางแบบพลาสติก	26
3.3.2 การปรับปรุงผิวด้วยในตรายางแบบพลาสติกชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	26
3.3.3 ตรวจสอบเชิงคุณภาพบริเวณผิวชิ้นงาน	28
3.3.4 การวิเคราะห์ข้อมูล	28
4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์	29
4.1 ลักษณะชิ้นงานหลังการทำพลาสติกในตรายางชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	29
4.1.1 ลักษณะภายนอกของชิ้นงานภายหลังการทำพลาสติก ในตรายางชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	29
4.1.2 อิทธิพลของความต่างศักย์ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะผิว	30
4.1.3 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานภายหลังการทำพลาสติก ในตรายางชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	31
4.2 ความหยาบผิวหลังการทำพลาสติกในตรายางชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	35
4.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อความหยาบผิว	35
4.2.2 อิทธิพลของความต่างศักย์ที่มีต่อความหยาบผิว	37
4.2.3 อิทธิพลของเวลาที่มีต่อความหยาบผิว	39
4.3 ความแข็งที่ผิวชิ้นงาน	41
4.4 การเกิดชั้นอะลูมิเนียมในตรายาง (AIN)	47
4.4.1 การวิเคราะห์สารประกอบที่ผิวชิ้นงานหลังการ ทำพลาสติกในตรายางชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	47
4.4.2 อิทธิพลความต่างศักย์ที่มีผลต่อการทำ พลาสติกในตรายางชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	53
4.4.3 อิทธิพลของเวลาที่มีผลต่อการทำพลาสติกในตรายาง ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	66
4.4.4 อิทธิพลอุณหภูมิที่มีผลต่อการทำพลาสติกในตรายาง ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	68
5. สรุปผลการทดลอง	70
รายการอ้างอิง	71

ภาคผนวก..... 73

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์..... 80



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 อิทธิพลของธาตุสมบัติทางกลของอะลูมิเนียม	4
2.2 ผลการทดลองการทำในทรายดิ่งชิ้นงาน 1100 ที่ความดันต่างกัน	17
2.3 แสดงการเปรียบเทียบ friction coefficient และ wear volume	23
3.1 สภาวะในทรายดิ่งแบบพลาสติก	27
4.1 สูตรคำนวณความหยาบผิว Ra และ Rq	35
4.2 ความหยาบผิวของชิ้นงานที่อุณหภูมิต่างกัน	37
4.3 ความหยาบผิวของชิ้นงานที่ความต่างศักย์ต่างกัน	39
4.4 ความหยาบผิวของชิ้นงานที่ความต่างศักย์ต่างกัน	39
4.5 แสดงความแข็งของชิ้นงาน	44
4.6 แสดง V_{AIN} / V_{AI} ของชิ้นงานในทรายดิ่ง	67

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงอิทธิพลของธาตุที่มีผลต่ออุณหภูมิ	1
2.2 X-ray diffraction ของ ชั้นเคลือบ	5
2.3 ปริมาณของเหล็กที่มีผลต่อความแข็งของชั้นเคลือบ	6
2.4 XRD diffractogram สำหรับชิ้นงานที่ฝังอ็อกซิเจนกับปริมาณ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิต่างกัน (h-AIN = hexagonal AIN, c-AIN = cubic AIN)	7
2.5 กราฟแสดงค่า ปริมาณไนโตรเจนเหลือค้าง (retained dose) กับอุณหภูมิ	8
2.6 Paschen curve ความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์และกระแส	10
2.7 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของชิ้นงาน 1050 หลังจากไนโตรรายดิง และอุณหภูมิ ไนโตรรายดิงโดยใช้ก๊าซในการสับตัดเตอริงแตกต่างกัน	11
2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของชิ้นงาน 1050 จากการสับตัดเตอริงและเวลาในการสับตัดเตอริง	11
2.9 แสดงสัดส่วน intensity ของอะลูมิเนียมและออกซิเจนระหว่าง การสับตัดเตอริง (ก) อะลูมิเนียมบริสุทธิ์ (20 Pa Ar, 450 °C) (ข) อะลูมิเนียมเกรด 2024 (15 Pa Ar, 400°C)	12
2.10 ภาพจาก SEM ของชิ้นงานอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการสับตัดเตอริงความดัน 20 ปาสคาล, 400 °C (ก) 30 นาที , (ข) 45 นาที ,(ค) และ (ง) 60 นาที	13
2.11 ภาพจาก SEM (Backscattered electron image) ของอะลูมิเนียม เกรด 2024 หลังการสับตัดเตอริง 30 นาที (15 ปาสคาล, 400 °C)	14
2.12 อัตราส่วน Intensity ของออกซิเจนอะลูมิเนียมและออกซิเจนระหว่าง การสับตัดเตอริงของเกรด 2024 (Ar, 400 °C) ที่ความดันต่างกัน	14
2.13 ภาพจาก SEM แสดงพื้นผิวของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์หลังการ สับตัดเตอริง 0.5 ซม. ใน Ar/H ₂ = 10:1 ความดัน 20 ปาสคาล , 410°C	15
2.14 ภาพ SEM ของพื้นผิวอะลูมิเนียมเกรด 2024 หลังการสับตัดเตอริงใน Ar/H ₂ (4:1) ความดัน 16.5 ปาสคาล , 400°C และไนโตรรายดิง 0.5 ซม. ใน N ₂ /H ₂ (5:1) ความดัน 35 ปาสคาล, 400 °C	16
2.15 ผลจากเครื่อง GDS แสดงการกระจายตัวของอะตอมไนโตรเจน แพร่ลึกเข้าไปในเนื้ออะลูมิเนียม 1100 ของชิ้นงาน 2, 3 และ 4	17

2.16 (ก) Al 2p and N 1s photoelectron ของอะลูมิเนียม 2011 ที่ทำในตารางดัง (ข) 500 °C using a rf power level of 700 W. (ค) 575 °C using rf power level of 100 W	20
2.17 ภาพ SEM ของ Al 2011 (ก) ผิวชิ้นงานที่ขัดก่อนการทำในตารางดัง, (ข) ชิ้นงานอุณหภูมิ 500 °C, Rf power 500 W. (ค) ผิวชิ้นงานอุณหภูมิ 500 °C, RF power 700 W. (ง) ชิ้นงานอุณหภูมิ 575 °C ใช้ Rf power 100 W	21
2.18 Tribological performance ของอะลูมิเนียม A356 ที่ด้านอะลูมินา (ก) สัมปlicit์ความเสียดทานที่เพิ่มขึ้นตามระยะทาง (ข) ผิวชิ้นงาน A356 ภายหลังการไถลเป็นระยะทาง 600 เมตร	22
2.19 Tribological performance ของอะลูมิเนียม Al-Cu-Mg ที่ด้านอะลูมินา (ก) สัมปlicit์ความเสียดทานที่เพิ่มขึ้นตามระยะทาง (ข) ผิวชิ้นงาน Al-Cu-Mg ภายหลังการไถลเป็นระยะทาง 600 เมตร	23
2.20 การทดสอบ pin-on- disc, ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรที่หายไปกับ ระยะทาง: ชิ้นงานอะลูมิเนียม Al99.5 และชิ้นงานพลาสติกในตารางดัง ที่ 460 °C เป็นเวลา 6 ชม. ความหนาชั้น AlN 2 µm	24
2.21 ทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายกรด HCl, ความสัมพันธ์ระหว่างเวลา การจุ่มกรดและน้ำหนักที่หายไป: ชิ้นงานอะลูมิเนียม Al99.5 และ ชิ้นงานพลาสติกในตารางดังที่ 460 °C เป็นเวลา 6 ชม. ความหนาชั้น AlN 2 µm	24
3.1 เครื่องมือในตารางดังชนิดคลื่นความถี่วิทยุ	25
4.1 (ก) ชิ้นงานก่อนทำพลาสติกในตารางดัง (ข) ชิ้นงานพลาสติกในตารางดัง 25 ซม. อุณหภูมิห้อง (ค) ชิ้นงานพลาสติกในตารางดัง 25 ซม. 250°C (ง) ชิ้นงานพลาสติกในตารางดัง 25 ซม. 350 °C	29
4.2 ชิ้นงานพลาสติกในตารางดังที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ชั่วโมง (ก) 100 โวลต์ (ข) 150 โวลต์ และ (ค) 250 โวลต์	31
4.3 โครงสร้างจุลภาค (ก) ก่อนทำพลาสติกในตารางดัง, (ข) ชิ้นงาน RF พลาสติก ในตารางดัง 25 ซม. ที่อุณหภูมิห้อง, (ค) อุณหภูมิ 250°C, (ง) อุณหภูมิ 350°C	32
4.4 ชิ้นงานพลาสติกในตารางดังชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 350°C (ก) 9 ซม. (ข) 16 ซม. (ค) 25 ซม.	33
4.5 ชิ้นงานอะลูมิเนียมถูกสับตัดเตอริงด้วยแก๊สอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 350 °C เวลา 1 ชม.	34

4.6 ความหนาแน่นผิวจากเครื่อง AFM กำลังขยาย 5 μm (ก) ขึ้นงานก่อนทำไนตรายด์ (ข) 25 ซ.ม. อุณหภูมิห้อง (ค) 25 ซ.ม. 350 °C	36
4.7 ความหนาแน่นผิวจากเครื่อง AFM กำลังขยาย 5 μm . เวลา 9 ซ.ม. (ก) ความต่างศักย์ 100 โวลต์ (ข) ความต่างศักย์ 150 โวลต์ (ค) ความต่างศักย์ 250 โวลต์	38
4.8 ขึ้นงานก่อนทำไนตรายด์ (ก) รอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม (ข) ระยะการวัด และ (ค) การวัดระยะลึก	41
4.9 ขึ้นงานพลาสมาไนตรายด์ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 25 ชั่วโมง 250 โวลต์ อุณหภูมิห้อง (ก) รอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม (ข) ระยะการวัด และ (ค) การวัดระยะลึก	42
4.10 ขึ้นงานพลาสมาไนตรายด์ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 25 ชั่วโมง 250 โวลต์ 350 °C (ก) รอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม (ข) ระยะการวัด และ (ค) การวัดระยะลึก	43
4.11 Load and Displacement curve (ก) ขึ้นงานก่อนทำไนตรายด์ (ข) ขึ้นงานไนตรายด์ 25 ซ.ม. ที่อุณหภูมิห้อง	45
4.12 ธาตุและสารประกอบบนชิ้นงานหลังทำพลาสมาไนตรายด์ ชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่อุณหภูมิห้อง	47
4.13 ผลวิเคราะห์ XPS แสดงสารประกอบต่างๆ ของชิ้นไนตรายด์ และระยะการกระจายตัวของสารประกอบ	49
4.14 ผลวิเคราะห์ XPS แสดงสารประกอบต่างๆ ของชิ้นไนตรายด์	50
4.15 ผลวิเคราะห์ ขึ้นงานพลาสมาไนตรายด์ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ ด้วย XRD แบบ GIXD ที่มุม 1 องศา (ก) 250 °C 250 โวลต์ 36 ชั่วโมง (ข) 350 °C 250 โวลต์ 36 ชั่วโมง	53
4.16 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับ เวลาการสับเตอริงและตำแหน่งพลังงานพันธะของชิ้นงานที่ ผ่านการทำ พลาสมาไนตรายด์ที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ซ.ม. ความต่างศักย์ 100 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม	54
4.17 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม กับเวลาการสับเตอริงและตำแหน่งพลังงานพันธะของชิ้นงานที่ ผ่านการทำ พลาสมาไนตรายด์ที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ซ.ม. ความต่างศักย์ 200 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม	55

4.18 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับ เวลาการสัปดาห์เตอริงของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิง ที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ชม.ความต่างศักย์ 250 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม	56
4.19 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%) กับเวลาการสัปดาห์เตอริง (etch time, s) ของชิ้นงานที่ผ่าน การทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ ที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ เวลา 9 ชม.ที่อุณหภูมิห้อง	57
4.20 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%) กับเวลาการสัปดาห์เตอริง (etch time,s) ของชิ้นงานที่ผ่าน การทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ ที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 9 ชม.ที่อุณหภูมิห้อง	58
4.21 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%) กับเวลาการสัปดาห์เตอริง (etch time,s) ของชิ้นงานที่ผ่าน การทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ ความต่างศักย์ 250 โวลต์ เวลา 9 ชม.ที่อุณหภูมิห้อง	59
4.22 การกระจายตัวของอิออนโดยการใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์100โวลต์ (ก) ความลึกตามแนวแกน Y(ข) ความลึกแนวตัดขวาง	60
4.23 การกระจายตัวของอิออนโดยการใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์200โวลต์ (ก)ความลึกตามแนวแกน Y(ข)ความลึกแนวตัดขวาง	61
4.24 การกระจายตัวของอิออนโดยการใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 250โวลต์ (ก)ความลึกตามแนวแกน Y(ข) ความลึกแนวตัดขวาง	61
4.25 การกระจายตัวของอิออนโดยการใช้โปรแกรมTrim ที่ความต่างศักย์500 โวลต์ (ก)ความลึกตามแนวแกน Y(ข) ความลึกแนวตัดขวาง	62
4.26 การสัปดาห์เตอริงด้วยอาร์กอนโดยการใช้โปรแกรมTrim ที่ความต่างศักย์100 โวลต์ (ก) ระยะลึกที่ถูกสัปดาห์เตอริงตามแนวแกน Y (ข) Sputtering yield	63
4.27 การสัปดาห์เตอริงด้วยอาร์กอนโดยการใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์200 โวลต์ (ก) ระยะลึกที่ถูกสัปดาห์เตอริงตามแนวแกน Y (ข) Sputtering yield	64

4.28 การสับตัดเตอริงด้วยอาร์กอนโดยการใส่โปรแกรม Trim
 ที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ (ก) ระยะลึกที่ถูกสับตัดเตอริงตามแนวแกน Y
 (ข) Sputtering yield 65

4.29 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับเวลาการสับตัดเตอริง
 ของชิ้นงานที่ผ่านการทำให้พลาสมาไนตรายดิงที่อุณหภูมิห้องเวลา 4 ชม.
 ความต่างศักย์ 200 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม 66

4.30 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%)
 กับเวลาการสับตัดเตอริง (etch time,s) ของชิ้นงานที่ผ่าน
 การทำให้พลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่
 ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 4 ชม. ที่อุณหภูมิห้อง 67

4.31 ผลวิเคราะห์จาก XRD ของชิ้นงาน Al-Cu6% โดยน้ำหนัก
 ที่ผ่านการทำให้พลาสมาไนตรายดิงที่อุณหภูมิ 350°C ที่เวลาต่างกัน 68

4.32 ผลวิเคราะห์จาก XRD ของชิ้นงาน Al-6%Cu ที่ผ่านการทำให้พลาสมาไนตรายดิงที่เวลา 36 ชม. อุณหภูมิ 250°C และ 350°C 69

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันได้มีการนำอะลูมิเนียมเข้ามาใช้ประโยชน์หลายอย่างตั้งแต่กระป๋องน้ำอัดลม, อุปกรณ์ตกแต่งสถานที่จนถึงชิ้นส่วนยานยนต์ ทั้งนี้เพราะอะลูมิเนียมเป็นวัสดุที่มีน้ำหนักเบา, มีความต้านทานต่อการกัดกร่อนและมีความแข็งแรงจำเพาะสูง อย่างไรก็ตามอะลูมิเนียมมีข้อจำกัดคือ ขาดคุณสมบัติต้านทานการสึกหรอเพราะมีความแข็งที่ผิวต่ำจึงยากต่อการนำไปใช้งานที่ต้องทนต่อการสึกหรอ เช่น ใช้เป็นชิ้นส่วนยานยนต์ ดังนั้นจึงมีวิธีที่จะเพิ่มความแข็งที่ผิวเพื่อง่ายต่อการใช้ได้ทุกสภาพการใช้งานในปัจจุบันการปรับปรุงผิวอะลูมิเนียมสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การฟังก้อนที่ผิว, การเคลือบสเปรย์ร้อน และ การทำไนโตรรายดิง เป็นต้น วิธีไนโตรรายดิงจะอาศัยหลักการตกผลึก, การละลายในสภาพของแข็ง และการเกิดขึ้นอะลูมิเนียมไนไตรด์จากหลักการดังกล่าวความแข็งผิวของอะลูมิเนียมสามารถเพิ่มได้ในการทำไนโตรรายดิง ในปัจจุบันส่วนมากจะทำไนโตรรายดิงแบบก๊าซและไนโตรรายดิงแบบพลาสมา การทำไนโตรรายดิงแบบก๊าซจะทำได้ยากกับวัสดุที่มีชั้นฟิล์มออกไซด์ปกคลุม เช่น อะลูมิเนียมที่มีฟิล์มอะลูมินาปกคลุม เนื่องจากฟิล์มออกไซด์จะขัดขวางการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนเข้าสู่ผิว ทำให้ไม่สามารถเกิดสารประกอบไนไตรด์ได้ดังนั้นการทำไนโตรรายดิงแบบก๊าซกับอะลูมิเนียมจึงเป็นไปได้ยาก แต่การทำไนโตรรายดิงแบบพลาสมาใช้ได้กับวัสดุที่มีชั้นฟิล์มออกไซด์ เนื่องจากมีขั้นตอนสำคัญในกระบวนการคือการสปัตเตอริง ขั้นตอนนี้จะกำจัดชั้นออกไซด์และทำความสะอาดผิว ดังนั้นอะลูมิเนียมสามารถทำไนโตรรายดิงด้วยพลาสมาโดยอาศัยการกำเนิดพลาสมาได้สองชนิด คือ พลาสมาที่กำเนิดจากไฟฟ้ากระแสตรงและพลาสมาที่กำเนิดจากคลื่นความถี่วิทยุ สำหรับการทำให้ไนโตรรายดิงชนิดไฟฟ้ากระแสตรงจะอาศัยการเกิดพลาสมาจากความต่างศักย์โดยให้ชิ้นงานต่อเข้ากับขั้วลบส่วนเตาสัญญากาศต่อเป็นขั้วบวกส่งผลให้เกิดความร้อนที่ผิวชิ้นงาน ความร้อนดังกล่าวทำให้เกิดความเค้นสะสมระหว่างชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์กับอะลูมิเนียมภายหลังการทำไนโตรรายดิง ซึ่งอาจเป็นสาเหตุเกิดการหลอมจำเพาะที่บนผิวอะลูมิเนียมขณะทำไนโตรรายดิงได้ แต่ชนิดคลื่นความถี่วิทยุจะอาศัยขดลวดต่อเข้ากับไฟฟ้ากระแสตรงเหนี่ยวนำให้เกิดพลาสมาและเพิ่มความต่างศักย์ให้กับชิ้นงานจากหลักการดังกล่าวพบว่าช่วยให้ความร้อนที่ผิวชิ้นงานลดลงได้ดังนั้นสำหรับงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้พลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุเพื่อที่จะศึกษาความเป็นไปได้ในการทำพลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1 ศึกษาความเป็นไปได้ในการทำในตรายติงจากพลาสติกโดยใช้แหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเป็นแหล่งกำเนิดพลาสติก
- 1.2.2 ศึกษาผลของตัวแปร ได้แก่ อุณหภูมิขึ้นงาน, เวลา และความต่างศักย์ของกระบวนการในตรายติงแบบพลาสติกที่มีอิทธิพลต่อโครงสร้างสารประกอบและปริมาณของสารประกอบ
- 1.2.3 ศึกษาความแข็งผิวจากการทำในตรายติงแบบพลาสติกที่มีแหล่งกำเนิดจากคลื่นความถี่วิทยุ

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาลักษณะและโครงสร้างจุลภาคของชั้นอะลูมิเนียมไนตรายด์ (AIN) บนโลหะอะลูมิเนียมผสม ที่ผ่านกระบวนการในตรายติงแบบพลาสติกโดยใช้แหล่งกำเนิดคลื่นความถี่วิทยุเป็นแหล่งกำเนิดพลาสติก
- 1.3.2 ศึกษาเฟสและสารประกอบของชั้นไนตรายด์ด้วย X- ray diffraction (XRD), Glancing Incident- angle X-ray diffraction (GIXD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)
- 1.3.3 ศึกษาผลของตัวแปรอื่นได้แก่ อุณหภูมิขึ้นงาน, เวลา และความต่างศักย์ที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคโดยกล้องจุลทรรศน์แสงและAtomic force microscope (AFM)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

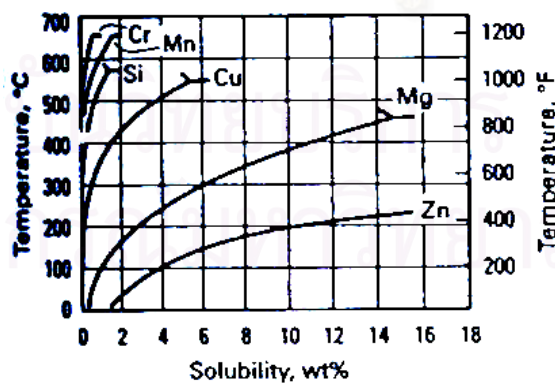
- 1.4.1 ทราบถึงความเป็นไปได้ในการใช้แหล่งกำเนิดพลาสติกชนิดคลื่นความถี่วิทยุในการปรับปรุงผิวและช่วยลดอุณหภูมิขึ้นงานในการทำในตรายติง
- 1.4.2 ทราบถึงความแตกต่างของการใช้แหล่งกำเนิดพลาสติกระหว่างแบบคลื่นความถี่วิทยุและแบบไฟฟ้ากระแสตรง
- 1.4.3 ทราบถึงคุณลักษณะโครงสร้างจุลภาคและคุณสมบัติทางกลที่เกิดจากอิทธิพลของตัวแปรได้แก่ อุณหภูมิขึ้นงาน, เวลา และความต่างศักย์ ในการทำพลาสติกโดยใช้แหล่งกำเนิดชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อะลูมิเนียมและโลหะผสมอะลูมิเนียม [1]

อะลูมิเนียมจะถูกถลุงจากจากแร่ **Bauxite** โดยจะนำแร่ดังกล่าวมาทำการละลายในอ่าง **cryolite** กับเกลือ **fluoride** โดยเกลือที่เพิ่มเข้าไปจะควบคุมอุณหภูมิของอ่าง, ความหนาแน่น, ความต้านทาน (**resistivity**) และ อัตราการละลายของอะลูมินา อะลูมิเนียมมีคุณสมบัติทนการกัดกร่อนเนื่องจากที่อุณหภูมิห้องผิวอะลูมิเนียมจะถูกปกคลุมด้วยสารประกอบ คือ Al_2O_3 ซึ่งมีความหนาแน่นสูงนอกจากนี้อะลูมิเนียมยังมีสมบัติเด่น คือ มีน้ำหนักเบาความหนาแน่นอะลูมิเนียม 2.7 g/cm^3 ซึ่งคิดเป็นประมาณหนึ่งในสามของเหล็ก, ความแข็งแรงอยู่ที่ประมาณ 10 MPa หรือ 1.5 ksi . และไม่มีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็กโดยมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 660 องศาเซลเซียสหลักทางกายภาพทางโลหะวิทยาของโลหะผสมอะลูมิเนียมจะมีอิทธิพลจากส่วนผสมทางเคมี (**Chemical Composition**) การขึ้นรูปทางกล (**mechanical**), และการอบชุบทางความร้อน (**heat treatment**) ธาตุที่เป็นส่วนผสมในโลหะผสมอะลูมิเนียมเพื่อเพิ่มความแข็งแรง ได้แก่ **Cu, Mg, Mn, Si** และ **Zn** ซึ่งธาตุเหล่านี้มีคุณสมบัติความสามารถในการละลายในอะลูมิเนียมซึ่งถ้าการละลายของธาตุเพิ่มก็จะส่งผลต่ออุณหภูมิเพิ่มตามดังรูปที่ 2.1 ธาตุผสมต่างๆที่เติมลงในอะลูมิเนียมจะส่งผลถึงสมบัติทางกลด้วยเช่นกันและทำให้การใช้งานของโลหะผสมอะลูมิเนียมกว้างขวางมากขึ้นดังแสดงตัวอย่างในตารางที่ 2.1 อย่างไรก็ตามอะลูมิเนียมยังขาดคุณสมบัติที่สำคัญในด้านต้านทานการสึกหรอและความแข็งผิวต่ำซึ่งในปัจจุบันมีการปรับปรุงด้วยกระบวนการของการฝังอิออน, การเคลือบแบบสเปรย์ร้อน และไนโตรรายดิง เป็นต้น



รูปที่ 2.1 แสดงอิทธิพลของธาตุที่มีผลต่ออุณหภูมิ [1]

ตารางที่ 2.1 อิทธิพลของธาตุสมบัติทางกลของอะลูมิเนียม

Element	strength/addition values							
	Yield strength / %addition				Tensile strength / % addition			
	Mpa/at%	ksi/wt%	Mpa/wt%	ksi/wt%	Mpa/at%	ksi/wt%	Mpa/wt%	ksi/wt %
Si	9.3	1.35	9.2	1.33	40.0	5.8	39.6	5.75
Zn	6.6	0.95	2.9	0.42	20.7	3.0	15.2	2.2
Cu	16.2	2.35	13.8	2.0	88.3	12.8	43.1	6.25
Mn	(e)	(e)	30.3	4.4	(e)	(e)	53.8	7.8
Mg	17.2	2.5	18.6	2.7	7.4	7.4	50.3	7.3

e = 1at% of manganese is not soluble

2.2 การปรับปรุงผิวอะลูมิเนียม

การปรับปรุงผิวอะลูมิเนียมเพื่อเพิ่มความต้านทานการสึกหรอและเพิ่มความแข็งผิวโดยทำได้หลายวิธีดังนี้

2.2.1 การเคลือบแบบสเปรย์ร้อน (thermal spray coating) [2]

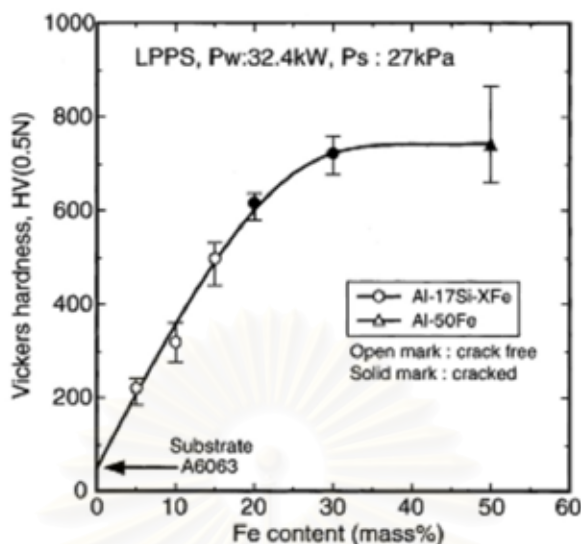
จุดประสงค์ของการเคลือบแบบสเปรย์ร้อนเพื่อเพิ่มความต้านทานการสึกหรอ, เพิ่มความต้านทานออกซิเดชัน, เพิ่มหรือลดความต้านทานทางไฟฟ้าและเพิ่มความต้านทานความร้อน เป็นต้น ซึ่งมีหลักการที่ว่า โลหะผสม หรือ วัสดุที่ต้องการเคลือบผิวจะถูกทำให้ร้อนจนหลอมเหลว จากนั้นฉีดโดยใช้ลำก๊าซเป็นตัวพาเข้าไปที่ผิวของชิ้นงาน หลังจากวัสดุที่ใช้เคลือบกระทบลงบน

วัสดุพื้นแล้วจะเกิดการถ่ายเทความร้อนออกแล้วเย็นตัวลงซึ่งมีงานวิจัยของ Kazuhiro Nakata และ Masao Ushio [3] ได้ศึกษาผลของเหล็กในผงโลหะอะลูมิเนียมผสมเพื่อทำสเปร์ยร้อนที่มีอิทธิพลต่อความต้านทานการสึกหรอ จากการเคลือบสเปร์ยร้อนโดยใช้ Al-17Si-XFe บนผิวอะลูมิเนียม A6063 โดยจะเปลี่ยนแปลงปริมาณของเหล็ก (Fe) จาก 5-30 %Fe วิธีที่ใช้ในการทดลองจะฉีดเป็นสเปร์ยพลาสมาภายในแชมเบอร์สุญญากาศ ผลการทดลองพบว่า โครงสร้างของชั้นเคลือบจะมีความหนาแน่นและไม่เกิดรอยแตกที่ส่วนผสมของเหล็กในการทำสเปร์ย15%Feและถ้าปริมาณเหล็กมากกว่า15%Fe จะเกิดการแยกออกจากกันของชั้นเคลือบกับผิวโลหะอะลูมิเนียม ผลจาก XRD (รูปที่ 2.2) พบว่า ชั้นเคลือบที่เกิดจากเหล็กเป็นส่วนประกอบ 15% ขึ้นไป ชั้นเคลือบจะเป็นสารประกอบ Al_3Fe , Al_6FeSi_3 และ Al_5FeSi และเมื่อเทียบกับเฟส α ของอะลูมิเนียม(α -Al) พบว่าเฟสดังกล่าวจะมีความหนาแน่นลดลงเมื่อปริมาณเหล็กเพิ่มขึ้น เนื่องจาก ว่าเหล็กที่เพิ่มขึ้นจะเข้ามารวมตัวกับ α -Al เพื่อเกิดเป็นสารประกอบ Al_3Fe , Al_6FeSi_3 และ Al_5FeSi โดยสังเกตเห็นว่าเมื่อปริมาณ Fe เพิ่มขึ้น จำนวนสารประกอบ(Intermetallic compounds)เพิ่มขึ้นด้วย จนกระทั่งถึงปริมาณเหล็ก 30 at.,wt%พบว่าความหนาแน่น α -Al จะหนาแน่นน้อยสุดและชั้นเคลือบที่พบคือ Al_5Fe_2 ชั้นสารประกอบนี้มีความเปราะอันเป็นเหตุให้เกิดการแตกในชั้นเคลือบและบริเวณระหว่างชั้นเคลือบกับผิวอะลูมิเนียม ดังนั้นสรุปได้ว่าที่ปริมาณเหล็ก 15 at.,wt% จะให้ชั้นเคลือบที่เหมาะสมที่สุด



รูปที่ 2.2 X-ray diffraction ของ ชั้นเคลือบ [3]

นอกจากนี้ผลการวัดความแข็งชั้นเคลือบพบว่าความแข็งชั้นเคลือบจะสูงขึ้นแปรผันกับปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้นจนกระทั่งถึง 20%Fe เนื่องจากตรงจุดนี้เริ่มเกิดการแตกของชั้นเคลือบ (ดังรูปที่2.3)



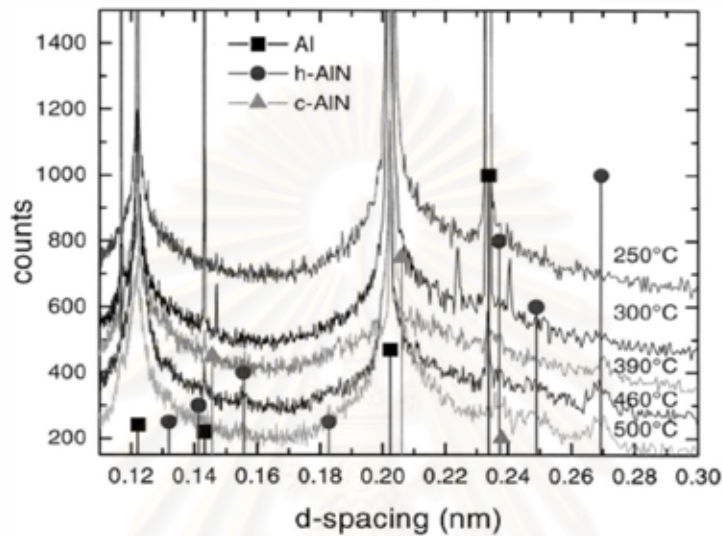
รูปที่ 2.3 ปริมาณของเหล็กที่มีผลต่อความแข็งของชั้นเคลือบ [3]

ความแข็งของชั้นเคลือบเกิดจากความแข็งของชั้นสารประกอบและอนุภาคของซิลิคอน ผลจากการตรวจสอบคุณสมบัติการสึกหรอพบว่า การสึกหรอจะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กและการสึกหรอมีค่าต่ำสุดที่ปริมาณ 10-20%Fe หลังจากนั้นจะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณเหล็กมากกว่า 30%Fe เนื่องจากการเปราะของชั้นเคลือบ จากผลการทดลองข้างต้นสรุปได้ว่า ความแข็งสูงตามปริมาณ %Fe แต่ถ้าปริมาณ %Fe สูงมากก็จะเปราะและแตกง่ายซึ่งปริมาณ %Fe มีค่าจำกัดที่ 15%Fe จึงจะยังคงคุณสมบัติที่ดี ได้ความแข็งสูงถึง 700Hv แต่อย่างน้อยก็ต่ำกว่าความแข็งของชั้น AlN ส่วนความต้านทานการสึกหรอของชั้นเคลือบสูงสุดที่ปริมาณเหล็ก 10-20% ถ้าปริมาณเหล็กมากกว่านี้ค่าความต้านทานการสึกหรอจะลดลงเนื่องจากความเปราะของชั้นสารประกอบ ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายต่ำสุดที่วัดได้ 0.36-0.37 ที่ปริมาณเหล็ก 5-10% ซึ่งมีค่าสูงเมื่อเทียบกับ AlN แม้ว่าวิธีนี้จะมีข้อดีแต่ก็มีข้อเสียในส่วนที่ไม่สามารถเคลือบชิ้นงานที่มีรูปร่างซับซ้อนได้

2.2.2 กระบวนการฝังไอออน [2]

เป็นการทำให้เกิดไอออนและทำให้ไอออนมีพลังงานมากพอจนสามารถแทรกเข้าไปในเนื้อวัสดุพื้น ไอออนเหล่านี้จะถูกเร่งไปที่ชิ้นงานและฝังลงในชิ้นงาน กระบวนการฝังไอออนได้มีการทำการทดลองเพื่อปรับปรุงผิวอะลูมิเนียมโดยวิธี plasma immersion ion implantation ของ D.Manova, P.Huber, S.Mandl และ B.Rauschenbach [4] เพื่อศึกษาพฤติกรรมการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนและการฟอร์มชั้นสารประกอบ (AlN) โดยทำการทดลองที่ความต่างศักย์ต่างกัน

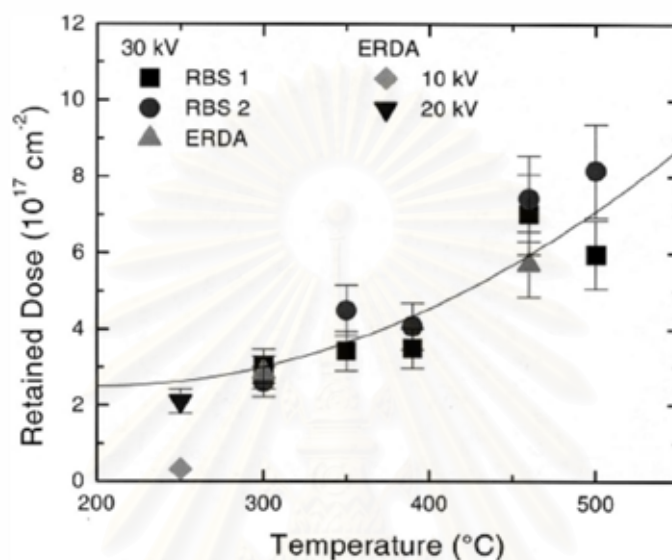
ตั้งแต่ 10-30 kV. และอุณหภูมิตั้งแต่ 250-500 °C การอบชุบทางความร้อนชนิด PIII นี้จะใช้ Electron Cyclotron Resonance (ECR) เป็นแหล่งกำเนิดพลาสมา ซึ่งงานที่ใช้ในการทดลองเป็น อะลูมิเนียม 99.99% จากผลการทดลองพบว่า เกิดการฟอร์มของ AlN แบบ Cubic ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 °C และโครงสร้างแบบ Hexagonal ที่อุณหภูมิมากกว่า 390 °C (ดังรูปที่ 2.4)



รูปที่ 2.4 XRD diffractogram สำหรับชิ้นงานที่ฝังอิออนกับปริมาณ โนโตรเจน 1.2×10^{18} N/cm² ที่อุณหภูมิต่างกัน (h-AlN = hexagonal AlN, c-AlN = cubic AlN) [4]

จากรูปที่ 2.4 สังเกตว่าที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดการฟอร์มของชั้นสารประกอบ AlN ที่ตำแหน่ง 0.145 และ 0.24 แบบ Cubic เนื่องจากอุณหภูมิต่ำจึงส่งผลให้พลังงานของอิออนต่ำตามไปด้วย แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นพบว่าโครงสร้างของ AlN แบบ Cubic หายไปแต่จะเกิดแบบโครงสร้าง Hexagonal แทนที่ ซึ่งแสดงดังตำแหน่งค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่ 0.155, 0.237, 0.249 และ 0.27 nm ทั้งนี้เนื่องจาก อิออนไนโตรเจนมีพลังงานมากพอที่จะปรับเปลี่ยนการจัดเรียงตัวให้อยู่ในรูปเสถียรที่สุดเนื่องจากอุณหภูมิต่ำส่งผลให้พลังงานอิออนสูงไปด้วย นอกจากนี้ยังพบอีกว่าในการฝังอิออนสู่ชิ้นงานแต่ละครั้งปริมาณอิออนที่เหลือค้างในชิ้นงานแตกต่างกันดังรูปที่ 2.5 จะสังเกตว่าปริมาณอิออนที่เหลือค้าง (retained dose) จะมีค่าอยู่ที่ประมาณ 10% ของอิออนไนโตรเจนที่ตกกระทบ ณ อุณหภูมิต่ำแต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นถึง 500 °C ปริมาณของอิออนไนโตรเจนเพิ่มเป็น 35% ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิมากกว่า 300 °C การกระจายตัวของไนโตรเจนจะถูกควบคุมด้วยกระบวนการแพร่แสดงว่ายิ่งอุณหภูมิต่ำการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนเข้าสู่อะลูมิเนียมยิ่งเกิดได้ดี ดังนั้นถ้าต้องการให้เกิดการฟอร์มชั้น AlN ดีต้องทำ PIII ที่ความต่างศักย์และอุณหภูมิต่ำจากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าการสร้างชั้น AlN ด้วยวิธี PIII สามารถสร้าง AlN แบบ cubic และ AlN

แบบ **hexagonal** จากการควบคุมตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง อย่างไรก็ตามชั้นเคลือบมีความหนาไม่มากนักและอุปกรณ์ซับซ้อนและราคาแพง นอกจากนี้ยังพบว่าโดยมากจะทำกรอบชุบความร้อนแบบ **PIII** กับวัสดุที่เป็นสแตนเลสเพื่อเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนมากกว่าทำกับอะลูมิเนียม



รูปที่ 2.5 กราฟแสดงค่า ปริมาณไนโตรเจนเหลือค้าง (retained dose) กับอุณหภูมิ [4]

วิธีฝังไอออนและวิธีการเคลือบแบบสเปรย์ร้อนมีข้อจำกัดคือไม่สามารถทำการปรับปรุงผิวกับชิ้นงานที่มีรูปร่างที่ซับซ้อนได้ในกรณีของการการเคลือบแบบสเปรย์ร้อน ส่วนกรณีของการฝังไอออนพบว่าต้องใช้ความต่างศักย์ที่สูงมากรวมทั้งเครื่องมือมีราคาแพงและเกิดชั้นฟิล์มที่บาง ดังนั้นเพื่อแก้ปัญหาตรงส่วนนี้จึงลองใช้วิธีที่เรียกว่า พลาสมาไนตรายดิง

2.3 ไนตรายดิงจากก๊าซ

การทำไนตรายดิงจากก๊าซจะใช้ก๊าซที่มีไนโตรเจนเป็นตัวจ่ายไนโตรเจนสู่ชิ้นงานเนื่องจากไนโตรเจนเป็นก๊าซที่ไม่แตกตัวดังนั้นจึงไม่สามารถให้อะตอมไนโตรเจนแก่ชิ้นงานได้ การแพร่ซึมจะไม่เกิดขึ้น ดังนั้นจึงใช้ใช้ก๊าซแอมโมเนีย ดังสมการ $2\text{NH}_3 = 2\text{N}_2 + 3\text{H}_2$ [5] ซึ่งการทำให้ก๊าซแอมโมเนียแตกตัวจะอาศัยความร้อน วิธีการทำไนตรายดิงจากก๊าซมีข้อเสียที่ อัตราการแพร่ของอะตอมไนโตรเจนเข้าสู่ชิ้นงานต้องใช้เวลานานไม่สามารถควบคุมทิศทางการแพร่ของก๊าซไปยังชิ้นงานทำให้ก๊าซลอยห่างจากชิ้นงานและแพร่เข้าสู่ชิ้นงานน้อยขณะทำไนตรายดิงและถ้าเป็นกรณีที่ทำไนตรายดิงอะลูมิเนียมจะทำได้ยากเนื่องจากอะลูมิเนียมมีฟิล์มออกไซด์ (Al_2O_3) ดังนั้นโอกาสที่อะตอมไนโตรเจนแพร่สู่อะลูมิเนียมจึงเป็นไปได้ยากเนื่องจากอะตอมไนโตรเจนไม่มีพลังงานมาก

พอที่จะแพร่ทะลุผ่านชั้นฟิล์มดังกล่าว จะเห็นได้ว่าวิธีดังกล่าวมีความยุ่งยาก ดังนั้นปัจจุบันจึงหันมาใช้ในการทำในตรารายดิงแบบพลาสมา

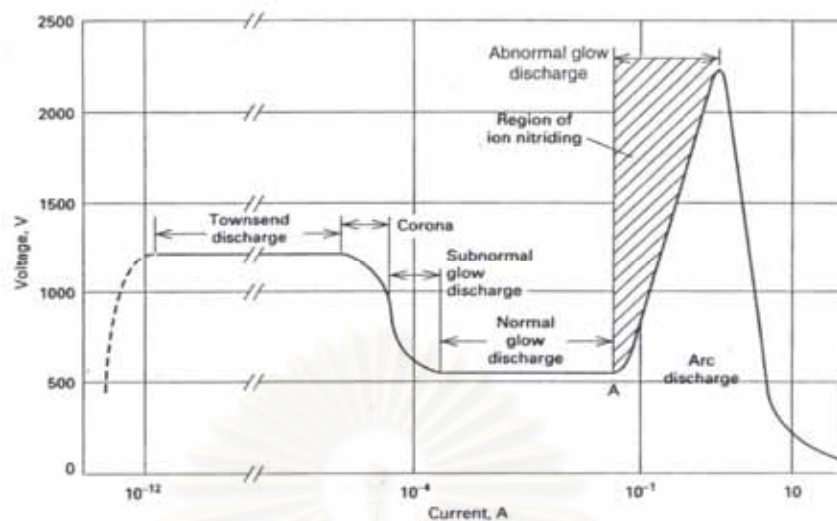
2.4 ในตรารายดิงจากพลาสมา

ในตรารายดิงแบบพลาสมาเป็นวิธีอาศัยสภาวะพลาสมาของไนโตรเจนเป็นตัวกลางในการเพิ่มปริมาณไนโตรเจนให้แก่ชิ้นงาน ไนโตรเจนจะมาจากไนโตรเจนผสมไฮโดรเจนหรือแอมโมเนียก็ได้สำหรับคำจำกัดความของพลาสมาพบว่า พลาสมา คือ สถานะหนึ่งของสสารที่เกิดขึ้นเมื่อก๊าซมีพลังงานมากกว่าศักย์ในการแตกตัวเป็นไอออน ทำให้ก๊าซในสภาวะนี้พยายามแตกตัวเป็นไอออนบวกและอิเล็กตรอน (ionize) ทำให้สถานะพลาสมาสามารถนำไฟฟ้าได้ [6] กระบวนการในตรารายดิงแบบพลาสมาจะวางชิ้นงานในเตาสัญญากาศและให้ชิ้นงานต่อเข้ากับขั้วลบ (คาโทด) และเตาสัญญากาศจะเชื่อมเข้ากับระบบไฟฟ้าซึ่งเป็นขั้วบวก (อานอด) บีมสัญญาณและระบบจ่ายก๊าซจะสูบลูกอากาศออกพร้อมกับปล่อยก๊าซที่ใช้ในกระบวนการ เมื่อควบคุมให้ได้สัญญาณที่ต้องการแล้วแรงดันไฟฟ้าจะถูกจ่ายให้กับชิ้นงานและผนังเตา ภายใต้แรงดันไฟฟ้าที่แตกต่างกันมารวมทั้งอยู่ในสัญญาณโมเลกุลอะตอมของก๊าซผสมจะถูกกระตุ้นให้แตกตัวออกเป็นไอออนเกิดปรากฏการณ์เรืองแสง เรียกว่า โกลดิสชาร์ต เกิดกระแสไฟฟ้าไหลระหว่างขั้วทั้งสอง กระแสไฟฟ้านี้จะเกิดจากอิเล็กตรอนประจุลบวิ่งเข้าสู่ขั้วบวก(อานอด) และ ไอออนประจุบวกวิ่งเข้าสู่ขั้วลบ(คาโทด) ไอออนประจุบวกวิ่งเข้าชนผิวชิ้นงานด้วยพลังงานจลน์มีค่าสูง ซึ่งพลังงานดังกล่าวยังถ่ายเทเป็นความร้อนให้แก่ชิ้นงาน และแพร่เข้าสู่ผิวชิ้นงาน ดังสมการ

$$E_{\text{ion}} = A + E_{\text{kin}} + Q$$

เมื่อ A = งานในการแยกอะตอมและอิเล็กตรอนออกจากผิวชิ้นงาน, E_{kin} = พลังงานจลน์ของอนุภาคที่แตกตัว, Q = พลังงานของไอออนที่เปลี่ยนเป็นความร้อน

ลักษณะของโกลดิสชาร์ตจะเกิดขึ้นได้ก๊าซต้องมีความดันต่ำ (เป็นสัญญาณปานกลาง-มาก) เพื่อให้เกิดความเข้าใจเกี่ยวกับหลักการของโกลดิสชาร์ตจะดูได้จาก Paschen curve (รูปที่2.6) จากรูปแสดงการคายประจุ (Discharge) ชนิดต่าง ๆ แบ่งตามแรงดันและกระแสไฟฟ้า ซึ่งช่วงที่ใช้งานในการทำพลาสมาจะเป็นช่วงที่เรียกว่า แอบนอร์มอล (Abnormal) เป็นช่วงที่ความต่างศักย์และกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เนื่องจากความหนาแน่นของกำลัง (Power densities) เพิ่มขึ้น แต่เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเกินช่วงการคายประจุแบบแอบนอร์มอลเล็กน้อย จะเริ่มเกิดการอาร์ค (Arc dis - charge) ดังนั้นต้องมีการควบคุมความต่างศักย์ให้อยู่ในช่วงการคายประจุแบบแอบนอร์มอล ขณะทำการในตรารายดิงแบบพลาสมา [5,7]



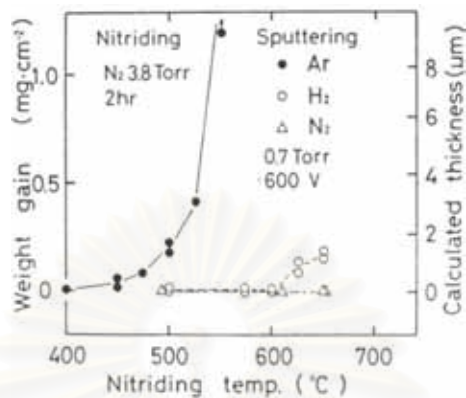
รูปที่ 2.6 Paschen curve แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์และกระแส [5]

การทำไนโตรายดิงแบบพลาสมาที่อะลูมิเนียมพบว่า จะเกิดการรวมตัวระหว่างอะลูมิเนียมกับไนโตรเจนกลายเป็นชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) มีคุณสมบัติที่ดี คือ ด้านทานการสึกหรอ, ด้านทานการกัดกร่อนและมีความแข็งแรงสูงแต่คุณสมบัติของอะลูมิเนียมพบว่าที่ผิวจะมีฟิล์มออกไซด์ (Al_2O_3) เป็นฟิล์มที่ด้านทานการกัดกร่อนให้กับอะลูมิเนียม ฟิล์มนี้จะขัดขวางไนโตรเจนแพร่เข้าสู่ผิวดังนั้นในการทำไนโตรายดิงแบบก๊าซจึงทำได้ยาก แต่ถ้าเป็นการทำไนโตรายดิงแบบพลาสมาจะมีกระบวนการที่เรียกว่าสปัตเตอริง (Sputtering) กระบวนการนี้จะเป็นการทำความสะอาดผิวชิ้นงานรวมทั้งกำจัดชั้นฟิล์มออกไซด์ (Al_2O_3) เพราะเมื่ออไอออนวิ่งชนผิวชิ้นงาน อะตอมโลหะจะแตกตัวในระหว่างการสปัตเตอริง พลังงานของอไอออนบางส่วนจะเปลี่ยนเป็นงานแยกอะตอมและอิเล็กตรอนออกจากผิวชิ้นงานและพลังงานจลน์ของอนุภาคที่แตกตัวดังนั้นก็ทั้งอะตอมของโลหะและไอออนเช่น คาร์บอน (C), ออกซิเจน (O) และไนโตรเจน (N) เป็นต้น จะถูกทำให้หลุดออก และประโยชน์ของกระบวนการสปัตเตอริงที่สำคัญคือ โลหะที่มีฟิล์มออกไซด์ปกคลุมสามารถปรับปรุงผิวแข็งได้ด้วยกระบวนการไนโตรายดิงแบบพลาสมา

2.5 การสปัตเตอริง

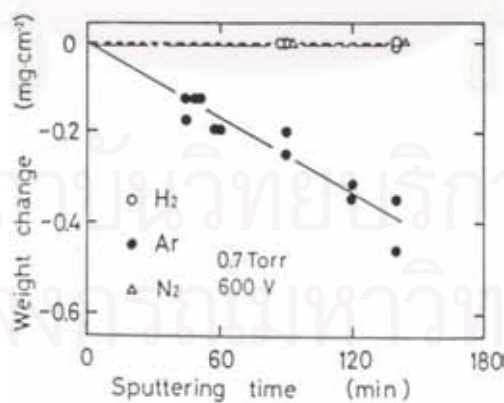
จุดประสงค์เพื่อกำจัดชั้นฟิล์มออกไซด์ โดยงานวิจัยของ Tohru Arai, Hironori Fujita และ Hideo Tachikawa [8] ได้ศึกษาผลของการสปัตเตอริงด้วย Ar, H_2 , N_2 ที่มีผลต่อผิวอะลูมิเนียมซึ่งการใช้อาร์กอนสปัตเตอริงก่อนการไนโตรายดิงแสดงความสัมพันธ์ดังรูปที่ 2.7 จากรูปพบว่า น้ำหนักชิ้นงานทดสอบเพิ่มขึ้นพร้อมกับการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิไนโตรายดิงจากการตรวจสอบจาก X-ray diffraction พบโครงสร้าง wurtzite ของชั้น AlN ทั้งนี้ น้ำหนักชิ้นงานที่เพิ่มขึ้นเป็นเพราะเกิดจาก

การฟอร์มชั้น AlN จะสังเกตได้ว่าถ้าสัปดาห์เตอริงโดยใช้ไฮโดรเจนหรือไนโตรเจนจนกระทั่งอุณหภูมิถึง 600°C น้ำหนักจะไม่เปลี่ยนแปลงมากนักดังนั้นการสัปดาห์เตอริงด้วยการใช้ไฮโดรเจนหรือไนโตรเจน ส่งผลต่อการฟอร์ม AlN ไม่ดีเท่าการสัปดาห์เตอริงจากอาร์กอน



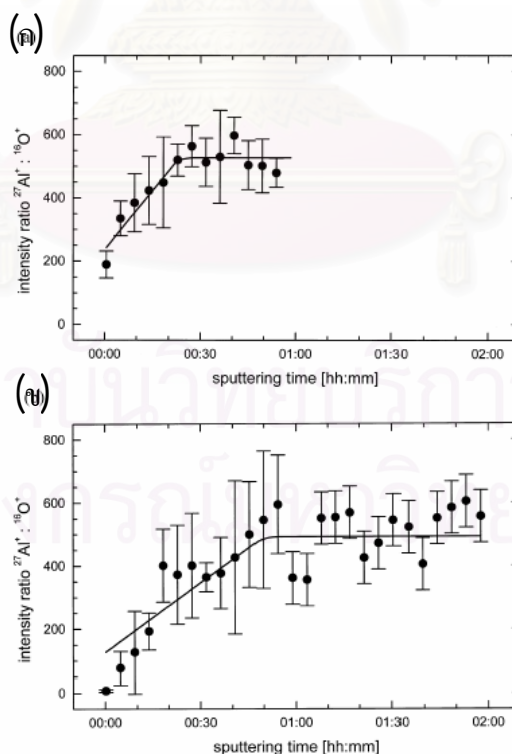
รูปที่ 2.7 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของชิ้นงาน 1050 หลังจากไนตรายดิงและอุณหภูมิไนตรายดิงโดยใช้ก๊าซในการสัปดาห์เตอริงแตกต่างกัน [8]

ความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและเวลาในการสัปดาห์เตอริง จากรูปที่ 2.8 แสดงผลของการสัปดาห์เตอริงโดยใช้ไฮโดรเจนหรือไนโตรเจนไม่ทำให้น้ำหนักเปลี่ยนแปลงแต่การสัปดาห์เตอริงจากอาร์กอนทำให้น้ำหนักลดลงเมื่อเพิ่มเวลา แสดงว่าการใช้อาร์กอนส่งผลให้เกิดการหลุดออกของอะตอมที่ผิวโลหะดังนั้นเมื่อชั้น (Al_2O_3) หลุดออกจะทำให้การแพร่ของอะตอมไนโตรเจนเข้าสู่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมได้ง่ายขึ้น



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของชิ้นงาน 1050 จากการสัปดาห์เตอริงและเวลาในการสัปดาห์เตอริง [8]

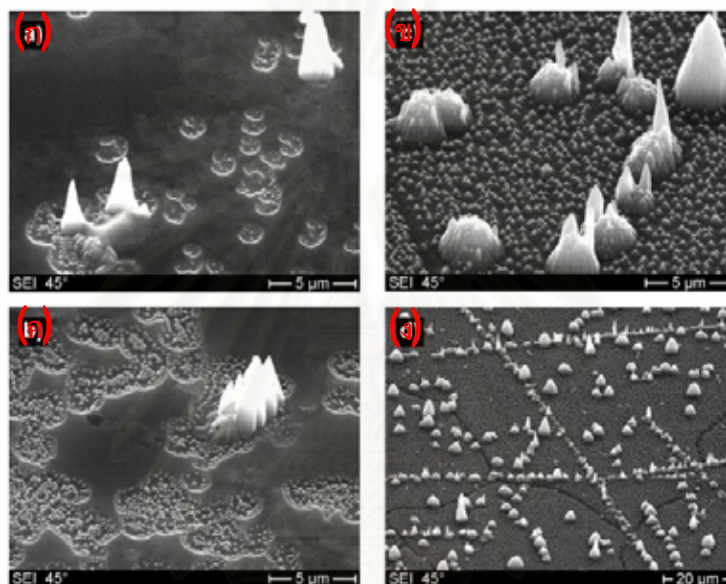
นอกจากนี้ยังมีการศึกษาเกี่ยวกับการสputtering ด้วยแก๊สอาร์กอนและอาร์กอนผสมไฮโดรเจนในงานวิจัยของ Michael Quast และคณะ [9] ได้กล่าวไว้ว่า ในการทำความสะอาดผิวชิ้นงานเพื่อกำจัด Al_2O_3 สามารถทำได้โดยการเพิ่มความดันของแก๊สอาร์กอนและอีกวิธีคือการผสมแก๊สอาร์กอนกับไฮโดรเจนในกระบวนการสputtering เพราะการทำเช่นนี้เป็นการเพิ่ม chemical etching เนื่องจากการเพิ่มไฮโดรเจนจะเป็นการช่วยลดความหนาที่ผิวและลดปริมาณออกซิเจนที่ผิวชิ้นงาน ในงานวิจัยนี้ได้นำชิ้นงานอะลูมิเนียมเกรด 1050 A (Al 99.5) และอะลูมิเนียมเกรด 2024 (AlCuMg2) มาทดลองด้วยกระบวนการพลาสมาไนตรายิ่งภายใต้สุญญากาศ 10^{-4} ปาสคาล ก่อนอื่นจะทำการทดลองด้วยการสputtering ด้วยอาร์กอนและอาร์กอนผสมไฮโดรเจนที่ความดันช่วง 15-21 ปาสคาลและให้ความร้อนกับชิ้นงานจาก $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลาในการทำ 0.5 ชม. ถึง 2 ชม. หลังจากนั้นจะทำไนตรายิ่งด้วยไนโตรเจน, ไนโตรเจนผสมอาร์กอนและไนโตรเจนผสมไฮโดรเจน ที่ความดันจาก 20 ถึง 50 ปาสคาลและอุณหภูมิจาก 400 ถึง $460\text{ }^{\circ}\text{C}$ ใช้เวลา 0.5 ชม. ถึง 2 ชม. ในขณะที่ทำพลาสมาไนตรายิ่งจะให้ความต่างศักย์ด้วยไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply) 600 โวลต์ ผลการทดลองในระหว่างกระบวนการสputtering จะถูกบันทึกค่าของมวลและการกระจายพลังงานของไอออนที่ชนผิวคาโทดแสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 สัดส่วนความเข้มของอะลูมิเนียมและออกซิเจนระหว่างกระบวนการสputtering

(ก) อะลูมิเนียมบริสุทธิ์ (20 Pa Ar, $450\text{ }^{\circ}\text{C}$) (ข) อะลูมิเนียมเกรด 2024 (15 Pa Ar, $400\text{ }^{\circ}\text{C}$) [9]

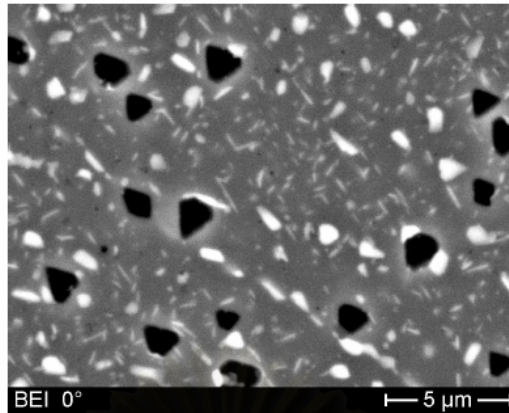
จากทั้งสองกราฟแสดงให้เห็นว่า การเพิ่มขึ้นของสัดส่วนอะลูมิเนียมกับออกซิเจนจะเริ่มคงที่เมื่อเวลาผ่านไป 25 และ 50 นาทีของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์และอะลูมิเนียมเกรด 2024 ตามลำดับ สำหรับเวลาที่ไม่ตรงกันที่จุดคงที่ที่เกิดจากความดันของอาร์กอนและอุณหภูมิที่ใช้ต่างกัน เมื่อตรวจสอบด้วย EPMA พบว่า เมื่อเริ่มแรกทำสัปดาห์แรกจะเกิดการฟอรม์ของชั้นออกไซด์หนาประมาณ 0.1 ไมครอนเมตร ปริมาณความเข้มข้นของออกไซด์ 65 at.% การหลุดออกของออกไซด์จะไม่สม่ำเสมอทั้งผิวแสดงดังรูปที่ 2.10 จากรูปจะเห็นว่าเกิดออกไซด์ขนาดเล็ก (oxide-free circle)



รูปที่ 2.10 ภาพจาก SEM ของชิ้นงานอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ที่ผ่านการสัปดาห์แรก ความดัน 20 ปาสคาล, 400 °C (ก) 30 นาที, (ข) 45 นาที, (ค) และ (ง) 60 นาที [9]

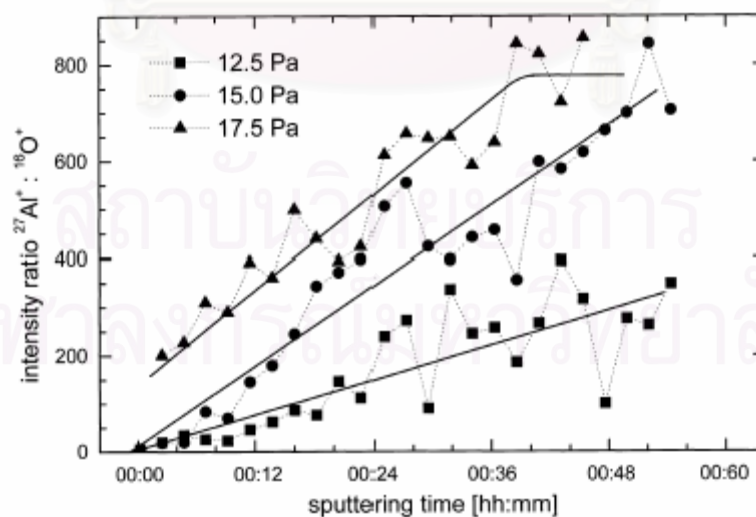
พื้นที่ของออกไซด์ที่เคยคลุมผิวชิ้นงานลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเวลาในการสัปดาห์แรกเพิ่มขึ้นและเกิด (oxide-free circle) ในลักษณะของทรงกรวย (cone formation) เกิดขึ้นอย่างฉับพลัน จึงเป็นสาเหตุการเกิดความหยาบที่ผิว หลังจากการสัปดาห์แรกผ่านไป 1 ชั่วโมงพบว่า ชั้นออกไซด์หลุดออกจากผิวอย่างสมบูรณ์ นอกจากนี้ผลการวิเคราะห์ EPMA และ TEM พบว่า การเกิด cone formation มีสารประกอบโลหะรวมอยู่ด้วย

สำหรับกรณีของอะลูมิเนียมเกรด 2024 ซึ่งมีแมกนีเซียม (Mg) ผสมอยู่ด้วยการตรวจสอบด้วย EPMA พบว่าก่อนทำสัปดาห์แรกมีแมกนีเซียมที่ผิว 2 at.% หลังการสัปดาห์แรกผ่านไป 30 นาที ปริมาณแมกนีเซียมที่พบในชั้นออกไซด์เพิ่มเป็น 6.5 at.% เมื่อเพิ่มเวลาสัปดาห์แรกอีก 30 นาทีพบว่าชั้นออกไซด์หลุดออกจนหมดสิ้นและไม่พบแมกนีเซียมอยู่ที่ผิว ซึ่งผลจากการสัปดาห์แรกทำให้บริเวณใกล้ผิวของโลหะอะลูมิเนียมผสมเกรด 2024 มีการเปลี่ยนแปลงโดยลักษณะที่เกิดจะเป็นรูที่ชั้นออกไซด์ และเกิดการตกผลึกของ AlCu ดังรูปที่ 2.11



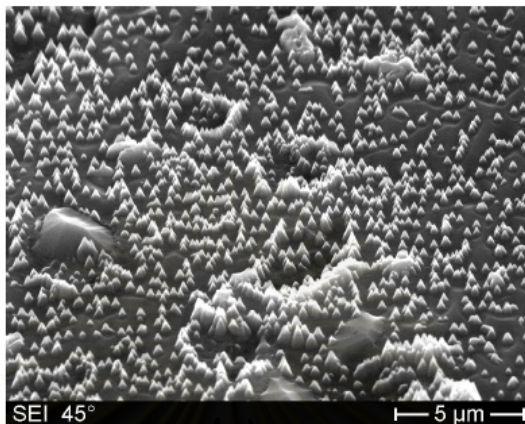
รูปที่ 2.11 ภาพจาก SEM (Backscattered electron image) ของ อะลูมิเนียมเกรด 2024 หลังการสปัตเตอริง 30 นาที (15 ปาสคาล, 400 °C)

อุณหภูมิและความดันแก๊สก็ส่งผลต่อการสปัตเตอริงเช่นกัน จากการทดลองพบว่าการทำสปัตเตอริงที่อุณหภูมิตั้งแต่ 275 °C ขึ้นไปจะเหมาะสมกับการทำสปัตเตอริงเพราะจะทำให้ออกไซด์หลุดออกจากผิวได้ดีที่สุด ส่วนความดันแก๊สอาร์กอนพบว่า การเพิ่มความดันจะทำให้เกิดการเพิ่มจำนวนของไอออนอาร์กอน ซึ่งมีผลต่อการทำพลาสมา ดังแสดงในรูปที่ 2.12 จากรูปจะเห็นว่าที่ความดันสูง ค่าสัดส่วนความเข้ม (intensity ratio) ของ Al : O₂ จะเพิ่มขึ้นตามเวลาในการสปัตเตอริง แต่เมื่อเพิ่มความดันขึ้นจะพบว่าค่าความดันสูงสุดที่เป็นไปได้ คือ 17.9 ปาสคาลและค่า intensity ratio ของ Al : O₂ จะเริ่มเข้าสู่สภาวะคงที่ ณ เวลา 40 นาที



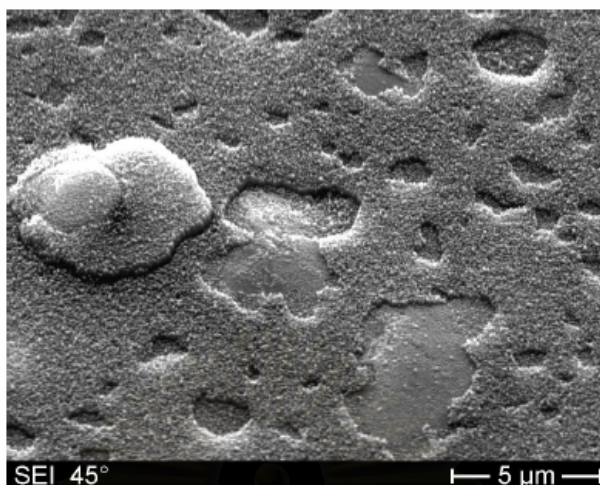
รูปที่ 2.12 อัตราส่วนความเข้มของไอออนอะลูมิเนียมและออกซิเจนระหว่างการสปัตเตอริงของเกรด 2024 (Ar, 400 °C) ที่ความดันต่างกัน [9]

การผสมไฮโดรเจนเข้ากับอาร์กอน มีอิทธิพลอย่างมากต่อการทำสปีดเตอริง สำหรับงานวิจัยนี้ได้ทำการเพิ่มไฮโดรเจน 10% เข้าผสมกับพลาสมาอาร์กอนในขั้นตอนการสปีดเตอริง ซึ่งชิ้นงานที่เป็นอะลูมิเนียมบริสุทธิ์แสดงดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 ภาพจาก SEM แสดงพื้นผิวของอะลูมิเนียมบริสุทธิ์หลังการสปีดเตอริง 0.5 ชม. ใน $Ar/H_2 = 10:1$ ความดัน 20 ปาสคาล , $410\text{ }^{\circ}\text{C}$ [9]

ผลที่ออกมาพบว่าความเร็วในการหลุดออกของออกไซด์มากกว่าการเกิด cone formation ส่วนในชิ้นงานอะลูมิเนียมเกรด 2024 พบว่าผิวมีความเรียบกว่าและเกิดหลุมที่ไม่ลึกมากที่ผิวไม่พบ cone formation ซึ่งผิวที่ต่างกันของสองชิ้นงานมาจากส่วนผสมทางเคมีของแต่ละชิ้น การทำสปีดเตอริงด้วยอาร์กอนผสมไฮโดรเจนสามารถลดออกซิเจนได้น้อยกว่า 5 at.% เมื่อเทียบกับสปีดเตอริงด้วยแก๊สอาร์กอนเพียงอย่างเดียว(12at.%) จากงานวิจัยนี้กล่าวได้ว่า การทำสปีดเตอริงส่งผลต่อลักษณะผิวที่หยาบขึ้น เนื่องจากการเกิด micro-cone formation ที่ผิวสูงประมาณ 10 นาโนเมตรแต่ทั้งนี้ อัตราการเกิดในทรายคิงของอะลูมิเนียมและการตกผลึก(precipitation)ที่ต่างกันก็จะส่งผลต่อขนาดของ cone formation ที่ต่างกันด้วย ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ซึ่งแสดงลักษณะผิวของชิ้นงานอะลูมิเนียมเกรด 2024 ภายหลังจากทำในทรายคิง 30 นาที จากรูปพบว่าสัมพันธ์กับการตกผลึกของ AlCu ที่เกิดขึ้น ซึ่งชั้นในทรายคิงที่เกิด คือ AlN (Hexagonal Aluminium Nitride) ความหนาของชั้นในทรายคิงขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ เพราะเมื่อลดอุณหภูมิลงมาที่ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะไม่เกิดชั้นในทรายคิงที่อัดแน่นบนผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ ในกระบวนการสปีดเตอริงแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนหลักๆ คือ 1.การเกิดชั้นออกไซด์ 2.การหลุดออกของชั้นออกไซด์และ3.เกิดการสปีดเตอริงที่ผิวของสารประกอบโลหะและความหยาบผิวเกิดขึ้นเนื่องจากเกิด cone formation



รูปที่ 2.14 ภาพ SEM ของพื้นผิวอะลูมิเนียมเกรด 2024 หลังการสับตัดเอริงใน Ar/H_2 (4:1) ความดัน 16.5 ปาสคาล, 400°C และในทรายดิง 0.5 ซ.ม. ใน N_2/H_2 (5:1) ความดัน 35 ปาสคาล, 400°C [9]

กระบวนการสับตัดเอริงเริ่มด้วยการฟอร์มชั้นออกไซด์หนาประมาณ 0.1 ไมครอนเมตร ชั้นออกไซด์ดังกล่าวสมมติฐานว่าเกิดจากน้ำบางส่วนตกค้างที่ผนังแชมเบอร์ หลังจากนั้นเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิให้กับชิ้นงาน 350°C ทำให้น้ำระเหยออกมาจากผนังแชมเบอร์ส่วนผสมทางเคมีของชั้นออกไซด์ขึ้นอยู่กับวัสดุแต่ละชนิดแนวโน้มในการเกิดชั้นออกไซด์ลดลงพร้อมกับการลดลงของอุณหภูมิชิ้นงานยิ่งถ้าอุณหภูมิต่ำกว่า 275°C จะไม่พบการโตของชั้นออกไซด์ การหลุดของออกไซด์จะไม่สม่ำเสมอ ซึ่งความไม่สม่ำเสมอของผิวนำไปสู่การเกิด cone formation ซึ่งระหว่างกระบวนการไนตรายดิงอาจเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่ผิวชิ้นงานเล็กน้อยเช่นในกรณีของอะลูมิเนียมเกรด 2024 จะเกิดการตกผลึกของ AlCu และมีโอกาสที่จะเกิดเป็นรูเล็กๆ บนผิวชิ้นงาน

2.6 การสร้างพลาสมาจากไฟฟ้ากระแสตรง (DC)

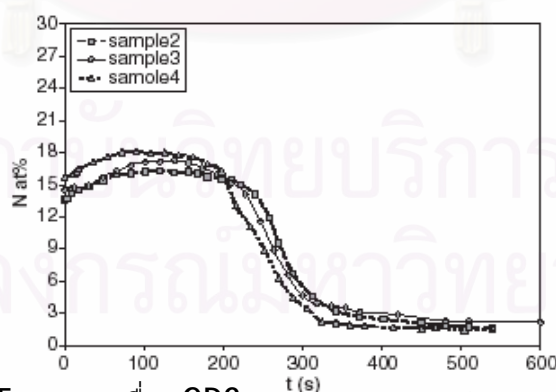
การสร้างพลาสมาจากไฟฟ้ากระแสตรงจะอาศัยความต่างศักย์เพื่อกระตุ้นโมเลกุลและอะตอมของก๊าซผสมให้แตกตัวออกเป็นอิออนและเกิดกระแสไฟฟ้าไหลระหว่างขั้วทั้งสอง กระแสไฟฟ้าจะเกิดจากอิเล็กตรอนประจุลบวิ่งเข้าสู่ขั้วบวก(คาโทด) และอิออนประจุบวกวิ่งเข้าสู่ลบ(แอโนด) อิออนประจุบวกวิ่งเข้าชนผิวชิ้นงานด้วยพลังงานจลน์มีค่าสูง ซึ่งพลังงานดังกล่าวยังถ่ายเทเป็นความร้อนให้แก่ชิ้นงานและแพร่เข้าสู่ผิวชิ้นงาน พบว่าถ้ายังต้องการกระตุ้นให้เกิดการแตกตัวของอะตอมมาก ยิ่งต้องเพิ่มความต่างศักย์ให้มากยิ่งขึ้น ซึ่งพบว่าชิ้นงานที่ทำไนตรายดิงวิธีนี้จะ

เกิดความร้อนที่ขึ้นงานสูงซึ่งอาจทำให้เกิดความเค้นระหว่างชั้น AlN และเนื้อวัสดุหลังการเย็นตัว งานวิจัยของ M.Moradshahi, T.Tavakoli, S.Amiri และ Sh.Shayeganmehr [10] ศึกษาการทำไนโตรรายดิงแบบพลาสมาที่เกิดจากไฟฟ้ากระแสตรงกับขึ้นงานโลหะผสมอะลูมิเนียม ขึ้นงานที่ใช้ทดสอบเป็นโลหะผสมอะลูมิเนียมเกรด 1100 โดยให้ความต่างศักย์อยู่ที่ 700 V. และอุณหภูมิ $400^{\circ}C$ จากผลการทดลองหลังจากทำไนโตรรายดิงของขึ้นงาน 1100 ที่ความดันต่างกัสดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ผลการทดลองการทำไนโตรรายดิงขึ้นงาน 1100 ที่ความดันต่างกัสดังตารางที่ 2.2

Sample No.	Pressure (Pa)	Temp. ($^{\circ}C$)	N_2/H_2	Time (h.)
2	46.5	400	4/1	8
3	60	400	4/1	8
4	80	400	4/1	8

การกระจายตัวของอะตอมที่เกิดจากอิทธิพลของความดันก๊าซ(แรงดันไฟฟ้า)ขณะทำไนโตรรายดิงแสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.15 ผลจากเครื่อง GDS แสดงการกระจายตัวของอะตอมไนโตรเจนแพร่ลึกเข้าไปในเนื้ออะลูมิเนียม 1100 ของขึ้นงาน 2, 3 และ 4.[10]

พบว่าความเข้มข้นของไนโตรเจนช่วงที่เป็นชั้นไนโตรรายด์ ในขึ้นงานที่ 4 จะมีค่าความเข้มข้นมากที่สุดเมื่อเทียบกับขึ้นงานที่ 2 และ 3 แสดงว่าความดันก๊าซเพิ่มขึ้นทำให้ความเข้มข้นของไนโตรเจน

เพิ่มขึ้นด้วยเพราะความดันสูงจะทำให้จำนวนแก๊สมีมากและพร้อมที่จะแตกตัวเป็นไอออน ส่งผลต่อการเกิดชั้น AIN ได้ดี ชั้น AIN จากการทดลองมีความหนาอยู่ที่ประมาณ $2.2 \mu\text{m}$. และความเข้มข้นของไนโตรเจนอยู่ที่ 35-40% เมื่อตรวจสอบ XRD พบว่าเกิด เฟส AIN แบบ face centered cubic รวมทั้ง fcc metallic อะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมออกไซด์

นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยเกี่ยวกับพลาสมาไนตรายดิงชนิดไฟฟ้ากระแสตรงของ

P. Visuttipitukul และ T. Aizawa [11] ได้กล่าวถึงการทำให้พลาสมาไนตรายดิงแบบไฟฟ้ากระแสตรงกับชิ้นงานที่เป็นอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมผสมเพื่อศึกษาอิทธิพลทาง physical, chemical และ precipitation ที่เกิดขึ้นในขณะการทำไนตรายดิง ในทางกายภาพ (Physical) จะพิจารณาขนาดเกรนที่เล็กลงที่มีอิทธิพลต่อชั้นไนตรายด์ ทางเคมี (Chemical) จะพิจารณาถึงการเกิด TiN ร่วมกับการเกิด AIN และสุดท้ายการตกผลึก (Precipitation) จะพิจารณาการตกผลึกของ Al_2Cu เป็นหลัก ซึ่งผู้วิจัยได้กล่าวไว้ว่า ในกระบวนการไนตรายดิงจะประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลัก คือ pre-sputtering, nucleation และ growth ซึ่งกระบวนการ pre-sputtering เป็นขั้นตอนในการกำจัดชั้นออกไซด์ (Al_2O_3) บนผิวอะลูมิเนียมเพราะชั้นออกไซด์ดังกล่าวจะขัดขวางการแพร่ของไอออนไนโตรเจนเข้าสู่ชิ้นงาน หลังจากผ่านกระบวนการนี้จะเข้าสู่ช่วงที่เป็น nucleation ซึ่งจะเกิด AIN เป็นเม็ดเล็กๆ หรือเกาะกันเป็นกลุ่มบนผิวชิ้นงานอะลูมิเนียม หลังจากที่เกิดเคลือบทั่วทั้งผิวแล้วการโต (growth) ของชั้นไนตรายด์จะถูกควบคุมด้วยการแพร่ของไนโตรเจน ชิ้นงานที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย อะลูมิเนียมที่ผ่านการหล่อ, ขึ้นรูปด้วยวิธี bulk mechanical alloying (BMA) อะลูมิเนียมผสม 1 wt% ไทเทเนียม ด้วยวิธี BMA และ Al-6Cu-0.5 Mg (wt-%) ด้วยการหล่อที่อุณหภูมิ 923 K. ในขั้นตอนการทำพลาสมาจะระบบจะอยู่ภายใต้สภาวะที่เป็นสุญญากาศความดันน้อยกว่า 2.66 ปาสคาล หลังจากนั้นจะปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้าจนความดันถึง 133.3 ปาสคาลทำการเพิ่มอุณหภูมิให้กับชิ้นงานตามที่ต้องการพร้อมกับทำให้ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เพื่อทำการสปัตเตอริง หลังจากผ่านการสปัตเตอริงแล้วก็เข้าสู่ขั้นตอนการทำไนตรายดิงโดยปล่อยไนโตรเจนต่อไฮโดรเจนในสัดส่วน 3:1 จนความดันคงที่ 533.3 ปาสคาลพร้อมกับให้ความต่างศักย์ 200 โวลต์ จากการทดลองพบว่า ลักษณะผิวของชิ้นงานจะเปลี่ยนจากสี metallic shinning เป็น dark grey หรือ shinny black สีของชิ้นงานบ่งบอกถึง hexagonal AIN ซึ่งผลจาก XPS และ TEM ต่างก็ยืนยันถึงการเกิดชั้น AIN พบว่าเมื่อเวลาในการทำไนตรายดิงเพิ่มความหนาของชั้นไนตรายด์ก็จะเพิ่มขึ้นและจาก binary phase diagram ของ Al-N พบว่าความสามารถในการละลายได้ของไนโตรเจนใน AIN เท่ากับ $3 \times 10^{-4} \text{ at-\%}$ ที่อุณหภูมิ 823 เคลวิน นอกจากนี้พบว่าขนาดของเกรนก็มีผลกับการทำให้พลาสมาไนตรายดิง

ซึ่งจากงานวิจัยนี้ได้ทดลองกับอะลูมิเนียมที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยวิธี BMA ทำให้ขนาดเกรนลดลงจาก 40 ไมครอนเมตรเหลือเพียง 1 ไมครอนเมตร และเมื่อนำผลการทดลองมาเทียบกับ

อะลูมิเนียมที่ผ่านการหล่อพบว่าความหนาของชั้นไนโตรรายด์ของอะลูมิเนียมที่ผ่านการหล่อ 3 μm แต่ชั้นงานที่ผ่านการอัดด้วยวิธี BMA หนา 19 ไมครอนเมตร แสดงว่าขนาดเกรนมีผลต่อการเกิดชั้น AIN ส่วนชั้นงานที่เกิด TiN ร่วมกับ AIN พบว่า TiN ก็มีอิทธิพลกับการเกิด AIN ด้วย ในการทดลองนี้ได้ทดสอบและวิเคราะห์ชั้นงานที่ไม่ผสม Ti กับผสม 1 wt%Ti พบว่าชั้นงานที่ผสมเกิดชั้นไนโตรรายด์ความหนา 3 ไมครอนเมตร โดยไม่ต้องทำการสปัตเตอริงก่อนแต่ชั้นงานที่ไม่มี Ti ผสมอยู่ไม่เกิดชั้นไนโตรรายด์

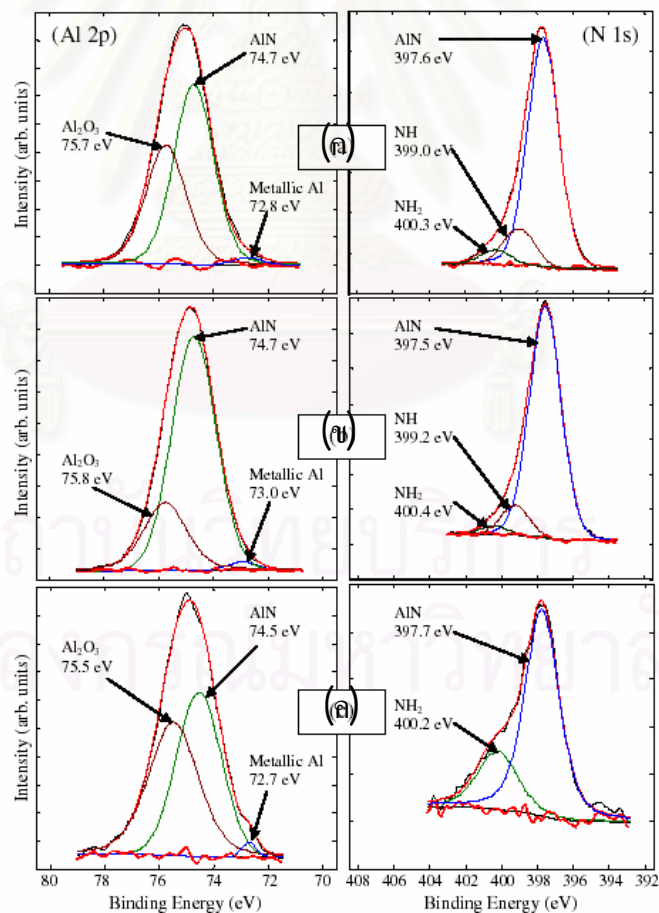
นอกจากนี้ยังศึกษาโลหะผสม Al-6Cu-0.5Mg เพื่อดูผลที่มาจาก การตกผลึก (precipitation) พบว่าชั้นงานดังกล่าวเกิดชั้นไนโตรรายด์ที่ค่อนข้างสม่ำเสมอทั่วชั้นงานวัดความหนาได้ 80-90 μm ลักษณะของชั้นไนโตรรายด์จาก SEM ในภาพตัดขวางพบว่าโครงสร้างเป็น columnar โดยแต่ละ columnar มีขนาดประมาณ 20-30 ไมครอนเมตร และจากผลการวิเคราะห์ด้วย GIXD และ EDX พบว่า columnar ดังกล่าวประกอบด้วย AIN และ Al_2Cu นอกจากนี้สัมประสิทธิ์การแพร่ของไนโตรเจนจะต่ำลงในชั้น AIN และไม่พบการละลายของไนโตรเจนใน Al_2Cu ดังนั้นเส้นทางการแพร่ของไนโตรเจนในกระบวนการไนโตรรายด์ก็คือ ระหว่างขอบเกรน (interfacial boundaries) ของ AIN และ Al_2Cu และความแข็งของชั้นไนโตรรายด์ประมาณ 1400 Hv. และ Al_2Cu 250-350 Hv. จากทั้งหมดที่กล่าวมากล่าวได้ว่าในทางกายภาพอัตราการเกิดชั้นไนโตรรายด์ช้าเพราะสัมประสิทธิ์การแพร่ของไนโตรเจนที่ต่ำ สามารถปรับปรุงกลไกในการทำไนโตรรายด์ได้ด้วยการลดขนาดเกรนให้เล็กลง สำหรับในทางเคมี (Chemical) พบว่าการเกิดร่วมกันของ TiN กับ AIN จะเพิ่มประสิทธิภาพในกระบวนการ nucleation ขณะทำไนโตรรายด์ได้และการศึกษาอิทธิพลของการตกผลึกพบว่า การตกผลึกของ Al_2Cu จะลดเวลาในช่วง incubation และการตกผลึก (precipitate) ของ Al_2Cu จะยังเป็นตัวเร่งการเกิด AIN บนผิวของโลหะอะลูมิเนียมผสม เพราะขนาดเกรนที่เล็กลงจะเพิ่มพื้นที่ขอบเกรนส่งผลให้เกิดการแพร่ของไนโตรเจนได้ดีขึ้นและในการเกิด Al_2Cu อีกครั้งขณะทำไนโตรรายด์จะเกิดขอบเกรน (interfacial boundary) ระหว่าง AIN กับ Al_2Cu ซึ่งสอดคล้องกับอัตราการเกิดที่เร็วขึ้นของชั้นไนโตรรายด์

2.7 การสร้างพลาสมาจากความถี่คลื่นวิทยุ (RF)

การสร้างพลาสมาจากความถี่คลื่นวิทยุจะอาศัยขดลวดที่มีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านเหนี่ยวนำให้เกิดพลาสมา ดังนั้นจะไม่เกิดความร้อนที่ชิ้นงานเพราะไม่ต้องใช้ความต่างศักย์ในการกระตุ้นให้เกิดพลาสมาเพียงอาศัยค่าที่เป็นลบเพื่อจะดึงดูอะตอมไนโตรเจนมาเข้าสู่ชิ้นงานเท่านั้น งานวิจัยของ Sabina Gredelj, Sunil Kumar, Andrea R และ Giuseppe P.cavallaro [12] ศึกษาเกี่ยวกับการทำไนโตรรายด์ด้วยการสร้างพลาสมาจากความถี่คลื่นวิทยุที่กำลังต่างกัน (Radio frequency plasma nitriding of aluminium at higher power levels) งานวิจัยนี้ใช้ชิ้นงานทดลองเป็น

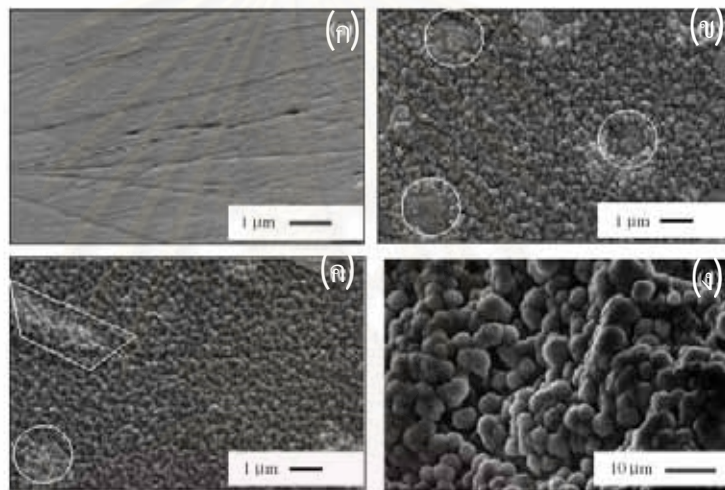
อะลูมิเนียมเกรด 2011 และกำหนดความถี่คลื่นวิทยุที่กำลัง 500 วัตต์ และ 700 วัตต์ กำหนดอุณหภูมิ ขึ้นงานอยู่ที่ 500 °C เพื่อดูสัดส่วนของ AlN/Al₂O₃ และเปรียบเทียบกับกำลังความถี่คลื่นวิทยุ 100 วัตต์ อุณหภูมิผิวขึ้นงาน 575 °C

การทดลองครั้งแรกใช้ RF power ที่ 100 วัตต์ ความดัน 8.7×10^{-1} ปาสคาล อุณหภูมิ ขึ้นงาน (substrate) 575 °C และใช้เวลาในการทำในตรายดิง 180 นาที ผลที่ได้รับ คือ ชั้นผิว AlN มีลักษณะไม่เรียบและยังพบ Al₂O₃ ในชั้น AlN ด้วย จากผลดังกล่าวพบว่า ยิ่งเพิ่มอุณหภูมิในตราย ดิงและเวลาให้มากขึ้นจะยิ่งเป็นการเพิ่มสัดส่วน AlN ให้มากขึ้นและลดสัดส่วนที่เป็น Al₂O₃ น้อยลง แต่ในทางกลับกันยิ่งเพิ่มอุณหภูมิก็ยิ่งส่งผลต่อผิวขึ้นงานที่หยาบมากขึ้นแต่เมื่อลดอุณหภูมิขึ้นงาน ให้อยู่ที่ 500 °C และใช้กำลังความถี่วิทยุที่ 500 วัตต์ และ 700 วัตต์ พบว่าพลาสมาที่เกิดมีความหนาแน่นมากขึ้นเพราะแก๊สได้รับพลังงานสูงขึ้นในการแตกตัวเป็นไอออนทำให้มีปริมาณไอออนมากพอที่จะทำปฏิกิริยากับชั้นงานทดลองขณะทำในตรายดิง ในการแตกตัวเป็นไอออนซึ่งผลจากการทดลองดังกล่าวตรวจสอบโดยใช้ XPS (X-ray photoelectron spectra) แสดงดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 (ก) Al 2p and N 1s photoelectron ของอะลูมิเนียม 2011 ที่ทำในตรายดิง (ข) 500 °C using a rf power level of 700 W. (ค) 575 °C using rf power level of 100 W. [12]

ซึ่งรูปที่ 2.16(ก) แสดงผล Al₂p และ N₁s ที่ RF power 500 วัตต์พบว่าเกิด AlN 58% และปริมาณ N ที่ผิววัดได้ 35% ซึ่งมากกว่าการใช้ RF power ที่ 100 วัตต์ รูปที่ 2.16(ข) แสดง RF power ที่ระดับ 700 วัตต์ พบว่าเกิด AlN 75% และปริมาณ N ที่ผิววัดได้ 33% จากผลการทดลองแสดงว่าที่ RF power 700 วัตต์เกิด AlN ได้ดีกว่า 500 วัตต์ นอกจากนี้พบว่าที่ กำลังไฟฟ้าสูงจะส่งผลต่อการเกิด สัดส่วนของ AlN/(NH + NH₂) ได้ดีกว่าที่ กำลังไฟฟ้าต่ำ ผลจาก SEM จะพบว่าเมื่อขึ้นงานผ่านการ ทำไนตรายดิง ลักษณะผิวจะเกิดปุ่มเม็ดเล็กๆ ดังรูป 2.17 จะเห็นว่าเมื่อ RF power สูงขึ้นเม็ดดังกล่าว จะมีขนาดเล็กลงและปกคลุมผิวค่อนข้างสม่ำเสมอมากขึ้น เนื่องจากว่ากำลังความถี่วิทยุสูงขึ้นจะ เกิด AlN/Al₂O₃ สูงด้วยเพราะกำลังไฟฟ้าจะส่งผลให้เกิดการแตกตัวของอิออนและทำให้อิออนมี พลังงานจลน์สูงขึ้นด้วย



รูปที่ 2.17 ภาพ SEM ของ Al 2011 (ก) ผิวขึ้นงานที่ขัดก่อนการทำไนตรายดิง, (ข) ขึ้นงานอุณหภูมิ 500 °C, Rf power 500 W. (ค) ผิวขึ้นงานอุณหภูมิ 500 °C, RF power 700 W. (ง) ขึ้นงานอุณหภูมิ 575 °C ใช้ Rf power 100 W. [12]

นอกจากนี้ยังเกิดอนุภาค CuAl₂ (รูป 2.17 ข และ 2.17 ค) ลักษณะที่เห็นจะมีขนาดเล็กกว่า 2 μm. เห็นได้ชัดเจนที่ 700 วัตต์ จะเห็นว่าการทำไนตรายดิงที่ RF power 500 และ 700 วัตต์ อุณหภูมิ ขึ้นงาน 500 °C จะได้ผิวที่ผ่านการทำไนตรายดิงเรียกว่า ที่ 100 วัตต์ ซึ่งจะพบว่าที่ กำลังความถี่วิทยุ สูงจะเกิด AlN/Al₂O₃ และ AlN/(NH+NH₂) สูงด้วยเนื่องจากเกิดการแตกตัวเป็นอิออนสูงส่งผลให้เกิด การฟอร์มชั้นไนตรายดิงได้ดี

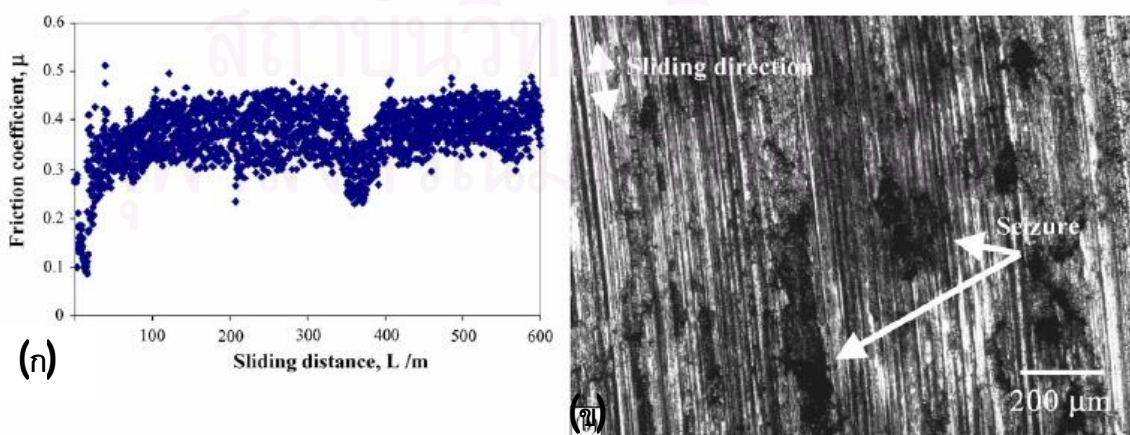
2.8 อิทธิพลจากส่วนผสมของก๊าซต่อการทำพลาสมาไนตรายดิง

การศึกษาของ M.Moradshahi, T.Tavakoli, S.Amiri และ Sh.Shayeganmehr [10]

ได้ศึกษาผลของส่วนผสมของแก๊สที่มีต่อลักษณะของชั้นไนตรายดิงโดยศึกษาส่วนผสมของแก๊สไฮโดรเจนและไนโตรเจนโดยแบ่งออกเป็น H_2 10%, H_2 20% และ H_2 40% พบว่าความหยาบผิวชั้นงานจะลดลงเมื่อสัดส่วน H_2 เพิ่มมากขึ้น จากผลการทดลองพบว่าอัตราส่วน H_2 20% จะเกิดชั้น AIN ได้ดีที่สุดเมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่นๆ ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มปริมาณ H_2 ในอัตราส่วนที่เหมาะสมจะส่งผลต่อการชนกันของอิออนที่พอเหมาะในพลาสมาทำให้อิออนมีพลังงานจลน์ที่มากพอจะสามารถแทรกเข้าไปที่ผิวชั้นงาน นอกจากนี้ H_2 ยังทำให้เกิดชนิดอิออนไนโตรเจนที่หลากหลายและมากพอที่จะทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมเกิดเป็นชั้น AIN ดังนั้นอัตราส่วนของแก๊สมีความสำคัญต่อการทำพลาสมาไนตรายดิง

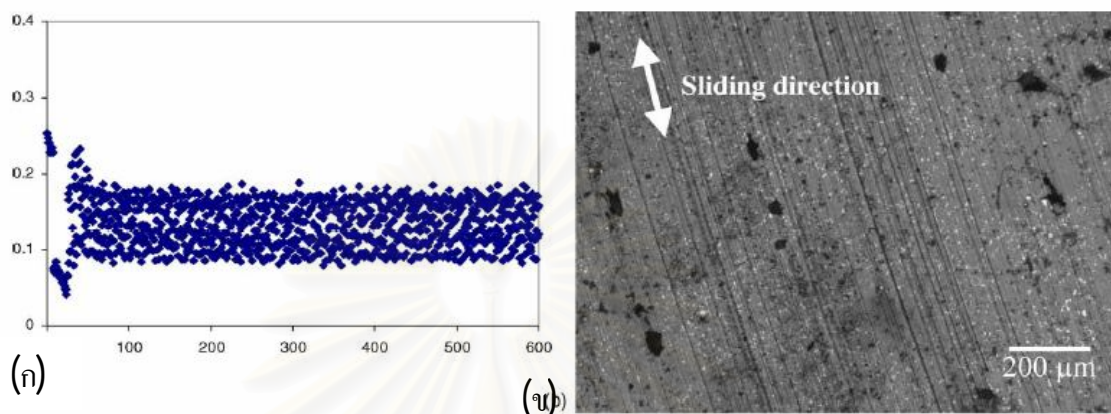
2.9 คุณสมบัติความต้านทานการสึกหรอและความต้านทานการกัดกร่อนของ AIN

งานวิจัยของ P.Vissutipitukul และ T.Aizawa [13] ได้ศึกษาเกี่ยวกับความต้านทานการสึกหรอของชั้นงานอะลูมิเนียมที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิง ซึ่งได้กล่าวถึงคุณสมบัติของชั้นไนตรายดิง (AIN) เกี่ยวกับความสามารถในการเพิ่มความต้านทานการสึกหรอให้กับอะลูมิเนียมและลดค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน ในงานวิจัยนี้ใช้ชั้นงาน Al-Cu-Mg และอะลูมิเนียมที่มีส่วนผสมของธาตุต่างๆกันมาทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดไฟฟ้ากระแสตรง ที่อุณหภูมิ 723 - 873 เคลวิน ก่อนทำพลาสมาชั้นงานถูกสเปดเตอร์ด้วย N^+ หลังจากนั้นนำชั้นงานที่ผ่านการทำ DC พลาสมาไนตรายดิงมาทดสอบการสึกหรอด้วยวิธี pin-on-disc (Dry wear mode) โดยใช้แผ่นอะลูมินาเป็น counter material ในการทดสอบจะใช้อะลูมิเนียมเกรด A356 เป็นตัวอ้างอิง ซึ่งแต่เดิมนั้นอะลูมิเนียมเกรด A356 มีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทาน (friction coefficients) ในช่วงจาก 0.3 - 0.4 และค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 0.31 ดังแสดงในรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.18 Tribological performance ของอะลูมิเนียม A356 ที่ต้านอะลูมินา (ก) สัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่เพิ่มขึ้นตามระยะทาง (ข) ผิวชั้นงาน A356 ภายหลังการไถลเป็นระยะทาง 600 เมตร [13]

ในกรณีของชิ้นงานที่เป็น Al-Cu-Mg ค่าเฉลี่ยของสัมประสิทธิ์ความเสียดทาน (friction coefficients) อยู่ที่ 0.13 ดังแสดงในรูปที่ 2.19 (ก) และพบว่าปริมาณการสึกหรอ (wear volume) ของ Al-Cu-Mg] ลดลงเป็นครึ่งหนึ่งของอะลูมิเนียมเกรด A356 และไม่ปรากฏบริเวณที่เป็น seizure บนผิว ปริมาณการสึกหรอ (wear volume) แสดงดังตารางที่ 2.3



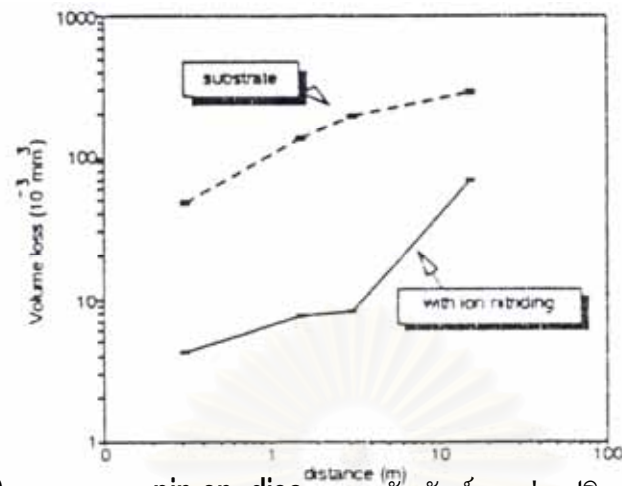
รูปที่ 2.19 Tribological performance ของอะลูมิเนียม Al-Cu-Mg ที่ด้านอะลูมินา (ก) สัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่เพิ่มขึ้นตามระยะทาง (ข) ผิวชิ้นงาน Al-Cu-Mg ภายหลังการไถลเป็นระยะทาง 600 เมตร [13]

ตารางที่ 2.3 แสดงการเปรียบเทียบ friction coefficient และ wear volume [13]

Material	Friction coefficient, μ	Wear volume ^a , W_v (m ³)
Al-Si alloys (A356)	0.31	1.74×10^{-9}
Al-Cu-Mg alloys	0.37	5.14×10^{-9}
Anodized A356 alloys	0.56	0.65×10^{-9}
Nitrided Al-Cu-Mg alloys	0.13	0.37×10^{-9}

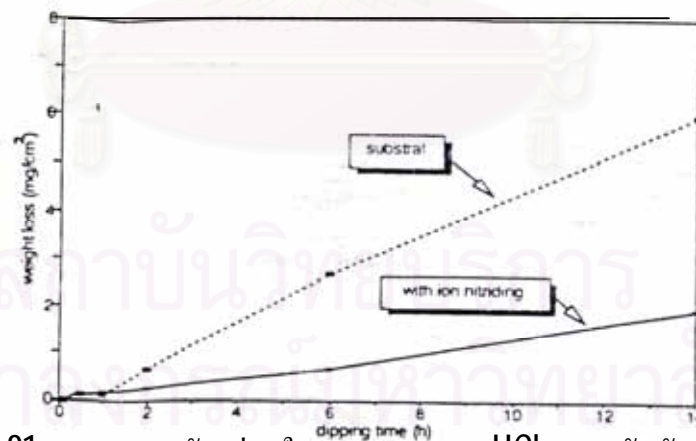
^a Wear volume was measured after the sliding distance of 600 m.

นอกจากคุณสมบัติของ AlN จะเพิ่มความต้านทานการสึกหรอแล้วยังเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนด้วย ดังงานวิจัยของ H-Y Chen, H-R Stock และ P.Mayr [14] ได้ทดสอบการสึกหรอของ AlN ด้วยวิธี pin-on-disc ด้วยโหลด 1.8 นิวตัน ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 การทดสอบ pin-on- disc, ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรที่หายไปกับระยะทาง: ชั้นงานอะลูมิเนียม Al99.5 และชั้นงานพลาสมาไนตรายดิงที่ 460 °C เป็นเวลา 6 ชม. ความหนาชั้น AlN 2 μm [14]

จากกราฟแสดงว่าหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงชั้นงานมีความต้านทานการกัดกร่อนเพิ่มขึ้น สำหรับความต้านทานการกัดกร่อนของอะลูมิเนียม Al99.5 ในสารละลายกรด HCl แสดงดังรูปที่ 2.21 พบว่าชั้นงานหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงสามารถเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนได้ พิจารณาได้จากกราฟ



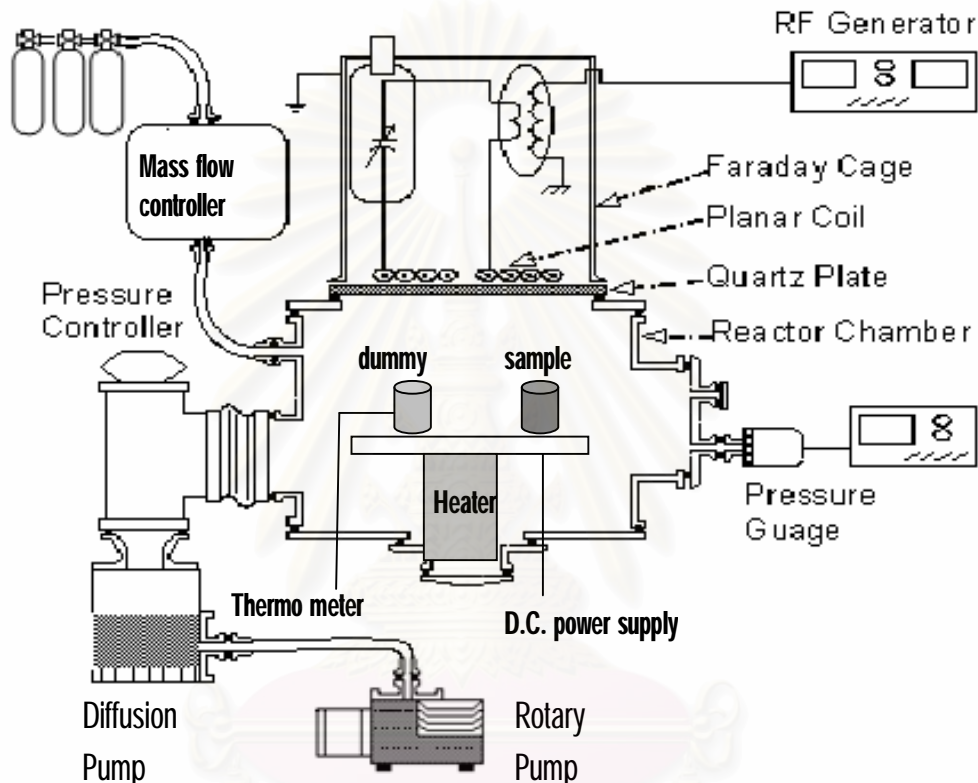
รูปที่ 2.21 ทดสอบการกัดกร่อนในสารละลายกรด HCl, ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการจุ่มกรดและน้ำหนักที่หายไป: ชั้นงานอะลูมิเนียม Al99.5 และชั้นงานพลาสมาไนตรายดิงที่ 460 °C เป็นเวลา 6 ชม. ความหนาชั้น AlN 2 μm [14]

จากผลการทดสอบข้างต้นแสดงว่าการทำพลาสมาไนตรายดิงสามารถเพิ่มความต้านทานการสึกหรอและความต้านทานการกัดกร่อนให้กับอะลูมิเนียมได้

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในการทำวิจัยครั้งนี้ เครื่องมือที่ใช้เป็นเครื่องพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุโดยมีลักษณะโครงสร้างและส่วนประกอบที่สำคัญดังรูป



รูปที่ 3.1 เครื่องมือในตรายดิงพลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

3.1 วัสดุที่ใช้ในการวิจัย

- 3.1.1 โลหะผสมอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก ตัดเป็นทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร และหนา 2 มิลลิเมตร
- 3.1.2 ก๊าซไนโตรเจน, ก๊าซไฮโดรเจนและอาร์กอน
- 3.1.3 กระจกทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1200, 2000 และ 4000 ผงขัดเพชรขนาด 1 ไมครอน
- 3.1.4 หลอดฮาโลเจน (Halogen)

- 3.1.5 ตัวต้านทาน
- 3.1.6 ตัวไดโอด
- 3.1.7 เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)
- 3.1.8 เทปคาร์บอน
- 3.1.9 เทอร์โมคอปเปอร์

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- 3.2.1 กล้องจุลทรรศน์แสง (Optical microscope) ใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชั้นผิวแข็ง
- 3.2.2 X-ray Diffractometer แบบ Glancing Incident-Angle X-ray Diffraction (GIXD) ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบที่ผิวชิ้นงานหลังทำในทรายดิงแบบพลาสมา
- 3.2.3 เครื่อง photoemission electron spectroscopy (XPS) ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบที่ผิวชิ้นงานหลังทำในทรายดิงแบบพลาสมา
- 3.2.3 เครื่องขัดใช้ในการเตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจสอบโครงสร้างและความแข็ง
- 3.2.4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) ใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

- 3.3.1 การเตรียมชิ้นงานก่อนทำในทรายดิงแบบพลาสมา

ตัดชิ้นงานโลหะอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนักให้ลักษณะเป็นทรงกระบอกขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8 เซนติเมตร และหนา 0.2 เซนติเมตรจากนั้นขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1200, 2000 และ 4000 ตามลำดับล้างชิ้นงานด้วยน้ำเปล่าหลังจากนั้นขัดด้วยผงเพชร 1 ไมครอน ล้างด้วยอะซิโตนด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป่าให้แห้งหลังจากนั้นนำไปเก็บในภาชนะที่ปิดมิดชิดและไม่มีควมชื้น
- 3.3.2 การปรับปรุงผิวด้วยในทรายดิงแบบพลาสมาชนิดคลื่นความถี่วิทยุ
 1. ก่อนนำชิ้นงานเข้าเครื่องล้างด้วยอะซิโตนด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที และเป่าลมเย็นให้แห้ง
 2. เช็ดแท่นอะลูมิเนียมด้วยอะซิโตนให้ทั่วก่อนวางชิ้นงาน
 3. ติดเทปคาร์บอนลงบนชิ้นงานและตัวดามี (dummy) เพื่อช่วยในการนำไฟฟ้า

4. ติดชิ้นงานและตัวด้ามี่ลงบนแท่นอะลูมิเนียม สอดเทอร์โมคอปเปอไรในตัวด้ามี่
5. ปิดแชนเบอร์ให้เรียบร้อย
6. ทำการสูบอากาศออกจากแชนเบอร์ด้วย **Rotary pump** จนอ่านค่าความดันได้ 3×10^{-2} torr หลังจากนั้นสูบอากาศโดยใช้ **diffusion pump** จนอ่านค่าความดันได้ 5.5×10^{-5} torr
7. เปิดตัวทำความร้อนให้ถึงอุณหภูมิที่ต้องการขณะเพิ่มอุณหภูมิต้องเปิดน้ำหล่อเย็นมายังแท่นเสียบหลอดเฮไลเจนตลอดเวลาเพื่อป้องกันหลอดขาด
8. เปิดแก๊สอาร์กอนเข้าแชนเบอร์ให้ได้ความดันที่ **1 torr** . และจุดพลาสมาเป็นเวลา **1 ชั่วโมง**ขณะเดียวกันจะให้ความต่างศักย์ที่ **150 V**.
9. หลังจากนั้นสูบแก๊สอาร์กอนออกให้ความดันลงต่ำที่สุด
10. ปลดปล่อยแก๊สไนโตรเจนและไฮโดรเจนในอัตราส่วน **N:H = 3:1** โดยใช้ **Mass Flow Controller**เป็นตัวควบคุมการไหลของแก๊สทำการจุดพลาสมาและให้ความต่างศักย์
11. ข้อควรระวังภายใน **2 ชั่วโมง**แรกต้องเฝ้าเรื่องตลอดเวลาเพราะระบบยังไม่นิ่ง (ความดันจะเปลี่ยนแปลงตลอดเวลา)
12. เนื่องจากภายในแชนเบอร์มีทั้งน้ำและไฟอยู่ด้วยกัน ต้องต่อท่อน้ำไม่ให้รั่วเด็ดขาด ซึ่งถ้ามีน้ำรั่วความดันจะเพิ่มสูงมากประมาณ **5-10 torr**.

ตารางที่ 3.1 สภาวะไนโตรรายดึงแบบพลาสมา

ชิ้นงานที่	เวลา,t (ชั่วโมง)	แรงดันไฟฟ้า (โวลต์)	อุณหภูมิ ชิ้นงาน (°C)	$P_{N_2} : P_{H_2}$	กระแสไฟฟ้า (แอมแปร์)	เวลา สเป็คเตอริง (ชั่วโมง)
1	9	100	room	3:1	0.1-0.2	1
2	9	150	room			
3	4	200	room			
4	9	200	room			
5	25	200	room			
6	9	250	room			
7	25	280	room			
8	9	250	150			
9	9	250	250			

10	16	250	250			
11	25	250	250			
12	36	250	250			
13	49	250	250			
14	9	250	350			
15	16	250	350			
16	25	250	350			
17	36	250	350			

3.3.3 ตรวจสอบเชิงคุณภาพบริเวณผิวชิ้นงาน

ทำการตรวจสอบชั้นผิวแข็งของชิ้นงานที่ทำในทรายดิงแบบพลาสติกด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุและสารประกอบ ได้แก่ X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) เครื่อง Glancing Incident-Angle X-ray Diffraction (GIXD), Atomic Force Microscope (AFM) และกล้องจุลทรรศน์แสง

3.3.4 การวิเคราะห์ข้อมูล

นำข้อมูลที่ได้จากการทดสอบตามขั้นตอนในหัวข้อข้างต้นวิเคราะห์ผลของความต่างศักย์ อุณหภูมิและเวลาในการทำในทรายดิงแบบพลาสติกที่มีต่อโครงสร้างชั้นโลหะผสมอะลูมิเนียมไนไตรด์และความหนาของชั้นผิวแข็ง (AIN) นำข้อมูลมาเปรียบเทียบตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อลักษณะชิ้นงานภายหลังการทำในทรายดิง ซึ่งส่งผลต่อความเข้าใจและเป็นข้อมูลพื้นฐานในการศึกษาความเป็นไปได้สำหรับการเกิดชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เกิดจากการทำในทรายดิงแบบพลาสติกที่ใช้แหล่งกำเนิดพลาสติกจากความถี่คลื่นวิทยุ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและอภิปรายผล

4.1 ลักษณะชิ้นงานภายหลังการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

4.1.1 ลักษณะของชิ้นงานภายหลังการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

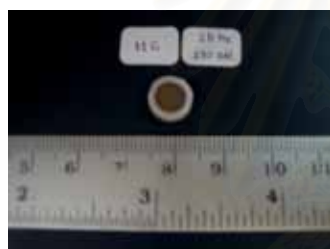
ชิ้นงานก่อนพลาสมาในตรายดิงเป็นชิ้นงานที่ผ่านการหล่อเป็นทรงกระบอกประกอบด้วย อะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก ดังแสดงในรูปที่ 4.1(ก)



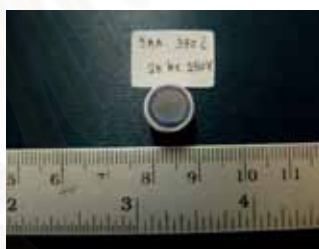
(ก) ชิ้นงานก่อนทำในตรายดิง



(ค) 25 ชม. 250°C



(ข) 25 ชม. อลูมิเนียมหุ้มห้อง



(ง) 25 ชม. 350°C

รูปที่ 4.1(ก) ชิ้นงานก่อนทำพลาสมาในตรายดิง (ข) ชิ้นงานพลาสมาในตรายดิง 25 ชม.

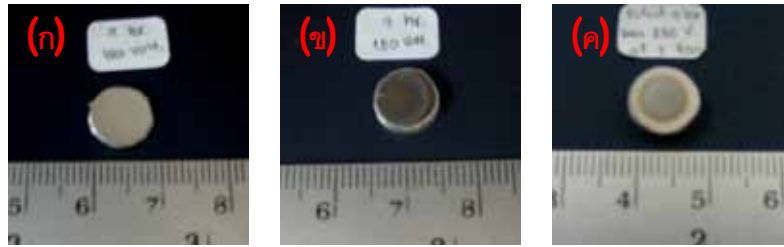
อลูมิเนียมหุ้มห้อง (ค) ชิ้นงานพลาสมาในตรายดิง 25 ชม. 250°C (ง) ชิ้นงานพลาสมาในตรายดิง 25 ชม. 350 °C

จากรูปที่ 4.1(ก) จะพบว่าชิ้นงานก่อนทำในตรายดิงจะมีลักษณะเป็นสีเงินและมีความมันวาวของโลหะอะลูมิเนียมที่ผ่านการขัดเตรียมผิวชิ้นงาน เมื่อผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงพบว่าสีของชิ้นงานเปลี่ยนแปลงโดยเกิดสีเทาดำขึ้นเป็นวงกลมอยู่ตรงใจกลางชิ้นงาน โดยที่สีเทาดำก็จะเปลี่ยนเป็นสีอื่นตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป ส่วนรูปที่ 4.1(ข) เป็นรูปชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่อุณหภูมิห้อง ลักษณะผิวของชิ้นงานจะมีสีเทาเข้มเป็นวงกลมตรงกลางชิ้นงาน ส่วนในรูปที่ 4.1(ค) เป็นชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุมาแล้ว 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 250°C ลักษณะผิวจะเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองอ่อน ในรูปที่ 4.1(ง) เป็นชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุมาแล้ว 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 350°C

จะเห็นว่าบริเวณดังกล่าวจะเป็นสีรุ้งประกอบด้วยสีเทา(วงนอกสุด), สีเขียว, สีม่วง,ชมพูและเหลือง (วงในสุด)ซึ่งในแต่ละอุณหภูมิสีรุ้งที่เกิดบนชิ้นงานก็จะประกอบด้วยสีที่ต่างกันออกไปและจากงานวิจัยของ Masato และ Takashi [15] ทำการทดลองด้วยวิธีการพลาสมาสเปตโตริงแบบคลื่นความถี่วิทยุโดยการใช้อะลูมิเนียมเป็นเป้า ซึ่งอุณหภูมิชิ้นงานจะอยู่ที่ 473 เคลวินและ 300 เคลวินพบว่าเกิดชั้นฟิล์ม AIN โดยที่สีของชั้น AIN ประกอบด้วย สีเมล็ดข้าว(wheat), ฟ้ำ(light-skyblue, สีน้ำตาลอมเหลือง(khaki) และสีม่วงเข้ม(light-plum) ซึ่งสีของชิ้นงานที่เปลี่ยนไปขึ้นอยู่กับความหนาของชั้นไนโตรายด์ (AIN) โดยความหนาชั้น AIN จะอยู่ที่ประมาณ 50-400 นาโนเมตร จากรูปที่ 4.1(ก, ข และ ค) จะเห็นว่าทุกชิ้นงานมีบริเวณที่เป็นขอบซึ่งมีผิวหยาบและไม่เงาเหมือนกับบริเวณกลางชิ้นงานทั้งนี้เนื่องจากบริเวณขอบชิ้นงานเป็นส่วนที่เป็นมุมทำให้บริเวณดังกล่าวมีความหนาแน่นกระแส (current density) สูงกว่าบริเวณอื่นจึงทำให้อิออนถูกดึงดูดจากความต่างศักย์ทางไฟฟ้ามาที่บริเวณขอบชิ้นงานมากกว่าบริเวณกลางชิ้นงานจึงเกิดการสเปตโตริงรุนแรงที่บริเวณดังกล่าวส่งผลให้เกิดความหยาบผิวมากและไม่เงาเหมือนบริเวณกลางชิ้นงานที่มีความหนาแน่นกระแสสม่ำเสมอเรียกชิ้นงานที่มีลักษณะการเกิดแบบนี้ว่าEdge effect ซึ่งงานวิจัยของ C.Alves Jr และคณะ [16] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการใช้ cathodic cage เข้ามาช่วยในการทำพลาสมาไนโตรายด์ดังกล่าวไว้ว่าการเกิดชั้นไนโตรายด์ในกระบวนการพลาสมาไนโตรายด์ชนิดไฟฟ้ากระแสตรงจะเกิดไม่สม่ำเสมอทั่วทั้งผิวหน้าชิ้นงาน เนื่องจากจะเกิดสิ่งที่เรียกกันว่า edge effect บริเวณขอบของชิ้นงาน แต่หลังจากได้ใช้ cathodic cage เข้ามาช่วยก็พบว่าสามารถแก้ปัญหา edge effect ได้ ลักษณะชิ้นงานที่เกิด edge effect ได้มีการยืนยันในงานวิจัยของ C.Alves Jr และคณะ ในลักษณะเดียวกับชิ้นงานในการทดลองครั้งนี้ จึงอาจกล่าวได้ว่าลักษณะชิ้นงานที่ผ่านการทำไนโตรายด์ชนิดคลื่นความถี่วิทยุเกิด edge effect ขึ้นเช่นกัน

4.1.2 อิทธิพลของความต่างศักย์ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะผิว

ความต่างศักย์คือตัวแปรที่มีความสำคัญกับการทำพลาสมาไนโตรายด์ชนิดคลื่นความถี่วิทยุ โดยจากรูปที่4.2ได้แสดงลักษณะผิวภายนอกของชิ้นงานที่ผ่านการทำไนโตรายด์ชนิดคลื่นความถี่วิทยุมาแล้ว 9 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องและให้ความต่างศักย์แต่ละชิ้นงานไม่เท่ากันโดยรูปที่ 4.2(ก) เป็นชิ้นงานที่ได้รับความต่างศักย์100 โวลต์จะเห็นว่าลักษณะของผิวหน้าชิ้นงานยังคงเป็นสีเงินเหมือนชิ้นงานก่อนทำไนโตรายด์ ส่วนรูปที่4.2(ข) เป็นชิ้นงานที่ได้รับความต่างศักย์ 150โวลต์จากรูปจะเห็นว่าลักษณะผิวของชิ้นงานมีการเปลี่ยนแปลงคือเกิดสีเทาที่ไม่สม่ำเสมอบริเวณผิว ส่วนรูปที่ 4.2(ค) เป็นชิ้นงานที่ได้รับความต่างศักย์ 250 ก็พบว่าผิวมีการเปลี่ยนแปลงคล้ายกับในรูปที่ 4.2(ข) แต่จะเกิดบริเวณที่เป็นขอบมากกว่าแสดงให้เห็นว่าในกรณีที่ใช้ความต่างศักย์ต่ำจะส่งผลต่อไนโตรายด์น้อยกว่าการใช้ความต่างศักย์สูง



รูปที่ 4.2 ชิ้นงานพลาสมาไนตรายดิงที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ชั่วโมง
(ก) 100 โวลต์ (ข) 150 โวลต์ และ (ค) 250 โวลต์

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นว่าความต่างศักย์มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของชิ้นงาน ความต่างศักย์ที่ให้แก่ชิ้นงานจะทำให้ไอออนของไนโตรเจนถูกดึงมาที่ชิ้นงานจากแรงทางไฟฟ้า ซึ่งทำให้ไอออนที่ถูกดึงมาที่ผิวชิ้นงานมีพลังงานจลน์ค่าหนึ่ง การเพิ่มความต่างศักย์ทำให้พลังงานจลน์ของไอออนมีค่าเพิ่มขึ้นตามไปด้วยดังสมการที่ 4.1 และเมื่อไอออนมีพลังงานจลน์สูงชนกับผิวชิ้นงานก็จะแทรกเข้าสู่ผิวชิ้นงานและเกิดสารประกอบไนตรายด์ จากผลการทดลองพบว่าความต่างศักย์ที่ต่ำกว่า

150 โวลต์อาจจะไม่เพียงพอที่จะทำให้ไอออนไนโตรเจนอยู่ในสถานะที่ถูกกระตุ้นและมีพลังงานจลน์เพียงพอที่จะแทรกเข้าไปในอะลูมิเนียมและเกิดการรวมตัวเป็นสารประกอบไนตรายด์ จึงไม่แสดงบริเวณการเกิดสารประกอบที่ชัดเจน ดังนั้นความต่างศักย์มีผลต่อพลังงานจลน์ของไอออนส่วน ลักษณะที่เกิดขอบเป็นวงรอบนอกบนชิ้นงานที่ความต่างศักย์มากขึ้นก็อาจจะเกิดจากเหตุผลเดียวกับการเกิด edge effect ดังได้กล่าวไปแล้วในหัวข้อ 4.1.1 ความสัมพันธ์ของพลังงานจลน์และความต่างศักย์แสดงดังสมการที่ 4.1

$$E_k = qV = \frac{1}{2}mv^2 \quad (4.1)$$

q = ประจุไฟฟ้า

V = ความต่างศักย์

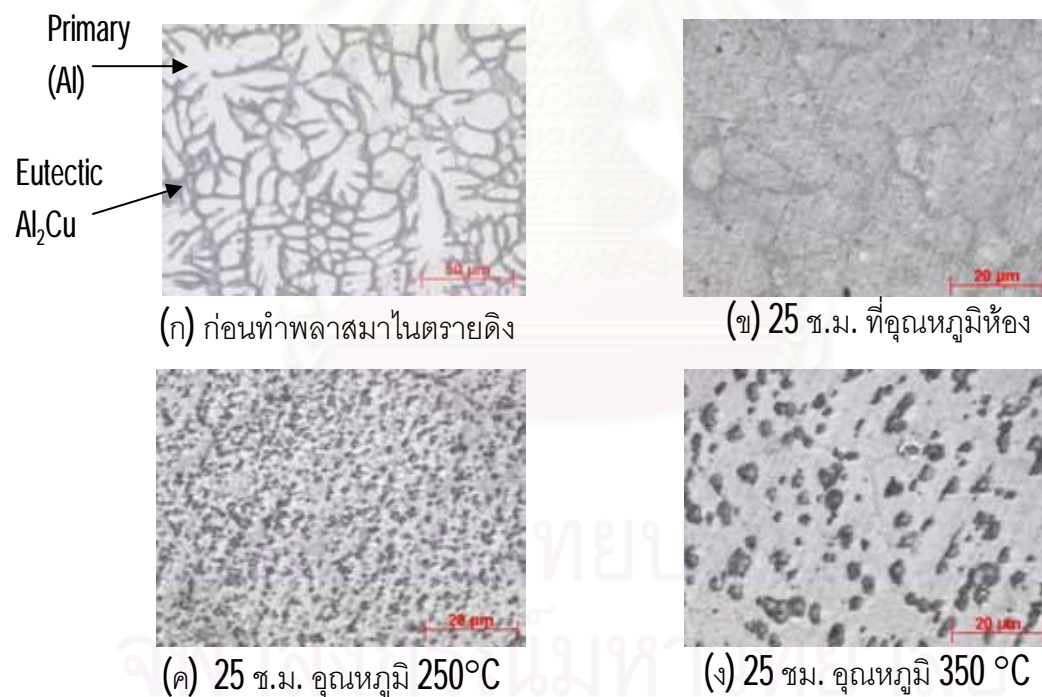
m = มวลของประจุไฟฟ้า

v = ความเร็วของประจุ

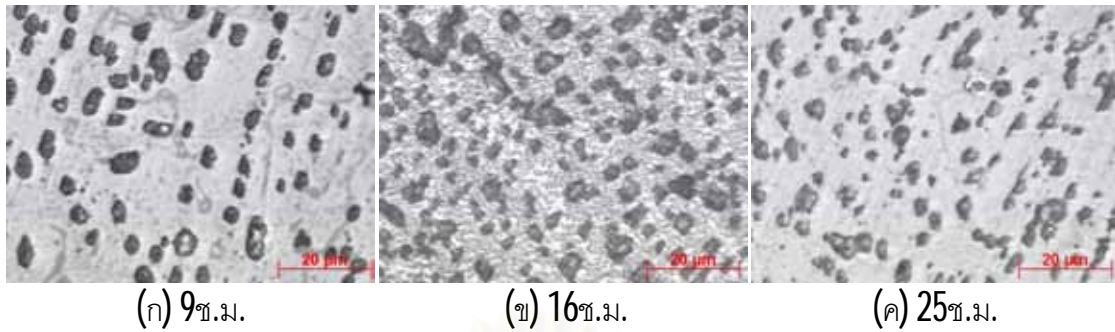
4.1.3 โครงสร้างจุลภาคชิ้นงานภายหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

โครงสร้างจุลภาคของอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก ประกอบด้วยสองเฟส คือ เฟสอะลูมิเนียม (Al) เป็นเฟสปฐมภูมิมีลักษณะเป็น dendrite และเฟส Al_2Cu ในโครงสร้าง eutectic ดังรูปที่ 4.3(ก) แต่ภายหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุจะเห็นว่าผิวของชิ้น

งานเปลี่ยนแปลงไปดังแสดงด้วยโครงสร้างจุลภาคที่ถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงในรูปที่ 4.3 (ข ค และ ง) โดยลักษณะผิวของชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุแล้วจะเกิดเฟสอื่นขึ้นปกคลุมผิวทำให้ไม่สามารถมองเห็นเฟสอะลูมิเนียม (Al) และเฟส Al_2Cu ผิวชิ้นงานจะเปลี่ยนแปลงโดยขึ้นอยู่กับ เวลา และอุณหภูมิที่เปลี่ยนไปขณะการทำพลาสมาไนตรายดิง อุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะผิวดังแสดงในรูปที่ 4.3 ข, ค และ ง สำหรับรูปที่ 4.3 ข,ค และ ง ซึ่งเป็นภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคที่ผิวของชิ้นงานที่ทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุโดยใช้เวลา 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง, $250^{\circ}C$ และ $350^{\circ}C$ ตามลำดับ สำหรับชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่อุณหภูมิห้องจะเห็น ลักษณะผิวใกล้เคียงชิ้นงานที่ไม่ผ่านกระบวนการไนตรายดิงคือมีผิวเรียบและมองเห็นเฟส Al_2Cu และ อะลูมิเนียม (Al) ได้แต่ยังไม่ชัดเจนเท่าชิ้นงานก่อนทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น $250^{\circ}C$ และ $350^{\circ}C$ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 (ค) และ (ง) จะไม่เห็นเฟส Al และ Al_2Cu แต่จะเห็นผิวหน้ามีลักษณะเป็นหลุมเกิดขึ้น โดยขนาดหลุมที่เกิดจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น



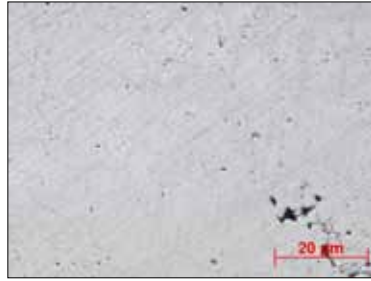
รูปที่ 4.3 โครงสร้างจุลภาค (ก) ก่อนทำพลาสมาไนตรายดิง, (ข) ชิ้นงาน RF พลาสมาไนตรายดิง 25 ชม.ที่อุณหภูมิห้อง, (ค) อุณหภูมิ $250^{\circ}C$, (ง) อุณหภูมิ $350^{\circ}C$



รูปที่ 4.4 ชี้นำงานพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 350°C (ก) 9 ชม.(ข) 16 ชม.(ค) 25 ชม.

นอกจากลักษณะผิวของอะลูมิเนียมเกิดการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิการทำพลาสมาไนตรายดิงแล้วยังมีปัจจัยของเวลาที่อาจส่งผลต่อลักษณะผิวจึงตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่ผิวของชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนตรายดิงที่อุณหภูมิ 350°C ที่เวลา 9, 16 และ 25 ชั่วโมงดังแสดงในรูปที่ 4.4 ก, ข และ ค ตามลำดับ จากรูปจะเห็นว่าเวลาที่ต่างกันส่งผลต่อลักษณะที่ผิวชิ้นงานไม่มากโดยพบการเกิดหลุมที่ผิวชิ้นงานมีขนาดใกล้เคียงกันทั้งชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่เวลา 9, 16 และ 25 ชั่วโมงจึงอาจกล่าวได้ว่าอิทธิพลของเวลาที่เห็นได้จากโครงสร้างจุลภาคที่ผิวจะไม่ชัดเจนดังเปรียบเทียบได้จากรูป 4.4 ก, ข และ ค

การที่ผิวชิ้นงานเกิดหลุมที่ผิวอาจเกิดจากปรากฏการณ์ **hydrogen etching** ในขั้นตอนการทำพลาสมาไนตรายดิงเพราะในระหว่างสปีดเตอริงชิ้นงานด้วยอาร์กอนไม่พบหลุมเกิดขึ้นที่ผิวของชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 4.5 ดังนั้นแสดงให้เห็นว่าหลุมที่เกิดขึ้นจะเกิดหลังจากสปีดเตอริงแล้วและจากลักษณะหลุมที่เกิดในงานวิจัยของ Michael Quast และคณะ [9] พบว่าลักษณะชิ้นงานอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนักที่ผ่านการทำ **Ar+H₂ etching** ก็มีลักษณะเกิดหลุมที่ผิวชิ้นงานคล้ายกับที่พบในงานวิจัยนี้ ดังนั้นจึงสันนิษฐานว่าหลุมที่พบบริเวณผิวชิ้นงานเกิดจาก **hydrogen etching** ในการทดลองนี้โอกาสที่จะเกิด **Ar+H₂ etching** ได้ในช่วงการเปลี่ยนจากสปีดเตอริงเป็นพลาสมาไนตรายดิง ซึ่งในขั้นตอนการทำไนตรายดิงจะมีการปล่อย **H₂** เข้ามาและระหว่างนั้นก็อาจมีอาร์กอนบางส่วนยังคงค้างหรือดูดซับที่เตาพลาสมาไนตรายดิงทำให้เกิดลักษณะของ **Ar+H₂ etching** ขึ้นได้ การเกิด **Ar+H₂ etching** นี้จะเกิดขึ้นในช่วงระยะเวลาสั้นๆ คือช่วงเวลารอยต่อของกระบวนการสปีดเตอริงและพลาสมาไนตรายดิงเท่านั้น จึงทำให้อิทธิพลจากเวลาในกระบวนการพลาสมาไนตรายดิงไม่ชัดเจน แต่สำหรับอุณหภูมิพบว่าเมื่ออุณหภูมิพลาสมาและ **hydrogen etching** อย่างชัดเจนสังเกตได้จากรูปชิ้นงานที่ 4.3 ค และ ง จะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นหลุมก็มีขนาดใหญ่ขึ้นตามอุณหภูมิ



รูปที่ 4.5 ชิ้นงานอะลูมิเนียมถูกสปัตเตอริงด้วยแก๊สอาร์กอน
ที่อุณหภูมิ 350 °C เวลา 1 ชม.

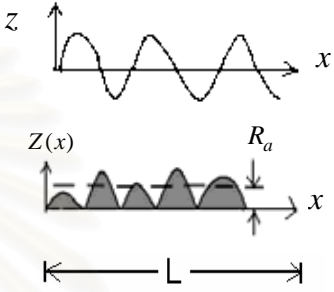
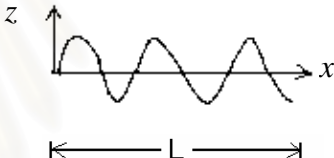


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2 ความหยาบผิวหลังการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

สำหรับการศึกษาเกี่ยวกับความหยาบผิวที่เปลี่ยนแปลงโดยมากนิยมที่จะบอกเป็นค่า R_a (Roughness Average) และ R_q (Root Mean Square (RMS) Roughness) ซึ่งสองค่านี้มีความแตกต่างกันดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 สูตรคำนวณความหยาบผิว R_a และ R_q

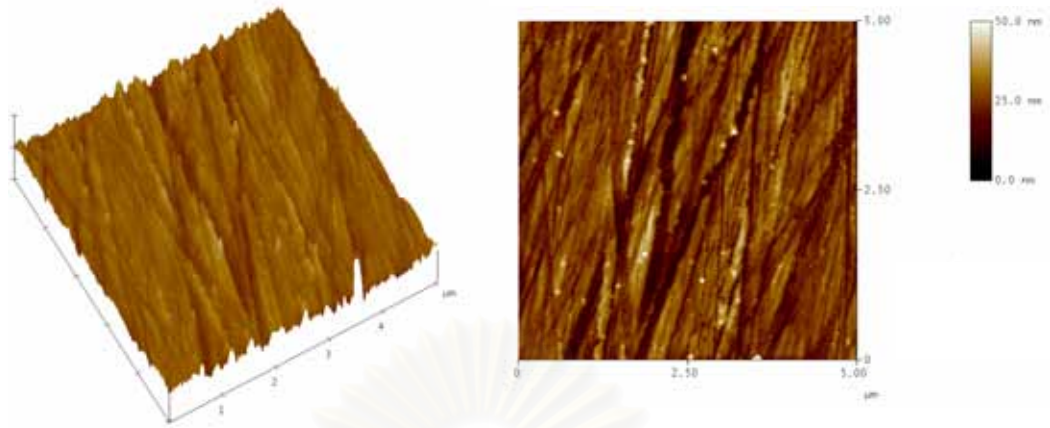
<p>Roughness Average (R_a)</p>	$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L z(x) dx$	
<p>Root Mean Square Roughness (RMS, R_q)</p>	$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L z^2(x) dx}$	

เมื่อ $z(x)$ = ความสูงตามแนวแกน X (the sampling length)

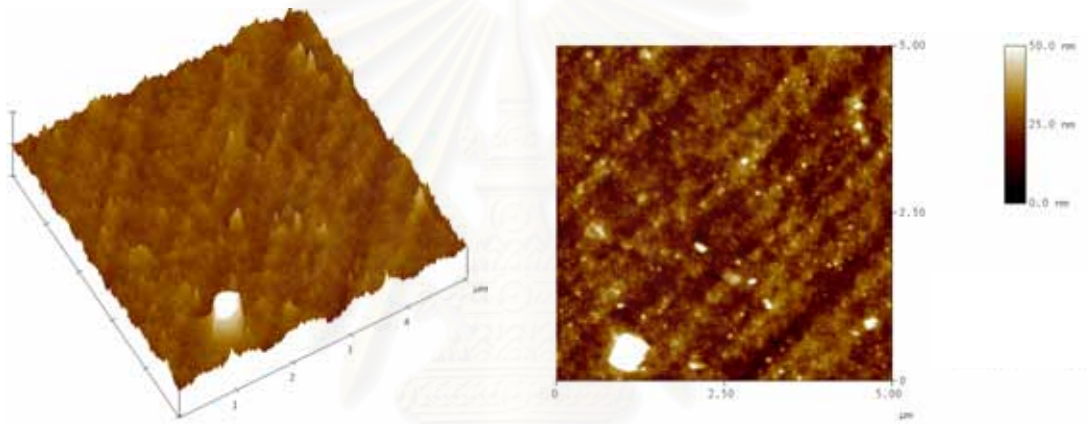
L = ระยะทางการวัด (the height of the profile along 'x')

4.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อความหยาบผิว

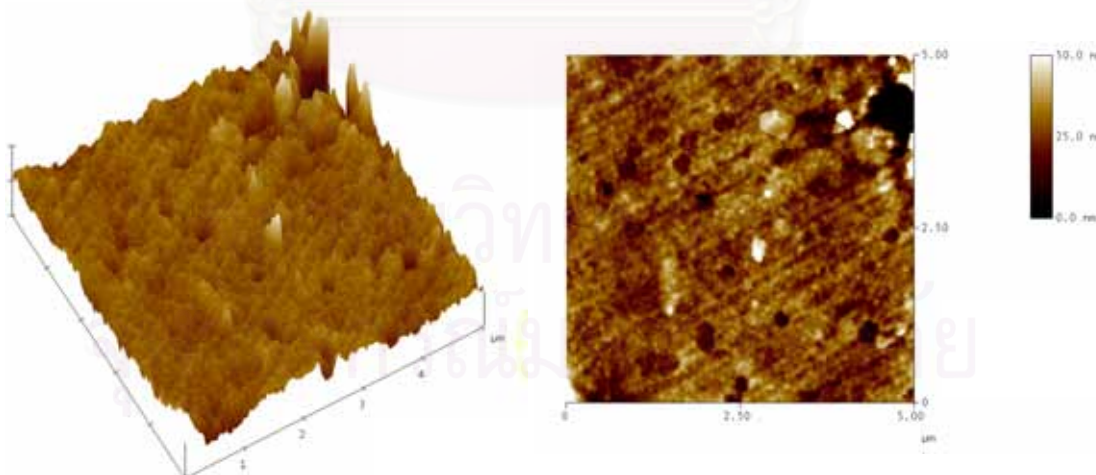
เมื่อทำการวิเคราะห์ผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) พบว่าลักษณะผิวชิ้นงานก่อนและหลังการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุมีการเปลี่ยนแปลงดังในรูป 4.6 โดยรูปที่ 4.6(ก) เป็นชิ้นงานก่อนทำในตรายดิง ส่วนรูปที่ 4.6(ข) เป็นชิ้นงานผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเป็นเวลา 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องและรูปที่ 4.6(ค) เป็นชิ้นงานผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเป็นเวลา 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 350°C ในรูปที่ 4.6(ก) จะเห็นว่าลักษณะผิวยังคงมีรอยทางยาวไปในทางเดียวกันซึ่งเป็นรอยจากการขัดเตรียมชิ้นงานแต่หลังจากชิ้นงานผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุในรูปที่ 4.6(ข) พบว่าผิวชิ้นงานเปลี่ยนไปโดยที่พื้นผิวจะมีลักษณะของกรวยเล็กๆ เกิดขึ้นทำให้ระดับความสูงต่ำที่ผิวไม่เท่ากัน แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้กับชิ้นงานที่ 350 °C ก็พบว่าลักษณะผิวมีการเปลี่ยนแปลงโดยจะมีหลุมขนาดเล็กกระจายทั่วทั้งผิวดังแสดงในรูปที่ 4.6(ค) ซึ่งมีลักษณะผิวที่ตรงกันกับรูปที่ 4.3



(ก) ซึ่่งงานก่อนไนตรรายดิง



(ข) ซึ่่งงานผ่านการทำไนตรรายดิงเวลา 25 ชั้วโมง อุณหภูมิห้อง



(ค) ซึ่่งงานผ่านการทำไนตรรายดิงเวลา 25 ชั้วโมง อุณหภูมิ 350°C

รูปที่ 4.6 ความหยาบผิวจากเครื่อง AFM กำลังขยาย 5 μm (ก) ซึ่่งงานก่อนทำไนตรรายด์
(ข) 25 ช.ม. อุณหภูมิห้อง 250 โวลด์ (ค) 25 ช.ม. 350 °C 250 โวลด์

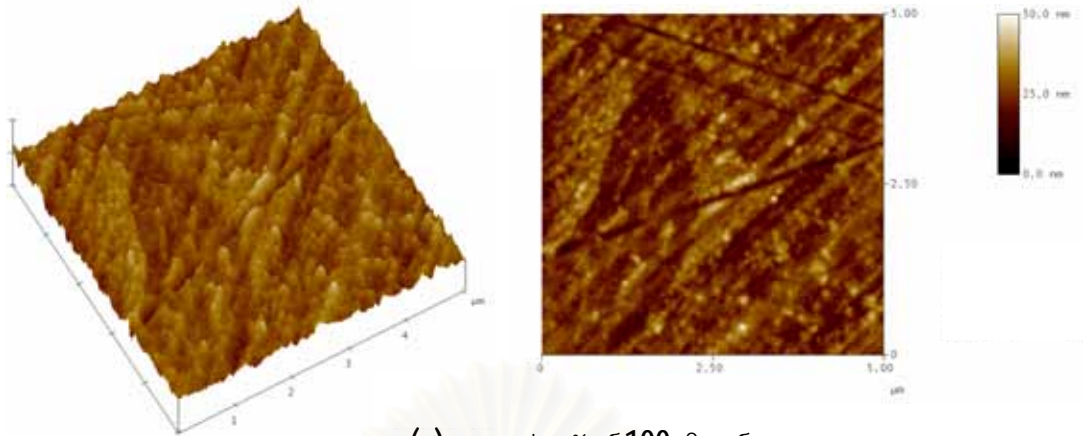
จากลักษณะของผิวชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุมาแล้วจะเห็นว่า เกิดชั้นผิวใหม่ขึ้นมาปกคลุมผิวเดิมดังแสดงในรูปที่ 4.6(ข),(ค) เมื่อวัดค่าความหยาบผิวก็พบว่ามีความหยาบผิวที่แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.2 จากตารางที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าการทำไนตรายดิงมีผลต่อความหยาบผิวเพราะชิ้นงานที่ผ่านการทำไนตรายดิงแล้วความหยาบผิวจะมากกว่าชิ้นงานที่ยังไม่ทำไนตรายดิง นอกจากนี้ก็พบว่าอุณหภูมิมีผลต่อความหยาบผิวเช่นกัน จากตารางที่ 4.2 จะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิชิ้นงานมากขึ้นความหยาบผิวก็มากขึ้นด้วย ความหยาบผิวของชิ้นงานที่มากขึ้นของชิ้นงานอุณหภูมิที่ 350°C มาจากลักษณะของผิวที่เป็นหลุมที่มีอยู่ทั่วไปบนชิ้นงาน

ตารางที่ 4.2 ความหยาบผิวของชิ้นงานที่อุณหภูมิต่างกัน

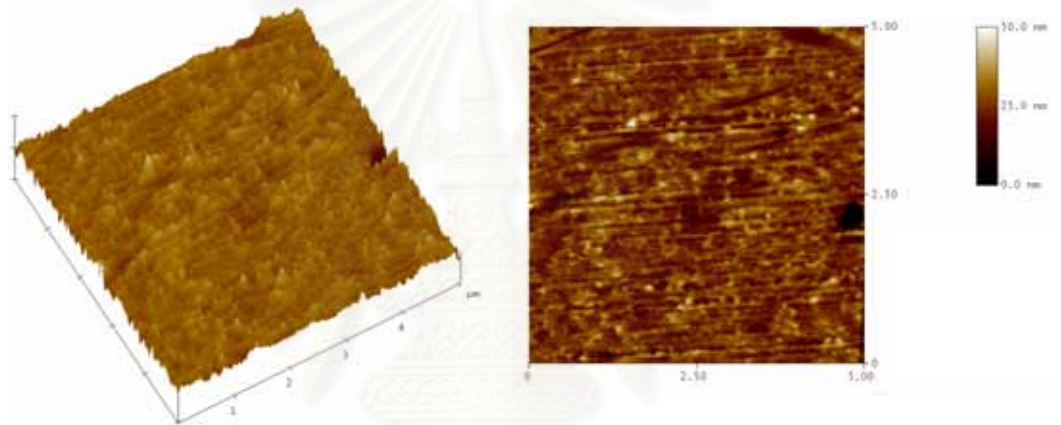
ชิ้นงาน	Ra	Rq
ก่อนไนตรายดิง	4.42	5.78
ไนตรายดิง 25 ชั่วโมง อุณหภูมิห้อง	4.64	8.85
ไนตรายดิง 25 ชั่วโมง 350°C	8.06	21.51

4.2.2 อิทธิพลของความต่างศักย์ที่มีต่อความหยาบผิว

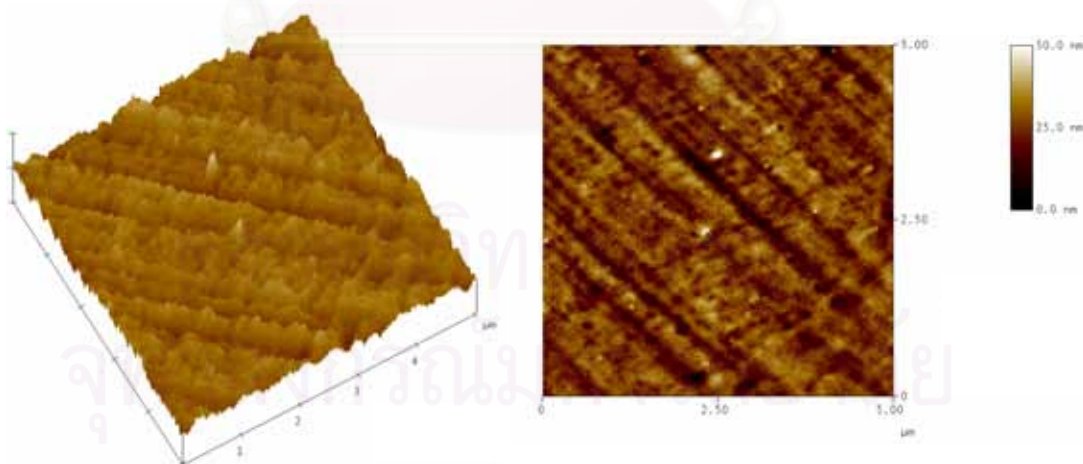
นอกจากนี้ความต่างศักย์ก็มีผลต่อลักษณะของผิวชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 4.7 ซึ่งเป็นรูปที่แสดงลักษณะผิวของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ โดยรูปที่ 4.7(ก) เป็นรูปชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเวลา 9 ชั่วโมงความต่างศักย์ 100 โวลต์ที่อุณหภูมิห้องจากรูปจะเห็นว่าที่ผิวยังคงเห็นร่องรอยที่เกิดจากการขัดชิ้นงานแต่ก็จะมีผิวใหม่เกิดขึ้นปกคลุมผิวเดิมลักษณะผิวดังกล่าวมีลักษณะเป็นกรวยเล็กแหลม ส่วนรูปที่ 4.7(ข) เป็นรูปชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเวลา 9 ชั่วโมงความต่างศักย์ 150 โวลต์ที่อุณหภูมิห้องจากรูปจะเห็นว่าเกิดผิวใหม่ที่มีลักษณะเป็นกรวยเล็กแหลมปกคลุมเช่นเดียวกับรูปที่ 4.7(ก) สำหรับรูปที่ 4.7(ค) เป็นรูปชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเวลา 9 ชั่วโมงความต่างศักย์ 250 โวลต์ที่อุณหภูมิห้องจะเห็นว่าลักษณะผิวทั่วไปคล้ายกับรูปที่ 4.7(ก,ข) คือ ลักษณะผิวที่เป็นกรวยเล็กแหลมเกิดขึ้นแทนที่ผิวเดิม



(ก) ความต่างศักย์ 100 โวลต์



(ข) ความต่างศักย์ 150 โวลต์



(ค) ความต่างศักย์ 250 โวลต์

รูปที่ 4.7 ความหยาบผิวจากเครื่อง AFM กำลังขยาย 5 μm . เวลา 9 ชม.

(ก) ความต่างศักย์ 100 โวลต์ (ข) ความต่างศักย์ 150 โวลต์ (ค) ความต่างศักย์ 250 โวลต์

สามารถวัดความหยาบผิวของชิ้นงานที่ได้รับ ความต่างศักย์ในขณะการทำพลาสมาใน ทรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุได้ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ความหยาบผิวของชิ้นงานที่ความต่างศักย์ต่างกัน

ชิ้นงาน	Ra	Rq
100 โวลต์	3.76	4.72
150 โวลต์	3.74	5.25
250 โวลต์	4.50	5.75

จากค่าความหยาบผิวที่วัดได้จะเห็นว่าที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์และ 150 โวลต์ค่า Ra มี ค่าใกล้เคียงกันแต่ถึงอย่างไรค่า Rq ก็ยังคงต่างกัน ดังนั้นน่าจะกล่าวได้ว่าความต่างศักย์ที่เพิ่มขึ้น ส่งผลต่อความหยาบผิวที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากความต่างศักย์มีผลต่อการเพิ่มพลังงานจลน์ให้กับไอออน ที่เข้ามาชนที่ผิวดังนั้นความต่างศักย์ที่มากก็จะทำให้ไอออนมีพลังงานจลน์สูงและมากพอที่จะแทรก เข้าไปยังผิวชิ้นงานเพื่อรวมตัวเป็นสารประกอบในทรายดีได้

4.2.3 อิทธิพลของเวลาที่มีต่อความหยาบผิว

จากหัวข้อ 4.1.2 ได้แสดงรูปลักษณะผิวที่ผ่านการทำพลาสมาในทรายดิงชนิดคลื่นความถี่ วิทยุที่อุณหภูมิเดียวกันแต่เวลาต่างกัันดังแสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งลักษณะผิวที่ส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ แสงจะไม่เห็นความแตกต่างกันของผิวแต่เมื่อนำผลการวิเคราะห์ด้วย AFM มาเปรียบเทียบกันก็พบ ว่าความหยาบผิวของชิ้นงานมีค่าที่ใกล้เคียงดังแสดงในตารางที่ 4.4 โดยตารางที่ 4.4 จะแสดงค่า ความหยาบผิวที่ใช้เวลาในการทำพลาสมาในทรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุต่างกัน โดยให้ความ ความต่างศักย์ 250 โวลต์ และอุณหภูมิเท่ากันที่อุณหภูมิห้อง

ตารางที่ 4.4 ความหยาบผิวของชิ้นงานที่เวลาต่างกัน

ชิ้นงาน	Ra	Rq
ก่อนในทรายดี	4.42	5.78
9 ชั่วโมง (อุณหภูมิห้อง)	4.50	5.75
25 ชั่วโมง (อุณหภูมิห้อง)	4.64	8.85

จากตารางที่ 4.4 จะเห็นว่าค่าความหยابผิวมีค่า R_a ใกล้เคียงกัน แต่ค่า R_q ของชิ้นงานที่ 25 ชั่วโมงจะแตกต่างจากชิ้นงานที่ 9 ชั่วโมงและชิ้นงานก่อนไนตรายดซึ่งเป็นไปได้ว่าสาเหตุของความหยابผิวของชิ้นงาน 25 ชั่วโมงที่วัดด้วย R_q มีค่าสูงกว่าชิ้นงานอื่นอาจเกิดจากลักษณะผิวที่เป็นเนินสูงมากกว่าปกติของบางตำแหน่งบนผิวจึงส่งผลให้ R_q มีค่ามากดังแสดงในรูปที่ 4.6(ข)

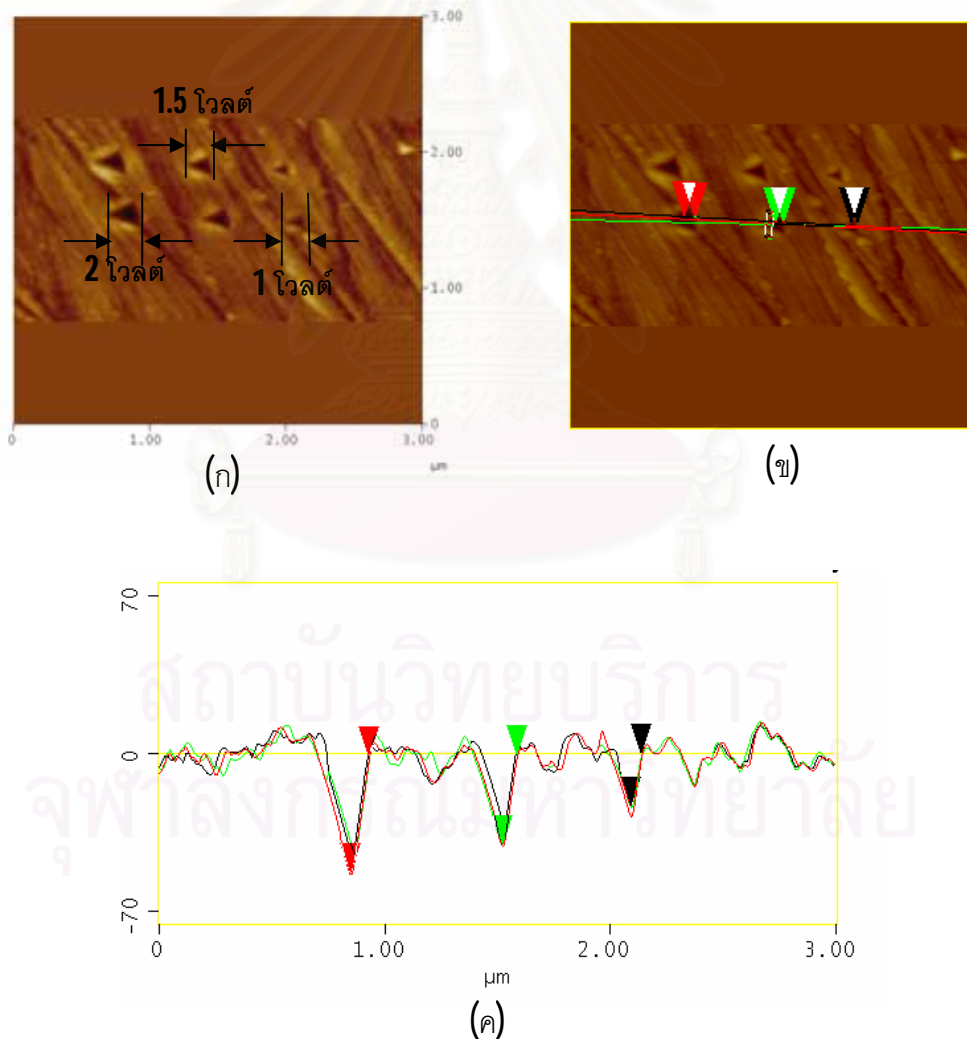
แม้ว่าการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุจะส่งผลต่อความหยابผิวแต่ความหยابผิวที่เกิดขึ้นก็ไม่ได้มากพอที่จะทำให้ลายพื้นผิวชิ้นงานจนไม่สามารถนำไปใช้งานได้ซึ่งเมื่อเทียบกับ การเพิ่มความแข็งผิวด้วยบางวิธี เช่น การเคลือบสเปร์ยร้อน, การสัปเดตอริง ก็ยังกล่าวได้ว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงที่ผิวน้อยกว่าวิธีที่กล่าวมาและสำหรับชิ้นงานที่ได้จากการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุยังสามารถนำไปใช้งานได้เลยโดยไม่ต้องขัดตกแต่งผิวชิ้นงาน



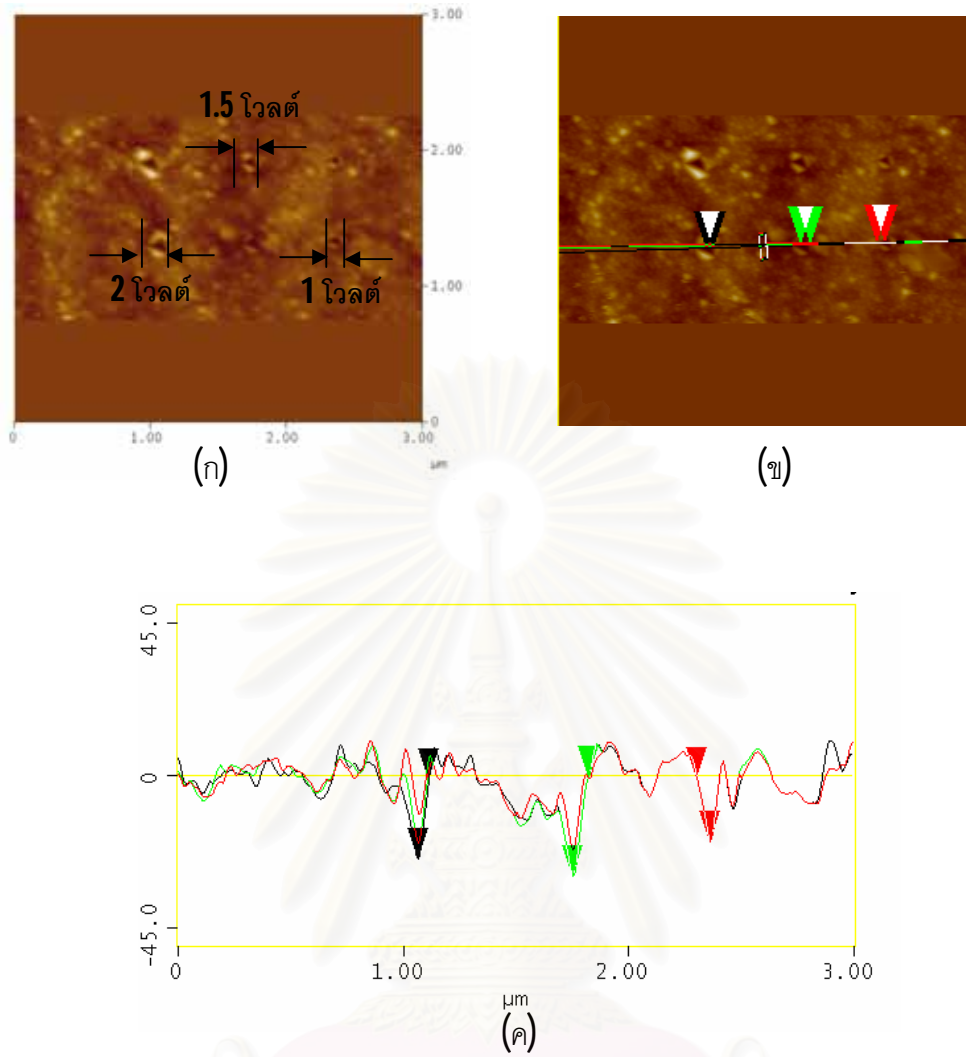
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3 ความแข็งที่ผิวชิ้นงานภายหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

สำหรับชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุสามารถวัดความแข็งที่ผิวของชิ้นงานได้โดยสามารถตรวจสอบค่าความแข็งผิวด้วย **nanoidentator** ที่ประกอบในเครื่อง **atomic force microscope (AFM)** ลักษณะของหัวกดตัว **nanoidentator** นั้นจะเป็นเข็มที่มีหัวรูปสามเหลี่ยมพีระมิดผลของการวัดความแข็งของชิ้นงานก่อนทำพลาสมาไนตรายดิง ชิ้นงานหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงที่ 25 ชั่วโมง 250 โวลต์ที่อุณหภูมิห้อง และ ชิ้นงานหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงที่ 25 ชั่วโมง 250 โวลต์ที่อุณหภูมิ 350 °C ดังแสดงในรูปที่ 4.8, 4.9 และ 4.10 ตามลำดับ

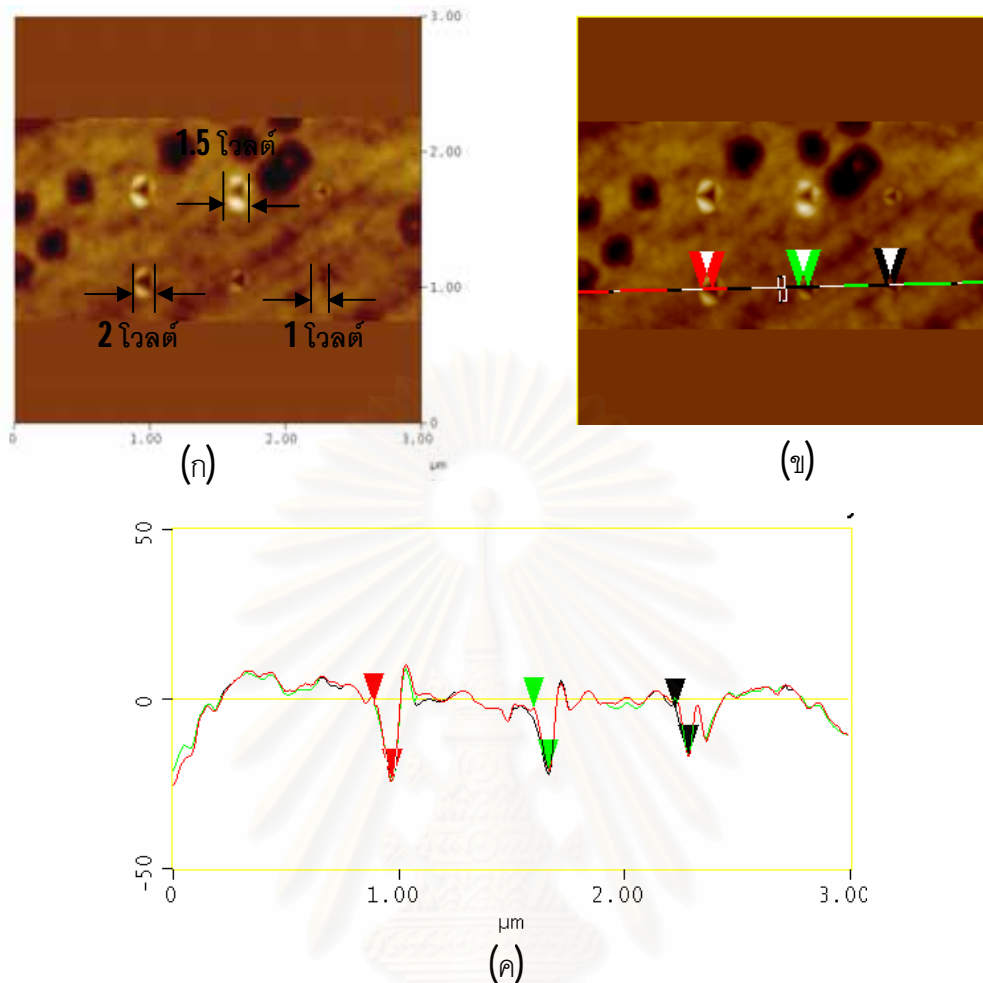


รูปที่ 4.8 ชิ้นงานก่อนทำไนตรายดิง (ก) รอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม (ข) ระยะการวัด และ (ค) การวัดระยะลึก



รูปที่ 4.9 ชิ้นงานพลาสติกไนไตรดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 25 ชั่วโมง 250 โวลต์
 คุณหม่อมห้อง (ก) รอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม (ข) ระยะการวัด และ
 (ค) การวัดระยะลึก

สถาบันวิทยบริการ
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

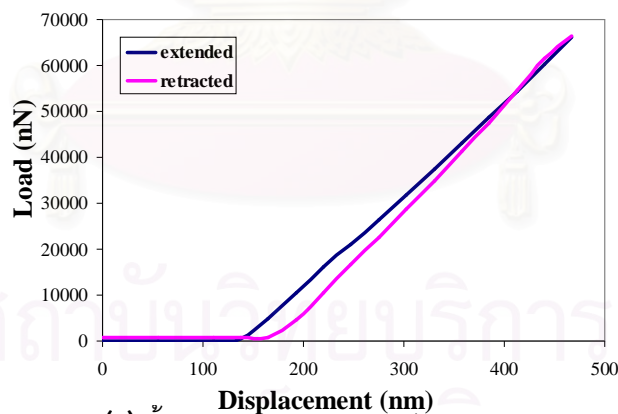


รูปที่4.10 ชั้นงานพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ25 ชั่วโมง 250 โวลต์ 350°C (ก) รอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม (ข) ระยะการวัด และ(ค) การวัดระยะลึก

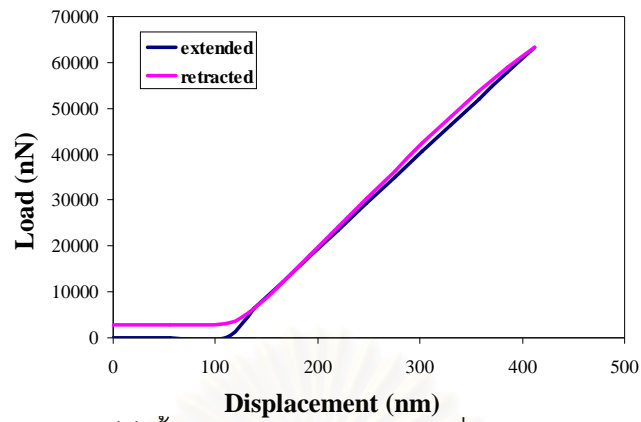
จากรูปที่4.8,4.9และ4.10เป็นรูปที่แสดงรอยกดที่เกิดจากการวัดความแข็งผิวของชั้นงานด้วยnanoidentatorที่มีหัวเป็นรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยมรอยกดที่เกิดจากnanoidentatorมีทั้งหมด 3 แรงด้วยกัน คือ 2 โวลต์ ,1.5 โวลต์ และ1โวลต์ ซึ่งทำการกดซ้ำสองครั้งประกอบด้วยแถวบนและแถวล่างดังแสดงในรูป4.8,4.9และ4.10 โดยรูปที่4.8เป็นชั้นงานก่อนการทำไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ โดยรูปที่4.8(ก)แสดงรอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยม รูปที่4.8(ข)แสดงเส้นทางของระยะการวัดความลึกรอยกดและรูปที่4.8(ค) แสดงการวัดระยะลึกซึ่งชั้นงานที่ผ่านการทำไนตรายดิง 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องในรูปที่4.9 และชั้นงานที่ผ่านการทำไนตรายดิง 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 350 °C ในรูปที่4.10 ก็ทำการกดวัดความแข็งผิวเช่นกันกับรูปที่4.8

การเปลี่ยนแปลงความแข็งที่ผิวโดยความแข็งผิวมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับความแข็งผิวของชิ้นงานก่อนทำพลาสมาในตรายดิง

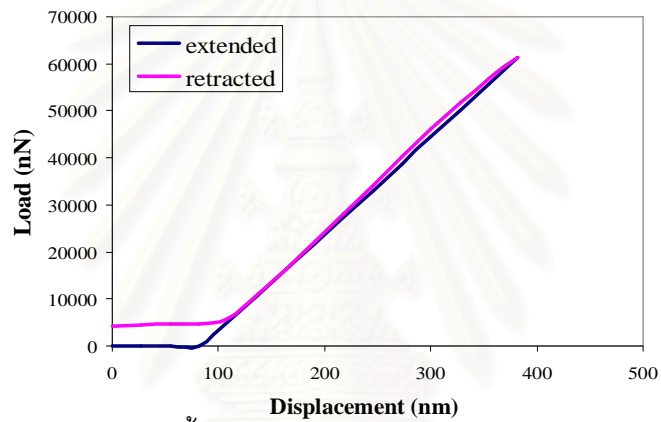
นอกจากนี้ความแข็งของชิ้นงานที่เพิ่มขึ้นสามารถพิจารณาได้จากแรงที่กดลงไปยังชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 4.11 โดยรูป4.11(ก) เป็นของชิ้นงานก่อนการทำพลาสมาในตรายดิงจะเห็นว่าตำแหน่งที่ของ load กับ unload มีการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งแสดงว่าชิ้นงานเกิดการแปรรูปแบบพลาสติก สิ่งนี้เป็นสิ่งที่บ่งบอกว่าชิ้นงานดังกล่าวมีค่าความเค้นจุดคราก(yield strength)ต่ำกว่าแรงที่ใช้กด ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะต่างจากรูปที่4.11(ข)และ(ค) ซึ่งเป็นของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิง 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องและชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิง 25 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 350 °C ตามลำดับ โดยจากรูปที่4.11(ข)และ(ค) พบว่าตำแหน่งของ load กับ unload ไม่เปลี่ยนแปลงแสดงว่าชิ้นงานไม่เกิดการแปรรูปแบบพลาสติก (plastic deformation) แสดงว่าชิ้นงานดังกล่าวมีค่าความเค้นจุดครากเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานก่อนทำพลาสมาในตรายดิงแสดงให้เห็นว่าความแข็งของชิ้นงาน Al-6%Cu เพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นการทำพลาสมาในตรายดิงมีผลต่อความแข็งผิวที่เพิ่มขึ้นซึ่งการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาขณะทำในตรายดิงก็ยิ่งส่งผลในการเพิ่มความแข็งผิวขึ้นอีก ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาทำให้เกิดการแพร่ของไนโตรเจนเข้าสู่ภายในชิ้นงานได้มากขึ้นจึงส่งผลต่อความหนาของชั้นไนตรายด์เพิ่มขึ้นทำให้ความแข็งที่ได้เป็นความแข็งของชั้นสารประกอบอะลูมิเนียมไนตรายด์ (AlN)



(ก) ชิ้นงานก่อนทำพลาสมาในตรายดิง



(ข) ชิ้นงานไนตรรายด์ 25 ช.ม. ที่อุณหภูมิห้อง



(ค) ชิ้นงานไนตรรายด์ 25 ช.ม. 350 °C

รูปที่ 4.11 Load and Displacement curve (ก) ชิ้นงานก่อนทำไนตรรายด์
 (ข) ชิ้นงานไนตรรายด์ 25 ช.ม. ที่อุณหภูมิห้อง (ค) ชิ้นงานไนตรรายด์ 25 ช.ม.
 350 °C

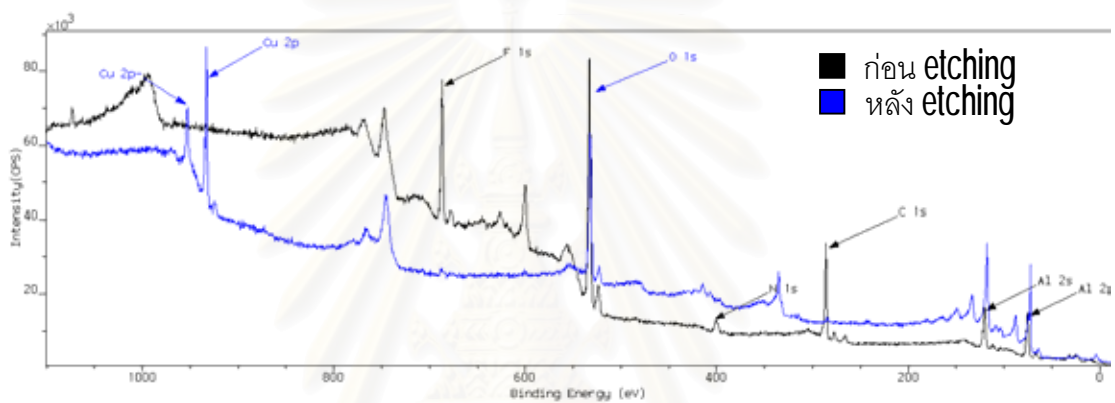
สถาบันวิทยบริการ
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4 การเกิดชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN)

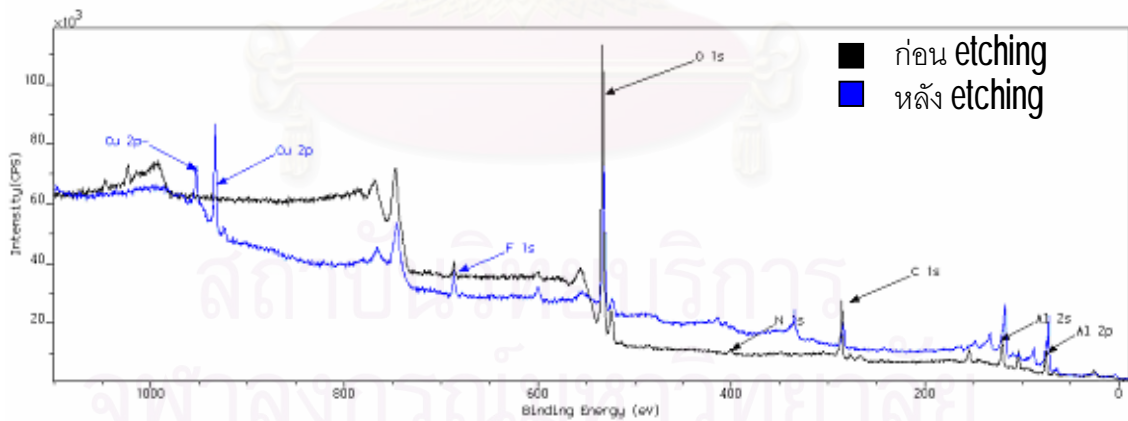
การศึกษาเฟสและสารประกอบของชั้นไนไตรด์จะทำการวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction (XRD), และ X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

4.4.1 การวิเคราะห์สารประกอบที่ผิวชิ้นงานหลังการทำพลาสมาไนไตรดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

จากการวิเคราะห์ด้วย XPS พบว่ามีพีคของไนโตรเจนในชิ้นงานอะลูมิเนียมทองแดงที่ผ่านการทำไนไตรดิงที่อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 4.12



(ก) 4 ชั่วโมง 200 โวลต์

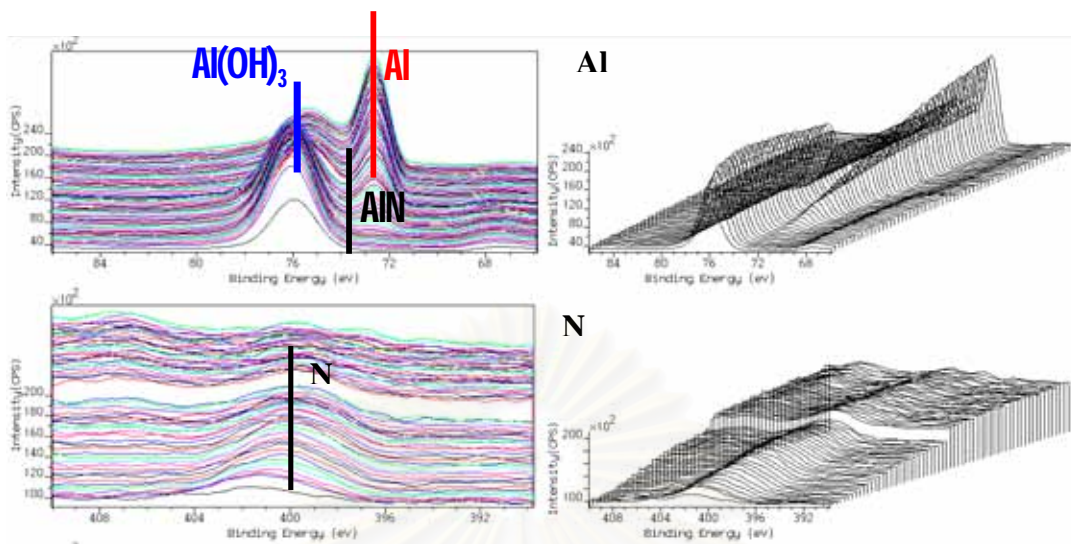


(ข) 9 ชั่วโมง 250 โวลต์

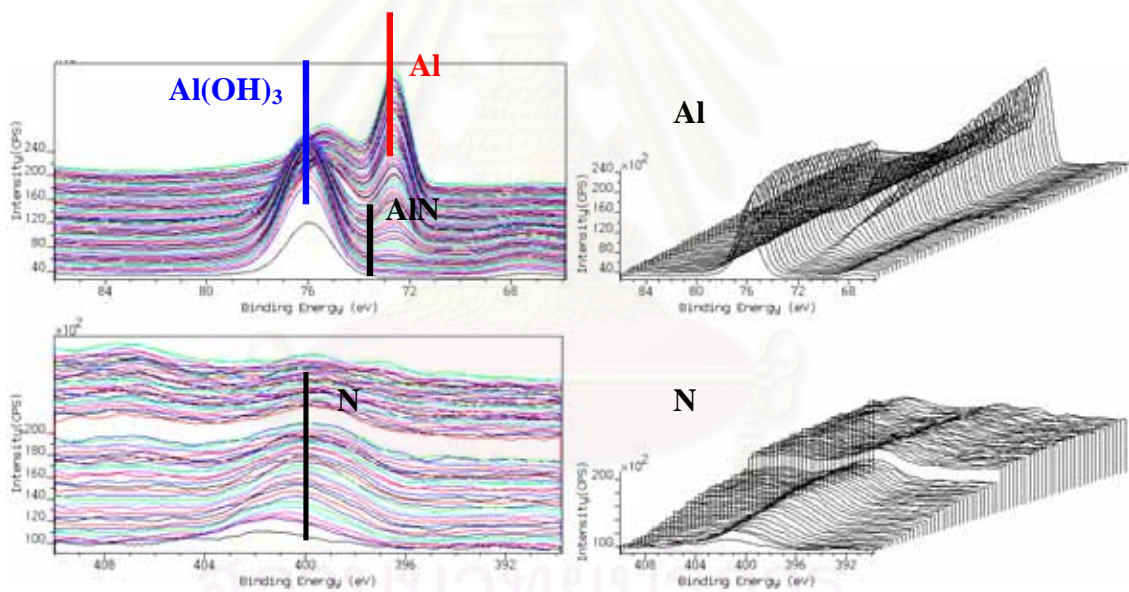
รูปที่ 4.12 ธาตุและสารประกอบบนชิ้นงานหลังทำพลาสมาไนไตรดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่อุณหภูมิห้อง

จากรูปที่ 4.12 เป็นกราฟแสดงให้เห็นธาตุและสารประกอบต่างๆบนชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายติงชนิดคลื่นความถี่วิทยุโดยใช้เวลา 4 ชั่วโมงและ 9 ชั่วโมงและใช้ความต่างศักย์ 200 โวลต์และ 250 โวลต์ ตามลำดับ จะเห็นว่าการตรวจสอบผิวชิ้นงานก่อนการทำพลาสมาจะพบการสเปกตรัมที่ผิดปกติจากก๊าซอาร์กอนจะพบธาตุของโลหะพื้น คือ อะลูมิเนียมและทองแดงนอกจากนี้ยังพบธาตุอื่นๆได้แก่ออกซิเจน ไนโตรเจน ฟลูออรีนและคาร์บอนซึ่งพบธาตุไนโตรเจนที่ต้องการเพิ่มเข้าไปในชิ้นงานอะลูมิเนียมทองแดงด้วยวิธีพลาสมาในตรายติงชนิดคลื่นความถี่วิทยุส่วนธาตุอื่นๆที่ปรากฏขึ้นเกิดจากความสกปรกที่ผิวชิ้นงาน ดังนั้นเมื่อสเปกตรัมเพื่อทำความสะอาดผิวชิ้นงานแล้วจึงไม่พบธาตุดังกล่าว ได้แก่ คาร์บอน ฟลูออรีน อีก จากผลวิเคราะห์ดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานอะลูมิเนียมทองแดงสามารถเพิ่มปริมาณไนโตรเจนที่ผิวได้โดยอาศัยไอออนหรือแตริดคอลของไนโตรเจนที่เกิดจากพลาสมาในตรายติงชนิดคลื่นความถี่วิทยุสามารถที่จะแทรกเข้าไปในผิวชิ้นงานได้ แต่หลังจากผ่านการสเปกตรัมด้วยก๊าซอาร์กอนผ่านไป 120 วินาทีพบว่าไม่ปรากฏธาตุมลทินอื่นๆ แต่จะพบพีคอะลูมิเนียมและทองแดงแทนที่ซึ่งเป็นธาตุของชิ้นงานทดลอง (อะลูมิเนียมผสมทองแดง) ก่อนการทำพลาสมาในตรายติง จากผลหลังจากการสเปกตรัมแสดงให้เห็นว่าที่ผิวชิ้นงานอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก มีปริมาณไนโตรเจนแต่บริเวณที่มีไนโตรเจนอยู่นั้นบางมากดังนั้นเมื่อผ่านการสเปกตรัมด้วยอาร์กอนไป 120 วินาทีจึงไม่พบพีคไนโตรเจนอีกเมื่อนำผลจาก XPS มาวิเคราะห์ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.13 ซึ่งเป็นรูปแสดงความสัมพันธ์ของความเข้มและพลังงานพันธะของอะลูมิเนียมและไนโตรเจน จากรูปจะเห็นว่าการสเปกตรัมของอะลูมิเนียมอย่างชัดเจนที่พลังงานพันธะ 75.6 eV. และ 72.3 eV. และหลังจากทำการแยกพีคก็พบว่ายังมีพีคอะลูมิเนียมที่ 73.8 ด้วยดังแสดงในรูปที่ 4.14 ส่วนพีคของไนโตรเจนที่ลึกเข้าไปในผิวพลังงานพันธะจะอยู่ที่ 400 eV.

มีงานวิจัยของ A.Fernandez และคณะ [17] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการเกิดสารประกอบในตรายติง โดยพบว่าที่ค่าพลังงานพันธะของไนโตรเจนประมาณ 399.1 eV. มีการเกิดพันธะระหว่างออกซิเจนและไนโตรเจน (O-N) ซึ่งสำหรับค่าพลังงานพันธะของไนโตรเจนในงานวิจัยนี้ที่ทำพลาสมาในตรายติงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 4 ชั่วโมง 200 โวลต์ ที่อุณหภูมิห้องและชิ้นงาน 9 ชั่วโมง 250 โวลต์ ที่อุณหภูมิห้องก็พบว่าค่าพลังงานพันธะอยู่ที่ประมาณ 399 eV. เช่นกันดังนั้นอาจสันนิษฐานได้ว่าชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายติงชนิดคลื่นความถี่วิทยุโดยใช้เวลา 4 ชั่วโมงและความต่างศักย์ 200 โวลต์ โดยไม่ใช้เครื่องช่วยเพิ่มความร้อนให้กับชิ้นงานพบว่าเกิดสารประกอบ AIN ขึ้นที่ผิวโดยพบว่าพันธะระหว่าง O-N เกิดขึ้นด้วยเช่นกันซึ่งสารประกอบ AIN นี้สามารถเกิดออกซิเดชันกับความชื้นในอากาศบริเวณผิวชิ้นงานดังสมการที่ 4.2

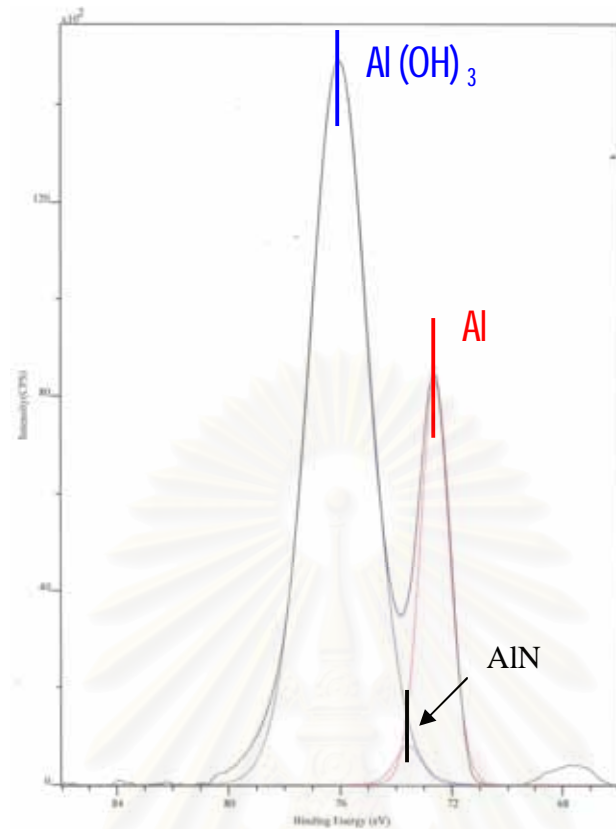


(ก) ซึ้นงานผ่านการทำในตรายดิง 4 ช.ม.ความต่างศักย์ 200 โวลต์ที่อุณหภูมิห้อง



(ข) ซึ้นงานผ่านการทำในตรายดิง 9 ช.ม.ความต่างศักย์ 250 โวลต์ที่อุณหภูมิห้อง

รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์ XPS แสดงสารประกอบต่างๆ ของชั้นในตรายด์และระยะการกระจายตัวของสารประกอบ (ก) 4 ช.ม. 200 โวลต์ (ข) 9 ช.ม. 250 โวลต์



รูปที่ 4.14 ผลวิเคราะห์ XPS แสดงสสารประกอบต่างๆ ของชั้นในทรายดีซี้นงานที่ผ่านการทำ
 พลาสมาในทรายดีซี้นคลื่นความถี่วิทยุที่ ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 4 ชม.
 คุณหม่อมห้อง



จากสมการที่ 4.2 สามารถคำนวณค่า Gibbs free energy ได้โดยที่ค่านี้จะบอกถึงความ
 เป็นไปได้ในการเกิดสสารประกอบ Al(OH)_3 ค่า ΔG_f° สามารถหาได้จากการคำนวณในสมการที่ 4.3
 ได้ดังนี้

$$\Delta G_f^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ \quad (4.3)$$

$$\Delta G_{\text{Al(OH)}_3}^\circ = -271.3 \text{ kcal / mol} \quad [18]$$

$$\text{NH}_3 \xrightarrow{298\text{k}} \Delta S^\circ = 26.52 \text{ cal / k}, \Delta H^\circ = -21.932 \text{ kcal / mol} \quad [19]$$

$$\text{AlN} \xrightarrow{298\text{k}} \Delta S^\circ = 4.816 \text{ cal / k}, \Delta H^\circ = -76 \text{ kcal / mol} \quad [20]$$

$$\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{298\text{k}} \Delta S^\circ = 45.106 \text{ cal / k}, \Delta H^\circ = -57.798 \text{ kcal / mol} \quad [20]$$

$$\Delta G_{\text{NH}_3}^\circ = -21.932 \text{ kcal / mol} - (298 \times 0.0265) \text{ kcal} = -29.829 \text{ kcal / mol}$$

$$\Delta G_{\text{AlN}}^\circ = -76 \text{ kcal / mol} - (298 \times 0.0048) \text{ kcal} = -77.43 \text{ kcal / mol}$$

$$\Delta G_{\text{H}_2\text{O}}^\circ = -57.798 \text{ kcal / mol} - (298 \times 0.0045) \text{ kcal} = -59.139 \text{ kcal / mol}$$

และสามารถคำนวณ ΔG_f^0 ของปฏิกิริยาได้จากสมการที่ 4.4 ดังนี้

$$\Delta G_f^0 = \Delta G_{products}^0 - \Delta G_{reactants}^0 \quad (4.4)$$

ดังนั้น $\Delta G_f^0 = G_{Al(OH)_3}^0 + G_{NH_3}^0 - \Delta G_{AlN}^0 - G_{H_2O}^0$ ที่ 298 เคลวิน

$$\Delta G_f^0 = -271.3 + (-29.829) - (-77.43) - (-3 \times 59.139)$$

$$\Delta G_f^0 = -46.28 \text{ kcal/mol}$$

จากสมการ

$$\Delta G = \Delta G^0 + RT \ln K$$

ที่สมดุล

$$\Delta G = 0 \quad \text{ดังนั้น} \quad \Delta G_{298}^0 = -RT \ln K$$

แทนค่า

$$\Delta G_{298}^0 = -46.28 \text{ kcal/mol}$$

$$-46.28 \text{ kcal/mol} = -1.987 \times 298 \ln \frac{P_{NH_3} a_{Al(OH)_3}}{P_{H_2O}^3 a_{AlN}}$$

ตั้งสมมติฐานให้ $Al(OH)_3$ และ AlN บริสุทธิ์ ดังนั้นค่า $a_{Al(OH)_3}$ และ a_{AlN} มีค่าเท่ากับ 1 จะได้

$$\ln \frac{P_{NH_3}}{P_{H_2O}^3} = 78.16$$

$$\frac{P_{NH_3}}{P_{H_2O}^3} = 8.79 \times 10^{33}$$

จะได้ความสัมพันธ์ของ P_{NH_3} และ P_{H_2O} ที่สมดุลดังนี้

$$P_{NH_3} = (8.79 \times 10^{33}) \times P_{H_2O}^3$$

ที่อุณหภูมิ 298 เคลวิน หา P_{H_2O} จากสมการ

$$\ln(p/kPa) = 16.16629 - 3736.276/(T/K) - 49.577 \quad [21]$$

$$\ln P = 16.16629 - 3736.276/(298 - 49.577) = 1.126$$

$$P_{H_2O} = 3.08 \text{ kPa}$$

เมื่อเปลี่ยนหน่วยจาก Pa เป็น atm. โดย $1 \text{ atm} = 1.01325 \times 10^5 \text{ Pa}$.

$$P_{H_2O} = 3.08 \text{ kPa} = 3.04 \times 10^{-2} \text{ atm}$$

$$\text{ดังนั้น} \quad P_{H_2O}^3 = (3.04 \times 10^{-2})^3 = 28.09 \times 10^{-6}$$

เมื่อแทนค่า $P_{H_2O}^3$ เพื่อหาค่า P_{NH_3} ที่สมดุลพบว่า

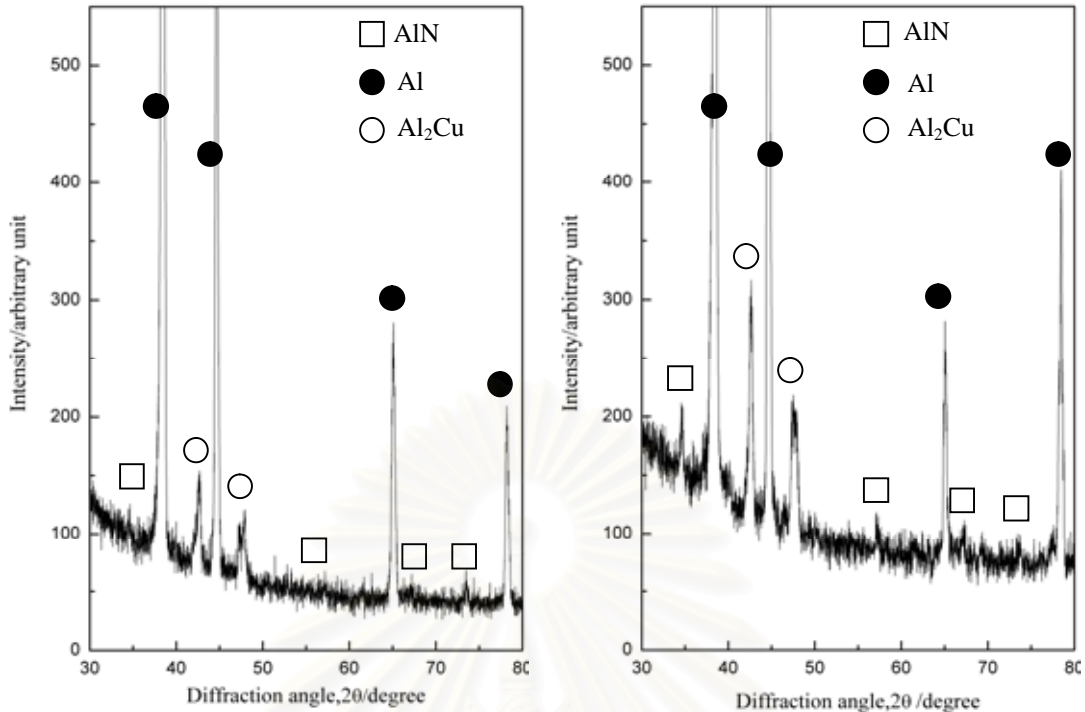
$$P_{NH_3} = (8.79 \times 10^{33}) \times (28.09 \times 10^{-6})$$

$$P_{NH_3} = 2.47 \times 10^{29} \text{ atm}$$

จากผลการคำนวณความเป็นไปได้ในการเกิดปฏิกิริยา $AlN + 3H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + NH_3$ ที่อุณหภูมิ 298 เคลวิน จะเห็นว่าค่า P_{NH_3} ที่ทำให้ปฏิกิริยา 4.2 เข้าสู่สมดุลมีค่า $2.47 \times 10^{29} atm$ ซึ่งถือว่าเป็นไปไม่ได้ในระบบเปิดที่ปริมาณ P_{NH_3} จะมีค่ามากถึง $2.47 \times 10^{29} atm$ ที่อุณหภูมิ 298 เคลวิน ในระบบเปิดค่าความดันของ $NH_3 (P_{NH_3})$ มีค่าต่ำมากจึงทำให้ปฏิกิริยา $AlN + 3H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + NH_3$ ดำเนินไปข้างหน้าได้เพื่อให้เกิดค่า P_{NH_3} สูงขึ้น ส่งผลให้เกิดสารประกอบ $Al(OH)_3$ ซึ่งมีรายงานการเกิดสารประกอบ $Al(OH)_3$ ในการทดลองของ P.Vissutipitukul และ T.Aizawa [7] และชั้น $Al(OH)_3$ ที่เกิดขึ้นนี้บางมากและช่วยยับยั้งไม่ให้เกิดปฏิกิริยา 4.2 ต่อไปอีก

จากผลการทดลองในงานวิจัยนี้ก็พบว่าฟิสิกของอะลูมิเนียมในรูปที่ 4.13 เกิดฟิสิกขึ้นสองฟิสิก และเมื่อแยกออกจากกันดังรูปที่ 4.14 พบว่ามีฟิสิกของอะลูมิเนียมที่มีค่าพลังงานพันธะอยู่ที่ 75.6eV, 73.8eV. และ 72.6eV. ดังนั้นอาจสันนิษฐานได้ว่าชั้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเกิดสารประกอบที่เป็น $Al(OH)_3$ ดังฟิสิกที่ 75.6 eV. และ AlN ดังฟิสิกที่ 73.8 eV. และพบฟิสิกที่ 72.6 eV. ซึ่งแสดงถึงโลหะอะลูมิเนียม จากผล XPS แสดงว่าการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่อุณหภูมิห้องเกิดสารประกอบที่เป็น AlN ได้

อย่างไรก็ตามสารประกอบ AlN ที่เกิดมีปริมาณออกซิเจนอยู่มากเห็นได้จากค่าพลังงานพันธะของไนโตรเจนที่มีออกซิเจนอยู่มาก พอพิจารณาอะลูมิเนียมพบว่ามี $Al(OH)_3$ อยู่ซึ่งเกิดได้ดังปฏิกิริยาที่ 4.2 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นงานขณะทำในตรายดิงเป็น $250^\circ C$ และ $360^\circ C$ และนำไปวิเคราะห์ด้วย XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.15 โดยจากรูปแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มและมุมเลี้ยวเบน ซึ่งจะเห็นว่าเกิดสารประกอบ AlN ตาม JCPDS 25-1133 ดังนั้นแสดงว่าการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุโดยเพิ่มที่อุณหภูมิขึ้นงานเป็น $250^\circ C$ และ $350^\circ C$ สามารถทำให้เกิดสารประกอบที่เป็น AlN แบบ Hexagonal (H.C.P) บนผิวของชั้นงานอะลูมิเนียมผสม 6% ทองแดงโดยน้ำหนักจึงกล่าวได้ว่าจากผลการวิเคราะห์ด้วย XPS และ XRD พบชั้นอะลูมิเนียมในตรายดิง (AlN) ที่สามารถเกิดได้บนผิวของชั้นงานอะลูมิเนียมผสม 6% ทองแดงโดยน้ำหนักด้วยวิธีพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ



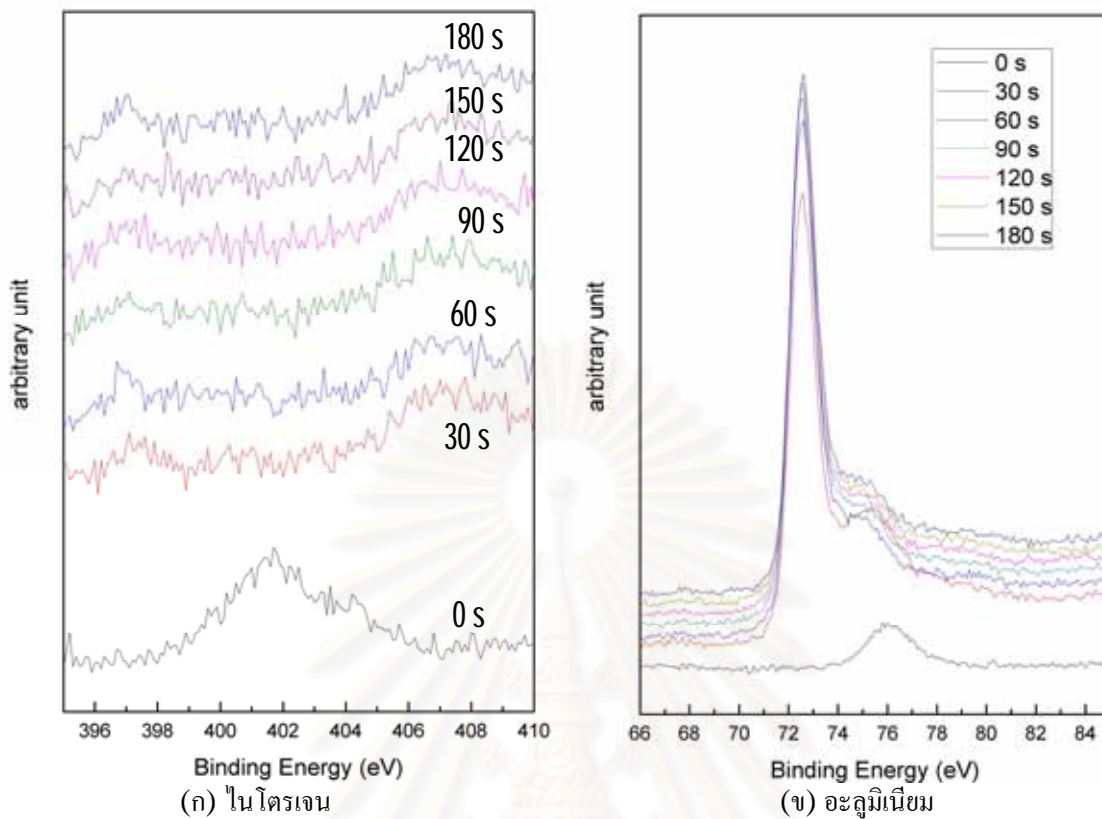
(ก) 250 °C 250 โวลต์ 36 ชั่วโมง

(ข) 350 °C 250 โวลต์ 36 ชั่วโมง

รูปที่ 4.15 ผลวิเคราะห์ ชั้นงานพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ ด้วย XRD แบบ GIXD ที่มุม 1 องศา (ก) 250 °C 250 โวลต์ 36 ชั่วโมง (ข) 350 °C 250 โวลต์ 36 ชั่วโมง

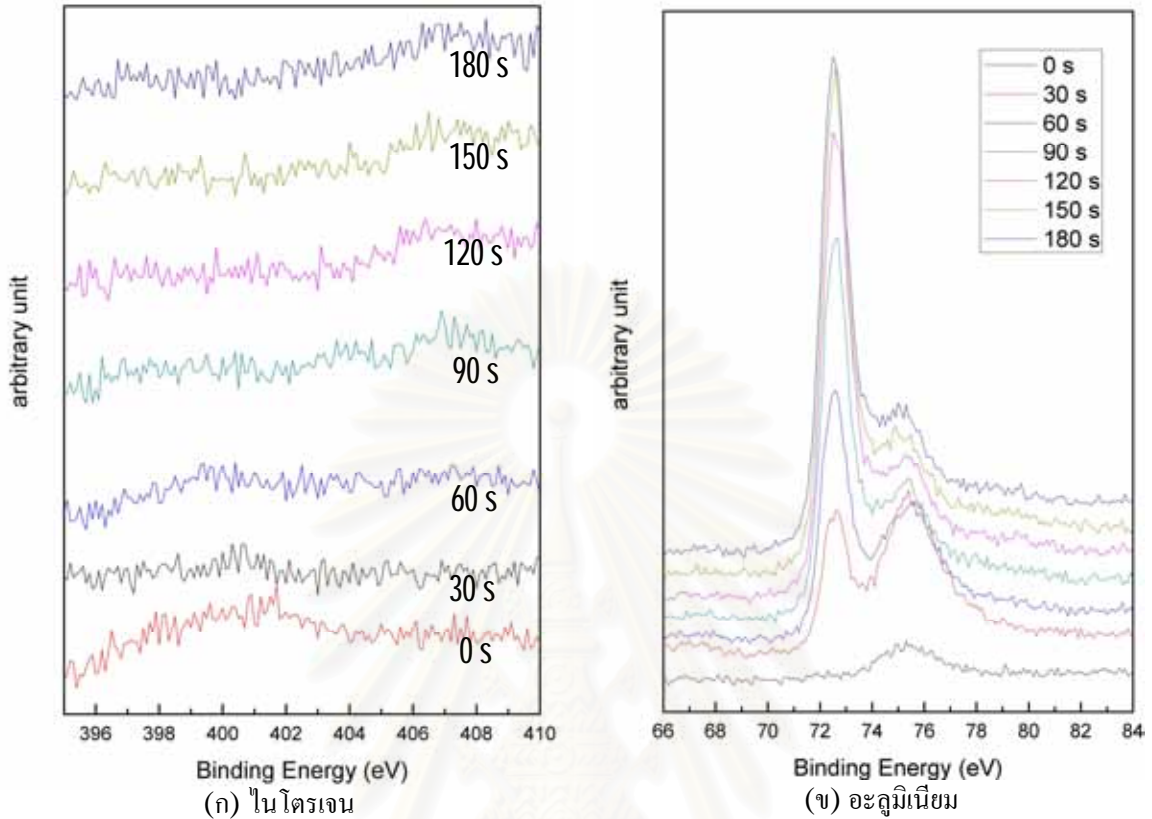
4.4.2 อิทธิพลความต่างศักย์ที่มีผลต่อการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

จากที่กล่าวไว้แล้วในหัวข้อที่ 4.3 ว่าความต่างศักย์มีผลกับความหนาของผิวชั้นงานภายหลังการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุและสำหรับผลการวิเคราะห์ด้วย XPS ก็พบว่า การที่ชั้นงานได้รับความต่างศักย์ที่ต่างกันส่งผลต่อปริมาณสารประกอบ AlN ที่เกิดขึ้นที่ผิวชั้นงานรวมทั้งระยะความลึกจากผิวก็เกิดสารประกอบ AlN ขึ้นด้วยเช่นกัน ผลต่างของความต่างศักย์ที่ 100 โวลต์ 200 โวลต์ และ 250 โวลต์ ต่อชั้นงานอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก ที่ผ่านกระบวนการพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ ได้แสดงเปรียบเทียบไว้ในรูปที่ 4.16 - 4.18 ตามลำดับ



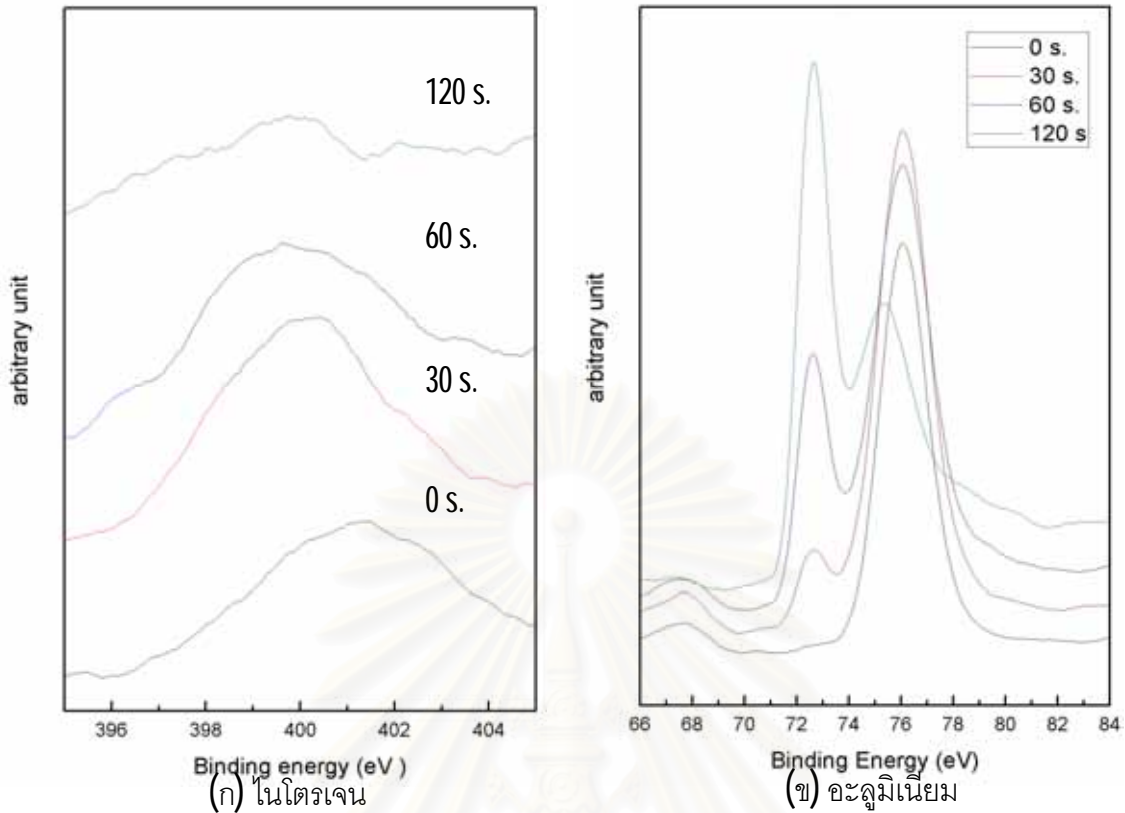
รูปที่ 4.16 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับเวลาการสับเตอริง และตำแหน่งพลังงานพันธะของชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาไนตรายดิงที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ชม. ความต่างศักย์ 100 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม

รูปที่ 4.16 เป็นรูปที่แสดงผลวิเคราะห์ของ XPS ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (intensity) กับพลังงานพันธะ (Binding Energy) ที่เปลี่ยนแปลงไปพร้อมกับการสับเตอริง ชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ เวลา 9 ชม. ที่อุณหภูมิห้องจากรูปที่ 4.16 (ก) แสดงค่าความเข้มของไนโตรเจนจะพบว่าที่ผิวชิ้นงานค่าความเข้มของของไนโตรเจนจะเกิดพีคสูงที่มีค่าพลังงานพันธะประมาณ 402 eV. และเมื่อสับเตอริงผ่านไป 30 วินาทีพีคความเข้มของไนโตรเจนจะเริ่มเข้าใกล้ค่าพลังงานพันธะที่ 397 eV. จนกระทั่งสับเตอริงผ่านไปจนกระทั่งวินาทีที่ 180 พีคของค่าความเข้มก็จะยังคงอยู่ที่ค่าพลังงานพันธะ 397 eV. ไม่เปลี่ยนแปลง ส่วนรูปที่ 4.16 (ข) เป็นรูปแสดงค่าความเข้มของอะลูมิเนียมจะพบว่าที่ผิวชิ้นงานค่าความเข้มของอะลูมิเนียมเกิดพีคสูงที่ค่าพลังงานพันธะประมาณ 76 eV. และเมื่อสับเตอริงผ่านไป 30 วินาที พีคก็จะเริ่มเข้าใกล้ค่าพลังงานพันธะที่ 72.6 eV. และไม่ว่าจะสับเตอริงผ่านไปจนกระทั่งวินาทีที่ 180 พีคของค่าความเข้มก็จะยังคงอยู่ที่ค่าพลังงานพันธะที่ 72.6 eV.



รูปที่ 4.17 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับเวลาการสับเตออริง และตำแหน่งพลังงานพันธะของชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาในตารางที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ชม. ความต่างศักย์ 200 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม

ในรูปที่ 4.17 เป็นรูปที่แสดงผลวิเคราะห์ของ XPS ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับพลังงานพันธะที่เปลี่ยนแปลงไปพร้อมกับการสับเตออริงของชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาในตารางชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์เวลา 9 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จากรูปที่ 4.17(ก) แสดงค่าความเข้มของไนโตรเจนจะเห็นว่าที่ผิวชิ้นงานค่าความเข้มของไนโตรเจน จะเกิดพีคสูงสุดที่ค่าพลังงานพันธะประมาณ 402 eV. และหลังจากสับเตออริงผ่านไปเป็น 30 วินาที ก็จะไม่ปรากฏจุดพีคของกราฟอีก ส่วนรูปที่ 4.17(ข) เป็นรูปแสดงค่าความเข้มของอะลูมิเนียม พบว่าที่ผิวชิ้นงานค่าความเข้มของอะลูมิเนียมเกิดพีคสูงที่ค่าพลังงานพันธะประมาณ 76 eV. และเมื่อสับเตออริงผ่านไป 30 วินาทีพีคก็จะเริ่มเข้าใกล้ค่าพลังงานพันธะที่ 72.6 eV. และพีคที่ตำแหน่ง นี้ก็จะเริ่มมีค่าความเข้มมากขึ้นจนกระทั่งสับเตออริงผ่านไปจนกระทั่งวินาทีที่ 180 พีคค่าความเข้มก็ จะยังคงอยู่ที่ค่าพลังงานพันธะที่ 72.6 eV.



รูปที่ 4.18 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับเวลาการสับเตออริง และตำแหน่งพลังงานพันธะของชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาไนตรายดิงที่อุณหภูมิห้อง เวลา 9 ช.ม.ความต่างศักย์ 250 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม

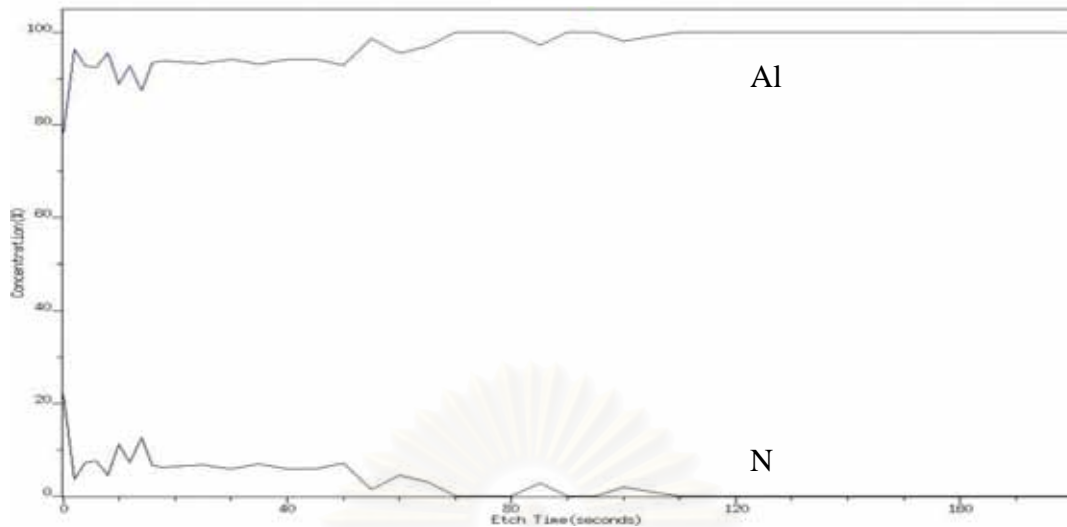
ในรูปที่ 4.18 เป็นรูปที่แสดงผลวิเคราะห์ของ XPS ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับพลังงานพันธะที่เปลี่ยนแปลงไปพร้อมกับการสับเตออริงของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์เวลา 9 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องจากรูปที่ 4.18(ก)แสดงค่าความเข้มของไนโตรเจนจะเห็นว่าที่ผิวชิ้นงานค่าความเข้มของไนโตรเจนจะเกิดพีคสูงสุดที่ค่าพลังงานพันธะประมาณ 401.5 eV. และหลังจากสับเตออริงผ่านไปเป็น 30 วินาทีจุดพีคของกราฟก็เริ่มขยับเข้าใกล้ค่าพลังงานพันธะที่ 400 eV. เมื่อสับเตออริงผ่านไปอีก 60 วินาทีจุดพีคของกราฟก็ยังคงอยู่ที่ 400 eV. และค่าความเข้มที่ยังสูงแต่หลังจากที่สับเตออริงผ่านไป 120 วินาทีจุดพีคของกราฟก็ยังคงอยู่ที่ 400 eV แต่ค่าความเข้มของไนโตรเจนกลับลดลงและแทบจะไม่ปรากฏให้เห็นดังรูปที่ 4.18(ก) ส่วนรูปที่ 4.18(ข) เป็นรูปแสดงค่าความเข้มของอะลูมิเนียมพบว่าที่ผิวชิ้นงานค่าความเข้มของอะลูมิเนียมเกิดพีคความเข้มที่ค่าพลังงานพันธะประมาณ 76 eV. และเมื่อสับเตออริงผ่านไป 30 วินาทีที่พีคก็ยังคงสูงที่ตำแหน่งเดิม แต่หลังจากสับเตออริงผ่านไปเป็น 60 วินาที พีคความเข้มของอะลูมิเนียมก็จะเริ่มเข้าใกล้ค่าพลังงานพันธะที่ 72.6 eV. และอยู่ที่ตำแหน่งนี้จนกระทั่งสับเตออริงผ่านไป 120 วินาที

จากรูปที่ 4.16-4.18 จะพบว่าตำแหน่งพีคพลังงานพันธะ 400 eV ของไนโตรเจนแสดงว่าเกิดพันธะระหว่าง N-O ขึ้นที่ผิวชิ้นงานและพีคค่าความเข้มข้นของอะลูมิเนียมที่พลังงานพันธะที่ 76 eV. คือเกิดสารประกอบ $\text{Al}(\text{OH})_3$ สำหรับพีคค่าความเข้มข้นของไนโตรเจนเกิดในตำแหน่ง 397 eV. และพีคของอะลูมิเนียมเป็น 73.8 eV. จะเกิดสารประกอบ AlN และในที่สุดพีคของอะลูมิเนียมอยู่คงที่ที่ตำแหน่งพลังงานพันธะที่ 72.6 eV. นั้นหมายถึงโลหะอะลูมิเนียม ซึ่งหลังจากเวลาการสัปดาห์เตอริงผ่านไปเพียง 120 วินาทีก็ไม่พบชั้นไนโตรไซด์แล้ว แสดงว่าชั้นไนโตรไซด์บางมากจึงไม่สามารถวิเคราะห์ด้วย XRD ได้ และไม่สามารถวิเคราะห์ความหนาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดและกล้องจุลทรรศน์แสงได้ ดังนั้นในการศึกษานี้จึงศึกษาค่าความเข้มข้น (concentration) ของอะลูมิเนียมกับไนโตรเจนคู่กับเวลาสัปดาห์เตอริง (etching time) เพื่อตรวจสอบความลึกของไนโตรเจนในชิ้นงานได้ดังรูป 4.19-4.21



รูปที่ 4.19 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration, %) กับเวลาการสัปดาห์เตอริง (etch time, s) ของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ เวลา 9 ชม. ที่อุณหภูมิห้อง

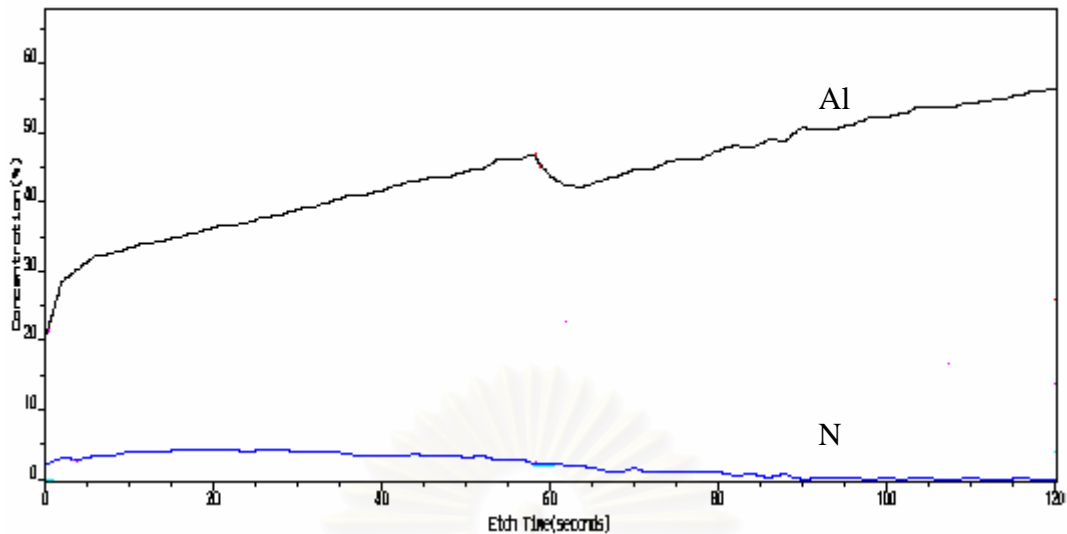
การแพร่ของไอออนไนโตรเจนเข้าสู่อะลูมิเนียมแสดงดังรูปที่ 4.19 โดยรูปที่ 4.19 เป็นรูปที่แสดงความเข้มข้นของไนโตรเจนและอะลูมิเนียมเมื่อเวลาการสัปดาห์เตอริงผ่านไปของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนโตรรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ เวลา 9 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จากรูปจะเห็นว่าความเข้มข้นของไนโตรเจนจะมากถึง 30% และความเข้มข้นไนโตรเจนจะค่อยๆ ลดลงเกือบเป็นศูนย์ที่เวลาการสัปดาห์เตอริง 10 วินาที ส่วนอะลูมิเนียมพบว่าความเข้มข้นในช่วงแรกจะอยู่ที่ 70% และค่อยๆ เพิ่มขึ้นเป็น 100% ในวินาทีที่ 15 ของการสัปดาห์เตอริง



รูปที่ 4.20 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%) กับเวลาการสับเตอริง (etch time,s) ของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 9 ช.ม.ที่อุณหภูมิต่ำ

ในรูปที่ 4.20 แสดงความเข้มข้นของไนโตรเจนและอะลูมิเนียมเมื่อเวลาการสับเตอริงผ่านไปของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 9 ช.ม.ที่อุณหภูมิต่ำ จากรูปจะเห็นว่าความเข้มข้นของไนโตรเจนจะมากถึง 20% ในช่วงแรก และค่อยๆ ลดลงจนกระทั่งเหลือความเข้มข้นประมาณ 5% ที่วินาทีที่ 5 ของการสับเตอริงและปริมาณความเข้มข้นของไนโตรเจนจะอยู่ที่ 5% จนกระทั่งการสับเตอริงผ่านไป 80 วินาที หลังจากนั้นก็ยังคงมีปริมาณความเข้มข้นของไนโตรเจนจำนวนเล็กน้อยกระจายให้เห็นและจนกระทั่งถึง 110 วินาทีจากนั้นความเข้มข้นไนโตรเจนจะลดลงเป็นศูนย์ ส่วนอะลูมิเนียมที่ผิว (0 วินาที) ความเข้มข้นอยู่ที่ประมาณ 80% และค่อยๆ เพิ่มขึ้นเป็น 90% และคงที่จนถึง 110 วินาทีความเข้มข้นของอะลูมิเนียมจึงเป็น 100%

ในรูปที่ 4.21 แสดงความเข้มข้นของไนโตรเจนและอะลูมิเนียมเมื่อเวลาการสับเตอริงผ่านไปของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ เวลา 9 ชั่วโมงที่อุณหภูมิต่ำ จากรูปจะเห็นว่าความเข้มข้นของไนโตรเจนจะอยู่ที่ 5% ตั้งแต่เวลาการสับเตอริงที่ผิว (0 วินาที) จนกระทั่งถึง 90 วินาทีและความเข้มข้นของไนโตรเจนจะลดลงมาครั้งหนึ่งและปรากฏให้เห็นเล็กน้อยจนกระทั่งความเข้มข้นเป็นศูนย์ที่วินาที 100 ของการสับเตอริง ส่วนอะลูมิเนียมจะเห็นว่าความเข้มข้นจะอยู่ที่ 20% ที่ผิว (0 วินาที) และเมื่อเข้าสู่ผิวความเข้มข้นของอะลูมิเนียมจะยังเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนกระทั่งความเข้มข้น 80% ก็ยังมีแนวโน้มที่ความเข้มข้นจะยังเพิ่มขึ้นไปอีก

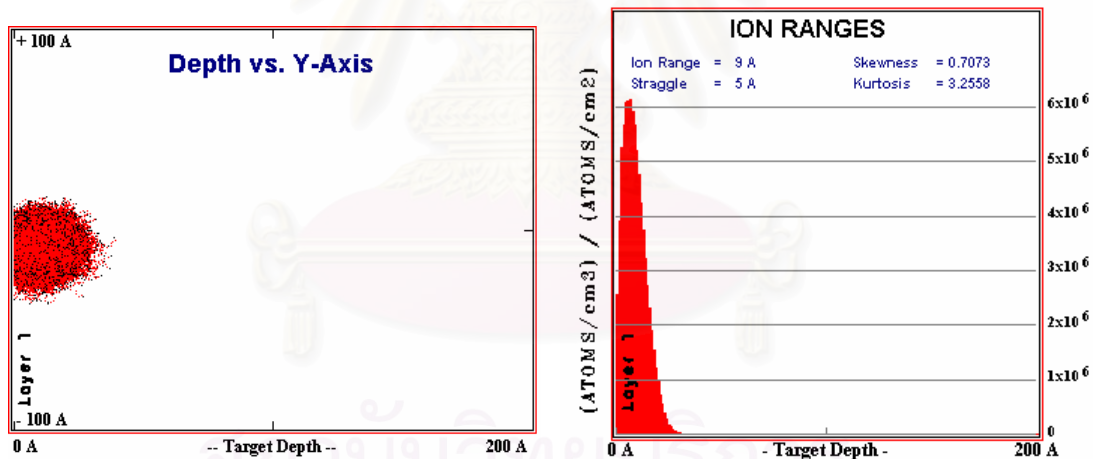


รูปที่ 4.21 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%) กับเวลา การสับตเตอร์ (etch time,s) ของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่น ความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ เวลา 9 ชม.ที่อุณหภูมิต่ำ

จากรูปที่ 4.19-4.21 จะเห็นว่าที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ (รูปที่ 4.21) ระยะการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจนจะแทรกเข้าไปในอะลูมิเนียมได้ลึกมากกว่าความต่างศักย์ 200 โวลต์ และ 100 โวลต์ในรูปที่ 4.20 และ 4.19 ตามลำดับ ความต่างศักย์ 200 โวลต์ระยะลึกของไอออนก็มากกว่า 100 โวลต์จากลักษณะดังกล่าวอาจเป็นไปได้ว่าความต่างศักย์มากส่งผลต่อพลังงานของไอออนมาก และการที่พลังงานไอออนมากทำให้ไอออนสามารถแทรกไปในเนื้ออะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนักได้ ดังนั้นจากรูปที่ 4.19-4.21 กล่าวได้ว่าที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ระยะลึกของไนโตรเจนที่เข้าไปยังเนื้ออะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก แทรกได้ลึกมากกว่าที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์และที่ 200 โวลต์ระยะลึกของไนโตรเจนก็จะมากกว่าที่ 100 โวลต์ (ระยะลึก 250 โวลต์ > 200 โวลต์ > 100 โวลต์) โดยจะเห็นว่าการที่ระยะลึกของไนโตรเจนมากปริมาณความเข้มข้นของไอออนจะน้อยลงดังรูปที่ 4.21 แต่ที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ (รูปที่ 4.19) พบว่าปริมาณไอออนที่ผิวจะสูงมากกว่าที่ 200 โวลต์และ 250 โวลต์ (ความเข้มข้นของไอออนไนโตรเจน 100 โวลต์ > 200 โวลต์ > 250 โวลต์) นั้นหมายความว่าไอออนหยุดที่ผิวและการแพร่เกิดขึ้นได้น้อย เพราะอุณหภูมิต่ำเกินไปจึงได้รูปแบบคล้ายกับการฝังไอออน (ion implant) ซึ่งไอออนไนโตรเจนจะสามารถแทรกเข้าไปได้ลึกขึ้นตามพลังงาน ดังนั้นถ้าพลังงานมากก็จะแทรกเข้าไปในผิวได้ลึกมาก แต่ก็จะทำให้การกระจายตัวของไนโตรเจนที่แทรกเข้าไปในผิวชิ้นงานมากตามไปด้วย ดังนั้นถ้าตัวแปรอื่นในการทดลอง คือ กระแสไฟฟ้า (current) , กำลังไฟฟ้า (power) คงที่แสดงว่าจำนวนไอออนไนโตรเจนค่อนข้างคงที่ ดังนั้นเมื่อการกระจายตัวที่กว้างขึ้นเมื่อใช้ความต่างศักย์สูงขึ้นจะทำให้ความเข้มข้นไอออนต่ำลง ซึ่งเป็นลักษณะเดียวกันกับที่พบในการฝังไอออน ซึ่งเป็นกระบวนการที่ใช้

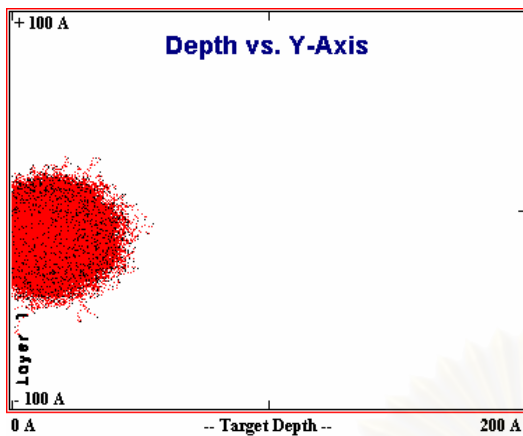
อุณหภูมิต่ำทำให้การแพร่(diffusion)ของไอออนไม่มาก ซึ่งในการทดลองนี้ทำให้อุณหภูมิห้องที่ความต่างศักย์ที่ 100 โวลต์, 200 โวลต์ และ 250 โวลต์ โดยไม่ใช้เครื่องช่วยเพิ่มอุณหภูมิ (heater) จึงทำให้การแพร่ของไนโตรเจนในอะลูมิเนียมเป็นไปได้ช้า การกระจายตัวของไนโตรเจนจึงถูกควบคุมโดยพลังงานจลน์ที่ได้จากความต่างศักย์เป็นหลัก ทำให้ได้การกระจายตัวคล้ายการฝังไอออน

ในการศึกษาลักษณะการกระจายตัวของไอออนในงานวิจัยนี้ ทำโดยใช้โปรแกรม Trim Calculation เข้ามาช่วยจำลองสถานะของไอออนไนโตรเจนที่มีพลังงานต่างกันจากค่าศักย์ไฟฟ้าที่แทรกเข้าสู่เนื้อพื้นอะลูมิเนียมโดยมีค่าหนึ่งถึงผลอุณหภูมิ โดยในการคำนวณจะกำหนดสถานะในการคำนวณดังนี้ คือ กำหนดให้ไนโตรเจนเป็นไอออน โดยมีอะลูมิเนียมเป็นเป้าในการฝังไอออน (substrate) โดยใช้มุมตกกระทบเฉลี่ยที่มุม 45 องศา จำนวนไอออน 99,999 ไอออน และแปรผันพลังงานได้แก่ 255 eV, 205 eV, 105 eV.. โดยมาจากความต่างศักย์ต่างๆที่ให้บวกกับพลังงานในเครื่องพลาสมาอีก 5 eV. และได้ทดลองใช้พลังงาน 505 eV. เพื่อให้เห็นผลของความต่างศักย์ที่มีค่าสูงมากซึ่งไม่สามารถใช้ได้ในการทดลองจริงเนื่องจากไม่สามารถควบคุมการเกิดอาร์คของพลาสมาได้ ผลการคำนวณจากโปรแกรมแสดงดังรูปที่ 4.22-4.25

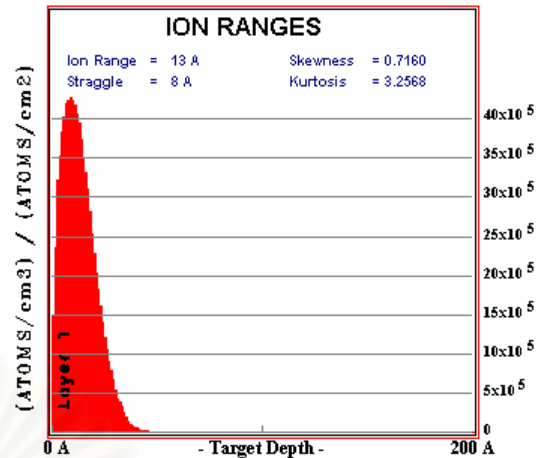


(ก) ความลึกตามแนวแกน Y (ข) ความลึกแนวตัดขวาง
รูปที่ 4.22 การกระจายตัวของไอออนโดยใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ (ก) ความลึกตามแนวแกน Y (ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.22 เป็นผลการคำนวณจากโปรแกรมโดยใช้พลังงานที่ 105 eV หรือ 100 โวลต์เพื่อดูลักษณะการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจนจากรูปที่ 4.22(ก) จะแสดงระยะกระจายตัวของไอออนในแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.22(ข) จะแสดงระยะการกระจายตัว (ion range) และความเข้มข้นของไอออนซึ่งระยะกระจายตัวที่ได้จากความต่างศักย์ที่ 100 โวลต์จะอยู่ที่ประมาณ 9 อังสตรอมและความเข้มข้นของไอออนสูงสุดที่ $6.2 \times 10^6 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$



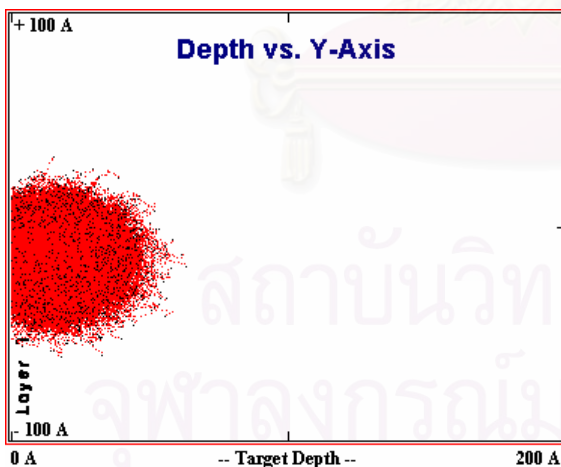
(ก) ความลึกตามแนวแกน Y



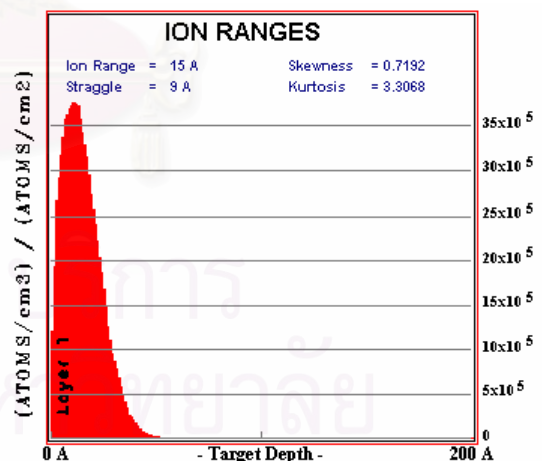
(ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.23 การกระจายตัวของไอออนโดยการใส่โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์
(ก) ความลึกตามแนวแกน Y (ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.23 เป็นผลการคำนวณจากโปรแกรมโดยใช้พลังงานที่ 205 eV หรือ 200 โวลต์เพื่อดูลักษณะการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจนจากรูปที่ 4.23(ก) จะแสดงระยะกระจายตัวของไอออนในแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.23(ข) จะแสดงระยะการกระจายตัว (ion range) และความเข้มข้นของไอออน ซึ่งระยะกระจายตัวที่ได้จากความต่างศักย์ที่ 200 โวลต์จะอยู่ที่ประมาณ 13 อังสตรอมและความเข้มข้นของไอออนสูงสุดที่ $43 \times 10^5 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$



(ก) ความลึกตามแนวแกน Y

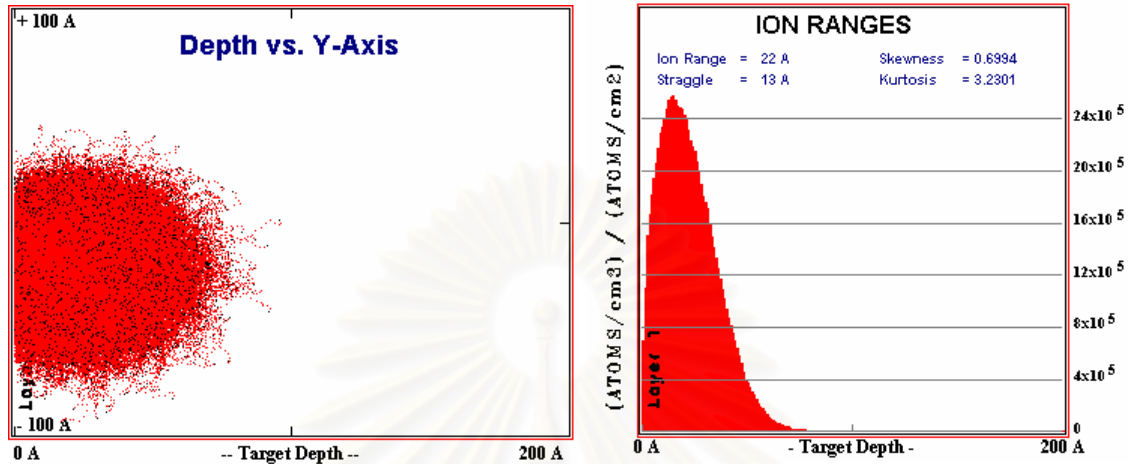


(ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.24 การกระจายตัวของไอออนโดยการใส่โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ (ก) ความลึกตามแนวแกน Y (ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.24 เป็นผลการคำนวณจากโปรแกรมโดยใช้พลังงานที่ 255 eV หรือ 250 โวลต์เพื่อดูลักษณะการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจนจากรูปที่ 4.24(ก) จะแสดงระยะกระจายตัวของ

ไอออนในแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.24(ข) จะแสดงระยะการกระจายตัว (ion range) และความเข้มข้นของไอออน ซึ่งระยะการกระจายตัวที่ได้จากความต่างศักย์ที่ 250 โวลต์จะอยู่ที่ประมาณ 15 อังสตรอม และความเข้มข้นของไอออนสูงสุดที่ $38 \times 10^5 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$



(ก) ความลึกตามแนวแกน Y

(ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.25 การกระจายตัวของไอออนโดยการให้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 500 โวลต์

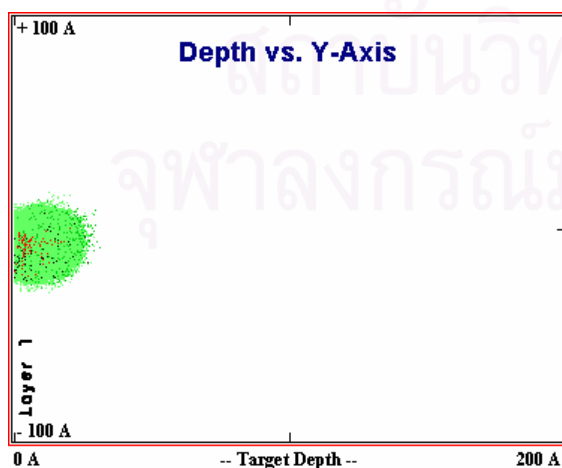
(ก) ความลึกตามแนวแกน Y (ข) ความลึกแนวตัดขวาง

รูปที่ 4.25 เป็นผลการคำนวณจากโปรแกรมโดยใช้พลังงานที่ 505 eV หรือ 500 โวลต์เพื่อดูลักษณะการกระจายตัวของไอออนในโตรเจนจากรูปที่ 4.25(ก) จะแสดงระยะการกระจายตัวของไอออนในแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.25(ข) จะแสดงระยะการกระจายตัว (ion range) และความเข้มข้นของไอออน ซึ่งระยะการกระจายตัวที่ได้จากความต่างศักย์ที่ 500 โวลต์จะอยู่ที่ประมาณ 22 อังสตรอม และความเข้มข้นของไอออนสูงสุดที่ $25 \times 10^5 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$

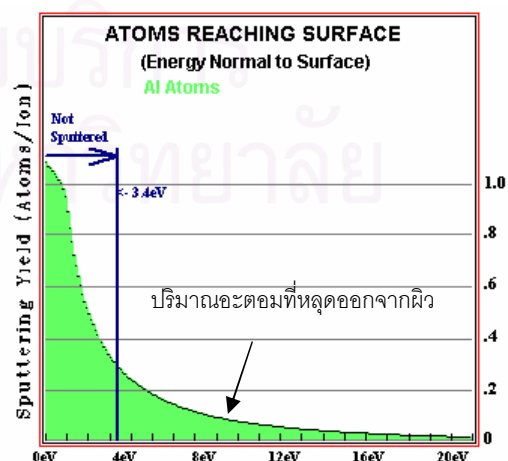
จากรูปที่ 4.22-4.25 จะเห็นว่าความต่างศักย์น้อยค่าความเข้มข้นของไอออนจะสูงโดยความต่างศักย์ที่ 100 โวลต์ค่าความเข้มข้นสูงสุดเป็น $6.2 \times 10^6 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$ และความต่างศักย์ 200 โวลต์ความเข้มข้นจะลดลงมาเป็น $43 \times 10^5 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$ เมื่อความต่างศักย์ 250 โวลต์ความเข้มข้นจะเป็น $38 \times 10^5 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$ และเมื่อทดลองให้โปรแกรมคำนวณที่ความต่างศักย์ 500 โวลต์ความเข้มข้นสูงสุดเป็น $25 \times 10^5 \text{ (atom/cm}^3\text{) / (atom/cm}^2\text{)}$ ดังนั้นสรุปได้ว่าความเข้มข้นของไอออนในโตรเจนที่ 100 โวลต์ สูงสุดและลดลงตามความต่างศักย์ คือ 200 โวลต์ 250 โวลต์ และ 500 โวลต์ตามลำดับ จากผล Trim Calculation แสดงให้เห็นว่าในกระบวนการพลาสมาไนตรายิ่งชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่อุณหภูมิต่ำ ไอออนหยุดที่ผิวแล้วไม่ค่อยแพร่เพราะอุณหภูมิต่ำเกินไปจึงได้รูปแบบคล้ายกับการฝังไอออน

ส่วนระยะการกระจายตัว(ion range) กลับพบว่าที่ความต่างศักย์มากระยะลึกจะมากกว่าที่ความต่างศักย์น้อยซึ่งจากการคำนวณด้วยโปรแกรมระยะลึกที่ 500 โวลต์เป็น 22 อังสตรอม ที่ 250 โวลต์ระยะลึกลดลงมาเป็น 15 อังสตรอมและที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์, 100 โวลต์ระยะลึกเท่ากับ 13 อังสตรอมและ 9 อังสตรอมตามลำดับ ดังนั้นกล่าวได้ว่าที่ระยะลึก 500 โวลต์ มีความลึกของไอออนมากที่สุดและลดลงตามความต่างศักย์ 250 โวลต์ 200 โวลต์ และ 100 โวลต์ตามลำดับ ทั้งนี้เพราะความต่างศักย์มากส่งผลต่อพลังงานของไอออนมากและการที่พลังงานไอออนมากทำให้ไอออนสามารถแทรกไปในเนื้ออะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนักได้มาก ผลที่ได้จากการคำนวณด้วยโปรแกรมก็ยืนยันลักษณะการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจน ซึ่งมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าลักษณะของไอออนเมื่อเข้าสู่เนื้ออะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิต่ำมีพฤติกรรมคล้ายกับการฝังไอออน จากการศึกษาจึงอาจกล่าวได้ว่าเมื่อใช้ความต่างศักย์ที่ให้แก่งานซึ่งส่งผลต่อพลังงานของไอออนเพิ่มขึ้นจะทำให้ความลึกของไนโตรเจนมากขึ้นเมื่อปรับปรุงผิวด้วยการทำพลาสมาไนตรายิ่งขึ้นคิดค้นความถี่วิทยุโดยไม่ใช้แหล่งกำเนิดความร้อนช่วยแต่ความเข้มข้นไอออนที่ผิวมีปริมาณลดลงเมื่อใช้ความต่างศักย์สูงเนื่องจากการกระจายตัวไอออนเข้าไปภายในมากขึ้น

นอกจากจะใช้โปรแกรม Trim คำนวณลักษณะที่เป็นไปได้ของการกระจายตัวไอออนไนโตรเจนแล้ว ในงานวิจัยนี้ยังได้คำนวณในขั้นตอนการสับเตอริงด้วยแก๊สอาร์กอนเพื่อควบคุมปริมาณของอะตอมอะลูมิเนียมที่ผิวว่ามีการหลุดออกจากผิวอันเกิดจากความต่างศักย์ที่ต่าง ๆ กันซึ่งสภาวะจะใช้ในการคำนวณ คือ อาร์กอนเป็นไอออน อะลูมิเนียมเป็นเป้าในการยิง(substrat) ที่มุม 45 องศา จำนวนไอออน 99,999 จำนวน และแปรผันพลังงานได้แก่ 255eV, 205eV, 105eV. โดยมาจากความต่างศักย์ต่างๆ ที่ให้บวกกับพลังงานในเครื่องพลาสมาอีก 5 eV ผลการคำนวณจากโปรแกรมแสดงดังรูปที่ 4.26-4.28



(ก) ระยะลึกที่ถูกสับเตอริงตามแนวแกน Y

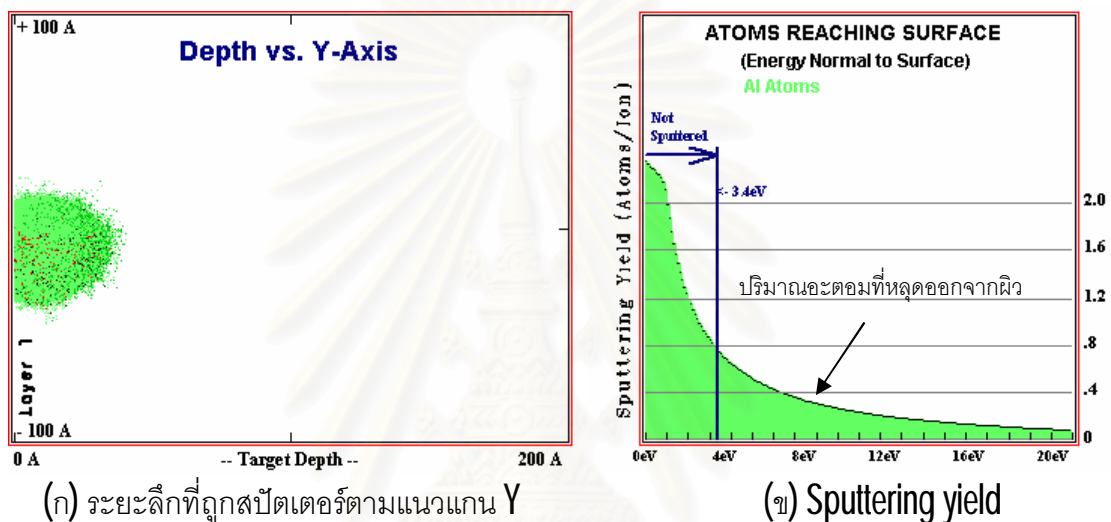


(ข) Sputtering yield

รูปที่ 4.26 การสับเตอริงด้วยอาร์กอนโดยใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์

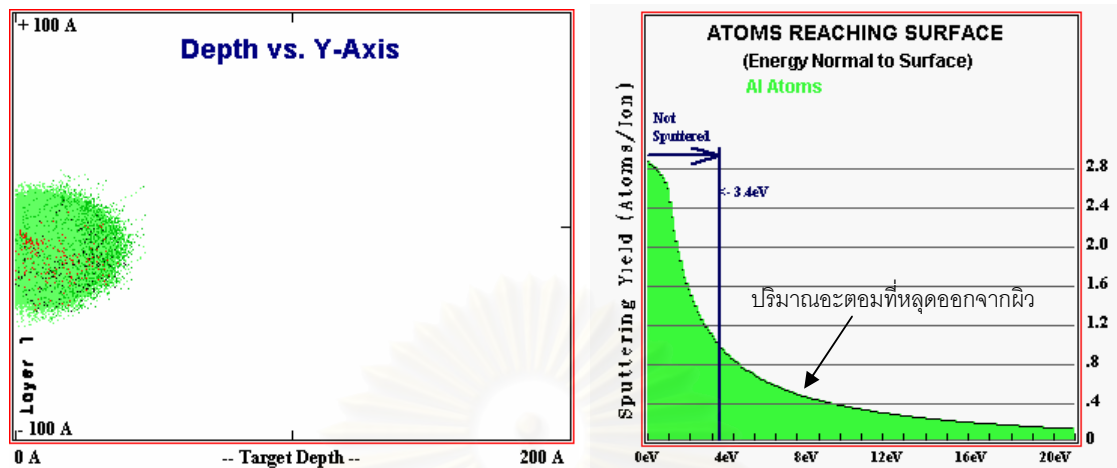
(ก) ระยะลึกที่ถูกสับเตอริงตามแนวแกน Y (ข) Sputtering yield

รูปที่ 4.26 แสดงการใช้โปรแกรม Trim คำนวณเพื่อดูความเป็นไปได้สำหรับปริมาณการหลุดออกอะตอมของอะลูมิเนียมที่ผิวอันเกิดจากอาร์กอนสปัตเตอริงที่ความต่างศักย์ 100 โวลต์ รูปที่ 4.26(ก) แสดงระยะลึกที่ถูกสปัตเตอริงตามแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.26(ข) แสดงค่า Sputtering yield หรือปริมาณอะตอมที่หลุดออกจากผิว ซึ่งปริมาณของอะตอมอะลูมิเนียมที่หลุดออกจากผิวต้องมีพลังงานมากกว่า 3.4eV. จากการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟรูปสี่เหลี่ยมคางหมูจะได้ค่า Sputtering yield เท่ากับ 2.9 อะตอม/อิเล็กตรอน



รูปที่ 4.27 การสปัตเตอริงด้วยอาร์กอนโดยการใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ (ก) ระยะลึกที่ถูกสปัตเตอริงตามแนวแกน Y (ข) Sputtering yield

รูปที่ 4.27 แสดงการใช้โปรแกรม Trim คำนวณเพื่อดูความเป็นไปได้สำหรับปริมาณการหลุดออกอะตอมของอะลูมิเนียมที่ผิวอันเกิดจากอาร์กอนสปัตเตอริง ที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ซึ่งรูปที่ 4.27(ก) แสดงระยะลึกที่ถูกสปัตเตอริงตามแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.27(ข) แสดงค่า Sputtering yield หรือปริมาณอะตอมที่หลุดออกจากผิว ซึ่งปริมาณของอะตอมอะลูมิเนียมที่หลุดออกจากผิวต้องมีพลังงานมากกว่า 3.4eV จากการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟรูปสี่เหลี่ยมคางหมูจะได้ค่า Sputtering yield เท่ากับ 8.5 อะตอม/อิเล็กตรอน



(ก) ระยะเวลาที่ถูกลูกสปัตเตอร์ตามแนวแกน Y

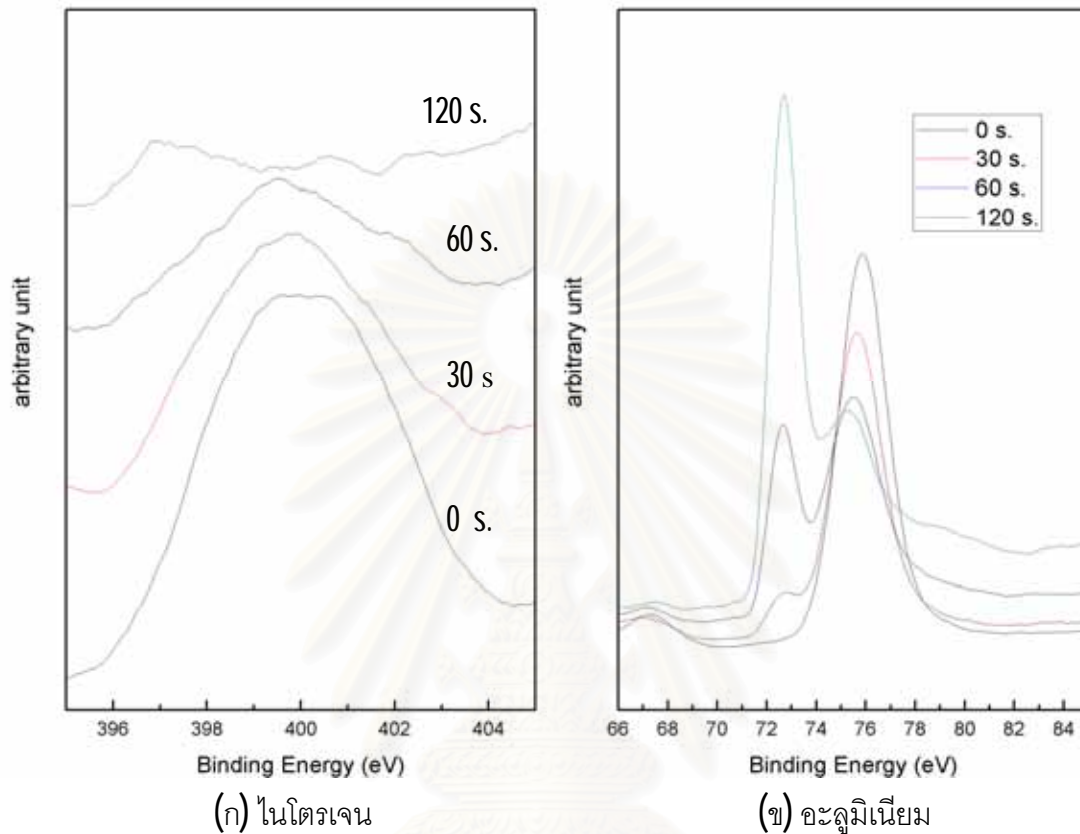
(ข) Sputtering yield

รูปที่ 4.28 การสปัตเตอร์ด้วยอาร์กอนโดยการใช้โปรแกรม Trim ที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ (ก) ระยะเวลาที่ถูกลูกสปัตเตอร์ตามแนวแกน Y (ข) Sputtering yield

รูปที่ 4.28 แสดงการใช้โปรแกรม Trim คำนวณเพื่อดูความเป็นไปได้สำหรับปริมาณการหลุดออกอะตอมของอะลูมิเนียมที่ผิวอันเกิดจากอาร์กอนสปัตเตอร์ที่ความต่างศักย์ 250 โวลต์ รูปที่ 4.28(ก) แสดงระยะเวลาที่ถูกลูกสปัตเตอร์ตามแนวแกน Y ส่วนรูปที่ 4.28(ข) แสดงค่า Sputtering yield หรือปริมาณอะตอมที่หลุดออกจากผิว ซึ่งปริมาณของอะตอมอะลูมิเนียมที่หลุดออกจากผิวต้องมีพลังงานมากกว่า 3.4 eV. จากการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟรูปสี่เหลี่ยมคางหมูจะได้ค่า Sputtering yield เท่ากับ 11.05 อะตอม/ไอออน

ผลจากการคำนวณโปรแกรมแสดงให้เห็นว่าความต่างศักย์มากปริมาณอะตอมอะลูมิเนียมที่หลุดออกจากผิวก็จะมากตาม โดยที่ความต่างศักย์ที่ 250 โวลต์มีปริมาณอะตอมที่หลุดออกจากผิวมากกว่าที่ 200 โวลต์และ 100 โวลต์ตามลำดับ เพราะความต่างศักย์มีค่าต่อพลังงานจลน์ของไอออนดังได้กล่าวไว้แล้วในหัวข้อ 4.2.2 ดังนั้นพลังงานของไอออนของอาร์กอนที่วิ่งชนผิวอะลูมิเนียมมีค่ามากส่งผลให้โอกาสที่อะตอมที่ผิวอะลูมิเนียมจะหลุดออกเนื่องจากการชนก็มีค่ามากเช่นกัน

4.4.3 อิทธิพลของเวลาที่มีผลต่อการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

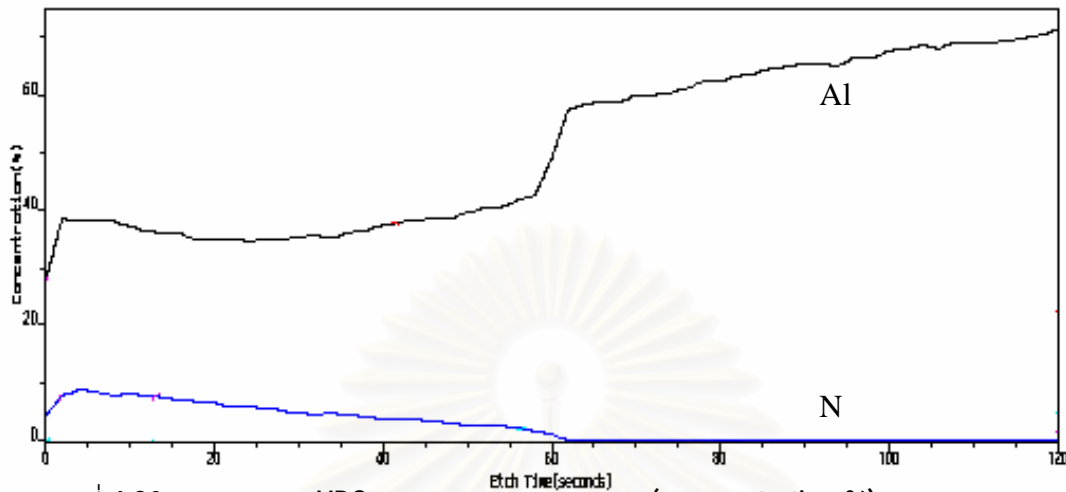


รูปที่ 4.29 ผลจาก XPS แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มกับเวลาการสัปเดตเตอริงของชิ้นงานที่ผ่านการทำ พลาสมาในตรายดิงที่อุณหภูมิห้อง เวลา 4 ชม. ความต่างศักย์ 200 โวลต์ (ก) ไนโตรเจน (ข) อะลูมิเนียม

จากรูปที่ 4.29(ก) เป็นรูปแสดงความเข้มที่เปลี่ยนแปลงไปของไนโตรเจนหลังการสัปเดตเตอริงที่เวลา 4 ชั่วโมง ความต่างศักย์ 200 โวลต์ พบว่ามีพีคความเข้มของไนโตรเจนมีค่าสูงที่สุดที่พลังงานพันธะ 400 eV. แต่เมื่อเวลาในการสัปเดตเตอริงมากขึ้นค่าความเข้มของไนโตรเจนก็จะค่อยๆ ลดลงจนกระทั่งวินาทีที่ 120 พบว่าปริมาณไนโตรเจนลดลงมากไม่เห็นความเข้มชั้นของไนโตรเจน ส่วนรูปที่ 4.29(ข) แสดงค่าความเข้มชั้นของอะลูมิเนียม จากรูปจะเห็นว่าที่ผิวเกิดพีคที่พลังงานพันธะอยู่ที่ประมาณ 76 eV. และเมื่อเริ่มเข้าสู่สัปเดตเตอริงวินาทีที่ 60 นาที จะพบว่าเส้นกราฟเริ่มจะขยับมาที่ 72.3 eV. ในระหว่างนั้นมีพีคที่ 73.8 อยู่ระหว่างพีคที่ 76 eV. และ 72.3 eV. พีคที่เกิดเป็นสารประกอบ $\text{Al}(\text{OH})_3$ (76 eV.), Al (72.3 eV) และ AlN (73.8 eV) ดังได้กล่าวไว้แล้วในหัวข้อที่ 4.4.1

และเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.20 กับรูปที่ 4.30 ที่เวลาการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ 9 ชั่วโมง และ 4 ชั่วโมงตามลำดับความต่างศักย์ 200 โวลต์เท่ากัน จะเห็นว่าที่

การสับแต่ตริงที่ผิว (0 วินาที) พบว่าค่าความเข้มข้นของเวลา 4 ชั่วโมงจะมากกว่า 9 ชั่วโมงแต่ระยะลึกจะน้อยกว่า



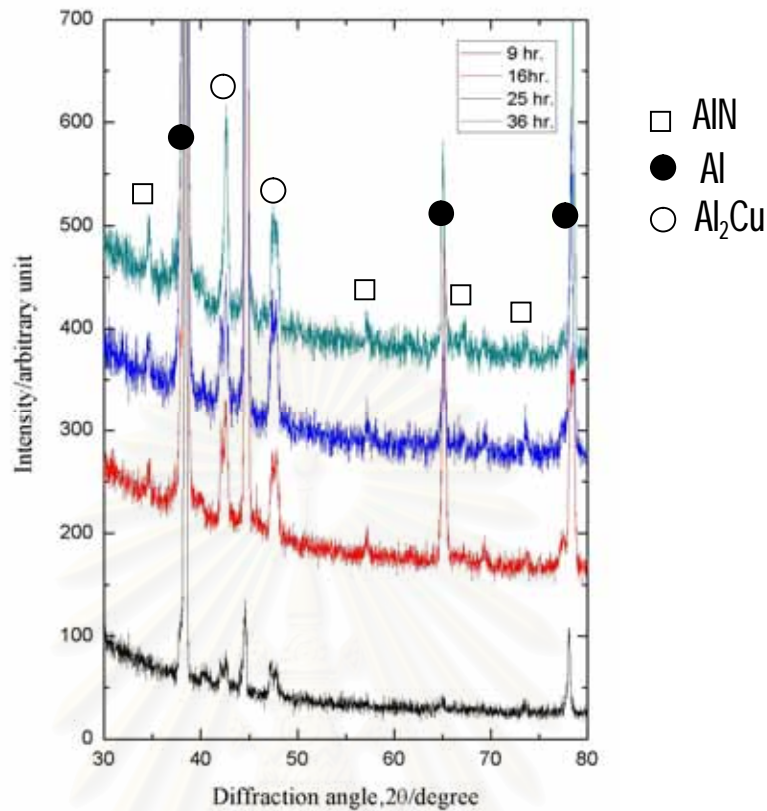
รูปที่ 4.30 ผลวิเคราะห์ XPS ระหว่างค่าความเข้มข้น (concentration,%) กับเวลาการสับแต่ตริง (etch time,s) ของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 4 ช.ม.ที่อุณหภูมิห้อง

ในรูปที่ 4.30 แสดงความเข้มข้นของไนโตรเจนและอะลูมิเนียมเมื่อเวลาการสับแต่ตริงผ่านไปของชิ้นงานที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ เวลา 4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จากรูปจะเห็นว่าความเข้มข้นของไนโตรเจนจะอยู่ที่ประมาณ 10% ของการสับแต่ตริงที่ผิวและปริมาณความเข้มข้นจะลดลงมาเรื่อยๆ และเป็นศูนย์ที่วินาทีที่ 60 เมื่อเปรียบเทียบการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจนพบว่าระยะการกระจายตัวของไอออนไนโตรเจนของชิ้นงาน 9 ชั่วโมงจะแพร่ได้ลึกมากกว่าที่ 4 ชั่วโมงเพราะเวลาในการทำพลาสมามีผลต่อการแพร่ของไอออน การวิเคราะห์เฟสและสารประกอบด้วย XRD สำหรับการวิเคราะห์ด้วย Grazing incident X-ray diffraction ชิ้นงานอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 4.31 โดยที่ชิ้นงานดังกล่าวผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงที่อุณหภูมิ 350 °C และแปรผันเวลา 9, 16, 25 และ 36 ชม.

จากรูปจะเห็นว่าพบพีคของกราฟที่เป็น AlN แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนที่เวลา 16 ชั่วโมง นั้นแสดงว่าเวลาที่มีผลกับการทำในตรายดิง ซึ่งจะสังเกตได้ว่าเมื่อเพิ่มเวลาสัดส่วนความเข้มข้นของ AlN ต่อ Al จะเพิ่มขึ้นด้วยดังผลการคำนวณสัดส่วนปริมาตรระหว่าง V_{AlN} / V_{Al} ดังแสดงในตารางที่ 4.6 โดยใช้วิธีการคำนวณแบบ direct comparison method ดังแสดงในภาคผนวก

ตารางที่ 4.6 แสดง V_{AlN} / V_{Al} ของชิ้นงานในตรายดิง

ชิ้นงาน	250 °C 9 ชม.	250 °C 16 ชม.	250 °C 25 ชม.	250 °C 36 ชม.	350 °C 9 ชม.	350 °C 16 ชม.	350 °C 25 ชม.	350 °C 36 ชม.
V_{AlN} / V_{Al}	0	0	0.61	0.41	0	0.82	1.15	1.23



รูปที่ 4.31 ผลวิเคราะห์จาก XRD ของชิ้นงาน Al-Cu6% โดยนำหนัก ที่ผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงที่อุณหภูมิ 350 °C ที่เวลาต่างกัน

จากตารางที่ 4.6 จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 350 องศาเท่ากันเมื่อเปรียบเทียบเวลาต่างๆกัน การทำในตรายดิงเป็นเวลา 36 ชั่วโมงสัดส่วนของ V_{AlN} / V_{Al} เป็น 1.23 ซึ่งเป็นค่าที่มากที่สุดรองลงมา คือเวลาที่ทำในตรายดิง 25 ชั่วโมงและ 16 ชั่วโมงตามลำดับแสดงว่าเวลามากขึ้นสัดส่วนของ V_{AlN} / V_{Al} ก็จะมีมากขึ้นตามเวลา

4.4.4 อิทธิพลอุณหภูมิที่มีผลต่อการทำพลาสมาในตรายดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุ

นอกจากเวลาจะมีผลต่อการทำพลาสมาในตรายดิงแล้วอุณหภูมิก็เป็นตัวแปรที่สำคัญอีกตัวที่มีผลต่อการเกิดของชั้นไนตรายด์ (AlN) ดังแสดงในรูปที่ 4.32 โดยชิ้นงานดังกล่าวผ่านการทำพลาสมาในตรายดิงเป็นเวลา 36 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 250 °C และ 350 °C จากรูปพบว่าพิกที่เป็น AlN เห็นได้ชัดเจนที่อุณหภูมิที่ 350 °C มากกว่าที่อุณหภูมิที่ 250 °C เมื่อเปรียบเทียบเวลาที่ 36 ชั่วโมงเท่ากันแต่อุณหภูมิต่างกันก็จะพบว่าสัดส่วนของ V_{AlN} / V_{Al} ที่อุณหภูมิ 350 °C มากกว่าอุณหภูมิ 250 °C คือ สัดส่วนของ V_{AlN} / V_{Al} ที่ 350 °C เท่ากับ 1.23 และที่ 250 °C เท่ากับ 0.41 แสดงว่าอุณหภูมิที่มากก็ส่งผลต่อสัดส่วน V_{AlN} / V_{Al} ที่มากขึ้นด้วย สิ่งที่น่าสังเกตคือ อุณหภูมิ 250 °C

เวลา 25 ชั่วโมง สัดส่วนของ V_{AIN} / V_{Al} มากกว่าอุณหภูมิ 250°C เป็นไปได้ว่าระหว่างการสัปดาห์เตอริงเฟสที่เป็นอลูมิเนียมมีการหลุดออกมากกว่าเฟส Al_2Cu ดังนั้นเมื่อเกิด AlN สัดส่วนของ V_{AIN} / V_{Al} ที่ได้จึงผิดแปลกไปจากค่าอื่น อุณหภูมิจะมีความสำคัญกับการแพร่ของอิออนไนโตรเจนที่สามารถที่จะช่วยเพิ่มความหนาของชั้น AlN ซึ่งสามารถแสดงได้ดังสมการที่ 4.4

$$D_1 = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (4.4)$$

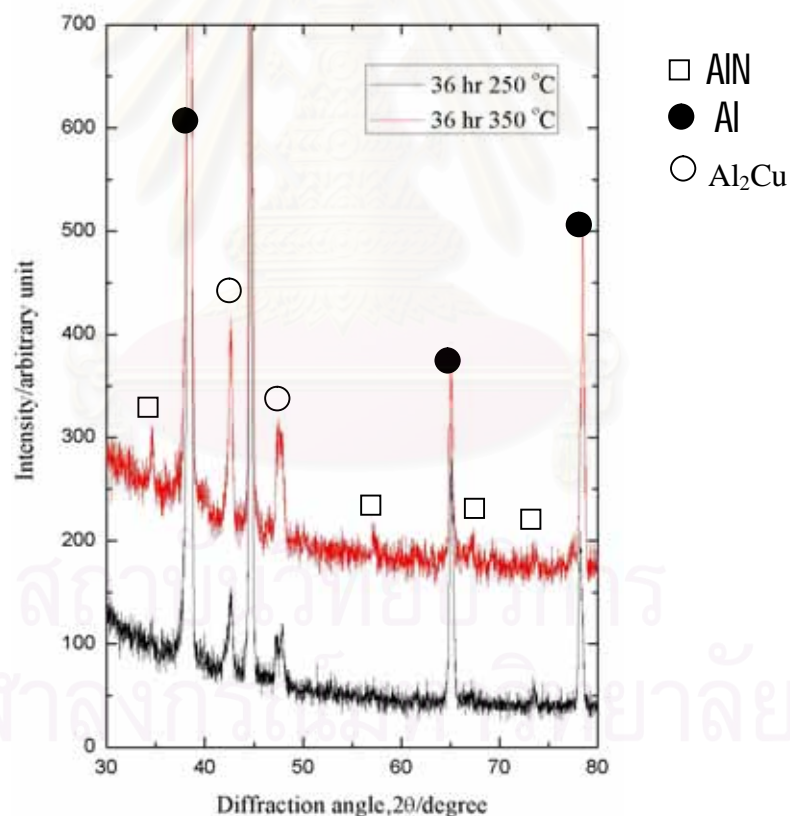
D_0 = ค่าคงที่การแพร่ (frequency factor)

Q = พลังงานในการแพร่ (the activation energy)

R = ค่าคงที่ของแก๊ส (gas constant)

T = อุณหภูมิ (Temperature)

จากสมการจะเห็นค่า D_1 (nitrogen-diffusion-coefficient) สัมพันธ์กับ T (temperature) เมื่อค่า T เพิ่มขึ้นค่า D_1 ก็เพิ่มขึ้นด้วย



รูปที่ 4.32 ผลวิเคราะห์จาก XRD ของชิ้นงาน Al-6\%Cu ที่ผ่านการทำพลาสมาไนตรรายดิงที่เวลา 36 ชม. อุณหภูมิ 250°C และ 350°C

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

- 5.1 การเกิดชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AIN) บนชิ้นงานอะลูมิเนียมผสมทองแดง 6% โดยน้ำหนัก สามารถทำได้ด้วยการทำไนไตรดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุกับชิ้นงานที่ได้รับการเพิ่มอุณหภูมิ และไม่ได้รับการเพิ่มอุณหภูมิ
- 5.2 จากงานวิจัยนี้พบว่าค่าความต่างศักย์ที่สูงจะส่งผลต่อการเกิดชั้นอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AIN) มากกว่าค่าความต่างศักย์ต่ำ (การเพิ่มความต่างศักย์ทำให้ระยะลึกของอ็อกไซด์ไนโตรเจนมากขึ้น) ส่วนในเรื่องของอุณหภูมิและเวลาพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิและเวลาจะส่งผลต่อการเพิ่มปริมาณ สัดส่วน V_{AIN} / V_{Al} มากขึ้น
- 5.3 ความหนาผิวของชิ้นงานจะไม่เพิ่มตามเวลาที่ทำการพลาสมาไนไตรดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุแต่ จะเพิ่มขึ้นตามความต่างศักย์และอุณหภูมิที่สูงขึ้น ผิวชิ้นงานหลังการทำไนไตรดิงจะเกิดหลุมที่ผิวเนื่องจากการเกิด Hydrogen etching
- 5.4 ความแข็งผิวชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นจาก 3.98 GPa. ของชิ้นงานก่อนทำไนไตรดิงเป็น 14.63 GPa และ 17.02 GPa. ของชิ้นงานที่ผ่านการพลาสมาไนไตรดิงชนิดคลื่นความถี่วิทยุเป็นเวลา 25 ชั่วโมง 250 โวลต์ที่อุณหภูมิห้องและชิ้นงานที่ผ่านการทำไนไตรดิงเป็นเวลา 25 ชั่วโมง 250 โวลต์ที่อุณหภูมิ 350 °C ตามลำดับ

รายการอ้างอิง

- [1] ASM International. Aluminium and Aluminium alloy. USA: ASM International, 1993: 31- 33
- [2] ประสงค์ ศรีเจริญชัย. เอกสารคำสอน วิชา วิศวกรรมพื้นผิว (Surface Engineering). จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [3] Kazuhiro Nakata, and Masao Ushio. Effect of Fe content on wear resistance of thermal spray Al-17Si-XFe alloy coating on A 6063 Al alloy substrate, Surface and Coating Technology.169-170 (2003):443-446.
- [4] D.Manova, P.Huber, S.Mandl and B.Rauschenbach.Surface modification of aluminium by plasma immersion ion implantation, Surface and Coating Technology.128-129 (2000):249-255.
- [5] ASM International. Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing,Ohio USA:ASM International, 2003:4-109.
- [6] ชุติพรย์ ปาไร่. การหาคุณลักษณะของเหล็กกล้าเครื่องมือ H13 ที่ทำในทรายดิงแบบพลาสมา. วิทยานิพนธ์ระดับปริญญาโทมหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2548
- [7] Patama visuttipitukul,Tatsuhiko aziawa and Hideyuki kuwahara.Feasibility of plasma nitriding for effective surface treatment of pure aluminium. Materials Transactions. 44(2003):1412-1418.
- [8] Tohru Arai, Hironori fujita,and Hideo tachikawa. Ion nitriding of aluminium and aluminium alloy. (1986):37-38.
- [9] Michael Quast, Peter Mayr, Heinz-Rolf Stock, Harry Podlesak and Bernhard Wielage. In situ and ex situ examination of plasma-assisted nitriding of aluminium alloys.Surface and Coating Technology.135 (2001):238-249.
- [10] M.Maoradshahi, T.Tavakoli, S.Amiri and Sh.Shayeganmehr. Plasma nitriding of Al alloys by DC glow discharge. Surface and Coating Technology. 201 (2006): 567-574.
- [11] P.Visuttipitukul and T. Aizawa, Plasma nitriding design for aluminium and aluminum alloys. Surface Engineering. 22(2006):187.

- [12] Sabina Gredelj, Sunil Kumar, Andrea R and Giuseppe P.cavalloaro, Radio plasma nitriding of aluminium at higher power levels. Thin solid films. 515(2006) 1480-1485
- [13] P. Visuttipitukul and T. Aizawa, Wear of plasma-nitrided aluminium alloys. Wear 259(2005)482-489.
- [14] H-Y. Chen, H.-R. Stock and P. Maya, Plasma nitriding of Al 99.5, Journal de Physique III. 3(1993):971-979.
- [15] Masato and Takashi, Structure -color-control by AlN coating on rough surface Al film, Material Transaction.44 (2003)2417-2419
- [16] C.Alves Jr, F.O.de Araujo, K.J.B. Ribeiro, J.A.P. da Costa, R.R.M. Sousa, R.S. de Sousa, Use of cathodic cage in plasma nitriding, Surface and Coating Technology.201(2006) 2450-2454.
- [17] A.Fernandez, C.Real,J.C.Sanchez, Lopez and M.D.Alcala,The use of X-ray photoelectron spectroscopy to characterize fine AlN powder submitted to mechanical attrition, Nanostructure Materials.11(1999)249-257.
- [18] Wen H. Huang, and Wen C.Kiang, Gibbs free energys of formation calculated from dissolution data using specific mineral analyses. II plagioclase feldspars, American Mineralogist, 58(1973)1016-1022.
- [19] Thermodynamics ,Part II: Entropy-How to entropy changes for chemical reaction, Silvia Kolchens, Pima Community College.
- [20] D.R.Stull and H.Prophet ,JANAF Thermochemical Table(second Edition),U.S.37, p.1141
- [21] W.Wagner and A.Pruss, J. Phys. Chem, 22(1993)783-787.

ภาคผนวก



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การคำนวณความแข็งผิวจาก AFM

การคำนวณค่าความแข็งจากรอยกดของพีระมิดฐานสามเหลี่ยมสามารถคำนวณได้ตามสูตรของ AFM โดยคำนวณจาก

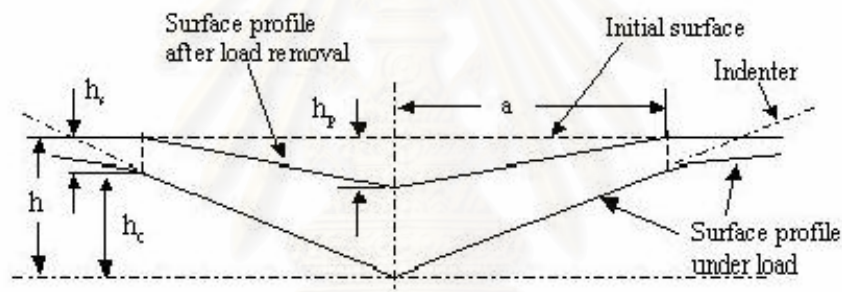
$$H = \frac{F_{\max}}{A_p}$$

H = ค่าเฉลี่ยแรงกด (mean contact pressure)

F_{\max} = โหลดในการกด (maximum load)

A_p = พื้นที่ฉายแสงของตำแหน่งที่โหลดกด (projected contact area at load)

ค่า A_p สามารถหาได้จากรอยกดดังรูป



h_p = ความลึกของตำแหน่งการเกิดพฤติกรรมแบบพลาสติก (plastic depth)

h_c = ความลึกจุดสัมผัส (contact depth)

h_s = การแทนที่ของเส้นรอบวงที่จุดสัมผัส (displacement of the surface at the perimeter of contact)

a = รัศมีวงกลม radius of contact circle

แต่สำหรับในงานวิจัยนี้จะใช้เพียงค่าความลึกของรอยกดรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยมในการนำมาคำนวณค่าความแข็งพร้อมกับค่าคงที่ต่างๆ จากเครื่อง AFM ได้แก่

Contact sensitivity $2.642 \times 10^{-7} \text{ m/V}$

Spring constant 291 N/m

Indent area factor 18.03

Face angle indent $60 = (60 \times (22/7)) / 180 = 1.047 \text{ radian}$

การคำนวณค่า ความแข็ง (Hardness)

$$\text{ความแข็ง} = \frac{\text{โหลดการกด (N)}}{\text{พื้นที่รอยกด} \times \text{รัศมี}}$$

หรือ

$$\text{Hardness(GPa)} = \frac{\text{load force(N)}}{[\text{Penetration Area(sq.m)}] \times \text{radian}}$$

$$\text{Load Force} = \text{spring constant(N/m)} \times \text{contact sensitivity} \left(\frac{\text{m}}{\text{v}}\right) \times \text{Trigger threshold(V)}$$

$$\text{Penetration Area(sq.m)} = \text{Indent area factor} \times \text{penetration depth, } h(\text{nm}) \times (\text{face angle indent})^2$$

ชิ้นงาน	Trigger Threshold [V]	Penetration Depth, h [nm]	Load Force [N]	Penetration Area [sq.m]	Hardness [GPa]
คุณหภูมิห้อง 250 V.25 ชม.(แถวบน)	2	23.457	1.538E-04	9.921E-15	15.50
	1.5	18.117	1.153E-04	5.918E-15	19.49
	1	12.9	7.688E-05	3.000E-15	25.62
คุณหภูมิห้อง 250 V.25 ชม.(แถวล่าง)	2	24.893	1.538E-04	1.117E-14	13.76
	1.5	29.183	1.153E-04	1.536E-14	7.51
	1	19.495	7.688E-05	6.852E-15	11.22
ก่อนไนตรรายดิง(แถวบน)	2	43.776	1.538E-04	3.455E-14	4.45
	1.5	35.66	1.153E-04	2.293E-14	5.03
	1	15.823	7.688E-05	4.514E-15	17.03
ก่อนไนตรรายดิง(แถวล่าง)	2	49.297	1.538E-04	4.382E-14	3.51
	1.5	39.564	1.153E-04	2.822E-14	4.09
	1	23.411	7.688E-05	9.882E-15	7.78
350 องศา, 250 V,25 ชม. (แถวบน)	2	23.075	0.00015376	9.60017E-15	16.01
	1.5	17.432	0.00011532	5.47886E-15	21.04
	1	12.844	7.6882E-05	2.97438E-15	25.84
350 องศา, 250 V,25 ชม. (แถวล่าง)	2	21.755	0.00015376	8.53324E-15	18.01
	1.5	18.842	0.00011532	6.40103E-15	18.01
	1	12.46	7.6882E-05	2.79919E-15	27.46

การคำนวณหา **Volume fraction** คำนวณได้จากสมการ

$$\frac{I_1}{I_2} = \frac{R_1 V_1 \mu_1}{R_2 V_2 \mu_2}$$

สำหรับงานวิจัยนี้หา **Volume fraction** ของ $\frac{V_{AlN}}{V_{Al}}$ โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. การหาค่า μ จาก $\frac{\mu}{\rho}$ (Mass Absorbtion coefficient)

$$\frac{\mu_{Al}}{\rho_{Al}} = 48.7 \quad (\rho_{Al} = 2.7 \text{ gm/cm}^3)$$

$$\mu_{Al} = 131.49$$

$$\begin{aligned} \frac{\mu_{AlN}}{\rho_{AlN}} &= W_{Al} \left(\frac{\mu_{Al}}{\rho_{Al}} \right) + W_N \left(\frac{\mu_N}{\rho_N} \right) \\ &= \frac{27}{27+14} (48.7) + \frac{14}{27+14} (8.51) \end{aligned}$$

$$\frac{\mu_{AlN}}{\rho_{AlN}} = 35.97 \quad (\rho_{AlN} = 3.26 \text{ gm/cm}^3)$$

$$\mu_{AlN} = 35.97(3.26)$$

$$\mu_{AlN} = 117.26$$

2. การหาค่า R จาก $R = [F]^2 P \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right)$

$P = \text{Multiplicity} - \text{factor}$

$\left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) = \text{Lorentz} - \text{polarization} - \text{factor}$

Lorentz - polarization - factor

$$AlN = 20.64 \text{ (from } 2\theta = 34)$$

$$Al = 16.17 \text{ (from } 2\theta = 38)$$

$P = \text{Multiplicity} - \text{factor}$

$$AlN(100)hcp = 6$$

$$Al(111)Cubic = 8$$

3. การหาค่า F จาก $F = \sum_{i=1}^n f_n e^{2\pi i(hu+kv+lw)}$

$$F_{Al}(U, V, W) = (000), \left(\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0\right), \left(\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}\right), \left(0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}\right)$$

$$F_{Al} = f_{Al} e^{2\pi i(h \times 0 + k \times 0 + l \times 0)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(h \times \frac{1}{2} + k \times \frac{1}{2} + l \times 0\right)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(h \times 0 + k \times \frac{1}{2} + l \times \frac{1}{2}\right)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(h \times \frac{1}{2} + k \times 0 + l \times \frac{1}{2}\right)}$$

$$F_{Al} = f_{Al} e^{2\pi i(0)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(\frac{h+k}{2}\right)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(\frac{l+k}{2}\right)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(\frac{h+l}{2}\right)}$$

Plane - FCC = 111

$$F_{Al} = f_{Al} e(0) + f_{Al} e^{2\pi i\left(\frac{1+1}{2}\right)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(\frac{1+1}{2}\right)} + f_{Al} e^{2\pi i\left(\frac{1+1}{2}\right)}$$

when $2\pi i(\text{even}) = 1, 2\pi i(\text{odd}) = -1$

ดังนั้น $F_{Al} = f_{Al} e(0) + f_{Al} e(1) + f_{Al} e(1) + f_{Al} e(1)$

$$F_{Al} = 4f_{Al}$$

4. การหา f_{Al} จาก

$$f_{Al} = \frac{\sin \theta}{\lambda} \quad (\text{เมื่อ } \lambda = 1.544)$$

จาก $2\theta = 38, \theta = 19$

ดังนั้น $\frac{\sin 19}{1.544} = 0.21$

$$f_{Al} = 8.83$$

$$4f_{Al} = 35.32$$

$$|F_{Al}|^2 = 1247.5$$

$$F_{AIN}(U, V, W) = Al(000), N\left(\frac{1}{3} \frac{2}{3} 0\right)$$

$$F_{AIN} = f_{Al} e^{2\pi i(h \times 0 + k \times 0 + l \times 0)} + f_N e^{2\pi i\left(h \times \frac{1}{3} + k \times \frac{2}{3} + l \times 0\right)}$$

$$F_{AIN} = f_{Al} e(0) + f_N e^{2\pi i\left(\frac{h}{3} + \frac{2k}{3}\right)}$$

$$\text{Plane} - hcp = 100$$

$$F_{AIN} = f_{Al} e(1) + f_N e^{2\pi i\left(\frac{1}{3}\right)}$$

หา f_{Al}, f_N จาก

$$f = \frac{\sin \theta}{\lambda} \quad (\text{เมื่อ } \lambda = 1.544)$$

$$\text{จาก } 2\theta = 34, \theta = 17$$

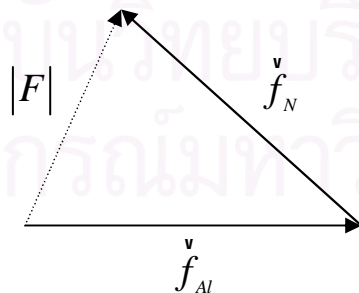
$$f_{Al} = \frac{\sin 17}{1.544} = 0.19$$

$$f_N = \frac{\sin 17}{1.544} = 0.19$$

$$f_{Al} = 9.2$$

$$f_N = 4.36$$

$$\text{หาขนาดเวกเตอร์จากสมการ } |F_{AIN}| = \sqrt{|f_{Al}|^2 + |f_N|^2 - 2|f_{Al}||f_N|\cos \theta}$$



$$|F_{AIN}| = \sqrt{9.2^2 + 4.36^2 - 2|9.2||4.36|\cos 60}$$

$$|F_{AIN}| = 7.98$$

$$|F_{AIN}|^2 = 63.65$$

สรุปค่าต่างๆที่คำนวณ

$$\mu_{Al} = 131.49 \quad \mu_{AlN} = 177.26$$

$$|F_{Al}|^2 = 1247.5 \quad |F_{AlN}|^2 = 63.65$$

Lorentz – polarization – factor

$$AlN = 20.64 \text{ (from } 2\theta = 34)$$

$$Al = 16.17 \text{ (from } 2\theta = 38)$$

P = Multiplicity – factor

$$AlN(100)_{hcp} = 6$$

$$Al(111)_{Cubic} = 8$$

จากนั้นนำค่าที่ได้และค่าความเข้มสัมพัทธ์ของพีคอะลูมิเนียมและอะลูมิเนียมไนไตรด์

แทนลงในสมการ $\frac{I_1}{I_2} = \frac{R_1 V_1 \mu_1}{R_2 V_2 \mu_2}$ เพื่อหาค่า $\frac{V_{AlN}}{V_{Al}}$

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวแคทเธรียา ทวีทรัพย์ เกิดเมื่อวันที่ 31 มกราคม พ.ศ. 2526 เริ่มเข้าศึกษา
ระดับอุดมศึกษาที่ สาขาวิศวกรรมโลหการ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี
สุรนารี ปีการศึกษา 2545 และสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิตปีการศึกษา
2549 จากนั้นเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรม
โลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2549 และสำเร็จ
การศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิตปีการศึกษา 2551



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย