



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อ
เพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค
Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)

Research and development of alumina protective thin film coating
on semi-precious stones by Plasma-enhanced atomic layer deposition
(PE-ALD)

ผศ.ดร.สายสมร นิยมสรวนุญ

โครงการวิจัยต่อเนื่อง 2 ปี (ปีที่ 1)

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559
มหาวิทยาลัยบูรพา

รหัสโครงการ 2559A10802141
สัญญาเลขที่ 160/2559

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อ
เพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วย
เทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)

Research and development of alumina protective thin film coating
on semi-precious stones by Plasma-enhanced atomic layer
deposition (PE-ALD)

ผศ.ดร.สายสมร นิยมสรวณู
คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี

โครงการวิจัยต่อเนื่อง 2 ปี (ปีที่ 1)
ตุลาคม 2559

กิตติกรรมประกาศ
(Acknowledgement)

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ.2559 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 160/2559

คณะผู้วิจัย

บทคัดย่อ

อุตสาหกรรมอัญมณีและเครื่องประดับจัดเป็นสินค้าที่ได้รับความนิยมทำรายได้ให้กับประเทศในฐานะสินค้าส่งออกที่สร้างมูลค่าทางเศรษฐกิจสำคัญอันดับ 1 ใน 10 ของประเทศไทย ปัจจุบันพลอยเนื้ออ่อนเป็นพลอยที่ตลาดให้ความนิยมเป็นเพิ่มมากขึ้น จะเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้พลอยเนื้ออ่อนหากสามารถเพิ่มความต้านทานการขีดขูดได้

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อนด้วยการตกสะสมในระดับอะตอมที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน (Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition : PE-ALD) โดยปฏิกิริยาระหว่าง Trimethylaluminum (TMA) จากพลาสมาออกซิเจนและมีการควบคุมกำลังไฟ 145-150 วัตต์ ความดันในห้องเคลือบเริ่มต้นที่ 4×10^{-2} ทอร์ โดยมีศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนแปลงจำนวนการเคลือบ 400 - 800 รอบ และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเคลือบ 80 - 300 องศาเซลเซียส

จากผลการวัดการแตกตัวของพลาสมาก๊าซออกซิเจน อนุมูลสำคัญที่พบมาก คือ อนุมูล O^* องค์ประกอบทางเคมีที่พบบนผิวฟิล์มเมื่อตรวจสอบด้วยเทคนิค XPS พบว่าฟิล์มอลูมินาประกอบด้วยพันธะ Al - O, และ Al - OH, ซึ่งฟิล์มมีการปนเปื้อนของคาร์บอนประกอบด้วยพันธะ C - O - Al, และ, C = O, และเทคนิค XRD แสดงลักษณะอสัณฐาน (Amorphous) ของฟิล์มบาง

พลอยเนื้ออ่อนที่ผ่านการเคลือบแล้วยังคงคุณลักษณะพื้นฐานของค่าดัชนีหักเหของแสง และค่าความถ่วงจำเพาะของค่าพื้นฐานของพลอยนั้น และคุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค UV-VIS NIR spectroscopy ไม่แสดงการเปลี่ยนแปลงสีของอัญมณีที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง การเคลือบฟิล์มบางบนโรสควอทซ์พบว่ามีความหนาเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเคลือบที่เพิ่มขึ้น ในทางกลับกัน การเคลือบฟิล์มบางพลอยเพอริโดทำให้ความหนาลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบ

พลอยเนื้ออ่อนที่เคลือบฟิล์มบาง มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น โดยพบว่าพลอยเพอริโดซึ่งก่อนเคลือบมีค่าความแข็งที่ต่ำกว่าพลอยโรสควอทซ์ เมื่อเคลือบฟิล์มบางแล้วทำให้มีค่าความแข็งใกล้เคียงกับพลอยโรสควอทซ์ที่ไม่ได้เคลือบ อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่าความแข็งมีการเพิ่มขึ้นมากขึ้น

ABSTRACT

Gems and jewelry is one of the top 10 export products that makes a great income to our country. The semi-precious gemstones are becoming very popular in the market. However, they have a drawback on scratch resistance. This project focused on coating the semi-precious gemstones with alumina thin film with plasma-enhanced atomic layer (PE-ALD) deposition technique to provide a high translucence thin film that could enhance their hardness and scratch resistance.

PE-ALD of the alumina thin film was created from the Trimethylaluminum (TMA) and oxygen plasma as reactants. The process power and starting pressure in the chamber were controlled at 145-150 watt. and 4×10^{-2} Torr. Effects of coating cycles and coating temperatures were among 400 - 800 cycles and 80 - 300 degree Celsius. Optical Emission Spectroscopy (OES) technique was used to analyze ion species during the process. The spectra showed a presence of O^* as dominant radicals

Chemical composition of the film was analyzed using XPS technique. Bonding of the alumina film surface composed of Al-O, Al-OH, Al-O, Al-F, Al (CO_x)_y and Al³⁺. Also contamination of carbon was found consisting of C-O-Al, C-C, C-O, C = O, O = C-O, CO₃ and C-F bonds. With XRD analysis, the film had amorphous structure.

The coated semi-precious gemstones still maintained their general properties as of their own types according to the specific gravity and refractive index. Moreover, their color was also not changed as observed by naked eyes, along with a confirmation from the absorption spectra from UV-VIS NIR spectroscopy.

Thickness of the firm coated on rose quartz was increased with coating temperature. In contrast, the film thickness on peridot was decreased. As detected by Vickers microhardness tester, the coated gemstones gained higher hardness. The coated peridot was as hard as the uncoated rose quartz.

สารบัญ

(Table of Contents)

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ii
บทคัดย่อ	iii
Abstract	iv
สารบัญ	v
สารบัญตาราง	vii
สารบัญรูป	ix
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับและหน่วยงานที่นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์	3
1.5 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวคิดของโครงการวิจัย	4
1.6 การทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
1.7 วิธีการดำเนินการวิจัย และสถานที่ทำการทดลอง/เก็บข้อมูล	13
1.8 แผนการดำเนินงานตลอดโครงการวิจัย	14
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย	15
2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ	15
2.2 ขั้นตอนการทดสอบฟิล์มบางอะลูมินา	18
2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มบาง	24
บทที่ 3 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	28
3.1 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1	28
3.2 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2	36
3.3 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3	48
3.4 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 4	57

หน้า

บทที่ 4	สรุปผล เสนอแนะและผลผลิต	79
4.1	สรุปผลการวิจัย	79
4.2	ข้อเสนอแนะ	80
4.3	ผลผลิต	80
รายงานสรุปการเงิน		101
บรรณานุกรม (Bibliography)		102
ภาคผนวก		107
ภาคผนวก ก	การทดลองระบบการเคลือบ PE-ALD	108
ภาคผนวก ข	ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2	116
ภาคผนวก ค	ข้อมูล XPS แผ่นซิลิกอน	123
ภาคผนวก ง	ข้อมูลข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3	127
ภาคผนวก จ	ข้อมูลข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 4	135
ประวัตินักวิจัย		156

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	การจำแนกชนิดของอัญมณีตามระดับความแข็ง	4
1.2	กระบวนการทั่วไปในการเตรียมอลูมินา และลำดับขั้นของการเปลี่ยนแปลงเฟส	7
1.3	แผนการดำเนินงาน	14
2.1	เงื่อนไขการเคลือบของงานวิจัยโดยภาพรวม	23
3.1	ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนกระจกสไลด์ ในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1	28
3.2	ข้อมูลอ้างอิงลักษณะสเปกตรัมของฟิล์มบางอลูมินาจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามาน	31
3.3	ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อน ในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2	36
3.4	ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิส โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ	37
3.5	ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโด โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ	38
3.6	แสดงค่าความหนาและค่าความขรุขระ(roughness (Sa)) ของฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อน โดยการเคลือบ จำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิการเคลือบ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส	44
3.7	ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอนเนื้ออ่อนการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3	48
3.8	ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอนเนื้ออ่อนการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3	57
3.9	ภาพถ่ายชิ้นงานโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C	58
3.10	ภาพถ่ายชิ้นงานโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C	59
3.11	ภาพถ่ายชิ้นงานโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C	60
3.12	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C	61
3.13	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C	62
3.14	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C	63
3.15	ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังจากเคลือบฟิล์ม	64
3.16	ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยเพอริโดก่อนและหลังจากเคลือบฟิล์ม	64
3.17	ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์และเพอริโด ตัวอย่างที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มอลูมินา (control)	76

ตารางที่		หน้า
3.18	ภาพ AFM โรสควอทซ์-และ เพอร์ไลต์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 150 °C	77
3.19	ภาพ AFM โรสควอทซ์-และ เพอร์ไลต์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 200 °C	78
3.20	ภาพ AFM โรสควอทซ์-และ เพอร์ไลต์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 °C	79

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า	
1.1	ภาพจำลองหลักการสร้างฟิล์มด้วยกระบวนการ ALD	8
1.2	ภาพจำลองการเคลือบผิว Al_2O_3 ด้วยวิธี ALD โดยใช้สารตั้งต้น TMA และ น้ำ	9
1.3	ภาพลำดับการเคลือบผิว Al_2O_3 ด้วยวิธี PE-ALD จำนวน 1 รอบ	11
1.4	ภาพลำดับการควบคุมการไหลของก๊าซในระบบ PE-ALD	11
2.1	วัสดุ สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย	16
2.2	เครื่องเคลือบ Plasma Enhance Atomic layer Deposition (PE-ALD)	17
2.3	ผังเครื่อง plasma enhanced atomic layer deposition ; PE-ALD	17
2.4	แผนภาพกระบวนการทดลอง	19
2.5	ฐานวางชิ้นงานสำหรับเคลือบภายใน Chamber	20
2.6	หน้าจอควบคุมแสดงผลการป้อนจำนวนรอบการเคลือบและวินาทีของการปล่อยแก๊ส	21
2.7	ภาพแสดงบริเวณที่สามารถสังเกตเห็นพลาสมาออกซิเจน แสดงสีสว่างรอบท่อนำพลาสมา ตั้งบริเวณลูกศร	22
2.8	รูปแบบในการสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาในหนึ่งรอบการเคลือบ (1 cycle)	22
2.9	การใช้เครื่องชั่งความถ่วงจำเพาะ	24
2.10	การอ่านค่าของเครื่องวัดค่าดัชนีหักเห	24
2.11	การวัดมุมสัมผัส	25
2.12	กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม atomic force microscope	25
2.13	เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy	26
2.14	ระบบตรวจสอบวัดสเปกตรัม	26
2.15	เครื่องวัดค่าความแข็ง micro Vickers hardness	27
2.16	เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ UV-VIS NIR spectrophotometer	27
3.1	กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของกระจกสไลด์เมื่อเคลือบฟิล์มบางอลูมินา (อุณหภูมิการเคลือบ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส)	29
3.2	สเปกตรัมรามานของกระจกสไลด์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางอลูมินาที่สภาวะต่างๆ (a.) ผลการวิเคราะห์ครั้งที่ 1 (b.) ผลการวิเคราะห์ครั้งที่สอง (c.) สเปกตรัมรามานของตัวอย่างกระจกสไลด์ (Microscope slide)	30
3.3	ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำบนกระจกสไลด์ทั้งก่อนและหลังเคลือบจำนวนการเคลือบ 200 400 และ 600 รอบ ที่อุณหภูมิ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส	32

รูปที่	หน้า
3.4	32
3.5	33
3.6	33
3.7	34
3.8	35
3.9	35
3.10	39
3.11	40
3.12	41
3.13	42
3.14	43
3.15	45
3.16	46
3.17	47
3.18	49

รูปที่	หน้า
3.19	50
3.20	51
3.21	52
3.22	53
3.23	54
3.24	55
3.25	55
3.26	56
3.27	65
3.28	66
3.29	67
3.30	68
3.31	69
3.32	71
3.33	71

รูปที่	หน้า
3.34 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อน ชนิดโรสควอทซ์และเพอริโต ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	73
3.35 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินาบนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อน ชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโต ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวน เคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	74
3.36 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อน ชนิดโรสควอทซ์และเพอริโต ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส การเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	75
3.37 กราฟค่าความหนาของฟิล์ม บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโต ที่ผ่านการเคลือบเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสติกออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	80
3.38 กราฟแสดงค่าความแข็งชิ้นงานพลอยโรสควอทซ์เคลือบฟิล์มบางอลูมินา	81
3.39 กราฟแสดงค่าความแข็งชิ้นงานพลอยเพอริโตเคลือบฟิล์มบางอลูมินา	81

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

อุตสาหกรรมเครื่องประดับของประเทศไทย จัดเป็นสินค้าส่งออกที่สร้างมูลค่าให้กับเศรษฐกิจของประเทศไทยที่สำคัญอันดับ 1 ใน 10 ของสินค้าส่งออก ซึ่งเป็นการสร้างมูลค่าให้กับประเทศไทยหลายพันล้านบาทต่อปี จากแหล่งข้อมูลของกรมศุลกากร การส่งออกหมวดสินค้าเหมืองแร่ ประจำปี 2556 และประเทศไทยจัดเป็นแหล่งอัญมณีที่สำคัญแหล่งหนึ่ง ในจำนวน 5 แหล่งใหญ่ของโลก คือ แอฟริกาใต้ อเมริกาใต้ เมียนมาร์ ศรีลังกา และไทย และจังหวัดจันทบุรีเป็นตลาดที่มีการค้าขายอัญมณีที่สำคัญของประเทศ

อัญมณีที่ส่งออกได้แก่ อัญมณีเนื้อแข็ง (precious stones) และอัญมณีเนื้ออ่อน (semi-precious stones) ซึ่งมีความแตกต่างที่ค่าความแข็งของเนื้ออัญมณี โดยอัญมณีเนื้อแข็งจะมีค่าความแข็งระดับ 9 ตามโมห์สเกล ได้แก่ คอรัันดัม ซึ่งมีสีต่างๆ มากมาย เช่น ทับทิม ไพลิน บุษราคัม เป็นต้น ส่วนอัญมณีเนื้ออ่อนจะมีความแข็งในระดับที่ต่ำกว่า ได้แก่ โทแพซ ควอทซ์ และ เบอริล เป็นต้น

โดยทั่วไปในการทำเครื่องประดับ อัญมณีเนื้อแข็งจะได้รับความนิยมมากกว่าและมีราคาที่สูง เนื่องจากความทนทานในการใช้งาน ไม่เกิดรอยขีดข่วน หรือสีกร่อนได้ง่าย จึงคงความสวยงามได้ยาวนาน อย่างไรก็ตาม อัญมณีเนื้ออ่อนมีสีสันทันที่หลากหลาย และมีลักษณะเฉพาะที่สวยงามมากมาย จึงได้รับความนิยมเช่นกัน โดยส่วนใหญ่อัญมณีเนื้ออ่อนมีราคาต่ำกว่าเนื่องด้วยข้อด้อยในเรื่องความต้านทานต่อการขีดข่วน อย่างไรก็ตาม อุตสาหกรรมเครื่องประดับยังคงมีความพยายามในการสร้างค่านิยมการสวมใส่เครื่องประดับของอัญมณีเนื้ออ่อนเพื่อให้ได้รับการตอบรับที่กว้างขวางขึ้น

โดยส่วนใหญ่ปัญหาของเครื่องประดับอัญมณีเนื้ออ่อนที่เกิดขึ้นจากการสวมใส่ คือ การเกิดรอยขีด ขีด และ ข่วน บนผิวหน้าของอัญมณี ทำให้อัญมณีเกิดความหม่นหมองลดความแวววาวของอัญมณีลง จึงทำให้การสวมใส่อัญมณีเนื้ออ่อนต้องมีความระมัดระวังเป็นพิเศษ โดยเฉพาะการนำมาทำแหวนหรือสร้อยข้อมือ จะทำให้เกิดปัญหาอย่างมาก

ฟิล์มบางอลูมินาที่มีสูตรทางเคมีคือ Al_2O_3 ที่มีคุณสมบัติเช่นเดียวกับแร่คอรัันดัม [Wallin, E. (2008)] ฟิล์มจึงมีความโปร่งใส, มีความทนทาน [Edlou, S (1993)], ทนต่อการกัดกร่อนและการสึกหรอสูง [Chou, T(1991)] จึงเหมาะที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุเคลือบปกป้องผิวพลอยเนื้ออ่อน ซึ่งมีความสวยงามอยู่แล้วเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับพลอยและเป็นดูแลรักษาเครื่องประดับโดยเฉพาะพลอยเนื้ออ่อน ซึ่งในชีวิตประจำวัน โอกาสเกิดการกระทบกระแทกทำให้พลอยอาจเกิดรอยขีดข่วน ซึ่งพลอยเนื้ออ่อนมีโอกาสชำรุดที่ง่ายกว่าพลอยเนื้อแข็งมาก การปรับปรุงพลอยเนื้ออ่อนด้วยการเคลือบฟิล์มเหมือนในหลายอุตสาหกรรมที่เลือกนำฟิล์มบางอลูมินาที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรมาประยุกต์ใช้ อาจทำให้พลอยเนื้ออ่อนกลับมาเป็นที่ต้องการของอุตสาหกรรมอัญมณี

การใช้เทคนิคการสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาด้วยเครื่อง Plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) เป็นการสังเคราะห์ฟิล์มบางโดยการตกสะสมในระดับอะตอมโดยนำพลาสมาเข้ามาช่วยระบบการสร้างฟิล์มทำให้การเคลือบนั้นสามารถกระทำได้ในอุณหภูมิที่ต่ำ [Li, H(2015)] กระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มบางเกิดจากสาร Trimethylaluminum (TMA) มีสูตรเคมีคือ $Al(CH_3)_3$ จะสร้างพันธะเคมีกับวัสดุพื้นปกคลุมทั่วทั้งพื้นผิว หลังจากนั้นเติมก๊าซเฉื่อยไล่ส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบ แล้วทำการปล่อยก๊าซของสารตั้งต้นตัวที่สองนั้นก็คือน้ำของออกซิเจนซึ่งเป็นสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับสารปกคลุมพื้นเดิม แล้วเติมก๊าซเฉื่อยไล่ส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบ ทำซ้ำกระบวนการเดิมจนได้ฟิล์มในระดับที่ต้องการ [Lim, J(2004)]

ดังนั้นโครงการวิจัย เรื่อง “การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความทนทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)” จึงมีความประสงค์ที่จะเพิ่มความทนทานต่อการขีดข่วนบนผิวหน้าของอัญมณีเนื้ออ่อนโดยการสร้างสารเคลือบใสที่มีความแข็งมากกว่า มีความทนทานต่อการขีดข่วนที่สูงกว่ามาเคลือบปกคลุมที่ผิวหน้าของอัญมณีเนื้ออ่อน โดยสารเคลือบใสจะถูกสร้างขึ้นอย่างบางๆ บนผิวหน้าของอัญมณี เพื่อช่วยให้อัญมณีเนื้ออ่อนคงความใสแวววาวได้นานขึ้น เป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมอัญมณีและเครื่องประดับให้สามารถขยายความนิยมในการสวมใส่เครื่องประดับของอัญมณีเนื้ออ่อน เพื่อสร้างความเข้มแข็งให้กับเศรษฐกิจของประเทศในอีกทางหนึ่ง

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

เพื่อเคลือบอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยฟิล์มบางของอลูมินาที่มีความทนทานต่อการขีดข่วนสูง ด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD).
โครงการวิจัยปีที่ 1 ศึกษาการเคลือบโดยใช้พลาสมาออกซิเจน

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาการเคลือบผิวฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) ด้วยพลาสมาออกซิเจน
2. ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางบนชิ้นงานกระจกสไลด์และอัญมณีเนื้ออ่อน 3 ชนิด ได้แก่ อเมทิส โรสควอร์ซ และเพอริดอท
3. ตรวจสอบความเป็นผลึกของฟิล์มบาง ด้วยเทคนิค X-ray Diffractometer (XRD)
4. ตรวจสอบการดูดกลืนคลื่นแสงในช่วง UV-Vis-NIR ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเครื่องมือ UV-Vis-NIR Spectrophotometer
5. การตรวจวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope ; AFM)
6. การวิเคราะห์ชนิดและสถานะเคมีของธาตุที่เป็นองค์ประกอบบริเวณพื้นผิวของฟิล์มบาง เครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)
7. การตรวจวัดค่าความแข็งของชิ้นงานหลังเคลือบด้วยเครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester)
8. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการเคลือบอัญมณีเนื้ออ่อน
9. เผยแพร่ความรู้นำความรู้ที่ได้จากงานวิจัยเผยแพร่แก่นิสิตและนักวิจัย รวมถึงเผยแพร่ความรู้ นำรูปแบบงานสร้างสรรค์ที่ได้จากงานวิจัยเผยแพร่แก่ผู้สนใจและผู้เกี่ยวข้องในการผลิต เครื่องประดับ เช่น “Bangkok Gems and Jewelry Fair” เมืองทองธานี

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับและหน่วยงานที่นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. สามารถปรับปรุงคุณภาพอัญมณีเนื้ออ่อนเพื่อให้สามารถต้านทานการขีดข่วนได้เพื่อให้ได้รับความนิยมจากผู้สวมใส่อัญมณีมากขึ้น
 2. เป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมอัญมณีและเครื่องประดับซึ่งเป็นหนึ่งในสินค้าประเภทที่มีการส่งออกมากที่สุด 10 อันดับของประเทศไทย
 3. ความรู้ที่ได้จากการวิจัยจะเป็นประโยชน์โดยตรงต่อผู้ผลิตเครื่องประดับในอุตสาหกรรมขนาดเล็กจนถึงขนาดใหญ่ และนำไปสู่การผลิตเชิงพาณิชย์
 4. เผยแพร่ในวารสารทางวิชาการทั้งภายในและภายนอกประเทศ
 5. เป็นประโยชน์ต่อหน่วยงานในการเรียนการสอนของนิสิต และเป็นองค์ความรู้ในการวิจัย
- หน่วยงานที่จะนำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์ ได้แก่ กลุ่มนักวิจัยองค์ความรู้เรื่องการพัฒนาวัสดุ ด้วยการเคลือบฟิล์มบางเพื่อการปกป้องผิว และเป็นประโยชน์โดยตรงต่อหน่วยงานที่ทำการวิจัยได้แก่ คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี

1.5 ทฤษฎี สมมติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

โครงการวิจัยเรื่อง “การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)” มีกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย ดังนี้

ฟิล์มบางอลูมินา มีองค์ประกอบทางเคมี คือ Al_2O_3 (อลูมิเนียมออกไซด์) ซึ่งเป็นองค์ประกอบเดียวกับอัญมณีเนื้อแข็ง คือ คอรัันดัม (corundum) โดยคอรัันดัมคือ อลูมินาที่มีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว มีโครงสร้างผลึกเป็น เฮกซะโกนัล (Hexagonal) มีความแข็งที่ระดับ 9 ตามโมห์สเกล อัญมณีในกลุ่มคอรัันดัมได้แก่ ทับทิม ไพลิน และ บุชรากัม เป็นต้น ถ้าสามารถสร้างฟิล์มบางอลูมินาที่มีความแข็งในระดับที่สูงกว่าความแข็งของคอรัันดัมได้จะสามารถปกป้องผิวของอัญมณีเนื้ออ่อนจากการขีดข่วนได้เป็นอย่างดี

การสร้างฟิล์มบางใสไม่มีสีของอลูมินาด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) จะทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีรูพรุนน้อยเนื้อฟิล์มมีความเรียบเนียนสูงและมีความสามารถในการยึดเกาะกับผิวที่ถูกเคลือบได้แข็งแรง จะทำให้ฟิล์มบางอลูมินามีศักยภาพในการปกป้องผิวของอัญมณีเนื้ออ่อนได้ในที่สุด

1.6 การทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. อัญมณีเนื้ออ่อน (semi-precious gemstones)

อัญมณีเนื้ออ่อน คือกลุ่มอัญมณีที่มีความแข็ง (Hardness) น้อยกว่าระดับ 9 ในหน่วยของโมห์สเกล (Mohl's scale) ส่วนอัญมณีที่มีความแข็งตั้งแต่ ระดับ 9 ขึ้นไป ในหน่วยของโมห์สเกล จัดเป็นอัญมณีเนื้อแข็ง ได้แก่ เพชร และคอรัันดัม (เช่น ทับทิม ไพลิน หรือ บุชรากัม เป็นต้น) อัญมณีเนื้อแข็งเป็นกลุ่มอัญมณีที่มีมูลค่าด้านการตลาด และได้รับความนิยมสูงเนื่องจากความสวยงามตามลักษณะทางอัญมณีและสมบัติด้านความแข็ง ทำให้อัญมณีคงความสวยงามได้ยาวนาน อย่างไรก็ตาม อัญมณีเนื้ออ่อนหลายชนิดมีมูลค่าทางการตลาดสูงมากเนื่องมาจากความสวยงาม และความหายาก การจำแนกอัญมณีตามระดับความแข็งในโมห์สเกล แสดงดังตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 การจำแนกชนิดของอัญมณีตามระดับความแข็ง

Minerals Name	Chemical Formula	Hardness (Mohs scale)
Diamond	C	10
Corundum (Ruby, Sapphire)	Al_2O_3	9
Chrysoberyl	$BeAl_2O_4$	8.5
Topaz	$Al_2(SiO_4)(F,OH)_3$	8
Spinel	$MgAl_2O_4$	7.5 - 8

Minerals Name	Chemical Formula	Hardness (Mohs scale)
Beryl (Emerald, aquamarine)	$\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$	7.5 - 8
Zircon	ZrSiO_4	7.5
Tourmaline	$(\text{Ca}, \text{K}, \text{Na}) (\text{Al}, \text{Fe}, \text{Li}, \text{Mg}, \text{Mn})_3 (\text{Al}, \text{Cr}, \text{Fe}, \text{V})_6 (\text{BO}_3)_3 (\text{Si}, \text{Al}, \text{B})_6 \text{O}_{18} (\text{OH}, \text{F})_4$	7 - 7.5
Garnet	$(\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Fe}, \text{Mn})_3 (\text{Al}, \text{Fe}, \text{Cr})_2 (\text{SiO}_4)_3$	6.5 - 7.5
Quartz (Citrine, amethyst)	SiO_2	7
Nephrite	$\text{Ca}_2 (\text{Mg}, \text{Fe})_5 \text{Si}_8 \text{O}_{22} (\text{OH})_2$	6.5
Peridot	$(\text{Mg}, \text{Fe})_2 \text{SiO}_4$	6.5
Opal	SiO_2 (amorphous)	5.5 - 6.5
Turquoise	$\text{CuAl}_6(\text{PO}_4)_4 (\text{OH})_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	5 - 6
Lapis Lazuli (Lazurite)	$(\text{Na}, \text{Ca})_8 (\text{AlSiO}_4)_6 (\text{S}, \text{SO}_4, \text{Cl})_{1-2}$	5 - 5.5
obsidian	SiO_2 (amorphous)	5
Malachite	$\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$	3.5 - 4
Pearl	CaCO_3	3
Amber	Organic compound	2.5

ควอตซ์ (Quartz)

ควอตซ์ หรือ มีชื่อว่า "แร่เขียวหนุมาน" สูตรเคมีคือ SiO_2 มี Si 46.7% และ O 53.3% เป็นแร่ที่พบมากที่สุดในโลกเป็นอันดับที่สองรองจาก เฟลด์สปาร์ รูปผลึกระบบเฮกซะโกนาล มีความแข็งระดับ 7 ตามหน่วยมอร์สเกล มีค่าความถ่วงจำเพาะ 2.65 มีรอยแตกเงาและความวาวคล้ายแก้ว มีทั้งสีขาวหรือไม่มีสี ถ้ามีมลทินเจือปนอยู่จะให้สีต่าง ๆ สวยงามมาก เนื้อโปร่งใสถึงโปร่งแสง สามารถจำแนกควอตซ์ได้มากมายหลายชนิดตามลักษณะ ดังนี้

1. ผลึกควอตซ์ใส ไม่มีสี (Rock Crystal) ลักษณะไม่มีสีไม่มีมลทิน
2. ควอตซ์สีม่วง (Amethyst) เป็นควอตซ์ที่มีสีอยู่ในช่วงสีม่วงครามถึงสีม่วงแดง มีเหล็กเป็นมลทิน
3. ควอตซ์สีชมพู (Rose Quartz) มีลักษณะโปร่งใสถึงโปร่งแสง มีสีอยู่ในช่วงสีชมพูอ่อนจนถึงแดงเข้ม มลทินที่ทำให้เกิดสี ได้แก่ ธาตุไทเทเนียม
4. ควอตซ์สีควันไฟ (Smoky Quartz) มีสีเทาควันไฟปนเหลืองจนถึงสีน้ำตาลปนสีเทาของควันไฟ สีเทาอาจเกิดจากการได้รับรังสีตามธรรมชาติ
5. ควอตซ์สีเหลือง (Citrine) มีสีเหลืองปนแดง สีส้ม และสีส้มอมน้ำตาล มีธาตุเหล็กเป็นมลทิน
6. ควอตซ์สีนํ้านม (Milky Quartz) มีสีขาวขุ่นคล้ายนํ้านม มักมีก๊าซและของเหลวเป็นมลทิน มีความโปร่งแสงถึงทึบแสง

7. แก้วตาเสือ (Tiger's eye) มีลักษณะโปร่งแสงถึงโปร่งใส มีสีตั้งแต่สีเหลืองแกมน้ำตาลแดงและ สี น้ำเงิน และอาจเป็นสีแดงเข้ม มีลักษณะเหลือบแวววาวเป็นแถบคล้ายไหม

8. รูทีเลเทดควอตซ์ (Rutilated Quartz) เป็นผลึกควอตซ์ใสไม่มีสี ในเนื้อควอตซ์มีรูทีล (Rutile) ซึ่ง มีลักษณะคล้ายเข็มเย็บผ้าสีทองหรือสีแดงแทรกปะปนเป็นมลทิน

9. อะเวนจูรีน (Aventurine) มีความเป็นประกายเมื่อมองในทิศต่างๆ เนื่องจากมีมลทินของแร่บาง ชนิดซึ่งมีลักษณะเป็นเกล็ดเล็กๆ เช่น ไมกา ผิงตัวอยู่อย่างไม่เป็นระเบียบทำให้เกิดการสะท้อนแสง

10. ควอตซ์สีน้ำเงิน (Blue Quartz) มีสีน้ำเงินเทาอ่อน เกิดจากการกระจายแสงโดยมลทินรูปเข็ม ของรูทีลมากมาย มีเส้นพาดเหลือบจางๆ [กรมธรณีวิทยา (2557)]

แหล่งในประเทศไทย สามารถพบควอตซ์ได้หลายชนิด และหลายแหล่ง เช่น ผลึกควอตซ์พบที่ ลำปาง น่าน อุดรดิตถ์ และ พิษณุโลก เป็นต้น ควอตซ์สีม่วงพบที่ ตาก และนครนายก ควอตซ์สีชมพูพบที่ จันทบุรี ราชบุรี และระนอง [กรมธรณีวิทยา (2557)]

การปรับปรุงคุณภาพของควอตซ์ทำได้ทั้งโดยให้ความร้อนและการฉายรังสี [Kurt Nassau (1981)] โดย ควอตซ์ใสไม่มีสีบางก้อนสามารถเปลี่ยนแปลงสีได้หลากหลายขึ้นอยู่กับธาตุที่เจือปนตาม แหล่งกำเนิด และที่สามารถพบได้โดยทั่วไป คือ การให้ความร้อนแก่ควอตซ์สีม่วง (Amethyst) เพื่อให้ กลายเป็นควอตซ์สีเหลือง (Citrine) [TheQuartzPage (2014)] การให้ความร้อนเกินกว่า 300 องศา เซลเซียส อาจทำให้ควอตซ์มีสภาพขาวขุ่นของโอปอลได้[Mark Liccini (2014)]

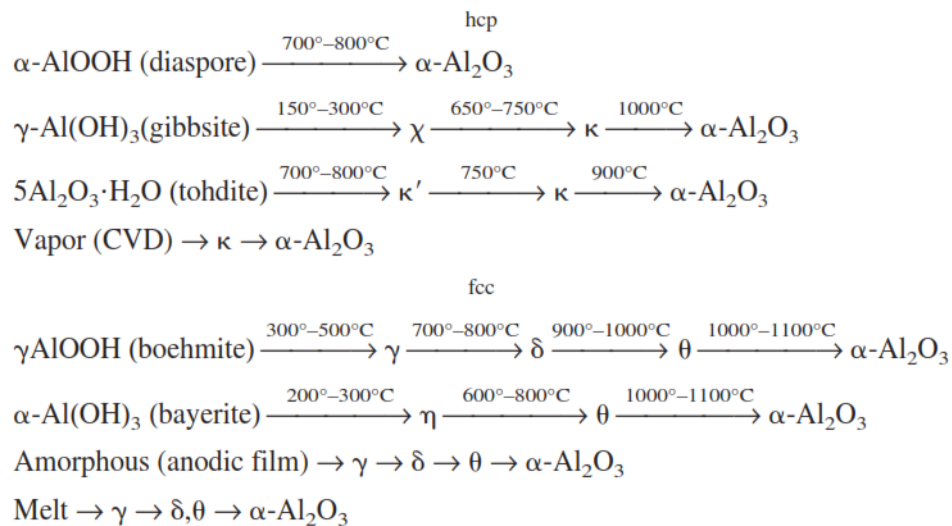
2. Alumina

อลูมินา มีชื่อทางเคมีว่า อลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) พบในธรรมชาติในรูปของแร่คอร์รันดัม (corundum) โดยปกติจะมีสีขาวหรือใสไม่มีสี แต่หากมีธาตุเจือปนเพียงเล็กน้อยจะทำให้เกิดสีสวยงามจน จัดเป็นอัญมณีที่มีค่า เช่น ทับทิมคือคอร์รันดัมสีแดงจากที่มีธาตุโครเมียม เป็นต้น

คอร์รันดัม (corundum) ซึ่งจัดเป็นรูปแบบของอลูมินาที่มีความเสถียรสูงสุดทางอุณหพลศาสตร์ ประกอบด้วย ไอออนของออกซิเจนเรียงตัวเป็นโครงสร้าง hexagonal close-packed และมีไอออนของ อลูมิเนียม (Al^{3+}) อยู่ในช่องว่างประเภท octahedral ในสัดส่วน 2 ใน 3 ของช่องว่างทั้งหมด [I. Levin and D. Brandon (1998)] โครงสร้างของอลูมินาประกอบด้วยพันธะระหว่างอะลูมิเนียมกับออกซิเจนที่มีความ แข็งแรงมาก การทำลายพันธะดังกล่าว ต้องใช้พลังงานสูง ทำให้อลูมินามีความแข็งแรงมาก โดยวัสดุที่ แข็งแรงมากกว่าอลูมินา มีเพียงเพชรเท่านั้น อลูมินาสามารถทนความร้อนและการกัดกร่อนจากสารเคมี ชนิดต่าง ๆ ได้ และมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี [สุรศักดิ์ ไททวงค์สกุล (2542)]

อลูมินาสามารถคงอยู่ในรูปแบบอื่นๆ ได้ เช่น γ และ η phases (โครงสร้าง cubic) θ phase (โครงสร้าง monoclinic) χ phase (โครงสร้าง hexagonal) k phase (โครงสร้าง orthorhombic) และ δ phase (โครงสร้าง tetragonal หรือ orthorhombic) โดยอลูมินาแต่ละ ชนิดจะมีโครงสร้างเฉพาะและมีสมบัติที่แตกต่างกัน กระบวนการทั่วไปที่ใช้ในการเตรียมเฟสต่างๆ ของอลูมินาสรุปได้ดังกระบวนการที่แสดงในตารางที่ 1.2 โดยในแต่ละขั้นตอนจะพบเฟสที่มีสภาวะกึ่งเสถียร มากมายและผลลัพธ์ของแต่ละกระบวนการจะได้เป็น $\alpha-Al_2O_3$ ซึ่งเป็นเฟสที่มีความเสถียรสูงสุดซึ่งคือ โครงสร้างของคอร์รันดัม [I. Levin and D. Brandon (1998)]

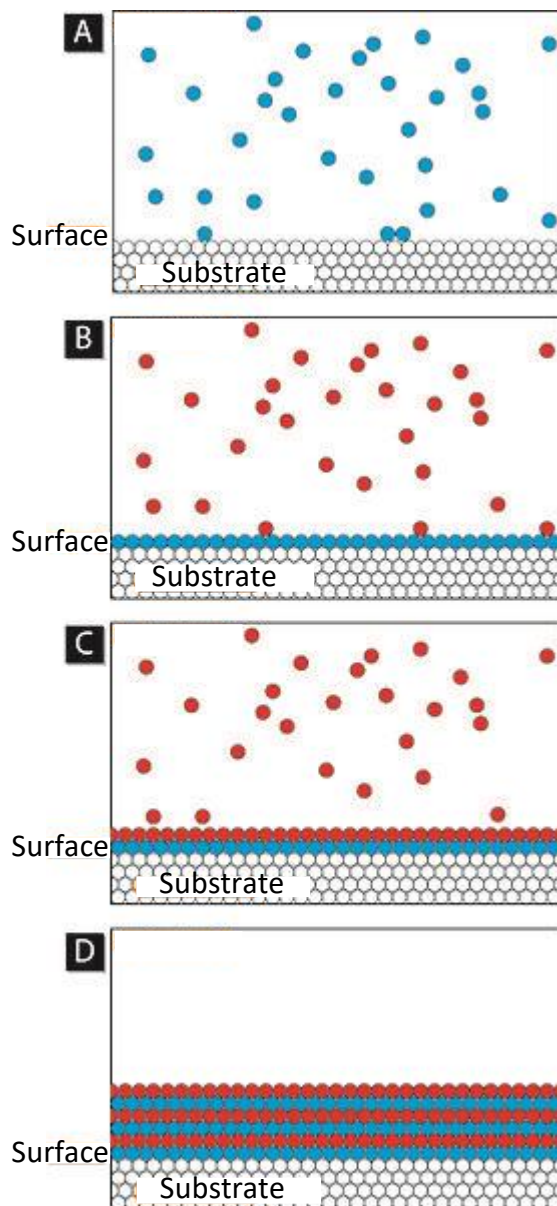
ตารางที่ 1.2 กระบวนการทั่วไปในการเตรียมอลูมินา และลำดับขั้นของการเปลี่ยนแปลงเฟส [I. Levin and D. Brandon (1998)]



3. วิธีตกสะสมชั้นอะตอมที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา (plasma enhanced atomic layer deposition ; PE-ALD)

Atomic layer deposition (ALD) เป็นกระบวนการสร้างฟิล์มบางบนพื้นผิวโดยกระบวนการทางเคมีของอะตอมบนผิวฟิล์มกระบวนการสร้างฟิล์มเกิดขึ้นโดยการควบคุมของปฏิกิริยาเคมีทำให้สามารถควบคุมความหนาของฟิล์มบางได้อย่างแม่นยำ [S. M. George (1996) – S. M. George, (2010)] และใช้อุณหภูมิในการเจริญเติบโตที่ต่ำกว่ากระบวนการสร้างฟิล์มด้วยวิธีอื่น และเนื้อฟิล์มมีความสม่ำเสมอและปราศจากรูพรุน [Luda Wang(2012)] ซึ่งทำให้กระบวนการ ALD ได้ถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวางในการสร้างฟิล์มในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และการเคลือบผิวบรรจุภัณฑ์ [Terni Hirvikorpi (2010)] เป็นต้น

PE-ALD ย่อมาจาก plasma enhanced atomic layer deposition คือกระบวนการสร้างฟิล์มบางด้วยเทคนิค ALD และมีการเพิ่มกระบวนการสร้างพลาสมาของสารตั้งต้นเพื่อให้เข้าไปทำปฏิกิริยาได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น ทำให้สามารถกำหนดคุณสมบัติของฟิล์มบางได้อย่างมีประสิทธิภาพ [H. B. Profijt(2013) -Markku Leskelä (2002)]



รูปที่ 1.1 ภาพจำลองหลักการสร้างฟิล์มด้วยกระบวนการ ALD [Wikipedia (2014)]

ALD ประกอบด้วยปฏิกิริยาเคมีของสารตั้งต้นสองชนิดจนได้ผลลัพธ์ ดังสมการ



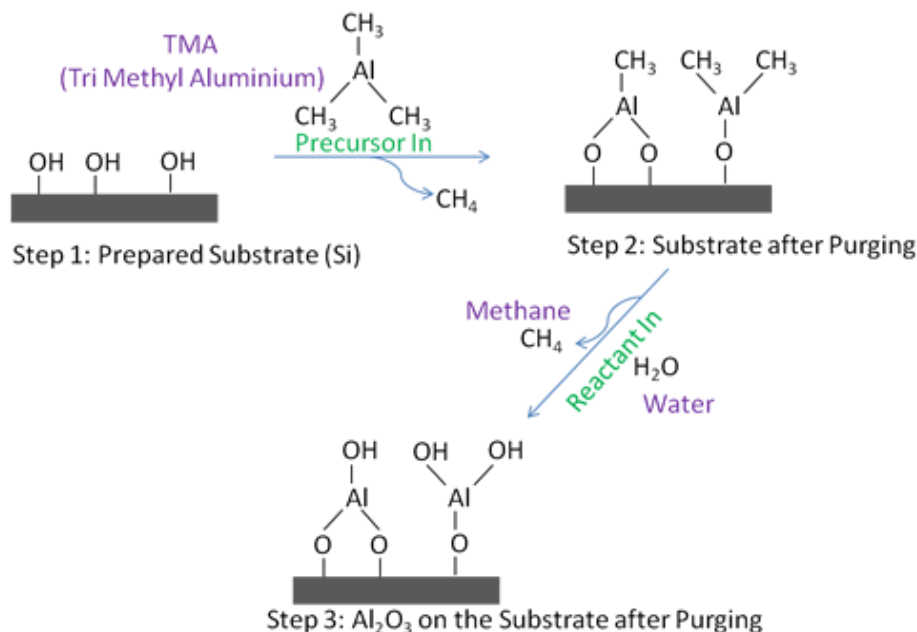
โดยเมื่อพื้นผิวของวัสดุอยู่ในสถานะของแข็งสัมผัสกับสารในสถานะก๊าซจึงเกิดการดูดซับอะตอมหรือโมเลกุลของก๊าซไว้ที่พื้นผิว โดยปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นจนกระทั่งการดูดซับเกิดขึ้นจนอิ่มตัว หลักการของกระบวนการสร้างฟิล์ม ALD มีขั้นตอนแสดงดังรูปที่ 1.1 ประกอบด้วยปฏิกิริยาเคมีในท้องเคลือบตามลำดับ A-D ดังนี้

A การเติมสารตั้งต้น (precursor) ในรูปของก๊าซ ไปในห้องเคลือบ อะตอมของสารตั้งต้นจะสร้างพันธะเคมีกับอะตอมของวัสดุพื้น (substrate) เกิดเป็นฟิล์มของอะตอมปกคลุมทั่วทั้งพื้นผิว จากนั้นจึงไล่อะตอมส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบด้วยการให้ก๊าซเฉื่อยไหลผ่านและพาอะตอมส่วนเกินออกไป

B - C ทำการปล่อยก๊าซของสารตั้งต้น (precursor) ตัวที่สองเข้ามาในห้องเคลือบ อะตอมของสารนี้จะสร้างปฏิกิริยากับอะตอมที่ปกคลุมพื้นผิวอยู่เดิม เกิดเป็นระนาบฟิล์มบางอีกชั้นหนึ่ง จากนั้นจึงไล่อะตอมส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบด้วยการให้ก๊าซเฉื่อยไหลผ่านและพาอะตอมส่วนเกินออกไป

D ทำซ้ำกระบวนการเดิมจนได้เป็นฟิล์มบางหลายชั้นตามต้องการ

การสร้างฟิล์มอลูมินาด้วยวิธีการ atomic layer deposition (ALD) ประกอบด้วยสารตั้งต้นคือ trimethylaluminum (TMA) มีสูตรเคมีคือ $\text{Al}_2(\text{CH}_3)_6$ และ ไอ้ น้ำ (H_2O vapor) และให้ CH_4 เป็นผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยา ดังสมการ [Oili M.E. Ylivaara (2014)] (ภาพจำลองการเกิดปฏิกิริยา แสดงดังรูปที่ 1.2)



รูปที่ 1.2 ภาพจำลองการเคลือบผิว Al_2O_3 ด้วยวิธี ALD โดยใช้สารตั้งต้น TMA และ น้ำ [DNanotech (2012)]

การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค ALD ได้ถูกพัฒนาไปใช้อย่างแพร่หลาย เช่นการเคลือบบนแผ่นเงินเพื่อป้องกันการขีดข่วนในการใช้งานกับโซล่าเซลล์ [M. Fedel(2014)] การเคลือบผิว graphene ให้บางระดับ 10 nm เพื่อใช้กับทรานซิสเตอร์ ทำให้ได้ฟิล์มที่มีสมบรูณ์มาก

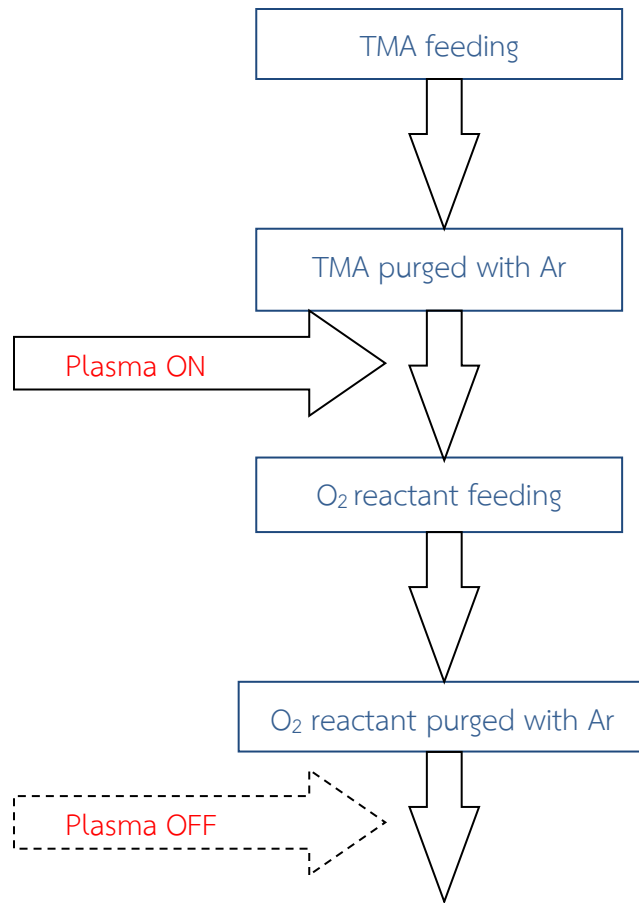
[Yan-Qiang Cao(2014)] นอกจากนี้ยังมีการใช้ในการเคลือบวัสดุโพลีเมอร์ในการทำอุปกรณ์ optoelectronic เนื่องจากป้องกันการผ่านของน้ำ [Kamran Ali(2014)] และเคลือบกระดาษ สำหรับงานบรรจุภัณฑ์ โดยสามารถป้องกันการซึมผ่านของก๊าซ และไอน้ำ [Terni Hirvikorpi(2010)]

PE-ALD ย่อมาจาก plasma enhanced atomic layer deposition คือกระบวนการสร้างฟิล์มบางด้วยเทคนิค ALD และมีการเพิ่มกระบวนการสร้างพลาสมาของสารตั้งต้นเพื่อให้เข้าไปทำปฏิกิริยาได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น ทำให้สามารถกำหนดคุณสมบัติของฟิล์มบางได้อย่างมีประสิทธิภาพ (Profijt et al., 2013; Leskelä et al. 2002)

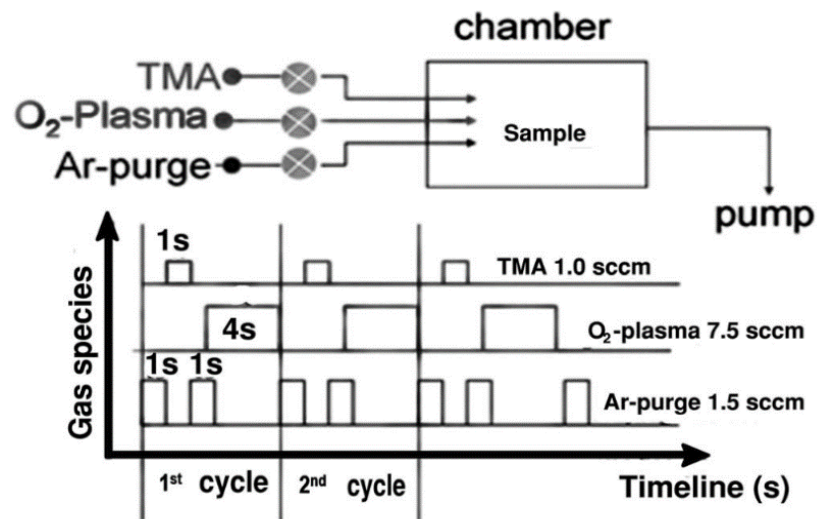
การสร้างฟิล์มอะลูมินาด้วยวิธีการ atomic layer deposition (ALD) ประกอบด้วยสารตั้งต้นคือ Trimethylaluminum (TMA) มีสูตรเคมีคือ $\text{Al}_2(\text{CH}_3)_6$ ทำปฏิกิริยากับพลาสมาของออกซิเจนเกิดเป็นอะลูมินา และก๊าซต่างๆ ดังสมการ



ลำดับขั้นตอนการควบคุมการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการ PE-ALD แสดงดังรูปที่ 1.3 โดยมีตัวอย่างเงื่อนไขของระยะเวลาในการควบคุมการไหลของก๊าซตามรูปที่ 1.4



รูปที่ 1.3 ภาพลำดับการเคลือบผิว Al₂O₃ ด้วยวิธี PE-ALD จำนวน 1 รอบ (Dechana et al., 2014)



รูปที่ 1.4 ภาพลำดับการควบคุมการไหลของก๊าซในระบบ PE-ALD (Dechana et al., 2014)

ลำดับขั้นในการควบคุมการไหลของก๊าซเข้าสู่ห้องเคลือบพร้อมการควบคุมการเปิดปิดของพลาสมา โดยรอบของการเคลือบฟิล์มบาง 1 รอบ ประกอบด้วย (รูปที่ 1.3) การปล่อยก๊าซ TMA เข้าสู่ห้องเคลือบตามด้วยการไล่ก๊าซ TMA ที่หลงเหลืออยู่ด้วยก๊าซอาร์กอน จากนั้น เปิดเครื่องกำเนิดพลาสมาพร้อมกับการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบ เพื่อทำให้เกิดพลาสมาของออกซิเจน จากนั้นปล่อยก๊าซอาร์กอนเพื่อไล่พลาสมาของออกซิเจนออกจากระบบพร้อมกับปิดเครื่องกำเนิดพลาสมา จากนั้นทำซ้ำจนครบตามจำนวนรอบที่กำหนดไว้

จากการทดลองของ Dechana et al. (2014) ได้ทำการควบคุมการไหลของก๊าซ 3 ชนิด ในกระบวนการสร้างฟิล์มบางในระบบ PE-ALD จำนวน 1 รอบ ประกอบด้วย (รูปที่ 1.4)

วินาทีที่ 1 ก๊าซอาร์กอน ที่มีอัตราการไหล 1.5 sccm ใช้ระยะเวลาในการไหลเข้าสู่ห้องเคลือบ 1 วินาที

วินาทีที่ 2 ก๊าซ TMA ที่มีอัตราการไหล 1.0 sccm ให้ระยะเวลาในการไหลเข้าสู่ห้องเคลือบ 1 วินาที

วินาทีที่ 3 ก๊าซอาร์กอน ที่มีอัตราการไหล 1.5 sccm ใช้ระยะเวลาในการไหลเข้าสู่ห้องเคลือบ 1 วินาที

วินาทีที่ 4 พลาสมาออกซิเจน ที่มีอัตราการไหล 7.5 sccm ใช้ระยะเวลาภายในห้องเคลือบ 4 วินาที

จากนั้น เริ่มต้นการเคลือบรอบที่ 2 โดยการดำเนินการควบคุมการไหลเข้าของก๊าซซ้ำตามลำดับข้างต้น

1.7 วิธีการดำเนินการวิจัย และสถานที่ทำการทดลอง/เก็บข้อมูล

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษา “การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)” ซึ่งการดำเนินการส่วนใหญ่สามารถดำเนินการ ณ คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี และ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ โดยมีรายละเอียดดังนี้

ณ คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี

1. ศึกษาค้นคว้าและรวบรวมข้อมูลจากเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง
2. จัดเตรียมอัญมณีเนื้ออ่อนเพื่อการตรวจสอบและการเคลือบผิว
3. ตรวจสอบสมบัติเบื้องต้นของอัญมณีเนื้ออ่อน

ณ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

4. วิเคราะห์ชิ้นงานก่อนการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเครื่องมือ UV-Vis-NIR Spectrophotometer, X-ray Diffractometer (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy etc.
5. ดำเนินการเคลือบผิวฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)
6. วิเคราะห์ชิ้นงานหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเครื่องมือ UV-Vis-NIR Spectrophotometer, X-ray Diffractometer (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy etc.
7. ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM)
8. ตรวจสอบความแข็งของอัญมณีหลังเคลือบฟิล์มบาง ด้วย micro Vicker's hardness tester

1.8. แผนการดำเนินงานตลอดโครงการวิจัย

แผนการดำเนินการวิจัยเริ่มต้นทำการวิจัยวันที่ 1 ตุลาคม พ.ศ. 2558 ถึงวันที่ 31 สิงหาคม พ.ศ. 2562 แสดงดังตารางที่ 1.3

ตารางที่ 1.3 แผนการดำเนินงาน

กิจกรรม		2558 – 2561					2562		
		1-3	4-6	7-9	10-12	13-15	16-18	19-21	22-24
1	ศึกษาค้นคว้าและรวบรวมข้อมูลจากเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง	←→							
2	จัดเตรียมอัญมณีเนื้ออ่อนเพื่อการตรวจสอบและการเคลือบผิว	←→							
3	ตรวจสอบสมบัติเบื้องต้นของอัญมณีเนื้ออ่อน		←→						
4	ตรวจวัดการดูดกลืนคลื่นแสงของอัญมณีก่อนการเคลือบฟิล์มบาง ด้วย UV-Vis-NIR Spectrophotometer		←→						
5	ดำเนินการเคลือบผิวฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค PE-ALD			←→					
6	วิเคราะห์ชิ้นงานหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเครื่องมือต่างๆ เช่น UV-Vis-NIR Spectrophotometer, X-ray Diffractometer (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy เป็นต้น			←→					
7	ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค AFM					←→			
8	ตรวจสอบความแข็งของอัญมณีหลังเคลือบฟิล์มบาง ด้วย micro Vicker's hardness tester			←→					
9	วิเคราะห์ สรุปผล และนำเสนอผลงาน			←→					
10	เผยแพร่ความรู้							←→	

หมายเหตุ เครื่องเคลือบผิวฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค PE-ALD ปิดซ่อมแซมเป็นเวลา 1 ปี และระหว่างการดำเนินการวิจัย มีการซ่อมแซม เป็นระยะๆ มีผลให้เวลาในการดำเนินการวิจัยเพิ่มขึ้น

บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ

2.1.1 วัสดุ สารเคมีและอุปกรณ์

วัสดุต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง แสดงดังรูปที่ 2.1 ประกอบด้วย

1. กระจกสไลด์ (microscope glass slide)
2. ควอทซ์สีชมพู (Rose quartz)
3. อเมทิส (amethyst)
4. เพอริโด (Peridot)
5. Trimethylaluminium (TMA)
6. อะซิโตน
7. แอลกอฮอล์ (Alcohol)
8. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
9. ก๊าซไนโตรเจน(Nitrogen), ก๊าซอาร์กอน(Argon) และก๊าซออกซิเจน(Oxygen)
10. ปากคีบ (Brophy Dressing Forceps) ใช้สำหรับคีบพลอย
11. ปีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร (Beaker) ใช้สำหรับใส่สารเคมี
12. อุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊สออกซิเจน ก๊าซอาร์กอน และ TMA
13. เครื่องอัลตราโซนิกส์ (Ultrasonication)



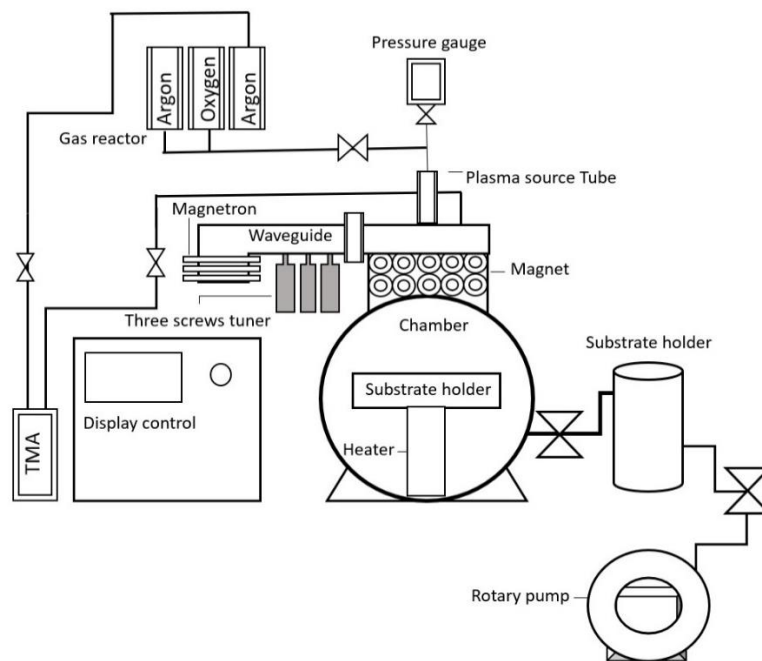
รูปที่ 2.1 วัสดุ สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย

2.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองเคลือบฟิล์มบางอะลูมินาด้วยเทคนิค Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition (PE - ALD) แสดงดังรูปที่ 2.2 และมีผังของเครื่องแสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.2 เครื่องเคลือบ Plasma Enhance Atomic layer Deposition (PE-ALD)

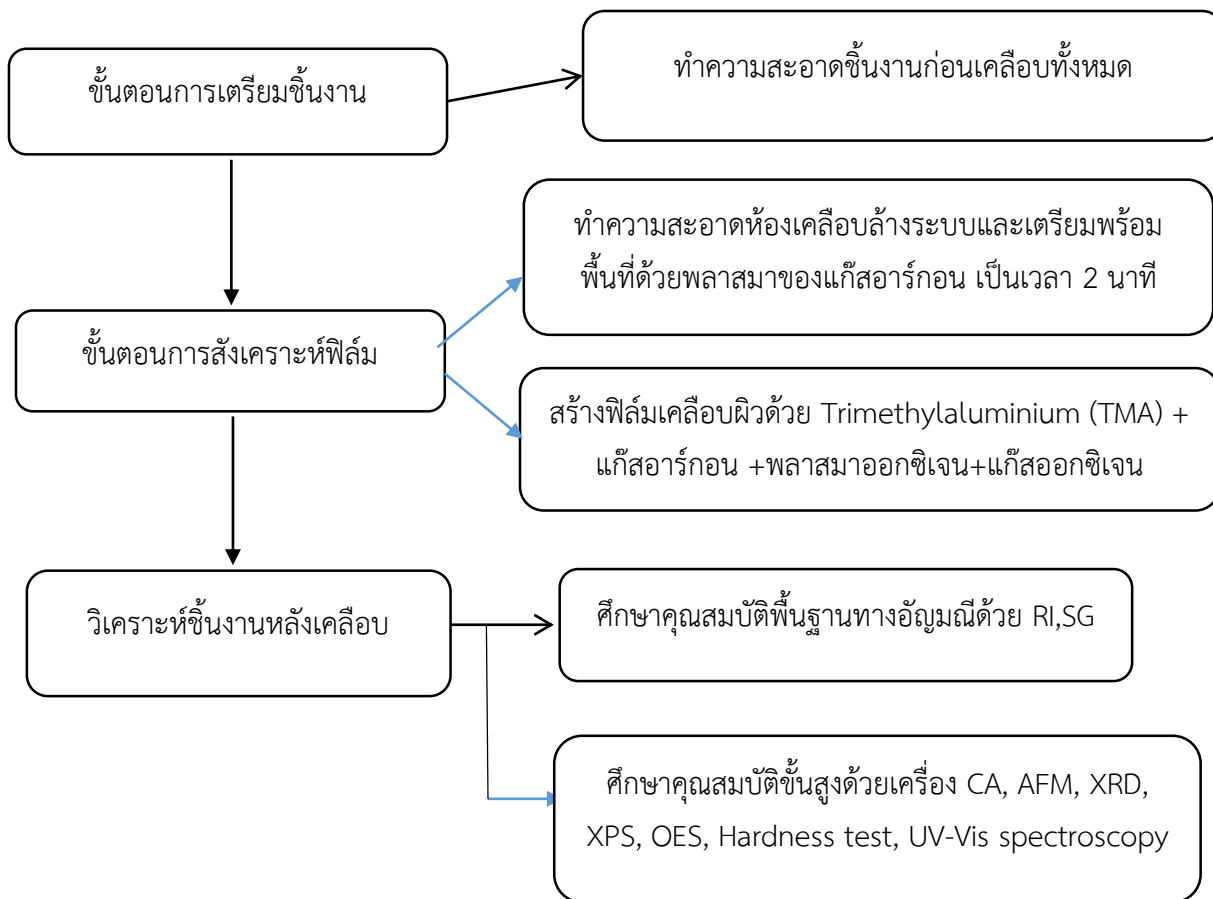


รูปที่ 2.3 ผังเครื่อง plasma enhanced atomic layer deposition ; PE-ALD

2. เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบฟิล์มบางอะลูมินาและชั้นงานก่อนและหลังเคลือบ ประกอบด้วย
 - 2.1 เครื่องชั่งความถ่วงจำเพาะ (specific gravity; SG) ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น Jewelry JP ศูนย์วิจัยพลาสติกและล้าอนุภาค ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.2 เครื่องวัดค่าดัชนีหักเห (refractive index ; RI) ศูนย์วิจัยวิจัยพลาสติกและล้าอนุภาค ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.3 เครื่องวัดมุมสัมผัส (contact angle ; CA) ศูนย์วิจัยพลาสติกและล้าอนุภาค ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.4 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope ; AFM) รุ่น Park XE7 สถาบันวิศวกรรมชีวการแพทย์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.5 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer ; XRD) ยี่ห้อ Rigaku รุ่น Miniflex II ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.6 เครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (X-ray photoelectron spectroscopy ; XPS) รุ่น XIS –Altra DLD ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์
 - 2.7 ระบบตรวจสอบวัดสเปกตรัม (optical emission spectrometer ; OES) ศูนย์วิจัยพลาสติกและล้าอนุภาค ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.8 เครื่องวัดค่าความแข็งระดับไมโครเมตร (micro hardness tester) ยี่ห้อ Startec รุ่น SMV-1000 ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 - 2.9 เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS NIR spectrophotometer) ยี่ห้อ VARIAN รุ่น 50 CONC ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

2.2 ขั้นตอนการทดสอบฟิล์มบางอะลูมินา

การศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มบางอะลูมินาบนพอลิเอทิลีนด้วยเทคนิค plasma enhanced atomic layer deposition ; PE-ALD และศึกษาข้อมูลพื้นฐานทางอัญมณีก่อนการเคลือบฟิล์มบนกระจกสไลด์ และพอลิเอทิลีน วิเคราะห์คุณสมบัติฟิล์มโดยตรวจสอบโครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีบนฟิล์ม ความหนาของฟิล์ม ลักษณะสัญญาณพื้นผิวฟิล์ม คุณสมบัติทางแสงของชั้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์ม และการทดสอบคุณสมบัติทางกล แนวทางการดำเนินการวิจัย แสดงดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แผนภาพกระบวนการทดลอง

2.2.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

1. ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด อเมทิส โรสควอตซ์ และเพอริโด ทำการตัดแบ่งขนาดประมาณ 1 เซนติเมตร และกระจกสไลด์ ไม่ต้องทำการตัด
2. นำชิ้นงานใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีอะซิโตน จากนั้นทำการล้างภายใต้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นทำแบบเดียวกันทั้งในแอลกอฮอล์และน้ำปราศจากไอออน (DI water)
3. เป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน

2.2.2 ขั้นตอนการการสังเคราะห์ฟิล์มอลูมินา

1. ทำการนำชิ้นงานเข้าห้องเคลือบ (chamber) โดยการวางชิ้นงานทั้งหมดบนถาดแก้ว นำเข้าห้องเคลือบดังรูปที่ 2.5 และปิดฝาเครื่องเคลือบ



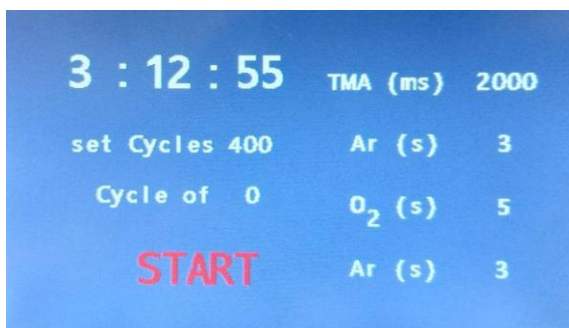
รูปที่ 2.5 ฐานวางชิ้นงานสำหรับเคลือบภายใน Chamber

2. ทำการปั๊มอากาศออกจนภายในห้องเคลือบปรับให้เป็นสุญญากาศ โดยเปิดปั๊มสุญญากาศ Rotary 3.1×10^{-1} torr (10 นาที), Turbo เปิดที่ 5.0×10^{-3} torr, และปิดที่ มีค่าความดันประมาณ 4×10^{-2} ทอร์
3. ทำการปรับอุณหภูมิของชิ้นงาน โดยการเปิดเครื่องทำความร้อน (heater) เพื่อให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน จากฐานรอง รองจนอุณหภูมิถึงค่าที่กำหนด
4. ทำความสะอาดระบบและชิ้นงานด้วยการทำให้เกิดพลาสมาของแก๊สอาร์กอนเพื่อเตรียมพื้นผิวชิ้นงานก่อนการเคลือบ อัตราการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ห้องเคลือบคือ 4.5×10^{-1} ทอร์ เป็นเวลา 20 นาที ในช่วงวินาทีปล่อยแก๊สอาร์กอนจะทำการเปิดสวิตช์เพื่อปล่อยกระแสไฟฟ้าเพื่อให้เกิดการสร้างไมโครเวฟโดยคลื่นไมโครเวฟจะถูกส่งมาตามท่อนำคลื่น (waveguide) มายังหลอดพลาสมาที่แก๊สอาร์กอนทำให้เกิดเป็นพลาสมาของอาร์กอน

เงื่อนไขการประยุกต์ใช้พลาสมา คือ

- ความดันเริ่มต้น $\approx 4 \times 10^{-2}$ ทอร์
- อุณหภูมิของชิ้นงานในแต่ละเงื่อนไข : 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส
- กำลังไฟฟ้า : 145 วัตต์
- อัตราเวลาการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ห้องเคลือบ : 4.5×10^{-1} ทอร์
- เวลาในการประยุกต์ใช้พลาสมา : 20 นาที

5. ทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาเมื่อความดันคงที่ 4×10^{-2} ทอร์ กำหนดจำนวนรอบในการเคลือบ (cycle) และกำหนดจำนวนวินาทีในการปล่อยแก๊สเข้าสู่ห้องเคลือบโดยการควบคุมด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ เพื่อควบคุมการเคลือบ เมื่อกำหนดค่าต่างๆ แล้วจึงกดปุ่ม เริ่มต้นการเคลือบ (START) ดังรูปที่ 2.6



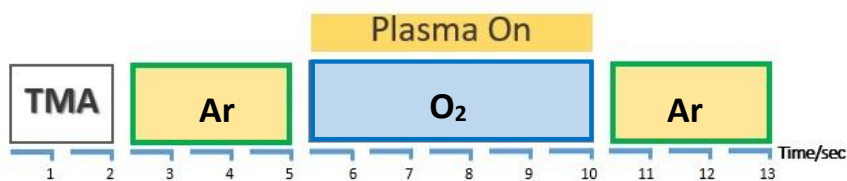
รูปที่ 2.6 หน้าจอควบคุมแสดงผลการป้อนจำนวนรอบการเคลือบและวินาทีของการปล่อยแก๊ส

6. ทำการควบคุมการปล่อยแก๊สต่างๆ เข้าสู่ห้องเคลือบ โดย 1 รอบ (cycle) ของการเคลือบ ประกอบด้วย การควบคุมก๊าซ ดังต่อไปนี้
- ครั้งที่ ๑ การปล่อยสารตั้งต้นตัวที่ 1 Trimethylaluminium (TMA) สารจะระเหยเข้าห้องเคลือบเป็นเวลา 2 วินาที
- ครั้งที่ ๒ ปล่อยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 วินาที
- ครั้งที่ ๓ ปล่อยแก๊สตัวที่ 2 แก๊สออกซิเจนเป็นเวลา 5 วินาที ในช่วงวินาทีที่ปล่อยแก๊สออกซิเจน โปรแกรมจะทำการเปิดให้ไมโครเวฟทำงานและคลื่นไมโครเวฟจะถูกส่งมาตามท่อนำคลื่น มายังหลอดพลาสมาที่แก๊สออกซิเจน เกิดเป็นพลาสมาของออกซิเจน ดังแสดงในรูปที่ 2.7
- ครั้งที่ ๔ ปล่อยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 วินาที



รูปที่ 2.7 ภาพแสดงบริเวณที่สามารถสังเกตเห็นพลาสมาออกซิเจน แสดงสีสว่างรอบท่อนำพลาสมา ดังบริเวณลูกศร

รูปที่ 2.8 แสดงภาพอัตราการปล่อยแก๊สต่อหนึ่งรอบของกระบวนการเคลือบ (cycle of coating) กระบวนการเคลือบโดยการควบคุมการปล่อยแก๊สนี้ จะถูกกำหนดให้ทำซ้ำๆ เป็นจำนวนหลายร้อยรอบตามจำนวนรอบที่กำหนด เพื่อให้เกิดการเคลือบของชั้นของฟิล์มบางที่มีความหนาตามต้องการ



รูปที่ 2.8 รูปแบบในการสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาในหนึ่งรอบการเคลือบ (1 cycle)

เงื่อนไขการเคลือบโดยการประยุกต์ใช้พลาสมา ดังรูปที่ 2.7 ประกอบด้วย

- ความดันเริ่มต้น $\approx 4 \times 10^{-2}$ ทอร์
- กำลังไฟฟ้า : 145-150 วัตต์
- อุณหภูมิของชิ้นงานในแต่ละเงื่อนไข : 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส
- อัตราเวลาการปล่อยแก๊สเข้าสู่ห้องเคลือบ
 - Trimethylaluminium (TMA) $\approx 2 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 2 วินาที
 - แก๊สอาร์กอน $\approx 4.5 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 3-5 วินาที*
 - แก๊สออกซิเจน $\approx 7.4 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 5-6 วินาที*

- แก๊สอาร์กอน $\approx 4.5 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 3-5 วินาที*

*หมายเหตุ เงื่อนไขของระยะเวลาในการปล่อยก๊าซจะมีการเปลี่ยนแปลงตามแต่ละชุดการทดลอง

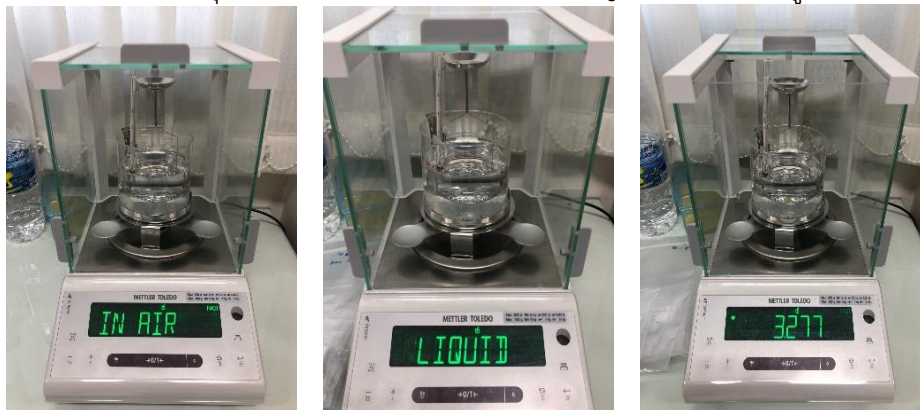
7. กำหนดเงื่อนไขการเคลือบชิ้นงานของงานวิจัยแสดงตามตารางที่ 2.1 เมื่อครบกำหนดจำนวนรอบที่ทำการเคลือบ โปรแกรมควบคุมจะหยุดการทำงานโดยอัตโนมัติ จึงทำการปิดเครื่องทำความร้อน (heater) และปิดปั๊มสุญญากาศจากนั้นรออุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปทำการวิเคราะห์ต่อไป

ตารางที่ 2.1 เงื่อนไขการเคลือบของงานวิจัยโดยภาพรวม

เงื่อนไข Coating condition	Substrate	จำนวนรอบในการเคลือบ (cycles)			
		100 °C	150°C	200°C	300°C
การทดลองชุดที่ 1					
TMA-Ar-O ₂ 2-5-6 (s) คลื่นไฟฟ้า(watt) 150 watt พลาสมาเปิดตอนโพล์วแก๊ส ออกซิเจน	Glass slide	200	200	200	
		400	400	400	
		600	600	600	
การทดลองชุดที่ 2					
คลื่นไฟฟ้า(watt) 145 watt พลาสมาเปิดตอนโพล์วแก๊ส ออกซิเจน TMA-Ar-O ₂ 2-3-5 (s)	Amethyst	800	800		800
	Peridot	(80 °C)			
การทดลองชุดที่ 3					
คลื่นไฟฟ้า(watt) 145 watt พลาสมาเปิดตอนโพล์วแก๊ส ออกซิเจน TMA-Ar-O ₂ 2-3-5 (s)	Glass Slide		400	400	
			600	600	
	Rose quartz		800	800	
การทดลองชุดที่ 4					
คลื่นไฟฟ้า(watt) 145 watt พลาสมาเปิดตอนโพล์วแก๊ส ออกซิเจน TMA-Ar-O ₂ 2-3-5 (s)	Rose quartz		400	400	400
	Peridot		600	600	600
			800	800	800

2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มบาง

1. การหาความถ่วงจำเพาะของอัญมณี ก่อนและหลังการเคลือบ ด้วยเครื่องชั่งความถ่วงจำเพาะ โดยหาอัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นของสสารหนึ่งๆ ต่อความหนาแน่นของน้ำ การตรวจวิเคราะห์ค่าความถ่วงจำเพาะเป็นคุณสมบัติหนึ่งที่ใช้จำแนกชนิดของอัญมณีเบื้องต้น ดังรูปที่ 2.9



(1)

(2)

(3)

รูปที่ 2.9 การใช้เครื่องชั่งความถ่วงจำเพาะ

2. การหาค่าดัชนีหักเหของอัญมณี ด้วยเครื่องวัดค่าดัชนีหักเห (refractive index ; RI) เป็นคุณสมบัติพื้นฐานในการแยกชนิดอัญมณี ใช้ในการวิเคราะห์ค่าดัชนีหักเหของอัญมณี ดังรูปที่ 2.10



(1)

(2)

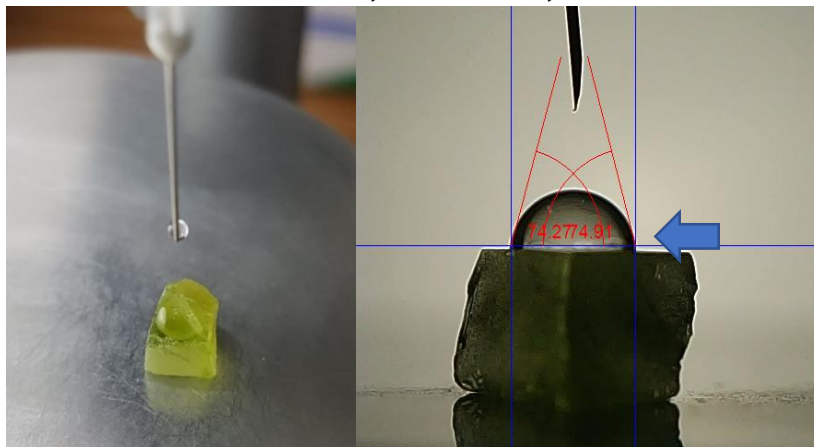
(3)

รูปที่ 2.10 การอ่านค่าของเครื่องวัดค่าดัชนีหักเห

3. การวัดค่ามุมสัมผัสด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส (contact angle; CA) การศึกษามุมของเหลวที่กระทำกับผิวของชิ้นงานที่ระนาบอ้างอิง ดังรูปที่ 2.11

การศึกษาการวัดค่ามุมสัมผัสหยดน้ำเป็นอีกหนึ่งขั้นตอนในการช่วยบ่งบอกการเปลี่ยนแปลงของสภาพผิวชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา โดยในการทดสอบการวัดค่ามุมสัมผัสเริ่มจากการ

บันทึกผลก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มบนผิวชิ้นงานเป็นระยะเวลา 7 วัน เพื่อศึกษาแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงบนผิวฟิล์มตามการวิจัยของ Edy และคณะ [Edy, 2013]

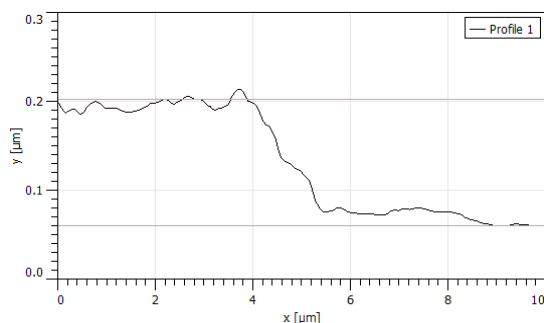


รูปที่ 2.11 การวัดมุมสัมผัส

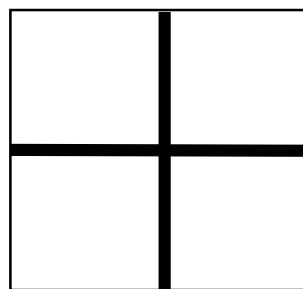
4. การตรวจวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope ; AFM) เพื่อวิเคราะห์พื้นผิวระดับนาโนเมตรให้ทราบถึงความหนาของฟิล์ม (thickness) และความขรุขระของฟิล์ม (roughness) ดังรูปที่ 2.12



(1)



(2)

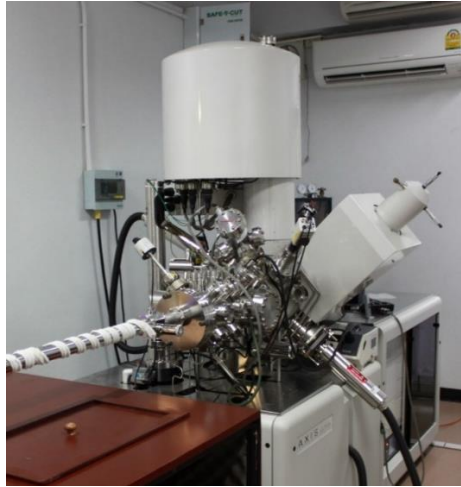


← จีดากบาท

(3)

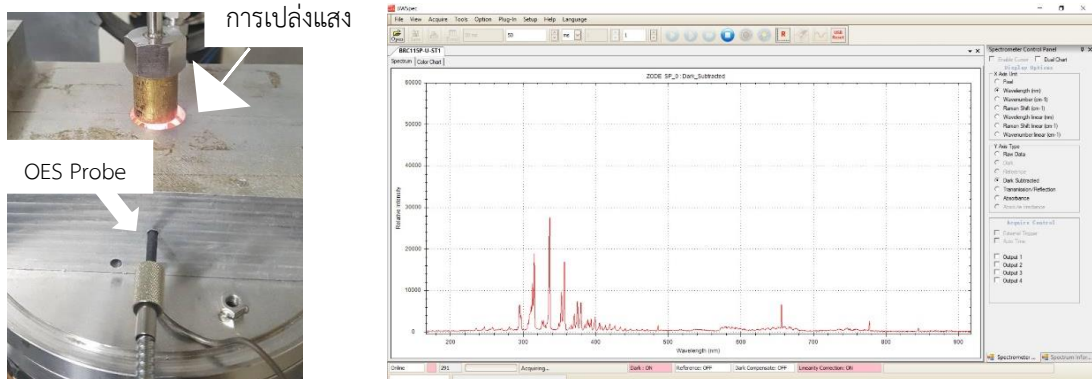
รูปที่ 2.12 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม atomic force microscope

5. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) โดยการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน
6. การวิเคราะห์ชนิดและสถานะเคมีของธาตุที่เป็นองค์ประกอบบริเวณพื้นผิวของฟิล์มบางเครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS) ดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy

7. การตรวจวัดอนุมูลของพลาสมาด้วยระบบตรวจสอบวัดสเปกตรัม (optical emission spectrometer; OES) สามารถตรวจสอบองค์ประกอบของสารหรือจำแนกชนิดของอนุภาคที่ถูกกระตุ้นเป็นพลาสมาผ่านเส้นสเปกตรัมที่วัดได้ ดังรูปที่ 2.14 การวัดสเปกตรัมของพลาสมาจะทำการวัดเมื่อพลาสมาเริ่มเปล่งแสง เมื่อทำการศึกษาการแตกตัวของก๊าซระหว่างการเคลือบฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิค OES เพื่อตรวจวัดสเปกตรัมของธาตุที่เปล่งแสงออกมา ช่วงของความยาวคลื่น 200-900 นาโนเมตร



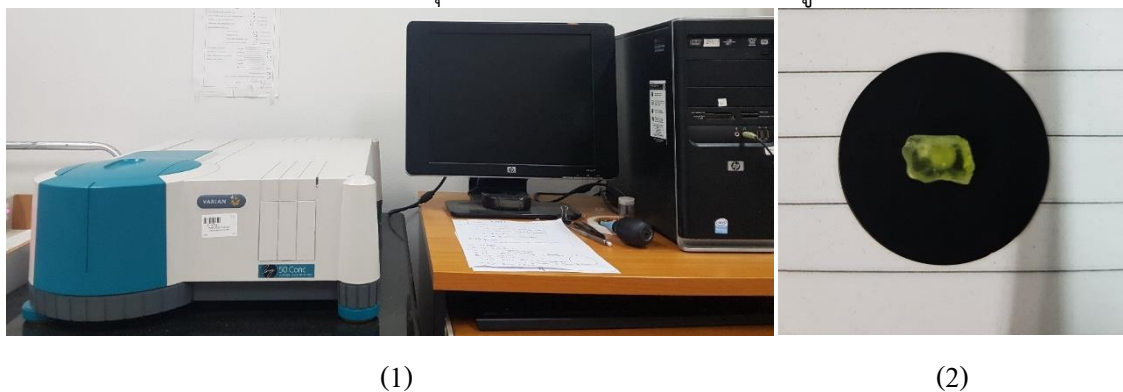
รูปที่ 2.14 ระบบตรวจสอบวัดสเปกตรัม

8. การตรวจวัดค่าความแข็งของชิ้นงานหลังเคลือบด้วยเครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Vickers Microhardness tester) โดยใช้หัวกดแบบวิกเกอร์ คือหัวกดเพชรมีลักษณะเป็นพีระมิดฐาน ด้วยแรงกด 0.98 N โดยการวัดค่าความแข็งเป็นอีกหนึ่งวิธีที่ใช้ทดสอบคุณสมบัติของฟิล์มบางอลูมินา [Battaglin, F,2014, Panitchakan, H, 2012]



รูปที่ 2.15 เครื่องวัดค่าความแข็ง micro Vickers hardness

9. การวัดค่าความสามารถในการดูดกลืนแสงของชิ้นงานด้วย เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS NIR spectrophotometer) ยี่ห้อ VARIAN รุ่น 50 CONC ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ UV-VIS NIR spectrophotometer

บทที่ 3 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

3.1 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1 การเคลือบกระจกสไลด์ (glass slide) โดยใช้พลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

การเคลือบฟิล์มบาง อลูมินา ด้วยพลาสมาออกซิเจน ลงบนกระจกสไลด์เพื่อการทดสอบระบบการเคลือบของเครื่องเคลือบฟิล์มบางแบบ Plasma-enhanced atomic layer deposition (PEALD) โดยทำการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ทั้งหมดจำนวน 400 - 800 รอบ ซึ่งใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส ด้วยเงื่อนไขตามตารางที่ 3.1

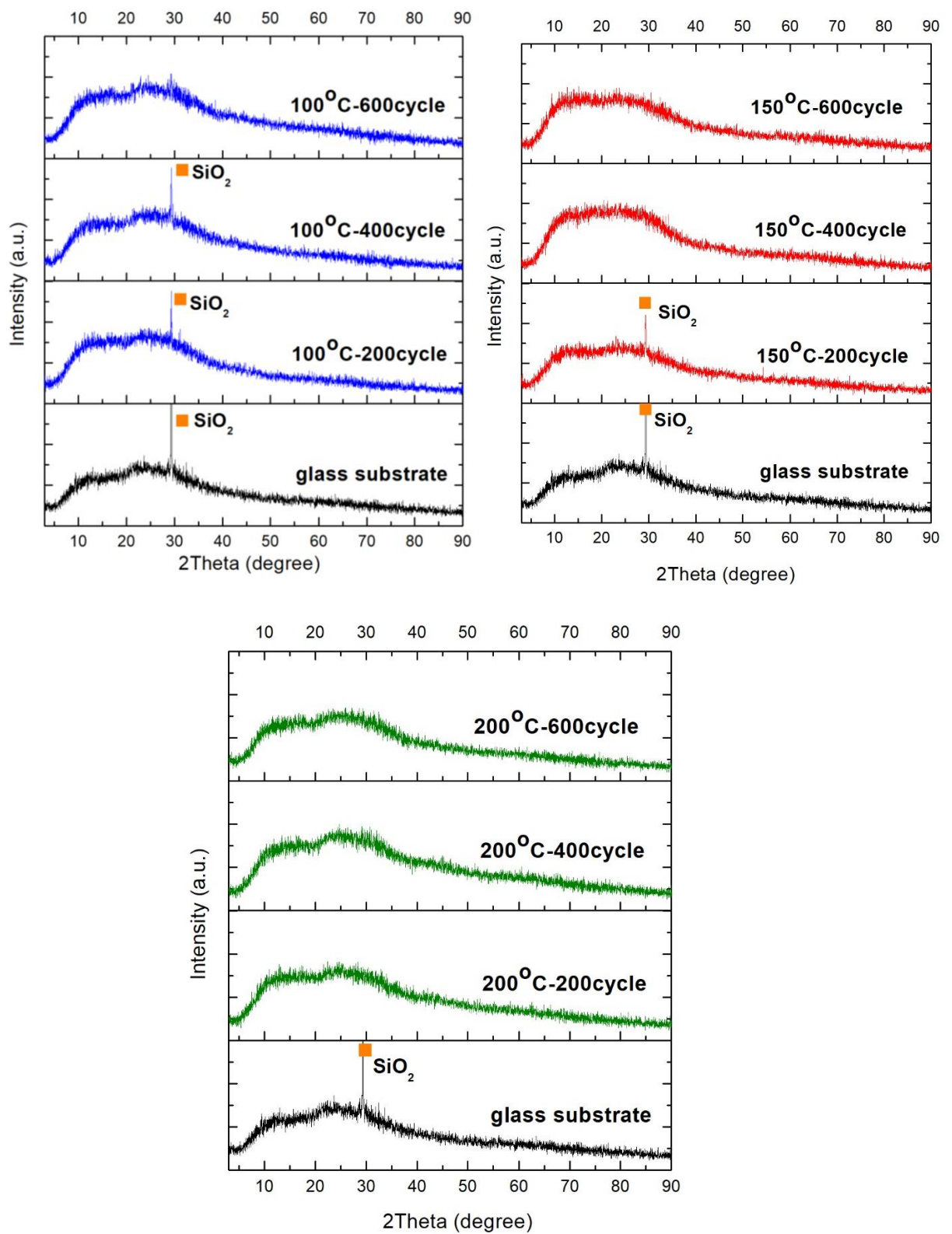
ตารางที่ 3.1 ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนกระจกสไลด์ ในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1

	mixture time (s)	Deposition condition			
Substrate	TMA-Ar-O ₂	Coating temperature	Coating cycles (cycles)		
Glass slide	2-3-5	100 °C	400	600	800
		150°C	400	600	800
		200°C	400	600	800

หมายเหตุ กำลังไฟฟ้า 145 watt. พลาสมาเปิดตอนปล่อยแก๊สออกซิเจน

3.1.1 การวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างของผลึก(X-Ray Diffractometer : XRD)

จากการวิเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาบนกระจกสไลด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD) การทดลองเคลือบจำนวนรอบ 200 400 และ 600 รอบและอุณหภูมิการเคลือบ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 3.1 มีการเปลี่ยนแปลงขึ้นโดยในช่วงตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 29 ซึ่งเป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนออกไซด์ที่ใช้เป็นวัสดุพื้น (substrate) ในการทดลองเคลือบซึ่งกระจกสไลด์แสดงลักษณะของพื้นผิวที่มีโครงสร้างอนัตฐานร่วมกับความเป็นผลึกเล็กน้อย จากพีคของ SiO₂ ที่ปรากฏ เมื่อจำนวนรอบการเคลือบเพิ่มมากขึ้น พีค SiO₂ มีความสูงลดลงจนไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนในช่วงตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 29 ในการทดลองเคลือบที่จำนวน 600 รอบ ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงที่ผิวของชิ้นงานกระจกสไลด์เป็นการตกสะสมของชั้นฟิล์มบาง และฟิล์มที่เตรียมมีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน ซึ่งตรวจพบลักษณะเดียวกันในงานวิจัยของ Wei, Y และคณะ (2011) นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่า เมื่ออุณหภูมิของการเคลือบสูงขึ้น การเกิดฟิล์มบางจะส่งผลให้พีค พีค SiO₂ ไม่ปรากฏที่จำนวนรอบการเคลือบที่ลดลง แสดงได้ว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเคลือบที่สูงขึ้น ณ จำนวนรอบในการเคลือบที่เท่ากัน จึงส่งผลให้ฟิล์มบางอลูมินาบบังสัญญาณของการเลี้ยวเบนที่เกิดจาก พีค SiO₂ ทั้งนี้เนื่องจากเครื่อง XRD เป็นการวัดในลักษณะของพื้นผิว จึงได้สัญญาณมาจากผิวหน้าของวัสดุเท่านั้น

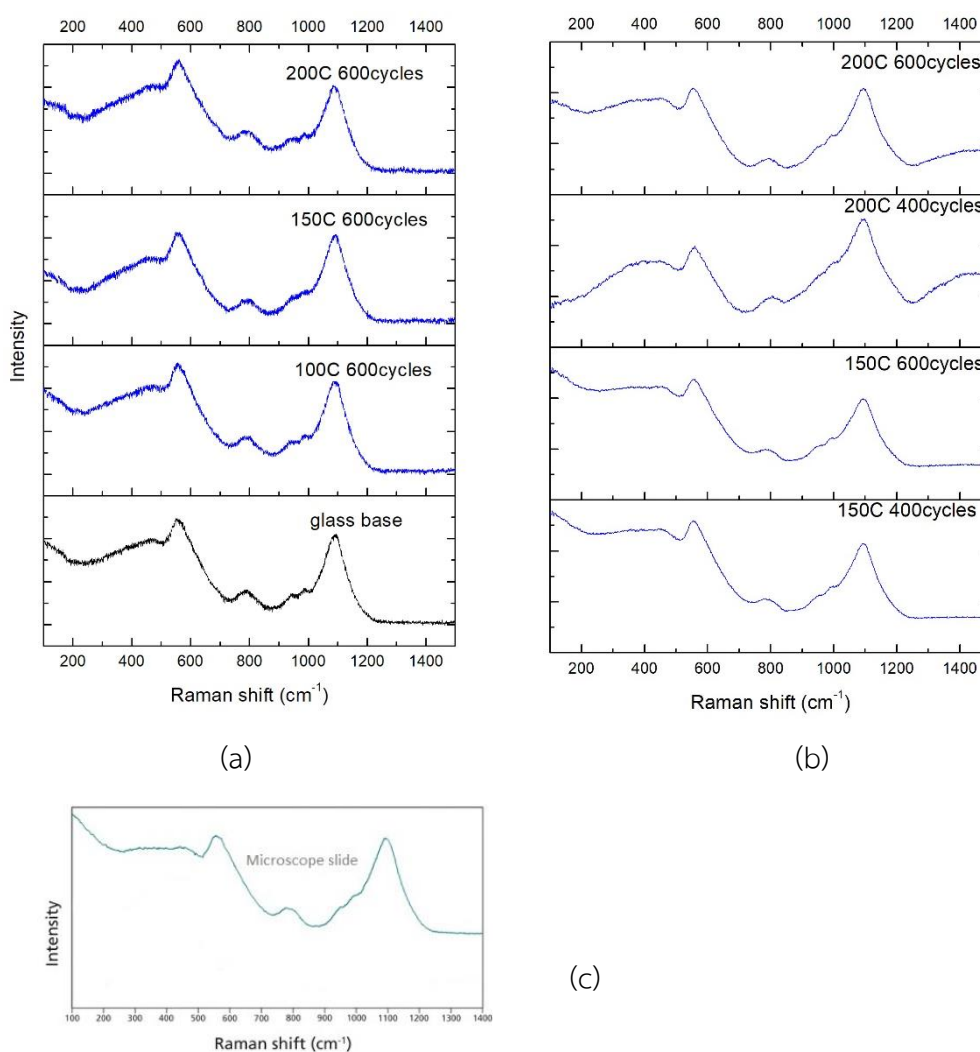


รูปที่ 3.1 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของกระจกสไลด์เมื่อเคลือบฟิล์มบางอลูมินา (อุณหภูมิการเคลือบ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส)

3.1.2 ผลการศึกษาฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)

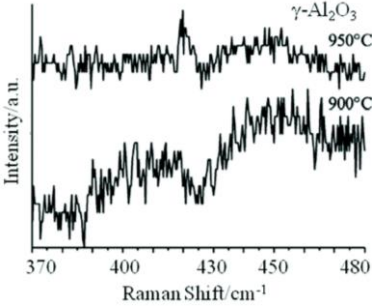
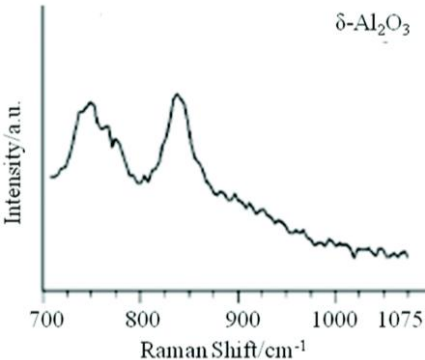
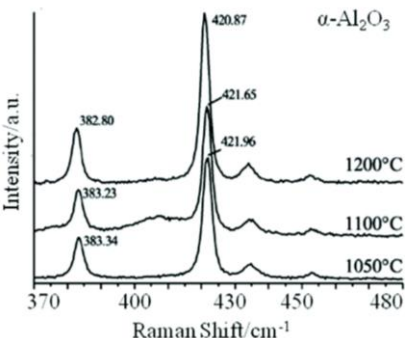
ผลการวิเคราะห์ที่เงื่อนไขการเคลือบที่ผิว ณ อุณหภูมิ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีซึ่งได้ทดสอบ 2 ครั้งเพื่อความมั่นใจในผลลัพธ์ โดยครั้งแรก ทำการตรวจวิเคราะห์ที่มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และครั้งที่สองทำการตรวจวิเคราะห์ที่ สถาบันซิงโครตรอน ผลแสดงดังรูปที่ 3.5 ผลการตรวจวิเคราะห์ แสดงลักษณะของกราฟที่ใกล้เคียงกันของผลการตรวจวิเคราะห์ทั้งสองครั้ง ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีเพื่อตรวจวิเคราะห์ออลูมินาของฟิล์มบาง

ชิ้นงานกระจกสไลด์ (Microscope Slide) มีพีคสเปกตรัมประกอบด้วยตำแหน่งพีคที่ $800-1200\text{ cm}^{-1}$, $400-650\text{ cm}^{-1}$ และ 300 cm^{-1} ซึ่งลักษณะของสเปกตรัมรามานที่ได้ทำการวิเคราะห์ ก่อนทำการเคลือบฟิล์มบางมีผลใกล้เคียงกับในบทความของ Tuschel, D. (2017) [Tuschel, D. (2017)] แสดงดังรูปที่ 3.2 (c) อย่างไรก็ตามลักษณะของออลูมินาไม่ปรากฏดังตัวอย่างลักษณะของสเปกตรัมรามานของออลูมินาในรูปแบบต่างๆ ในตารางที่ 3.2



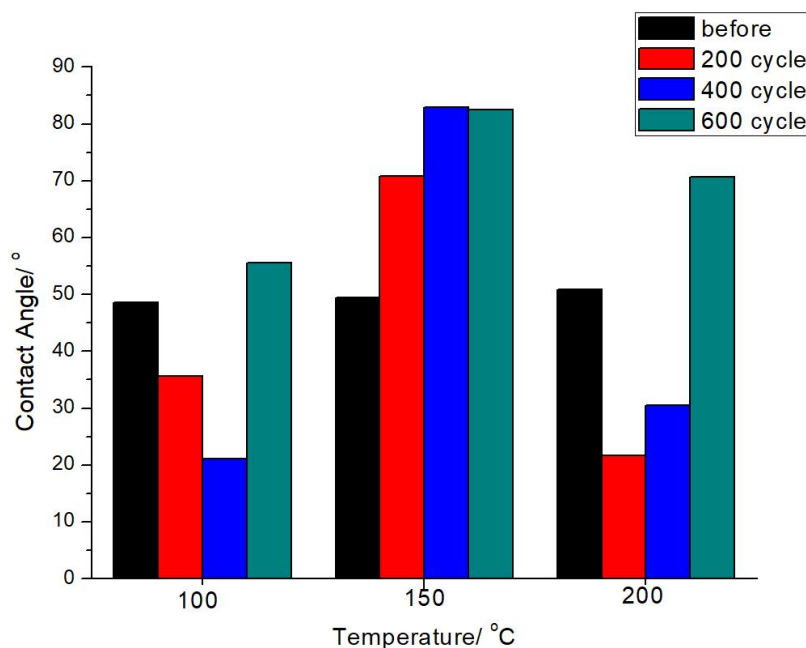
รูปที่ 3.2 สเปกตรัมรามานของกระจกสไลด์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางอลูมินาที่สภาวะต่างๆ (a.) ผลการวิเคราะห์ครั้งที่ 1 (b.) ผลการวิเคราะห์ครั้งที่สอง (c.) สเปกตรัมรามานของตัวอย่างกระจกสไลด์ (Microscope slide) Tuschel, D. (2017) [Tuschel, D. (2017)]

ตารางที่ 3.2 ข้อมูลอ้างอิงลักษณะสเปกตรัมของฟิล์มบางอลูมินาจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามาน [Gangwar, J(2015)]

ประเภท	ลักษณะกราฟ
1. Amorphous Al ₂ O ₃	ในโครงสร้าง amorphous-Al ₂ O ₃ ยากต่อการตรวจจับ
2. Raman spectrum of γ -Al ₂ O ₃	
3. Raman spectrum of δ -Al ₂ O ₃	
4. Raman spectrum of α -Al ₂ O ₃ nanostructures	

3.1.3 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำ (Contact Angle)

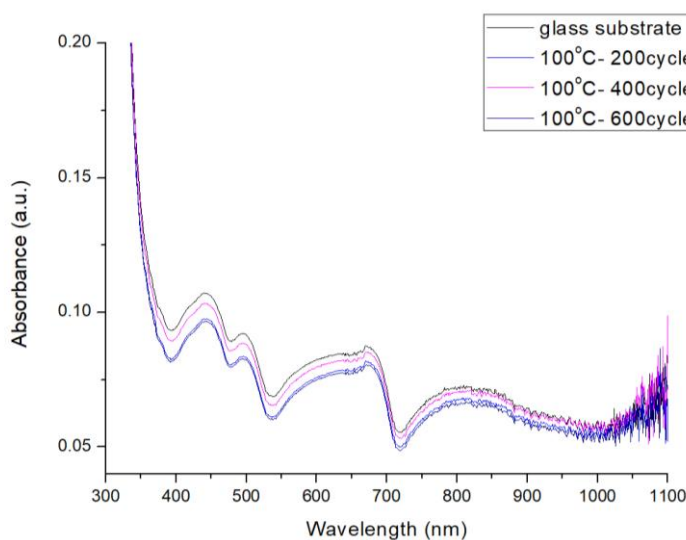
เนื่องจากฟิล์มบางอลูมินาเกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น trimethylaluminum (TMA) กับพลาสมาของออกซิเจนซึ่งเป็นหมู่ไฮดรอกซิล สภาพผิวฟิล์มจึงมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ [Wei, Y(2011)] ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำจึงเป็นอีกขั้นตอนหนึ่งซึ่งจำเป็นในการทดสอบเพื่อบ่งบอกการเปลี่ยนแปลงของสภาพผิวชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาซึ่งค่ามุมสัมผัสหยดน้ำนั้นหลังการเคลือบพบว่าจำนวนการเคลือบที่ 600 รอบ ของอุณหภูมิ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 3.3 มีค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่เพิ่มขึ้นรวมทั้งการเคลือบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ในการเคลือบ 200 400 และ 600 มีค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่เพิ่มมากขึ้นเช่นกัน แสดงถึงหลังผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพื้นผิวกระจกสไลด์ทำให้ผิวกระจกมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำมากขึ้น



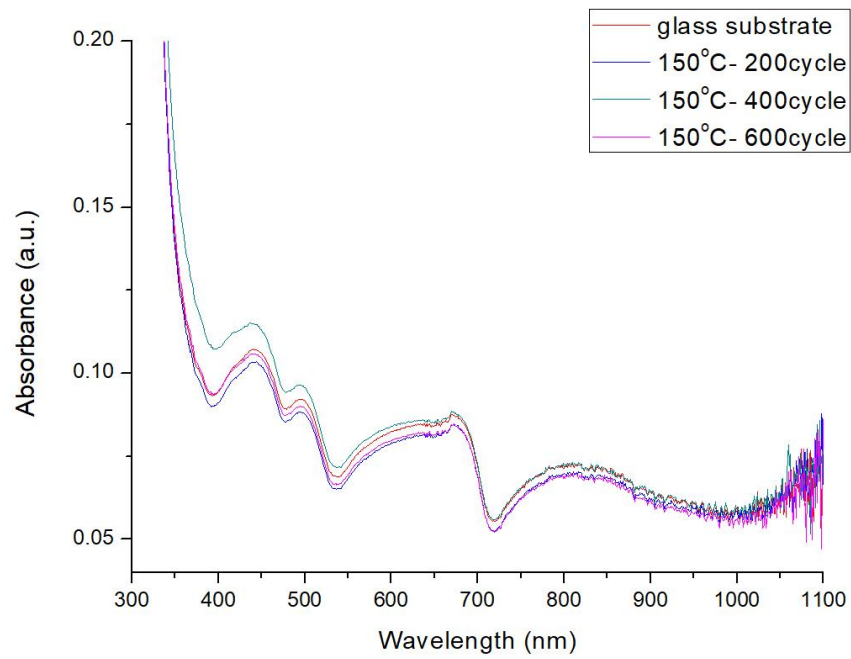
รูปที่ 3.3 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำบนกระจกสไลด์ทั้งก่อนและหลังเคลือบจำนวนการเคลือบ 200 400 และ 600 รอบ ที่อุณหภูมิ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส

3.1.4 การวัดค่าสีการดูดกลืนคลื่นแสง

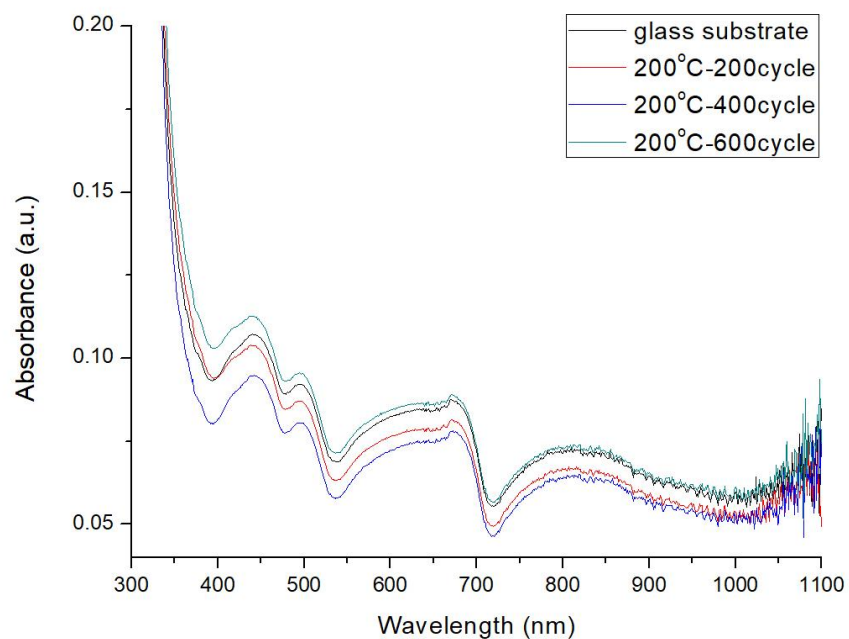
หลังทดสอบเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนแผ่นกระจกสไลด์ด้วยจำนวน 200 400 และ 600 รอบ ที่อุณหภูมิ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส วิเคราะห์การดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer ที่ช่วงการคลื่นแสง 300-1100 nm. พบว่าฟิล์มที่เคลือบนั้นใสและไม่ส่งผลกระทบต่อกระจกสไลด์ที่ใส เมื่อเทียบกับชิ้นงานก่อนการเคลือบ แสดงดังรูปที่ 3.4- 3.8 และแสดงเงื่อนไขการเคลือบดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.4 สเปกตรัมการดูดกลืนคลื่นแสงของกระจกสไลด์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มจำนวน 200 400 และ 600 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส



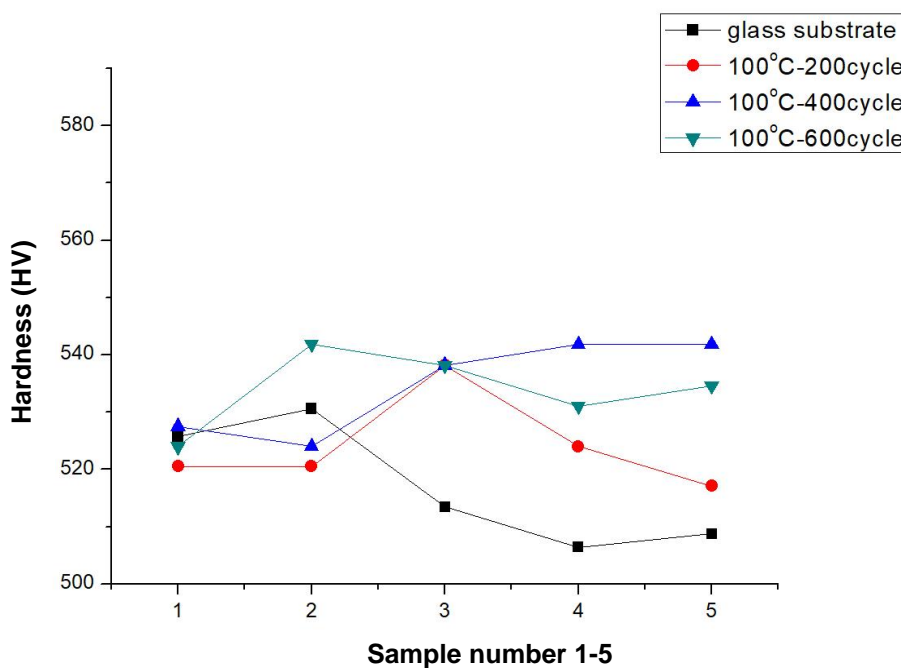
รูปที่ 3.5 สเปกตรัมการดูดกลืนคลื่นแสงของกระจกสไลด์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มจำนวน 200 400 และ 600 ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส



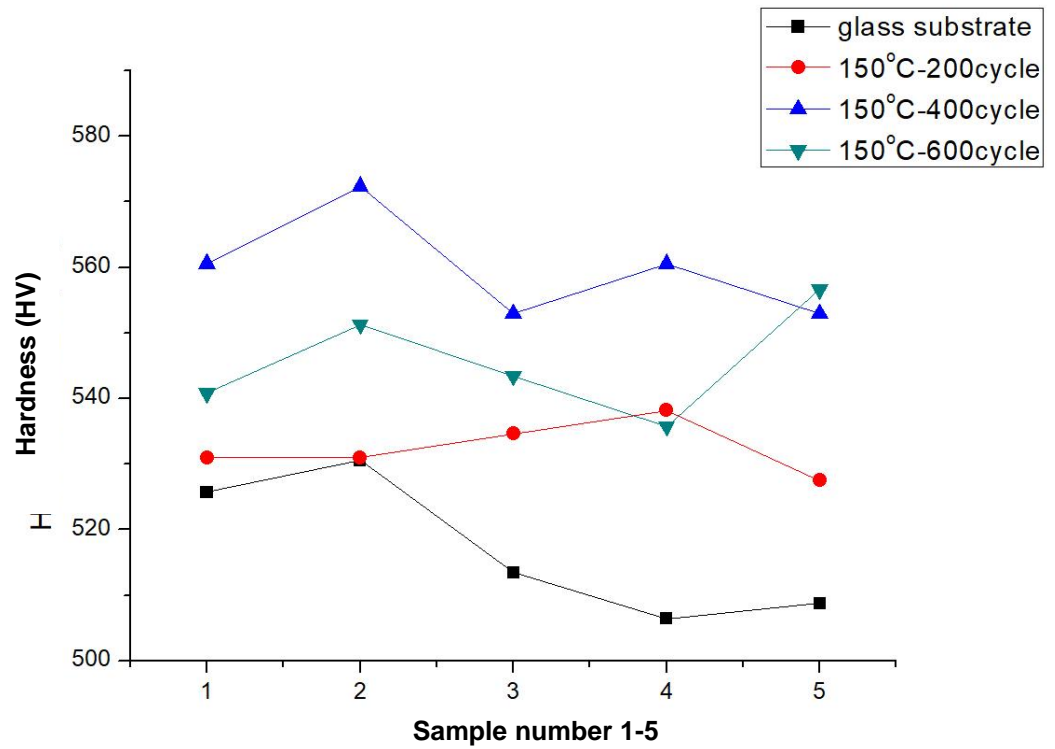
รูปที่ 3.6 สเปกตรัมการดูดกลืนคลื่นแสงของกระจกสไลด์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มจำนวน 200 400 และ 600 ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

3.1.5 ผลการวัดค่าความแข็ง

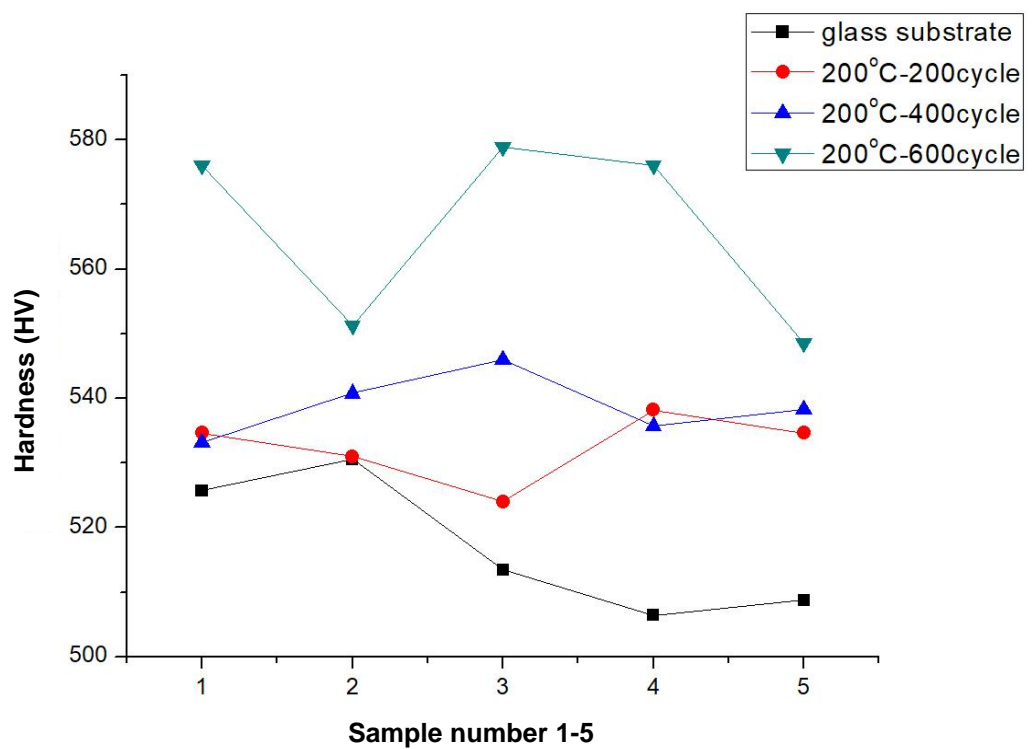
การทดสอบวัดความแข็งบนกระจกสไลด์หลังการเคลือบฟิล์มเป็นค่าที่บ่งบอกถึงความทนทานต่อการสึกซึ่ง โดยในโหมดการวัดแบบ Vickers microhardness โดยการให้น้ำหนักกดเท่ากับ 0.98 N แสดงดังรูปที่ 3.7 ถึงรูปที่ 3.9 พบว่า การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนกระจกสไลด์ ทำให้กระจกสไลด์มีความแข็งเพิ่มขึ้น โดยความแข็งเพิ่มขึ้นตามจำนวนรอบที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ เมื่ออุณหภูมิในการเคลือบที่เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่าความแข็งมีการเพิ่มขึ้นตามไปด้วย โดยจะพบการเพิ่มขึ้นของความแข็งสูงสุดที่การเคลือบ 200 องศาเซลเซียส เป็นจำนวน รอบ



รูปที่ 3.7 แสดงค่าความแข็งในโหมด Vickers microhardness ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.8 แสดงค่าความแข็งในโหมด Vickers microhardness ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.9 แสดงค่าความแข็งในโหมด Vickers microhardness ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

3.2 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2 การเคลือบพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst และ Peridot โดย พลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

การเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค PE-ALD โดยการใช้พลาสมาออกซิเจน ทำการเคลือบฟิล์มทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ซึ่งใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส ด้วยเงื่อนไขตามตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อน ในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2






Substrate	Coating condition		
	Coating cycles	TMA-Ar-O ₂	Coating temperature
Amethyst	800 cycles	2-3-5	80 °C
Peridot			150 °C
			300 °C

หมายเหตุ กำลังไฟฟ้า 145 watt. พลาสมาเปิดตอนปล่อยแก๊สออกซิเจน






3.2.1 ผลการถ่ายภาพก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบาง

ภาพถ่ายลักษณะพลอยก่อนและหลังการทดลองเคลือบฟิล์มลงบนพลอย อเมทิส และเพอริโด แสดงดังตารางที่ 3.4 และ 3.5 ตามลำดับ เพื่อแสดงการเปรียบเทียบผลก่อนและหลังการทดลองเคลือบฟิล์มบางอลูมินา อย่างไรก็ตาม การแสดงด้วยภาพถ่ายเป็นเพียงการสำรวจเบื้องต้น เพื่อความชัดเจนของผลของสมบัติเชิงแสงของชิ้นงาน จึงมีการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนก่อนและหลังเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ซึ่งจะแสดงผลในลำดับต่อไป

ตารางที่ 3.4 ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิส โดยการเคลือบ จำนวน 800 รอบ

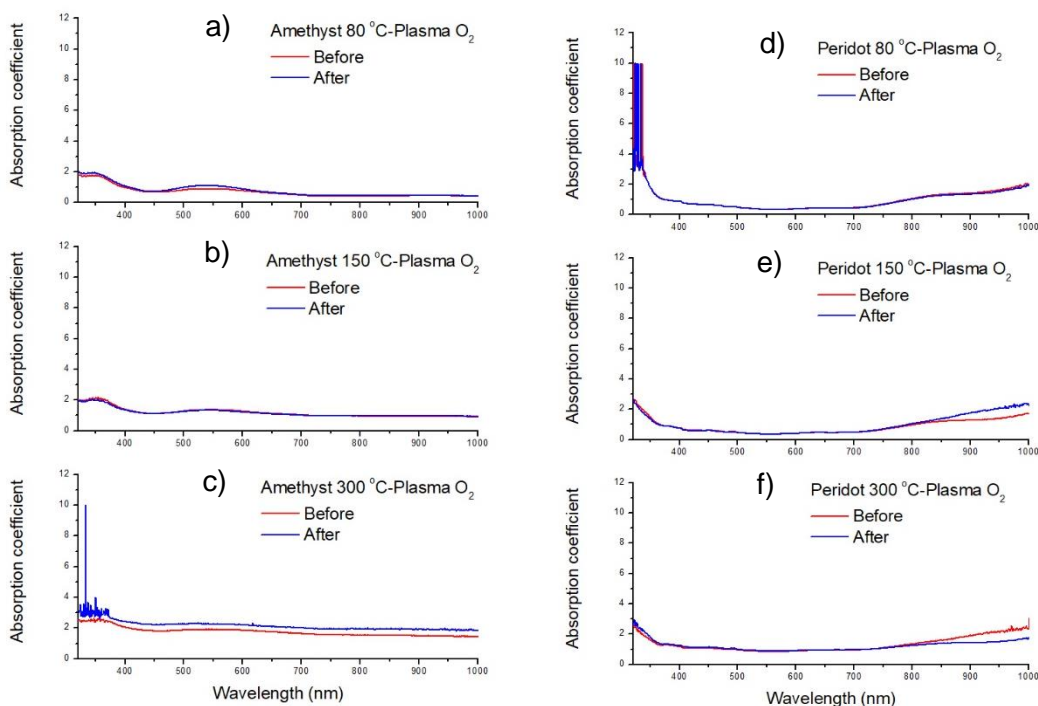
อุณหภูมิในการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
80 °C		
150 °C		
300 °C		

ตารางที่ 3.5 ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชั้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโด โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ

อุณหภูมิในการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
80 °C		
150 °C		
300 °C		

3.2.2 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสง ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer

การศึกษาสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนก่อนและหลังเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1100 nm. แสดงดังรูปที่ 3.10 การเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพริโดททั้งเงื่อนไขการเคลือบโดยใช้พลาสมา ออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส พบว่าหลังเคลือบฟิล์มเมื่อศึกษาสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนทั้งสองชนิดไม่เปลี่ยนแปลงการดูดกลืนแสงทำให้ไม่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงสี ซึ่งเป็นไปตามคุณสมบัติของฟิล์มอลูมินาซึ่งมีคุณสมบัติที่ใส แสงสามารถส่องผ่านได้ [Hu, B (2014)] การเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงสี

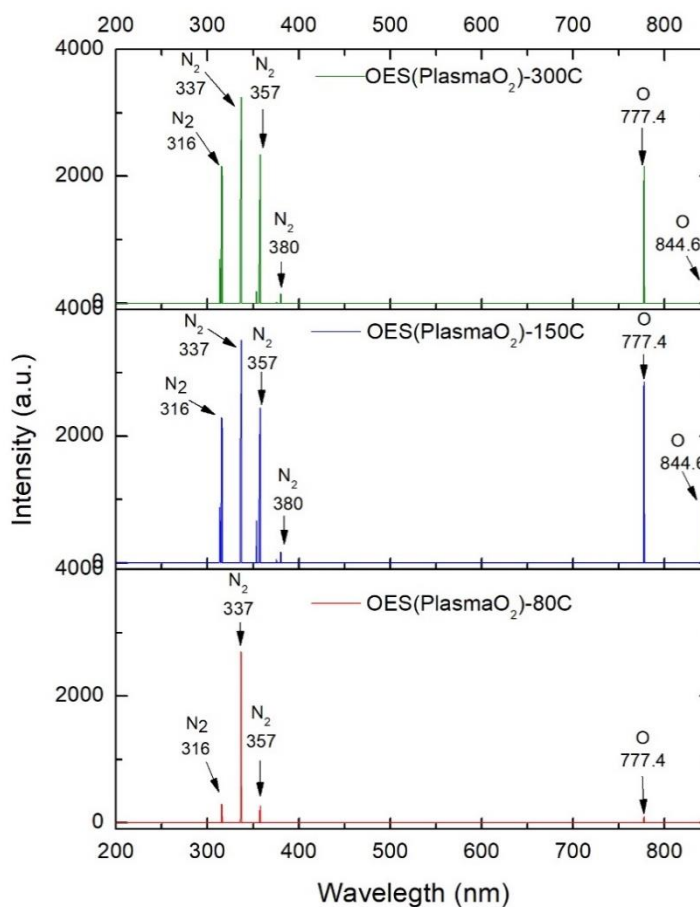


รูปที่ 3.10 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนชนิด (a-c) อเมทิส และ (d-f) เพริโดททั้งก่อน และหลังการเคลือบที่ อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ

3.2.2 การศึกษาสเปกตรัมของพลาสมา (Optical Emission Spectrometer : OES)

สเปกตรัมของพลาสมาในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 200 ถึง 850 นาโนเมตร โดยใช้เทคนิค Optical emission spectroscopy (OES) ในการศึกษาสเปกตรัมของพลาสมาออกซิเจนในกระบวนการเคลือบฟิล์ม จากการทดสอบเคลือบฟิล์มบางอลูมินาที่จำนวน 800 รอบ ซึ่งใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส สเปกตรัมของพลาสมาออกซิเจนแสดงดังรูปที่ 3.11

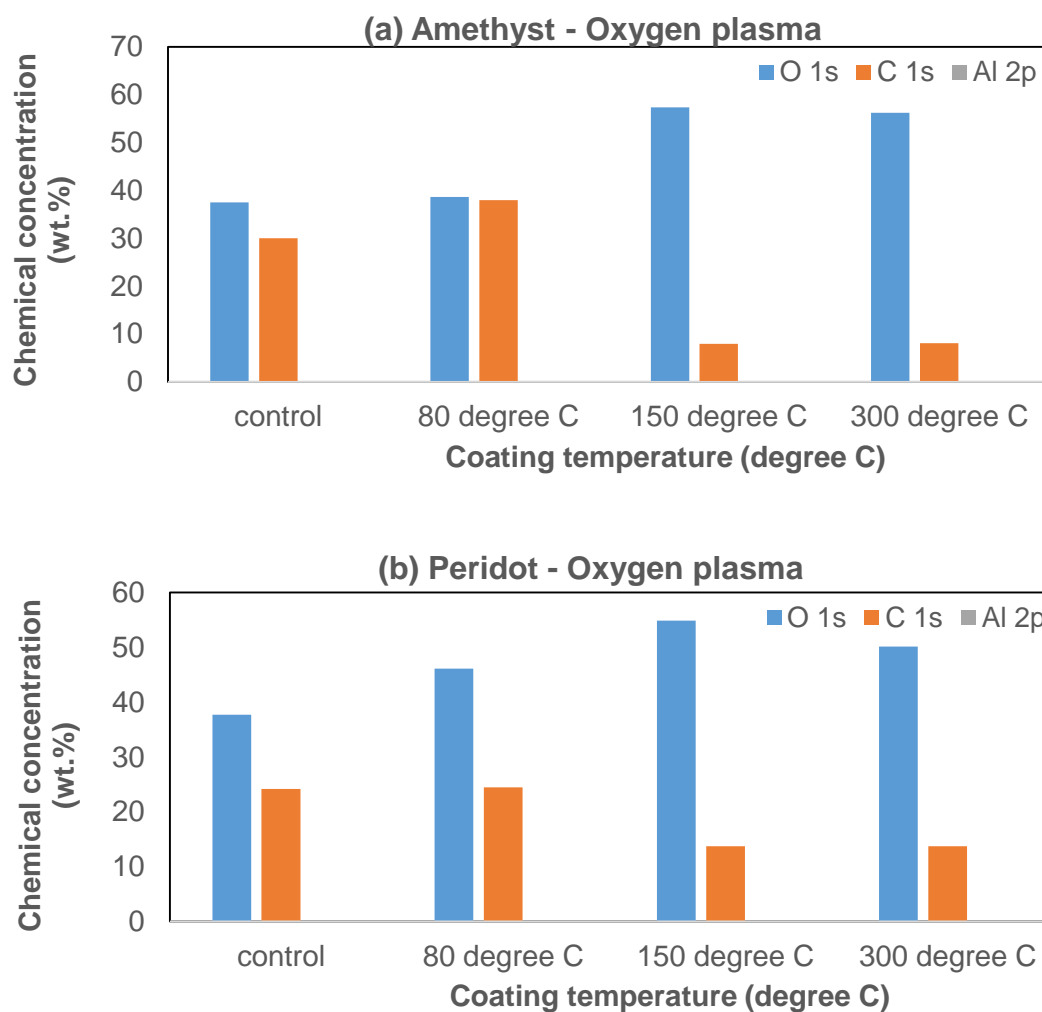
ช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 316 ถึง 380 นาโนเมตร แสดงพีคสเปกตรัมของไนโตรเจน ต่อมาที่ช่วง 777.4 และ 844.6 นาโนเมตร แสดงพีคสเปกตรัมของออกซิเจน [Rezaei, F(2014)] สเปกตรัมพลาสมาออกซิเจนเมื่อเงื่อนไขอุณหภูมิสูงขึ้นความเข้ม (Intensity) ของพีคออกซิเจนและไนโตรเจนจะเพิ่มขึ้นเวลาในการเคลือบที่สูงขึ้นมีผลให้ความเข้มของอนุภาคต่างๆ สูงขึ้นตามไปด้วย



รูปที่ 3.11 สเปกตรัมของพลาสมาออกซิเจนเมื่อทำการเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ

3.2.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มด้วยเทคนิค XPS

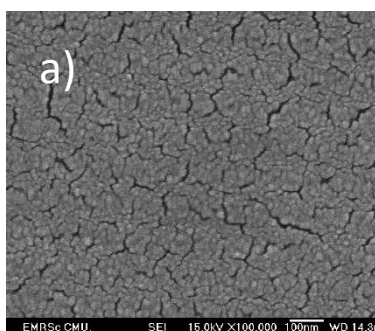
จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst และ Peridot โดยการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค PEALD จากพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 3.12 แสดงให้เห็นความเข้มข้นของอนุมูลออกซิเจนที่สูงขึ้นตามอุณหภูมิการเคลือบซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์อนุมูลในห้องเคลือบขณะที่ทำการเคลือบ และอนุมูลคาร์บอนมีสัดส่วนที่ลดลงตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น อย่างไรก็ตามอลูมิเนียมไม่สามารถตรวจวัดได้



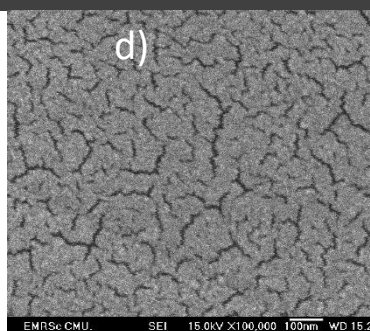
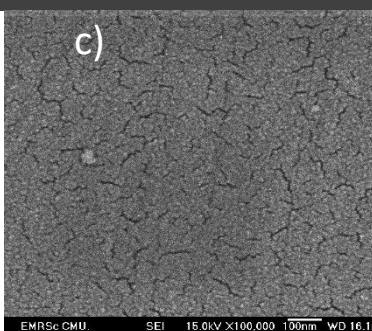
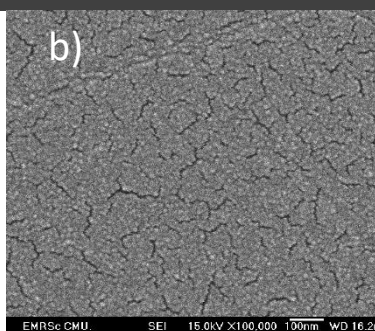
รูปที่ 3.12 องค์ประกอบเคมีของฟิล์มบางที่เคลือบบนพื้นผิวพลอยเนื้ออ่อน ชนิด (a) อเมทิส และ (b) peridot ที่ผ่านการเคลือบอุณหภูมิการเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ

3.2.4 การศึกษาลักษณะทางจุลภาคด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) พบว่าลักษณะของอนุภาคที่แตกต่างกันตามอุณหภูมิที่ใช้เคลือบแสดงดังรูปที่ 3.13 และ รูปที่ 3.14 ซึ่งขนาดภาพของกำลังขยายที่เท่ากัน อุณหภูมิที่สูงขึ้นมีผลต่อการก่อให้เกิดสัณฐานวิทยารูปร่างและขนาดของอนุภาค [Ding, S (2013)] โดยที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเห็นอย่างชัดเจนในทุกเงื่อนไขของการเคลือบ



Amethyst-control

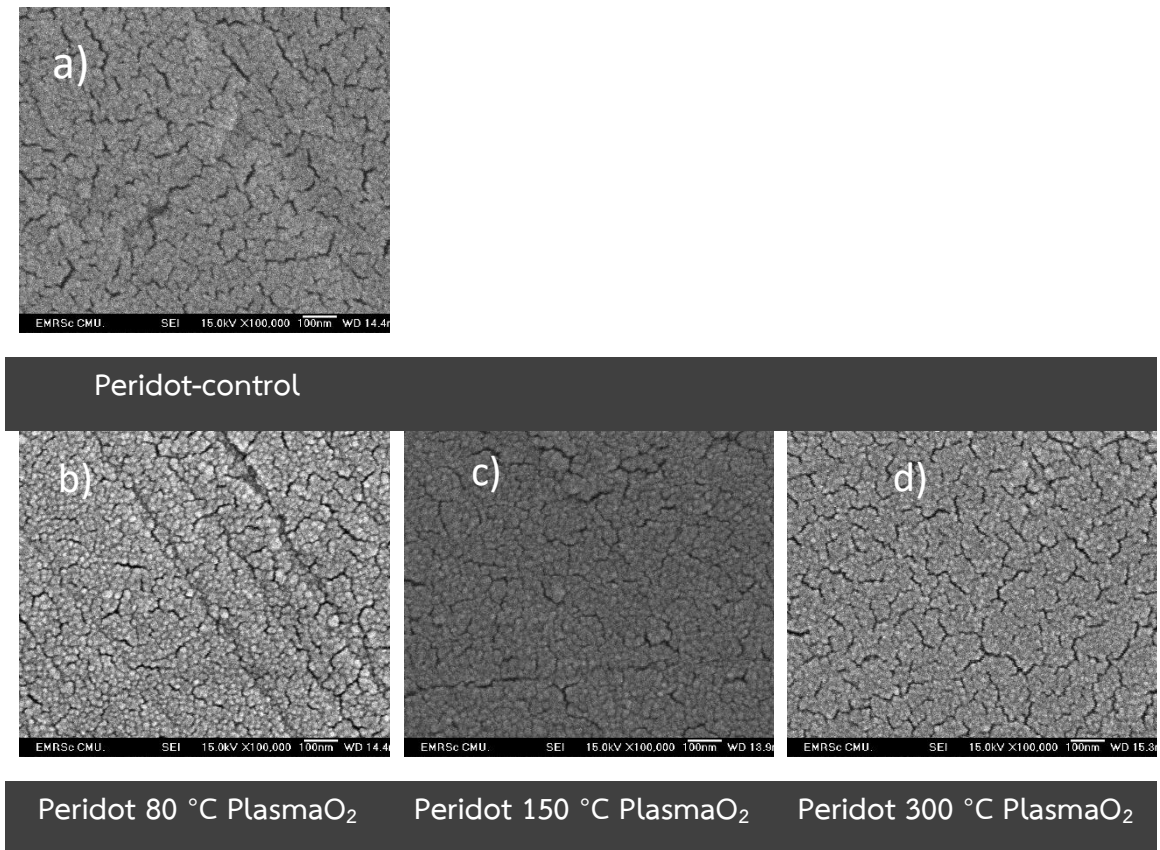


Amethyst 80 °C PlasmaO₂

Amethyst 150 °C
PlasmaO₂

Amethyst 300 °C
PlasmaO₂

รูปที่ 3.13 แสดงภาพ SEM ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst เคลือบฟิล์มอลูมินาเงื่อนไขพลาสมา ออกซิเจน โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ a) Amethyst control และชิ้นงานที่อุณหภูมิ b) 80 องศาเซลเซียส c) 150 องศาเซลเซียส และ d) 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.14 แสดงภาพ SEM ชั้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด Peridot เคลือบฟิล์มอลูมินาเงื่อนไฮพลาสมา ออกซิเจน โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ a) Peridot control และชั้นงานที่อุณหภูมิ b) 80 องศาเซลเซียส c) 150 องศาเซลเซียส และ d) 300 องศาเซลเซียส

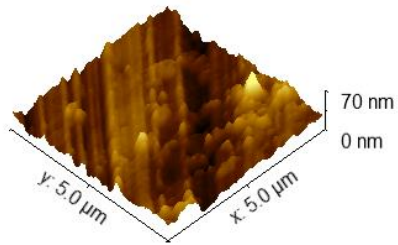
3.2.5 การวิเคราะห์ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมินา

การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบด้วยเทคนิค Atomic Force Microscope หรือ AFM ที่เงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส เมื่อศึกษาความหนาของฟิล์ม อุณหภูมิที่ใช้เคลือบมีผลต่อการเติบโตของฟิล์ม [Koo, J (2006), Lee, S (2007)] ผลจากการตรวจวัดแสดงค่าความหนาและความขรุขระของผิวหน้าชิ้นงาน ดังตารางที่ 3.6 และภาพถ่ายด้วย เทคนิค Atomic Force Microscope แสดงลักษณะของพื้นผิว ((Surface morphology) ดังรูปที่ 3.15 ความขรุขระ (roughness (Sa)) ของฟิล์ม โดยอุณหภูมิมีผลต่อความขรุขระ ซึ่งความจากการศึกษาความขรุขระก่อนการเคลือบฟิล์มพบว่าผิวของพอลอยเนื้ออ่อนนั้นมีความขรุขระที่อาจเกิดจากการเตรียมตัวอย่างเช่นการ ตัดพอลอยและ การกดหน้าพอลอยเพื่อขึ้นเงา

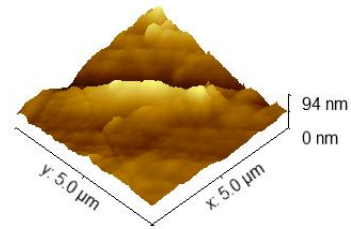
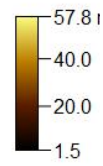
การเปรียบเทียบความหนาของฟิล์มตามเงื่อนไขของการเคลือบที่เงื่อนไขพลาสมาออกซิเจนบนพอลอยทั้งสองชนิด แสดงดังรูปที่ 3.16 ความหนาของฟิล์มบนพอลอยชนิดเพริโดตจะมีค่าที่มากกว่าเมื่อเคลือบบนพอลอยอเมทิส แสดงถึงความสามารถในการยึดติดและสร้างฟิล์มบางพอลอยเพริโดตมีได้มากกว่าการสร้างฟิล์มบางพอลอยอเมทิส

ตารางที่ 3.6 แสดงค่าความหนาและค่าความขรุขระ(roughness (Sa)) ของฟิล์มบางอลูมินาบนพอลอยเนื้ออ่อน โดยการเคลือบ จำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิการเคลือบ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส

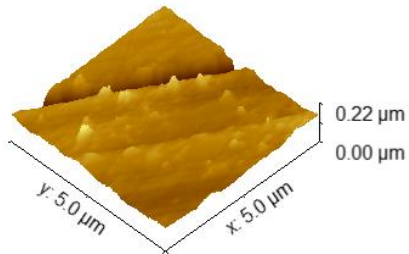
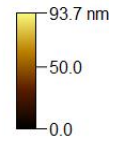
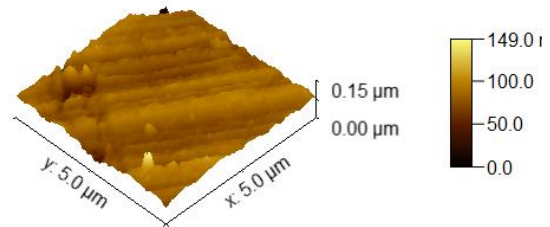
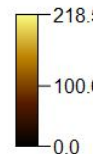
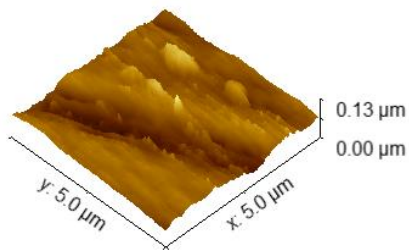
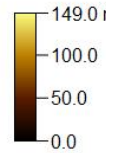
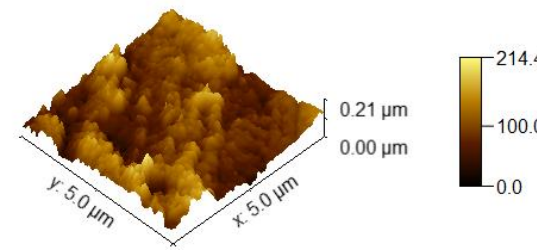
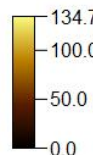
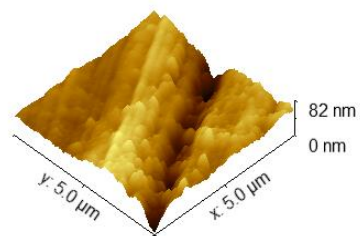
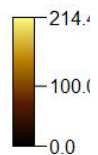
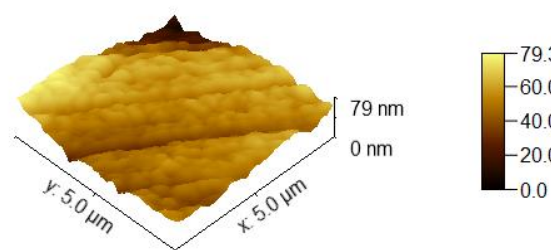
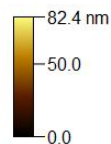
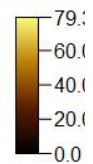
Coating Condition	ค่าความหนา (nm)	ค่าความขรุขระ (S _A) (nm)
Amethyst	control	0
	80 °C	174.4
	150 °C	95.1
	300 °C	142.2
Peridot	control	0
	80 °C	73.3
	150 °C	711.0
	300 °C	266.7



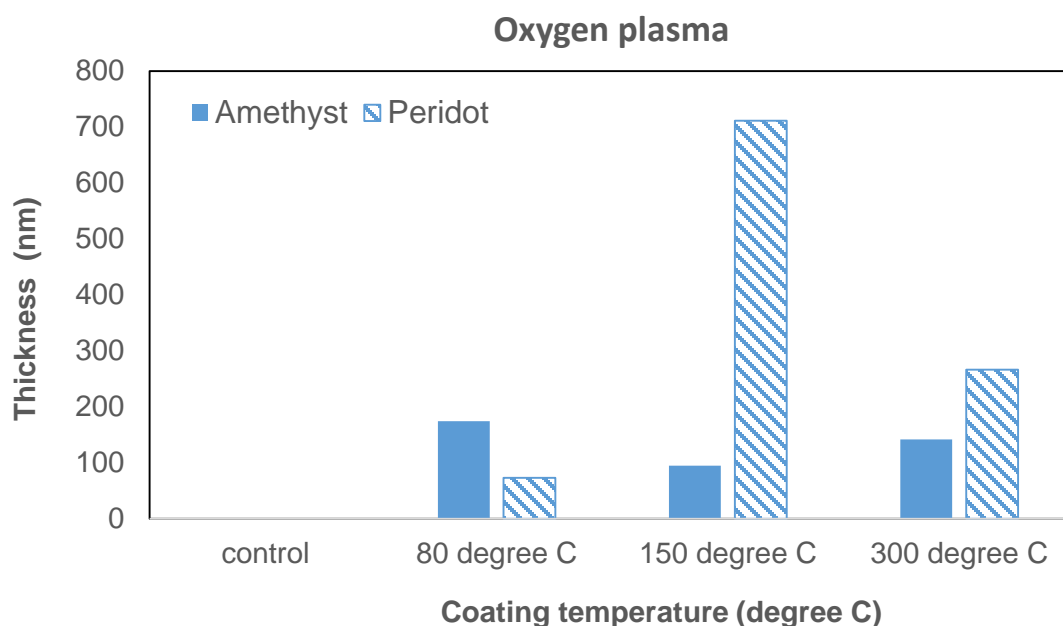
Amethyst-control



Peridot-control

Amethyst 80°C -Plasma O₂Peridot 80°C -Plasma O₂Amethyst 150°C -Plasma O₂Peridot 150°C -Plasma O₂Amethyst 300°C -Plasma O₂Peridot- 300°C -Plasma O₂

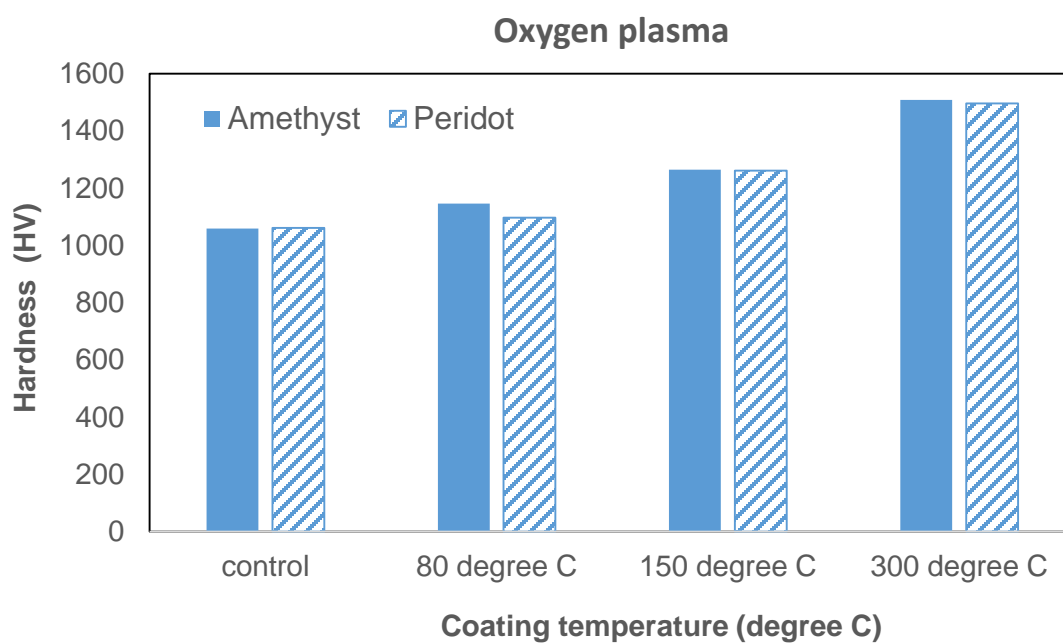
รูปที่ 3.15 ภาพลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพริโด โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิการเคลือบ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.16 การแสดงความหนาของฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพอริโด จำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิการเคลือบ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส

3.2.6 ผลการวิเคราะห์ค่าความแข็ง (Hardness test)

การทดสอบค่าความแข็งบนวัสดุด้วยเครื่อง Vickers Microhardness ด้วยแรงกด 0.98 N ผลการทดสอบความแข็งของพลอยเนื้ออ่อนหลังผ่านการเคลือบฟิล์มลงบนพลอยเนื้ออ่อนพบว่าพลอยเนื้ออ่อนทั้งชนิดอเมทิสและเพอริโด ค่าความแข็งเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับก่อนเคลือบ(control) โดยเมื่ออุณหภูมิการเคลือบมากขึ้น 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส ค่าความแข็งจะมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นในทุกชั้นงาน ตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น แสดงดังกราฟในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.17 ผลค่าความแข็งที่เงื่อนไขการเคลือบด้วยพลาสมาออกซิเจนของพลอยอเมทิสและเพอริโด

จำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิการเคลือบ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส

3.3 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3

การทดลองเคลือบฟิล์มบางอลูมินา บนกระจกสไลด์และโรสควอทซ์ ด้วยการใช้พลาสมา ออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส และ จำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ ด้วยเงื่อนไขตามตารางที่ 3.7 แสดงการตรวจวิเคราะห์ชิ้นงานดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.7 ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลาสมาเพื่ออำนวยความสะดวกในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3

Substrate	Coating conditions		
	Mixture time (s)	Coating temperature & cycles	
	TMA-Ar-O ₂	150°C	200 °C
Glass Slide	2-3-5 (s)	400 cycles	400 cycles
		600 cycles	600 cycles
Rose quartz		800 cycles	800 cycles

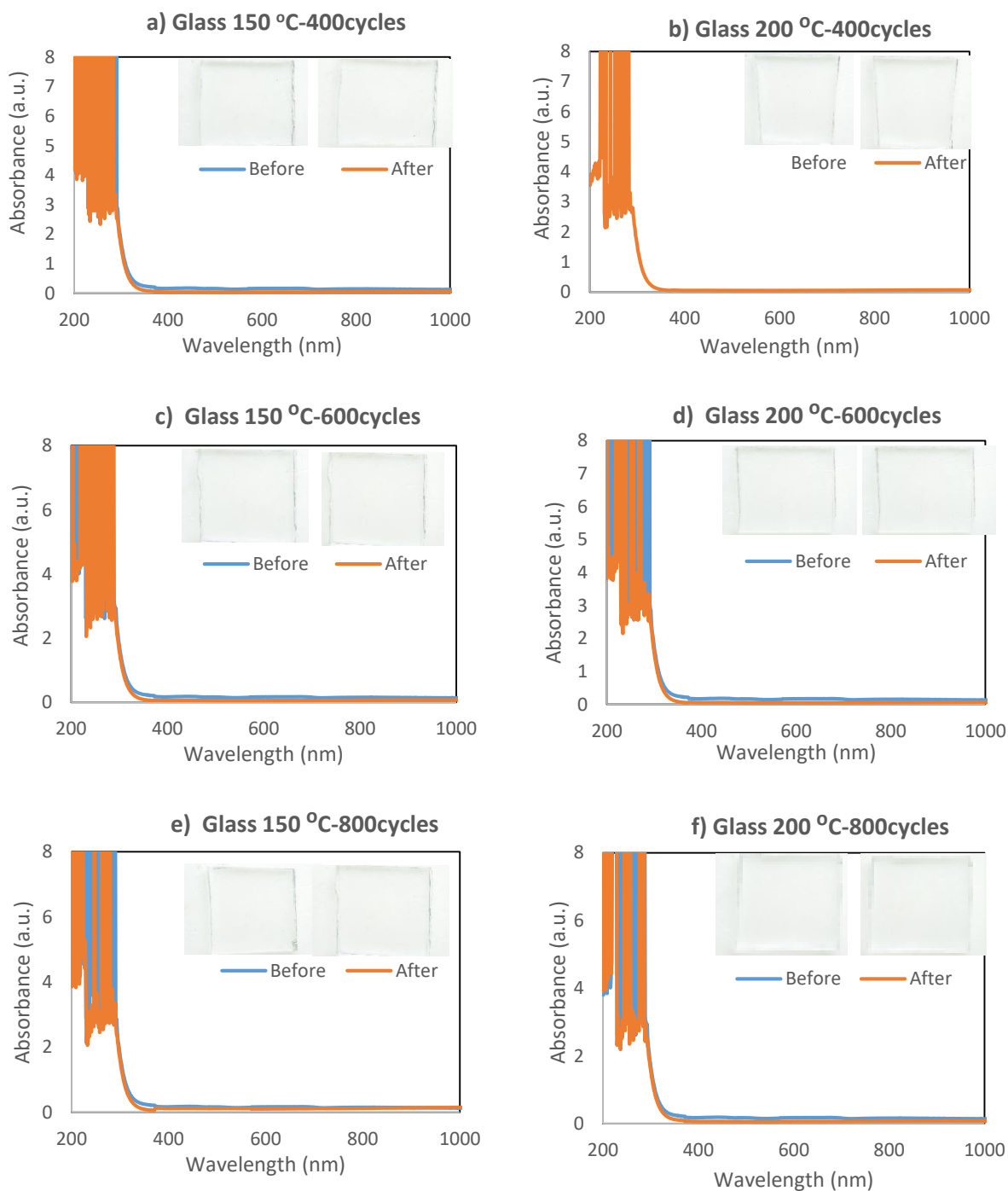
หมายเหตุ กำลังไฟฟ้า 145 watt. พลาสมาเปิดตอนปล่อยแก๊สออกซิเจน

3.3.1 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสง

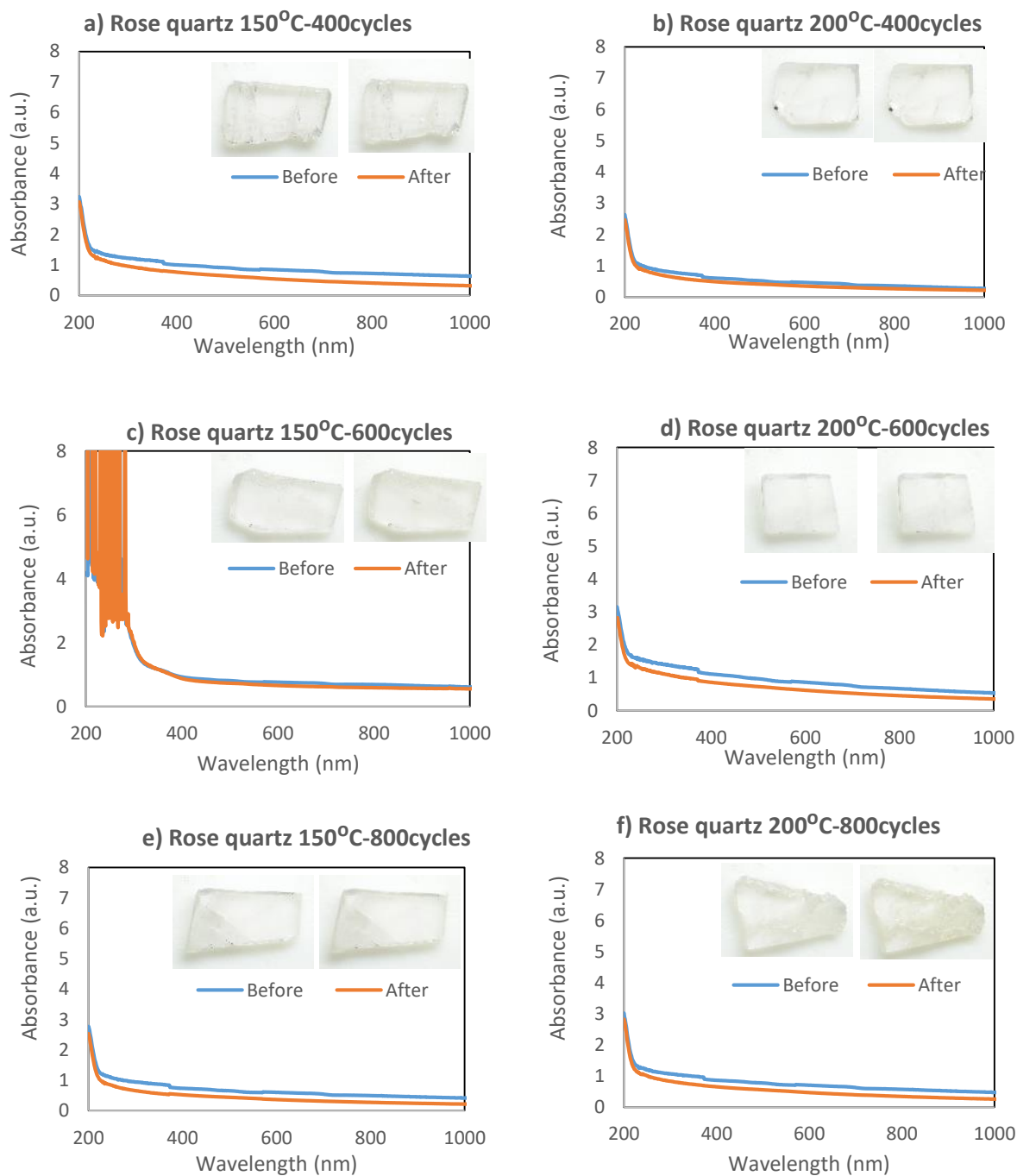
การทดสอบคุณสมบัติทางแสงของชิ้นงาน ทั้งก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบน ชิ้นงานกระจกสไลด์และพลาสมาโรสควอทซ์ ที่เงื่อนไขในการเคลือบต่างๆ แสดงรูปชิ้นงานก่อนและหลัง การเคลือบและการกราฟการดูดกลืนแสงของชิ้นงานกระจกสไลด์และโรสควอทซ์ ดังรูปที่ 3.18 และ รูปที่ 3.19 ตามลำดับ

เมื่อสังเกตจากภาพถ่ายชิ้นงานกระจกสไลด์และพลาสมาโรสควอทซ์ทั้งก่อนและหลังเคลือบ ฟิล์มเมื่อมองด้วยตาเปล่าจะไม่พบการเปลี่ยนแปลงของสี และการวิเคราะห์การดูดกลืนคลื่นแสงด้วย เครื่อง UV-VIS NIR Spectrophotometer ช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1000 นาโนเมตร พบว่า ฟิล์มบางอลูมินาที่เคลือบบนกระจกสไลด์ไม่เห็นการเปลี่ยนแปลงของกราฟแสดงการดูดกลืนแสง เนื่องจากฟิล์มบางอลูมินามีคุณสมบัติที่ใส [Hu, 2014]

สำหรับโรสควอทซ์ กราฟการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS NIR Spectrophotometer ช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1000 นาโนเมตร พบว่าการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาที่อุณหภูมิต่างๆ และ จำนวนรอบต่างๆ มีผลโดยส่วนใหญ่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของชิ้นงานหลังเคลือบมีค่าที่ลดลง เล็กน้อย ซึ่งไม่ทำให้สังเกตเห็นความแตกต่างของสีด้วยตาเปล่า



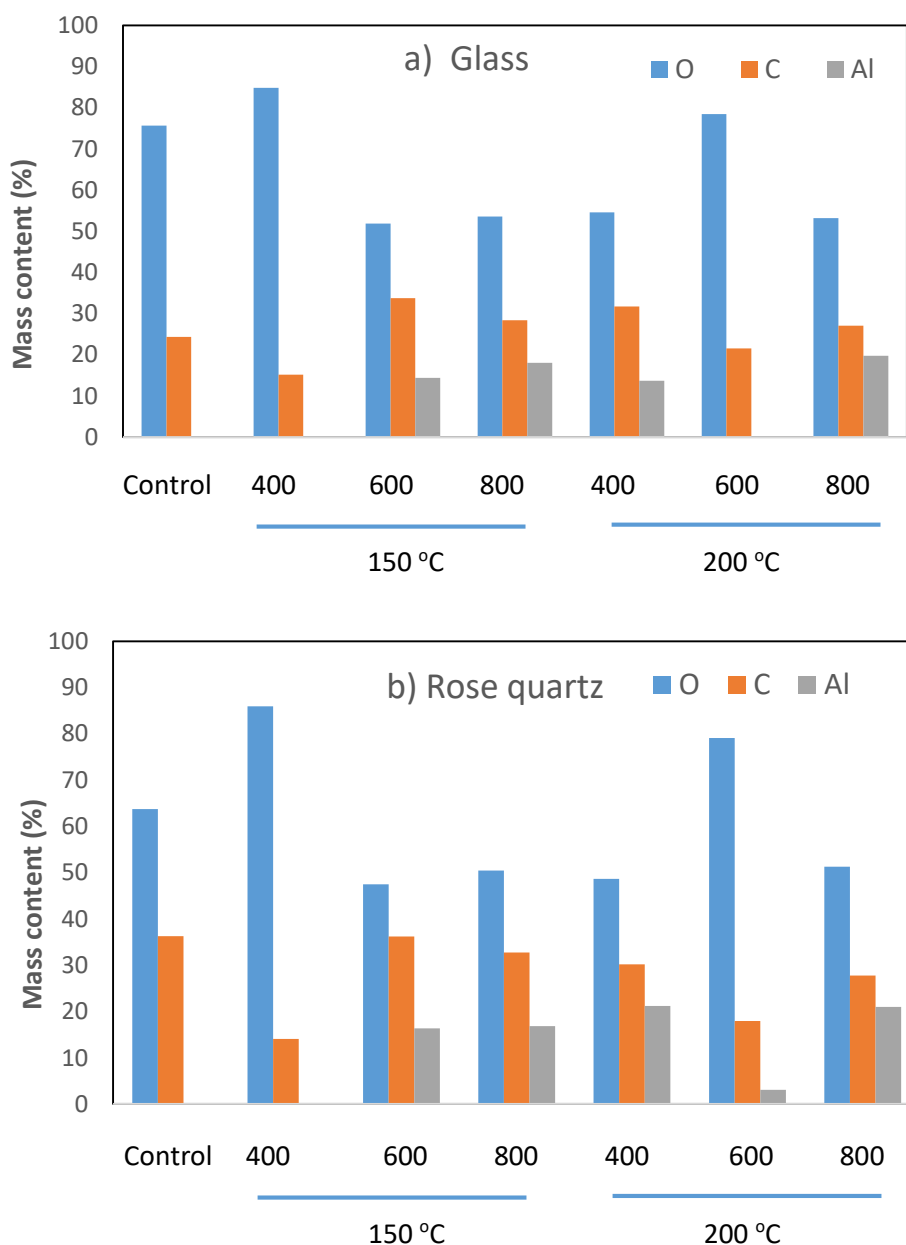
รูปที่ 3.18 กราฟแสดงคุณสมบัติทางแสงและภาพถ่ายของกระจกสไลด์ ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส จำนวน 400 600 และ 800 รอบ



รูปที่ 3.19 กราฟแสดงคุณสมบัติทางแสงและภาพถ่ายของพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส จำนวน 400 600 และ 800 รอบ

3.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของผิวฟิล์มอลูมินา (Al_2O_3) ที่เคลือบบนชิ้นงานด้วยเทคนิค เอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photo electron spectroscopy : XPS)

จากการศึกษาด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photo electron spectroscopy : XPS) พบว่าฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ทั้งบนกระจกสไลด์และโรสควอทซ์ด้วยจำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มที่สังเคราะห์ได้นั้นประกอบด้วยองค์ประกอบของธาตุ อลูมิเนียม (Al), ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C) ในการเคลือบแต่ละเงื่อนไข สามารถแสดงดังรูปที่ 3.20



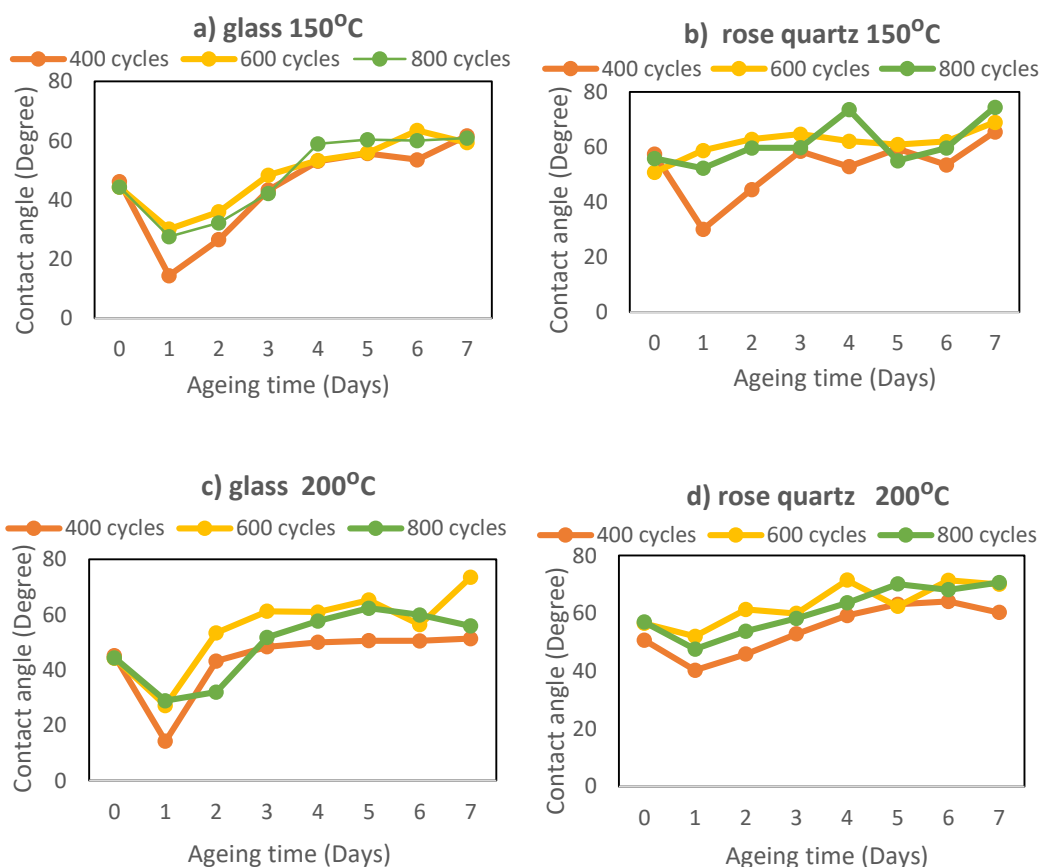
รูปที่ 3.20 แผนภูมิแสดงปริมาณธาตุ ออกซิเจน(O) คาร์บอน(C) และอลูมิเนียม(Al) ของฟิล์มบาง อลูมินาสังเคราะห์บนชิ้นงาน a)กระจกสไลด์ และ b) ฟลอยโรสควอทซ์

สัดส่วนของธาตุที่พบบนผิวฟิล์มบางบนชิ้นงานกระจกสไลด์และโรสควอทซ์ มีลักษณะการเปลี่ยนแปลงที่สอดคล้องกัน แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงของปริมาณธาตุที่ไม่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ อย่างไรก็ตาม ในการเคลือบบางครั้งไม่สามารถตรวจพบปริมาณของอลูมิเนียมได้

จากการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ยืนยันคาร์บอนที่หลงเหลือบนผิวฟิล์มเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง TMA : $Al(CH_3)_3$ ทำปฏิกิริยากับพลาสมาของแก๊สออกซิเจน เมื่อพิจารณาการเปรียบเทียบสัดส่วนขององค์ประกอบคาร์บอน พบว่าก่อนการเคลือบผิวสามารถตรวจพบปริมาณคาร์บอนบนผิวของกระจกสไลด์และพลอยโรสควอทซ์ (Control) จากการดูดซับของคาร์บอนในบรรยากาศ

3.3.3 ผลการศึกษาค่ามุมสัมผัสผิวน้ำ

การศึกษาค่ามุมสัมผัสผิวน้ำจากสภาพผิวกระจกสไลด์และพลอยโรสควอทซ์ที่ทำการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาจำนวน 400 600 และ 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส เนื่องจากฟิล์มบางอลูมินาเกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น TMA : trimethylaluminum กับพลาสมาของออกซิเจนซึ่งเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (OH) สภาพผิวฟิล์มจึงมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic)

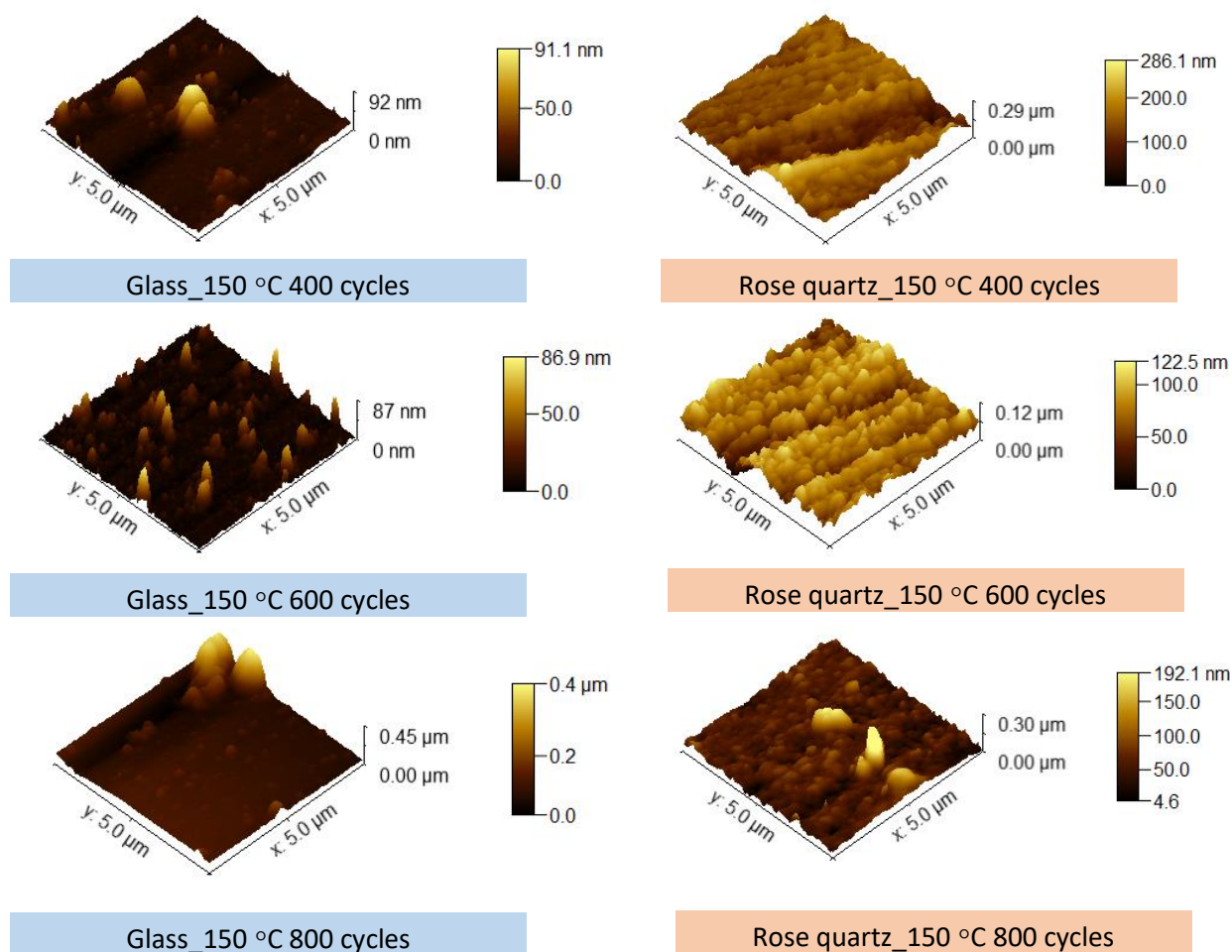


รูปที่ 3.21 แสดงค่ามุมสัมผัสผิวน้ำบนผิวฟิล์มบางอลูมินาที่เคลือบบนกระจกสไลด์และพลอยโรสควอทซ์ ทั้งก่อนเคลือบ(Control : 0 day) และหลังเคลือบ (1-7 day) ที่อุณหภูมิ (a-b) 150 องศาเซลเซียส และ (c-d) 200 องศาเซลเซียส

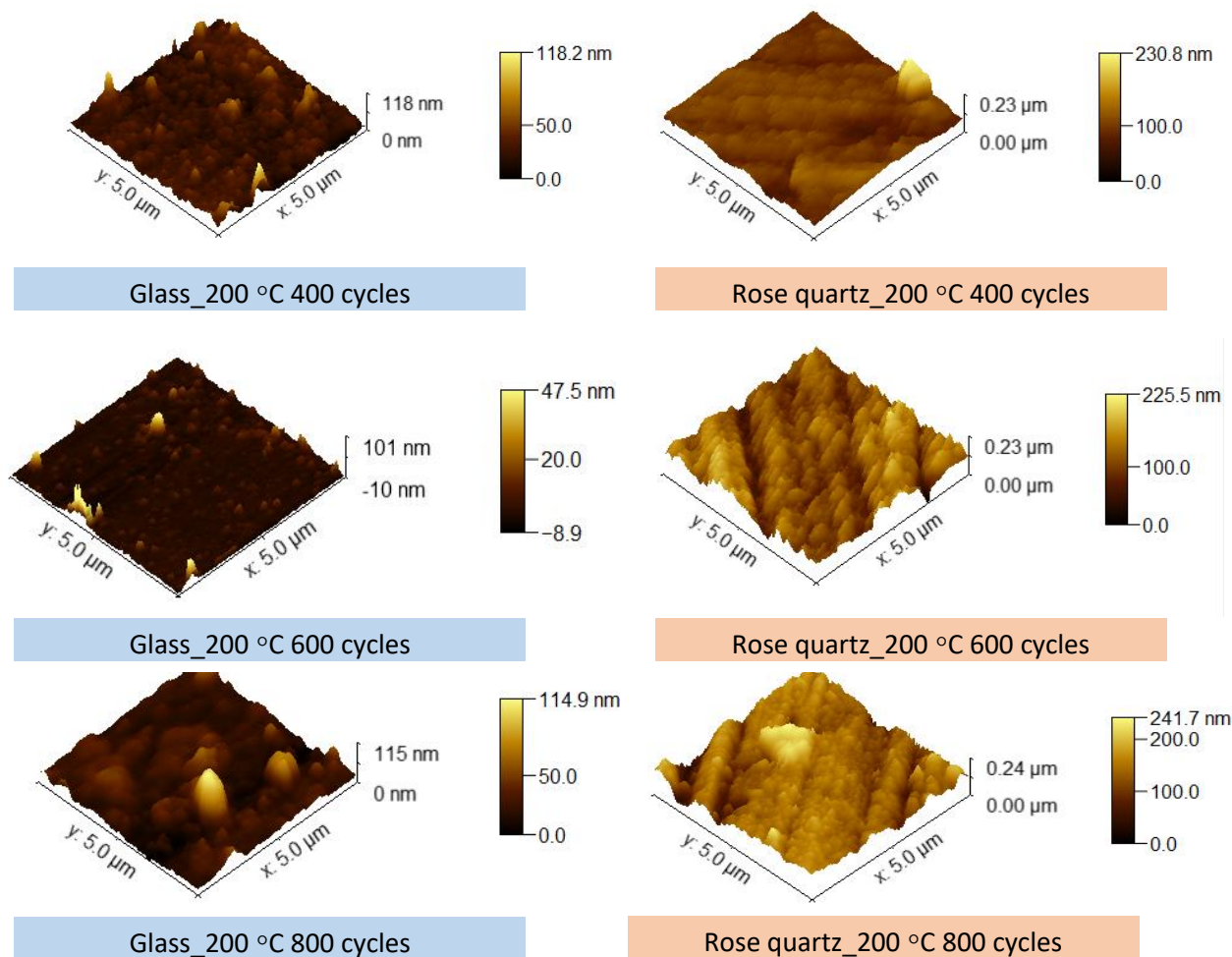
การวัดค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่หยดบนผิวชิ้นงาน จัดเป็นกรรมวิธีในการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของสภาพผิวชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา แสดงดังรูปที่ 3.21 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำนั้นก่อนเคลือบ(Control: 0 วัน) และหลังการเคลือบตั้งแต่วันที่ 1 -7 พบว่าค่ามุมสัมผัสหยดน้ำมีแนวโน้มที่เพิ่มมากขึ้นในทุกสภาวะการเคลือบแสดงถึงคุณสมบัติฟิล์มมีความไม่ชอบน้ำ [Finch, 2008]

3.3.4 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางอลูมินา

การศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope) แสดงลักษณะด้วยภาพสามมิติดังรูปที่ 3.22 และดังรูปที่ 3.23 สำหรับการเคลือบผิว ณ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส และ 200 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เมื่อวิเคราะห์ความขรุขระของพื้นผิว แสดงด้วยค่า Roughness : RMS (Sq) และความหนาของฟิล์มแสดงดังรูปที่ 3.24 และ รูปที่ 3.25 ตามลำดับ



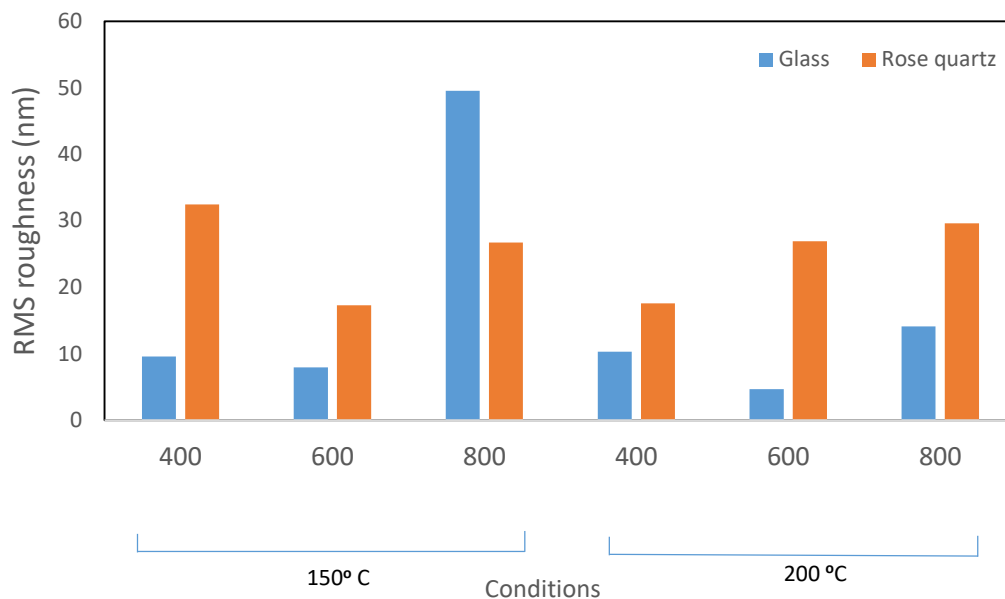
รูปที่ 3.22 ภาพลักษณะความขรุขระบนผิวฟิล์มแบบสามมิติทั้งชิ้นงานกระจก(ภาพด้านซ้าย) และ ชิ้นงานโรสควอตซ์(ภาพด้านขวา) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส



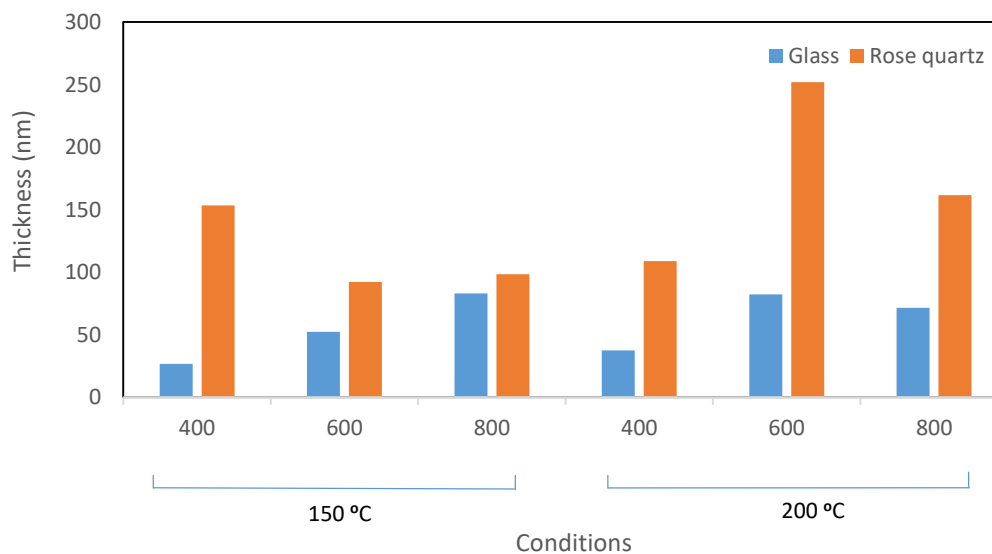
รูปที่ 3.23 ภาพลักษณะความขรุขระบนผิวฟิล์มแบบสามมิติทั้งชิ้นงานกระจก (ภาพด้านซ้าย) และ ชิ้นงานโรสควอทซ์ (ภาพด้านขวา) ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

จากกราฟในรูปที่ 3.24 พบว่า ฟิล์มบางมีแนวโน้มที่จะมีความขรุขระเพิ่มขึ้นตามจำนวนรอบการเคลือบที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม การเพิ่มอุณหภูมิช่วยให้ความขรุขระลดลง การพิจารณาความขรุขระของฟิล์มบางเลือกพิจารณาชิ้นงานกระจกสไลด์ที่มีการผลิตในระบบอุตสาหกรรมเพื่อความคมคุณภาพของชิ้นงาน ชิ้นงานพลอยมีความขรุขระของพื้นผิวสูงกว่ากระจกสไลด์มากเนื่องจากการเตรียมผิว

ความหนาของฟิล์มที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ดังแสดงในรูปที่ 3.25 ความหนาของฟิล์มบนชิ้นงานพลอยมีมากกว่าฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจก และ พบว่ามีความหนามีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นตามรอบจำนวนการเคลือบทั้งอุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส ส่วนความหนาของฟิล์มบนชิ้นงานโรสควอทซ์มีแนวโน้มที่ลดลงตามรอบจำนวนการเคลือบที่เพิ่มขึ้น



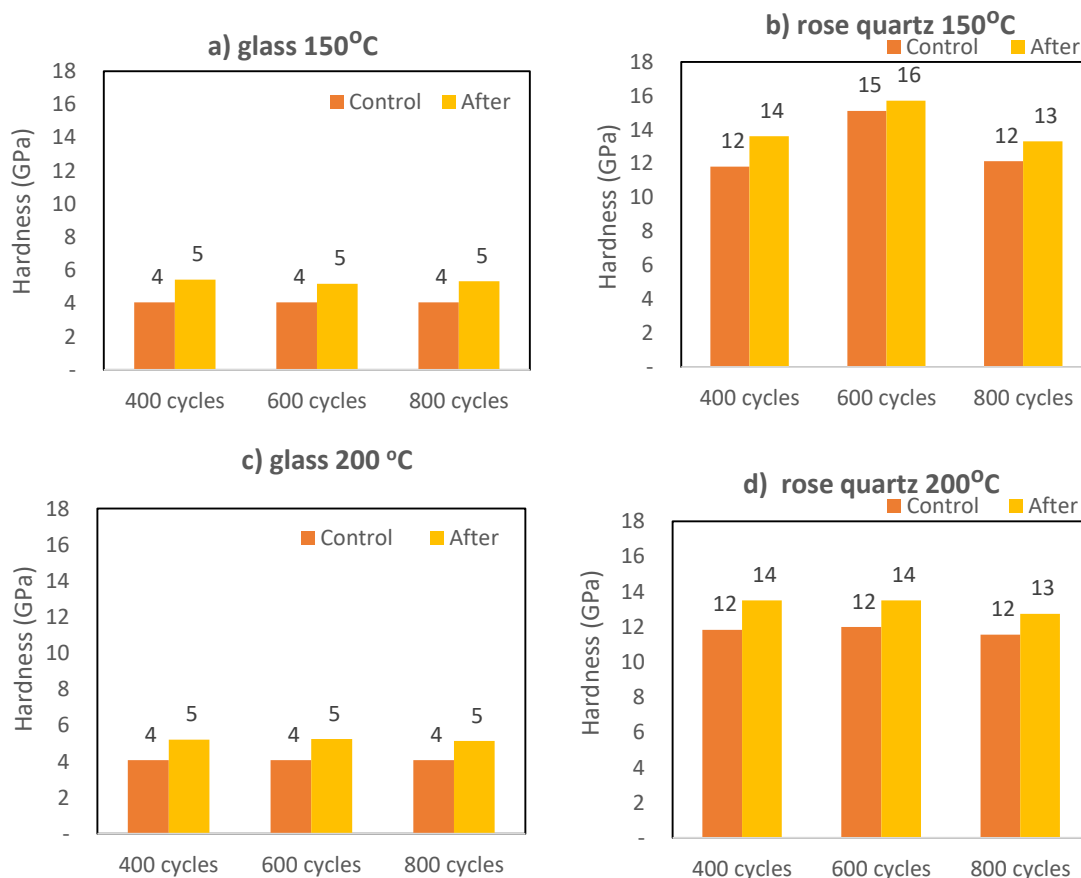
รูปที่ 3.24 กราฟค่าความขรุขระ Roughness : RMS (Sq) ของชิ้นงานกระจกและโรสควอตซ์ ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



รูปที่ 3.25 กราฟแสดงความหนาของฟิล์มที่เคลือบบนชิ้นงานกระจกและโรสควอตซ์ ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบที่ 400, 600 และ 800 รอบ

3.3.4 ผลการศึกษาคุณสมบัติความแข็งของฟิล์มบาง

การทดสอบวัดความแข็งของฟิล์มบางอลูมินาบนกระจกสไลด์และพลอยโรสควอทซ์ ด้วยเครื่อง Vickers Microhardness test ด้วยแรงกด 0.98 N แสดงดังรูปที่ 3.29 ซึ่งพบว่าหลังเคลือบฟิล์มบางบนกระจกสไลด์และโรสควอทซ์มีค่าความแข็งที่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาของ Battaglin et al (2014) และ Panitchakan et al. (2012)



รูปที่ 3.26 แผนภูมิแสดงค่าความแข็งของชิ้นงาน (a-b) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส และ (c-d) อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ทั้งก่อนและหลังการเคลือบฟิล์ม

3.4 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 4

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการ plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) บนพลอยเนื้ออ่อน สองชนิด คือ โรสควอตซ์และเพอริโด โดยเงื่อนไขในการเพิ่มประสิทธิภาพบนผิวของพลอยเนื้ออ่อน ได้แก่ การเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ และที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3

Substrate	Mixture time (s) TMA-Ar-O ₂	Coating conditions		
		Coating temperature & cycles		
		150 °C	200 °C	300 °C
Rose quartz Peridot	2-3-5 (s)	400 cycles	400 cycles	400 cycles
		600 cycles	600 cycles	600 cycles
		800 cycles	800 cycles	800 cycles

หมายเหตุ กำลังไฟฟ้า 145 watt. พลาสมาเปิดตอนปล่อยแก๊สออกซิเจน







จากนั้นศึกษาการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง ศึกษาตัวอย่างก่อนและหลังทำการสังเคราะห์ฟิล์มบนพลอยด้วยเครื่องมือพื้นฐานทางอัญมณี คือ การวัดค่าความถ่วงจำเพาะ และการวัดค่าดัชนีหักเหของแสงต่อมาศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มบางด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ การวิเคราะห์ความขรุขระและความหนาของผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวพลอย การวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์ม การวิเคราะห์ค่าความแข็งของฟิล์มด้วยเครื่องวัดความแข็ง และการวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูดกลืนคลื่นแสง โดยผลการศึกษาดังต่อไปนี้

3.4.1 ลักษณะของพลอยก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃)



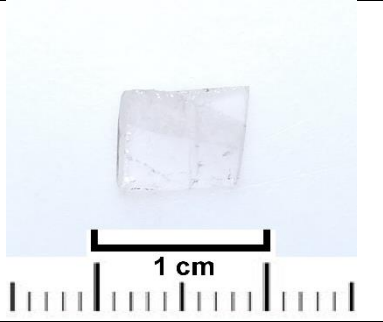



ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์ และเพอริโดก่อนและหลังเคลือบฟิล์มอลูมินา จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ และที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส แสดงดังตารางที่ 3.9 – ตารางที่ 3.14 เมื่อวิเคราะห์ด้วยตาเปล่าชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของสี

ส่วนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดพบการเปลี่ยนแปลงของสีเล็กน้อยที่เงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส 400 และ 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 600 รอบ จากอุณหภูมิและเวลาในการให้ความร้อนมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของสีในเพอริโด



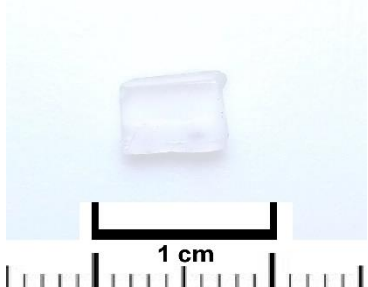



ตารางที่ 3.9 ภาพถ่ายชิ้นงานโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
400 cycles		
600 cycles		
800 cycles		

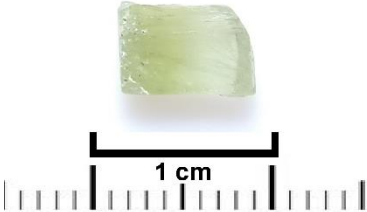

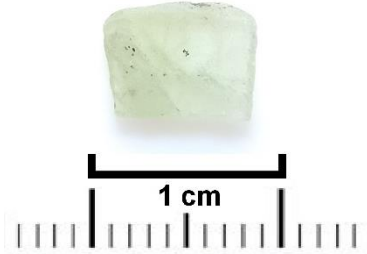



ตารางที่ 3.10 ภาพถ่ายชิ้นงานโอสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
200 °C 400 cycles		
200 °C 600 cycles		
200 °C 800 cycles		

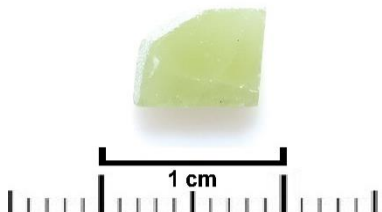
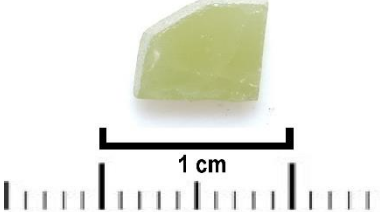
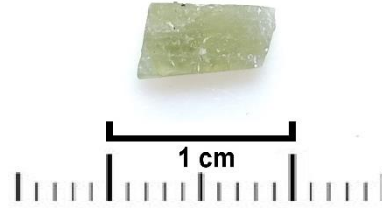



ตารางที่ 3.11 ภาพถ่ายชิ้นงานโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
300 °C 400 cycles		
300 °C 600 cycles		
300 °C 800 cycles		







ตารางที่ 3.12 ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโตก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
150 °C 400 cycles		
150 °C 600 cycles		
150 °C 800 cycles		

ตารางที่ 3.13 ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโตก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
200 °C 400 cycles		
200 °C 600 cycles		
200 °C 800 cycles		

ตารางที่ 3.14 ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
300 °C 400 cycles		
300 °C 600 cycles		
300 °C 800 cycles		

3.4.2 ผลการศึกษาคุณลักษณะก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ด้วยเครื่องมือขั้นพื้นฐาน

ผลการศึกษาค่าดัชนีหักเหทางแสงและค่าความถ่วงจำเพาะของพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์และเพอริโด ก่อนและหลังการเคลือบผิวด้วยฟิล์มอลูมินา แสดงดังตารางที่ 3.15 – 3.16 ตามลำดับ

โรสควอตซ์ พบว่าก่อนการปรับปรุงคุณภาพบนผิวพลอยด้วยการเคลือบมีค่าดัชนีหักเหทางแสงของ อยู่ในช่วง 1.538-1.542 หลังการปรับปรุงคุณภาพบนผิวพลอยมีค่าดัชนีหักเหทางแสงอยู่ในช่วง 1.538-1.550 ซึ่งค่ามีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก จึงพิจารณาว่า ไม่เปลี่ยนแปลง

ค่าความถ่วงจำเพาะของพลอยอยู่ในช่วง 2.604 - 2.686 เมื่อผ่านการเคลือบค่าอยู่ในช่วง 2.585 - 2.724 ซึ่งพบว่าค่าดัชนีหักเหทางแสงไม่มีความเปลี่ยนแปลง

เพอริโด ค่าดัชนีหักเหทางแสง ก่อนการปรับปรุงคุณภาพอยู่ในช่วง 1.642 - 1.658 และหลังการปรับปรุงคุณภาพค่าดัชนีหักเหทางแสงอยู่ในช่วง 1.640 - 1.678 และ

ค่าความถ่วงจำเพาะก่อนการปรับปรุงคุณภาพอยู่ในช่วง 3.121-3.398 และหลังปรับปรุงฯ ค่าความถ่วงจำเพาะอยู่ในช่วง 3.249 - 3.404 ซึ่งพบว่าค่าดัชนีหักเหทางแสงและค่าความ

ถ่วงจำเพาะมีความเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย โดยค่าดัชนีหักเหมีความเปลี่ยนแปลงได้เนื่องจากฟิล์มออกไซด์ที่เคลือบมีผลต่อการสะท้อนแสง [Kumar, 2009] และสันนิษฐานว่าในสถานการณ์เปลี่ยนแปลงอีกหนึ่งปัจจัยเกิดจากรอยแตกในพลอยโดยเฉพาะชั้นงานพลอยเพอริโต ส่วนค่าความถ่วงจำเพาะเป็นความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นได้ในการชั่งการทดลองแต่ละครั้ง

ตารางที่ 3.15 ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังจากเคลือบฟิล์ม

อุณหภูมิการเคลือบ	รอบการเคลือบ	ก่อนการเคลือบ		หลังการเคลือบ	
		ค่าความถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเหของแสง	ค่าความถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเหของแสง
150	400	2.659	1.538-1.542	2.675	1.538-1.542
	600	2.638	1.538-1.542	2.673	1.538-1.542
	800	2.677	1.538-1.542	2.686	1.540-1.545
200	400	2.634	1.538-1.542	2.626	1.542-1.548
	600	2.648	1.538-1.542	2.585	1.538-1.542
	800	2.631	1.538-1.542	2.649	1.542-1.550
300	400	2.638	1.538-1.542	2.711	1.538-1.542
	600	2.604	1.538-1.542	2.633	1.538-1.542
	800	2.646	1.538-1.542	2.699	1.538-1.542

ตารางที่ 3.16 ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยเพอริโตก่อนและหลังจากเคลือบฟิล์ม

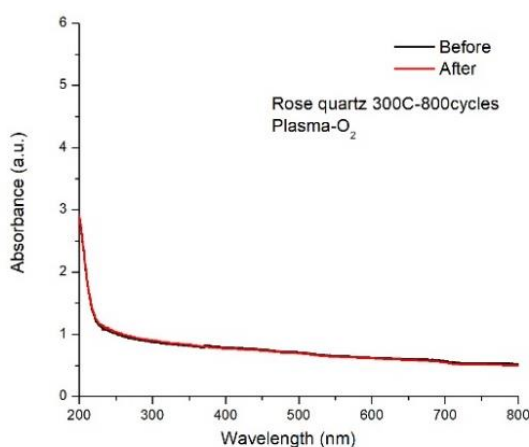
อุณหภูมิการเคลือบ	รอบการเคลือบ	ก่อนการเคลือบ		หลังการเคลือบ	
		ค่าความถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเหของแสง	ค่าความถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเหของแสง
150	400	3.282	1.642-1.645	3.285	1.655-1.675
	600	3.202	1.642-1.645	3.249	1.655-1.675
	800	3.192	1.642-1.645	3.296	1.655-1.675
200	400	3.292	1.642-1.645	3.402	1.642-1.655
	600	3.253	1.642-1.645	3.316	1.642-1.658
	800	3.302	1.642-1.645	3.391	1.655-1.675
300	400	3.275	1.642-1.645	3.353	1.655-1.675
	600	3.121	1.642-1.645	3.263	1.655-1.675
	800	3.121	1.642-1.645	3.363	1.655-1.675

3.4.3 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูดกลืนคลื่นแสง

ผลการวิเคราะห์การดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเทคนิค UV-VIS NIR spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1100 นาโนเมตร

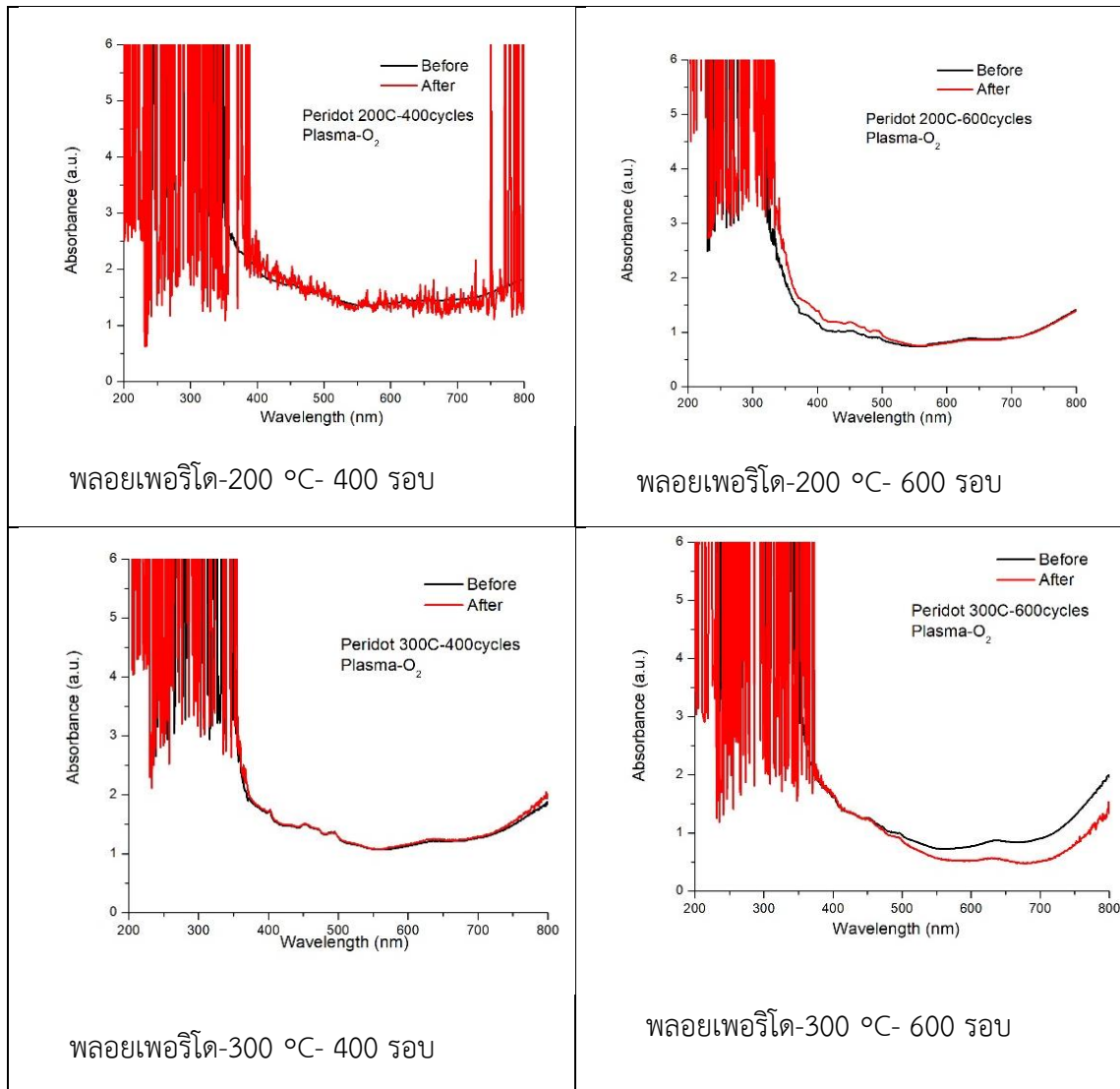
ชิ้นงานโรสควอทซ์ก่อนการเคลือบมีสีขาวขุ่นไม่พบตำแหน่งของสเปกตรัมที่เด่นของโรสควอทซ์ [Henn, U,2012] ซึ่งเมื่อวิเคราะห์การดูดกลืนคลื่นแสงหลังการเคลือบฟิล์มบนตัวอย่างโรสควอทซ์ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของสีของชิ้นงาน แสดงถึงฟิล์มบางอลูมินาบนชิ้นงานมีคุณสมบัติที่ใส แสงสามารถส่องผ่าน [Hu, B,2014] ซึ่งเป็นเหตุผลของการเลือกเคลือบฟิล์มบางอลูมินาลงบนชิ้นงานเพื่อไม่ทำให้สีของชิ้นงานมีความเปลี่ยนแปลง ดังแสดงเป็นตัวอย่างในรูปที่ 3.30 ข้อมูลของทุกตัวอย่างแสดงในภาคผนวก จ

ชิ้นงานเพอริโดก่อนการเคลือบมีสีเขียวพบว่าตำแหน่งของสเปกตรัมที่เด่นคือช่วงสเปกตรัม 403, 450, 473, 490 และ 635 นาโนเมตร [Adamo, I,2009, Kammerling, R.C,1995, Thuyet, N.T.M,2016] ซึ่งเมื่อวิเคราะห์การดูดกลืนคลื่นแสงหลังการเคลือบฟิล์มบนตัวอย่างเพอริโดพบการเปลี่ยนแปลงของสีของชิ้นงานที่เงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส 400 และ 600 รอบ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 600 รอบ ดังแสดงในรูปที่ 3.31 ข้อมูลของทุกตัวอย่างแสดงในภาคผนวก จ



พลอยโรสควอทซ์-300 °C- 800 รอบ

รูปที่ 3.27 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงพลอยโรสควอทซ์ ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ



รูปที่ 3.28 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงพลอยเพอริโด ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ

3.4.4 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Contact angle)

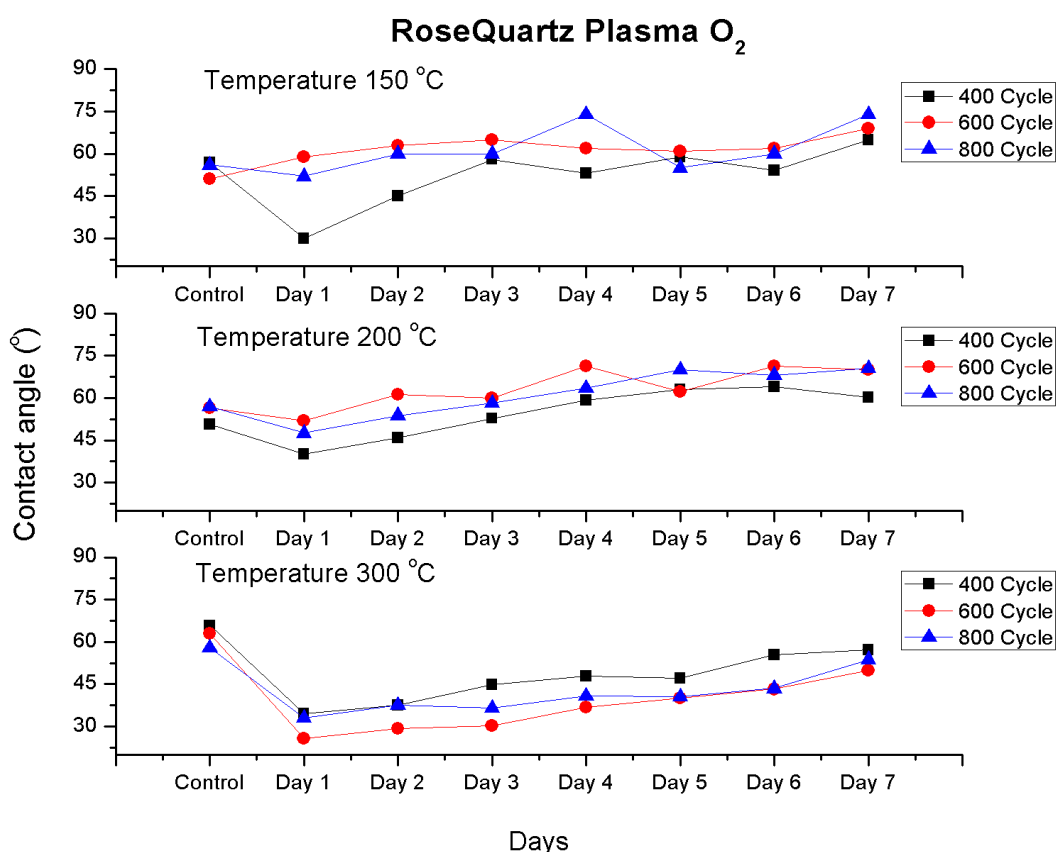
การศึกษาการวัดค่ามุมสัมผัสหยดน้ำเป็นอีกหนึ่งขั้นตอนในการช่วยบ่งบอกการเปลี่ยนแปลงของสภาพผิวชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา โดยในการทดสอบการวัดค่ามุมสัมผัสเริ่มจากการ

บันทึกผลก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มบนผิวชิ้นงานเป็นระยะเวลา 7 วัน เพื่อศึกษาแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงบนผิวฟิล์ม [Edy, 2013]

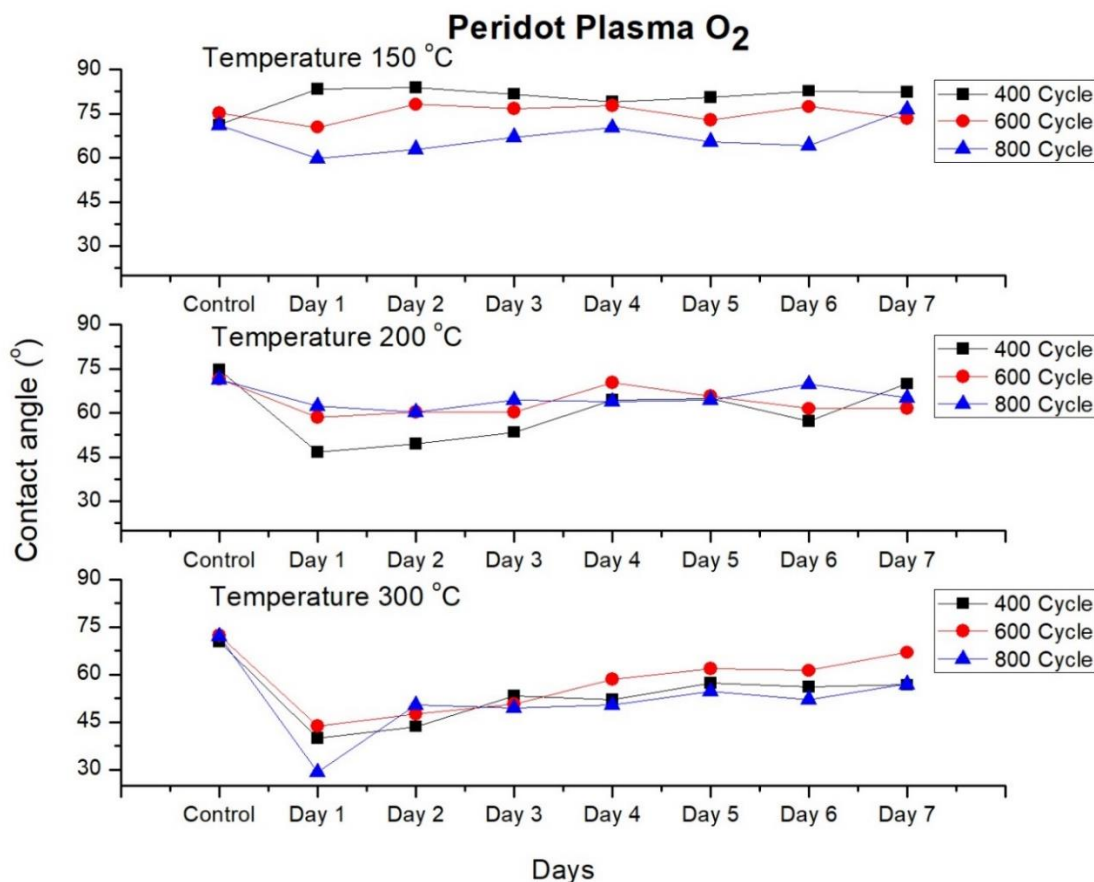
โรสควอตซ์หลังการเคลือบบนพื้นผิวด้วยพลาสมาออกซิเจน จะอยู่ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ ซึ่งมีแนวโน้มค่ามุมสัมผัสเพิ่มขึ้นมาก

เพอริโดหลังการเคลือบฟิล์มพบว่าเงื่อนไขการเคลือบบนพื้นผิวด้วยพลาสมาออกซิเจน อยู่ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400 และ 800 รอบ

ดังนั้นจากผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่า ตัวอย่างหลังผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพื้นผิวพลอยเนื้ออ่อนทำให้พื้นผิวมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ แสดงดังรูปที่ 3.32 และรูปที่ 3.33 เนื่องจากฟิล์มบางอลูมินาที่เกิดขึ้น เกิดจากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น TMA : trimethylaluminum กับพลาสมาของออกซิเจนซึ่งเป็นหมู่ไฮดรอกซิล ดังนั้นจึงส่งผลให้สภาพผิวฟิล์มมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic surface) [Finch, 2008]



รูปที่ 3.29 กราฟค่ามุมสัมผัสหยดน้ำบนโรสควอตซ์ที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



รูปที่ 3.30 กราฟค่ามุมสัมผัสผิวน้ำบนเพอริโดต์ที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

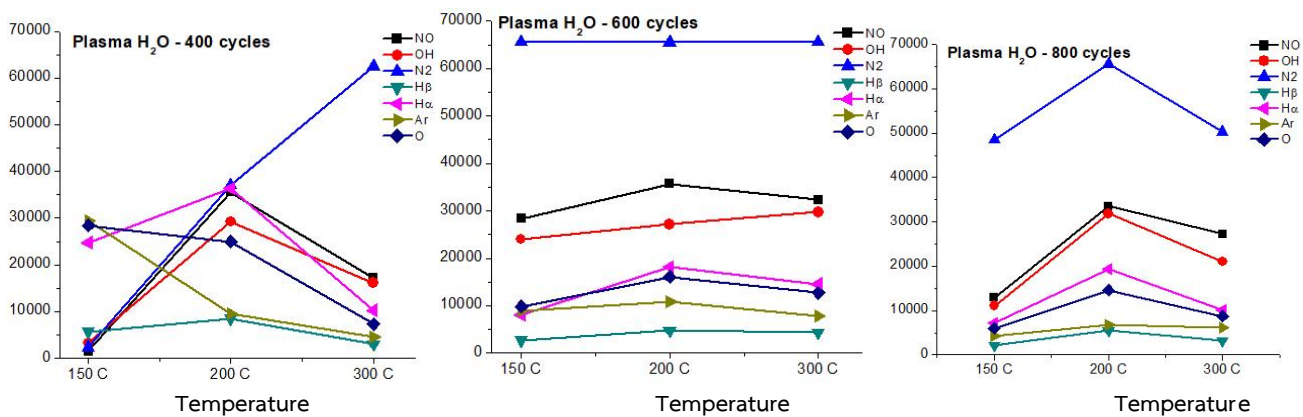
3.4.5 การศึกษาผลการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง

การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์เคลือบฟิล์มอลูมินาบนผิวพอลิเอทิลีนชนิด โครสคอตซ์และเพอริโดต์ กระบวนการเคลือบเริ่มจากการปล่อยสารเข้าห้องเคลือบโดยสารตั้งต้นที่หนึ่งคือ TMA, ก๊าซอาร์กอนที่ใช้ในการชะล้างสิ่งตกค้าง สารตั้งต้นที่สองพลาสมาของออกซิเจน และสุดท้ายก๊าซอาร์กอนที่ใช้ในการชะล้างสิ่งตกค้างอีกครั้ง

การปล่อยก๊าซเข้าห้องเคลือบโดยเริ่มจากสารตั้งต้น Trimethylaluminium (TMA) ประมาณ 2×10^{-1} ทอร์ เป็นเวลา 2 วินาที ต่อมาก๊าซอาร์กอนประมาณ 4.5×10^{-1} ทอร์ เป็นเวลา 3 วินาที และไอน้ำ ประมาณ 7.4×10^{-1} ทอร์ เป็นเวลา 5 วินาที การปล่อยก๊าซจะทำการควบคุมเหมือนกันทุกเงื่อนไข แต่พบความแตกต่างกันของค่า Intensity

การวัดสเปกตรัมของพลาสมาจะทำการวัดเมื่อพลาสมาเริ่มเปล่งแสง เมื่อทำการศึกษาการแตกตัวของก๊าซระหว่างการเคลือบฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิค OES เพื่อตรวจวัดสเปกตรัมของธาตุที่เปล่งแสงออกมา ช่วงของความยาวคลื่น 200-900 นาโนเมตร

จากกราฟสเปกตรัมของเจ็อนโซพลาสมาออกซิเจน ในภาคผนวก จ ณ อุณหภูมิการเคลือบ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ โดยทำการเคลือบแบบไม่ใส่และใส่ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโตเข้าไปในห้องเคลือบซึ่งพบว่าอนุมูลสำคัญ คือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O โดยอนุมูลธาตุที่พบทั้งกระบวนการเคลือบแบบไม่ใส่ชิ้นงานและใส่ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนเหมือนกันแต่ต่างกันที่ค่า Intensity แสดงด้วยกราฟแสดงความเข้มข้นของอนุมูลต่างๆ ที่ตรวจพบใน ภาคผนวก ดังในรูปที่ 3.34



รูปที่ 3.31 การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของอนุมูลพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มบนพลอยเนื้ออ่อนที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

3.4.6 การศึกษาวิเคราะห์เชิงปริมาณขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี

ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโตก่อนและหลังทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS ดังนี้

ก. โรสควอทซ์ก่อนเคลือบ ตรวจพบ Si, O และ C บนพื้นผิว โดยพลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Si2p บนผิวพลอยโรสควอทซ์ บอกลักษณะของพันธะ Si-O-C [Khung, 2019] เป็นหลัก พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวโรสควอทซ์ พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่ บอกลักษณะของพันธะ C=O, และลักษณะของพันธะ Si-O-C พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวโรสควอทซ์ พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่มีลักษณะของพันธะ C-O (แสดงข้อมูลโดยละเอียดในภาคผนวก จ) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค XPS พบว่าปริมาณสาร (Mass

concentration (%)) ออกซิเจน (O),คาร์บอน (C), ซิลิกอน (Si) และ อลูมิเนียม (Al) เนื่องจากโรสควอทซ์มีออกซิเจน (O) และ ซิลิกอน (Si) เป็นองค์ประกอบหลัก [อมรสิทธิ์, 2558]

ข.เพอร์โดก่อนเคลือบ ตรวจพบ Si, O C และ Mg บนพื้นผิว โดยพลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Si2p บนผิวพลอยเพอร์โด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดลักษณะของพันธะ Si-O-C [Khung, Y,2015], พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพลอยเพอร์โด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เป็นลักษณะของพันธะ C =O, [Khung, Y,2015, Post, 2018] พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวพลอยเพอร์โด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ลักษณะของพันธะ C – O, พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Mg 2p บนผิวพลอยเพอร์โด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดเป็นลักษณะของพันธะ Mg(OH)₂ [Rheinheimer, V,2017] ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางอลูมินาบนชิ้นงานเพอร์โด แสดงปริมาณสาร (Mass concentration (%)) ออกซิเจน (O),คาร์บอน (C), ซิลิกอน (Si), แมกนีเซียม (Mg) และ อลูมิเนียม (Al) เนื่องจากเพอร์โดมีออกซิเจน (O), ซิลิกอน (Si) และแมกนีเซียม(Mg) เป็นองค์ประกอบหลัก[Tavangarian, F, 2010, Adamo, I, 2009]

เมื่อมีการเคลือบผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอร์โด ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ800 รอบ ผลการตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบบนพื้นผิวฟิล์มบาง พบ Al, O และ C เท่านั้นไม่พบธาตุอื่นที่ตรวจพบบนผิวพลอยทั้งสองที่แสดงก่อนทำการเคลือบฟิล์มบาง โดยมีรายละเอียดดังนี้

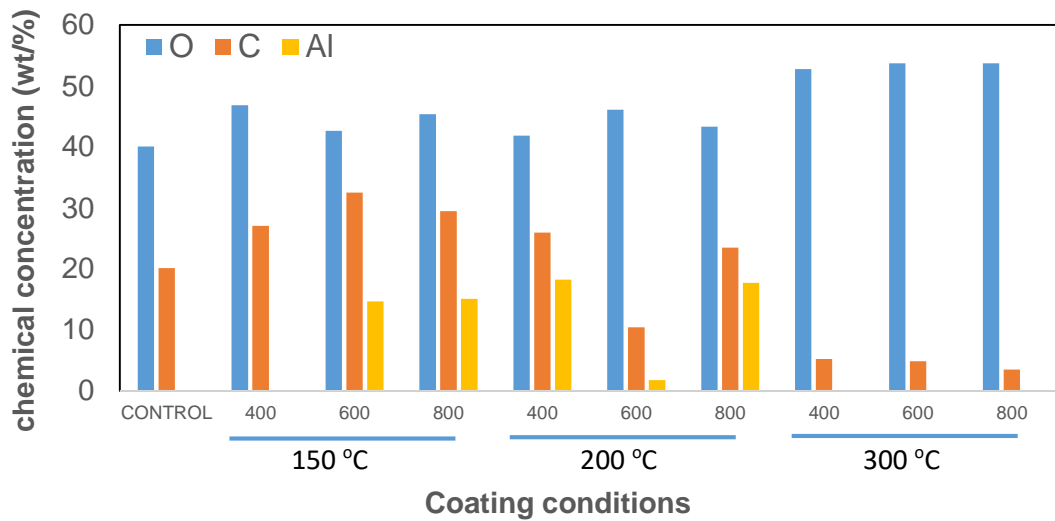
การวิเคราะห์ธาตุ Al จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนพลอยทั้ง 2 ชนิด พบว่า **พลอยโรสควอทซ์** ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่ บอกลักษณะพันธะของ Al - O ใน Al₂O₃ ส่วนที่ระดับพลังงาน 75.5 บอกลักษณะพันธะของ Al - OH ใน Al(OH)₃ [Edy, R, 2013, Gougousi, T , 2005, Philip, A , 2011- Koo, J2006]

พลอยชนิดเพอร์โด ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่บอกลักษณะพันธะของ Al - O ใน Al₂O₃ [Zhang, T, 2008, Gao, H, 2018- Haverkamp, R.G, 1992], อย่างไรก็ตามพันธะ Al 2p สามารถตรวจพบได้ในตัวอย่างเพอร์โด ที่เคลือบ ณ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 รอบ เท่านั้น

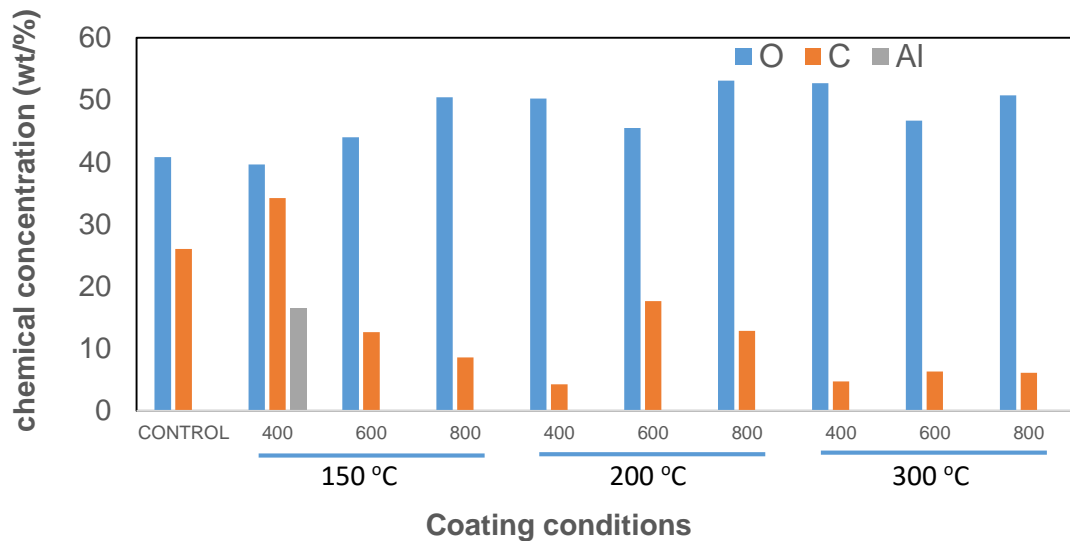
การวิเคราะห์ธาตุ O จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนพลอยทั้งสองชนิด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่ บอกลักษณะของพันธะ O(l) แสดงถึงสถานะออกซิเดชันของออกซิเจน [Zemlyanov, D, 2006], และลักษณะของพันธะ Al-O ของ AlOOH, [Edy, R,2013, Ardelean, H,2005, latsunskyi, I, 2015]

การวิเคราะห์ C จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C 1s บนผิวฟิล์มอลูมินาที่เคลือบบนพลอยทั้งสองชนิด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่บอกลักษณะของพันธะ H – C – Al, และ C – O – Al, [Edy, R,2013, Ardelean, H, 2005, latsunskyi, I,2015]

สรุปลักษณ์ประกอบเคมีที่ตรวจพบบนผิวฟิล์มบางที่เคลือบบนพอลอยทั้งสองชนิดแสดงดังกราฟในรูปที่ 3.35 องค์ประกอบทางเคมีที่ตรวจพบบนผิวฟิล์มประกอบด้วยอลูมิเนียม (Al), ออกซิเจน (O) ซึ่งคาร์บอน (C) ที่ปรากฏนั้นอาจเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง TMA : $Al(CH_3)_3$ ที่เป็นสารตั้งต้นพลาสติกออกซิเจน ในหมู่ OH ทำให้อะตอมของคาร์บอนที่เกิดขึ้นนั้นเกิดเป็นพันธะของ C - O และ -COOH เป็นต้น โดยอะตอมของคาร์บอนที่พบอาจเกิดจากสารประกอบที่มีอยู่ในสารตั้งต้น อย่างไรก็ตาม คาร์บอนพบได้ทั่วไปบนพื้นผิวซึ่งปริมาณคาร์บอน (C) ถูกตรวจพบบนผิวของพอลอยโรสควอทซ์และพอลอยเพอริโดก่อนการเคลือบฟิล์ม (Control) อีกด้วย



รูปที่ 3.32 กราฟแสดงปริมาณสาร บนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบลงชิ้นงานโรสควอทซ์



รูปที่ 3.33 กราฟแสดงปริมาณสารบนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบลงชิ้นงานเพอริโด

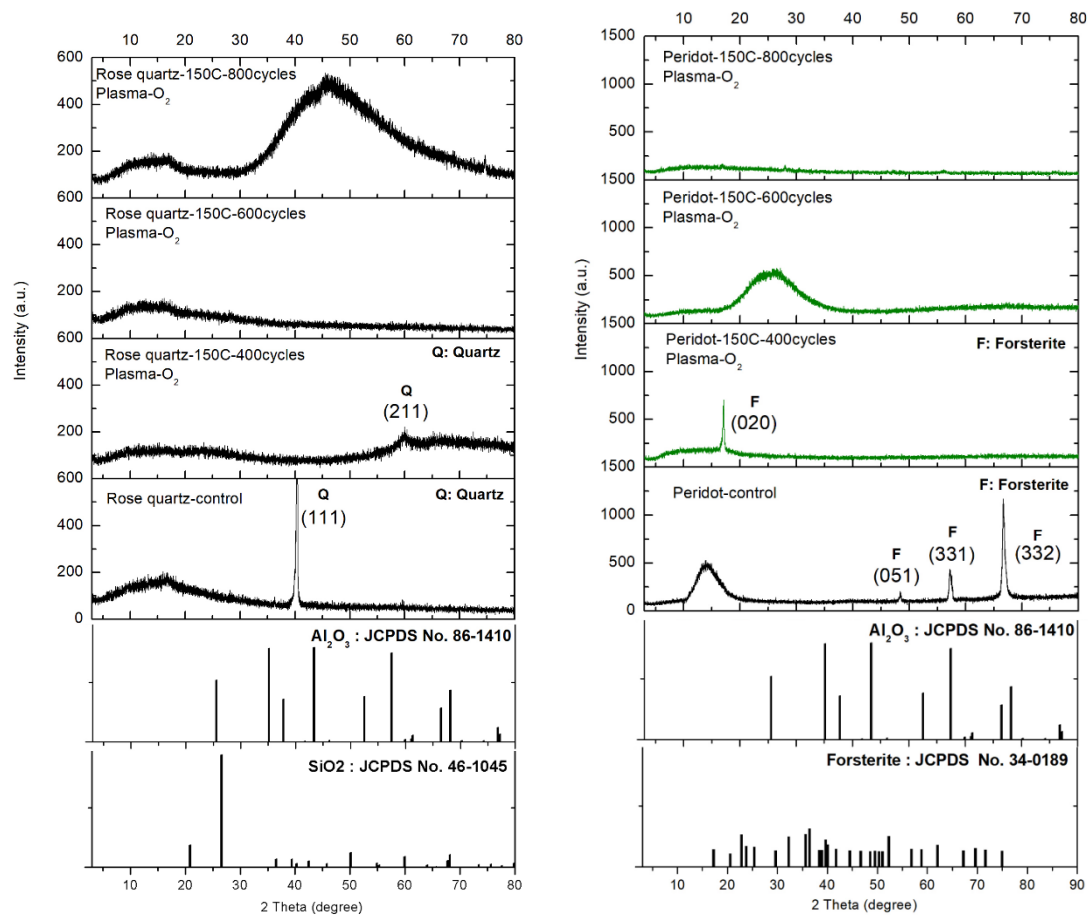
3.4.7 ผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมออกไซด์ ด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)

จากการศึกษาตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนทั้งชนิดโรสควอทซ์และเพอริโตด้วยเทคนิค X-Ray diffraction (XRD) เพื่อวิเคราะห์ฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา อุณหภูมิ และจำนวนรอบการเคลือบที่แตกต่างกัน

จากผลการทดสอบชิ้นงานโรสควอทซ์ที่ไม่ได้เคลือบฟิล์ม (Rose quartz-control) พบการปรากฏของสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ที่ตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบนอยู่ที่ 2θ เท่ากับ 40.2 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (111) [Smyth., J.R] อ้างอิงเลขมาตรฐาน 46-1045 (JCPDS,2000) ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบไตรโกนอล

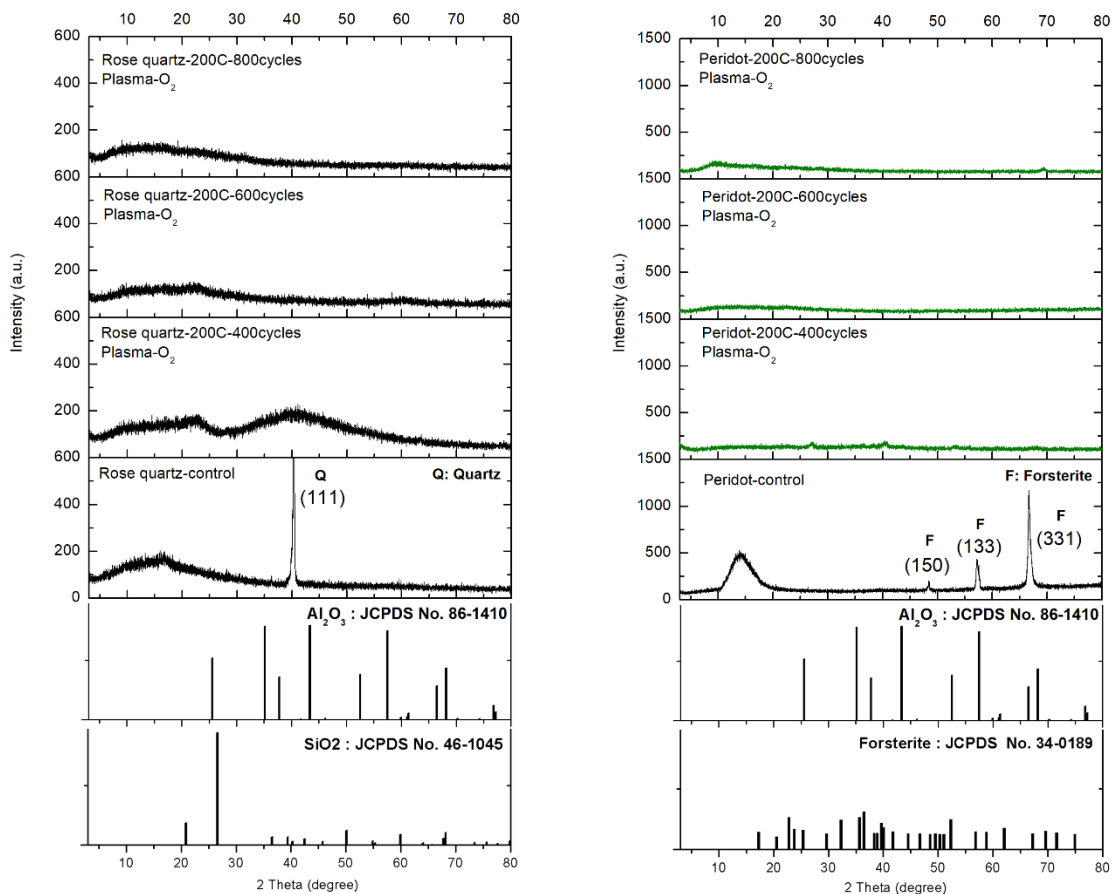
สำหรับชิ้นงานโรสควอทซ์ที่มีการเคลือบฟิล์ม ด้วยพลาสมาไอน้ำ พบลักษณะของกราฟ XRD แสดงดังรูปที่ 3.37 เป็นเนินกว้างแสดงลักษณะของโครงสร้างอสัณฐาน [Baggetto, L, 2015] ของฟิล์มบางที่เคลือบบนชิ้นงาน ซึ่งแสดงลักษณะของความเป็นอสัณฐานที่เพิ่มขึ้นตามจำนวนรอบในการเคลือบฟิล์มบางที่สูงขึ้น ไม่พบตำแหน่งของสารประกอบอลูมิเนียมออกไซด์ [Wei, Y, 2011] อ้างอิงเลขมาตรฐาน 86-1410

สำหรับพลาสมาออกซิเจนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 รอบ ผลการวิเคราะห์พบสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ที่ตำแหน่ง 59.9 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (211)



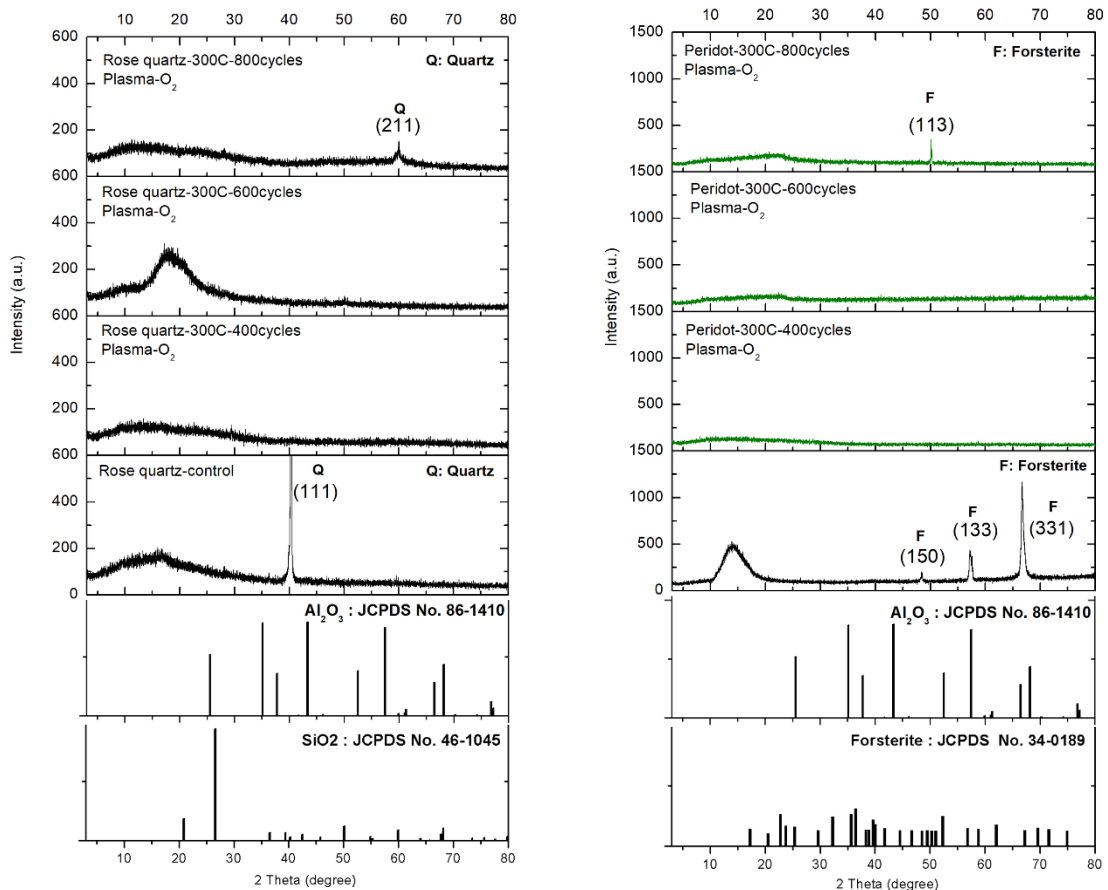
รูปที่ 3.34 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพริโด ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

การเคลือบฟิล์มอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์เงื่อนไขการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ ผลการทดสอบพบการเกิดลักษณะของโครงสร้างอัญฐานขึ้น แสดงดังรูปที่ 3.38



รูปที่ 3.35 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินาบนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโด ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวน เคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

โรสควอทซ์ การเคลือบฟิล์มอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์เงื่อนไขการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ ผลการวิเคราะห์พบการปรากฏของสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ที่ตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบนอยู่ที่ 2θ เท่ากับ 59.9 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (211) นอกจากนี้การเคลือบฟิล์มอลูมินาทั้งเงื่อนไขการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบการเกิดลักษณะของกราฟมีลักษณะโครงสร้างอสังฐานขึ้น แสดงดังรูปที่ 3.39



รูปที่ 3.36 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส การเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

เพอริโด ผลการวิเคราะห์ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดที่ไม่ผ่านการเคลือบฟิล์ม (Peridot-control) พบการปรากฏของสารประกอบฟอสเตอไรต์ (forsterite : Mg₂SiO₄) ซึ่งเป็นสารประกอบในกลุ่มของแร่เพอริโดที่ตำแหน่งมุม 48.5 องศา, 57.0 องศา และ 67.2 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (150), (133) และ (331) [Zhang, J, 2016] อ้างอิงเลขมาตรฐาน 34-0189 ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบอโทรมบิก

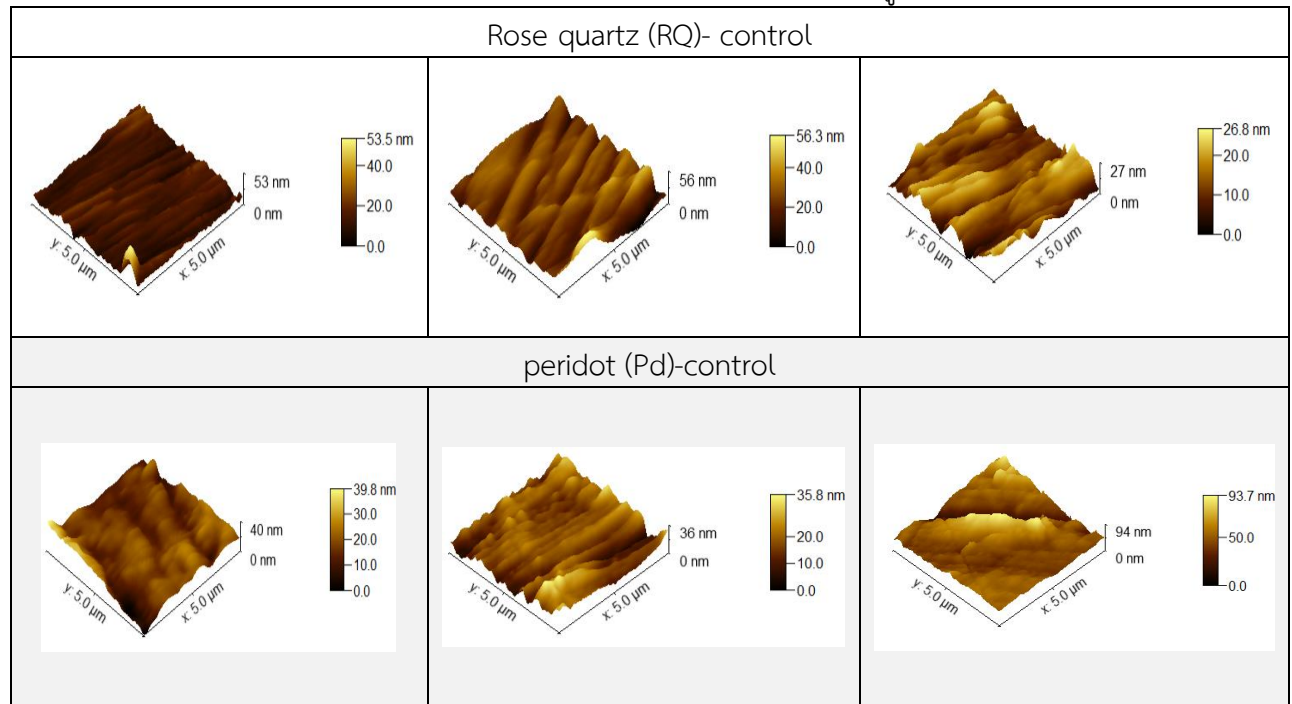
ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์ม ด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 รอบ ผลการวิเคราะห์พบสารประกอบฟอสเตอไรต์ที่ตำแหน่ง 17.2 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (020) นอกจากนี้การเคลือบฟิล์มอลูมินาทั้งเงื่อนไขการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน จำนวนการเคลือบ 600 รอบ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส พบการเกิดลักษณะของกราฟมีลักษณะโครงสร้างอสังฐาน

3.4.8 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์

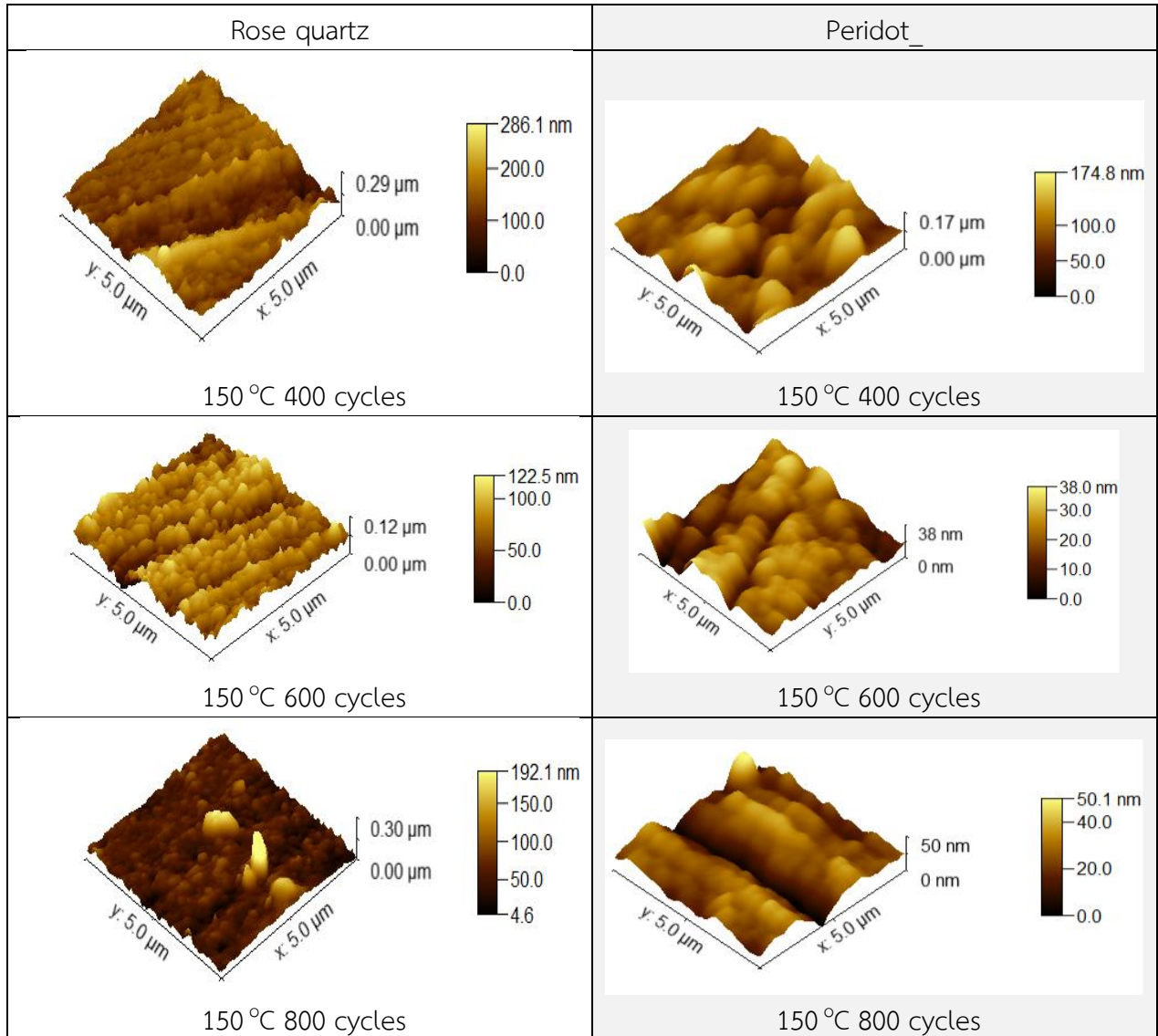
ด้วยวิธีวัดความขรุขระและความหนาของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ลักษณะของพื้นผิวเมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง atomic force microscope (AFM) แสดงดังตารางที่ 3.17 – 3.20 โดยตารางที่ 3.17 แสดงลักษณะของพื้นผิวโรสควอทซ์และเพอริโด ที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มอลูมินา และ ตารางที่ 3.18-3.20 แสดงลักษณะของพื้นผิวโรสควอทซ์และเพอริโด ที่เคลือบด้วยฟิล์มอลูมินา การศึกษาความขรุขระและความหนาของผิวฟิล์มอลูมินาบนพอลิเอทิลีนออกไซด์โรสควอทซ์ และ เพอริโด ด้วยเครื่อง atomic force microscope (AFM) แสดงดังรูปที่ 3.37 พลาสมาออกซิเจน มีผลให้ เกิดการสร้างฟิล์มบนผิวของเพอริโดได้ดีกว่า บนผิวของควอทซ์ เนื่องจากความหนาของฟิล์มของเพอริโดมีค่ามากกว่าความหนาของควอทซ์มาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบที่อุณหภูมิ 150 °C อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบฟิล์มบางความหนาของฟิล์มมีค่าลดลง ตามจำนวนรอบในการเคลือบ

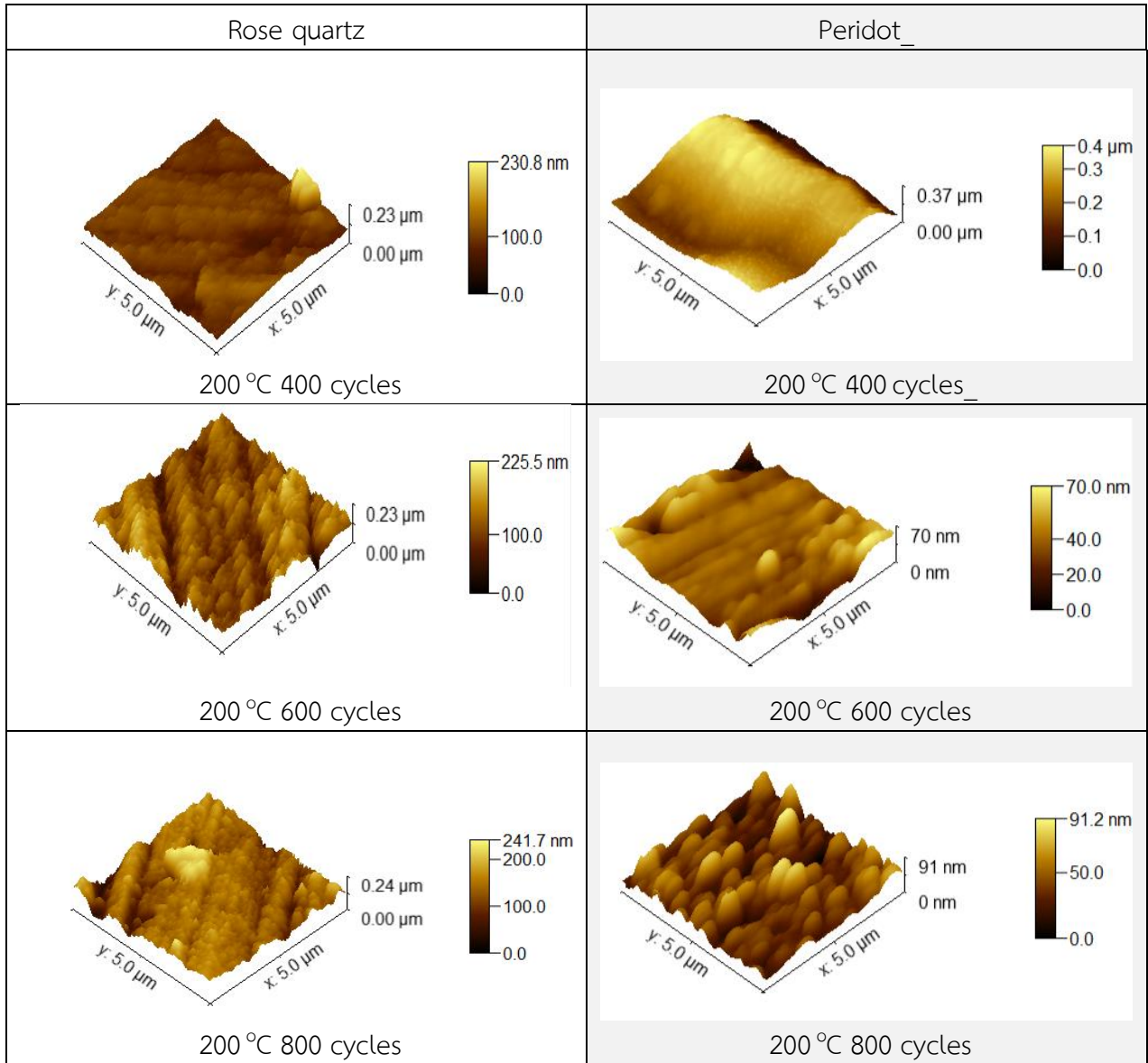
ตารางที่ 3.17 ภาพ AFM โรสควอทซ์และเพอริโด ตัวอย่างที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มอลูมินา (control)



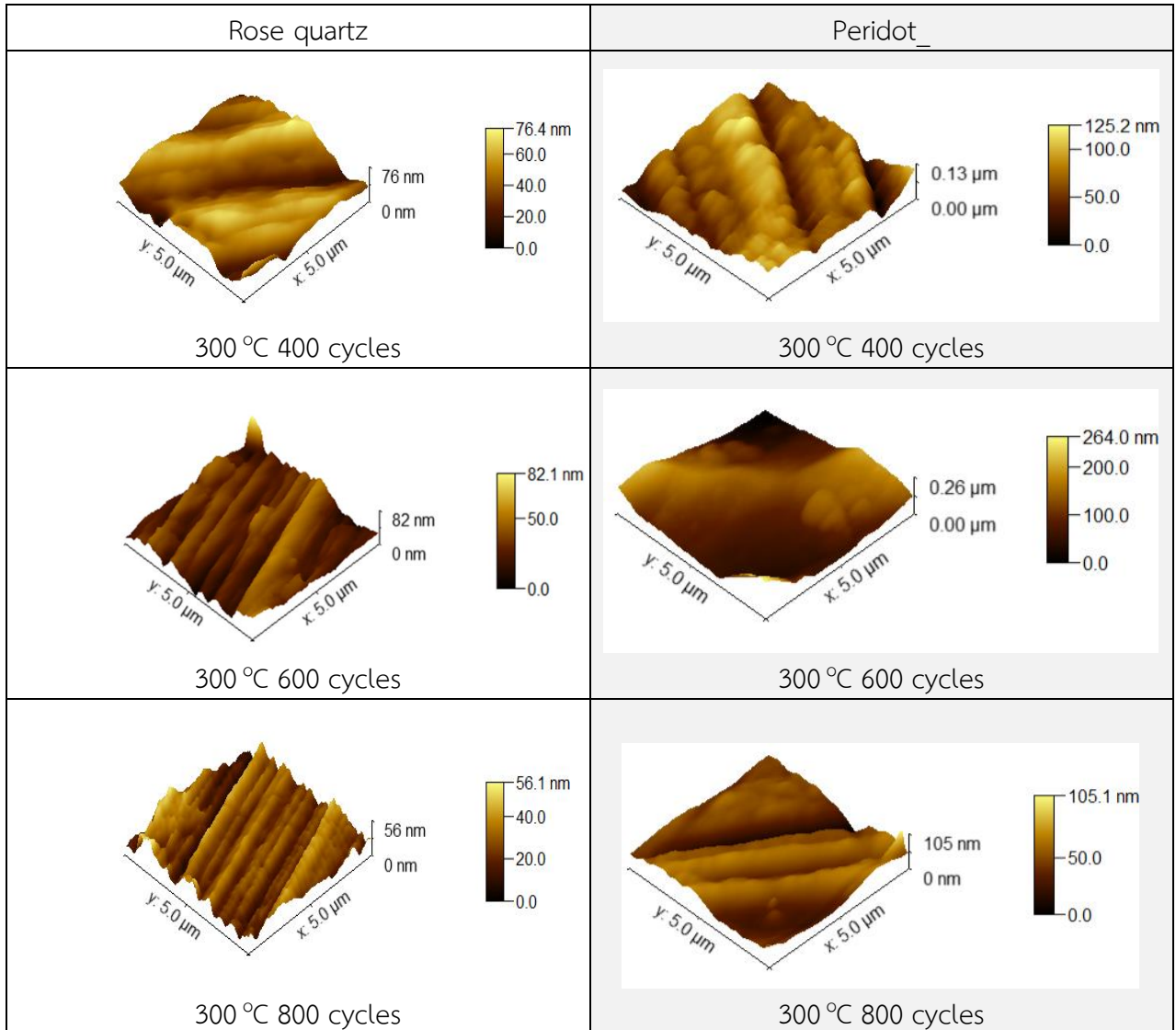
ตารางที่ 3.18 ภาพ AFM โรสควอทซ์-และ เพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 150 °C

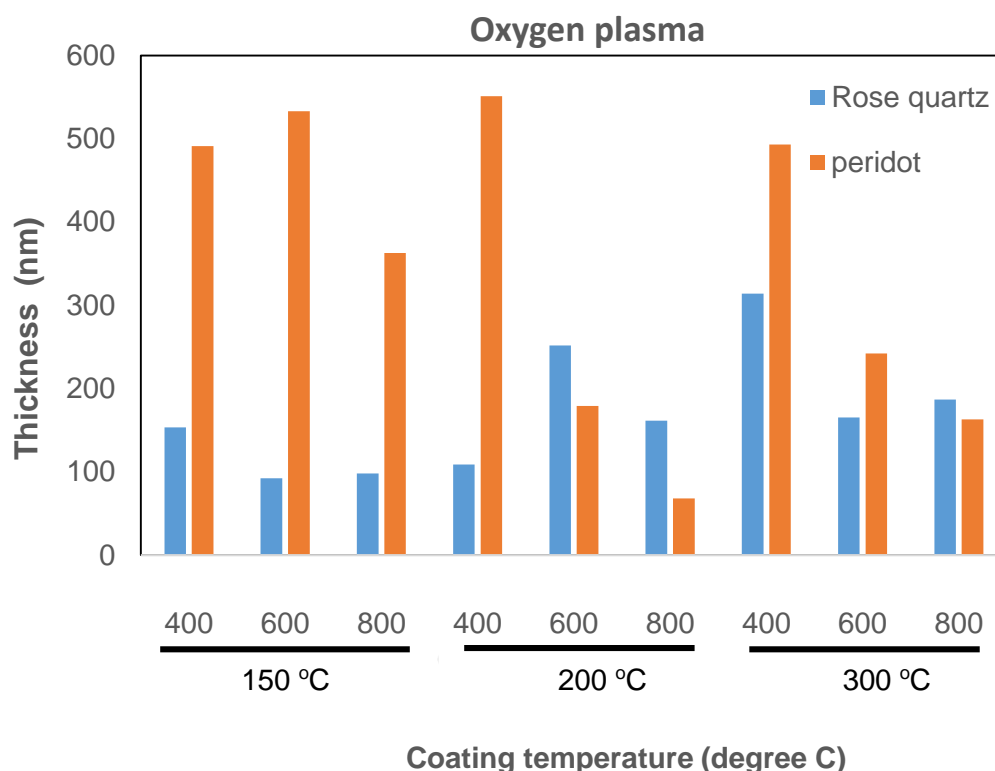


ตารางที่ 3.19 ภาพ AFM โรสควอทซ์-และ เพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 200 °C



ตารางที่ 3.20 ภาพ AFM โรสควอทซ์-และ เพอริโดต์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 °C



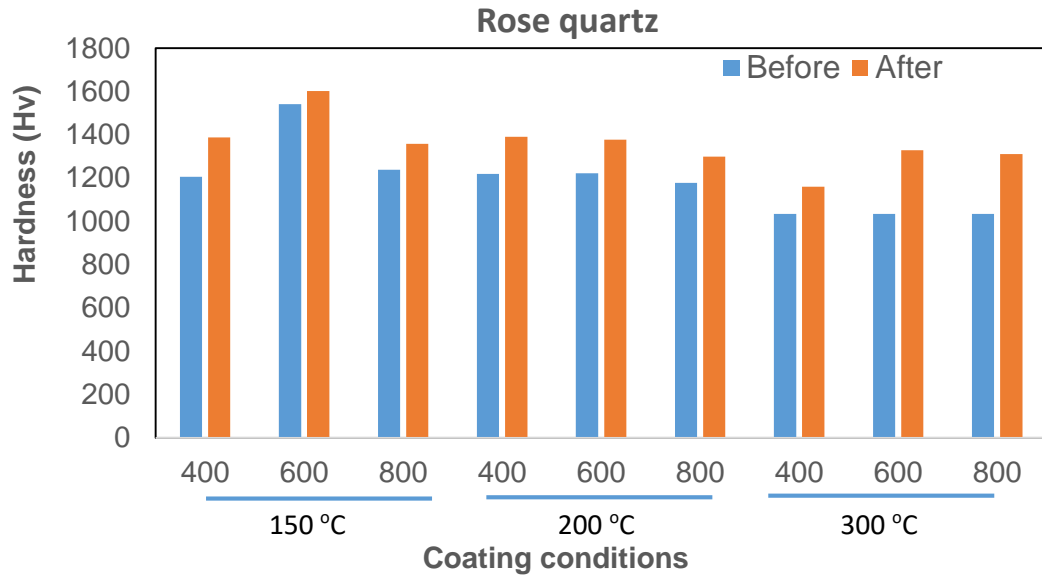


รูปที่ 3.37 กราฟค่าความหนาของฟิล์ม บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโด ที่ผ่านการเคลือบเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

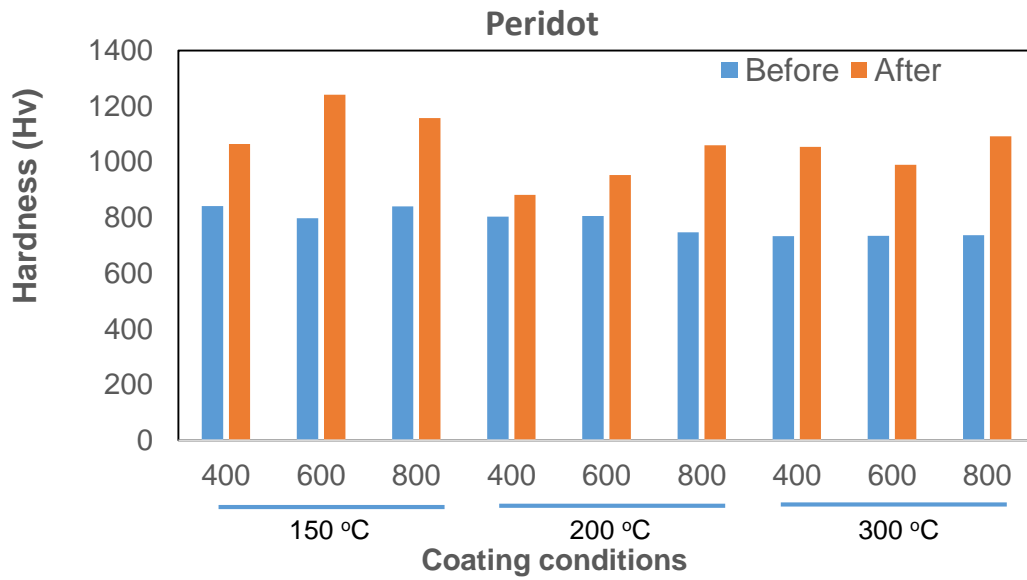
3.4.9 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์

ด้วยวิธีทดสอบความแข็งด้วยเครื่องวัดความแข็ง

จากผลการทดสอบวัดความแข็งบนชิ้นงานโรสควอทซ์และเพอริโดหลังการเคลือบฟิล์ม โดยเครื่อง Vickers Microhardness ด้วยแรงกด 0.98 นิวตัน โดยการวัดค่าความแข็งเป็นอีกหนึ่งวิธีที่ใช้ทดสอบคุณสมบัติของฟิล์มบางอลูมินา [Battaglin, F, 2014, Panitchakan, H, 2012] การเคลือบที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ พบว่า การเคลือบฟิล์มบางทำให้พลอยโรสควอทซ์และเพอริโดมีความแข็งที่สูงขึ้น โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบสูงขึ้น ความแข็งที่เพิ่มขึ้นหลังการเคลือบ มีค่าที่เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ซึ่งปรากฏได้ชัดเจนโดยเฉพาะพลอยเพอริโดที่มีความแข็งที่เพิ่มขึ้นมากกว่าของพลอยควอทซ์ แต่อย่างไรก็ตามค่าความแข็งของพลอยหลังเคลือบของพลอยโรสควอทซ์ยังสูงกว่าพลอยเพอริโด ตามแนวโน้มของความแข็งก่อนเคลือบ



รูปที่ 3.38 กราฟแสดงค่าความแข็งชิ้นงานพลอยโรสควอทซ์เคลือบฟิล์มบางอลูมินา



รูปที่ 3.39 กราฟแสดงค่าความแข็งชิ้นงานพลอยเพอริโดเคลือบฟิล์มบางอลูมินา

บทที่ 4 สรุปผล ข้อเสนอแนะ และผลผลิต

4.1 สรุปผลการวิจัย

การวิจัยเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition (PE - ALD) บนพอลยเนื้ออ่อน ด้วยกระบวนการสร้างฟิล์มบางด้วยการสร้างชั้นอะตอมทับถมกัน ด้วยการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น Trimethylaluminum (TMA) กับพลาสมาออกซิเจนโดยมีการควบคุมกำลังไฟ 145-150 วัตต์ ความดันในห้องเคลือบเริ่มต้นที่ 4×10^{-2} ทอร์ และการปล่อยก๊าซตามลำดับ ดังนี้

- Trimethylaluminium (TMA) $\approx 2 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 2 วินาที
- แก๊สอาร์กอน $\approx 4.5 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 3-5 วินาที*
- แก๊สออกซิเจน $\approx 7.4 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 5-6 วินาที*
- แก๊สอาร์กอน $\approx 4.5 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 3-5 วินาที*

การศึกษาการแตกตัวของก๊าซระหว่างการเคลือบฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิค OES สเปกตรัมของเจือปนไฮโดรเจน พหุค่า Intensity ของอนุมูลคือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O ซึ่งตำแหน่งของอาร์กอน (Ar) ที่พบเกิดจากการให้ก๊าซอาร์กอนเข้าในห้องสุญญากาศเพื่อใช้ในการชะล้างสิ่งปนเปื้อนบนผิวของตัวอย่าง ส่วนอนุมูล OH, H β , H α ที่ปรากฏในพีคสเปกตรัมเป็นข้อสันนิษฐานว่าการเปิดพลาสมาออกซิเจนหลังจากปล่อยสารตั้งต้น TMA (Al(CH₃)₃) ทำให้เกิดการก่อตัวขึ้นในพลาสมาโดยการแยกตัวของอนุมูลของสารตั้งต้น และการตรวจพบอนุมูล NO และ N₂ สันนิษฐานการหลงเหลือโมเลกุลของอากาศในห้องเคลือบและในสายก๊าซทั้งสายสารตั้งต้น, ก๊าซออกซิเจน และก๊าซอาร์กอน การปล่อยก๊าซจะทำการควบคุมเหมือนกันทุกเงื่อนไข แต่พบความแตกต่างกันของค่า Intensity

การเคลือบฟิล์มบางบนพอลยเนื้ออ่อน 4 ชุด ได้แก่

- ชุดที่ 1 การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนกระจกสไลด์ ด้วยพลาสมาออกซิเจน จำนวน 200 400 600 รอบ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเคลือบที่ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส
- ชุดที่ 2 การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพอลยอเมทิส และเพอริโด ด้วยพลาสมาออกซิเจน จำนวน 800 รอบ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเคลือบที่ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส
- ชุดที่ 3 การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนกระจกสไลด์และพอลยโรสควอทซ์ ด้วยพลาสมาออกซิเจน จำนวน 400 600 และ 800 รอบ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเคลือบที่ 150 และ 200 องศาเซลเซียส
- ชุดที่ 4 การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพอลยโรสควอทซ์ และเพอริโด ด้วยพลาสมาออกซิเจน โดยมีการเปลี่ยนแปลงจำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ และเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเคลือบ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส

สรุปการวิจัยการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนส่งผลให้

ก. พลอยเนื้ออ่อนที่เคลือบฟิล์มบาง มีค่าดัชนีหักเหของแสง และค่าความถ่วงจำเพาะเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยแต่ยังคงอยู่ในช่วงของค่าพื้นฐานของพลอยนั้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลงที่พบไม่สอดคล้องกับอุณหภูมิหรือจำนวนรอบในการเคลือบ สันนิษฐานว่าเป็นผลมาจากลักษณะเดิมของพลอยที่มีรอยตำหนิที่ส่งผลให้เกิดความคลาดเคลื่อน

ข. พลอยเนื้ออ่อนที่เคลือบฟิล์มบาง ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีจากการสังเกตด้วยตาเปล่า นอกจากนี้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR spectroscopy ไม่แสดงการเปลี่ยนแปลงของการดูดกลืนแสงอย่างมีนัยสำคัญ

ค. ฟิล์มบางมีโครงสร้างอสังฐานมีความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นตามจำนวนรอบในการเคลือบ อย่างไรก็ตาม การเคลือบฟิล์มบางบนโรสควอทซ์พบว่ามีความหนาเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเคลือบที่เพิ่มขึ้น ในทางกลับกัน การเคลือบฟิล์มบางพลอยเพอริโตทำให้ความหนาลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบ อย่างไรก็ตาม เนื่องจากไม่มีการควบคุมความเร็วของผิวพลอยก่อนการเคลือบอาจส่งผลให้ความสามารถในการเกาะติดของฟิล์มบางบนพลอยต่างกัน

ง. พลอยเนื้ออ่อนที่เคลือบฟิล์มบาง มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น โดยพบว่าพลอยเพอริโตซึ่งก่อนเคลือบมีค่าความแข็งที่ต่ำกว่าพลอยโรสควอทซ์ เมื่อเคลือบฟิล์มบางแล้วทำให้มีค่าความแข็งใกล้เคียงกับพลอยโรสควอทซ์ที่ไม่ได้เคลือบ อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่าความแข็งมีการเพิ่มขึ้นมากขึ้น

4.2 ข้อเสนอแนะ

จากการวิเคราะห์ OES สเปกตรัมของเงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน พบแต่ละอนุมูลหลักคือ O* และมีการปรากฏของ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O มีความแตกต่างกันของค่า Intensity ซึ่งสันนิษฐานได้ถึงปริมาณก๊าซในการเคลือบไม่เท่ากัน ควรพัฒนาวิธีการควบคุมให้อนุมูลอื่นๆ ลดลง

การทดลองเคลือบฟิล์มบางอะลูมินาด้วยเทคนิค Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition (PE - ALD) บนพลอยเนื้ออ่อนด้วยการใช้พลาสมาออกซิเจน สามารถเพิ่มความแข็งให้กับพลอยเนื้ออ่อนได้ จึงควรทดลองการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอื่นๆ เพื่อให้ได้ผลลัพธ์ของการใช้ประโยชน์ของการเคลือบฟิล์มบางในวงกว้าง นำไปสู่การพัฒนาไปใช้ในเชิงพาณิชย์ในที่สุด

4.3 ผลผลิต

4.3.1 ผลงานวิจัยที่มีการตีพิมพ์ในประชุมวิชาการระดับนานาชาติ (Proceeding)

การแสดงผลงานวิจัยโดยการตีพิมพ์ในประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

The 9th RMUTP International Conference on Science, Technology and Innovation for Sustainable Development: Challenges Towards the Digital Society

ซึ่งจัดขึ้น ระหว่างวันที่ 21-22 มิถุนายน 2561 ณ โรงแรมสุโกศล กรุงเทพมหานคร

ในหัวข้อ “Alumina thin film synthesis for improving semi-precious stone quality with plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)”

ข้อมูลการอ้างอิง :

Prapaipong, C., Niyomsoan, S., Boonyawan, D., Umongno, C. (2018). Alumina thin film synthesis for improving semi-precious stone quality with plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD). The 9th RMUTP International Conference on Science, Technology and Innovation for Sustainable Development: Challenges Towards the Digital Society, 21-22 June 2018, The Sukosol, Thailand: <http://iconsci.rmutp.ac.th/>

4.3.2 การเผยแพร่ผลงานวิจัยในการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ (Oral presentation)

การนำเสนอผลงานวิจัยด้วยวาจา (Oral presentation) ในการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ ชื่อ International Conference on Radiation and Emission in Materials (ICREM 2018) ณ โรงแรมฮอติเต็ยอิน จังหวัดเชียงใหม่ ระหว่างวันที่ 20-24 พฤศจิกายน 2561 ในหัวข้อ “Alumina thin film coating on semi-precious stones by plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) ”



รูปที่ 4.1 ภาพหน้าแรกของสื่อที่ใช้ในการนำเสนอผลงานวิจัยด้วยวาจา



รูปที่ 4.2 ภาพการนำเสนอผลงานวิจัยด้วยวาจา



ICON-SCI

The 9th RMUTP International Conference

on Science, Technology and Innovation for
Sustainable Development:

Challenges Towards the Digital Society

The Sukosol, Bangkok, Thailand, 21-22 JUNE 2018

Proceeding Book

<http://iconsci.rmutp.ac.th>



Welcome Message



With great pleasure, the Rajamangala University of Technology Phra Nakhon (RMUTP) welcomes you to “The 9th RMUTP International Conference on Science, Technology and Innovation for Sustainable Development: Challenges towards the Digital Society 2018 (9th RMUTP ICON SCI-2018)”, organized by RMUTP and held on the 21-22 June, 2018 at the Sukosol, Bangkok, Thailand. We also welcome participants from overseas to Thailand and look forward to giving you a taste of Thailand’s culture.

Our conference provides an outstanding international forum to present and discuss progress in research, development, standards, and applications of the topics related to Science, Technology and Innovation for Sustainable Development.

The 9th RMUTP International Conference will offer high quality activities including research and poster sessions. We feel sure to provide you an engaging environment with an excellent opportunity to exchange new research results, major ideas and start fruitful collaborations. International visitors are also encouraged to experience the Thai culture and attractions around Bangkok. We take this opportunity to thank you for your participation, we hope you enjoy your time and take advantage of our conference. We look forward to seeing you.

Sincerely Yours,

A handwritten signature in blue ink that reads 'Supatra Kosaiyakanont'.

Assoc. Prof. Supatra Kosaiyakanont
President of Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Conference Chair, The 9th RMUTP International Conference



ICON-SCI Committee

Advisory Committee

Assoc. Prof. Supatra Kosaiyanont (RMUTP)

Organizing Committee

Fuangfah Mekkriengkrai (General Chair)
Jirasak Tharajak (RMUTP) (General Co-chair)
Darren Albutt (UK)
Jing Yang (UK)
Naphat Albutt (RMUTP)
Paisan Kanthang (RMUTP) (Secretary)

Committee

Narumon Seeponkai (NU)
Sithipong Mahathanabodee (KMUTNB)
Siriorn Isarankura Na Ayutthaya (KMUTNB)
Natthapong Wongdamnern (RMUTS)
Suthisa Leasen (RMUTS)
Monamorn Precharattana (MU)
Tirawut Worrakitpoonpon (RMUTS)
Chumphon Luangchaisri (KMUTT)
Suejit Pechprasarn (Polyu, HK)
Kantawong Vuttiyorakulchai (ETH Zurich, SW)
Kham Khanthavivone (NUOL, Laos)

Organizers

Main Organizer:

Rajamangala University of Technology Phra Nakhon (RMUTP)

Co-Organizers:

Centre for Financial Econometrics, Faculty of Business and Law, Deakin University, Australia

Institute for Innovative Learning, Mahidol University (IIL/MU)

General Information

Venue:

Place: The Sukosol
Address: 477 Si Ayuthaya Road, Thanon Phayathai,
Ratchathewi, Bangkok 10400, Thailand
Tel: +66 2 247 0123 Fax: +66 2 247 0165
E-mail: thesukosol@sukosolhotels.com
Website: <http://www.thesukosol.com>

Registration Desk

Place: The Sukosol
Hours: Thursday June 21, 2018 08:00 am – 08:00 pm
Friday June 22, 2018 09:00 am – 05:00 pm

Information Desk:

Place: The Sukosol
Hours: Thursday June 21, 2018 08:00 am – 08:00 pm
Friday June 22, 2018 09:00 am – 05:00 pm

Presentation Instructions:

Oral presentations are required to be made by PowerPoint, which should be controlled by the speaker. The oral presentation will be 15 min plus 5 min questions. All speakers are required to load and check the files before the presentation. A PC-compatible computer and a LCD projector will be provided.

Poster presentations are to be mounted at the allocated area. The content of the poster should cover titles, objectives, methodology, results discussion and conclusion. The poster board size should not exceed 90 cm width x 120 cm height.

ICON-SCI Awards:

1. ICON-SCI Best Oral Presentation Awards
2. ICON-SCI Best Poster Presentation Awards

Table of Contents

No.	Articles	Pages
	Preface	I
	Path I : Sustainability Science	
1.	THE STUDY AND DESIGN OF THE PHYSICAL ENVIRONMENT IN RESPONSE TO APPLICATIONS FOR THE ELDERLY: A CASE STUDY TO IMPROVE THE ENVIRONMENT OF THE ELDERLY WELFARE DEVELOPMENT CENTER. PATHUM THANI Kornpong Thongsri	1
2.	A FACILE SYNTHESIS OF SELF-CATALYTIC PVP/PVA/ CITRIC ACID HYDROGEL USING SODIUM HYDROGENCARBONATE AS A GELLING AGENT Supachai Thongsuksaengcharoen, Siritron Samosorn, Kriangsak Songsrirote	7
3.	A LOW PRESSURE PLASMA TREATMENT FOR QUALITY IMPROVEMENT OF RICE FLOUR Kantamard Lamasai, Phuthitorn Thana, Dheerawan Boonyawan, Kerairya Janpong, Sureeporn Sarapirom	23
4.	A NOVEL SACHA INCHI (PLUKENETIA VOLUBILIS L.) INNER SHELL AS A MODIFIED-POROUS ACTIVATED CARBON PRODUCT Patsapon Silasalaisopisth, Suphapon Daothong, Srikanjana Klayruang, Mujalin Pholchan	31
5.	ALUMINA THIN FILM SYNTHESIS FOR IMPROVING SEMI-PRECIOUS STONE QUALITY WITH PLASMA ENHANCED ATOMIC LAYER DEPOSITION (PE-ALD) Chanitda Prapaipong, Saisamorn Niyomsoan, Dheerawan Boonyawan, Chanchai Umongno	42
6.	THE DESIGN ENVIRONMENT TO RESPOND TO APPLICATIONS FOR BABY APHASIA CASE STUDY: BABIES APHASIA AND INTELLIGENCE. "NONTAWITH HOME LANDSCAPE," PAK KRET DISTRICT SOME MARKETS. NONTHABURI Kornpong Thongsri	56
7.	BIOELECTRICITY PRODUCTION FROM RICE NOODLE WASTEWATER USING PLANT MICROBIAL FUEL CELL (PMFC) Wanida Potawat, Srikanjana Klayraung, Natthanicha Sukasem, Mujalin Polchan	62

No.	Articles	Pages
8.	EFFECTS OF INITIAL MOISTURE CONTENT, INFRARED TEMPERATURE AND PUFFING TIME ON QUALITIES OF PUFFED PORK RINDS IN A CONTINUOUS INFRARED-MICROWAVE OVEN Boonjira Bunlangpattama, Sirichai Songsermpong	73
9.	THE STUDY AND DESIGN OF THE PHYSICAL ENVIRONMENT IN RESPONSE TO APPLICATIONS FOR DISABLED CHILDREN IN EDUCATION: IMPROVING THE ENVIRONMENT OF THE ORPHANAGE FOR DISABLED CHILDREN IN PAK KRET. NONTHABURI Kornpong Thongsri	81
10.	NEAR INFRARED SPECTROSCOPY ANALYSIS OF MIXED RAW AND PARBOILED RICE BRAN Wirongrong Maksawasd, Phongsak Sakruangngam, Natchanon Thongluang, Jirarat Anuntagool	87
11.	OLEAGINOUS YEAST ISOLATED FROM MANGROVE FOREST IN CHANTHABURI PROVINCE AND ITS LIPID PRODUCTION Puthita Chokreansukchai, Somboon Tanasupawat, Ancharida Savarajara	93
12.	THE DESIGN ENVIRONMENT TO RESPOND TO USE FOR PEOPLE WITH DISABILITIES AND DISABILITIES CASE STUDY: TO IMPROVE THE ENVIRONMENT OF THE DEVELOPMENT CENTER OF SOCIAL WELFARE ELDER HOME, BANGKOK Kornpong Thongsri	98
13.	THE INFLUENCE OF PREBIOTIC TYPES (GOS AND FOS) AND FAT CONTENT ON THE CHEMICAL, PHYSICAL AND SENSORY CHARACTERISTIC OF YOGHURT ICE CREAM AND MIX Watcharaporn Toommuangpak, Siwatt Thaiudom	104
14.	THE INVESTIGATION OF DIELECTRIC BARRIERS DISCHARGE PLASMA JET (DBDJ) FOR BACTERICIDAL IN WOUND HEALING Pipath Poramapijitwat, Phuthidhom Thana, Dheerawan Boonyawan, Keratiya Janpong, Wasin Charemtantanakul, Sureeporn Sarapirom	112

Path II : Innovative Technology and Sustainability Engineering

No.	Articles	Pages
15.	A CONCEPTUAL FRAMEWORK FOR THE INNOVATIVE DESIGN OF TEMPORARY ACCOMMODATION FOR FLOOD VICTIMS IN THA KORPAI COMMUNITY, WARIN CHAMRAB, UBON RATCHATHANI PROVINCE, THAILAND <small>Phudis Hompikul</small>	119
16.	COMPARISON OF IEEE 802.11N AND IEEE 802.11AC WIRELESS TECHNOLOGY PERFORMANCES ON 2.4 GHZ AND 5 GHZ <small>Kittipoom Intaraauksorn, Apichai Bhatranand, Yuttapong Jiraksopakun, Auapong Yaicharoen</small>	133
17.	DEVELOPMENT OF READING ACTIVITIES FOR KINDERGARTEN 2 STUDENTS WITH AN APLICATION <small>Variya Yenpoeng, Soradech Krootjohn, Monchai Tiantong</small>	143
18.	LEARNING ACTIVITY PROVISION ACCORDING TO 4H LIFE SKILLS PRINCIPLE USING ONLINE LESSONS VIA GOOGLE SITE FOR EDUCATION INFORMATION SYSTEM MANAGEMENT COURSE <small>Thanatcha Rattanaphant, Soradech Krootjohn, Monchai Tiantong</small>	149

Path III : Innovative Technology and Sustainability Engineering

19.	THE INFLUENCE OF HEDONISM ON FASHION IMPULSE BUYING BEHAVIOR AMONG TEENAGERS IN THAILAND <small>Ni Putu Maha Lina, Kwanruetai Boonyasana</small>	154
Author Index		158

ALUMINA THIN FILM SYNTHESIS FOR IMPROVING SEMI-PRECIOUS STONE QUALITY WITH PLASMA ENHANCED ATOMIC LAYER DEPOSITION (PE-ALD)

Chanitda Prapaipong^{1,2,a *}, Saisamorn Niyomsoan^{3,b}, Dheerawan Boonyawan^{1,c}, Chanchai Umongno^{1,d}

¹*Plasma and Beam Physics Research Facility, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand*

²*Graduate School, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand*

³*Jewelry Materials Research and Development Center, Faculty of Gems, Burapha University, Chanthaburi 22170, Thailand*

^a chanitdanink@gmail.com, ^b sniyomsoan@gmail.com, ^c dheerawan.b@cmu.ac.th, ^d beekboyz@gmail.com

Keywords: Alumina thin film, Semi-precious stone, Plasma enhanced atomic layer deposition.

Abstract. In semi-precious stone quality improvement to be resistant with scratches and factors as a result of making ornamental bodies, alumina thin film is another alternative to be used for coating surface of semi-precious stone because alumina is hard and transparent. Plasma enhanced atomic layer deposition technique is selected for synthesizing film. Films are originated from the deposition of trimethylaluminum and plasma of oxygen. In the experiment, it will be a study of suitability in being applied on semi-precious stone such as increasing hardness and transparency of film that does not affect color of the stones. According to the study, it will be an examination of X-ray photoelectron spectroscopy, contact angle machine, hardness testing and UV-visible spectroscopy.

1. Introduction

Gemstones can be categorised by using five quality criteria: mineral components, sources, rarity, popularity, and market price [1], but the universal property used to examine every gemstone is 'Hardness', the scientific value which shows the resistibility of scratching. The 'Hardness' of gemstone is called 'Mohs' scale'. Mohs' scale is the universal tool used to compare minerals' hardness. It is scaled from 1, the softest, to 10, the hardest. For example, diamond has the mohs' scale 10, corundum is 9, topaz is 8, and quartz is 7 [2]. Mohs' scale is also used to classify gemstones to precious and semi-precious stone. Gemstones with 9 or above hardness in Mohs' scale are called to be 'precious', while the gemstones with 8 or below hardness in Mohs' scale will be called 'semi-precious' [3]. Both precious and semi-precious gemstones are valuable, but the cost is varied depending on colour, weight, shape, rarity, and transparency.

The report about gemstones and jewellery exports of Thailand in January 2017 from The Gem and Jewellery Institute of Thailand (Public Organisation) showed that gemstones gave the fourth highest value from the total gem and jewellery exports. The major products were polished precious stones which had been increased because of the market expansion to America and India. In contrast, the number of polished semi-precious stones was decreased [4].

The development and improvement in semi-precious stones using new invention can help strengthen and increase the value of semi-precious stones. More than that, it is the way to protect semi-precious stones which can be easily scratched in daily routines. Keeping semi-precious stones in a box can be harmful because the limit space increases the probability of contact and collision of different hardness gemstones which lead to form scratching scar on gemstones' surface [3]. Thin

Alumina Film Coating is one way to protect semi-precious stones which contain beauty with their own. Thin alumina film coating (in nano-scale) is used in various industry. For example, eyeglasses to prevent scratching, machinery to prevent corrosion, and hard-disc in computer. The chemical formula of Thin alumina film is Al_2O_3 which has the same properties as corundum [5]: strength, transparency [6], and high corrosive resistance [7].

In this paper, plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) method will be used to synthesise thin film alumina. PE-ALD is the synthesis of thin film via deposition in atomic scale using plasma to help in film forming system. Thus, the filming can be occurred under low temperature [8]. The process of the thin film synthesis is trimethylaluminium (TMA; $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$) forms chemical bond with ground substance and cover all the surface. After that, inert gas is introduced to eliminate the remaining TMA from the reaction chamber. Then, add gas of the second substrate, which is plasma of oxygen instead of using water plasma (H_2O), to react with the covering substances and introduce inert gas to eliminate the remaining plasma from the reaction chamber. Repeat the process until the film is thick enough [9].

2. Experimental

Synthesis of thin film alumina with plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD), the glass slide and rose quartz (or semi-precious stones) are cleaned by acetone, ethanol, and deionised water for 10 minutes each under ultrasonication machine. Then, dry with nitrogen and keep in a glove box [8]. The synthesis is done in a reaction chamber under vacuum in a range 4×10^{-2} torr. Clean the surface of the glass slide and rose quartz with argon plasma[10] for 20 minutes. A cycle of thin film is done by the following step; Trimethylaluminium (TMA), the substrate of the process, is introduced into the reaction chamber for 2 seconds, Argon gas used to purge the remaining substrates is released for 3 seconds, the gas of second substrate oxygen plasma is released for 5 seconds, and purge the remaining components with Argon gas for 3 seconds. The process of synthesis is shown in figure 1. Temperatures used in coating process are 150 and 200 degrees celsius and the numbers of cycles are 400, 600, and 800.

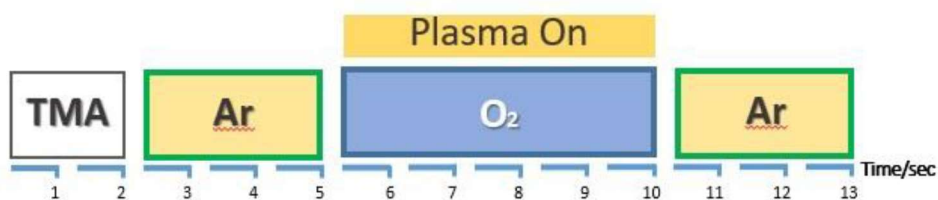


Figure 1: Diagram of thin film alumina synthesis

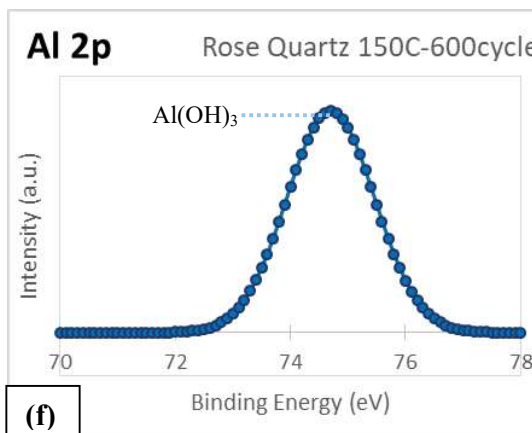
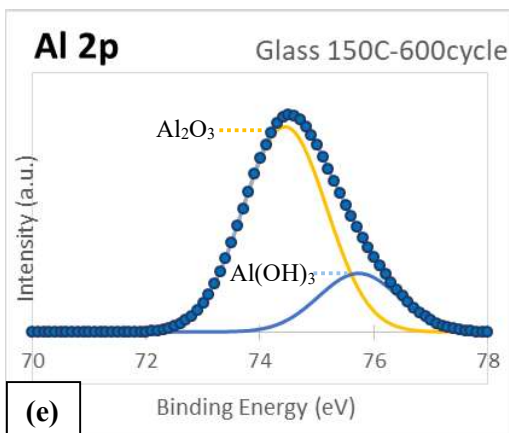
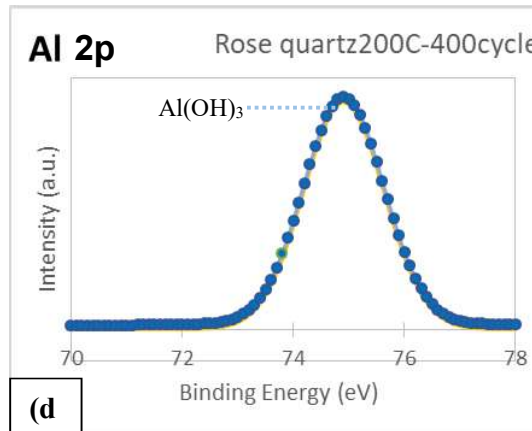
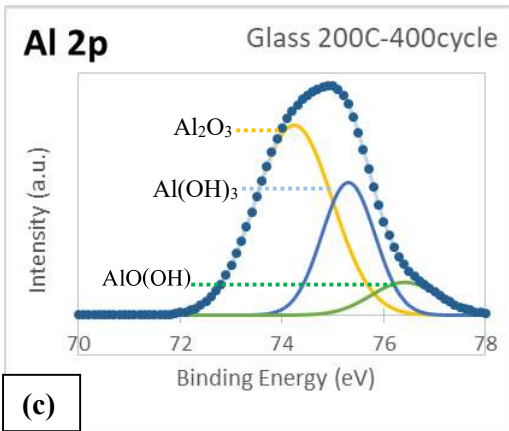
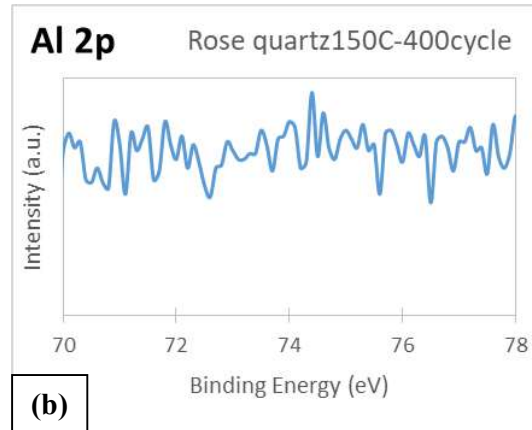
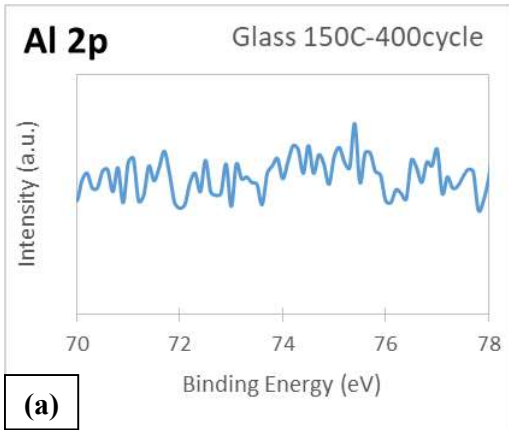
Thin film alumina on the glass slide and rose quartz (or semi-precious stones) will be further studied about component elements with X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), the surface properties via contact angle of water droplet with contact angle machine (CA), tolerance of scratching or hardness of the thin film by hardness test, and changing of colour of the glass slide and rose quartz or semi-precious stones by interpreting absorbance with UV-visible spectrophotometer.

3. Results and discussion

3.1 Compositional Analysis

Chemical composition analysis of alumina thin film on slide and rose quartz with X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) method. The numbers of cycles for glass slides and rose quartz are 400, 600, and 800 at 150 and 200 degrees celsius. Figure 2 shows binding energy of Al 2p on the film surface. At 74.4 eV peak is the aluminium atom (Al) bound to oxygen atom (O) in Al_2O_3 , while the 75.5 eV peak is the Al in $\text{Al}(\text{OH})_3$, and at the 76.4 eV peak is the Al 2p in $\text{AlO}(\text{OH})$ [11].

Binding energy of Al 2p is not found in the glass slides and rose quartz at 150 degrees celsius with 400 cycles of coating, also in the slides at 200 degrees celsius with 600 cycles of coating.



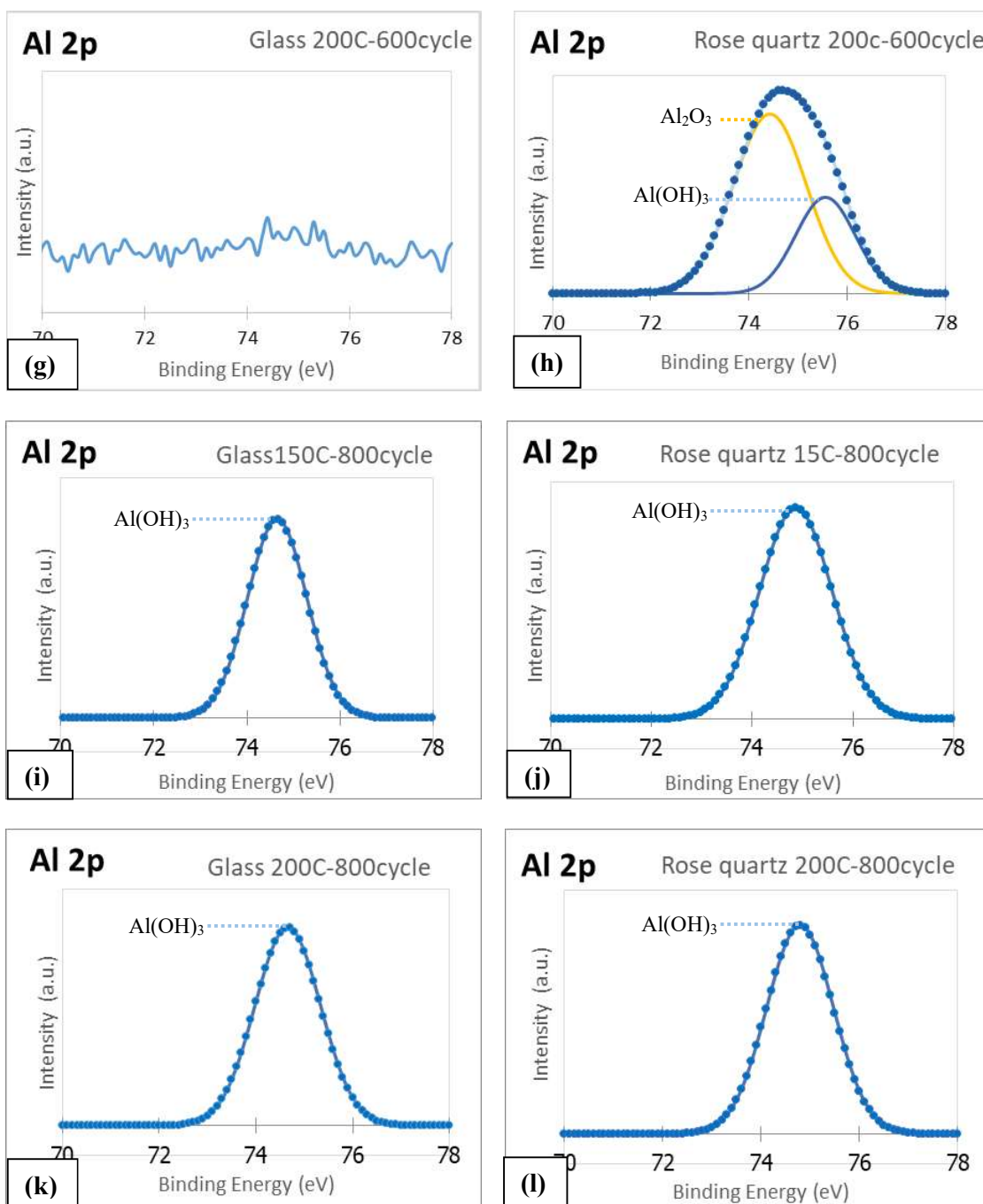
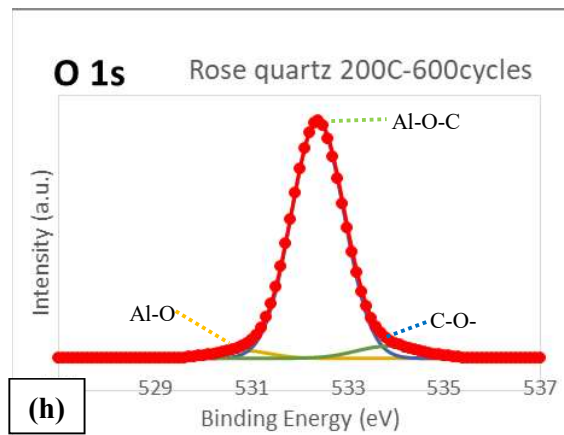
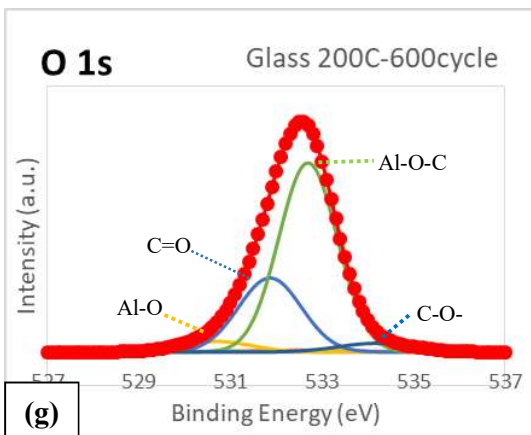
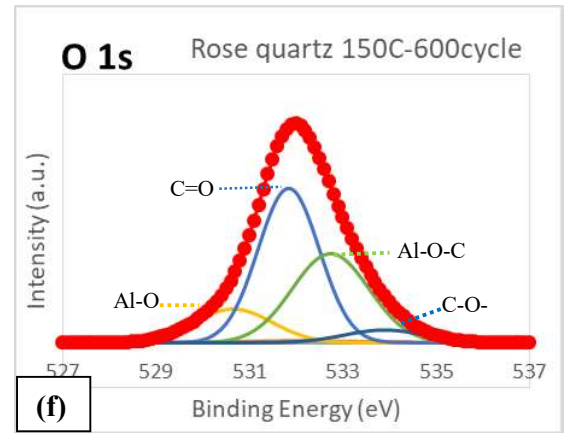
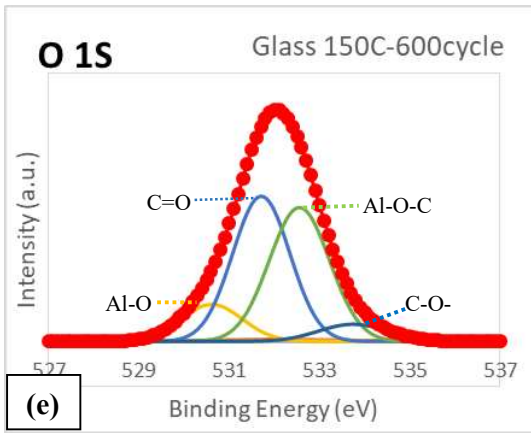
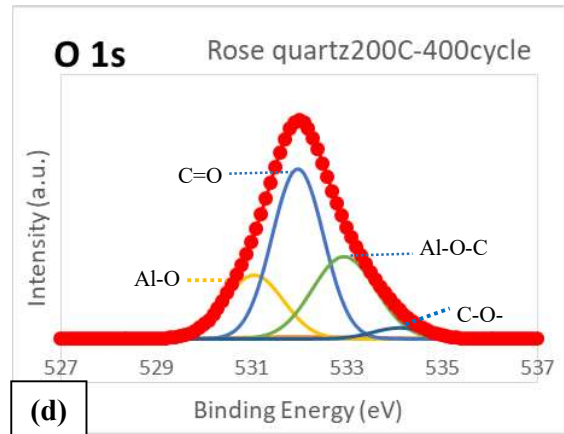
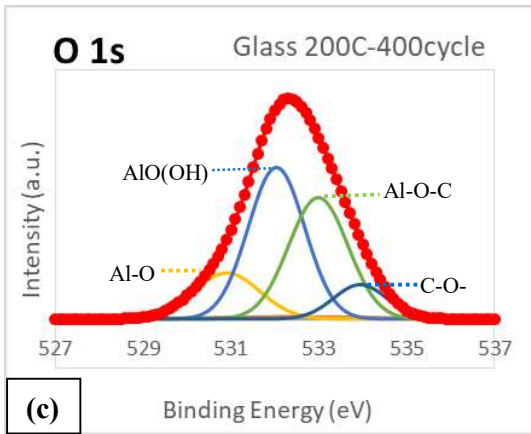
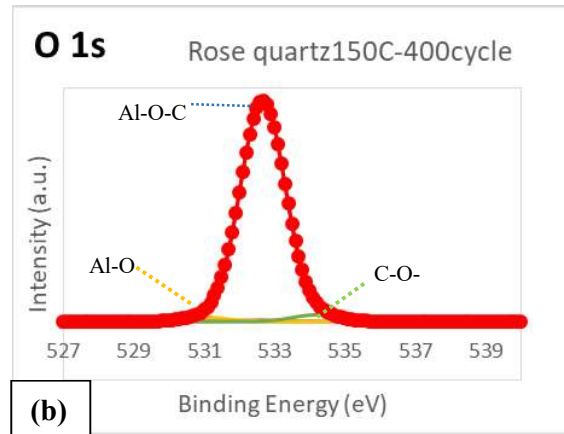
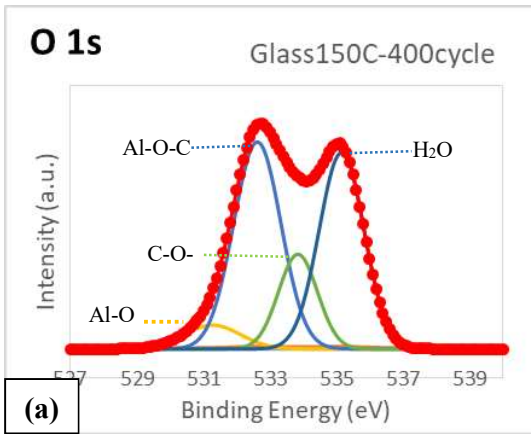


Figure. 2 XPS spectra of Al 2p peaks for (a-b) glass and rose quartz 150°C-400cycle, (c-d) glass and rose quartz 200°C-400cycle, (e-f) glass and rose quartz 150°C-600cycle, (g-h) glass and rose quartz 200°C-600cycle, (i-j) glass and rose quartz 150°C-800cycle, (k-l) glass and rose quartz 200°C-800cycle.

Figure 3 shows binding energy of O 1s on the film surface: 530.72-eV peak corresponds to the Al-O of Al(OH) , 531.8-eV peak corresponds to the C=O, 532.5-eV peak corresponds to the Al-O-C, 533.6-eV peak corresponds to the C-O- [12,13] and 535.1 eV peak corresponds to the H_2O [14].



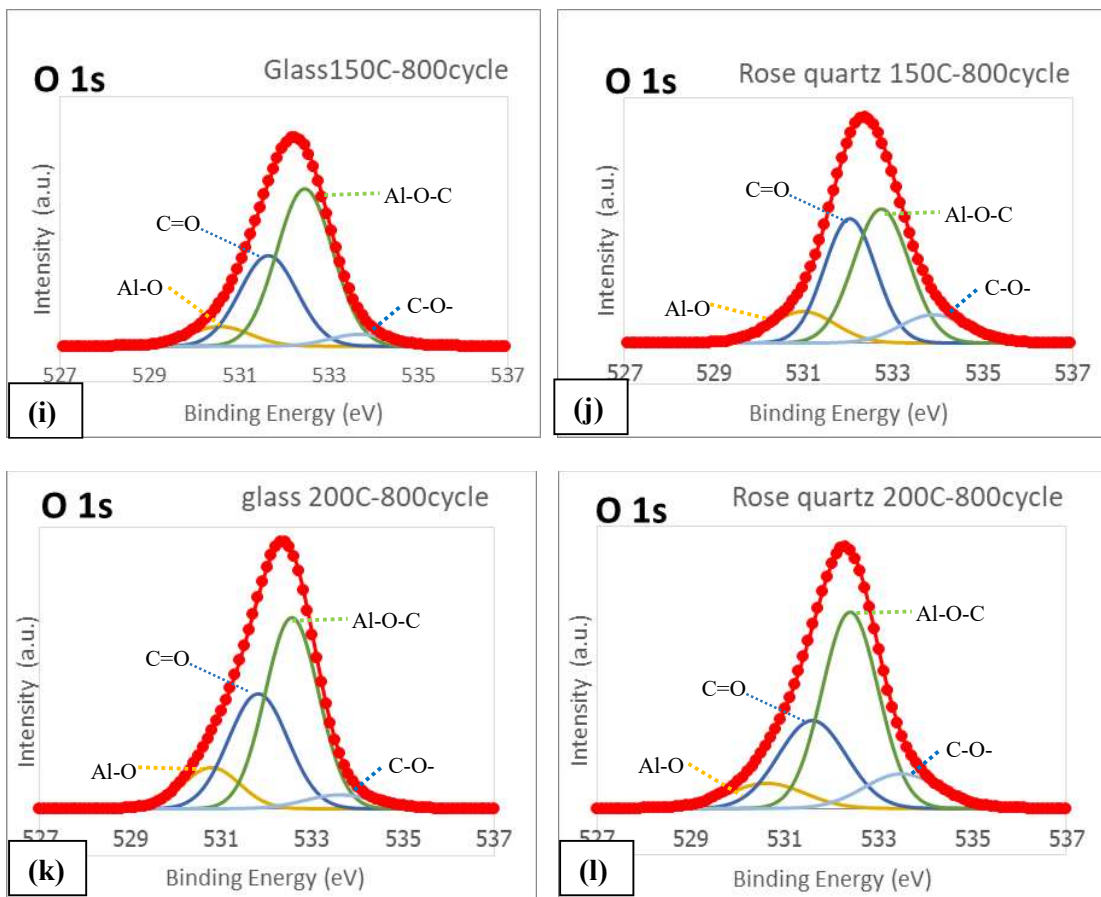
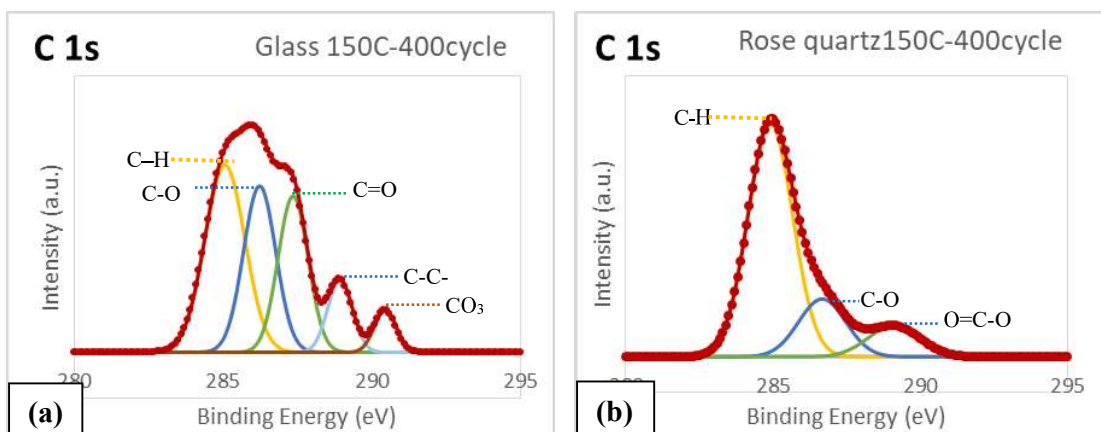
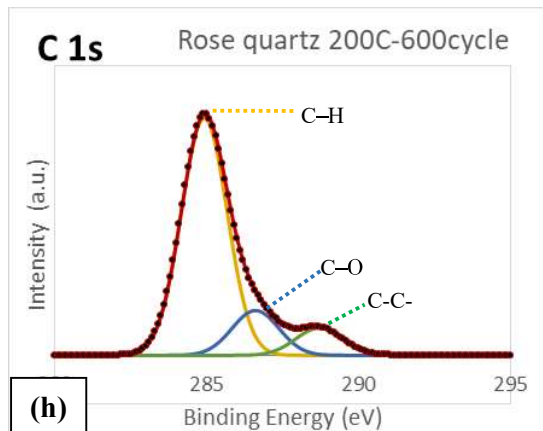
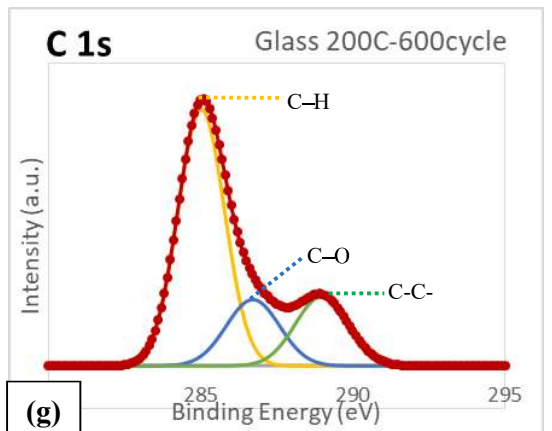
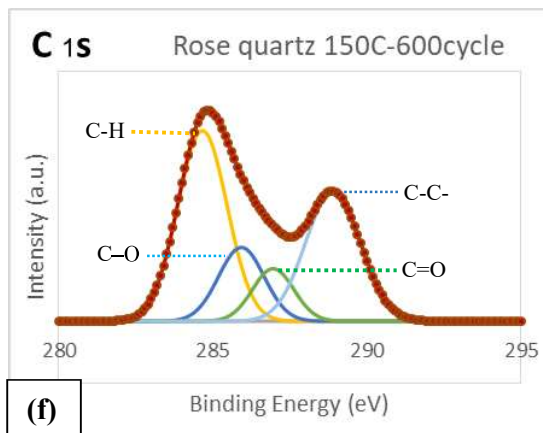
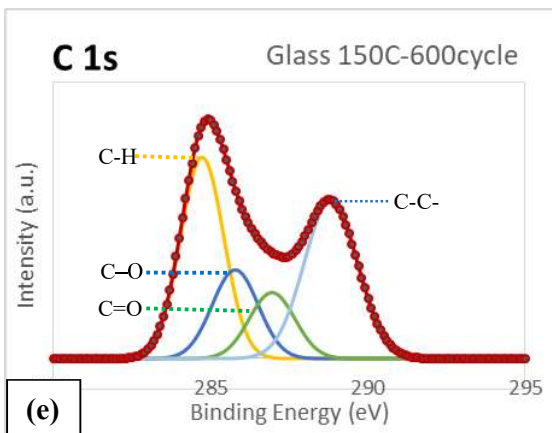
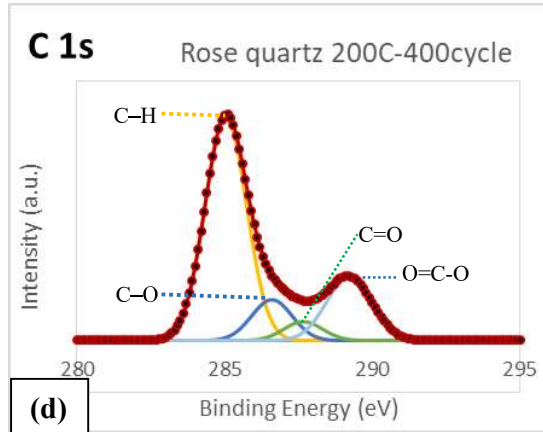
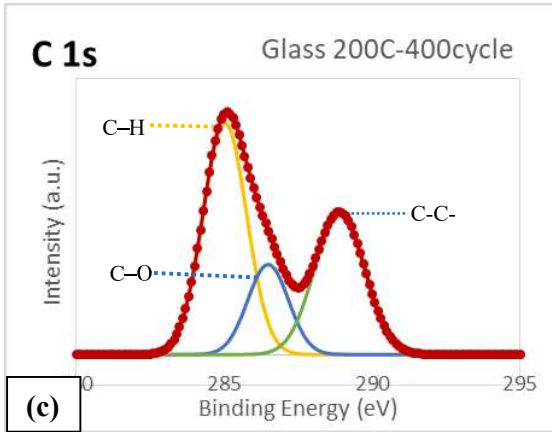


Figure. 3 XPS spectra of O 1s peaks for (a-b) glass and rose quartz 150°C-400cycle, (c-d) glass and rose quartz 200°C-400cycle, (e-f) glass and rose quartz 150°C-600cycle, (g-h) glass and rose quartz 200°C-600cycle, (i-j) glass and rose quartz 150°C-800cycle, (k-l) glass and rose quartz 200°C-800cycle.

Figure 4 shows binding energy of C 1s on the film surface: 284.7 eV peak corresponds to the C-C and C-H bonds (carbon atoms in phenyl ring), 286.6-eV peak corresponds to the C-O bonds, 287.7-eV peak corresponds to the C=O and carboxylic group (-COOH), 288.8-eV peak corresponds to the -C-C-, 289-eV peak corresponds to the O=C-O [12,13] and 290 eV peak corresponds to the CO₃ [15]. The carbons appearing on the alumina film is probably occurred after TMA:Al(CH₃)₃ cycle which is the carbon source and the remaining carbons is attached to -OH from O₂ plasma, the second substrate [16].





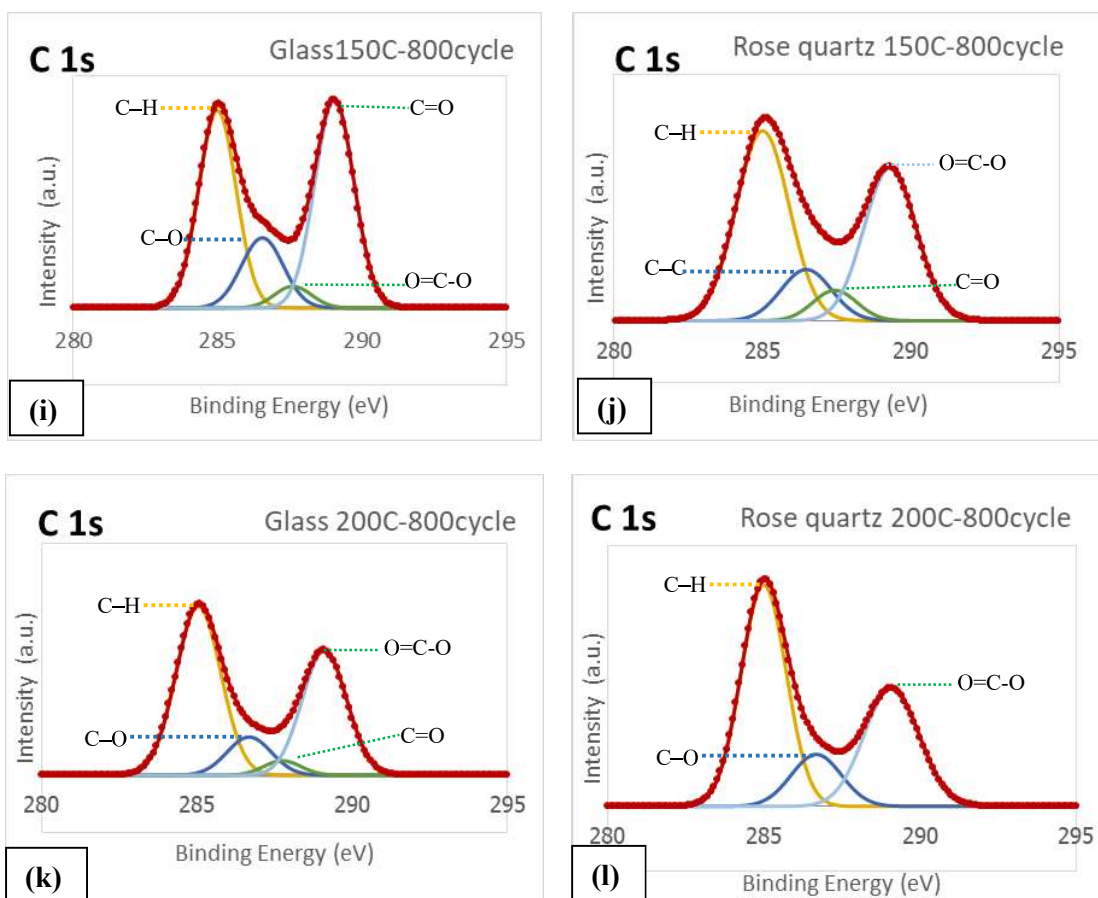


Figure. 4 XPS spectra of O 1s peaks for (a-b) glass and rose quartz 150°C-400cycle, (c-d) glass and rose quartz 200°C-400cycle, (e-f) glass and rose quartz 150°C-600cycle, (g-h) glass and rose quartz 200°C-600cycle, (i-j) glass and rose quartz 150°C-800cycle, (k-l) glass and rose quartz 200°C-800cycle.

Chemical compositions found on the film surface represented the remaining carbons in thin film alumina. The result from XPS technique verified the 284.7-eV peak, which corresponds to the C-C and C-H bonds, came from the reaction between TMA : $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ and Oxygen plasma. Results from comparison of mass content (%) from XPS technique of thin film alumina in the conditions shown in figure 5 found the presence of carbon content in control slides (before coating), while the small amount of carbon content was found, and aluminium content was absent in the slides with 400 cycles of coating at 150 degrees celsius condition. The carbon and aluminium content in the slides with 800 cycles of coating at 200 degrees celsius condition were found more than any other conditions.

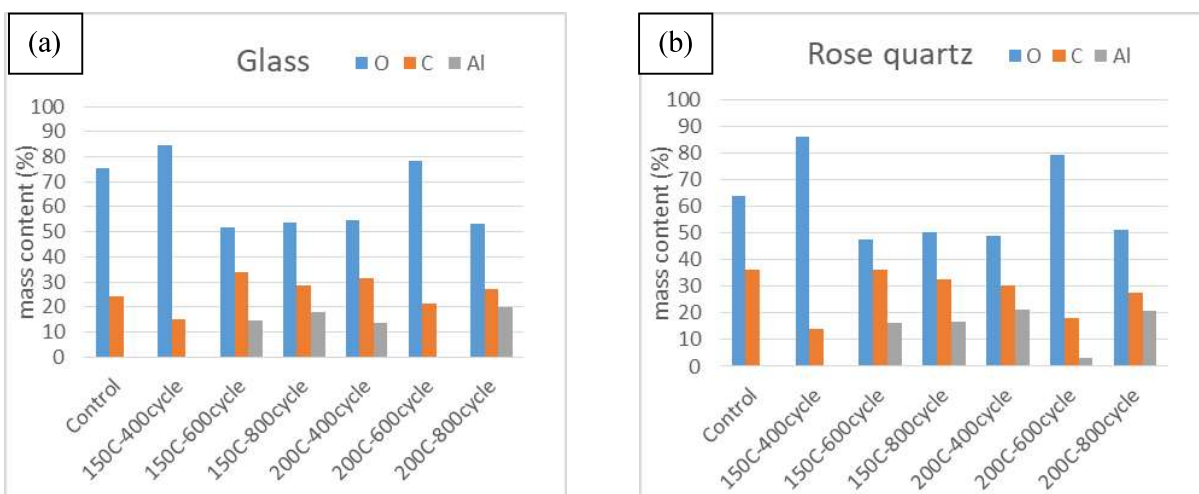


Figure 5: Relative elemental contents of thin film alumina; composed of oxygen (O), carbon (C), and aluminium (Al).

3.2 Contact angle of the deposited Al_2O_3 thin film

Because the alumina thin film coated on the glass slides and rose quartz was synthesised from the reaction of trimethylaluminium (TMA) and oxygen plasma which contains hydroxyl group(-OH), thus, the film surface is hydrophobic. Contact angle of water droplet is one of the important methods to determine changing of condition of the slides' surface. Figure 6 shows the contact angle of water droplet before coating (control sets) and after coating from day 1-7. The diagram shows the longer the day, the more the contact angle which represents the hydrophobicity of the film [17].

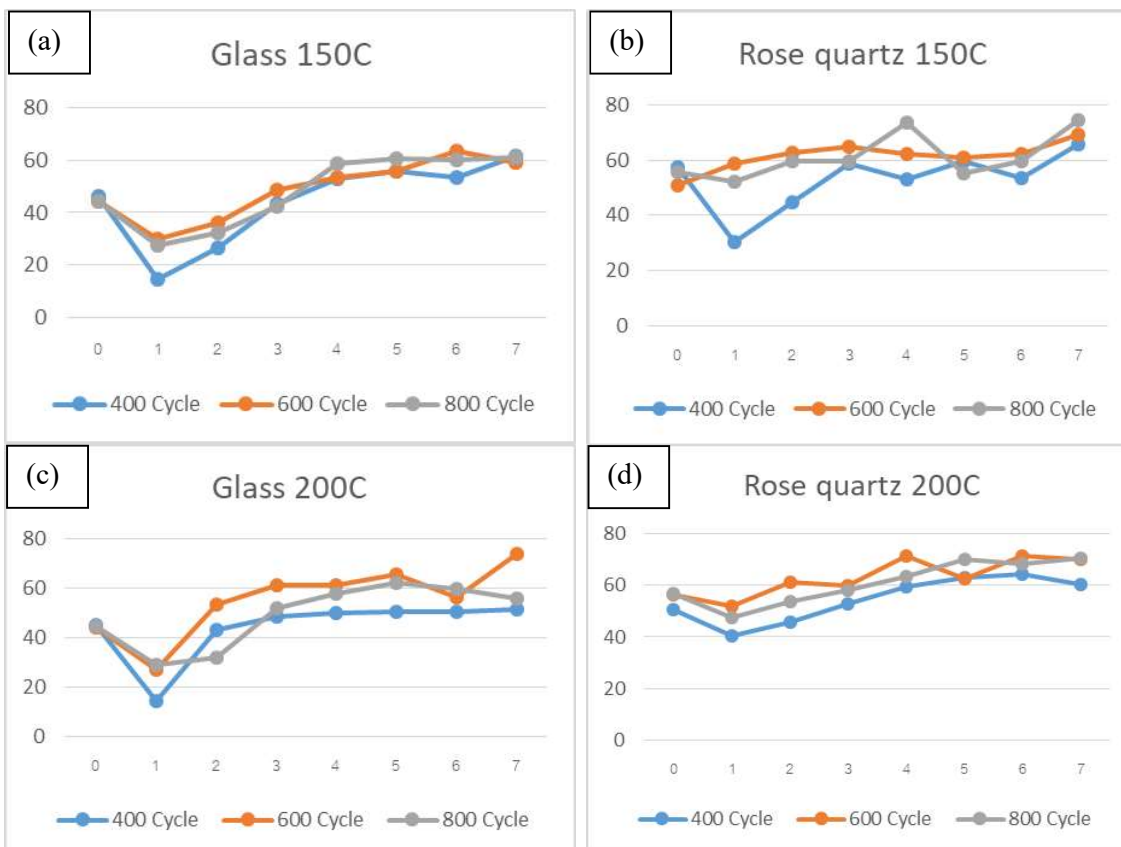


Figure 6 The water contact angle. (a) glass slides at 150 °C, (b) rose quartz at 150°C, (c) glass slides at 200 °C and (d) rose quartz at 200°C.

3.3 Determining Hardness (Hardness Property)

Determining hardness of the slides and rose quartz after coating by micro vickers hardness machine. The determining of harness in microscale, the pressure used is 0.98 N. The results from the test are shown in figure 7 . Alumina thin film coated on the slides and rose quartz has more hardness [18,19].

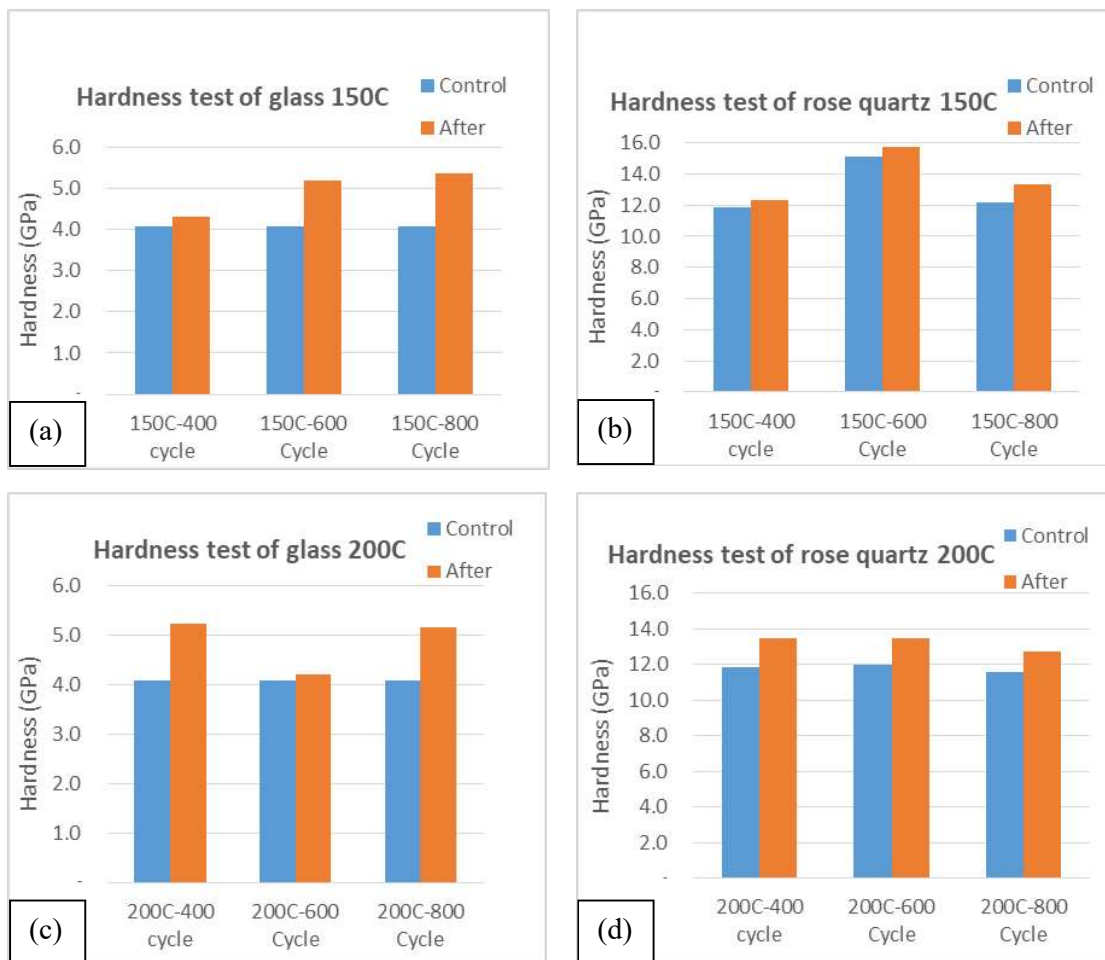


Figure. 7 The plots of hardness test of alumina thin film (a) glass slides at 150 °C, (b) rose quartz at 150°C, (c) glass slides at 200 °C and (d) rose quartz at 200°C.

3.4 Optical Properties

Optical properties determination of alumina thin film after coated on the glass slides and rose quartz with 400, 600, and 800 cycles of coating process at 150 and 200 degrees celsius was analysed by spectrophotometric method using UV-VIS NIR Spectrophotometer analyse the absorbance at 200 – 1100 nm of wavelength. Because of the thin film is transparent [20], the coating must not change the colour of the glass slides. Collect photos of the glass slides and rose quartz both before and after coating and analyse. The result showed no difference of colour when detect with naked eyes. After analysed with UV-VIS NIR Spectrophotometer, the result showed no difference of colour in the slides coated with the thin film, but the colour changed for a little in the rose quartz coated with the thin film, as shown in figure 8-9.

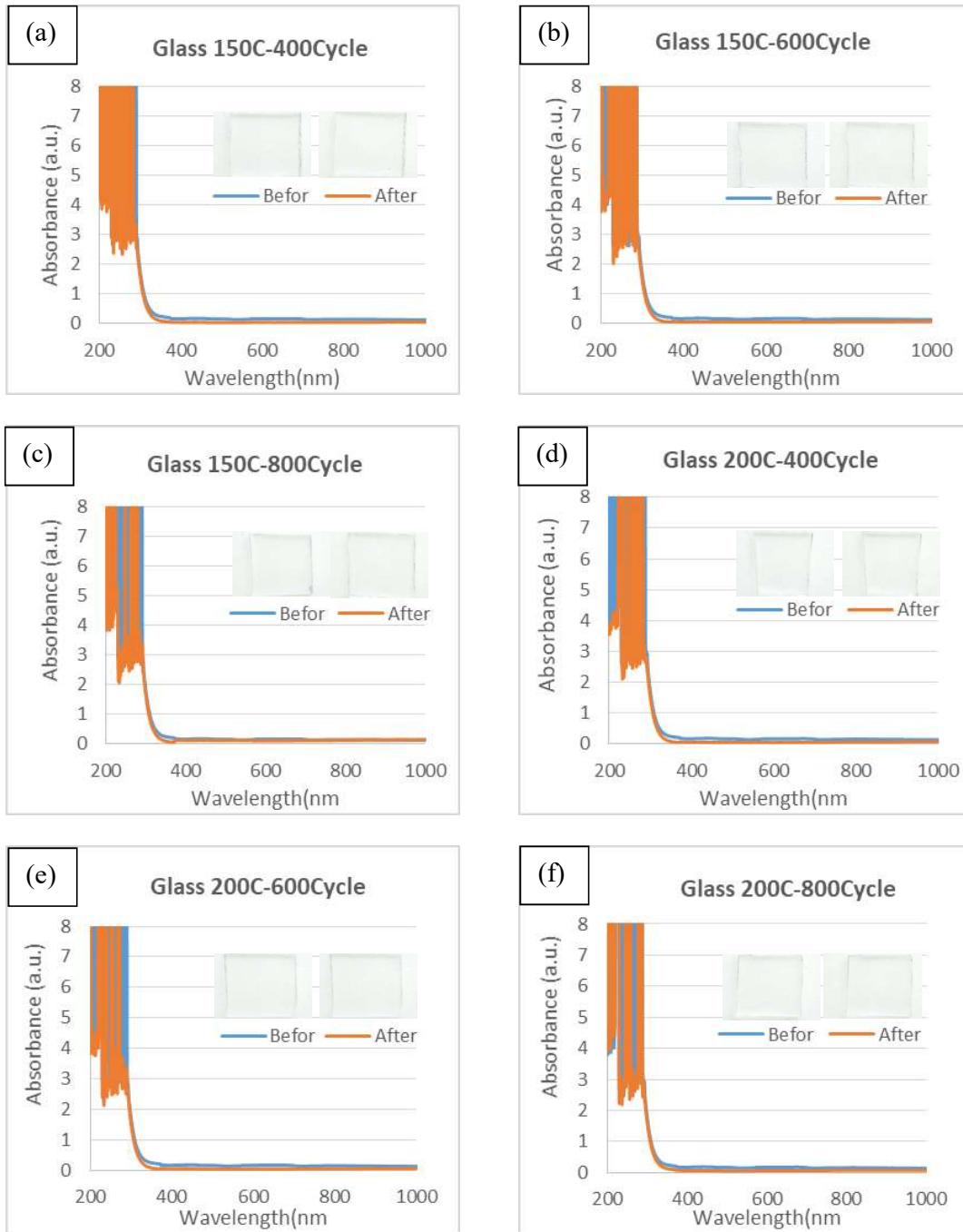


Figure. 8 Optical properties of Al_2O_3 thin films and collect photos. (a-c) glass of coating process at 150°C and (d-f) glass of coating process at 200°C.

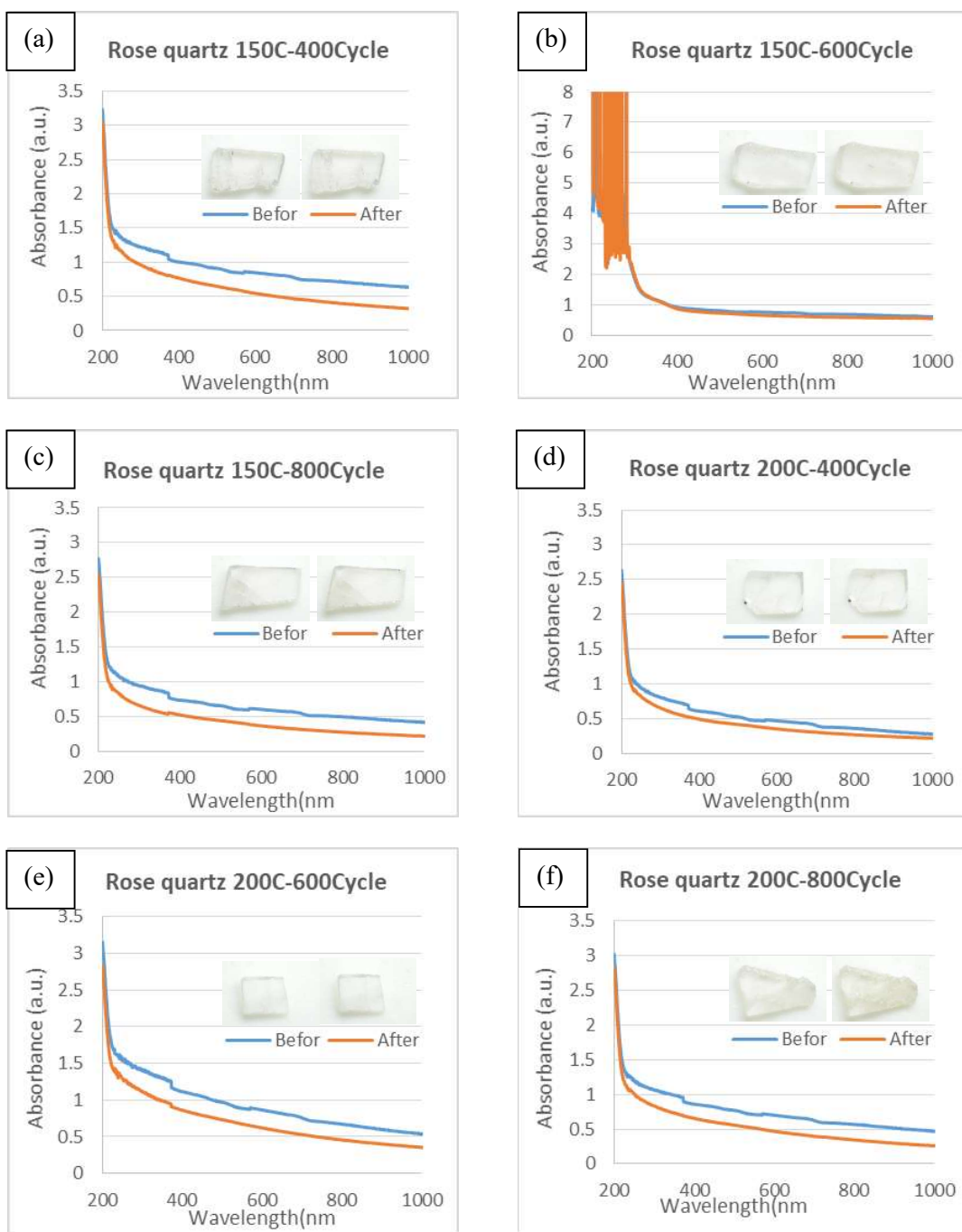


Figure. 9 Optical properties of Al_2O_3 thin films and collect photos. (a-c) rose quartz of coating process at 150°C and (d-f) rose quartz of coating process at 200°C .

Conclusion

Coating thin film alumina on rose quartz (or semi-precious stones) with plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) was qualified the chemical composition and the result showed that the thin film alumina had remaining carbon from the reaction between TMA : $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ and oxygen plasma which was not affect the hardness and optical properties. Rose quartz had greater number of hardness after coating with thin film alumina and the colour of rose quartz are changed for a bit. The increase of contact angle of water droplet showed the hydrophobicity of the slides which was proper

with the film's property – hydrophobicity of the film occurred from the effect of hydroxyl group (-OH).

Acknowledgments

This work was supported by the National Research Council of Thailand (NRCT)2016-2017 grant. Asst. Prof. Dr. Saisamorn Niyomsoan and Assoc. Prof. Dheerawan Boonyawan whom contributed to the conception of the study and helped perform the analysis with constructive discussions. Michael W. Rhodes contributed to modification of grammar. The Faculty of Science, Chiang Mai University, and Graduate School, Chiang Mai University are also acknowledges.

References

- [1] Valuing stones, Colored Gemstones A triumph of nature, France, Paris, pp. 7.
- [2] Muchtar, Indonesian Gemstones Exclusively Captivatin, Trade Research and Development Agency Ministry of Trade, Indonesia, (2010).
- [3] Jeanette Landenwitch, Setting Stones in Metal Clay, Brynmorgen Press, Portland, U.S. 2008, pp. 9-12.
- [4] The Gem and Jewelry Institute of Thailand (Public Organization), Thailand's Gem and Jewelry Import-Export Performance 2017, Bangkok, Thailand ,pp. 3
- [5] Erik Wallin, Alumina Thin Films From Computer Calculations to Cutting Tools, Linkoping University, Sweden (2008)
- [6] Edlou, Samad M., Ali Smajkiewicz, and Ghanim A. Al-Jumaily, Optical properties and environmental stability of oxide coatings deposited by reactive sputtering, Applied optics, 32.28 (1993), 5601-5605.
- [7] Chou, T. C., Nieh, T. G., McAdams, S. D., & Pharr, G. M. Microstructures and mechanical properties of thin films of aluminium oxide, Scripta Metallurgica, (United States), 25(10), (1991).
- [8] Li, H. Y., Liu, Y. F., Duan, Y., Yang, Y. Q., & Lu, Y. N., Method for aluminum oxide thin films prepared through low temperature atomic layer deposition for encapsulating organic electroluminescent devices, Materials, 8(2), (2015), 600-610.
- [9] Lim, Jung Wook, and Sun Jin Yun, Electrical properties of alumina films by plasma-enhanced atomic layer deposition, Electrochemical and solid-state letters 7.8 (2004), F45-F48.
- [11] Gougousi, T., Barua, D., Young, E. D., & Parsons, G. N., Metal oxide thin films deposited from metal organic precursors in supercritical CO₂ solutions, Chemistry of materials, 17(20), (2005), 5093-5100.
- [12] Edy, R., Huang, X., Guo, Y., Zhang, J., & Shi, J, Influence of argon plasma on the deposition of Al₂O₃ film onto the PET surfaces by atomic layer deposition. Nanoscale research letters, 8(1), 79, (2013).
- [13] Ardelean, H., Petit, S., Laurens, P., Marcus, P., & Arefi-Khonsari, F, Effects of different laser and plasma treatments on the interface and adherence between evaporated aluminium and polyethylene terephthalate films: X-ray photoemission, and adhesion studies, Applied Surface Science, 243(1-4), (2005), 304-318.

- [14] Deng, X., Herranz, T., Weis, C., Bluhm, H., & Salmeron, M., Adsorption of water on Cu₂O and Al₂O₃ thin films, *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(26), (2008), 9668-9672.
- [15] Verdier, S., El Ouatani, L., Dedryvere, R., Bonhomme, F., Biensan, P., & Gonbeau, D., XPS study on Al₂O₃-and AlPO₄-coated LiCoO₂ cathode material for high-capacity Li ion batteries, *Journal of The Electrochemical Society*, 154(12), (2007), A1088-A1099.
- [16] Wang, L. C., Han, Y. Y., Yang, K. C., Chen, M. J., Lin, H. C., Lin, C. K., & Hsu, Y. T., Hydrophilic/hydrophobic surface of Al₂O₃ thin films grown by thermal and plasma-enhanced atomic layer deposition on plasticized polyvinyl chloride (PVC), *Surface and Coatings Technology*, 305, (2016), 158-164.
- [17] Finch, D. S., Oreskovic, T., Ramadurai, K., Herrmann, C. F., George, S. M., & Mahajan, R. L., Biocompatibility of atomic layer-deposited alumina thin films, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 87(1), (2008), 100-106.
- [18] Battaglin, F. A. D., Hosokawa, R. S., Cruz, N. C. D., Caseli, L., Rangel, E. C., Silva, T. F. D., & Tabacniks, M. H., Innovative low temperature plasma approach for deposition of alumina films, *Materials Research*, 17(6), (2014), 1410-1419.
- [19] Panitchakan, H., and P. Limsuwan., Characterization of Aluminum Oxide Films Deposited on Al₂O₃-TiC by RF Diode Sputtering, *Procedia Engineering* 32, (2012), 902-908.
- [20] Hu, B., Yao, M., Xiao, R., Chen, J., & Yao, X., Optical properties of amorphous Al₂O₃ thin films prepared by a sol-gel process, *Ceramics International*, 40(9), (2014), 14133-14139.

รายงานสรุปการเงิน

เลขที่โครงการระบบบริหารงานวิจัย (NRMS 13 หลัก) 2559A10802144 สัญญาเลขที่ 158/2559
โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559 มหาวิทยาลัยบูรพา

ชื่อโครงการ การพัฒนาเครื่องประดับที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมจากแก้วอุณหภูมิที่ปราศจากตะกั่ว
โครงการวิจัยประเภทโครงการวิจัยต่อเนื่อง 2 ปี (ปีที่ 2)

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน ผศ.ดร.สายสมร นิยมสรวนุญ.....

รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2558 ถึงวันที่ 30 มิถุนายน 2562

ระยะเวลาดำเนินการ 3 ปี 8 เดือน ตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2558

รายรับ

จำนวนเงินที่ได้รับ

งวดที่ 1 (50%)	410,500	บาท	เมื่อ วันที่	22 มกราคม 2559
งวดที่ 2 (40%)	328,400	บาท	เมื่อ วันที่	18 มีนาคม 2562
งวดที่ 3 (10%)	82,100	บาท	เมื่อ วันที่	16 กันยายน 2562
			รวม	821,000 บาท

รายจ่าย

รายการ	งบประมาณที่ตั้งไว้	งบประมาณที่ใช้จริง	จำนวนเงิน คงเหลือ/เกิน
1. งบบุคลากร	156,000	156,000	-
2. ค่าตอบแทน	113,800	103,800	10,000
3. ค่าใช้สอย	380,000	394,100	-14,100
4. ค่าวัสดุ	89,100	85,000	4,100
5. ค่าครุภัณฑ์	-	-	-
6. ค่าธรรมเนียมอุดหนุนสถาบัน	82,100	82,100	-
รวม	821,000	821,000	-

(ผศ.ดร.สายสมร นิยมสรวนุญ)

ลงนามหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน

บรรณานุกรม (Bibliography)

- กรมธรณีวิทยา (2557), ควอตซ์, <http://www.dmr.go.th/main.php?filename=quartz>
 สุรศักดิ์ ไวยทอง (2542), อลูมินา วัสดุสารพัดประโยชน์,;
<http://www.material.chula.ac.th/RADIO44/FEBRUARY/RADIO2-5.HTM>
 อมรสิทธิ์และคณะ, หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ, 2558.
- Adamo, I., et al., Characterization of peridot from Sardinia, Italy. *Gems & Gemology*, vol.45(2), 2009, pp. 130-133.
- Anu, P., & Rajeev Kumar, K. (2011). Preparation and Characterization of High-k Aluminum Oxide Thin Films by Atomic Layer Deposition for Gate Dielectric Applications (Doctoral dissertation, Cochin University of Science and Technology).
- Ardelean, H., Petit, S., Laurens, P., Marcus, P., & Arefi-Khonsari, F, Effects of different laser and plasma treatments on the interface and adherence between evaporated aluminium and polyethylene terephthalate films: X-ray photoemission, and adhesion studies, *Applied Surface Science*, 243(1-4), (2005), 304-318.
- Baggetto, L., et al., A process-structure investigation of aluminum oxide and oxycarbide thin films prepared by direct liquid injection CVD of dimethylaluminum isopropoxide (DMAI), *Chemical Vapor Deposition*, vol.21(10-11-12), 2015, pp. 343-351.
- Battaglin, F. A. D., Hosokawa, R. S., Cruz, N. C. D., Caseli, L., Rangel, E. C., Silva, T. F. D., & Tabacniks, M. H., Innovative low temperature plasma approach for deposition of alumina films, *Materials Research*, 17(6), (2014), 1410-1419.
- Chou, T. C., Nieh, T. G., McAdams, S. D., & Pharr, G. M. (1991). Microstructures and mechanical properties of thin films of aluminium oxide. *Scripta Metallurgica;(United States)*, 25(10).
- Cimalla, V., Baeumler, M., Kirste, L., Prescher, M., Christian, B., Passow, T., ... & Krischok, S. (2014). Densification of thin aluminum oxide films by thermal treatments. *Materials Sciences and Applications*, 5(08), 628.
- Dechana, A., Thamboon, P., and Boonyawan, D. (2014), Microwave remote plasma enhanced-atomic layer deposition system with multicusp confinement chamber, *Review of Scientific Instruments* 85, 103510 (2014); doi: 10.1063/1.4898802
- Deng, X., et al., Adsorption of water on Cu₂O and Al₂O₃ thin films, *The Journal of Physical Chemistry C*, vol.112(26), 2008, pp. 9668-9672.

- Dingemans, G., et al., Plasma-assisted ALD for the conformal deposition of SiO₂: Process, material and electronic properties. *Journal of the Electrochemical Society*, vol.159(3), 2012, pp. H277-H285.
- Ding, S. J., Chen, H. B., Cui, X. M., Chen, S., Sun, Q. Q., Zhou, P., ... & Shen, C. (2013). Atomic layer deposition of high-density Pt nanodots on Al₂O₃ film using (MeCp)Pt (Me)₃ and O₂ precursors for nonvolatile memory applications. *Nanoscale research letters*, 8(1), 80.
- DNanotech (2012) ALD of Al₂O₃ on Si-Substrate, <http://www.dileepnanotech.com/Investigation%20of%20ALD%20films.html>
- Drdlik, D., et al., Electrophoretic deposition of plasma activated sub-micron alumina powder, *Ceramics International*, vol.44(8), 2018, pp. 9787-9793.
- Edlou, S. M., Smajkiewicz, A., & Al-Jumaily, G. A. (1993). Optical properties and environmental stability of oxide coatings deposited by reactive sputtering. *Applied optics*, 32(28), 5601-5605.
- Edy, R., Huang, X., Guo, Y., Zhang, J., & Shi, J, Influence of argon plasma on the deposition of Al₂O₃ film onto the PET surfaces by atomic layer deposition. *Nanoscale research letters*, 8(1), 79, (2013).
- Fedel M., Zanella C., Rossi S., Deflorian F. (2014) Corrosion protection of silver coated reflectors by atomic layer deposited Al, *Solar Energy* 101 (2014) 167–175
- Finch, D. S., Oreskovic, T., Ramadurai, K., Herrmann, C. F., George, S. M., & Mahajan, R. L., Biocompatibility of atomic layer-deposited alumina thin films, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 87(1), (2008), 100-106.
- Gangwar, J., Gupta, B. K., Tripathi, S. K., & Srivastava, A. K. (2015). Phase dependent thermal and spectroscopic responses of Al₂O₃ nanostructures with different morphogenesis. *Nanoscale*, 7(32), 13313-13344.
- Gao, H., et al., Protecting Al foils for high-voltage lithium-ion chemistries. *Materials today energy*, vol.7, 2018, pp. 18-26.
- George S. M. , A. W. Ott, and J. W. Klaus, (1996) Surface Chemistry for Atomic Layer Growth, *J. Phys. Chem.*, 1996, 100 (31), pp 13121–13131
- George S. M., (2010) Atomic Layer Deposition: An Overview, *Chem. Rev.* 2010, 110, 111-131
- Giibelin, E. (1981). Zabargad: The ancient peridot island in the Red Sea. *Gems eS Gemology*, 17(1), 2-8.

- Gougousi, T., Barua, D., Young, E. D., & Parsons, G. N. (2005). Metal oxide thin films deposited from metal organic precursors in supercritical CO₂ solutions. *Chemistry of materials*, 17(20), pp. 5093-5100.
- Gurin, V.S., et al., Physics, chemistry and applications of nanostructures: reviews and Short notes-proceedings of international conference nanomeeting-2011, World Scientific Publishing, 2011.
- Haeberle, J., Henkel, K., Gargouri, H., Naumann, F., Gruska, B., Arens, M., ... & Schmeißer, D. (2013). Ellipsometry and XPS comparative studies of thermal and plasma enhanced atomic layer deposited Al₂O₃-films. *Beilstein journal of nanotechnology*, 4, 732.
- Haverkamp, R.G., et al., Adsorption of hydrogen fluoride on alumina. *Surface and interface analysis*, vol.19(1-12), 1992, pp. 139-144.
- Henn, U. and R. Schultz-Güttler, Review of some current coloured quartz varieties, *Journal of Gemmology*, vol.33, 2012, pp. 29-43.
- Hu, B., Yao, M., Xiao, R., Chen, J., & Yao, X. (2014). Optical properties of amorphous Al₂O₃ thin films prepared by a sol-gel process. *Ceramics International*, 40(9), 14133-14139.
- Kammerling, R.C. and J.I. Koivula, A preliminary investigation of peridot from Vietnam, *Journal of Gemmology*, vol.24(5), 1995, pp. 355-361.
- Kamran Ali, Kyung-Hyun Choi, Chang Young Kim, Yang Hoi Doh, Jeongdai Jo (2014) Hydrophobicity enhancement of Al₂O₃ thin films deposited on polymeric substrates by Atomic layer deposition with perfluoropropane plasma treatment, *Applied Surface Science* 305 (2014) 554-561
- Khung, Y.L., et al., Formation of stable Si-O-C submonolayers on hydrogen-terminated silicon (111) under low-temperature conditions. *Beilstein journal of nanotechnology*, vol.6(1), 2015, pp. 19-26.
- Klopprogge, J. T., Duong, L. V., Wood, B. J., & Frost, R. L. (2006). XPS study of the major minerals in bauxite: gibbsite, bayerite and (pseudo-) boehmite. *Journal of colloid and interface Science*, 296(2), 572-576.
- Koo, J., Kim, S., Jeon, S., Jeon, H., Won, Y., & Kim, Y. (2006). Characteristics of Al₂O₃ thin films deposited using dimethylaluminum isopropoxide and trimethylaluminum precursors by the plasma-enhanced atomic-layer deposition method. *Journal of the Korean Physical Society*, 48(1), 131-136.
- Krumpolec, R., et al., Surface chemistry and initial growth of Al₂O₃ on plasma modified PTFE studied by ALD. *Surfaces and Interfaces*, vol.6, 2017, pp. 223-228.

- Kumar, P., et al., Optical properties of Al₂O₃ thin films grown by atomic layer deposition. *Applied optics*, vol.48(28), 2009, pp. 5407-5412.
- Kurt Nassau (1981) Artificially induced color in Amethyst-Citrine Quartz, *Gems & Gemology*, Spring 1981 (37-39)
- Latsunskyi, I., Kempniński, M., Jancelewicz, M., Zatecki, K., Jurga, S., & Smyntyna, V. (2015). Structural and XPS characterization of ALD Al₂O₃ coated porous silicon. *Vacuum*, 113, 52-58.
- Lee, S., & Jeon, H. (2007). Characteristics of an Al₂O₃ thin film deposited by a plasma enhanced atomic layer deposition method using N₂O plasma. *Electron. Mater. Lett*, 3, 17-21.
- Leskelä, Markku; Ritala, Mikko (2002) Atomic layer deposition (ALD): from precursors to thin film structures, *Thin Solid Films*, Volume 409, Issue 1, 22 April 2002, Pages 138–146
- Levin I. and Brandon D. (1998). "Metastable Alumina Polymorphs: Crystal Structures and Transition Sequences". *Journal of the American Ceramic Society* 81 (8): 1995–2012. doi:10.1111/j.1151-2916.1998.tb02581.x
- Li, H. Y., Liu, Y. F., Duan, Y., Yang, Y. Q., & Lu, Y. N. (2015). Method for aluminum oxide thin films prepared through low temperature atomic layer deposition for encapsulating organic electroluminescent devices. *Materials*, 8(2), 600-610.
- Lim, J. W., & Yun, S. J. (2004). Electrical properties of alumina films by plasma-enhanced atomic layer deposition. *Electrochemical and solid-state letters*, 7(8), F45-F48.
- Luda Wang, Jonathan J. Travis, Andrew S. Cavanagh, Xinghui Liu, Steven P. Koenig, Pinshane Y. Huang, Steven M. George, and J. Scott Bunch, (2012) Ultrathin Oxide Films by Atomic Layer Deposition on Graphene, *Nano Lett.*, 2012, 12 (7), pp 3706–3710 DOI: 10.1021/nl3014956
- Markku Leskelä, Mikko Ritala, (2002) Atomic layer deposition (ALD): from precursors to thin film structures, *Thin Solid Films*, Volume 409, Issue 1, 22 April 2002, Pages 138–146
- Mark Liccini (2014), Treating Quartz to Create Color, <http://www.gemsociety.org/article/treating-quartz-color/>
- Nayak, P.K., Caraveo-Frescas, J.A., Wang, Z., Hedhill, M.N., Wang, Q.X., & Alshareef, H.N., Thin Film Complementary Metal Oxide Semiconductor (CMOS) Device Using a Single-Step Deposition of the Channel Layer, *Scientific Reports* volume 4, Article number: 4672 (2014)

- Oili M.E. Ylivaara, Xuwen Liu, Lauri Kilpi, JussiLyytinen, Dieter Schneider, Jaakko Julin, Saima Ali, Maria Berdova, EeroHaimi, Helena Ronkainen, Harri Lipsanen, Jari Koskinen, Simo-Pekka Hannula, MikkoLaitinen, Timo Sajavaara, Riikka L. Puurunen, (2014) Aluminum oxide from trimethylaluminum and water by atomic layer deposition: The temperature dependence of residual stress, elastic modulus, hardness and adhesion, *Thin Solid Films* 552 (2014) 124–135
- Özbilen, S., A. Ünal, and T. Sheppard, Influence of atomizing gases on the oxide-film morphology and thickness of aluminum powders. *Oxidation of Metals*, vol.53(1-2), 2000, pp. 1-23.
- Panitchakan, H., and P. Limsuwan., Characterization of Aluminum Oxide Films Deposited on Al₂O₃-TiC by RF Diode Sputtering, *Procedia Engineering* 32, (2012), 902-908.
- Payling, R. and P. Larkins, *Optical emission lines of the elements*, John Wiley & Sons, 2001.
- Post, P., et al., Characterization and applications of nanoparticles modified in-flight with silica or silica-organic coatings. *Nanomaterials*, vol.8(7), 2018, pp. 530.
- Potts, S.E., et al., Plasma-enhanced and thermal atomic layer deposition of Al₂O₃ using dimethylaluminum isopropoxide, [Al (CH₃)₂ (μ-O i Pr)]₂, as an alternative aluminum precursor. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 30(2), 2012, pp. 021505.
- Philip, A., Preparation and characterization of high k aluminum oxide thin films by atomic layer deposition for gate dielectric applications, 2011.
- Profijt, H. B.; van de Sanden, M. C. M. and . Kessels, W. M. M (2013) Substrate-biasing during plasma-assisted atomic layer deposition to tailor metal-oxide thin film growth, *J. Vac. Sci. Technol. A* 31, 01A106 (2013); <http://dx.doi.org/10.1116/1.4756906>
- Ren-Wu, Z., et al., Reactive oxygen species in plasma against E. coli cells survival rate. *Chinese Physics B*, vol.24(8), 2015, pp. 085201.
- Rezaei, F., Abbasi-Firouzjah, M., & Shokri, B. (2014). Investigation of antibacterial and wettability behaviours of plasma-modified PMMA films for application in ophthalmology. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 47(8), 085401.
- Rheinheimer, V., et al., XPS study on the stability and transformation of hydrate and carbonate phases within MgO systems. *Materials*, vol.10(1), 2017, pp. 75.
- Smyth., J.R., Quartz, Adopt-a-Mineral Project Example Paper.
- Tavangarian, F. and R. Emadi, Synthesis of pure nanocrystalline magnesium silicate powder. *Ceramics-Silikaty*, vol.54(2), 2010, pp. 122-127.

- Terni Hirvikorpi, Mika Vähä-Nissi, Tuomas Mustonen, Eero Iiskola, Maarit Karppinen, (2010) Atomic layer deposited aluminum oxide barrier coatings for packaging materials, *Thin Solid Films* 518 (2010) 2654–2658
- TheQuartzPage (2014) Citrine, <http://www.quartzpage.de/citrine.html>
- Thuyet, N.T.M., et al., Peridot from the central highlands of Vietnam: properties, origin, and formation, *Gems & Gemology*, vol.52(3), 2016.
- Tomsia, A.P. and A.M. Glaeser, *Ceramic microstructures: control at the atomic level*, Springer Science & Business Media, 2012.
- Tuschel, D. (2017). Why Are the Raman Spectra of Crystalline and Amorphous Solids Different?
- Verdier, S., El Ouatani, L., Dedryvere, R., Bonhomme, F., Biensan, P., & Gonbeau, D., XPS study on Al₂O₃-and AlPO₄-coated LiCoO₂ cathode material for high-capacity Li ion batteries, *Journal of The Electrochemical Society*, 154(12), (2007), A1088-A1099.
- Wallin, E. (2008). *Alumina Thin Films: From Computer Calculations to Cutting Tools* (Doctoral dissertation, Linköping University Electronic Press).
- Wagner, C. D., **Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy: A Reference Book of Standard Data for Use in X-ray Photoelectron Spectroscopy**, Perkin-Elmer, 1979
- Wang, L. C., Han, Y. Y., Yang, K. C., Chen, M. J., Lin, H. C., Lin, C. K., & Hsu, Y. T., Hydrophilic/hydrophobic surface of Al₂O₃ thin films grown by thermal and plasma-enhanced atomic layer deposition on plasticized polyvinyl chloride (PVC), *Surface and Coatings Technology*, 305, (2016), 158-164.
- Wei, Y., Liu, H., Sheng, O., Liu, Z., Chen, S., & Yang, L. (2011). Laser damage properties of TiO₂/Al₂O₃ thin films grown by atomic layer deposition. *Applied optics*, 50(24), 4720-4727.
- Wikipedia (2014) , ALD, http://en.wikipedia.org/wiki/Atomic_layer_deposition
- Yan-Qiang Cao, Zheng-Yi Cao, Xin Li, Di Wu, Ai-Dong Li (2014) A facile way to deposit conformal Al₂O₃Thin film on pristine grapheme by atomic layer deposition, *Applied Surface Science* 291 (2014) 78– 82
- Zemlyanov, D., et al., In situ XPS study of Pd (1 1 1) oxidation. Part 1: 2D oxide formation in 10– 3 mbar O₂, *Surface Science*, vol.600(5), 2006, pp. 983-994.
- Zhang, J., et al., Novel low-firing forsterite-based microwave dielectric for LTCC applications. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.99(4), 2016, pp. 1122-1124.
- Zhang, T., et al., Influence of reaction with Xe F₂ on surface adhesion of Al and Al₂O₃ surfaces. *Applied physics letters*, vol.93(14), 2008, pp. 141905.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก การทดลองระบบการเคลือบ PE-ALD

การศึกษาองค์ประกอบธาตุของผิวฟิล์มอลูมินา (Al_2O_3) ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photo electron spectroscopy : XPS)

การทดลองบนกระจกสไลด์โดยการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยกระบวนการ PEALD โดยมีเงื่อนไขการเคลือบ ดังตารางที่ 1

การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มบางอลูมินาที่ทำการทดสอบเคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy หรือ XPS ขึ้นงานกระจกมีเงื่อนไขการเคลือบจำนวน 1200 รอบ ที่อุณหภูมิ 100 และ 150 องศาเซลเซียส ด้วยการควบคุมการไหลของก๊าซ 2 แบบได้แก่

แบบที่ 1 TMA 2 วินาที Ar 3 วินาที และ O 5 วินาที (เงื่อนไขที่ 1 เปิดพลาสมาตลอดเวลา และเงื่อนไขที่ 2 เปิดเฉพาะพลาสมาออกซิเจน ดังในตารางที่ 1)

แบบที่ 2 TMA 2 วินาที Ar 1 วินาที และ O 4 วินาที (เงื่อนไขที่ 3 เปิดพลาสมาตลอดเวลา และเงื่อนไขที่ 4 เปิดเฉพาะพลาสมาออกซิเจน ดังในตารางที่ 1)

และ เงื่อนไขที่ 5 จำนวนรอบ 400 รอบ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และเปิดเฉพาะพลาสมาออกซิเจน

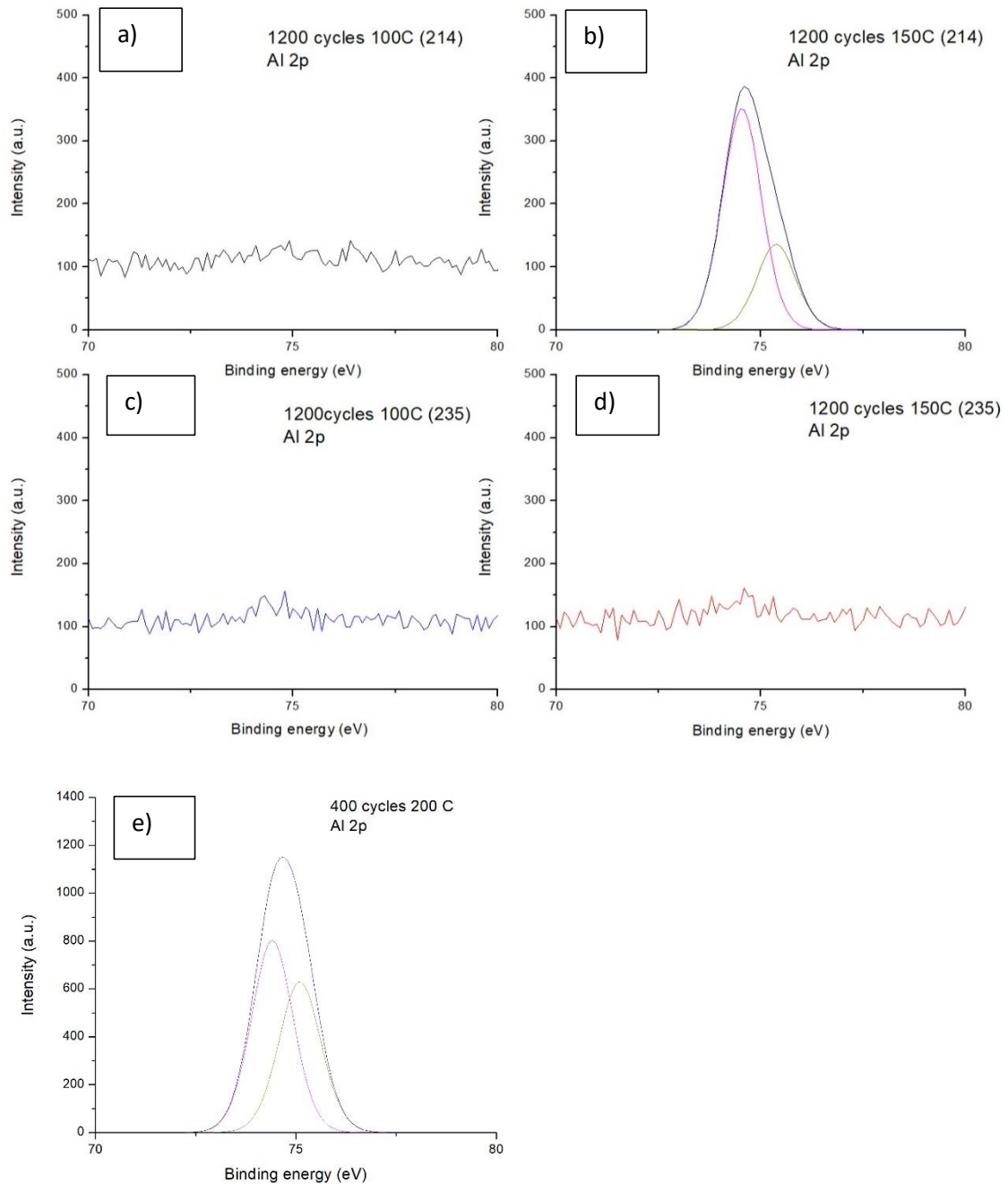
ตารางที่ 1 เงื่อนไขในการเคลือบ กระจกสไลด์

	เงื่อนไขในการเคลือบ		ระยะเวลาการไหลของก๊าซ (s)			พลาสมา เปิด/ปิด
	จำนวนรอบ (cycles)	อุณหภูมิในการ เคลือบ ($^{\circ}C$)	TMA	Ar	O	
เงื่อนไขที่ 1	1200 cycles	100	2	1	4	เปิดพลาสมาตลอด
เงื่อนไขที่ 2	1200 cycles	150	2	1	4	เปิดพลาสมา O_2
เงื่อนไขที่ 3	1200 cycles	100	2	3	5	เปิดพลาสมาตลอด
เงื่อนไขที่ 4	1200 cycles	150	2	3	5	เปิดพลาสมา O_2
เงื่อนไขที่ 5	400 cycles	200	2	3	5	เปิดพลาสมา O_2

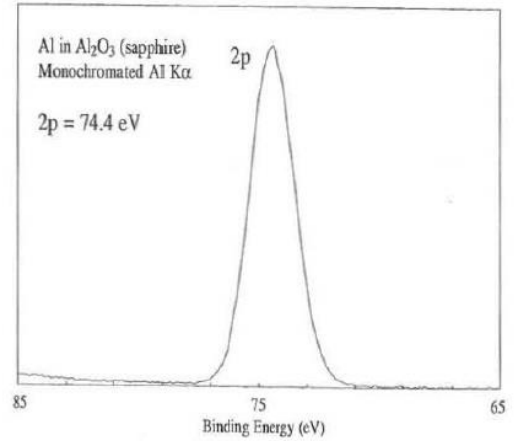
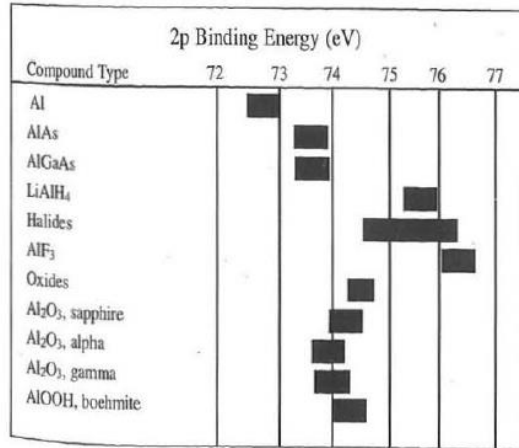
1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของ Al


รูปที่ 1 พบการแสดงพันธะของ Al 2p บนผิวฟิล์ม ตำแหน่งพีคที่ 74 eV คือ Al-O ใน Al_2O_3 , ตำแหน่งพีคที่ 75 eV คือ Al ใน $Al(OH)_3$ และที่ตำแหน่ง 76 eV คือ Al ใน $AlO(OH)$ [Gougousi, T(2005)]. ซึ่งพบพันธะ Al 2p บนชิ้นงานการเคลือบบนกระจกสไลด์ที่อุณหภูมิ 150 C จำนวนการเคลือบ

1200 รอบ ของเงื่อนไขการเปิดพลาสมาตอนโพลวแก๊สออกซิเจนและที่ขึ้นงานอุณหภูมิ 200 C จำนวน การเคลือบ 400 รอบ ซึ่งเงื่อนไขอุณหภูมิ 200 C จำนวนการเคลือบ 400 รอบเงื่อนไขที่ 5 จากตารางที่ 3 เป็นเงื่อนไขที่พบการเปลี่ยนแปลงด้วยเทคนิครามานจึงทำส่งตรวจด้วยเทคนิค XPS ด้วย การตรวจสอบด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ (XPS) พบว่ายอดที่ตำแหน่ง 74.4 eV แสดงถึง Al ใน Al_2O_3 [Wagner,(1979)] อ้างอิงตามรูปที่ 2



รูปที่ 1 สเปกตรัม XPS ของ Al ของ Al_2O_3 ตามเงื่อนไขการเคลือบที่ 1 ถึง 5 ในตารางที่ 1



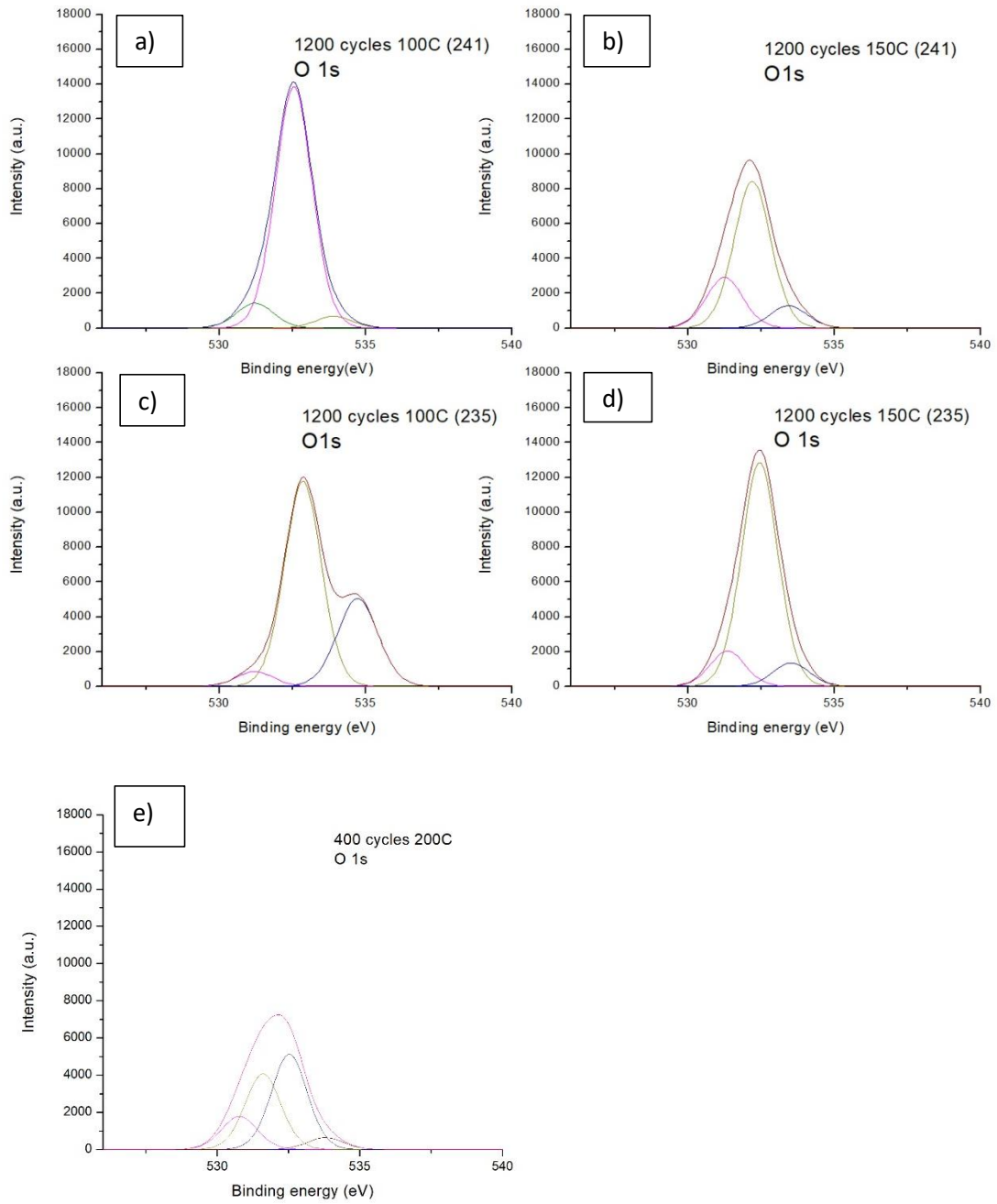
Perkin-Elmer Corporation
Physical Electronics Division 

55

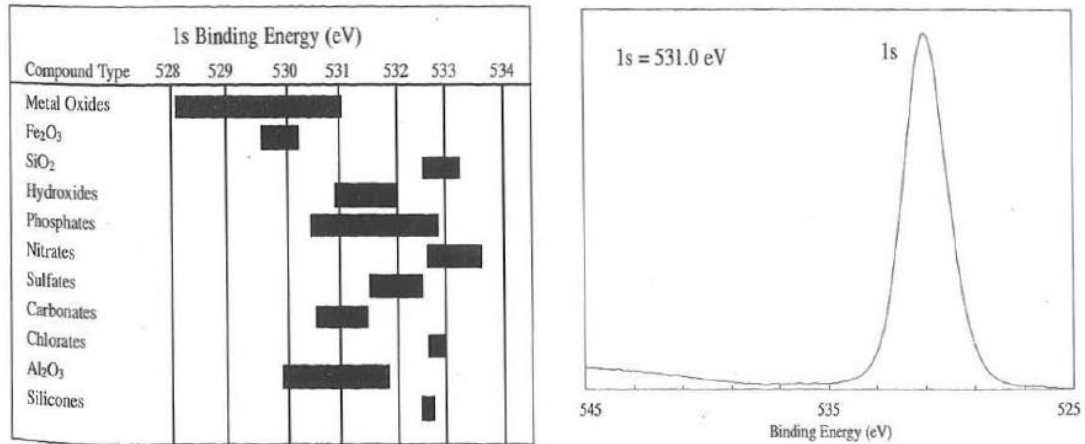
รูปที่ 2 แบบอ้างอิง binding Energy (eV) ของ Aluminium อ้างอิงจาก Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy [Wagner, (1979)]

2 การวิเคราะห์องค์ประกอบของ O

ส่วนออกซิเจน O ในฟิล์มอลูมินานั้นพบตำแหน่งที่ 530.7 eV แสดงถึงพันธะ O กับ Al ใน AlO [Nayak, (2014)] ที่ตำแหน่ง 531.5 eV แสดงถึงพันธะ O กับ Al ใน Al₂O₃ [Wagner, (1979)] ที่ตำแหน่ง 532.5 eV แสดงถึงพันธะ O กับ H แสดงดังรูปที่ 3 อ้างอิงตามรูปที่ 4



รูปที่ 3 สเปกตรัม XPS ของ O ของ Al_2O_3 ตามเงื่อนไขการเคลือบที่ 1 ถึง 5 ในตารางที่ 1



Perkin-Elmer Corporation
Physical Electronics Division



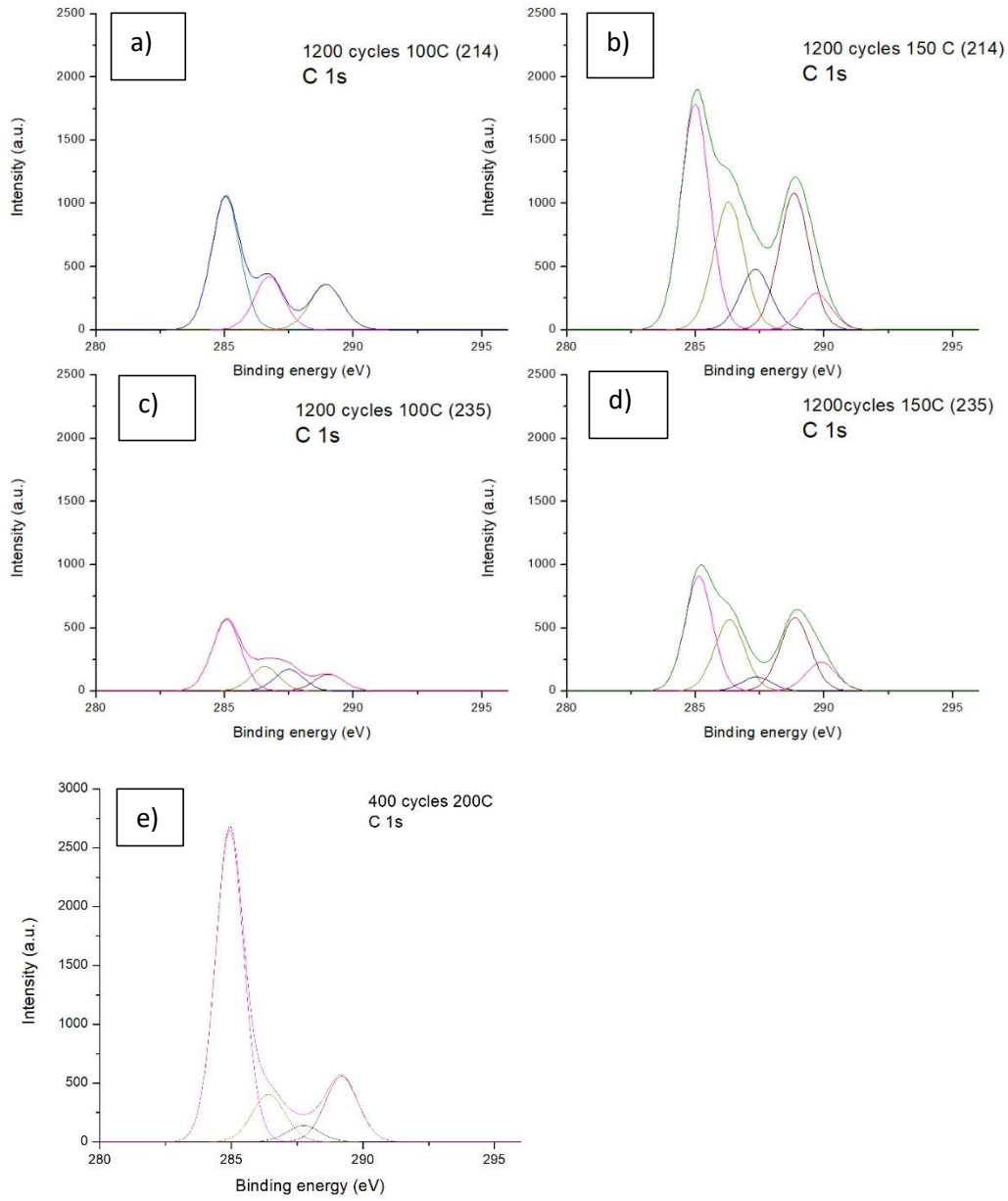
42

รูปที่ 4 อ้างอิง binding energy (eV) ของ Oxygen ; อ้างอิงจาก Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy [[Wagner, (1979)]]

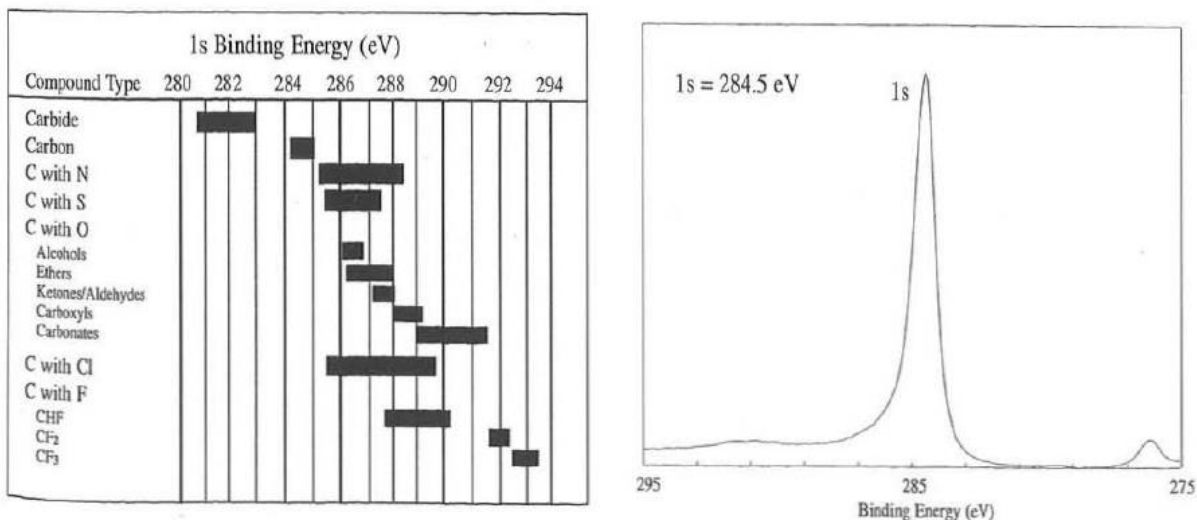
3 การวิเคราะห์องค์ประกอบของ C

ส่วนออกซิเจน C ในฟิล์มอลูมินานั้น วิเคราะห์ อ้างอิงตามรูปที่ 6

พบพันธะ C 1s โดยที่ตำแหน่งพีค 284.7 eV เกิดพันธะระหว่าง C-C และ C-H (คาร์บอนอะตอมใน phenyl ring) , ที่ตำแหน่งพีค 286.6 eV เกิดพันธะระหว่าง C-O , ที่ตำแหน่งพีค 287.7 eV เกิดพันธะระหว่าง C=O และ -COOH (ในกลุ่มคาร์บอน carboxylic) , ที่ตำแหน่งพีค 288.8 eV เกิดพันธะระหว่าง -C-C-, 289 eV เกิดพันธะระหว่าง O=C-O [Edy, R(2013), Ardelean, H(2005)]และที่ตำแหน่งพีค 290 eV เกิดพันธะของ CO₃ [Verdier, S(2007)] แสดงดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 XPS ของ C ของ Al_2O_3 ตามเงื่อนไขการเคลือบที่ 1 ถึง 5 ในตารางที่ 1



รูปที่ 6 อ้างอิง binding energy (eV) ของ Carbon ; อ้างอิงจาก Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy [Wagner, 1979]

สัดส่วนองค์ประกอบโดยน้ำหนักของออกซิเจน คาร์บอน และอลูมิเนียม สำหรับการเคลือบบนกระจกสไลด์ตั้งแต่เงื่อนไขที่ 1 ถึง เงื่อนไขที่ 6 จากเทคนิค Quantification Report ;XPS แสดงดังตารางที่ 2 เมื่อนำคอนดิชันที่ส่ง XPS มาเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์ของธาตุออกซิเจน (O), คาร์บอน (C) และอลูมิเนียม (Al) พบว่า ทุกเงื่อนไขในการเคลือบประกอบด้วยปริมาณคาร์บอน (C) พบบนชิ้นงาน

เงื่อนไขในการเคลือบที่สามารถตรวจพบองค์ประกอบของธาตุอลูมินา มีเพียง 2 เงื่อนไข คือ

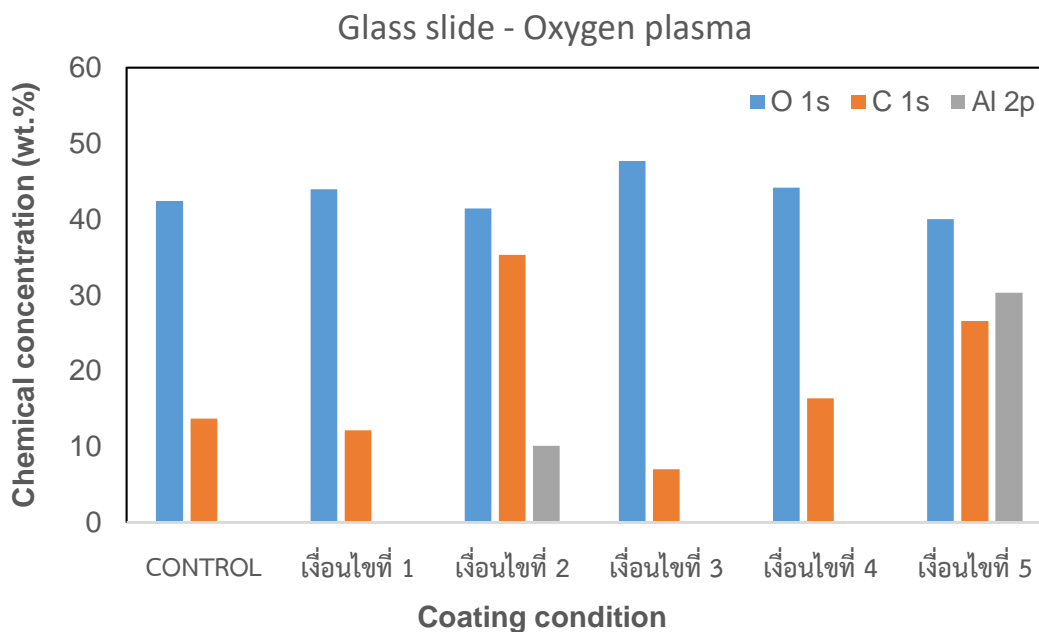
1. เงื่อนไขที่ 5 การเคลือบจำนวน 400 รอบ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และ
2. เงื่อนไขที่ 2 การเคลือบจำนวน 1200 รอบ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

กราฟเปรียบเทียบปริมาณออกซิเจน คาร์บอน และอลูมิเนียมจากเทคนิค Quantification Report ;XPS ซึ่งแต่ละคอนดิชันตั้งแต่ การเคลือบเงื่อนไขที่ 1 ถึง เงื่อนไขที่ 6 แสดงในรูปที่ 7

การคาดการณ์คาร์บอนที่พบประการแรกตามอ้างอิง คือ เกิดจากการล้างแอลกอฮอล์แล้วการอบไล่ด้วยความร้อน ยังไม่สามารถทำได้อย่างมีประสิทธิภาพ[Wagner, 1979] ประการที่สองคาร์บอนที่เกิดจากปฏิกิริยาซึ่งเมื่อเทียบระหว่างคอนดิชัน 400 รอบ และ 1200 รอบ พบว่าที่ 400 รอบ นั้นคาร์บอนมีน้อยกว่า 1200 รอบ เป็นไปได้ว่าเกิดจากการสะสมของของเหลือจากปฏิกิริยาเกิดมากขึ้นตามจำนวนการเคลือบ และเป็นไปได้ว่าที่จำนวน 400 รอบใช้อาร์กอน (Ar) ในการล้างปฏิกิริยาจำนวน 3 วินาที ส่วนที่จำนวนการเคลือบ 1200 รอบ ใช้อาร์กอน (Ar) จำนวน 1 วินาที ทำให้ในจำนวน 1200 รอบนั้นมีคาร์บอนที่มากกว่า

ตารางที่ 2 ตารางเปรียบเทียบสัดส่วนโดยน้ำหนักของออกซิเจน คาร์บอน และอลูมิเนียม สำหรับการเคลือบบนกระจกสไลด์ตั้งแต่เงื่อนไขที่ 1 ถึง เงื่อนไขที่ 6 จากเทคนิค Quantification Report ;XPS

เงื่อนไขการเคลือบ	สัดส่วนองค์ประกอบเคมี (wt.%)		
	O 1s	C 1s	Al 2p
CONTROL	42.39	13.66	0
เงื่อนไขที่ 1	39.97	26.57	30.3
เงื่อนไขที่ 2	43.93	12.13	0
เงื่อนไขที่ 3	41.40	35.27	10.1
เงื่อนไขที่ 4	47.69	6.96	0
เงื่อนไขที่ 5	44.11	16.36	0



รูปที่ 7 กราฟเปรียบเทียบปริมาณออกซิเจน คาร์บอน และอลูมิเนียมจากเทคนิค Quantification Report ;XPS ซึ่งแต่ละคอนดิชันตั้งแต่ การเคลือบเงื่อนไขที่ 1 ถึง เงื่อนไขที่ 6

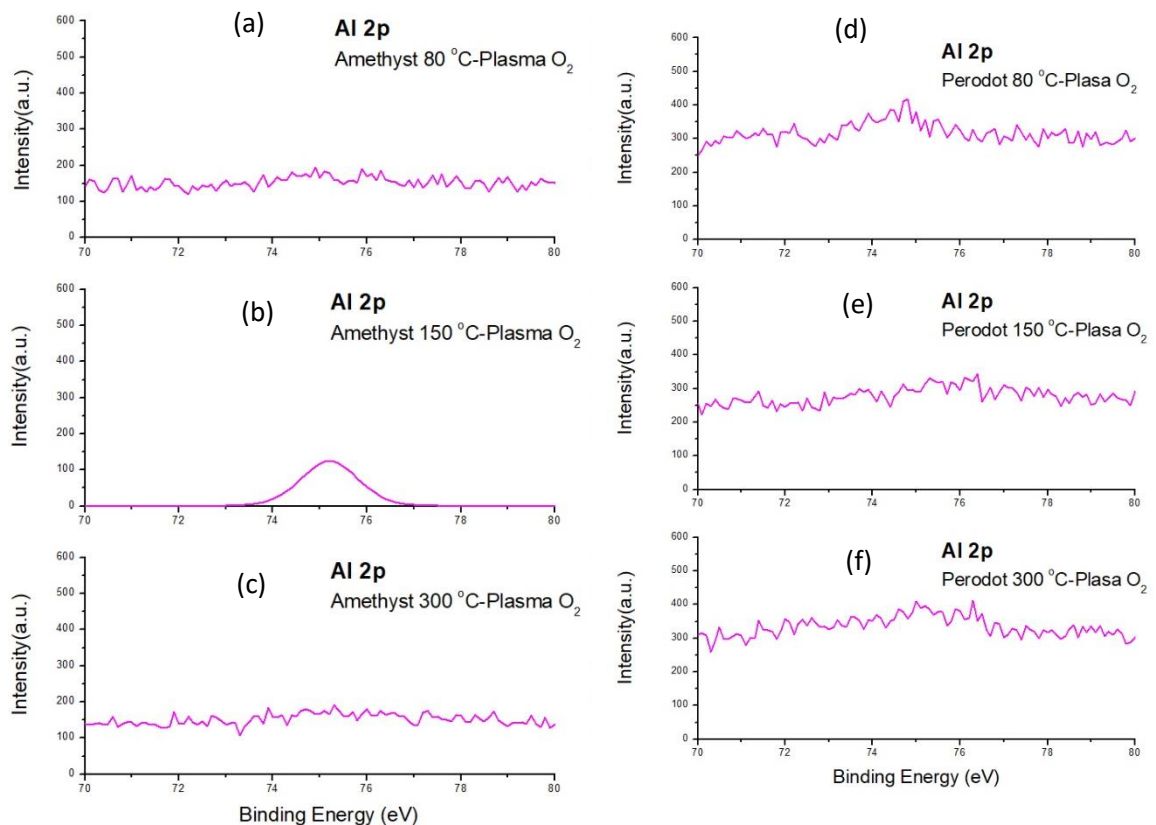
ภาคผนวก ข ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2

การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค PEALD บน Amethyst และ Peridot โดยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

1. การศึกษาองค์ประกอบธาตุของฟิล์มอลูมินา (X-ray photo electron spectroscopy : XPS)

การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มด้วยเทคนิค XPS ทั้งตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst และ Peridot โดย พลาสมา น้ำ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

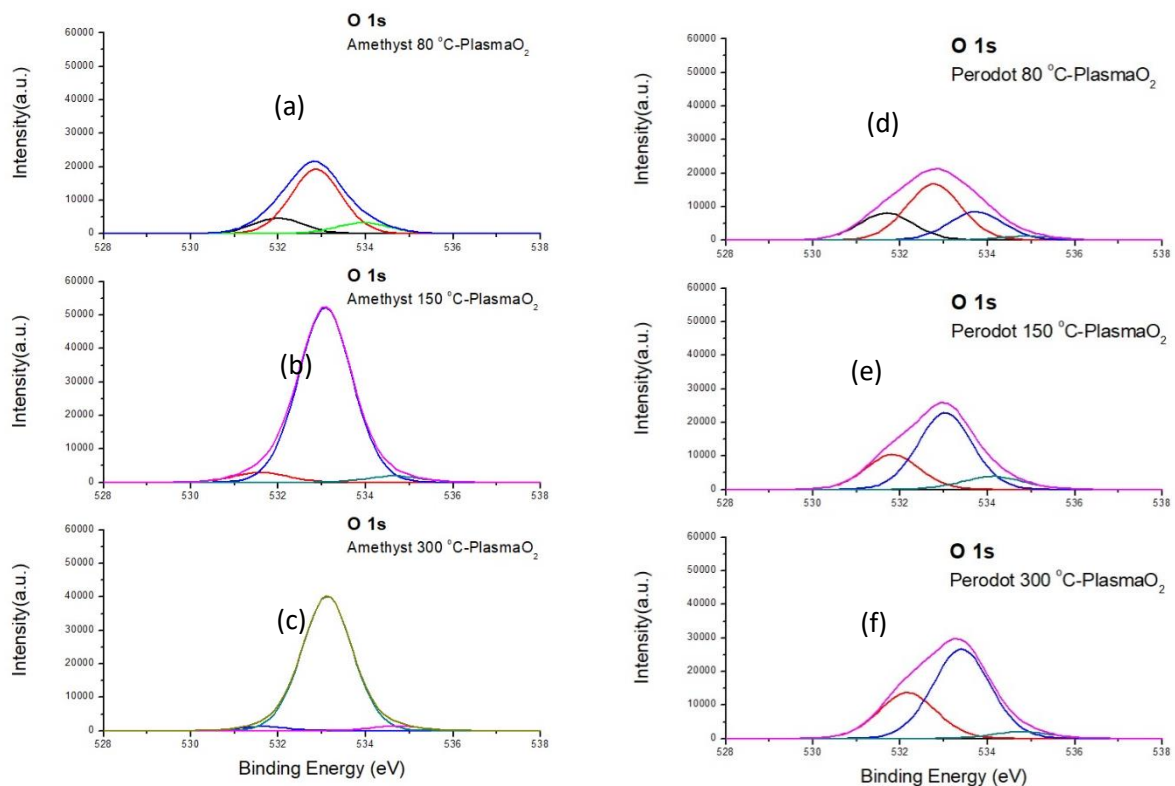
สเปกตรัมของ Al 2p ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่พีกระดับพลังงาน 74 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al-O ใน Al_2O_3 และที่พีกระดับพลังงาน 75 บอกลักษณะพันธะของ Al ใน $Al(OH)_3$ [Gougousi, T(2005); Anu, P(2011) ; Koo, J. (2006)] พบในตัวอย่าง amethyst และ peridot เงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส พบสเปกตรัมของ Al 2p ในตัวอย่าง Amethyst เท่านั้น แสดงดังรูปที่ 1



รูปที่ 1 รูปแสดงสเปกตรัมของ Al 2p พลอยเนื้ออ่อน ชนิด (a-c) อเมทิส และ (d-f) peridot ที่อุณหภูมิ การเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน

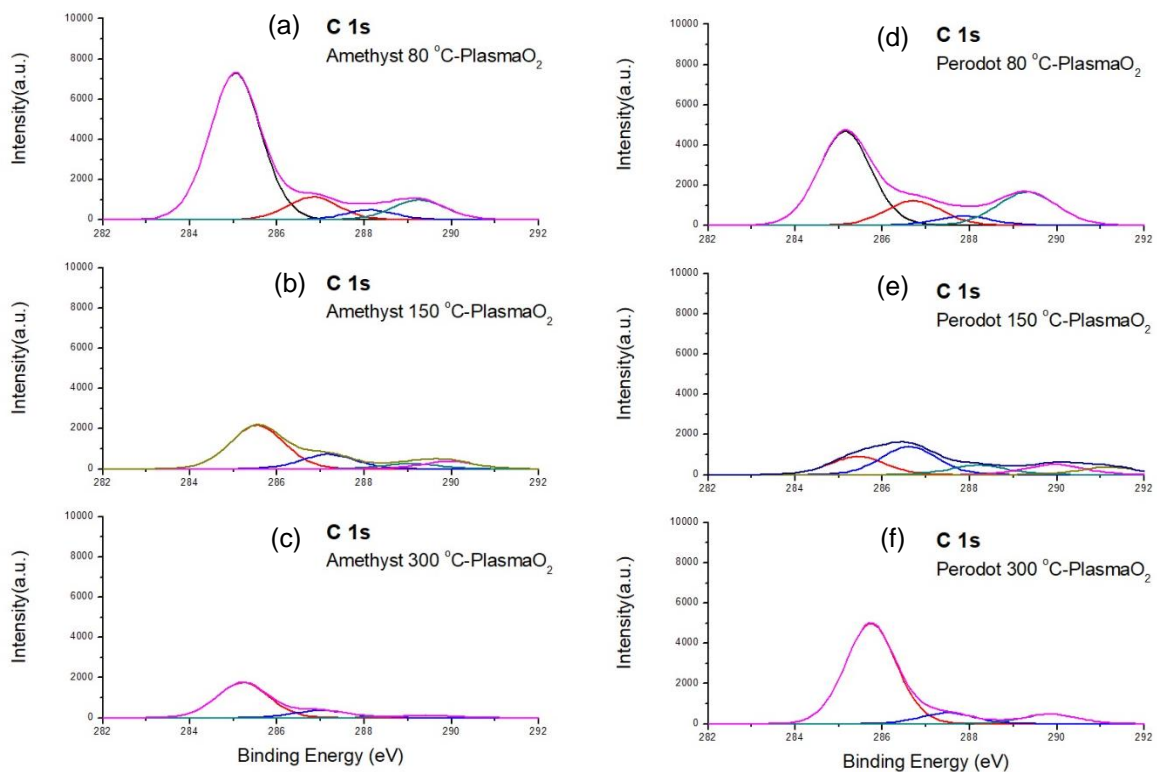
สเปกตรัมของ O 1s ความเข้มข้นที่ระดับพลังงาน 530.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O ของ AlOOH, ที่ระดับพลังงาน 531-531.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C=O, ที่ระดับพลังงาน 532.3-532.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O-C, ที่ระดับพลังงาน 533.5-533.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-O- และที่ระดับพลังงาน 534-534.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะกลุ่ม OH- [Edy, R (2013)- Ardelean, H(2005)- Iatsunskyi, I (2015)- Klopogge, J(2006)- Cimalla, V(2014)] แสดงดังรูปที่ 2 ซึ่งเมื่อวิเคราะห์จากรูป Al 2p และ O 1s ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

ทั้งเงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน เมื่ออุณหภูมิลดลงอัตราส่วน Al 2p และ O 1s ก็มีแนวโน้มลดลงตามด้วย โดยอุณหภูมิที่ต่ำลงโมเลกุลของออกซิเจนจะมีผลต่อการรวมตัว (Oxidizing) กับสารระเหยอลูมิเนียม และการลดลงของอุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานเห็นได้ชัดยกตัวอย่างระหว่างรูปที่ 4 e) และ f) การเปลี่ยนแปลงลักษณะนี้เป็นเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของฟิล์ม Al₂O₃ [Haeberle, J(2013)]



รูปที่ 2 รูปแสดงสเปกตรัมของ O 1s พลอยเนื้ออ่อนชนิด (a-c) อเมทิส และ (d-f) peridot ที่อุณหภูมิ การเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วย พลาสมาออกซิเจน

ส่วนสเปกตรัมของ C 1s ความเข้มข้นของพิกที่ระดับพลังงาน 284.1-284.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-C, ที่ระดับพลังงาน 285 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-OH, ที่ระดับพลังงาน 286.1-286.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-O, ที่ระดับพลังงาน 287.0-287.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C=O และ-COOH, ที่ระดับพลังงาน 288.1-288.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ-C-C- and 289-289.8 บอกลักษณะของพันธะ O=C-O [Edy, R (2013)- Ardelean, H(2005)- Iatsunskyi, I (2015)- Klopogge, J(2006)] แสดงดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 รูปแสดงสเปกตรัมของ C 1s พลอยเนื้ออ่อนชนิด (a-c) อเมทิส และ (d-f) peridot ที่อุณหภูมิ การเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน

คาร์บอนเป็นสิ่งอีกหนึ่งที่หลีกเลี่ยงไม่ได้ในปฏิกิริยาเคลือบฟิล์มอลูมินา เกิดจากระหว่างตัวสารตั้งต้น TMA : $Al(CH_3)_3$ ทำปฏิกิริยากับพลาสมาออกซิเจนในหมู่ OH ทำให้พิกคาร์บอนที่เกิดขึ้นนั้นอาจจับกับ C-O, C=O และ -COOH เป็นต้น ซึ่งจะเห็นว่ารูปที่ 3 แสดงแนวโน้มคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิ ลดลง ซึ่งสัมพันธ์กันกับตารางที่ 1 และ 2 แสดงองค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มซึ่งเป็นอีกวิธีหนึ่งจากเทคนิค XPS

พบว่าก่อนการเคลือบเปอร์เซ็นต์ของปริมาณคาร์บอนอยู่ที่ 40-42 % การเคลือบที่เงื่อนไข พลาสมาออกซิเจน เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโดยที่อุณหภูมิ 150 และ 300 องศาเซลเซียส เปอร์เซ็นต์ของ

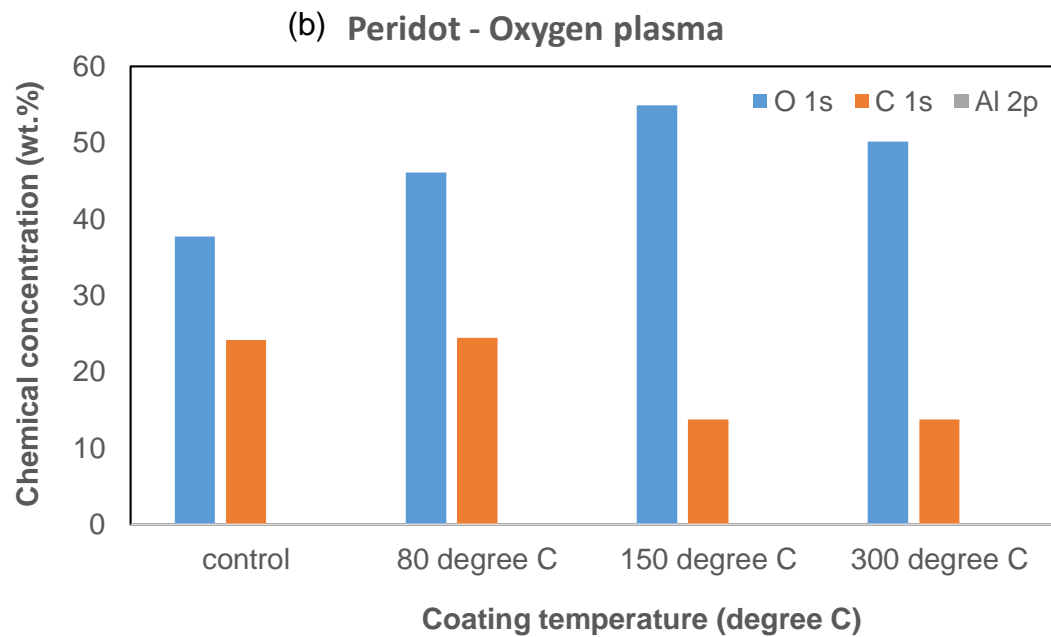
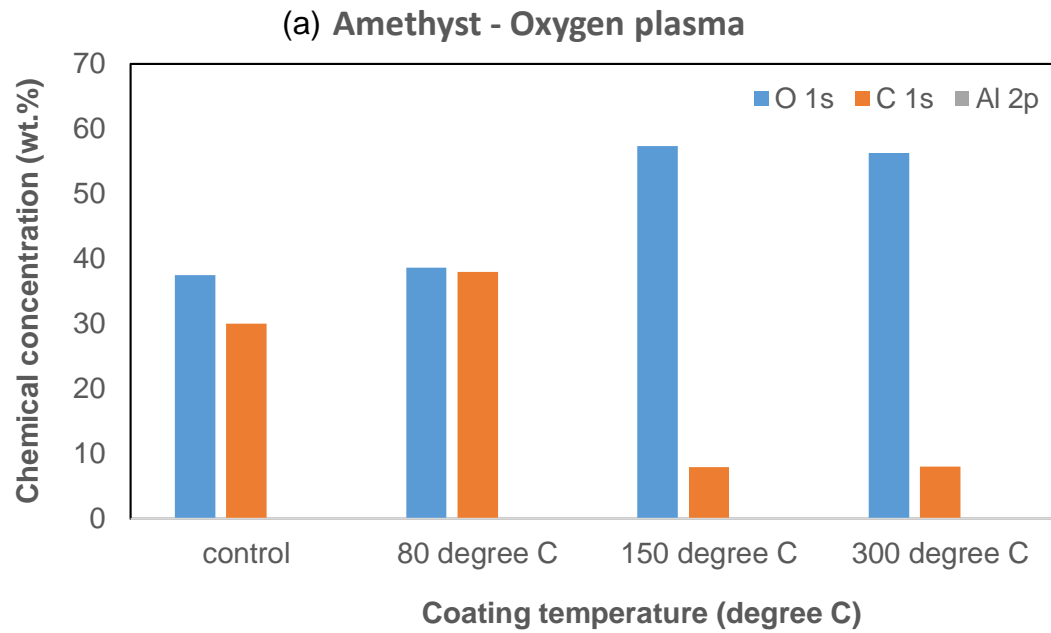
ปริมาณออกซิเจนจะเพิ่มขึ้นจาก 38.62 % เป็น 57.38-56.26 % และเปอร์เซ็นต์ของปริมาณคาร์บอนลดลงจาก 37.99 % เหลือ 8.05 %

ตารางที่ 1 แสดงค่าปริมาณ(Mass concentration (%)) ที่ตรวจพบบนฟิล์มที่เคลือบลงบนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิส

Mass concentration %	O 1s	N 1s	Ca 2p	C 1s	Si 2p	Al 2p
Amethyst (control1)	38.87	1.13	0	31.42	28.59	0
Amethyst (control2)	36.16	0	0	28.56	35.28	0
Amethyst-80°C (PlasmaO ₂)	38.62	1.3	1.81	37.99	20.28	0
Amethyst-150°C (PlasmaO ₂)	57.38	0	0	7.92	34.71	0
Amethyst-300°C (PlasmaO ₂)	56.26	0	0	8.05	35.69	0

ตารางที่ 2 แสดงค่าปริมาณ(Mass concentration (%)) ที่ตรวจพบบนฟิล์มที่เคลือบลงบนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโด

Mass concentration %	O 1s	N 1s	Ca 2p	C 1s	Si 2p	Al 2p	Fe 2p	Mg 2p
Peridot (control1)	36.07	0	6.46	20.87	20.08	0	5.43	11.1
Peridot (control2)	39.31	0	3.22	27.51	24.27	0	0	5.70
Peridot-80°C (PlasmaO ₂)	46.12	2.13	0	24.45	18.25	0	0	9.05
Peridot-150°C(PlasmaO ₂)	54.89	0	0	13.71	22.97	0	0	8.43
Peridot-300°C(PlasmaO ₂)	50.18	0	0	13.71	27.14	0	0	8.98



รูปที่ 4 องค์ประกอบของฟิล์มบางที่เคลือบบนพื้นผิวพลอยเนื้ออ่อน ชนิด (a) อเมทิส และ (b) peridot ที่ผ่านการเคลือบอุณหภูมิการเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน

2 การศึกษาผิวฟิล์มบนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนทดสอบเคลือบฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสติกมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

จากตารางที่ 3 แสดงองค์ประกอบทางเคมีที่ศึกษาด้วยเทคนิค SEM-EDS ของพลอยชนิด อเมทิส และ เพอริโด ตามลำดับ โดยองค์ประกอบหลักในพลอยชนิด amethyst คือ Si และ O และองค์ประกอบหลักในพลอยชนิด peridot คือ Si, O, Mg และ Fe [Giibelin, E. (1981)]

ตารางที่ 3 องค์ประกอบทางเคมีของผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพอริโด

		องค์ประกอบเคมี (wt.%)				
Coating Condition		O	Si	C	Mg	Fe
Amethyst	control	42.8	57.2	0		
	80 °C	51.3	44.2	4.41		
	150 °C	48.1	46.9	5.04		
	300 °C	43.1	50.6	6.34		
Peridot	control	36	21	6.68	29.1	7.2
	80 °C	36.2	20.2	5.81	29.8	8.02
	150 °C	35.4	20.9	4.91	31.3	7.48
	300 °C	37.6	22.5	0	31.3	8.59

3 ข้อมูลแสดงค่าความแข็งจากการวัดความแข็งแบบ Vicker's microhardness test

ตารางที่ 4 ตารางแสดงค่าความแข็งแบบ Vicker ของอะเมทิส ก่อนและหลังการเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ

		ค่าความแข็งแบบ Vickers (Hv)			
Plasma-O2		ก่อนเคลือบ	หลังการเคลือบด้วยเงื่อนไขต่างๆ อุณหภูมิในการเคลือบ (°C)		
อเมทิส			after-80C	after-150C	after-300C
code			AM-01	AM-02	AM-03
	1	1082.74	1129.6	1417.6	1417.6
	2	1223.64	1076.5	1235.7	1623.5
	3	925.02	1129.6	1129.6	1586.2
	4	992.46	1198.7	1210.9	1481.6
	5	1069.12	1198.7	1328.9	1433.2
Average		1058.596	1146.62	1264.54	1508.42
STDEV		111.9707	52.251383	111.22879	92.085243

ตารางที่ 5 ตารางแสดงค่าความแข็งแบบ Vickers ของเพอริโตก่อนและหลังการเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ

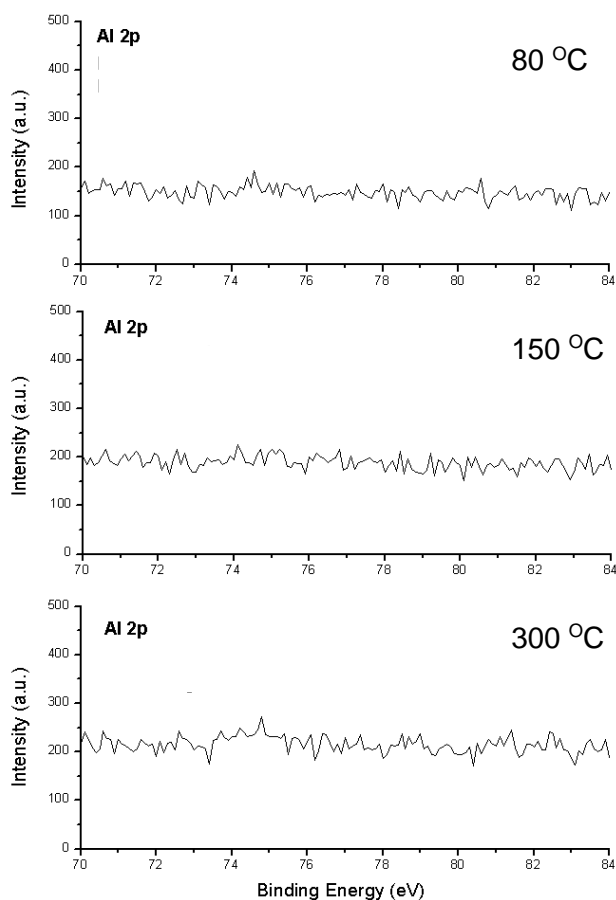
		ค่าความแข็งแบบ Vickers (Hv)			
Plasma-O2		ก่อนเคลือบ	หลังการเคลือบด้วยเงื่อนไขต่างๆ อุณหภูมิในการเคลือบ (°C)		
เพอริโต			after-80 °C	after-150 °C	after-300 °C
Code			PdT-01	PdT-02	PdT-03
	1	1062.94	1198.7	1301.3	1515.3
	2	1064.88	1175	1328.9	1498.3
	3	1063.1	1046.4	1186.8	1465.2
	4	1080.76	1027	1328.9	1586.2
	5	1034.72	1036.6	1163.4	1417.6
Average		1061.28	1096.74	1261.86	1496.52
STDEV		16.61274	82.968476	80.424828	62.465326

ภาคผนวก ค ข้อมูล XPS การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2 ผลรายงานการวิเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค XPS เมื่อเคลือบฟิล์มบาง บนแผ่นซิลิกอน

จากการเคลือบตัวอย่างซิลิกอน ในการทดลองชุดที่ 2 (ดังแสดงในบทที่ 3) ร่วมกับชิ้นงานเพอริโดและชิ้นงานอเมทิส ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ แสดงเงื่อนไขการเคลือบทั้ง 6 เงื่อนไข

การวิเคราะห์ธาตุ Al

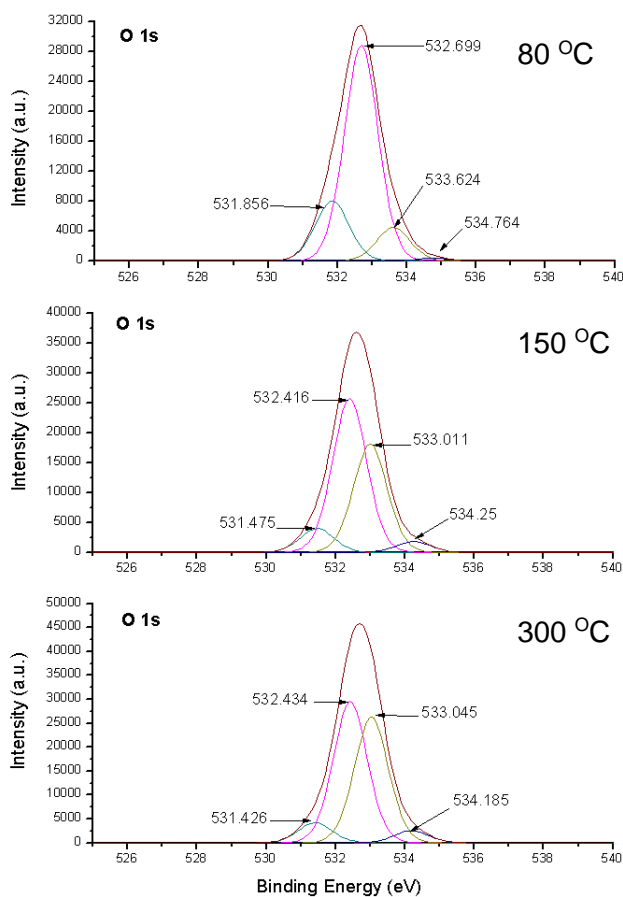
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มบางอลูมินาที่เคลือบลงบนตัวอย่างซิลิกอนสเปกตรัมของ Al 2p ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่พีกระดับพลังงาน 74 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะพันธะของ Al-O ใน Al_2O_3 [Koo (2006); Potts (2012); Gougousi (2005)] และที่พีกระดับพลังงาน 75 บอถึงลักษณะพันธะของ Al ใน $\text{Al}(\text{OH})_3$



รูปที่ 1 สเปกตรัมของ Al 2p ที่อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 °C ด้วยการใช้ออกซิเจนพลาสมา

การวิเคราะห์ธาตุ O

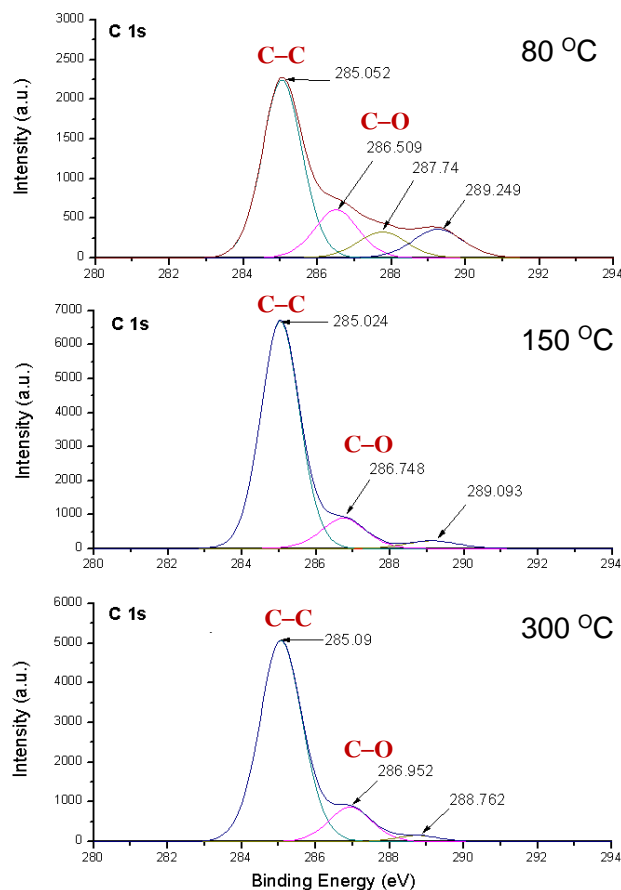
สเปกตรัมของ O 1s แสดงดังรูปที่ 2 แสดงความเข้มข้นที่ระดับพลังงาน 530.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O ของ ALOOH, ที่ระดับพลังงาน 531.4-532.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C=O, ที่ระดับพลังงาน 532.3-532.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O-C, ที่ระดับพลังงาน 533.0-534.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-O- และที่ระดับพลังงาน 534-534.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะกลุ่ม OH- [Edy (2013); Ardelean (2005); Iatsunskyi (2015); Klopogge (2006); Cimalla (2014)]



รูปที่ 2 สเปกตรัมของ O 1s ที่อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 °C ด้วยการใช้อุปกรณ์ XPS

การวิเคราะห์ธาตุ C

ส่วนสเปกตรัมของ C 1s แสดงดังรูปที่ 3 แสดงความเข้มข้นของพีคที่ระดับพลังงานประมาณ 284.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-C, ที่ระดับพลังงาน 285 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-OH, ที่ระดับพลังงาน 285.8-286.2 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-O, ที่ระดับพลังงาน 287.0-287.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C=O และ-COOH, ที่ระดับพลังงาน 288.1-288.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-C- and 288.4-289.05 บอกลักษณะของพันธะ O=C-O [Edy (2013); Ardelean (2005); Iatsunskiy (2015)]



รูปที่ 3 สเปกตรัมของ C 1s ที่อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 °C ด้วยการใช้อุปกรณ์ XPS

ปริมาณธาตุที่ตรวจพบจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS แสดงดังตารางที่ 1 ซึ่งพบว่าไม่สามารถตรวจพบปริมาณธาตุอลูมิเนียม(Al) บนฟิล์มบางได้

ตารางที่ 1 สัดส่วนของปริมาณธาตุ (Mass concentration (%)) ที่พบบนผิวฟิล์มบางอลูมินาชั้นงานตัวอย่างซิลิกอน เมื่อเคลือบด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นจำนวน 800 รอบ ด้วยการใช้พลาสมาออกซิเจน

Substrate	อุณหภูมิการเคลือบ	องค์ประกอบเคมี (wt.%)				
		O 1s	N 1s	C 1s	Si 2p	Al 2p
Silicon-control	CONTROL	29.28	0	5.43	65.29	0
	80 °C	31.74	0.65	7.07	60.54	0
	150 °C	30.32	0	12.07	57.61	0
	300 °C	32.96	0	9.18	57.86	0

ภาคผนวก ง ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3

การเคลือบ กระจกสไลด์และโรสควอตซ์ ด้วยพลาสมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส และ จำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ

1 การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของผิวฟิล์มอลูมินา (Al_2O_3) ที่เคลือบบนชิ้นงานด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโคปี (X-ray photo electron spectroscopy : XPS)

จากการศึกษาด้วยเทคนิค XPS พบว่าฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ทั้งบนกระจกสไลด์และโรสควอตซ์ด้วยจำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มที่สังเคราะห์นั้นประกอบด้วยองค์ประกอบของธาตุ Al, O และ C

ก. การวิเคราะห์ธาตุ Al

กราฟแสดงผลการตรวจวิเคราะห์ของสเปกตรัมของ Al 2p ตามเงื่อนไขการเคลือบอุณหภูมิในการเคลือบ 150 และ 200 องศาเซลเซียส ในรูปที่ 1 และ รูปที่ 2 ของชิ้นงานกระจกสไลด์และโรสควอตซ์ ตามลำดับ

ความเข้มข้นส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 74 eV ซึ่งเป็นลักษณะของ Al เกิดพันธะกับ O ของฟิล์มอลูมินา ที่ระดับพลังงาน 75 eV ซึ่งเป็นลักษณะของ Al ใน $Al(OH)_3$ และที่ระดับพลังงาน 76 eV เป็นลักษณะของ Al ใน $AlO(OH)$ [Gougousi, T, (2005)] โดยการสังเคราะห์ฟิล์มจำนวน 400 รอบ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส และจำนวน 600 รอบ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ไม่พบสเปกตรัมของ Al 2p

ข. การวิเคราะห์ธาตุ O

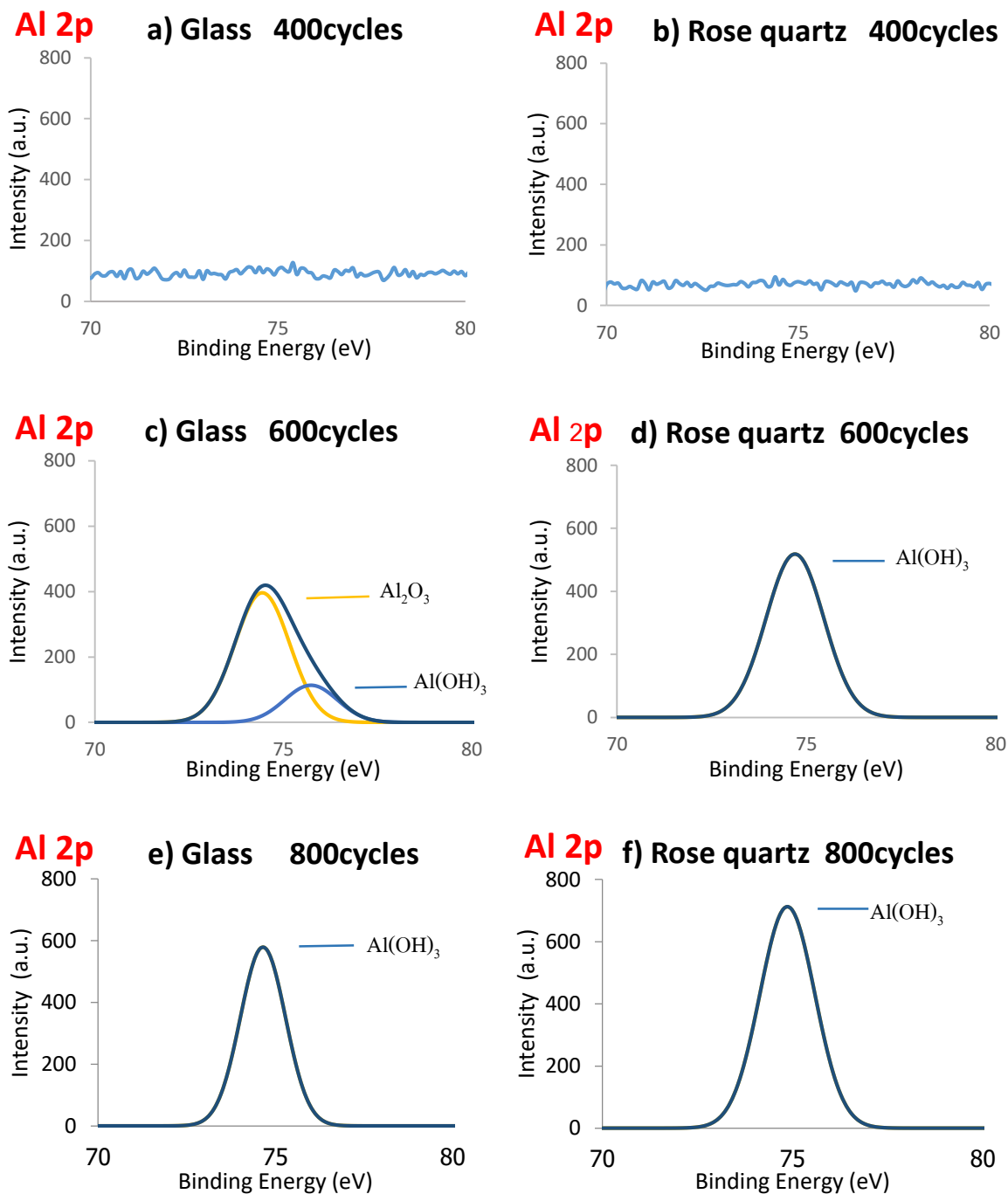
สเปกตรัมของ O 1s ตามเงื่อนไขการเคลือบอุณหภูมิในการเคลือบ 150 และ 200 องศาเซลเซียส ในรูปที่ 3 และ รูปที่ 4 ของชิ้นงานกระจกสไลด์และโรสควอตซ์ ตามลำดับ

สเปกตรัมของ O 1s พบที่ระดับพลัง 530.72 eV เป็นลักษณะของ Al เกิดพันธะกับ O ใน $AlOOH$, ที่ระดับพลังงาน 531.8 eV เกิดพันธะระหว่าง C=O , ที่ระดับพลังงาน 532.5 eV เกิดพันธะระหว่าง Al-O-C , ที่ระดับพลังงาน 533.6 eV เกิดพันธะระหว่าง C-O- [Edy, R, (2013), Ardelean, H, (2005)] และที่ระดับพลังงาน 535.1 eV เกิดพันธะ O-H ของ H_2O [Deng, X, (2008)]

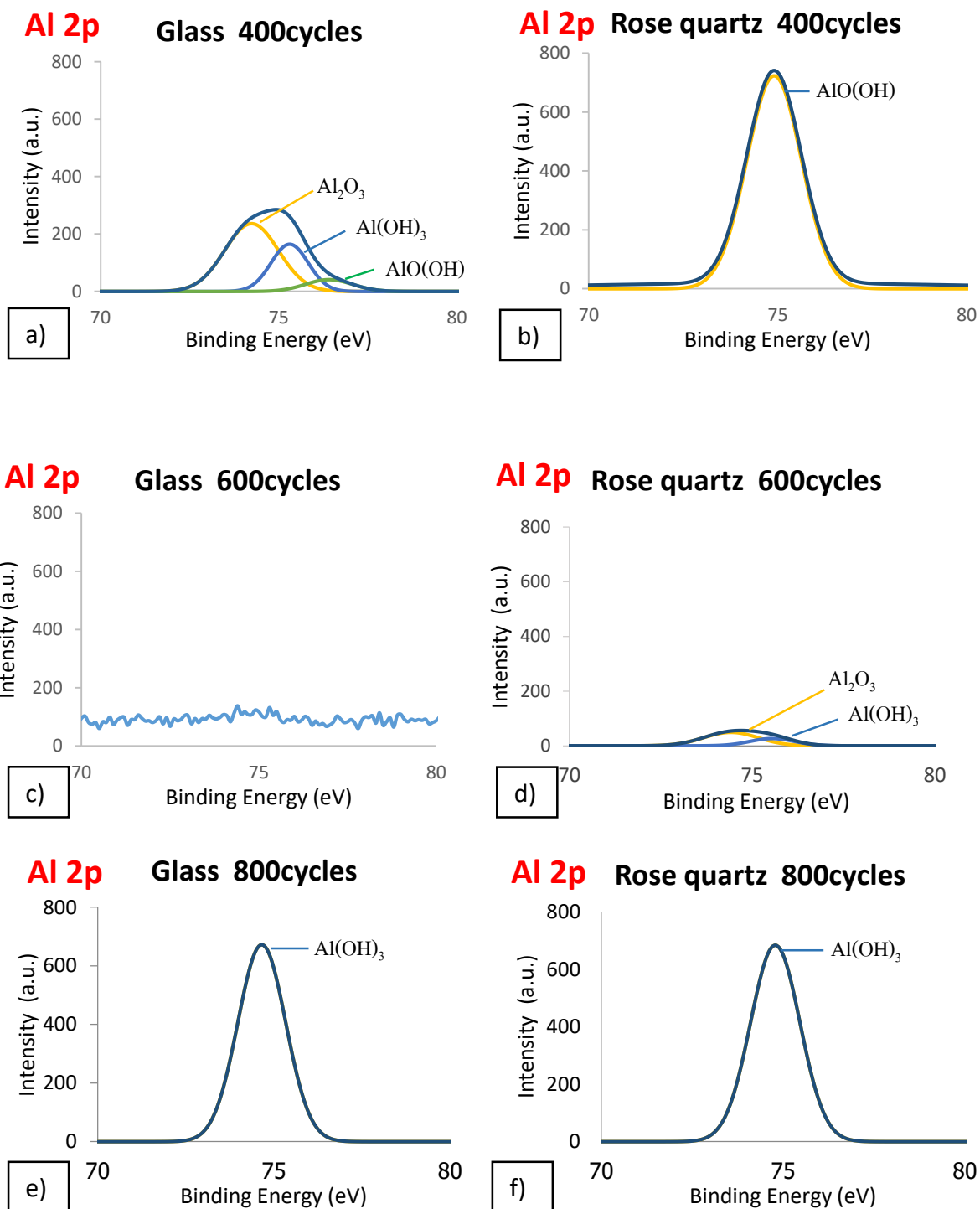
ค. การวิเคราะห์ธาตุ C

สเปกตรัมของ C 1s ตามเงื่อนไขการเคลือบอุณหภูมิในการเคลือบ 150 และ 200 องศาเซลเซียส ในรูปที่ 5 และ รูปที่ 6 ของชิ้นงานกระจกสไลด์และโรสควอตซ์ ตามลำดับ

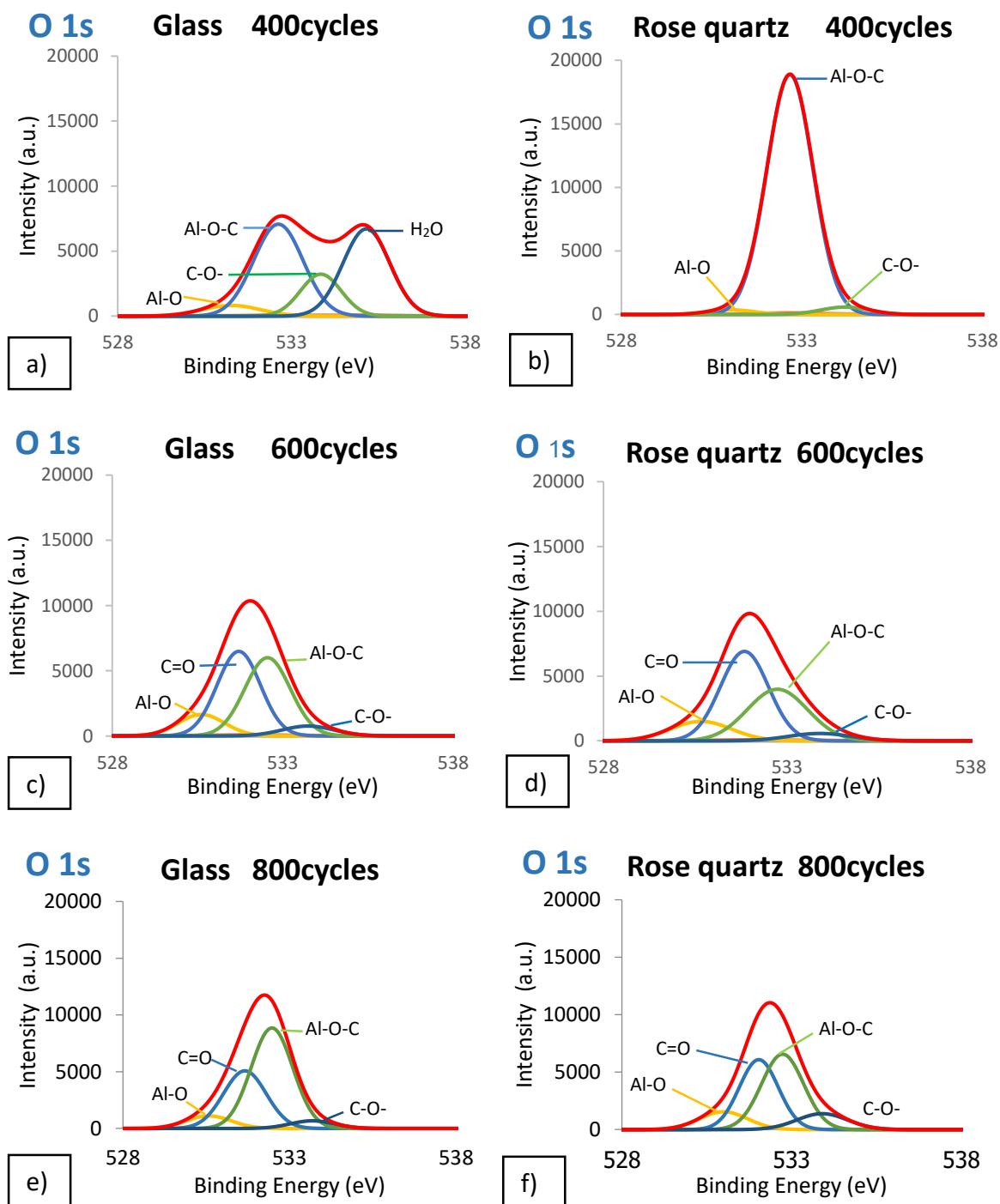
สเปกตรัมของ C 1s ซึ่งคาร์บอนที่ปรากฏนั้นอาจเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง TMA : $Al(CH_3)_3$ ที่เป็นสารตั้งต้นกับพลาสมาของแก๊สออกซิเจน(-OH) สารตั้งต้นตัวที่สองทำให้เกิดคาร์บอนที่หลงเหลือได้ [Wang, L. C, (2016)] โดยที่ระดับพลังงาน 284.7 eV เกิดพันธะระหว่าง C-C และ C-H (คาร์บอนอะตอมใน phenyl ring) , ที่ระดับพลังงาน 286.6 eV เกิดพันธะระหว่าง C-O , ที่ระดับพลังงาน 287.7 eV เกิดพันธะระหว่าง C=O และ $-COOH$ (ในกลุ่มคาร์บอน carboxylic) , ที่ระดับพลังงาน 288.8 eV เกิดพันธะระหว่าง $-C-C-$ และ 289 eV เกิดพันธะระหว่าง $O=C-O-$ [Edy, R, (2013), Ardelean, H, (2005)] และที่ระดับพลังงาน 290 eV เกิดพันธะของ CO_3 [Verdier, S, (2007)]



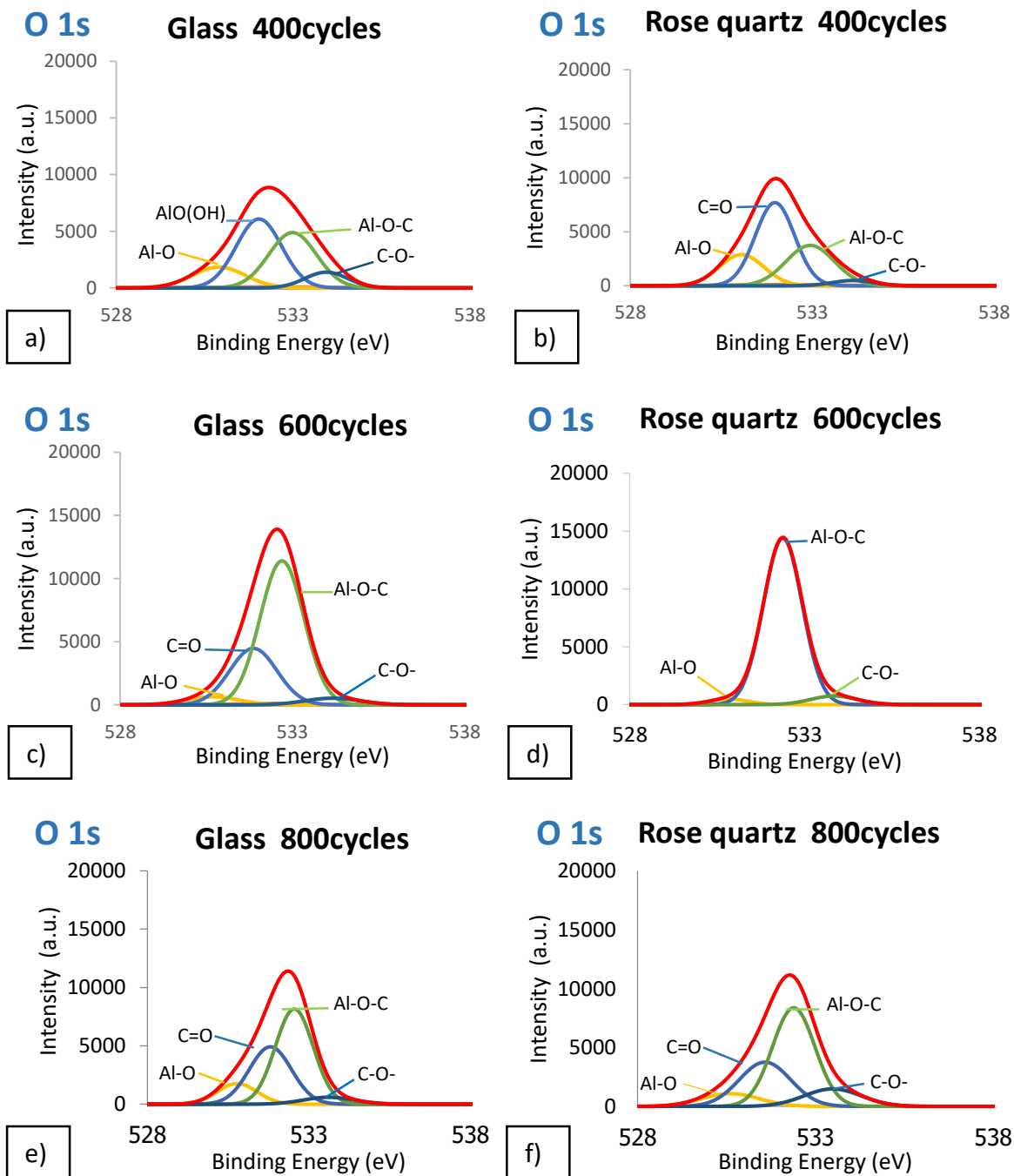
รูปที่ 1 สเปกตรัม Al 2p ของฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 °C บน ตามจำนวนรอบในการเคลือบ บน(ซ้าย)กระจกสไลด์ และ (ขวา) โรสควอทซ์



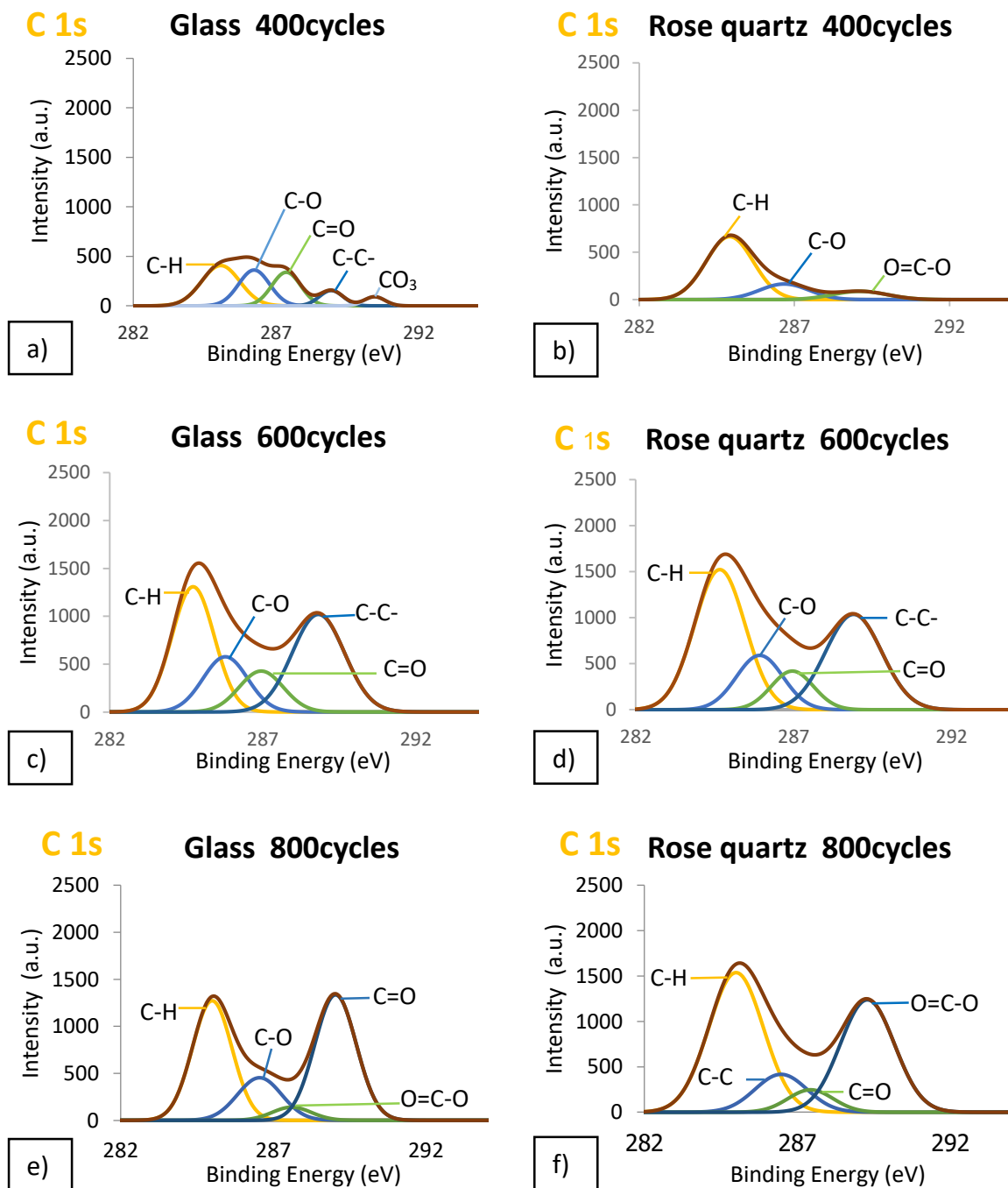
รูปที่ 2 สเปกตรัม Al 2p ของฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 250 °C บน ตามจำนวนรอบในการเคลือบบน (ซ้าย) กระจกสไลด์ และ (ขวา) โรสควอทซ์



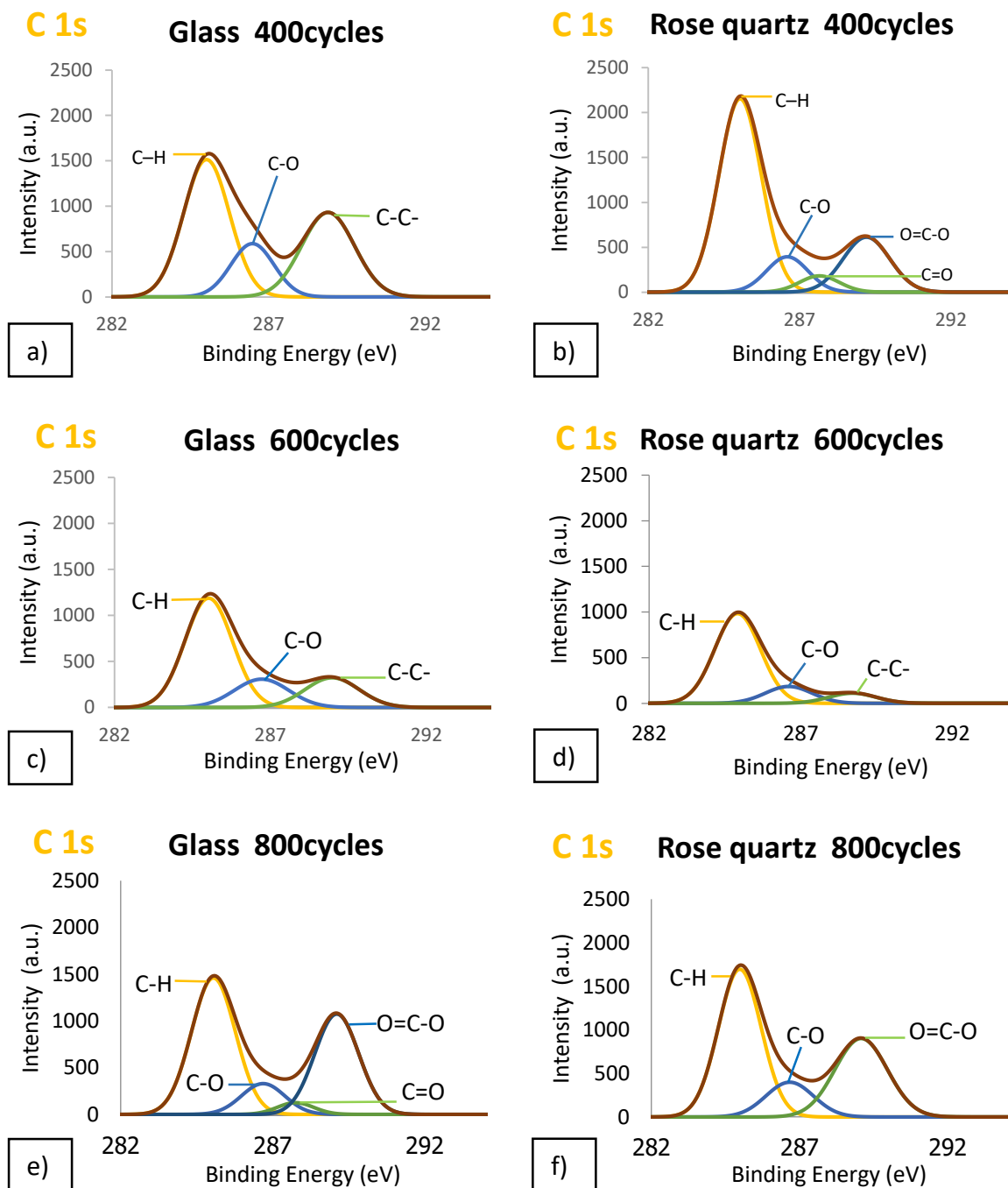
รูปที่ 3 สเปกตรัม O 1s ของฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 °C บน ตามจำนวนรอบในการเคลือบบน (ซ้าย) กระจกสไลด์ และ (ขวา) โรสควอทซ์



รูปที่ 4 สเปกตรัม O 1s ของฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 °C บน ตามจำนวนรอบในการเคลือบบน (ซ้าย) กระจกสไลด์ และ (ขวา) โรสควอทซ์



รูปที่ 5 สเปกตรัม C 1s ของฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 °C บน ตามจำนวนรอบในการเคลือบบน (ซ้าย) กระจกสไลด์ และ (ขวา) โรสควอทซ์

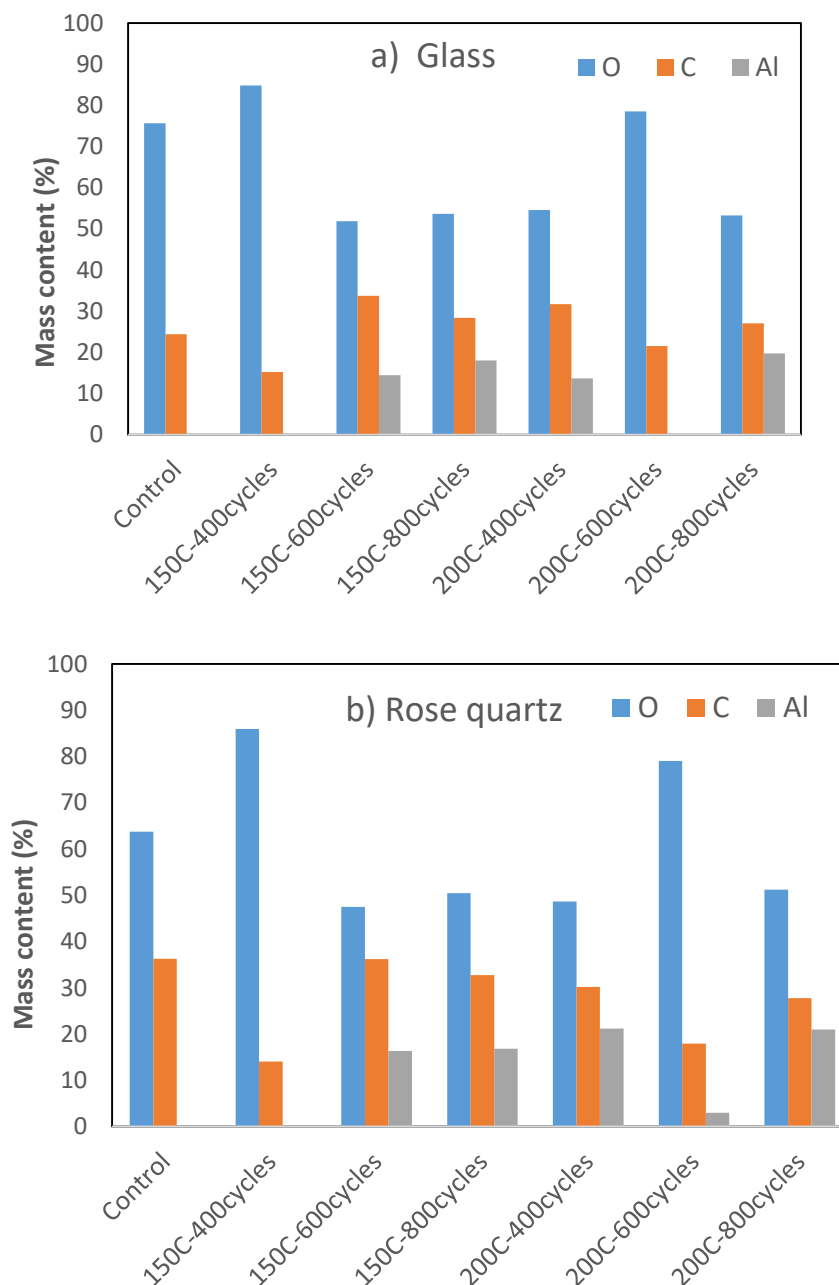


รูปที่ 6 สเปกตรัม C 1s ของฟิล์มอลูมินาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 °C บน ตามจำนวนรอบในการเคลือบบน (ซ้าย) กระจกสไลด์ และ (ขวา) โรสควอทซ์

องค์ประกอบทางเคมีจากการตรวจวิเคราะห์ผิวฟิล์มบางอลูมินาด้วย เทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photo electron spectroscopy : XPS) ประกอบด้วย อลูมิเนียม (Al), ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C) ในการเคลือบแต่ละเงื่อนไข สามารถแสดงดังรูปที่ 7 จากการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ยืนยันคาร์บอนที่หลงเหลือบนผิวฟิล์มเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง TMA : $Al(CH_3)_3$ ทำปฏิกิริยากับพลาสมาของแก๊สออกซิเจน เมื่อพิจารณาการเปรียบเทียบ

สัดส่วนขององค์ประกอบคาร์บอน พบว่าก่อนการเคลือบผิวสามารถตรวจพบปริมาณคาร์บอนบนผิวของกระจกสไลด์และพลอยโรสควอทซ์ (Control) จากการดูดซับของคาร์บอนในบรรยากาศ

เมื่อทำการเคลือบจำนวน 400 รอบ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ไม่พบอลูมิเนียม (Al) และพบคาร์บอนในปริมาณที่น้อย และเมื่อทำการเคลือบจำนวน 800 รอบ ณ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส พบคาร์บอนในปริมาณที่น้อย ในขณะที่อลูมิเนียมมีปริมาณที่มากขึ้น



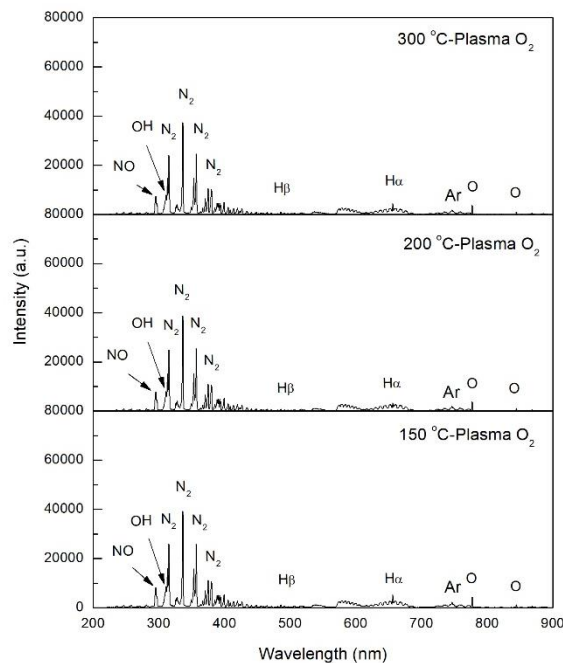
รูปที่ 7 แผนภูมิแสดงปริมาณธาตุ ออกซิเจน(O) คาร์บอน(C) และอลูมิเนียม(Al) ของฟิล์มอลูมินาสังเคราะห์บนชิ้นงาน a) กระจกสไลด์ และ b) พลอยโรสควอทซ์

ภาคผนวก จ ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 4

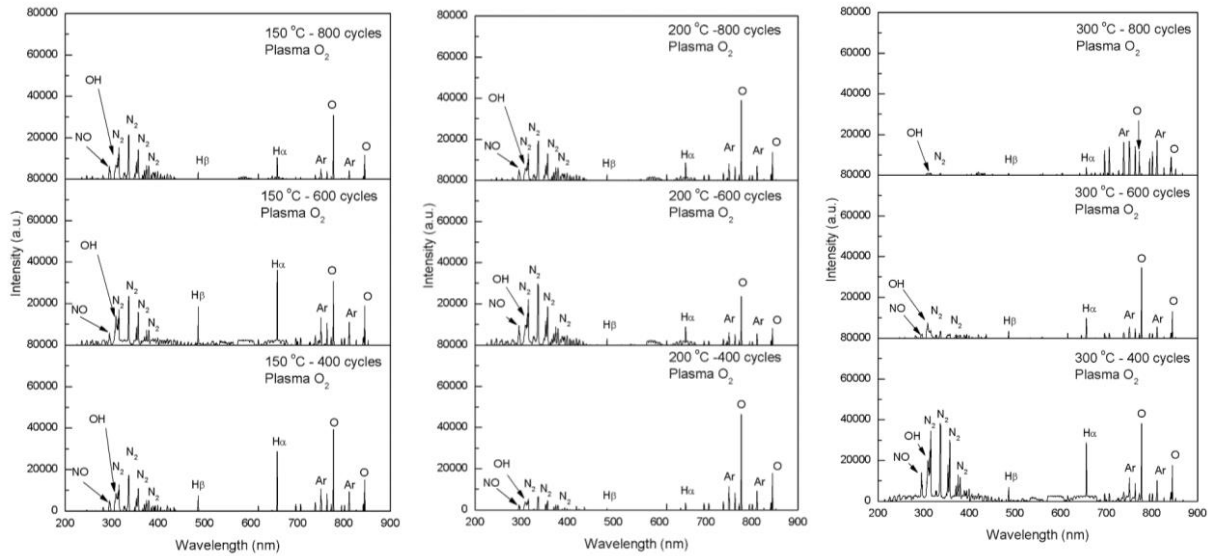
การสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาด้วยการตกสะสมในระดับอะตอมที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา (plasma enhanced atomic layer deposition : PE-ALD) บนพอลอยเนื้ออ่อนที่ชนิดต่างกันคือ โรสควอตซ์และเพอริโต โดยเงื่อนไขในการเพิ่มประสิทธิภาพบนผิวของพอลอยเนื้ออ่อน ได้แก่ การเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาออกซิเจน จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ และที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส

จากนั้นศึกษาการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง ศึกษาตัวอย่างก่อนและหลังทำการสังเคราะห์ฟิล์มบนพอลอยด้วยเครื่องมือพื้นฐานทางอัญมณี คือ การวัดค่าความถ่วงจำเพาะ และการวัดค่าดัชนีหักเหของแสงต่อมาศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ, การวิเคราะห์ความขรุขระและความหนาของผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม, การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวพอลอย, การวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์ม, การวิเคราะห์ค่าความแข็งของฟิล์มด้วยเครื่องวัดความแข็ง และการวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูกลืนคลื่นแสง โดยผลการศึกษาดังต่อไปนี้

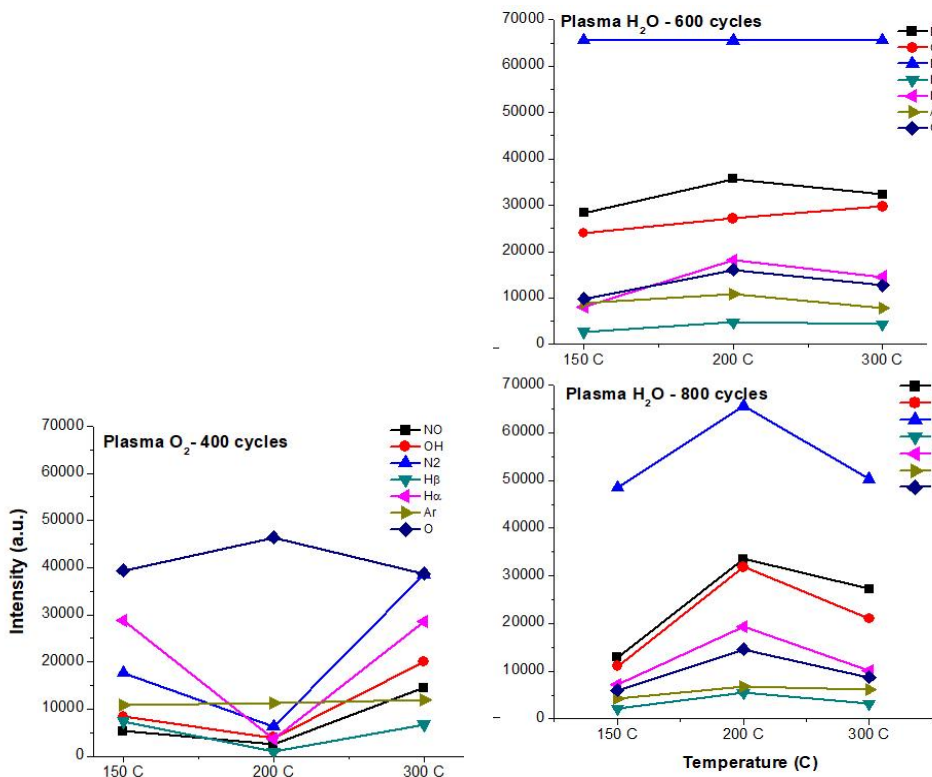
1 การศึกษาผลการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง



รูปที่ 1 ผลการวัด OES ของพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มแบบไม่ใส่ชิ้นงานเข้าเคลือบ ที่เงื่อนไขอุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส พบคือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O



รูปที่ 2 ผลการวัด OES ของพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มเมื่อใส่ชิ้นงานพลอย ณ อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ พบว่าอนุผลสำคัญ คือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O



รูปที่ 3 การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น (Intensity) ของอนุผลพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มบนพลอยเนื้ออ่อน ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ พบค่า Intensity ของแต่ละอนุผลคือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O

2 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Contact angle)

ตารางที่ 1 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำพอลอยเนื้ออ่อนชนิดโอสควอตซ์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

Temperature	Cycle	Control	Day 1	Day 2	Day 3	Day 4	Day 5	Day 6	Day 7
150	400	57.39	30.08	44.53	58.49	52.87	59.41	53.52	65.48
	600	50.78	58.76	62.83	64.70	62.15	60.91	62.04	69.00
	800	55.83	52.28	59.71	59.73	73.61	55.02	59.65	74.47
200	400	50.67	40.23	45.85	52.81	59.21	63.10	64.06	60.28
	600	56.48	52.02	61.33	59.90	71.44	62.39	71.38	70.03
	800	56.94	47.58	53.77	58.21	63.58	70.11	68.12	70.63
300	400	65.91	34.52	37.62	44.96	47.77	47.17	55.37	57.19
	600	63.06	25.78	29.16	30.18	36.79	40.06	43.22	49.91
	800	57.89	33.01	37.51	36.53	40.77	40.58	43.5	53.77

ตารางที่ 2 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำพอลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

Temperature	Cycle	Control	Day 1	Day 2	Day 3	Day 4	Day 5	Day 6	Day 7
150	400	71.17	83.27	83.82	81.69	79.06	80.58	82.68	82.41
	600	75.07	70.39	78.12	76.64	77.66	72.78	77.32	73.34
	800	71.08	59.77	62.94	67.04	70.27	65.48	64.24	76.43
200	400	74.59	46.65	49.54	53.48	64.47	65.01	57.24	69.94
	600	71.51	58.47	60.39	60.37	70.25	65.76	61.48	61.57
	800	71.45	62.38	60.3	64.35	63.88	64.48	69.86	65.27
300	400	70.39	40.02	43.62	53.24	52.08	57.35	56.11	56.77
	600	72.31	43.76	47.48	50.64	58.58	61.83	61.25	66.98
	800	72.12	29.22	50.4	49.55	50.45	54.69	52.21	56.98

3 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์
ด้วยวิธีวัดความขรุขระและความหนาของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ตารางที่ 3 ค่าความขรุขระ และค่าความหนาของฟิล์ม พอลิเมอร์อ่อนชนิดโอสควอตซ์

Coating conditions		RMS roughness (Sq)	RMS (grain-wise)	Mean roughness (Sa)	thickness (nm)
temperature	cycle				
Uncoated sample	Control 1	4.45	4.45	3.00	-
	Control 2	6.96	6.96	5.17	-
	Control 3	4.17	4.17	3.37	-
150 °C	400 cycles	32.47	32.47	24.88	153.30
	600 cycles	17.28	17.28	13.93	92.20
	800 cycles	26.70	26.70	16.48	98.20
200 °C-	400 cycles	17.57	17.57	11.53	108.90
	600 cycles	26.89	26.89	21.56	251.90
	800 cycles	29.59	29.59	21.76	161.50
300 °C-	400 cycles	12.58	12.58	10.41	314.00
	600 cycles	9.77	9.77	7.93	165.20
	800 cycles	8.23	8.23	6.44	186.70

ตารางที่ 4 ค่าความขรุขระ และค่าความหนาของฟิล์ม พอลิเมอร์อ่อนชนิดเพอริโด

Coating conditions		RMS roughness (Sq)	RMS (grain-wise)	Mean roughness (Sa)	thickness (nm)
temperature	cycle				
Uncoated sample	Control 1	5.02	5.02	3.74	-
	Control 2	4.86	4.86	3.70	-
	Control 3	13.69	13.69	9.87	-
150 °C	400 cycles	24.26	24.26	19.31	491.00
	600 cycles	6.07	6.07	4.88	533.00
	800 cycles	7.88	7.88	5.96	363.00
200 °C-	400 cycles	73.13	73.13	60.72	551.00
	600 cycles	9.42	9.42	6.59	179.00
	800 cycles	13.89	13.89	10.61	68.00
300 °C-	400 cycles	19.67	19.67	15.30	493.00
	600 cycles	45.03	45.03	37.43	242.00
	800 cycles	14.44	14.44	11.31	163.00

4 การศึกษาวิเคราะห์เชิงปริมาณขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิคเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี

ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพอลอยเนื้ออ่อนก่อนทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS

ก. โรสควอทซ์ก่อนเคลือบ (รูปที่ จ-4 ซ้าย) ตรวจพบ Si, O และ C

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Si2p บนผิวพอลอยโรสควอทซ์ พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 102.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-C [Khung, 2019], ที่ระดับพลังงาน 103.4 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-OH, ที่ระดับพลังงาน 104.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-Si [Post, P2018], ที่ระดับพลังงาน 105.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ (SiN₄)⁻⁸, ที่ระดับพลังงาน 106.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ SiO₂ [Gurin, V,2011], ที่ระดับพลังงาน 107.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ (SiO₄)⁻⁴ [Tomsia, A.P,2012]

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวโรสควอทซ์ พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 531.2 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C =O, ที่ระดับพลังงาน 532.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-C, ที่ระดับพลังงาน 533.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-Si และที่ระดับพลังงาน 534.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะกลุ่ม Si-O-H [Khung, Y,2015, Post, P2018]

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวโรสควอทซ์ พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 283.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C - O, ที่ระดับพลังงาน 285.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C - C, ที่ระดับพลังงาน 286.0-286.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-C- O, ที่ระดับพลังงาน 286.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C -H , ที่ระดับพลังงาน 287.3-288.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C = O, ที่ระดับพลังงาน 288.4-289.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ O = C - O

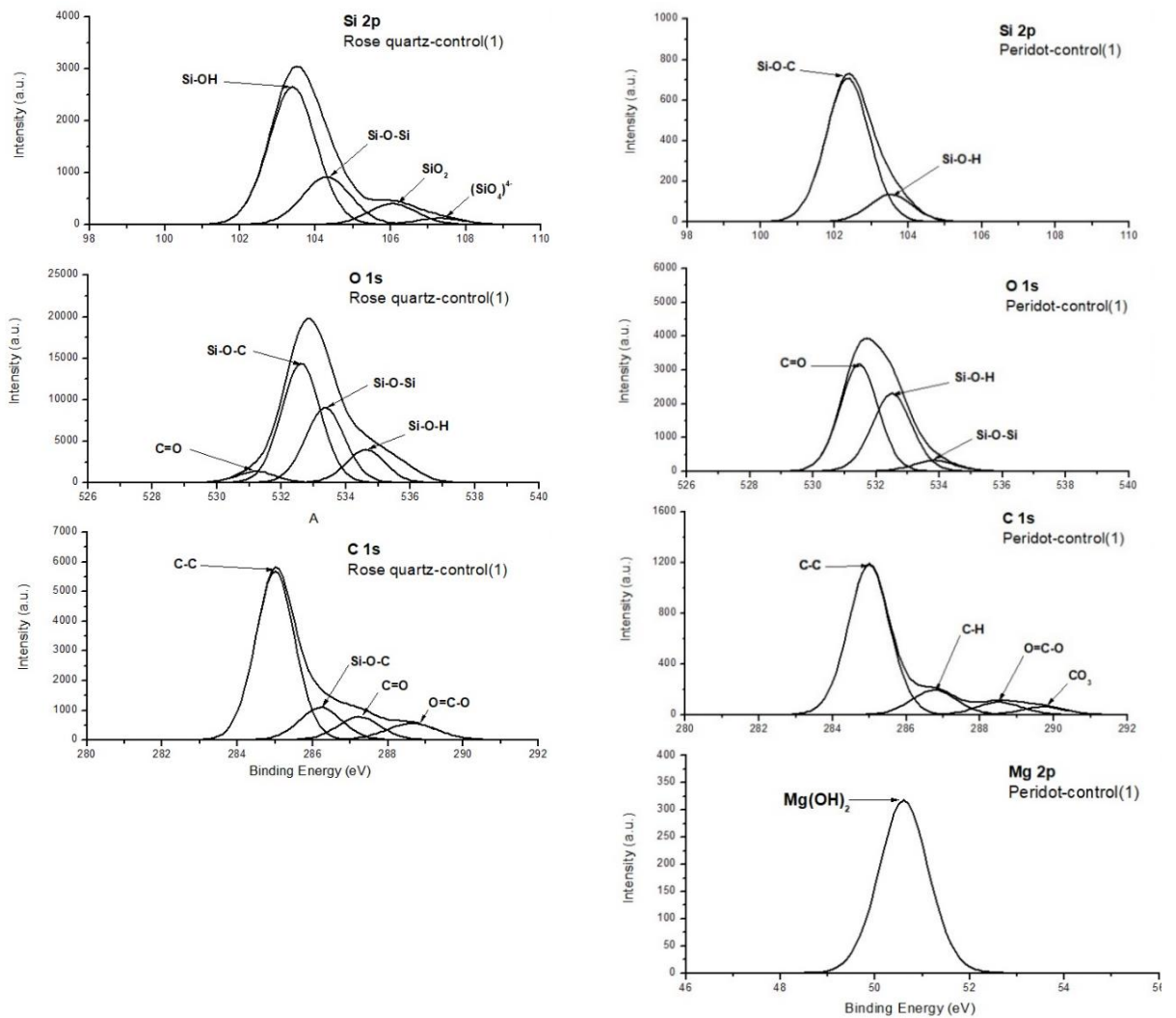
ข. เพอริโตก่อนเคลือบ (รูปที่ จ-4 ขวา) ตรวจพบ Si, O C และ Mg

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Si2p บนผิวพอลอยเพอริโต พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 102.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-C [Khung, Y,2015], ที่ระดับพลังงาน 103.4 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-OH

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพอลอยเพอริโต พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 531.2 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C =O, ที่ระดับพลังงาน 532.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-C, ที่ระดับพลังงาน 533.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-O-Si และที่ระดับพลังงาน 534.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะกลุ่ม Si-O-H [Khung, Y,2015, Post, P2018]

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวพอลอยเพอริโต พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 283.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C - O, ที่ระดับพลังงาน 285.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ C - C, ที่ระดับพลังงาน 286.0-286.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Si-C- O, ที่ระดับพลังงาน 286.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของ

พันธะ C-H, ที่ระดับพลังงาน 287.3-288.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C = O, ที่ระดับพลังงาน 288.4-289.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ O = C - O, ที่ระดับพลังงาน 289.7-290.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ CO₃ พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Mg 2p บนผิวพลอยเพอริโด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 50.6-50.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Mg(OH)₂ [Rheinheimer, V,2017]



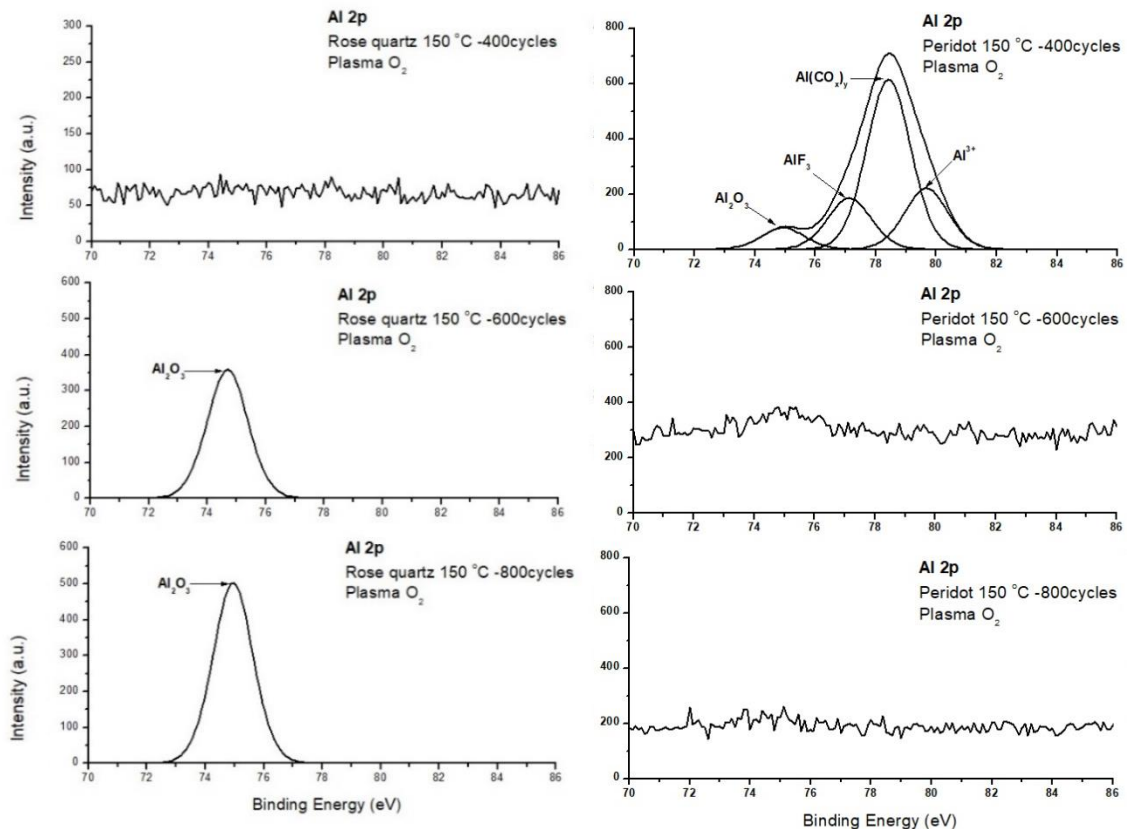
รูปที่ 4 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Si2p, O1s และ C1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโดก่อนทำการเคลือบฟิล์มอลูมินา (control)

ผลการศึกษาคู่ประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนหลังทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS
ก การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p

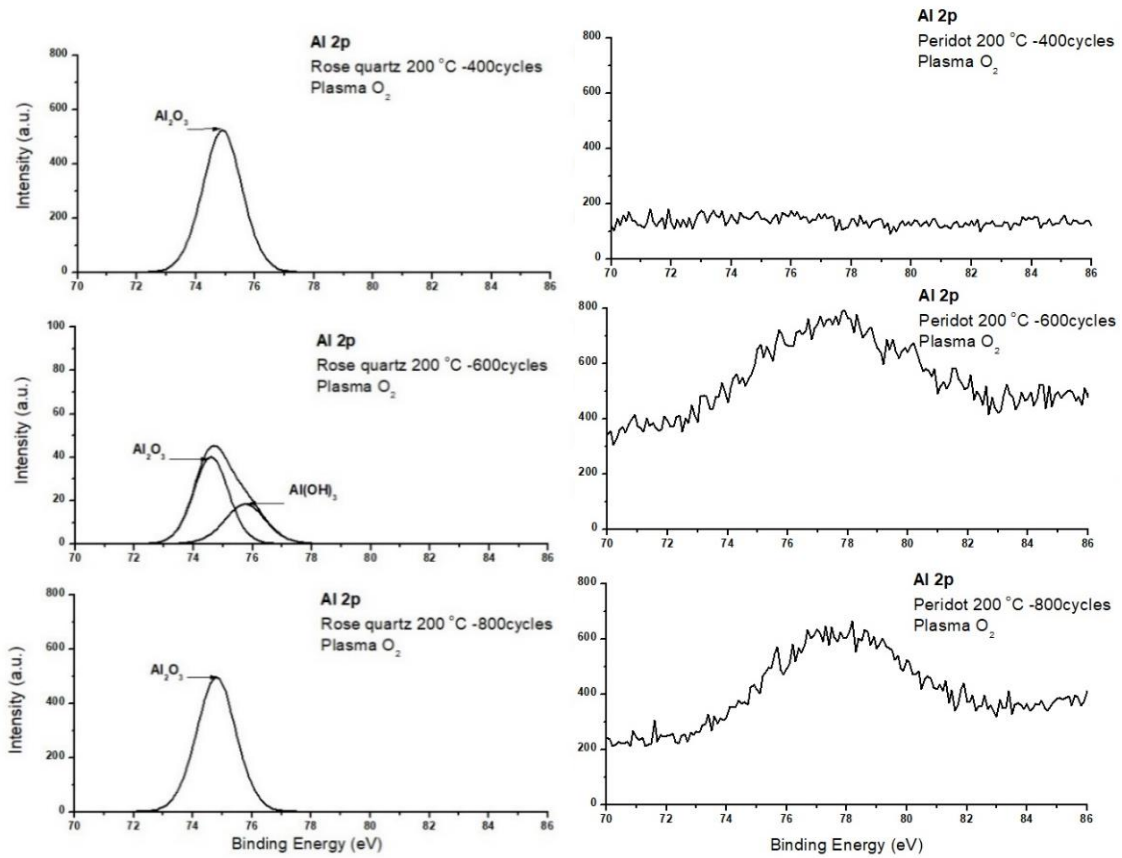
จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p ทั้งตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพริโด ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

พลอยโรสควอทซ์ ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 74.4-74.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al - O ใน Al_2O_3 ส่วนที่ระดับพลังงาน 75.5 บอกลักษณะพันธะของ Al - OH ใน $Al(OH)_3$ [Edy, R, 2013, Gougousi, T , 2005, Philip, A , 2011- Koo, J2006]

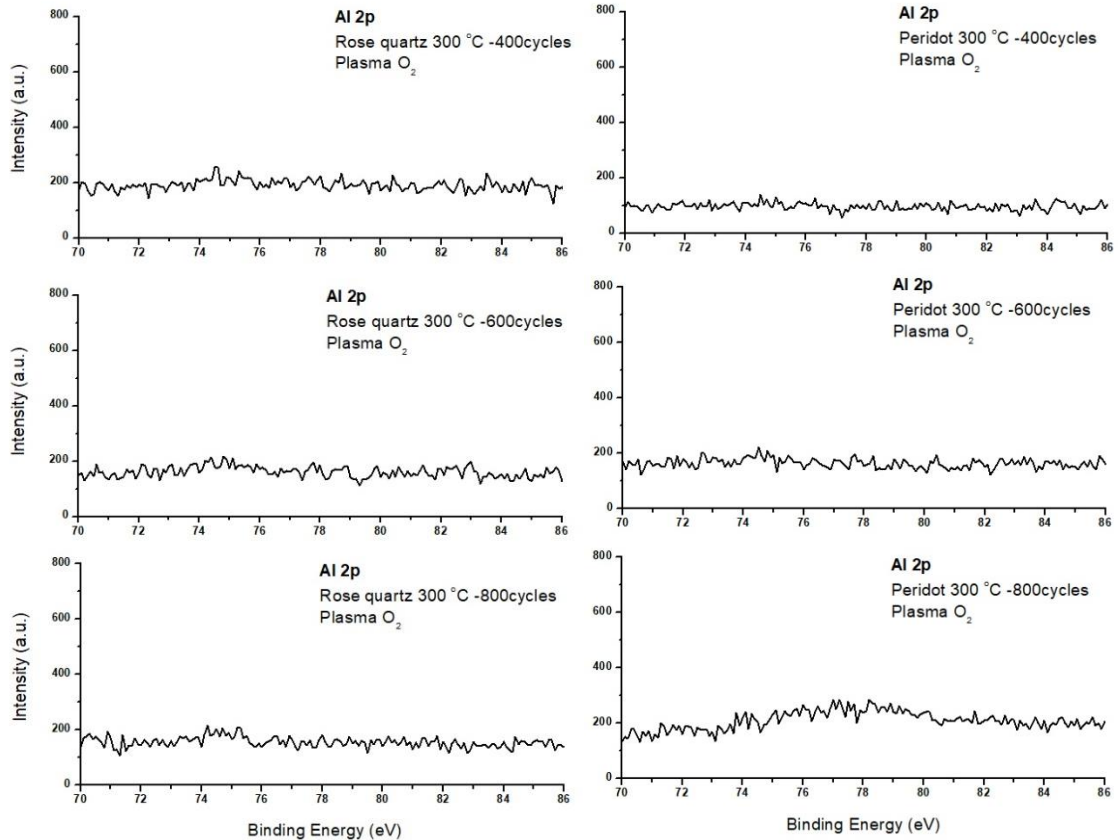
พลอยชนิดเพริโด ผลการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวฟิล์มอลูมินา ตัวอย่างเพริโด ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 74.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al - O ใน Al_2O_3 , ที่ระดับพลังงาน 77 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al-F ใน AlF_3 [Zhang, T, 2008, Gao, H, 2018- Haverkamp, R.G, 1992], ที่ระดับพลังงาน 78.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al 2p ในกลุ่ม $Al(CO_x)_y$ [Potts, S.E, 2012], ที่ระดับพลังงาน 79.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al^{3+} ใน Al_2O_3 [Özbilen, S, 2000] พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p พบในตัวอย่างเพริโดเงื่อนไขพลาสติกมาออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 รอบ เท่านั้น



รูปที่ 5 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพริโด 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



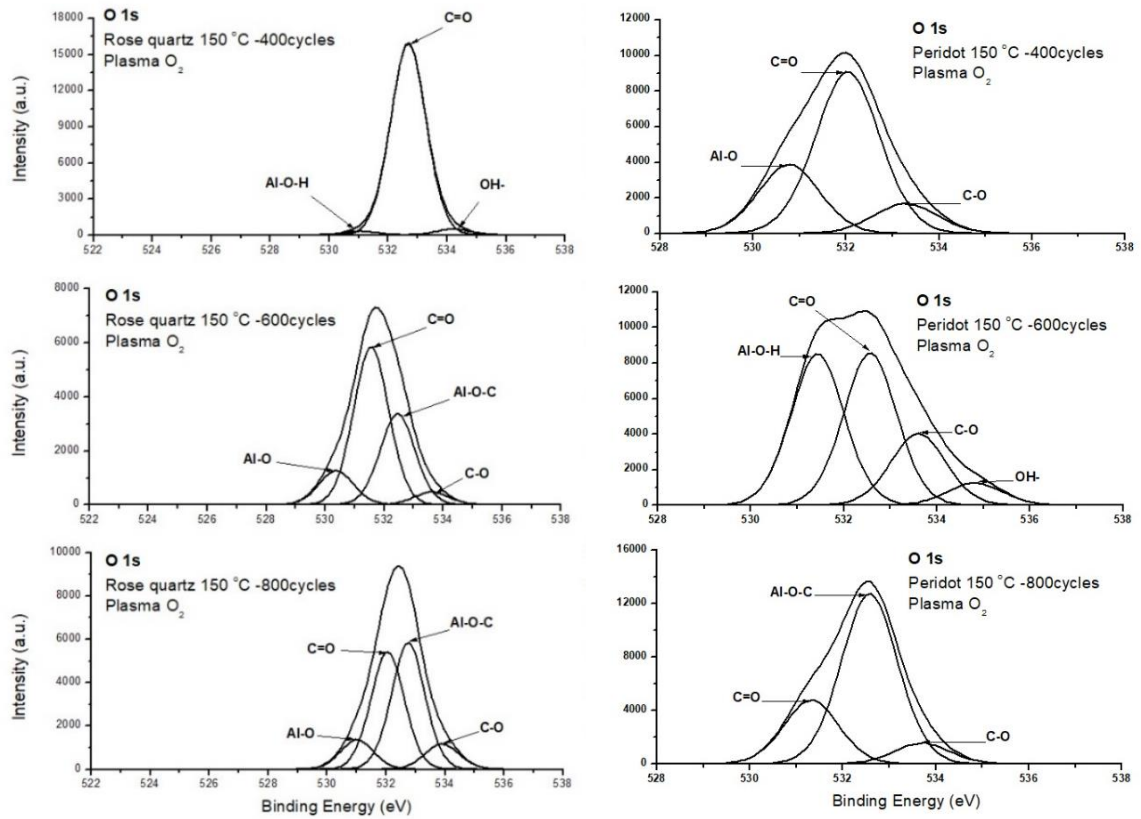
รูปที่ 6 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโดต์ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



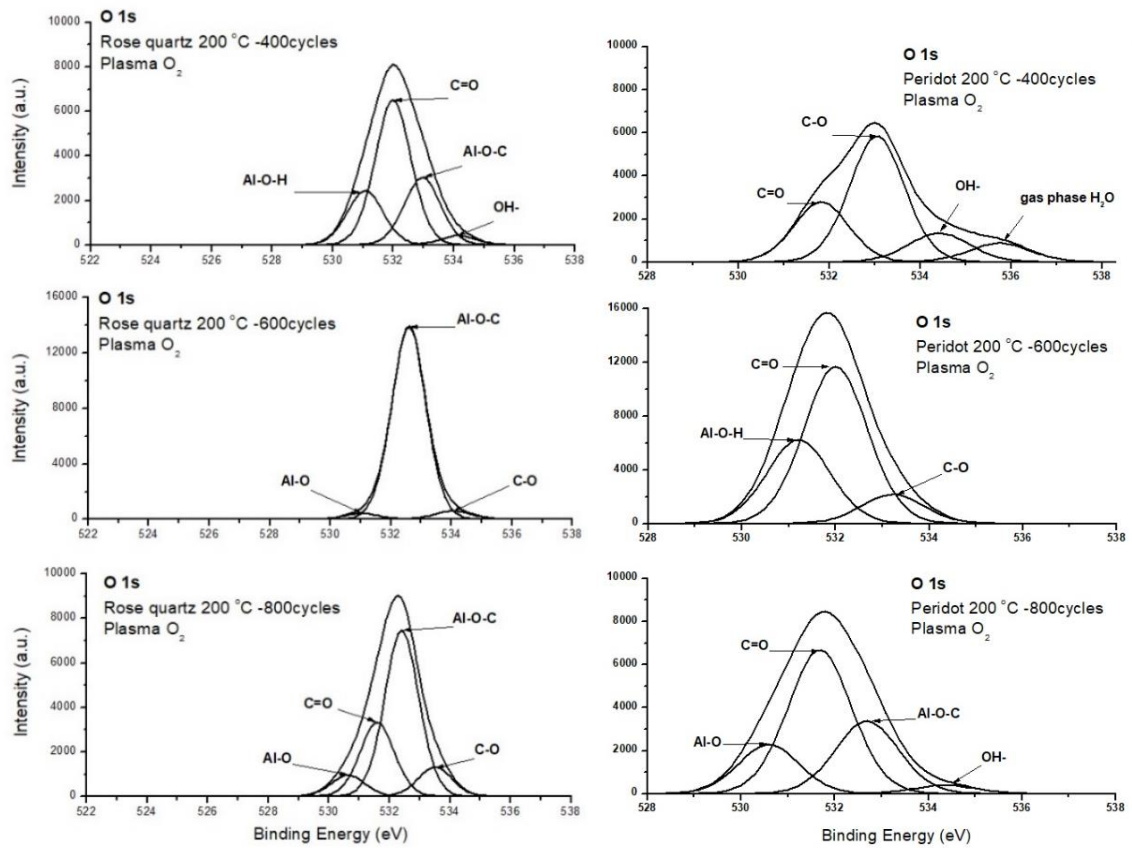
รูปที่ 7 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ข การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s

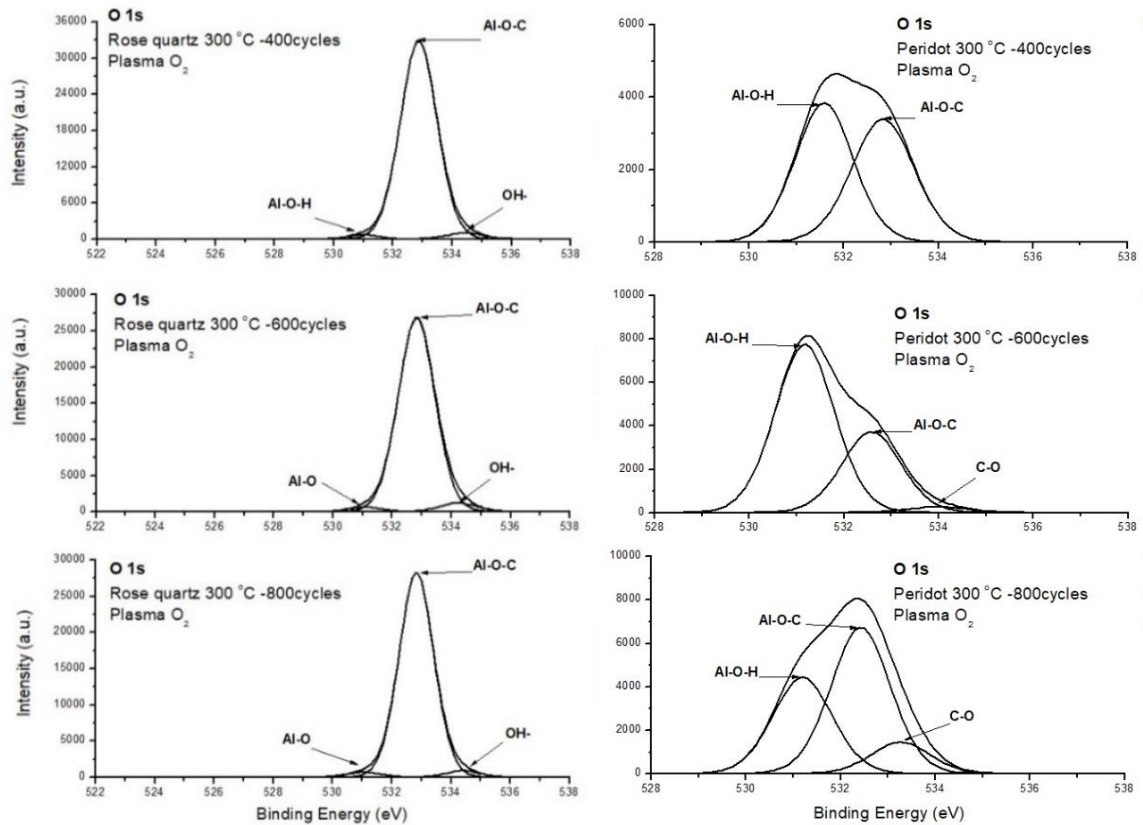
พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 528.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะ O(I) แสดงถึงสถานะออกซิเดชันของออกซิเจน [Zemlyanov, D, 2006], ที่ระดับพลังงาน 530.2-530.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะ Al-O ของ AlOOH, ที่ระดับพลังงาน 531.2-531.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะ Al-O-H ของกลุ่มไฮดรอกซิล, ที่ระดับพลังงาน 531.4 - 532.2 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะ C = O [Edy, R,2013, Ardelean, H,2005, latsunskyi, I, 2015], ที่ระดับพลังงาน 532.3 - 532.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะ Al - O - C, ที่ระดับพลังงาน 533 - 534 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะ C - O , ที่ระดับพลังงาน 534.1 - 534.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะกลุ่ม OH [Cimalla, V, 2014] และที่ระดับพลังงาน 535.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะของพันธะกลุ่มก๊าซ H₂O [Deng, X, 2008]



รูปที่ 8 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโดต์ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



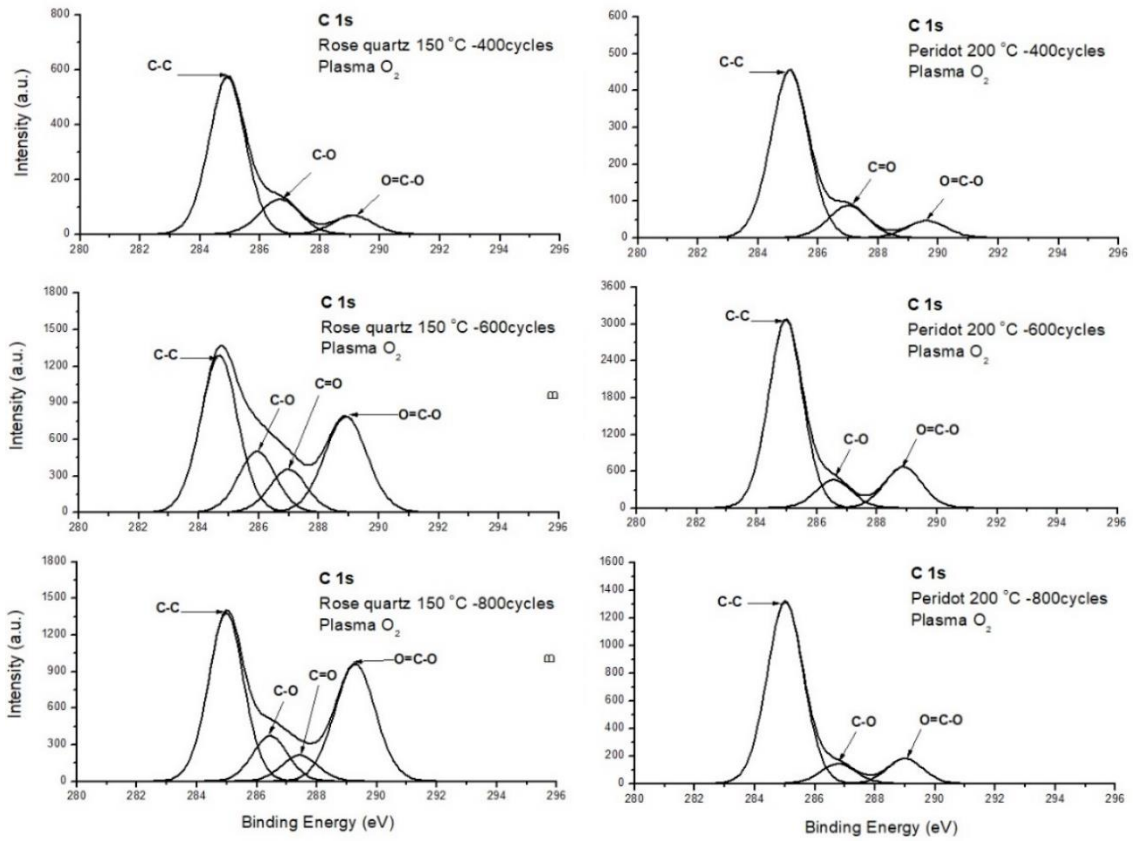
รูปที่ 9 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



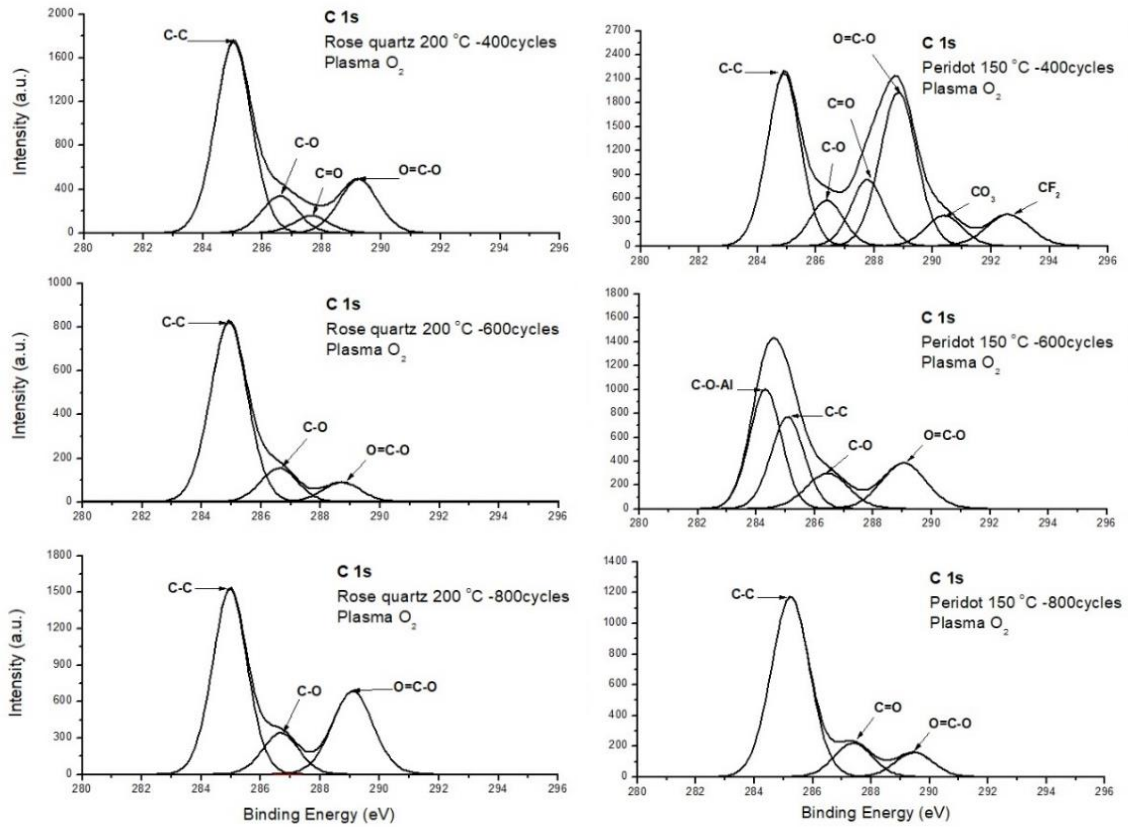
รูปที่ 10 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ค การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C 1s

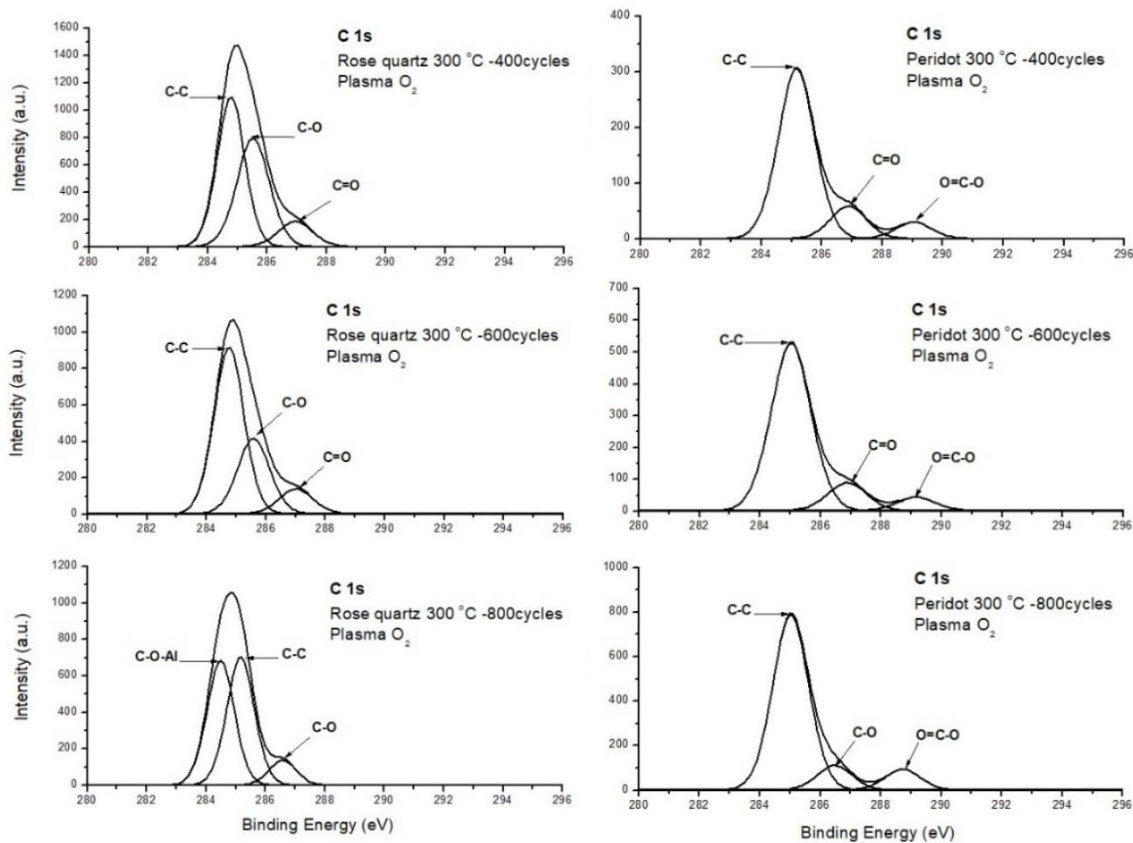
เมื่อวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวฟิล์มอลูมินาตัวอย่างโรสควอทซ์และเพอริโด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 282.8-283.4 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ H - C - Al, ที่ระดับพลังงาน 283.7-284.2 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C - O - Al, ที่ระดับพลังงาน 284.6-285.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C - C, ที่ระดับพลังงาน 286.0-286.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C - O, ที่ระดับพลังงาน 287.3-288.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C = O, ที่ระดับพลังงาน 288.4-289.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ O = C - O [Edy, R,2013, Ardelean, H, 2005, Iatsunskyi, I,2015], ที่ระดับพลังงาน 290 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ CO₃ [Drdlik, D, 2018], ที่ระดับพลังงาน 292 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C - F ใน CF₂ [Krumpolec, R, 2017]



รูปที่ 11 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C 1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



รูปที่ 12 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C 1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



รูปที่ 13 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ตารางที่ 5 ปริมาณสาร (Mass concentration (%)) บนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบลงตัวอย่างชิ้นงานโรสควอทซ์

Coating condition		ปริมาณสาร (Mass concentration (%))			
		O	C	Si	Al
	CONTROL	41.62	18.33	40.05	0
	CONTROL	38.60	21.96	39.43	0
150 °C	400 cycles	46.83	27.10	26.07	0
150 °C	600 cycles	42.67	32.54	10.11	14.68
150 °C	800 cycles	45.38	29.48	10.01	15.13
200 °C	400 cycles	41.87	25.96	13.93	18.25
200 °C	600 cycles	46.12	10.45	41.66	1.77
200 °C	800 cycles	43.33	23.49	15.45	17.73
300 °C	400 cycles	52.80	5.27	41.93	0
300 °C	600 cycles	53.72	4.90	41.38	0
300 °C	800 cycles	53.75	3.52	42.73	0

ตารางที่ 6 ปริมาณสารบนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบตัวอย่างชิ้นงานเพอริโด

Peridot		ปริมาณสาร (Mass concentration (%))					
Coating conditions		O	C	Si	Al	Mg	Al
	CONTROL	40.93	23.68	22.79	12.60	0	40.93
	CONTROL	40.61	28.42	25.07	5.89	0	40.61
150 °C	400 cycles	39.61	34.19	7.55	2.21	16.45	39.61
150 °C	600 cycles	43.99	12.67	23.22	20.12	0	43.99
150 °C	800 cycles	50.40	8.59	29.77	11.24	0	50.40
200 °C	400 cycles	50.21	4.28	32.23	13.28	0	50.21
200 °C	600 cycles	45.49	17.63	18.29	18.60	0	45.49
200 °C	800 cycles	53.10	12.87	19.50	14.53	0	53.10
300 °C	400 cycles	52.65	4.72	29.59	13.04	0	52.65
300 °C	600 cycles	46.63	6.35	26.37	20.65	0	46.63
300 °C	800 cycles	50.71	6.10	31.46	11.72	0	50.71

5 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์

ด้วยวิธีทดสอบความแข็งด้วยเครื่องวัดความแข็ง

จากผลการทดสอบวัดความแข็งบนชิ้นงานโรสควอทซ์และเพอริโดหลังการเคลือบฟิล์ม โดยเครื่อง Micro Vickers Hardness สำหรับการวัดความแข็งในระดับจุลภาคด้วยแรงกด 0.98 นิวตัน การเคลือบที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ตารางที่ 7 ค่าความแข็งพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มอลูมินา

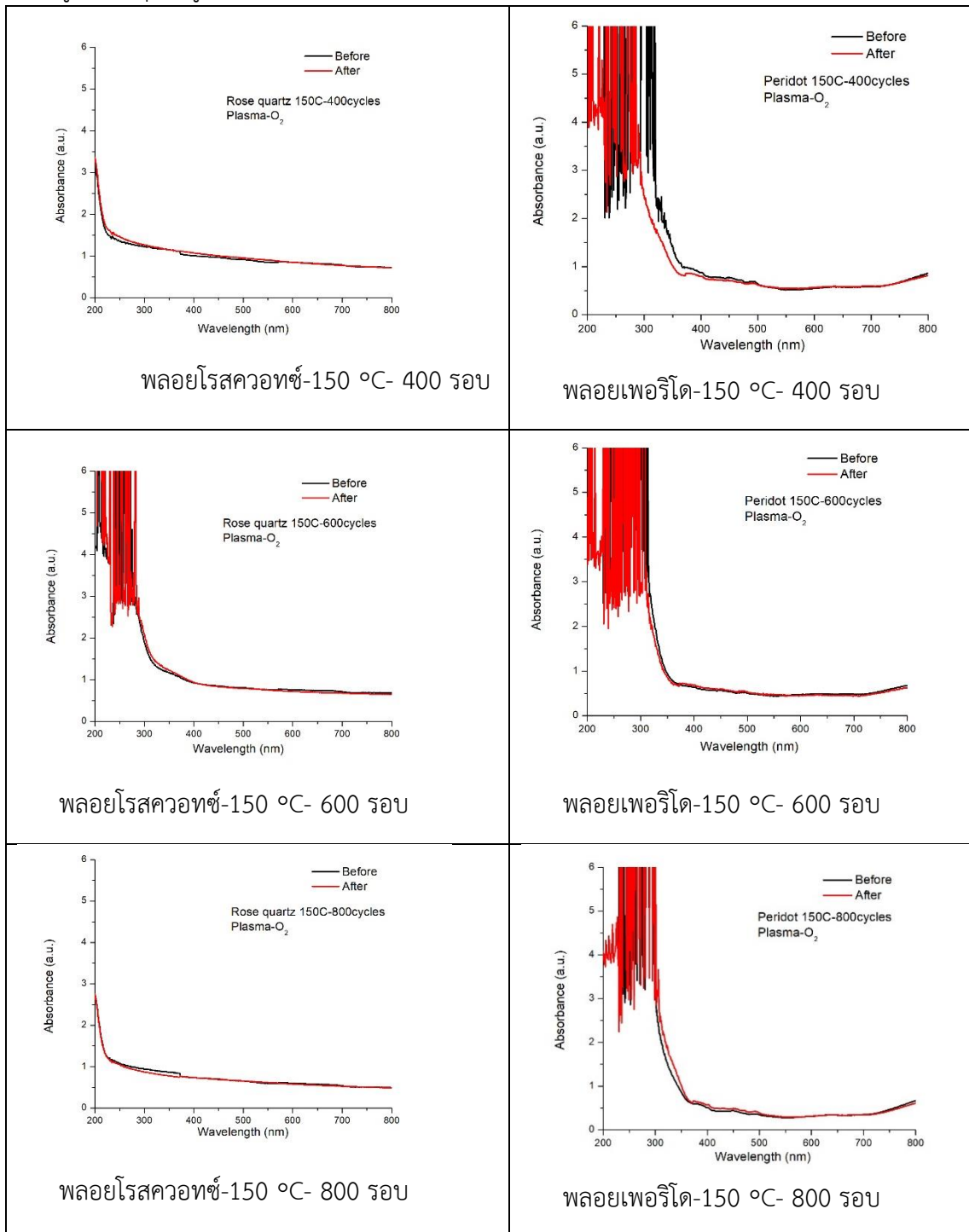
พลาสติกออกซิเจน			Hardness (Hv)	
	Coating conditions		Before	After
Rose quartz				
	150 °C	400 cycles	1206.64	1388.36
	150 °C	600 cycles	1540.8	1602.08
	150 °C	800 cycles	1239.1	1358.34
	200 °C	400 cycles	1218.76	1391.16
	200 °C	600 cycles	1222.32	1376.74
	200 °C	800 cycles	1178.2	1298.64
	300 °C	400 cycles	1035.06	1160.32
	300 °C	600 cycles	1034.98	1329.34
	300 °C	800 cycles	1034.72	1310.32

ตารางที่ 8 ค่าความแข็งพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มอลูมินา

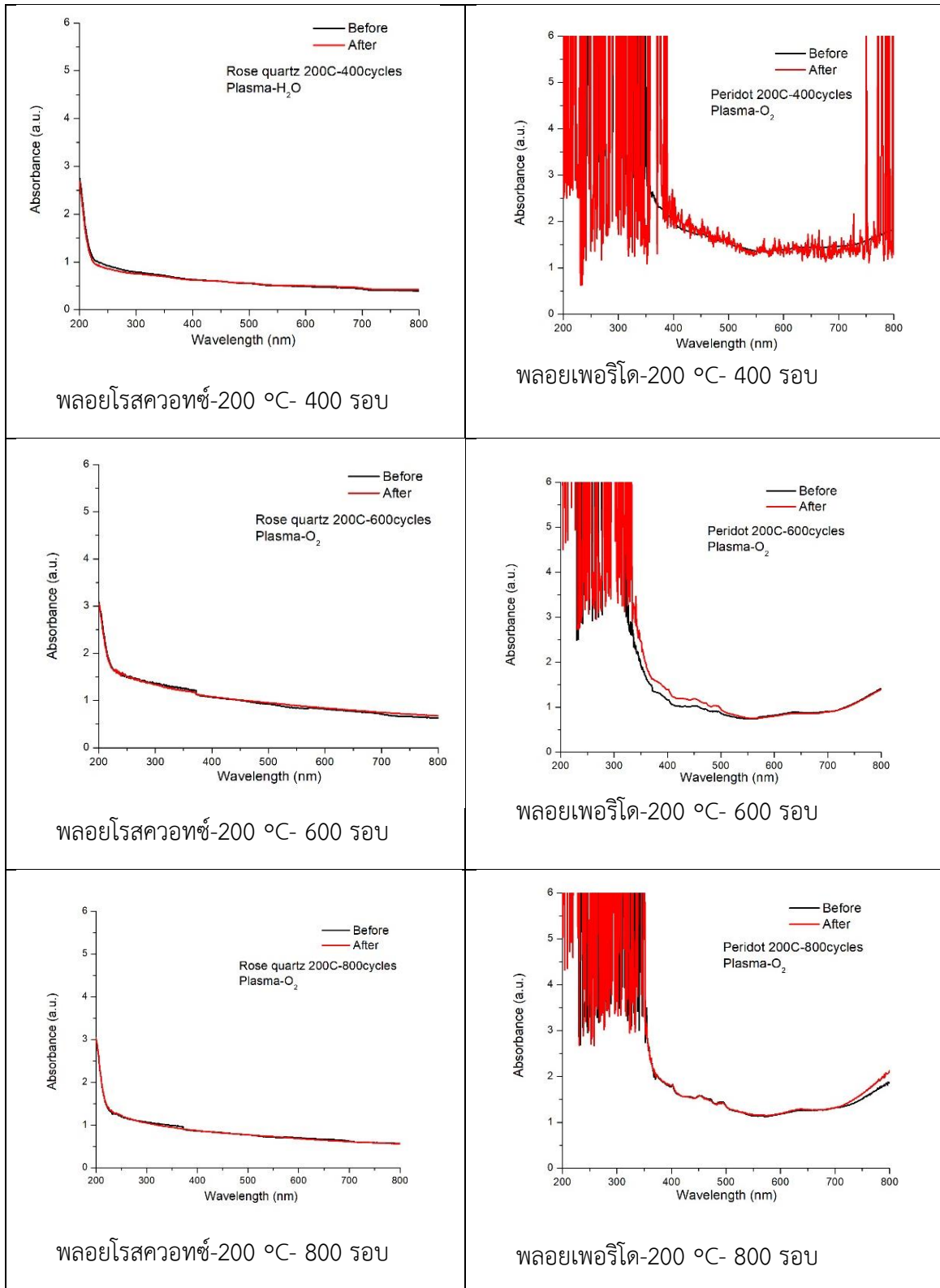
พลาสติกออกซิเจน		Hardness (Hv)		
	Coating conditions		Before	After
Peridot				
	150 °C	400 cycles	841.9	1064.18
	150 °C	600 cycles	798.3	1242.1
	150 °C	800 cycles	840.86	1157.1
	200 °C	400 cycles	803.42	881.42
	200 °C	600 cycles	805.66	953.1
	200 °C	800 cycles	747.76	1059.86
	300 °C	400 cycles	733.64	1053.82
	300 °C	600 cycles	735.06	989.24
	300 °C	800 cycles	736.58	1092.12

6 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูดกลืนคลื่นแสง

ตารางที่ 9 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงซึ่งงานพลอยพลอยโรสควอทซ์และ เพอริโดที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



ตารางที่ 10 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงชิ้นงานพลอยพลอยโรสควอทซ์ และ เพอริโดที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



ตารางที่ 11 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงขึ้นงานพลอยพลอยโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

