



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 2)

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2560
มหาวิทยาลัยบูรพา

รหัสโครงการ 2560A10802015
สัญญาเลขที่ 161/2560

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 นิยมสรวนุ
คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี

โครงการวิจัยต่อเนื่อง 2 ปี (ปีที่ 2)
ตุลาคม 2559

กิตติกรรมประกาศ
(Acknowledgement)

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ.2560 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 161/2560

คณะผู้วิจัย

บทสรุปสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

ข้าพเจ้า ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สายสมร นิยมสรวณู ได้รับทุนสนับสนุนโครงการวิจัยจาก มหาวิทยาลัยบูรพา ประเภทงบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) มหาวิทยาลัยบูรพา โครงการวิจัยประเภทโครงการต่อเนื่อง 2 ปี (ปีที่ 2) ในหัวข้อเรื่อง (ภาษาไทย) การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของ อัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) (ภาษาอังกฤษ) Research and development of alumina protective thin film coating on semi-precious stones by Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)

รหัสโครงการ 2560A10802015 / สัญญาเลขที่ 161/2560

ได้รับงบประมาณรวมทั้งสิ้น 311,300 บาท (สามแสนหนึ่งหมื่นหนึ่งพันสามร้อยบาทถ้วน)

ระยะเวลาการดำเนินงาน 2 ปี 11 เดือน (ระหว่างวันที่ 1 ตุลาคม 2559 ถึงวันที่ 30 กันยายน 2562)

บทคัดย่อ

อุตสาหกรรมอัญมณีและเครื่องประดับจัดเป็นสินค้าที่ได้รับความนิยมทำรายได้ให้กับประเทศในฐานะสินค้าส่งออกที่สร้างมูลค่าทางเศรษฐกิจสำคัญอันดับ 1 ใน 10 ของประเทศไทย ปัจจุบันพลอยเนื้ออ่อนเป็นพลอยที่ตลาดให้ความนิยมเป็นเพิ่มมากขึ้น จะเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้พลอยเนื้ออ่อนหากสามารถเพิ่มความต้านทานการขีดขูดได้

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

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

พลอยเนื้ออ่อนที่ผ่านการเคลือบแล้วมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น โดยพบว่าพลอยเพอริโดซึ่งก่อนเคลือบมีค่าความแข็งที่ต่ำกว่าพลอยโรสควอทซ์ เมื่อเคลือบฟิล์มบางแล้วทำให้มีค่าความแข็งใกล้เคียงกับพลอยโรสควอทซ์ที่ไม่ผ่านการเคลือบ อย่างไรก็ตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่าความแข็งที่เพิ่มขึ้นน้อยลง ดังนั้นการเคลือบฟิล์มบางด้วยการใช้ไอน้ำ ควรทำที่อุณหภูมิการเคลือบ 80 °C จะทำให้ได้ฟิล์มบางที่เพิ่มความแข็งของพลอยควอทซ์และเพอริโดได้มากที่สุด

Output/Outcome

- ผลงานวิจัยได้มีการตีพิมพ์ในประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

International Conference on Radiation and Emission in Materials (ICREM 2018)

ซึ่งจัดขึ้น ระหว่างวันที่ 20-23 พฤศจิกายน 2561 ณ โรงแรมฮอติเดย์อินน์ จังหวัดเชียงใหม่

ในหัวข้อ “Synthesis and characterization of alumina thin film on semi-precious stones by plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)”

ข้อมูลการอ้างอิง :

S Niyomsuan, C Prapaipong, D Boonyawan, C Umongno. 2018. synthesis and characterization of alumina thin film on semi-precious stones by plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD). Proceeding of International Conference on Radiation and Emission in Materials (ICREM 2018),20-23 November 2018, Chiang Mai, Thailand

ข้อเสนอแนะ

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

บทคัดย่อ

อุตสาหกรรมอัญมณีและเครื่องประดับจัดเป็นสินค้าที่ได้รับความนิยมทำรายได้ให้กับประเทศในฐานะสินค้าส่งออกที่สร้างมูลค่าทางเศรษฐกิจสำคัญอันดับ 1 ใน 10 ของประเทศไทย ปัจจุบันพลอยเนื้ออ่อนเป็นพลอยที่ตลาดให้ความนิยมเป็นเพิ่มมากขึ้น จะเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้พลอยเนื้ออ่อนหากสามารถเพิ่มความต้านทานการขีดข่วนได้

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

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

พลอยเนื้ออ่อนที่ผ่านการเคลือบแล้วมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น โดยพบว่าพลอยเพอริโดซึ่งก่อนเคลือบมีค่าความแข็งที่ต่ำกว่าพลอยโรสควอทซ์ เมื่อเคลือบฟิล์มบางแล้วทำให้มีค่าความแข็งใกล้เคียงกับพลอยโรสควอทซ์ที่ไม่ผ่านการเคลือบ อย่างไรก็ตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่าความแข็งที่เพิ่มขึ้นน้อยลง ดังนั้นการเคลือบฟิล์มบางด้วยการใช้ไอน้ำ ควรทำที่อุณหภูมิการเคลือบ 80 °C จะทำให้ได้ฟิล์มบางที่เพิ่มความแข็งของพลอยควอทซ์และเพอริโดได้มากที่สุด

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 plasma of water vapor 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.

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 film coated on rose quartz was increased with coating temperature. In contrast, the film thickness on peridot was decreased. The coated gemstones gained higher hardness detected with Vickers microhardness tester. The coated peridot was as hard as the uncoated rose quartz. Therefore, in coating alumina thin film with water plasma, coating temperature at 80 degree Celsius could enhance hardness of quartz and peridot, eventually.

สารบัญ

(Table of Contents)

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ii
บทคัดย่อ	iii
Abstract	iv
สารบัญ	v
สารบัญตาราง	vii
สารบัญรูป	viii
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับและหน่วยงานที่นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์	3
1.5 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย	3
1.6 วิธีการดำเนินการวิจัย และสถานที่ทำการทดลอง/เก็บข้อมูล	8
1.7 แผนการดำเนินงานตลอดโครงการวิจัย	9
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย	10
2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ	10
2.2 ขั้นตอนการทดสอบฟิล์มบางอะลูมินา	13
2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มบาง	18
บทที่ 3 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	22
3.1 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1	22
3.2 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2	34
บทที่ 4 ผลการวิจัย	58
4.1 สรุปผลการวิจัย	58
4.2 ข้อเสนอแนะ	59
4.3 ผลผลิต	59

	หน้า
สรุปรายงานการเงิน	82
บรรณานุกรม (Bibliography)	83
ภาคผนวก	87
ภาคผนวก ก ข้อมูล การทดลองชุดที่ 1	88
ภาคผนวก ข ข้อมูล XPS ของ Si การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1	96
ภาคผนวก ค ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2	100
ประวัตินักวิจัย	121

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า	
1.1	การจำแนกชนิดของอัญมณีตามระดับความแข็ง	4
1.2	แผนการดำเนินงาน	9
2.1	เงื่อนไขการเคลือบของงานวิจัยโดยภาพรวม	17
3.1	ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อน ในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1	22
3.2	ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิส โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ	23
3.3	ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดท โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ	24
3.4	ค่าความหนาและค่าความขรุขระ(roughness (Sa)) ของฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อน โดยทำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ	31
3.5	ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2	34
3.6	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C	35
3.7	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C	36
3.8	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C	37
3.9	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดทก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C	38
3.10	ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดทก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C	39
3.11	ภาพถ่ายชิ้นงานเพอริโดทก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C	40
3.12	ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางโดยใช้พลาสมาไอน้ำ	41
3.13	ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดทก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางโดยใช้พลาสมาไอน้ำ	42
3.14	ภาพ AFM ชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์และเพอริโดทที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มอลูมินา (control)	52
3.15	ภาพ AFM พลอยโรสควอตซ์ และ เพอริโดทที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินาที่อุณหภูมิ 150 °C	53
3.16	ภาพ AFM พลอยโรสควอตซ์ และ เพอริโดทที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 200 °C	54
3.17	ภาพ AFM พลอยโรสควอตซ์ และ เพอริโดทที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 °C	55

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า	
1.1	ภาพจำลองหลักการสร้างฟิล์มด้วยกระบวนการ ALD	5
1.2	ภาพจำลองการเคลือบผิว Al ₂ O ₃ ด้วยวิธี ALD โดยใช้สารตั้งต้น TMA และ น้ำ	6
1.3	ภาพลำดับการเคลือบผิว Al ₂ O ₃ ด้วยวิธี PE-ALD จำนวน 1 รอบ	7
1.4	ภาพลำดับการควบคุมการไหลของก๊าซในระบบ PE-ALD	7
2.1	วัสดุ สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย	11
2.2	เครื่องเคลือบ Plasma Enhance Atomic layer Deposition	12
2.3	ผังเครื่อง plasma enhanced atomic layer deposition ; PE-ALD	12
2.4	แผนภาพกระบวนการทดลอง	14
2.5	ฐานวางชิ้นงานสำหรับเคลือบภายใน Chamber	15
2.6	หน้าจอบริเวณแสดงผลการป้อนจำนวนรอบการเคลือบและวินาทีของการปล่อยแก๊ส	16
2.7	ภาพแสดงบริเวณที่สามารถสังเกตเห็นพลาสมาไอออน้ำ แสดงสีสว่างรอบท่อนำพลาสมา ตั้งบริเวณลูกศร	16
2.8	รูปแบบในการสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาในหนึ่งรอบการเคลือบ (1 cycle)	17
2.9	การใช้เครื่องซึ่งความถี่จำเพาะ	18
2.10	การอ่านค่าของเครื่องวัดค่าดัชนีหักเห	18
2.11	การวัดมุมสัมผัส	19
2.12	กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม atomic force microscope	19
2.13	เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy	20
2.14	ระบบตรวจสอบวัดสเปกตรัม	20
2.15	เครื่องวัดค่าความแข็ง micro Vickers hardness	21
2.16	เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ UV-VIS NIR spectrophotometer	21
3.1	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพอลอยเนื้ออ่อนชนิด (a-c) อเมทิสและ (d-f) เพอริโดททั้ง ก่อนและหลังการเคลือบที่ อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส โดยการเคลือบ จำนวน 800 รอบ	25
3.2	สเปกตรัมของพลาสมาไอออน้ำ	26
3.3	องค์ประกอบของฟิล์มบางที่เคลือบบนพื้นผิวพอลอยเนื้ออ่อน ชนิด (a) อเมทิส และ (b) peridot ที่ผ่านการเคลือบจำนวน 800 รอบ อุณหภูมิการเคลือบ 80-300 องศา เซลเซียส	27

รูปที่	หน้า
3.4 ภาพถ่ายจาก SEM ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst a) Amethyst control, ชิ้นงานเคลือบฟิล์มอลูมินาเงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ b) 80 องศาเซลเซียส, c) 150 องศาเซลเซียส และ d) 300 องศาเซลเซียส	28
3.5 แสดงภาพ SEM ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด Peridot a) Peridot control, ชิ้นงานเคลือบฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ b) 80 องศาเซลเซียส, C) 150 องศาเซลเซียส และ d) 300 องศาเซลเซียส	29
3.6 การแสดงความหนาของฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพอริโด โดยการทำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส	30
3.7 ลักษณะพื้นผิว (Surface morphology) ของฟิล์มบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพอริโด ททำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส	32
3.8 แสดงผลค่าความแข็งที่เงื่อนไขการเคลือบด้วยพลาสมาพลาสมาไอน้ำ ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส	33
3.9 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงพลอยโรสควอทซ์ ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ	43
3.10 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงพลอยเพอริโด ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 600 และ 800 รอบ	43
3.11 กราฟค่ามุมสัมผัสหยดน้ำบนชิ้นงานโรสควอทซ์ที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ	44
3.12 กราฟค่ามุมสัมผัสหยดน้ำบนชิ้นงานพลอยเพอริโดที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ	45
3.13 การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของอนุกรมพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มบนพลอยเนื้ออ่อน ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	46
3.14 กราฟแสดงปริมาณสารบนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบบนชิ้นงานโรสควอทซ์	48
3.15 กราฟแสดงปริมาณสารบนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบบนชิ้นงานเพอริโด	48
3.16 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโด ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	49

รูปที่		หน้า
3.17	กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยโรสควอทซ์ และเพอริโต ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	50
3.18	กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโต ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	51
3.19	กราฟค่าความหนาของฟิล์ม บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโต ที่ผ่านการเคลือบเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ	56
3.20	กราฟแสดงค่าความแข็งชิ้นงานพลอยโรสควอทซ์เคลือบฟิล์มบางอลูมินา	57
3.21	กราฟแสดงค่าความแข็งชิ้นงานพลอยเพอริโตเคลือบฟิล์มบางอลูมินา	57

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 และจังหวัดจันทบุรีเป็นตลาดที่มีการค้าขายอัญมณีที่มีสำคัญของประเทศ

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

ฟิล์มบางอลูมินา มีสูตรทางเคมีคือ 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 $Al(CH_3)_3$ จะสร้างพันธะเคมีกับวัสดุพื้นปฏิกิริยาคลุมทั่วทั้งพื้นผิว หลังจากนั้นเติมก๊าซเฉื่อยไล่ส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบ แล้วทำการปล่อยก๊าซของสารตั้งต้นตัวที่สองนั้น ซึ่งได้แก่ พลาสมาของออกซิเจนซึ่งเป็นสารตั้งต้น

ทำปฏิกิริยากับสารปกคลุมพื้นเดิม แล้วเติมก๊าซเฉื่อยไล่ส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบ ทำซ้ำกระบวนการเดิมจนได้ฟิล์มในระดับที่ต้องการ[Lim, J(2004)]

การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค PE-ALD บนพอลยเนื้ออ่อนที่ผ่านมา ผลปรากฏว่า ค่าความแข็งของพอลยเนื้ออ่อนมีค่าที่เพิ่มมากขึ้นและสีของพอลยเนื้ออ่อน ได้แก่ โทแพซ เบริล และ ควอตซ์ มีการเปลี่ยนแปลงในระดับที่ไม่สามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่า แต่เนื่องด้วยเทคนิค PE-ALD ได้รับการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) พบว่าฟิล์มบางอลูมินามีปริมาณคาร์บอนที่หลงเหลือ ซึ่งอาจเป็นไปได้จากปฏิกิริยา $TMA:Al(CH_3)_3$ สารตั้งต้นกับพลาสมาออกซิเจน และการเคลือบที่ใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่า 200 C ซึ่งส่งผลต่อการสะสมของคาร์บอนด้วย ในบทความนี้จึงได้ทำการวิจัยการเคลือบฟิล์มบางโดยใช้พลาสมาไอน้ำเป็นตัวทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น TMA ซึ่งพบในงานวิจัยของ Haerber F และคณะ ในการสร้างฟิล์มบางที่ประกอบด้วย Al และ O ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในองค์ประกอบของฟิล์มอีกด้วย[Haerber, F(2013)]

ดังนั้นโครงการวิจัย เรื่อง “การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัลูมิเนียมเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)” ปีที่ 2 (โครงการต่อเนื่อง 2 ปี) จึงมีความประสงค์ที่จะศึกษาการเคลือบ PEALD โดยใช้พลาสมาของไอน้ำในการสร้างฟิล์มบางเพื่อเพิ่มความทนทานต่อการขีดข่วนบนผิวหน้าของอัลูมิเนียมเนื้ออ่อน โดยสร้างฟิล์มบางที่ใส เพื่อช่วยให้อัลูมิเนียมยังคงความงามเดิมไว้ได้นานขึ้น เป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมอัลูมิเนียมและเครื่องประดับให้สามารถขยายความนิยมในการสวมใส่เครื่องประดับของอัลูมิเนียมเนื้ออ่อน เพื่อสร้างความเข้มแข็งให้กับเศรษฐกิจของประเทศในอีกทางหนึ่ง

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

เพื่อเคลือบอัลูมิเนียมเนื้ออ่อนด้วยฟิล์มบางของอลูมินาที่มีความทนทานต่อการขีดข่วน ด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)
โครงการวิจัยปีที่ 2 ศึกษาการเคลือบโดยใช้พลาสมาไอน้ำ

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาการเคลือบผิวฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) ด้วยพลาสมาไอน้ำ
2. ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางบนชิ้นงานกระจกสไลด์และอัลูมิเนียมเนื้ออ่อน 2 ชนิด ได้แก่ โรสควอร์ซ และเพอริโดท
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. สามารถปรับปรุงคุณภาพอัญมณีเนื้ออ่อนเพื่อให้สามารถต้านทานการขีดข่วนได้เพื่อให้ได้รับความนิยมนจากผู้สวมใส่อัญมณีมากขึ้น
 2. เป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมอัญมณีและเครื่องประดับซึ่งเป็นหนึ่งในสินค้าประเภทที่มีการส่งออกมากที่สุด 10 อันดับของประเทศไทย
 3. ความรู้ที่ได้จากการวิจัยจะเป็นประโยชน์โดยตรงต่อผู้ผลิตเครื่องประดับในอุตสาหกรรมขนาดเล็กจนถึงขนาดใหญ่ และนำไปสู่การผลิตเชิงพาณิชย์
 4. เผยแพร่ในวารสารทางวิชาการทั้งภายในและภายนอกประเทศ
 5. เป็นประโยชน์ต่อหน่วยงานในการเรียนการสอนของนิสิต และเป็นองค์ความรู้ในการวิจัย
- หน่วยงานที่จะนำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์ ได้แก่ กลุ่มนักวิจัยองค์ความรู้เรื่องการพัฒนาวัสดุด้วยการเคลือบฟิล์มบางเพื่อการปกป้องผิว และเป็นประโยชน์โดยตรงต่อหน่วยงานที่ทำการวิจัยได้แก่ คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี

1.5 ทฤษฎี สมมติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

โครงการวิจัยเรื่อง “การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)” ปีที่ 2 (โครงการวิจัยต่อเนื่อง 2 ปี) มีกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย ดังนี้

ฟิล์มบางอลูมินา มีองค์ประกอบทางเคมี คือ Al_2O_3 (อลูมิเนียมออกไซด์) ซึ่งเป็นองค์ประกอบเดียวกับอัญมณีเนื้อแข็ง คือ คอร์รันดัม (corundum) โดยคอร์รันดัมคือ อลูมินาที่มีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว มีโครงสร้างผลึกเป็น เฮกซะโกนัล (Hexagonal) มีความแข็งที่ระดับ 9 ตามโมห์สเกล อัญมณีในกลุ่มคอร์รันดัมได้แก่ ทับทิม ไพลิน และ บุชราคัม เป็นต้น ถ้าสามารถสร้างฟิล์มบางอลูมินาที่มีความแข็งในระดับที่สูงกว่าความแข็งของคอร์รันดัมได้จะสามารถปกป้องผิวของอัญมณีเนื้ออ่อนจากการขีดข่วนได้เป็นอย่างดี

อัญมณีเนื้ออ่อน คือกลุ่มอัญมณีที่มีความแข็ง (Hardness) น้อยกว่าระดับ 9 ในหน่วยของโมห์สเกล (Mohl's scale) ส่วนอัญมณีที่มีความแข็งตั้งแต่ ระดับ 9 ขึ้นไป ในหน่วยของโมห์สเกล จัดเป็น อัญมณีเนื้อแข็ง ได้แก่ เพชร และคอร์รันดัม (เช่น ทับทิม ไพลิน หรือ บุชราคัม เป็นต้น) อัญ

มณีเนื้อแข็งเป็นกลุ่มอัญมณีที่มีมูลค่าด้านการตลาด และได้รับความนิยมสูงเนื่องจากความสวยงามตามลักษณะทางอัญมณีและสมบัติด้านความแข็ง ทำให้อัญมณีคงความสวยงามได้ยาวนาน อย่างไรก็ตาม อัญมณีเนื้ออ่อนหลายชนิดมีมูลค่าทางการตลาดสูงมากเนื่องมาจากความสวยงาม และความหายาก การจำแนกอัญมณีตามระดับความแข็งในโมห์สเกล แสดงดังตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 การจำแนกชนิดของอัญมณีตามระดับความแข็ง

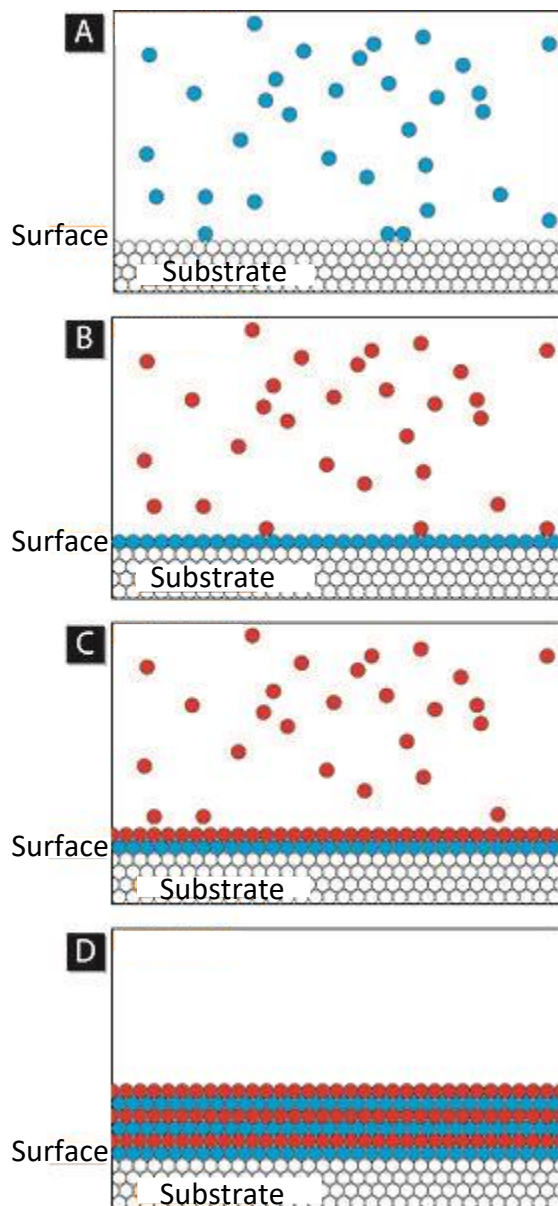
Minerals Name	Chemical Formula	Hardness (Mohs scale)
Diamond	C	10
Corundum (Ruby, Sapphire)	Al ₂ O ₃	9
Chrysoberyl	BeAl ₂ O ₄	8.5
Topaz	Al ₂ (SiO ₄)(F,OH) ₃	8
Spinel	MgAl ₂ O ₄	7.5 - 8
Beryl (Emerald, aquamarine)	Be ₃ Al ₂ Si ₆ O ₁₈	7.5 - 8
Zircon	ZrSiO ₄	7.5
Tourmaline	(Ca,K,Na) (Al,Fe,Li,Mg,Mn) ₃ (Al,Cr,Fe,V) ₆ (BO ₃) ₃ (Si,Al,B) ₆ O ₁₈ (OH,F) ₄	7 - 7.5
Garnet	(Ca, Mg, Fe, Mn) ₃ (Al, Fe, Cr) ₂ (SiO ₄) ₃	6.5 - 7.5
Quartz (Citrine, amethyst)	SiO ₂	7
Nephrite	Ca ₂ (Mg,Fe) ₅ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	6.5
Peridot	(Mg, Fe) ₂ SiO ₄	6.5
Opal	SiO ₂ (amorphous)	5.5 - 6.5
Turquoise	CuAl ₆ (PO ₄) ₄ (OH) ₈ .4H ₂ O	5 - 6
Lapis Lazuli (Lazurite)	(Na,Ca) ₈ (AlSiO ₄) ₆ (S,SO ₄ ,Cl) ₁₋₂	5 - 5.5
obsidian	SiO ₂ (amorphous)	5
Malachite	Cu ₂ CO ₃ (OH) ₂	3.5 - 4
Pearl	CaCO ₃	3
Amber	Organic compound	2.5

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

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

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

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



รูปที่ 1.1 ภาพจำลองหลักการสร้างฟิล์มด้วยกระบวนการ ALD [Wikipedia (2014)]

ALD ประกอบด้วยปฏิกิริยาเคมีของสารตั้งต้นสองชนิดจนได้ผลลัพธ์ ดังสมการ



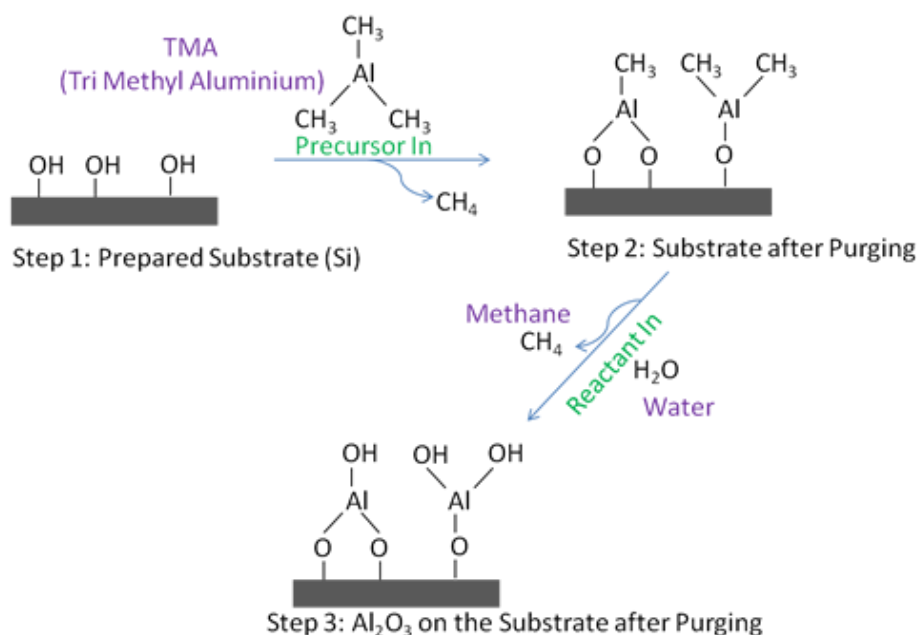
โดยเมื่อพื้นผิวของวัสดุอยู่ในสถานะของแข็งสัมผัสกับสารในสถานะก๊าซจึงเกิดการดูดซับอะตอมหรือโมเลกุลของก๊าซไว้ที่พื้นผิว โดยปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นจนกระทั่งการดูดซับเกิดขึ้นจนอิ่มตัว หลักการของกระบวนการสร้างฟิล์ม ALD มีขั้นตอนแสดงดังรูปที่ 1.1 ประกอบด้วยปฏิกิริยาเคมีในท้องเคลือบตามลำดับ A-D ดังนี้

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

B - C ทำการปล่อยก๊าซของสารตั้งต้น (precursor) ตัวที่สองเข้ามาในห้องเคลือบ อะตอมของสารนี้จะสร้างปฏิกิริยากับอะตอมที่ปกคลุมพื้นผิวอยู่เดิม เกิดเป็นระนาบฟิล์มบางอีกชั้นหนึ่ง จากนั้นจึงไล่อะตอมส่วนที่เหลือออกจากห้องเคลือบด้วยการให้ก๊าซเฉื่อยไหลผ่านและพาอะตอมส่วนเกินออกไป

D ทำซ้ำกระบวนการเติมจนได้เป็นฟิล์มบางหลายชั้นตามต้องการ

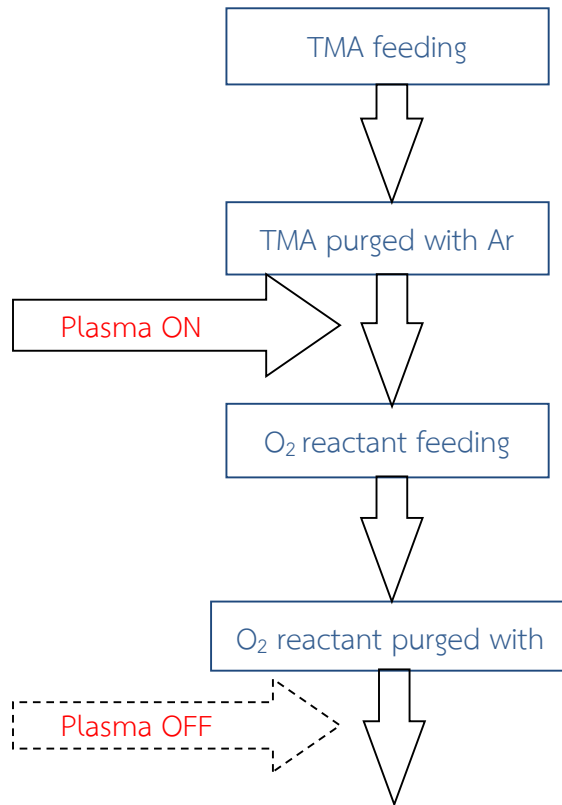
การสร้างฟิล์มอลูมินาด้วยวิธีการ atomic layer deposition (ALD) ประกอบด้วยสารตั้งต้นคือ trimethylaluminum (TMA) มีสูตรเคมีคือ $\text{Al}_2(\text{CH}_3)_6$ และ ไอ้ น้ำ (H_2O vapor) และได้ CH_4 เป็นผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยา ดังสมการ 1.2 [Oili M.E. Ylivaara (2014)] ภาพจำลองการเกิดปฏิกิริยา แสดงดังรูปที่ 1.2



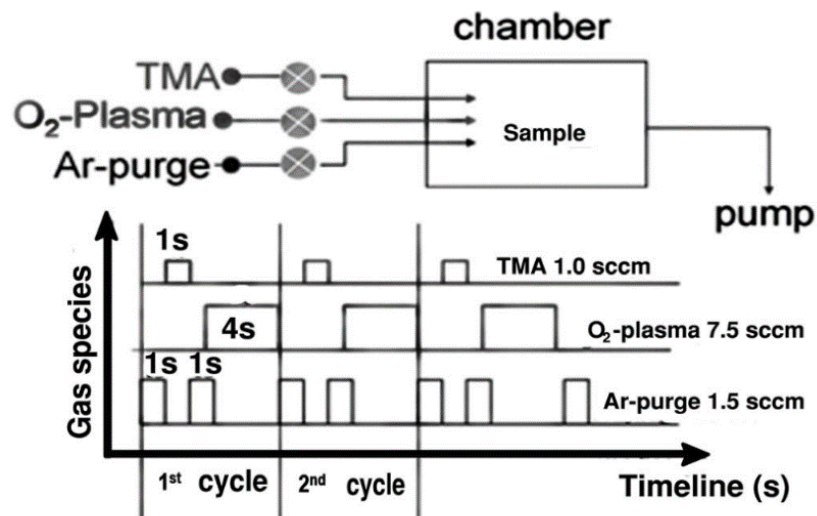
รูปที่ 1.2 ภาพจำลองการเคลือบผิว Al_2O_3 ด้วยวิธี ALD โดยใช้สารตั้งต้น TMA และ น้ำ [DNanotech (2012)]

ลำดับขั้นในการควบคุมการไหลของก๊าซเข้าสู่ห้องเคลือบพร้อมการควบคุมการเปิดปิดของพลาสมา โดยรอบของการเคลือบฟิล์มบาง 1 รอบ แสดงใน รูปที่ 1.3 เป็นกระบวนการ PEALD โดยการใช้พลาสมาของออกซิเจน ประกอบด้วยการปล่อยก๊าซ TMA เข้าสู่ห้องเคลือบตามด้วยการไล่ก๊าซ TMA ที่หลงเหลืออยู่ด้วยก๊าซอาร์กอน จากนั้น เปิดเครื่องกำเนิดพลาสมาพร้อมกับการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่

ระบบ เพื่อทำให้เกิดพลาสมาของออกซิเจน จากนั้นปล่อยก๊าซอาร์กอนเพื่อไล่พลาสมาของออกซิเจนออกจากระบบพร้อมกับปิดเครื่องกำเนิดพลาสมา จากนั้นทำซ้ำจนครบตามจำนวนรอบที่กำหนด 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)

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 ใช้ระยะเวลาในการไหลเข้าสู่ห้องเคลือบ 1 วินาที

วินาทีที่ 3 ก๊าซอาร์กอน ที่มีอัตราการไหล 1.5 sccm ใช้ระยะเวลาในการไหลเข้าสู่ห้องเคลือบ 1 วินาที

วินาทีที่ 4 พลาสมาออกซิเจน ที่อัตราการไหล 7.5 sccm ใช้ระยะเวลาภายในห้องเคลือบ 4 วินาที

จากนั้น เริ่มต้นการเคลือบรอบที่ 2 โดยการดำเนินการควบคุมการไหลเข้าของก๊าซซ้ำตามลำดับข้างต้น

1.6 วิธีการดำเนินการวิจัย และสถานที่ทำการทดลอง/เก็บข้อมูล

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษา “การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วนของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)” ปีที่ 2 (โครงการวิจัยต่อเนื่อง 2 ปี) ซึ่งการดำเนินการส่วนใหญ่สามารถดำเนินการ ณ คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี และ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ โดยมีรายละเอียด ดังนี้

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

1.7. แผนการดำเนินงานตลอดโครงการวิจัย

แผนการดำเนินการวิจัยเริ่มต้นทำการวิจัยวันที่ 1 ตุลาคม พ.ศ. 2559 ถึงวันที่ 31 สิงหาคม พ.ศ. 2562 แสดงดังตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.2 แผนการดำเนินงาน

กิจกรรม		2559 – 2561					2562		
		1-3	4-6	7-9	10-12	13-15	16-18	19-21	22-24
1	จัดเตรียมอัญมณีเนื้ออ่อนเพื่อการตรวจสอบและการเคลือบผิว	←					→		
2	ตรวจสอบสมบัติเบื้องต้นของอัญมณีเนื้ออ่อน		←				→		
3	ตรวจวัดการดูดกลืนคลื่นแสงของอัญมณีก่อนการเคลือบฟิล์มบาง ด้วย UV-Vis-NIR Spectrophotometer		←				→		
4	ดำเนินการเคลือบผิวฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค PE-ALD								
5	วิเคราะห์ชิ้นงานหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเครื่องมือ UV-Vis-NIR Spectrophotometer, X-ray Diffractometer (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy etc.								
6	ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค AFM								
7	ตรวจสอบความแข็งของอัญมณีหลังเคลือบฟิล์มบาง ด้วย Vicker's microhardness tester								
8	วิเคราะห์ สรุปลผล และนำเสนอผลงาน								
9	เผยแพร่ความรู้								

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

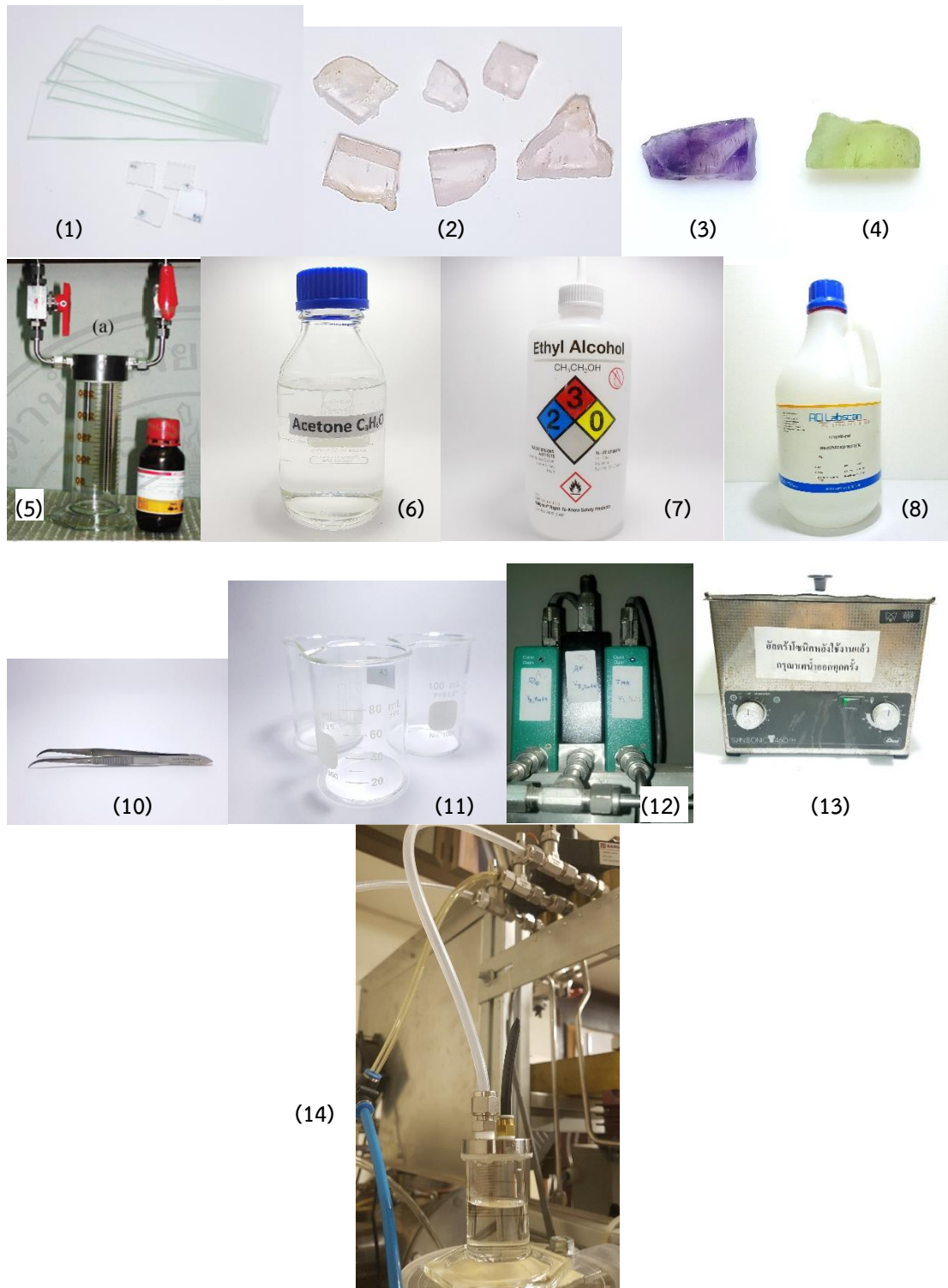
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย

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) และไอน้ำ
10. ปากคีบ (Brophy Dressing Forceps) ใช้สำหรับคีบพลอย
11. ปีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร (Beaker) ใช้สำหรับใส่สารเคมี
12. อุปกรณ์ควบคุมการไหลของไอน้ำ ก๊าซอาร์กอน และ TMA
13. เครื่องอัลตราโซนิกส์ (Ultrasonication)
14. อุปกรณ์บรรจุน้ำปราศจากไอออน (DI Water) เพื่อต่อเข้ากับห้องเคลือบ



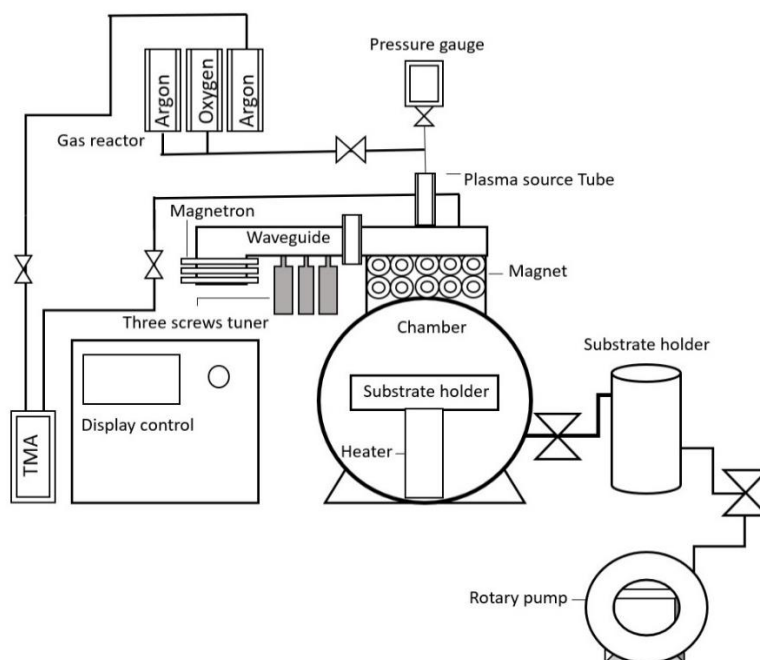
รูปที่ 2.1 วัสดุ สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย

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)

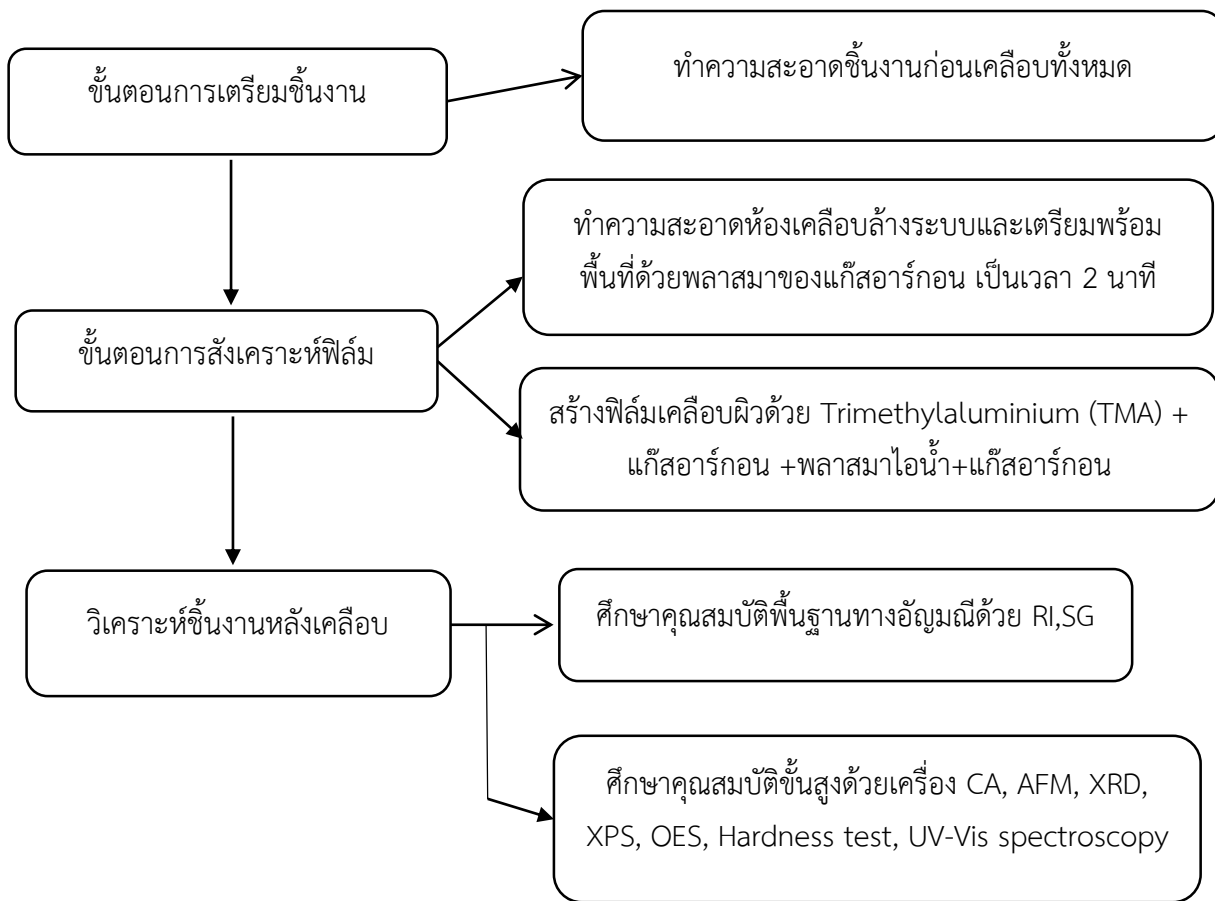


รูปที่ 2.3 ผังเครื่อง plasma enhanced atomic layer deposition ; PE-ALD

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. ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์ และเพอริโด ทำการตัดแบ่งขนาดประมาณ 1 เซนติเมตร และกระจกสไลด์ไม่ต้องทำการตัด
2. นำชิ้นงานใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีอะซิโตน จากนั้นทำการล้างภายใต้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นทำแบบเดียวกันทั้งในแอลกอฮอล์และน้ำปราศจากไอออน (DI water)
3. เป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน

2.2.2 ขั้นตอนการการสังเคราะห์ฟิล์มอลูมินา

1. ทำการนำชิ้นงานชิ้นงานเข้าห้องเคลือบ (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

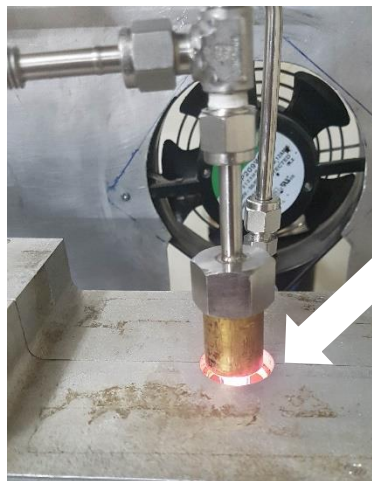
- ความดันเริ่มต้น $\approx 4 \times 10^{-2}$ ทอร์
- อุณหภูมิของชิ้นงานในแต่ละเงื่อนไข : 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส
- กำลังไฟฟ้า : 145 วัตต์
- อัตราเวลาการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ห้องเคลือบ : 4.5×10^{-1} ทอร์
- เวลาในการประยุกต์ใช้พลาสมา : 20 นาที

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



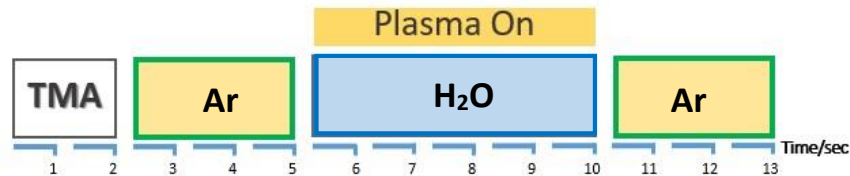
รูปที่ 2.6 หน้าจอควบคุมแสดงผลการป้อนจำนวนรอบการเคลือบและวินาทีของการปล่อยแก๊ส

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 ไอน้ำเป็นเวลา 5 วินาที ในช่วงวินาทีที่ปล่อยไอน้ำ โปรแกรมจะทำการเปิดให้ไมโครเวฟทำงานและคลื่นไมโครเวฟจะถูกส่งมาตามท่อนำคลื่นมายังหลอดพลาสมาที่ไอน้ำ เกิดเป็นพลาสมาไอน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.7
 - ครั้งที่ ๔ ปล่อยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 วินาที



รูปที่ 2.7 ภาพแสดงบริเวณที่สามารถสังเกตเห็นพลาสมาไอน้ำ 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*
 - ไอน้ำ $\approx 7.4 \times 10^{-1}$ 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

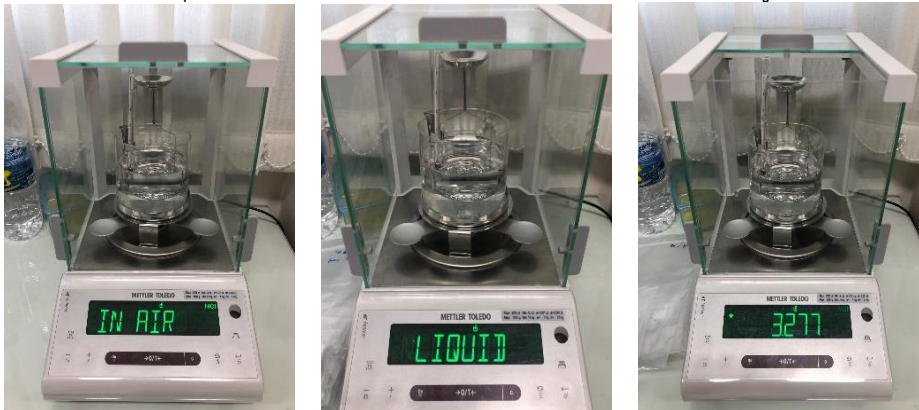
ตารางที่ 2.1 เงื่อนไขการเคลือบของงานวิจัยโดยภาพรวม

	Substrate	Mixture time (s)	จำนวนรอบในการเคลือบ (cycles)			
		TMA-Ar-H ₂ O	80 °C	150°C	200°C	300°C
การวิจัยชุดที่ 1	Amethyst Peridot	2-3-5 (s)	800	800	-	800
การวิจัยชุดที่ 2	Rose quartz Peridot	2-3-5 (s)	-	400	400	400
				600	600	600
				800	800	800

หมายเหตุ คลื่นไฟฟ้า(watt) 145 watt พลาสมาเปิดตอนโพล์วไอน้ำ

2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ชิ้นงานก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มบาง

1. การหาความถ่วงจำเพาะของอัญมณี ก่อนและหลังการเคลือบ ด้วยเครื่องชั่งความถ่วงจำเพาะ โดยหาอัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นของตัวอย่าง 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)

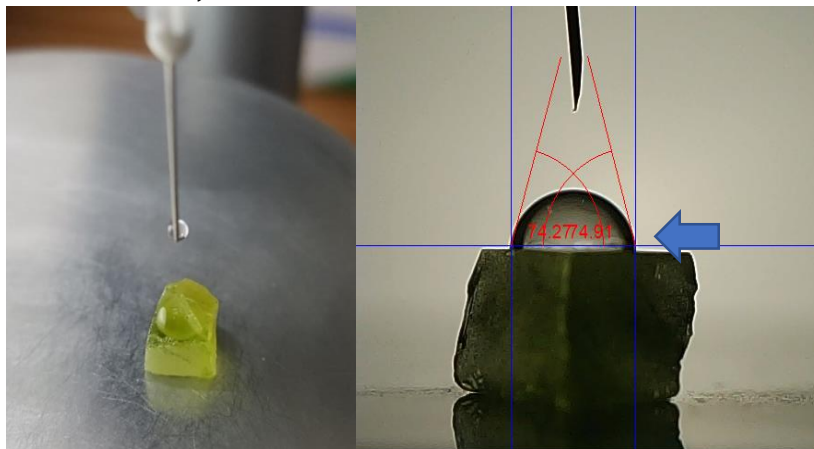
(3)

รูปที่ 2.10 การอ่านค่าของเครื่องวัดค่าดัชนีหักเห

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

การศึกษาการวัดค่ามุมสัมผัสหยดน้ำเป็นอีกหนึ่งขั้นตอนในการช่วยบ่งบอกการเปลี่ยนแปลงของสภาพผิวชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา โดยในการทดสอบการวัดค่ามุมสัมผัสเริ่มจากการ

บันทึกผลก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มบนผิวชิ้นงานเป็นระยะเวลา 7 วัน เพื่อศึกษาแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงบนผิวฟิล์ม [Edy, 2013]

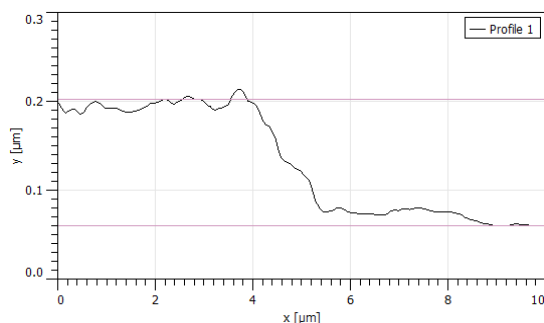


รูปที่ 2.11 การวัดมุมสัมผัส

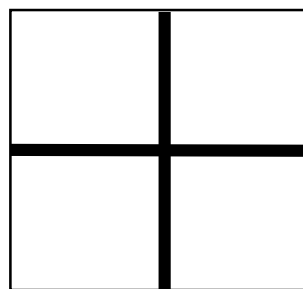
4. การตรวจวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope ; AFM) เพื่อวิเคราะห์พื้นผิวระดับนาโนเมตรให้ทราบถึงความหนาของฟิล์ม (thickness) และความขรุขระของฟิล์ม (roughness) ดังรูปที่ 2.12



(1)



(2)

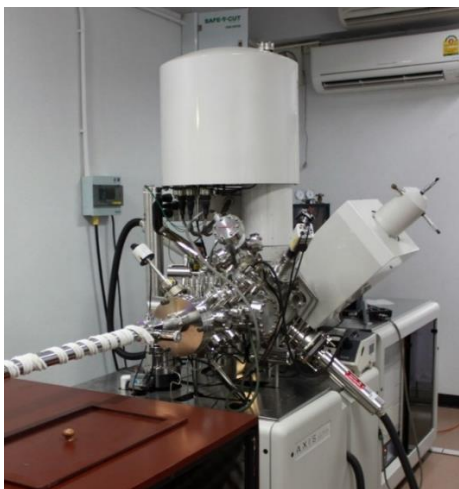


← จีดกากบาท

(3)

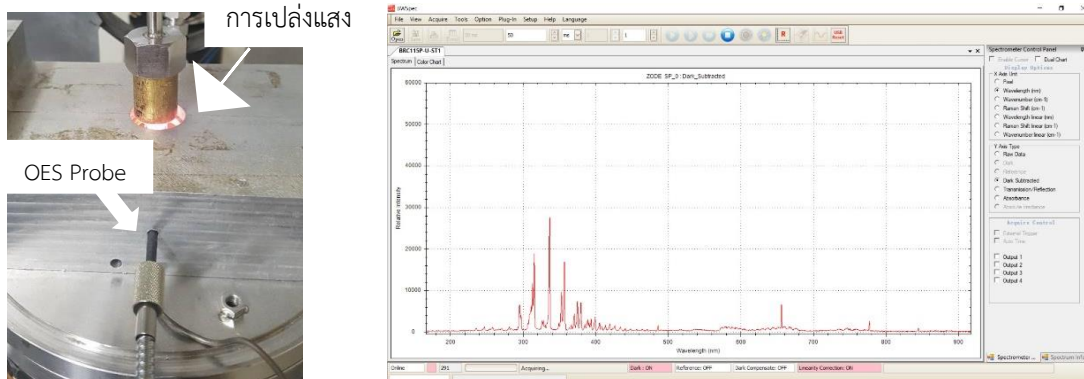
รูปที่ 2.12 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม atomic force microscope

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



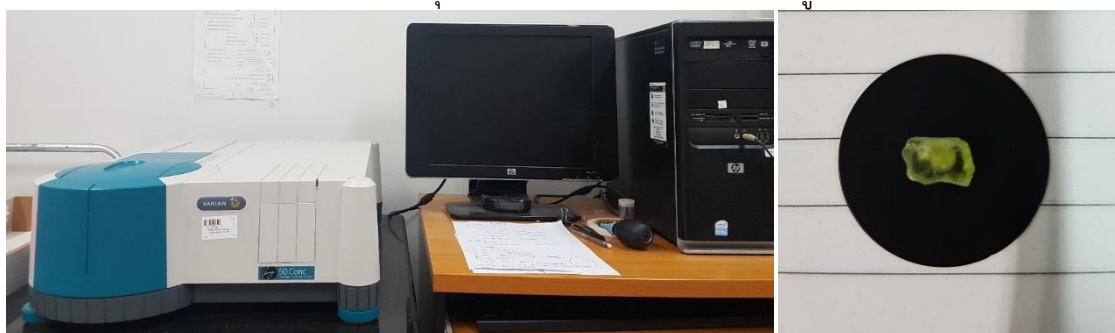
รูปที่ 2.14 ระบบตรวจสอบวัดสเปกตรัม

8. การตรวจวัดค่าความแข็งของชิ้นงานหลังเคลือบด้วยเครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Vickers Microhardness tester) โดยใช้หัวกดแบบวิกเกอร์ คือหัวกดเพชรมีลักษณะเป็นพีรามิดฐาน 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



(1)

(2)

รูปที่ 2.16 เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ UV-VIS NIR spectrophotometer

บทที่ 3 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

3.1 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1 การเคลือบพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst และ Peridot โดย พลาสมาไอ้่น้ำ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

การเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค PE-ALD โดยการใช้พลาสมาไอ้่น้ำ ทำการเคลือบฟิล์มทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ซึ่งใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส ด้วยเงื่อนไขตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อน ในการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1







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

หมายเหตุ กำลังไฟฟ้า 145 watt. พลาสมาเปิดตอนปล่อยไอ้่น้ำ

3.1.1 ผลการถ่ายภาพก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบาง

การถ่ายภาพก่อนและหลังการทดลองเคลือบฟิล์มลงบนพลอยเนื้ออ่อนชนิด อเมทิส และเพอริโด แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 เพื่อแสดงการเปรียบเทียบผลก่อนและหลังการทดลองเคลือบฟิล์มบางอลูมินาโดยใช้พลาสมาไอ้่น้ำ อย่างไรก็ตาม การแสดงด้วยภาพถ่ายเป็นเพียงการสำรวจเบื้องต้น เพื่อความชัดเจนของผลของสมบัติเชิงแสงของชิ้นงาน จึงมีการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนก่อนและหลังเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ซึ่งจะแสดงผลในลำดับต่อไป

ตารางที่ 3.2 ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชั้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิส โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
80 °C		
150 °C		
300 °C		

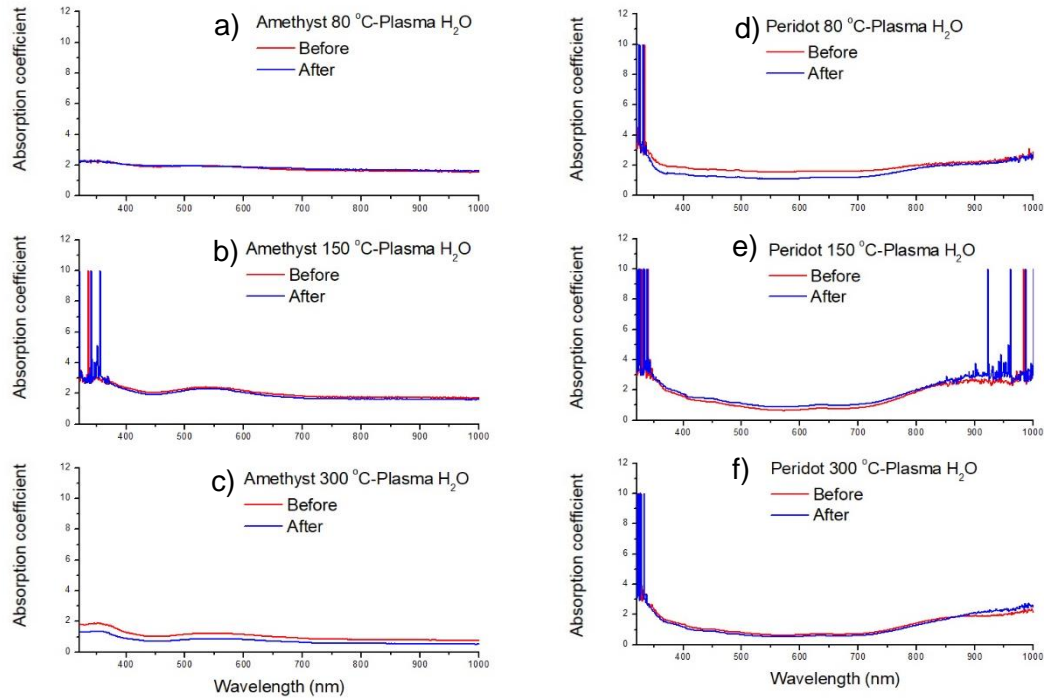
ตารางที่ 3.3 ภาพถ่ายก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางชั้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริดอท โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ

เงื่อนไขการเคลือบ	ภาพถ่ายก่อนเคลือบ	ภาพถ่ายหลังเคลือบ
80 °C		
150 °C		
300 °C		

3.1.2 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสง ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer

การศึกษาศักยภาพการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนก่อนและหลังเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR Spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1100 nm. แสดงดังรูปที่ 3.1 การเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนชนิดอเมทิสและเพอริดอททั้งเงื่อนไขการเคลือบโดยใช้พลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส

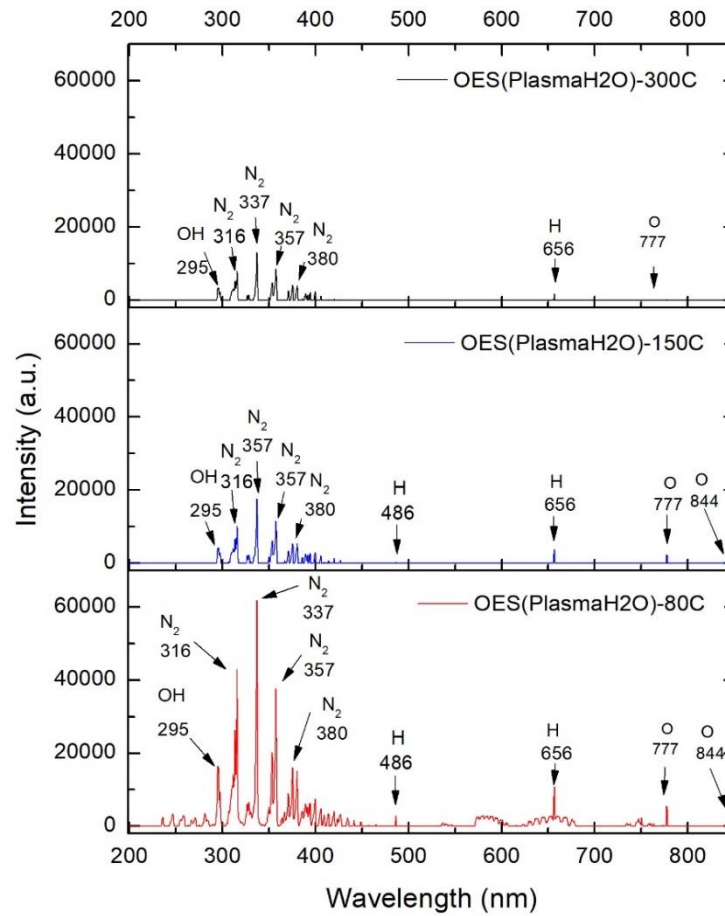
พบว่าหลังเคลือบฟิล์มเมื่อศึกษาศักยภาพการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนทั้งสองชนิดไม่เปลี่ยนสี เป็นไปตามคุณสมบัติของฟิล์มอลูมินาซึ่งมีคุณสมบัติที่ใส แสงสามารถส่องผ่านได้[Hu, B(2014)] จากการใช้อุณหภูมิในการเคลือบสูงถึง 300 องศาเซลเซียสไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงสีของพลอยในระดับที่สังเกตด้วยตาเปล่า



รูปที่ 3.1 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพลอยเนื้ออ่อนชนิด (a-c) อเมทิสและ (d-f) เพอริโดทั้งก่อนและหลังการเคลือบที่ อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ

3.1.2 การศึกษาสเปกตรัมของพลาสมา (Optical Emission Spectrometer : OES)

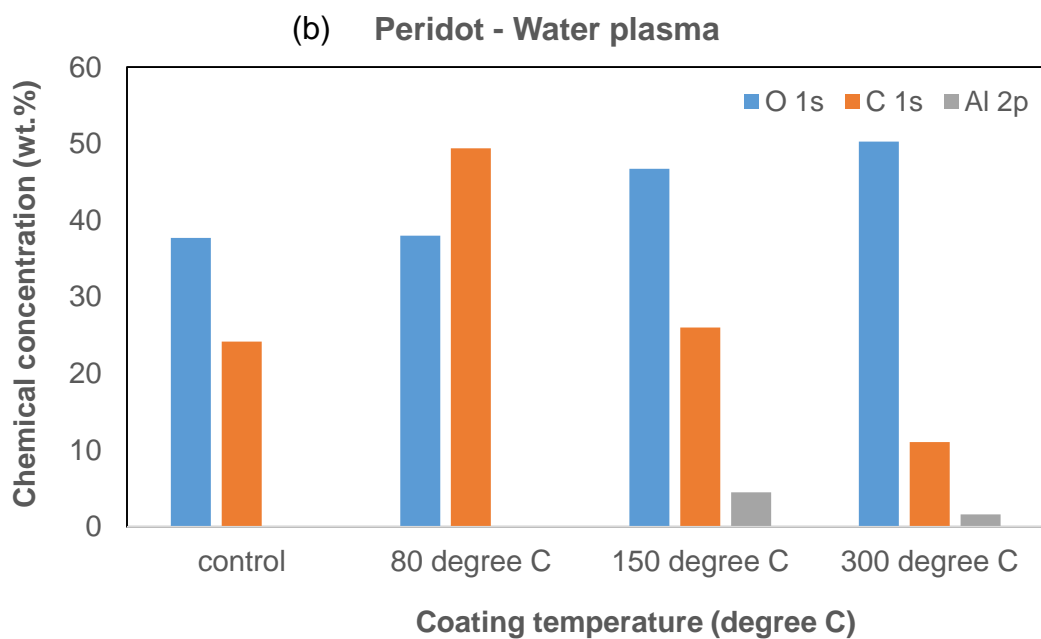
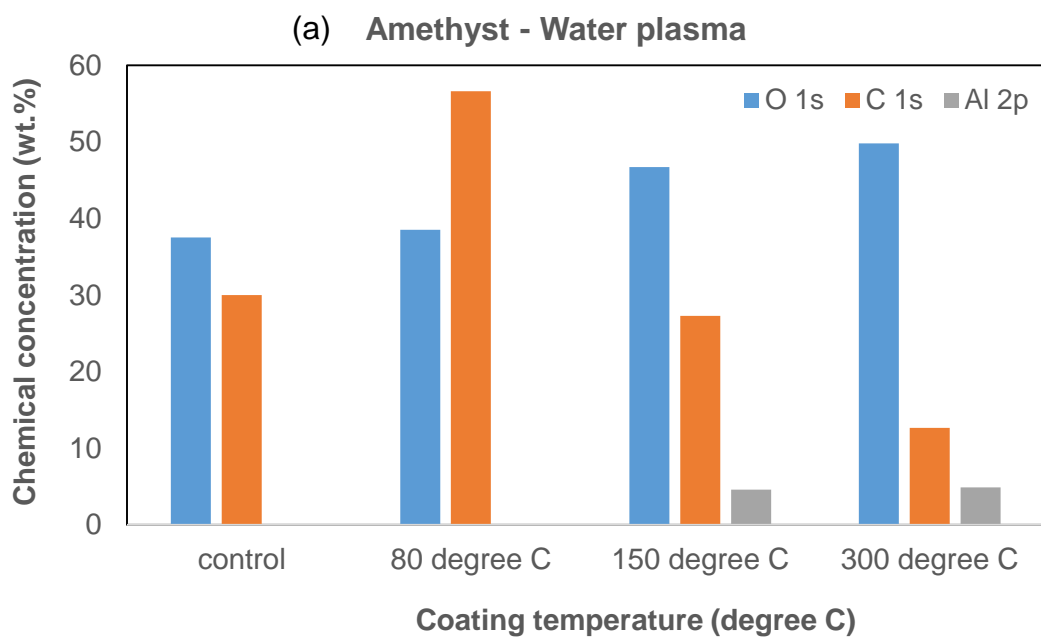
สเปกตรัมของพลาสมาไอออน้ำในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 200 ถึง 850 นาโนเมตร โดยใช้เทคนิค Optical emission spectroscopy (OES) ในการศึกษาสเปกตรัมของพลาสมาไอออน้ำ จากการทดสอบเคลือบฟิล์มบางอลูมินาที่จำนวน 800 รอบ ซึ่งใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส สเปกตรัมของพลาสมาไอออน้ำแสดงดังรูปที่ 3.2 ช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 316 ถึง 380 นาโนเมตร แสดงพีคสเปกตรัมของไนโตรเจน ต่อมาที่ช่วง 777.4 และ 844.6 นาโนเมตร แสดงพีคสเปกตรัมของออกซิเจน [Rezaei, F(2014)] สเปกตรัมเจ็อนโซพลาสมาไอออน้ำเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความเข้ม (Intensity)ของพีคออกซิเจนและไนโตรเจนจะลดลง



รูปที่ 3.2 สเปกตรัมของพลาสมาไอน้ำ

3.1.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มด้วยเทคนิค XPS

จากตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst และ Peridot ที่ผ่านการเคลือบด้วยอลูมินา โดยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส แสดงผลวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีได้ตามกราฟในรูปที่ 3.3

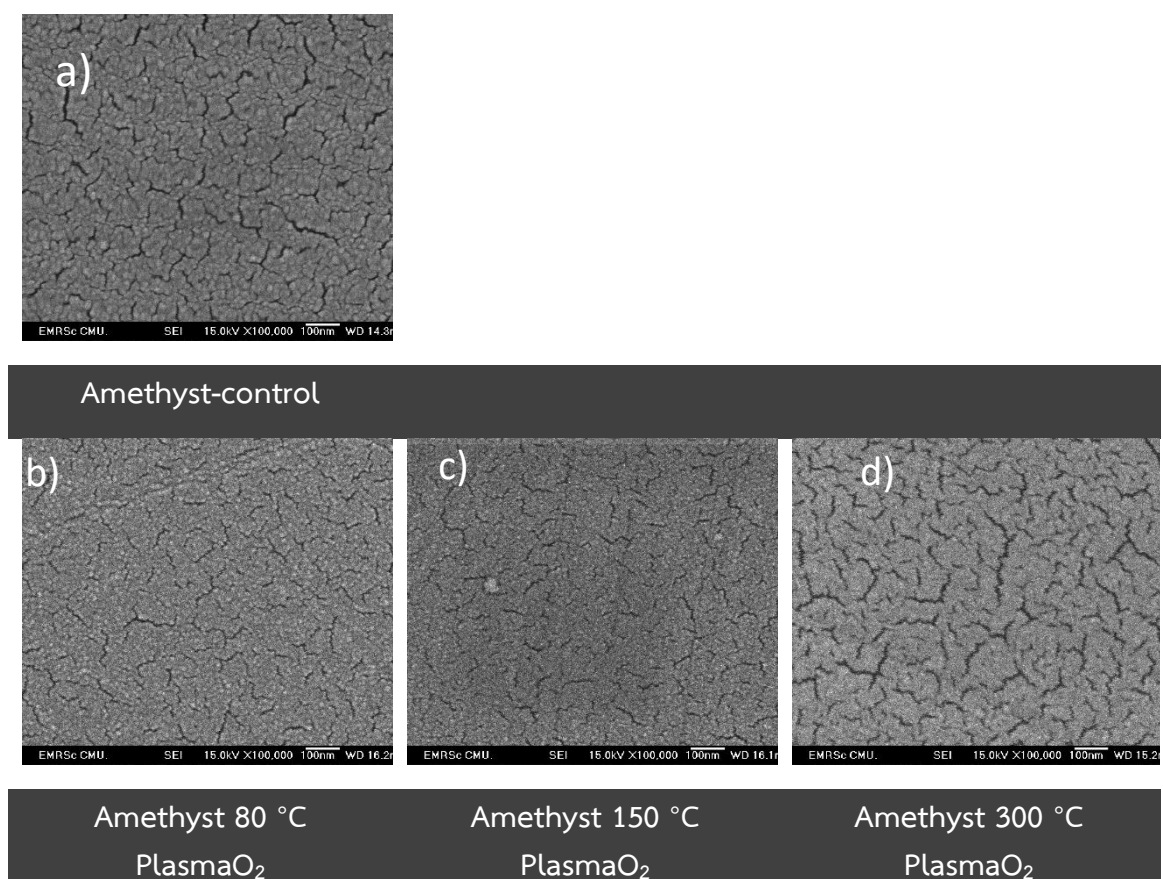


รูปที่ 3.3 องค์ประกอบของฟิล์มบางที่เคลือบบนพื้นผิวพลอยเนื้ออ่อน ชนิด (a) อเมทิส และ (b) peridot ที่ผ่านการเคลือบจำนวน 800 รอบ อุณหภูมิการเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียส

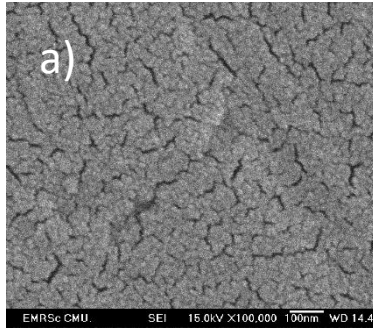
3.1.4 การศึกษาลักษณะทางจุลภาคด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

การศึกษาผิวฟิล์มบนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนทดสอบเคลือบฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส ทำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ

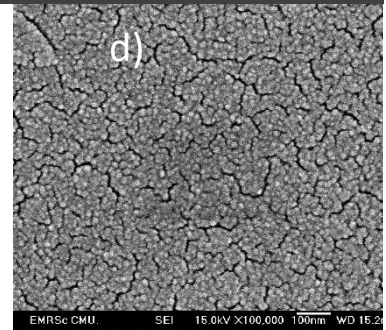
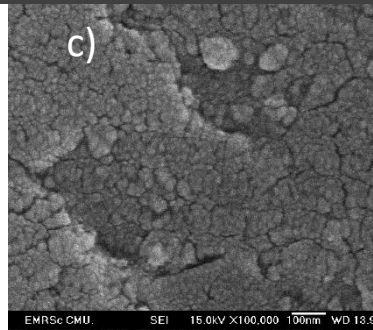
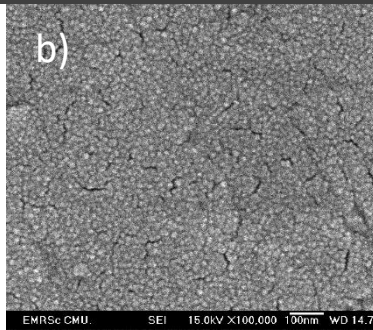
การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) พบว่าลักษณะของอนุภาคที่แตกต่างกันตามอุณหภูมิที่ใช้เคลือบแสดงดังรูปที่ 3.4 และ รูปที่ 3.5 ซึ่งขนาดภาพของกำลังขยายที่เท่ากัน อุณหภูมิที่สูงขึ้นมีผลต่อการก่อให้เกิดสัณฐานวิทยารูปร่างและขนาดของอนุภาค [Ding, S(2013)] โดยที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเห็นอย่างชัดเจนในทุกเงื่อนไขของการเคลือบ



รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายจาก SEM ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด Amethyst a) Amethyst control, ชิ้นงานเคลือบฟิล์มอลูมินาเงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ b) 80 องศาเซลเซียส, c) 150 องศาเซลเซียส และ d) 300 องศาเซลเซียส



Peridot-control



Peridot 80 °C

PlasmaH₂O

Peridot 150 °C

PlasmaH₂O

Peridot 300 °C

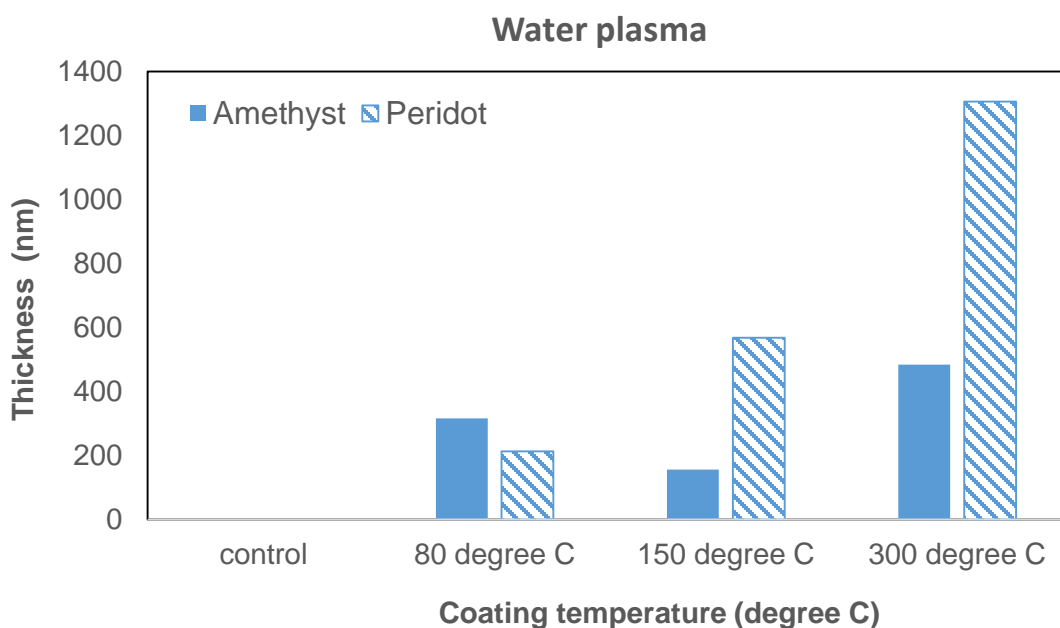
PlasmaH₂O

รูปที่ 3.5 แสดงภาพ SEM ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิด Peridot a) Peridot control, ชิ้นงานเคลือบฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ โดยการเคลือบจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ b) 80 องศาเซลเซียส, C) 150 องศาเซลเซียส และ d) 300 องศาเซลเซียส

3.1.5 การวิเคราะห์ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมินา

การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบด้วยเทคนิค Atomic Force Microscope หรือ AFM ที่เงื่อนไขพลาสมาไออน้ำ อุณหภูมิ 80, 150 และ 300 องศาเซลเซียส เมื่อศึกษาความหนาของฟิล์ม อุณหภูมิที่ใช้เคลือบมีผลต่อการเติบโตของฟิล์ม [Koo, J(2006), Lee, S(2007)] ผลจากการตรวจวัดแสดง ค่าความหนาและความขรุขระของผิวหน้าชิ้นงาน ดังตารางที่ 3.4 การเปรียบเทียบความหนาของฟิล์ม ตามเงื่อนไขของการเคลือบแสดงดังรูปที่ 3.6 และภาพถ่ายด้วย เทคนิค Atomic Force Microscope แสดงดังรูปที่ 3.7 ความขรุขระ (roughness (Sa)) ของฟิล์ม โดยอุณหภูมิมีผลต่อความขรุขระ ซึ่งความ จากการศึกษาค่าความขรุขระก่อนการเคลือบฟิล์มพบว่าผิวของพอลิเมอร์นั้นมีความขรุขระที่อาจเกิด จากการเตรียมตัวอย่างเช่นการ ตัดพอลิเมอร์และการกดหน้าพอลิเมอร์เพื่อขึ้นเงา

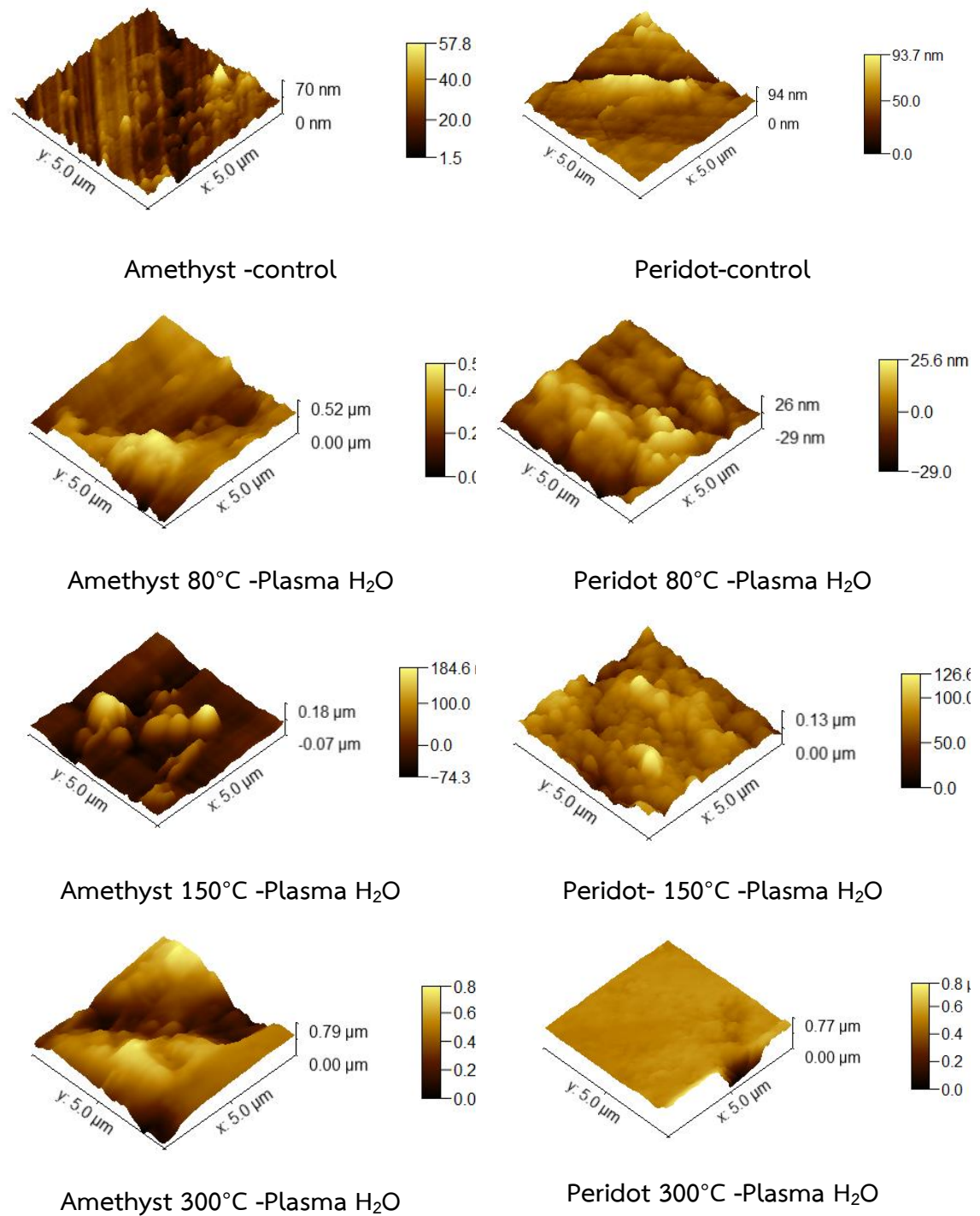
ความหนาของฟิล์มที่เงื่อนไขพลาสมาไออน้ำ พบความแตกต่างโดยการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบน พอลิเมอร์ทั้งสองชนิดแสดงดังรูปที่ 3.6 เมื่อเปรียบเทียบกันความหนาของฟิล์มบนพอลิเมอร์ชนิดเพอริโดทจะมี ค่าที่มากกว่าเมื่อเคลือบบนพอลิเมอร์ชนิดอเมทิส แสดงให้เห็นว่าการสร้างฟิล์มบนพอลิเมอร์เพอริโดทเกิดขึ้นได้ง่ายกว่า



รูปที่ 3.6 การแสดงค่าความหนาของฟิล์มบางอลูมินาบนพอลิเมอร์ชนิดอเมทิสและเพอริโดท โดยทำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.4 ค่าความหนาและค่าความขรุขระ(roughness (Sa)) ของฟิล์มบางอลูมินาบนพลอยเนื้ออ่อน โดยทำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ

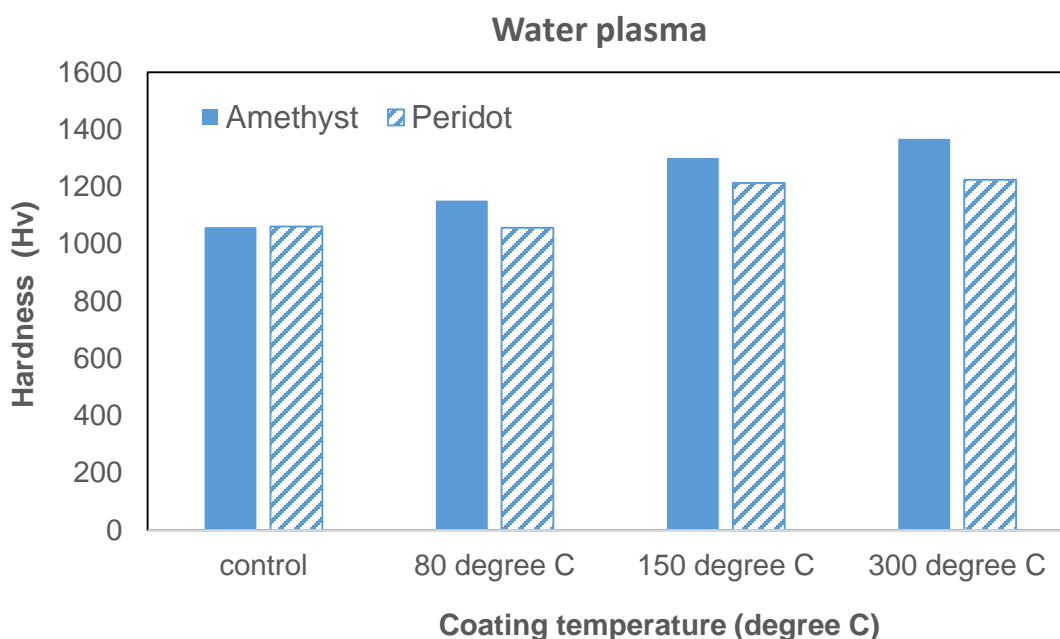
	Coating Condition	ค่าความหนา (nm)	ค่าความขรุขระ (S _A) (nm)
Amethyst	control	0	5.91885
	80 °C	315.6	58.7816
	150 °C	155.6	29.4647
	300 °C	484.4	129.186
Peridot	control	0	9.8727
	80 °C	213.3	6.44769
	150 °C	567.8	10.8015
	300 °C	1306	26.2914



รูปที่ 3.7 ลักษณะพื้นผิว (Surface morphology) ของฟิล์มบนพลอยเนื้ออ่อนอนชนิดอเมทิสและเพอริโดท ทำการเคลือบฟิล์ม ทั้งหมดจำนวน 80 รอบ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

3.1.6 ผลการวิเคราะห์ค่าความแข็ง (Hardness test)

การทดสอบค่าความแข็งบนวัสดุด้วยเครื่อง Vickers Microhardness tester ด้วยแรงกด 0.98 N ผลการทดสอบความแข็งหลังผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาของพลอย อเมทิสและ เพอริโดท ค่าความแข็งของพลอยทั้งสองเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับพลอยก่อนเคลือบ(control) โดยเมื่ออุณหภูมิการเคลือบมากขึ้นจาก 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส ค่าความแข็งจะมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นตามลำดับตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น ในทุกชั้นงาน แสดงดังกราฟในรูปที่ 3.8 โดยค่าความแข็งของอเมทิสเพิ่มสูงขึ้นมากกว่า ในขณะที่เบื้องต้นพลอยก่อนเคลือบมีค่าความแข็งที่วัดได้ใกล้เคียงกัน



รูปที่ 3.8 แสดงผลค่าความแข็งที่เงื่อนไขการเคลือบด้วยพลาสมาพลาสมาไอน้ำ ทั้งหมดจำนวน 800 รอบ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

3.2 การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการ plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) บนพลอยเนื้ออ่อนที่ชนิดต่างกัน คือ โรสควอทซ์และเพอริโด โดยเงื่อนไขในการเพิ่มประสิทธิภาพบนผิวของพลอยเนื้ออ่อน ได้แก่ การเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ จำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ และที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 ตารางแผนการเคลือบฟิล์มบางบนพลอยเนื้ออ่อนการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 3

Substrate	Mixture time (s) TMA-Ar- H ₂ O	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

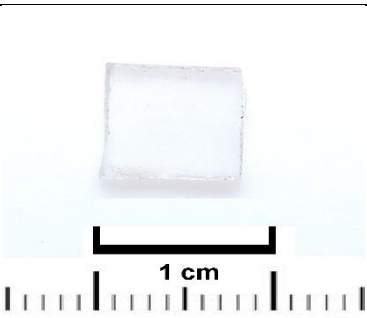
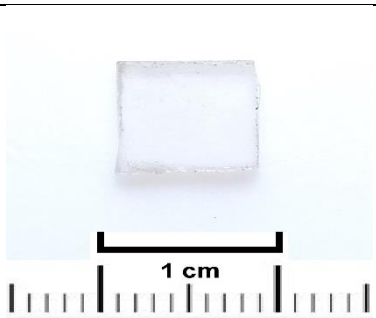
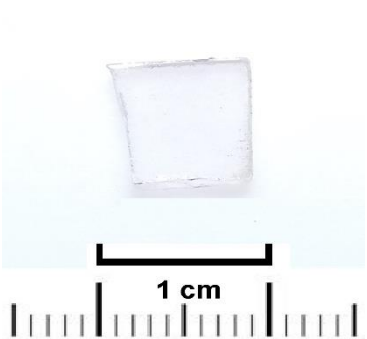
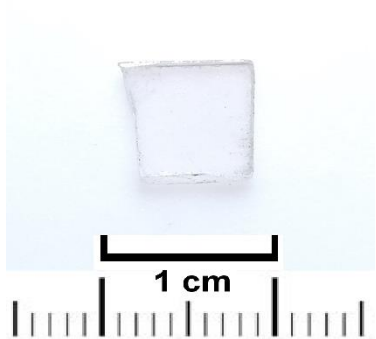
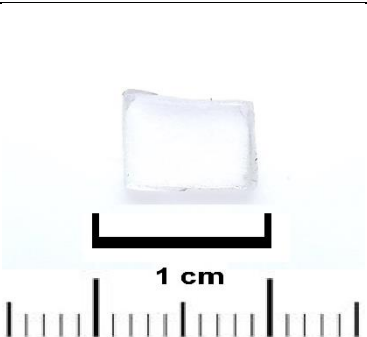
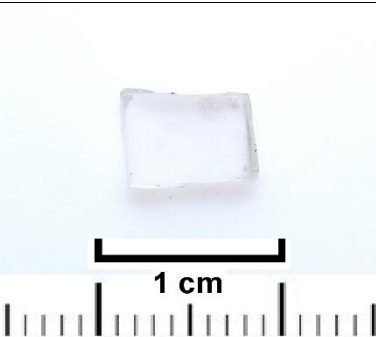
หมายเหตุ กำลังไฟฟ้า 145 watt. พลาสมาเปิดตอนปล่อยไอน้ำ

จากนั้นศึกษาการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง ศึกษาตัวอย่างก่อนและหลังทำการสังเคราะห์ฟิล์มบนพลอยด้วยเครื่องมือพื้นฐานทางอัญมณี คือ การวัดค่าความถ่วงจำเพาะ และการวัดค่าดัชนีหักเหของแสงต่อมาศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ การวิเคราะห์ความขรุขระและความหนาของผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนพื้นผิว การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์ม, การวัดค่าความแข็งของฟิล์มด้วยเครื่องวัดความแข็ง และการวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูกลืนคลื่นแสง โดยผลการศึกษาดังต่อไปนี้

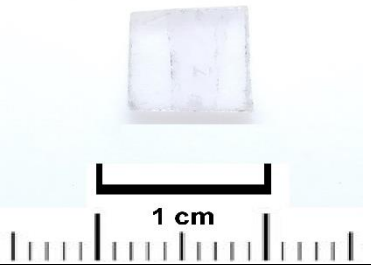
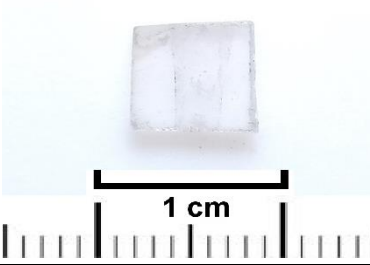
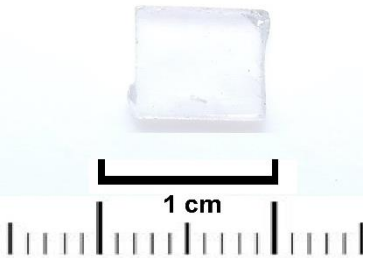
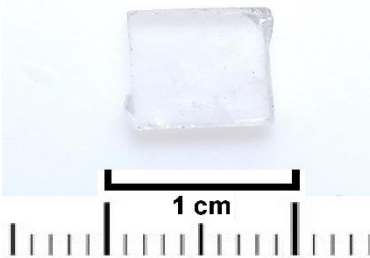
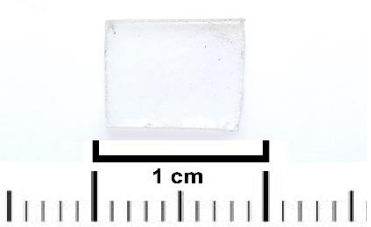
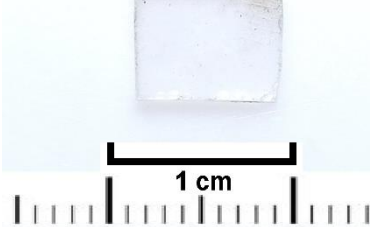
3.2.1 ลักษณะของพลอยก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃)

ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา จำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ และที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส แสดงดังตารางที่ 3.6 – ตารางที่ 3.8 สำหรับโรสควอทซ์ และ ตารางที่ 3.9 - ตารางที่ 3.11 สำหรับเพอริโด ผลการวิเคราะห์ด้วยตาเปล่าชิ้นงานพลอยโรสควอทซ์และเพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางและมีการเพิ่มจำนวนรอบและอุณหภูมิในการเคลือบ ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของสีในระดับที่สังเกตเห็นได้ด้วยตาเปล่า

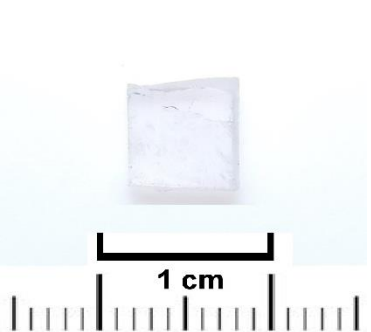

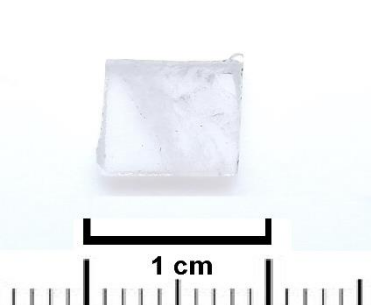
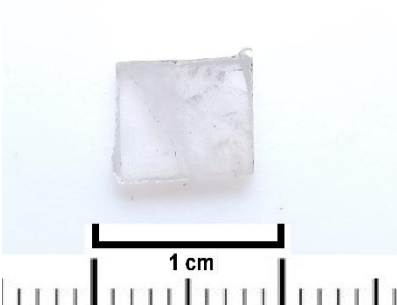
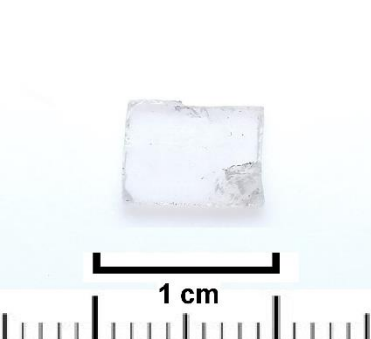
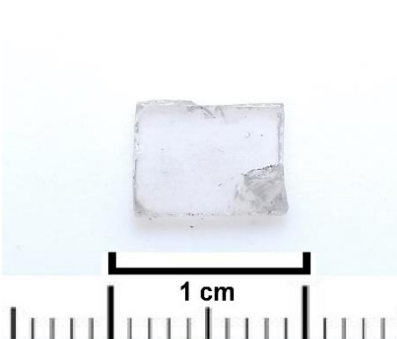
ตารางที่ 3.6 ภาพถ่ายชิ้นงานพอลยโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C

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


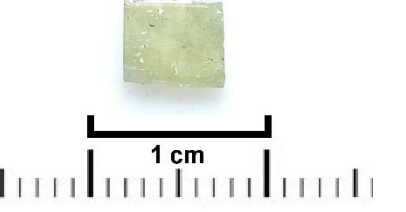
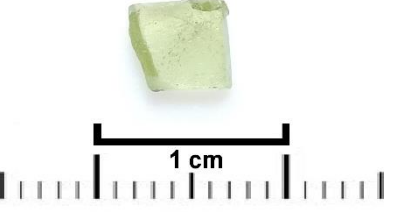
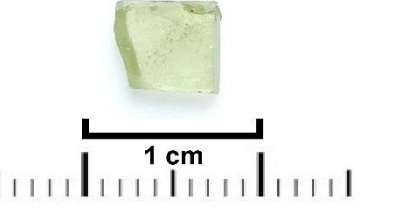

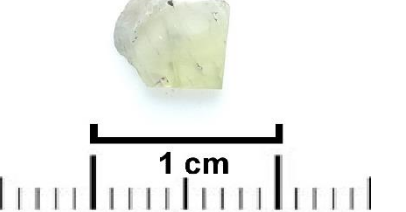
ตารางที่ 3.7 ภาพถ่ายชิ้นงานพอลิโพรพิลีนก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C

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

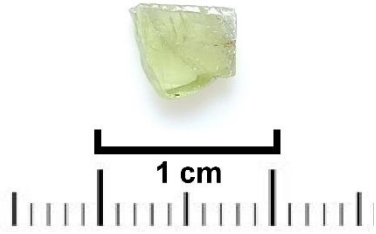


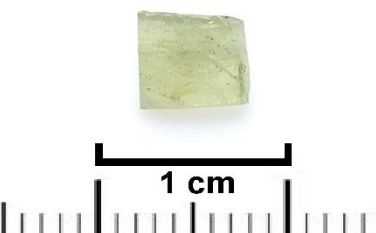


ตารางที่ 3.8 ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C

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

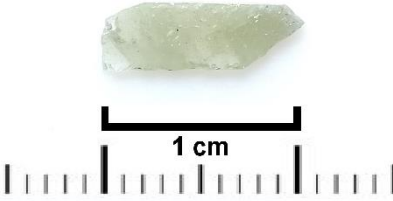

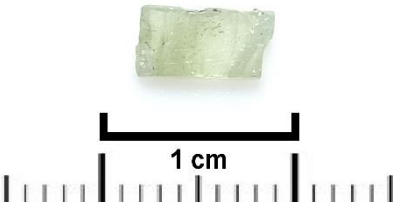
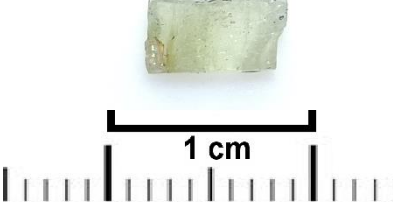


ตารางที่ 3.9 ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 150 °C

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

ตารางที่ 3.10 ภาพถ่ายชิ้นงานพลอยเพอริโตก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 200 °C

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

ตารางที่ 3.11 ภาพถ่ายชิ้นงานเพอริโตก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่ 300 °C

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

3.4.2 ผลการศึกษาคุณลักษณะก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) ด้วยเครื่องมือขั้นพื้นฐาน

ผลการศึกษาค่าดัชนีหักเหทางแสงและค่าความถ่วงจำเพาะของพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์และเพอริโต ก่อนและหลังการเคลือบผิวด้วยฟิล์มอลูมินา แสดงดังตารางที่ 3.12 – 3.13 ตามลำดับ

โรสควอตซ์ พบว่าก่อนการปรับปรุงคุณภาพบนผิวพลอยด้วยการเคลือบมีค่าดัชนีหักเหทางแสงของ อยู่ในช่วง 1.538-1.542 หลังการปรับปรุงคุณภาพบนผิวพลอยมีค่าดัชนีหักเหทางแสงอยู่ในช่วง 1.538-1.550 ซึ่งค่ามีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก จึงพิจารณาว่า ไม่มีการเปลี่ยนแปลงและค่าความถ่วงจำเพาะของพลอยโรสควอตซ์ก่อนทำการเคลือบอยู่ในช่วง 2.604 - 2.686 เมื่อผ่านการเคลือบฟิล์มบางมีค่าอยู่ในช่วง 2.585 - 2.724 ซึ่งพบว่าค่าดัชนีหักเหทางแสงไม่มีความเปลี่ยนแปลง ภายใต้อุณหภูมิพื้นฐานของพลอยโรสควอตซ์

เพอริโต ค่าดัชนีหักเหทางแสง ก่อนการปรับปรุงคุณภาพอยู่ในช่วง 1.642 - 1.658 และหลังการปรับปรุงคุณภาพค่าดัชนีหักเหทางแสงอยู่ในช่วง 1.640 - 1.678 และค่าความถ่วงจำเพาะก่อนการปรับปรุงคุณภาพอยู่ในช่วง 3.121-3.398 และหลังปรับปรุงฯ ค่าความถ่วงจำเพาะอยู่ในช่วง 3.249 - 3.404 ซึ่งพบว่าค่าดัชนีหักเหของแสงและค่าความถ่วงจำเพาะมีความเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย โดยจัดว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงภายใต้ค่าของพลอยเพอริโต โดยค่าดัชนีหักเหมีความเปลี่ยนแปลงได้เนื่องจากฟิล์มอลูมินาที่เคลือบมีผลต่อการสะท้อนแสง [Kumar, 2009] และสันนิษฐานว่าในสถานการณ์เปลี่ยนแปลงอีกหนึ่งปัจจัยเกิดจากรอยแตกในพลอยโดยเฉพาะชิ้นงานพลอยเพอริโต ส่วนค่าความถ่วงจำเพาะเป็นความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นได้ในการชั่งการทดลองแต่ละครั้ง

ตารางที่ 3.12 ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางโดยใช้พลาสมาไออน้ำ

อุณหภูมิการเคลือบ (°C)	รอบการเคลือบ (รอบ)	ก่อนการเคลือบ		หลังการเคลือบ	
		ค่าความถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเหของแสง	ค่าความถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเหของแสง
150	400	2.778	1.538-1.542	2.724	1.538-1.542
	600	2.678	1.538-1.542	2.723	1.538-1.542
	800	2.682	1.538-1.542	2.679	1.542-1.548
200	400	2.661	1.538-1.542	2.686	1.542-1.548
	600	2.670	1.538-1.542	2.724	1.540-1.548
	800	2.676	1.538-1.542	2.692	1.542-1.548
300	400	2.667	1.538-1.542	2.663	1.542-1.548
	600	2.686	1.538-1.542	2.666	1.542-1.548
	800	2.670	1.538-1.542	2.632	1.542-1.548

ตารางที่ 3.13 ค่าความถ่วงจำเพาะและค่าดัชนีหักเหทางแสงของพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางโดยใช้พลาสมาไอน้ำ

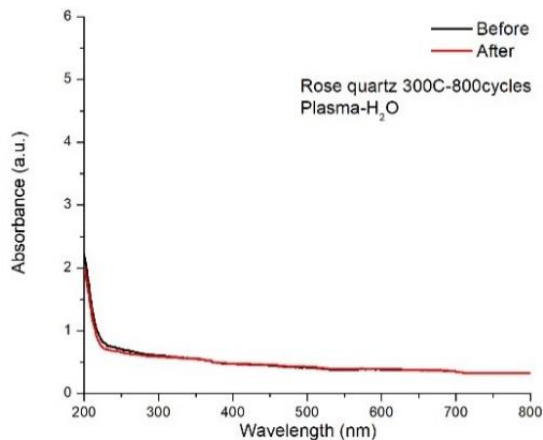
อุณหภูมิการเคลือบ (°C)	รอบการ เคลือบ (รอบ)	ก่อนการเคลือบ		หลังการเคลือบ	
		ค่าความ ถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเห ของแสง	ค่าความ ถ่วงจำเพาะ	ค่าดัชนีหักเห ของแสง
150	400	3.278	1.645-1.658	3.332	1.655-1.675
	600	3.343	1.645-1.658	3.325	1.655-1.675
	800	3.398	1.642-1.645	3.404	1.655-1.675
200	400	3.369	1.645-1.658	3.321	1.658-1.678
	600	3.294	1.645-1.658	3.373	1.640-1.655
	800	3.299	1.645-1.648	3.321	1.658-1.678
300	400	3.255	1.645-1.648	3.269	1.640-1.655
	600	3.318	1.645-1.648	3.264	1.642-1.645
	800	3.234	1.645-1.648	3.356	1.648-1.675

3.4.3 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดุดกลืนคลื่นแสงด้วยเทคนิค UV-VIS NIR spectrophotometer

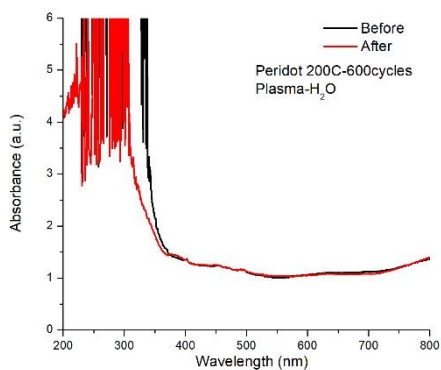
ผลการวิเคราะห์การดุดกลืนคลื่นแสงด้วยเทคนิค UV-VIS NIR spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่นแสง 200-1100 นาโนเมตร สำหรับพลอยโรสควอทซ์และเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ตามการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและจำนวนรอบในการเคลือบ ดังนี้

โรสควอทซ์ ก่อนการเคลือบมีสีขาวขุ่นไม่พบตำแหน่งของสเปกตรัมที่เด่นของโรสควอทซ์ ซึ่งเป็นไปตามงานวิจัยของ Henn และคณะ (2012) [Henn, U,2012] ซึ่งเมื่อวิเคราะห์การดุดกลืนคลื่นแสงหลังการเคลือบฟิล์มบนตัวอย่างโรสควอทซ์ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของสีของชิ้นงาน แสดงถึงฟิล์มบางอลูมินาบนชิ้นงานมีคุณสมบัติที่ใส สอดคล้องกับงานวิจัยของ Hu และคณะ (2014) [Hu, B,2014] ซึ่งเป็นเหตุผลของการเลือกเคลือบฟิล์มบางอลูมินาลงบนชิ้นงานเพื่อไม่ทำให้สีของชิ้นงานมีความเปลี่ยนแปลง เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิและรอบในการเคลือบฟิล์มบาง ดังแสดงเป็นตัวอย่างในรูปที่ 3.9 ข้อมูลของทุกตัวอย่างแสดงในภาคผนวก จ

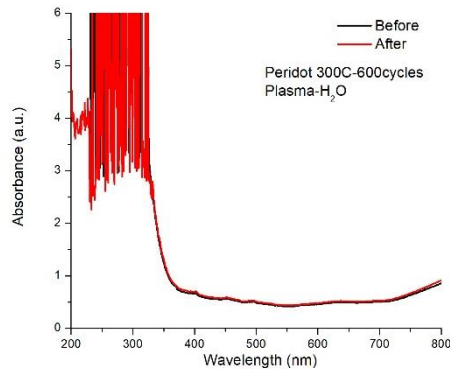
เพอริโด ก่อนการเคลือบมีสีเขียวพบว่าตำแหน่งของสเปกตรัมที่เด่นคือช่วงสเปกตรัม 403, 450, 473, 490 และ 635 นาโนเมตร [Adamo, I,2009, Kammerling, R.C,1995, Thuyet, N.T.M,2016] ซึ่งเมื่อวิเคราะห์การดุดกลืนคลื่นแสงหลังการเคลือบฟิล์มบนตัวอย่างเพอริโด ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของการดุดกลืนแสงเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิและรอบในการเคลือบฟิล์มบาง ดังแสดงในรูปที่ 3.10 ข้อมูลของทุกตัวอย่างแสดงในภาคผนวก จ



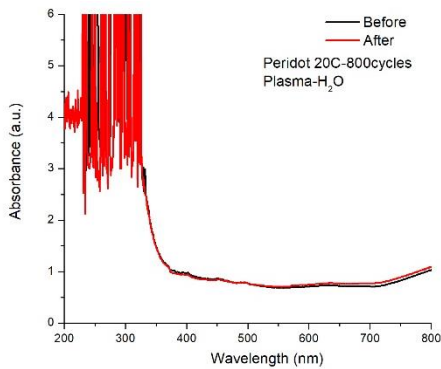
รูปที่ 3.9 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงพลอยโรสควอทซ์ ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ



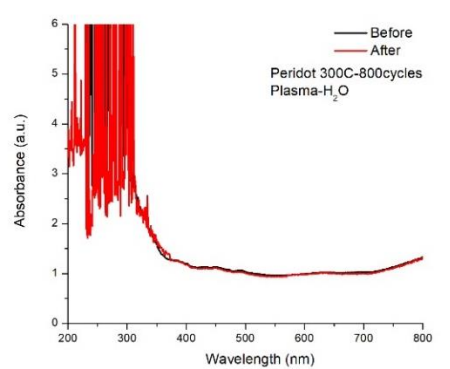
(a) พลอยเพอริโด-200 °C- 600 รอบ



(b) พลอยเพอริโด-300 °C- 600 รอบ



(c) พลอยเพอริโด-200 °C- 800 รอบ



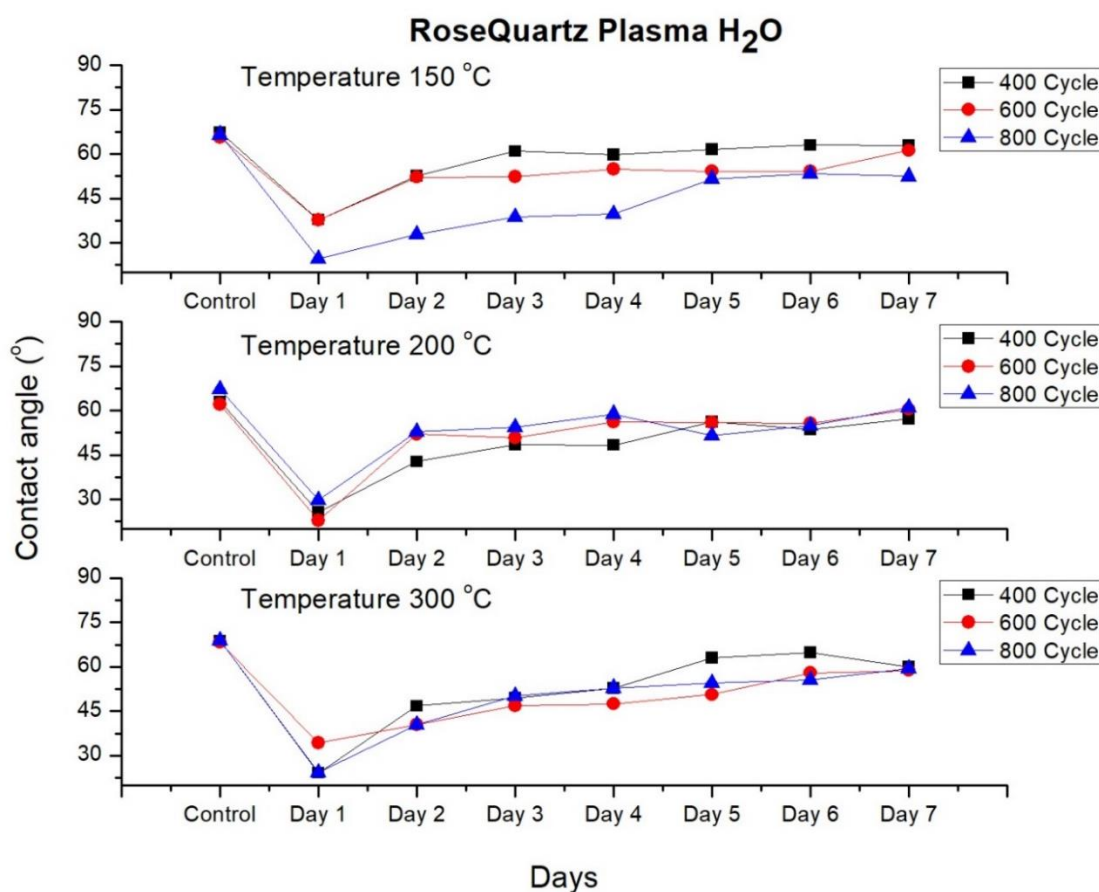
(d) พลอยเพอริโด-300 °C- 800 รอบ

รูปที่ 3.10 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงพลอยเพอริโด ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 600 และ 800 รอบ

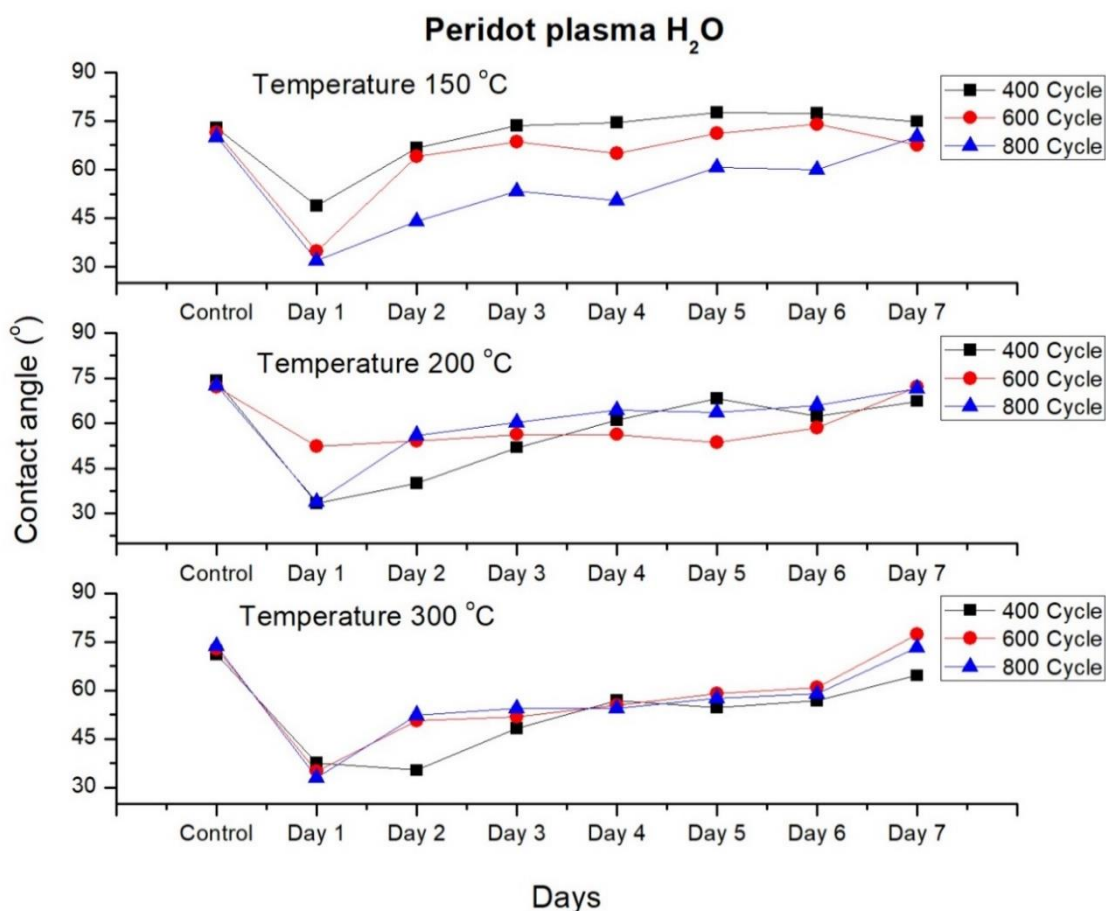
3.4.4 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Contact angle)

การศึกษาค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเป็นอีกหนึ่งขั้นตอนในการช่วยบ่งบอกการเปลี่ยนแปลงของสภาพผิวชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา โดยในการทดสอบการวัดค่ามุมสัมผัสเริ่มจากการบันทึกผลก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มบนผิวชิ้นงานเป็นระยะเวลา 7 วัน เพื่อศึกษาแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงบนผิวฟิล์ม จากผลการทดสอบค่ามุมสัมผัสที่ได้ของตัวอย่างหลังการเคลือบฟิล์ม พบว่า

พื้นผิวฟิล์มบางมีการพัฒนาคุณสมบัติของหยดน้ำ จากค่าน้อยสู่ค่ามุมที่สูงขึ้น ของพลอยทั้งสองชนิดซึ่งเป็นลักษณะของการไม่ชอบน้ำ เมื่อเวลาผ่านไป ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยของ Edy และคณะ (2013) ดังนั้นจากผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่า ตัวอย่างหลังผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพื้นผิวพลอยเนื้ออ่อนทำให้พื้นผิวมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ แสดงดังรูปที่ 3.11 และ รูปที่ 3.12 เนื่องจากฟิล์มบางอลูมินาที่เกิดขึ้น เกิดจากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น TMA : trimethylaluminum กับพลาสมาของไอน้ำซึ่งเป็นหมู่ไฮดรอกซิล ดังนั้นจึงส่งผลให้สภาพผิวฟิล์มมีคุณสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic surface) [Finch, 2008]



รูปที่ 3.11 กราฟค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนชิ้นงานโรสควอตซ์ที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ



รูปที่ 3.12 กราฟค่ามุมสัมผัสผิวน้ำบนชิ้นงานพลอยเพอริโดที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ

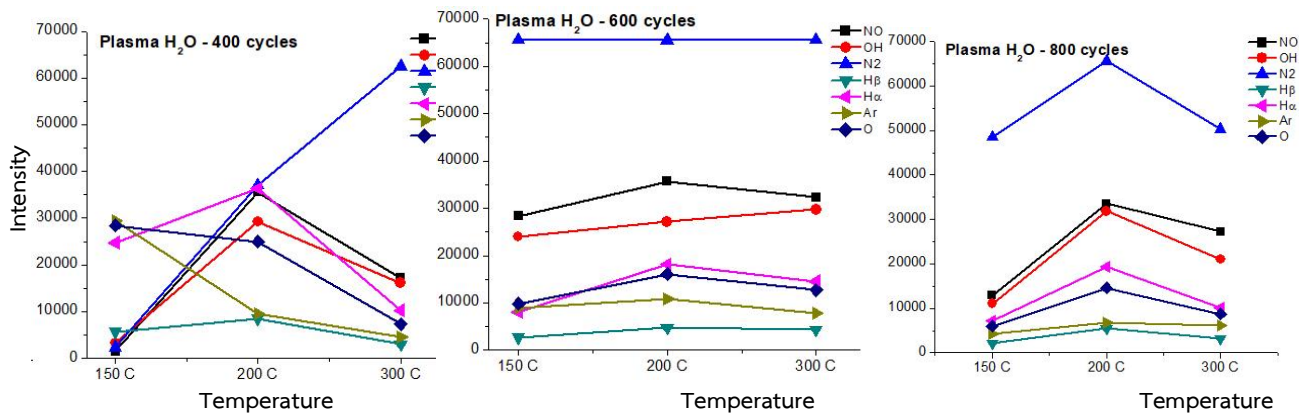
3.4.5 การศึกษาผลการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง

การทำเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์เคลือบฟิล์มอลูมินาบนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์และเพอริโด กระบวนการเคลือบเริ่มจากการปล่อยสารเข้าห้องเคลือบโดยสารตั้งต้นที่หนึ่งคือ TMA, ก๊าซอาร์กอนที่ใช้ในการชะล้างสิ่งตกค้าง สารตั้งต้นที่สองพลาสมาของไอน้ำ และสุดท้ายก๊าซอาร์กอนที่ใช้ในการชะล้างสิ่งตกค้างอีกครั้ง การวัดสเปกตรัมของพลาสมาจะทำการวัดเมื่อพลาสมาเริ่มเปล่งแสง เมื่อทำการศึกษาการแตกตัวของก๊าซระหว่างการเคลือบฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิค OES เพื่อตรวจวัดสเปกตรัมของธาตุที่เปล่งแสงออกมา ช่วงของความยาวคลื่น 200-900 นาโนเมตร

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

จากกราฟสเปกตรัมของพลาสมาไอน้ำ (ในภาคผนวก จ) ณ อุณหภูมิการเคลือบ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบโดยทำการเคลือบแบบไม่ใส่และใส่ชั้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์และเพอร์โตนเข้าในห้องเคลือบซึ่งพบว่าอนุมูลสำคัญ คือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O โดยอนุมูลธาตุที่พบทั้งกระบวนการเคลือบแบบไม่ใส่ชั้นงานและใส่ชั้นงานพลอยเนื้ออ่อนเหมือนกันแต่ต่างกันที่ค่า Intensity แสดงด้วยกราฟแสดงความเข้มข้นของอนุมูลต่างๆ ที่ตรวจพบใน รูปที่ 3.13 พลาสมาไอน้ำ พบค่า Intensity ของแต่ละอนุมูลคือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O ซึ่งตำแหน่งของ Ar ที่พบเกิดจากการให้ก๊าซอาร์กอนเข้าในห้องสุญญากาศเพื่อใช้ในการชะล้างสิ่งปนเปื้อนบนผิวของตัวอย่าง

อนุมูล OH, H β , H α ที่ปรากฏในพีคสเปกตรัมเป็นข้อสันนิษฐานว่าการเปิดพลาสมาไอน้ำหลังจากปล่อยสารตั้งต้น TMA (Al(CH₃)₃) ทำให้เกิดการก่อตัวขึ้นในพลาสมาโดยการแยกตัวของอนุมูลของสารตั้งต้น จะคล้ายกับการรายงานผลการทดลองของ Dingemans, G., et al.[2012] อนุมูลที่มีปริมาณสูงได้แก่ O การตรวจพบอนุมูล N₂ สันนิษฐานการหลงเหลือโมเลกุลของอากาศในห้องเคลือบและในสายก๊าซทั้งสายสารตั้งต้น, ไอน้ำ และก๊าซอาร์กอน [Ren-Wu ,(2015)]



รูปที่ 3.13 การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของอนุมูลพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มบนพลอยเนื้ออ่อนที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

3.4.6 การศึกษาวิเคราะห์เชิงปริมาณขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี

ก. ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโดก่อนทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XPS ดังแสดงผลการวิเคราะห์โดยละเอียด ในภาคผนวก จ สามารถสรุปองค์ประกอบของพื้นผิวพลอยก่อนการเคลือบได้ดังนี้

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

เพอริโด ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางอลูมินาบนชิ้นงานเพอริโด แสดงปริมาณสาร (Mass concentration (%)) ออกซิเจน (O), คาร์บอน (C), ซิลิกอน (Si), แมกนีเซียม (Mg) และ อลูมิเนียม (Al) เนื่องจากเพอริโดมีออกซิเจน (O), ซิลิกอน (Si) และแมกนีเซียม (Mg) เป็นองค์ประกอบหลัก [Tavangarian, F, 2010, Adamo, I, 2009]

ข. ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโดหลังทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS

เมื่อมีการเคลือบผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโด ที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ ผลการตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบบนพื้นผิวฟิล์มบาง พบ Al O และ C เท่านั้นไม่พบธาตุอื่นที่ตรวจพบบนผิวพลอยทั้งสองที่แสดงก่อนทำการเคลือบฟิล์มบาง โดยมีรายละเอียดดังนี้

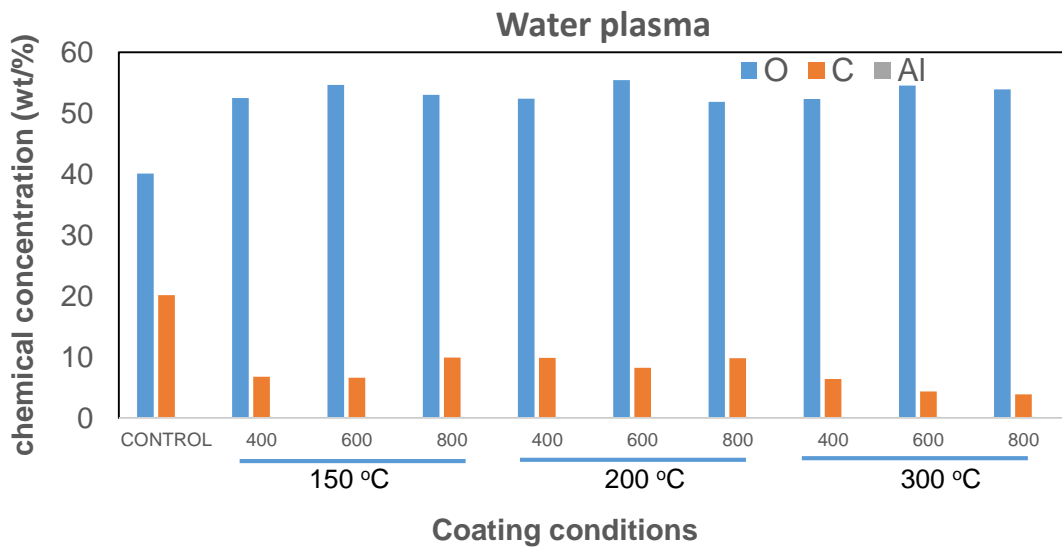
การวิเคราะห์ธาตุ Al จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนพลอยทั้ง 2 ชนิดไม่สามารถแสดงการตรวจพบ บนฟิล์มบางของพลอยทั้งสองชนิดได้

การวิเคราะห์ธาตุ O จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O 1s บนพลอยทั้งสองชนิดพบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่ บอกลักษณะของพันธะ O(I) แสดงถึงสถานะออกซิเดชันของออกซิเจน [Zemlyanov, D, 2006], และลักษณะของพันธะ Al-O ของ AlOOH, [Edy, R, 2013, Ardelean, H, 2005, Iatsunskyi, I, 2015]

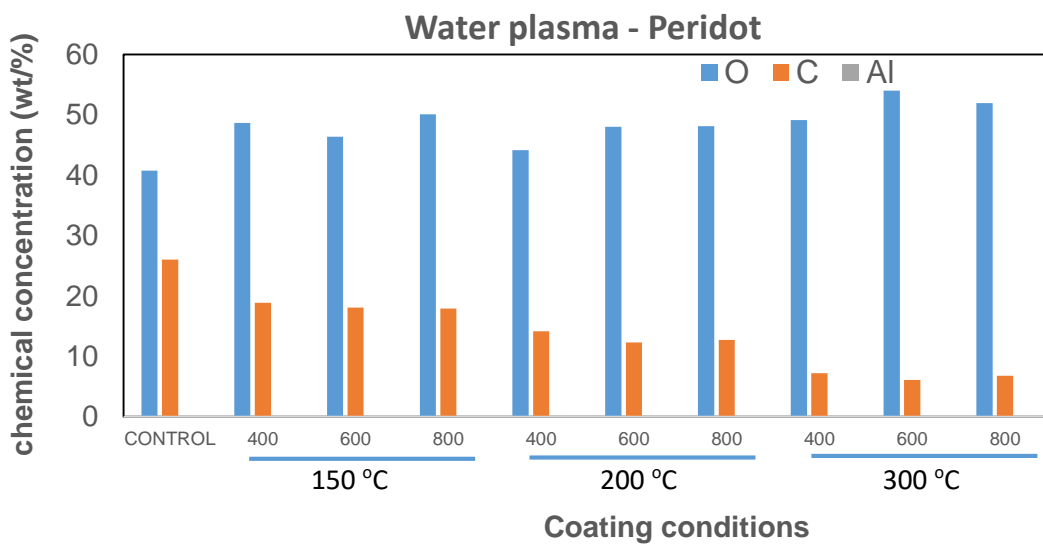
การวิเคราะห์ C จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C 1s บนผิวฟิล์มอลูมินาที่เคลือบบนพลอยทั้งสองชนิด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่บอกลักษณะของพันธะ H - C - Al, และ C - O - Al, [Edy, R, 2013, Ardelean, H, 2005, Iatsunskyi, I, 2015]

สรุปองค์ประกอบเคมีที่ตรวจพบบนผิวฟิล์มบางที่เคลือบบนพลอยทั้งสองชนิดแสดงดังรูปที่ 3.14 และรูปที่ 3.15 องค์ประกอบทางเคมีที่ตรวจพบบนผิวฟิล์มบางจากการเคลือบโดยอาศัยพลาสมาไอน้ำประกอบด้วย ออกซิเจน (O) และคาร์บอน (C) ที่ปรากฏนั้นอาจเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง **พลาสมาไอน้ำ** ให้หมู่ OH สร้างพันธะกับอะตอมของคาร์บอนที่เกิดขึ้นนั้นเกิดเป็นพันธะของ C - O และ -COOH เป็นต้น โดยอะตอมของคาร์บอนที่พบอาจเกิดจากสารประกอบที่มีอยู่ในสารตั้งต้น TMA : $Al(CH_3)_3$ อย่างไรก็ตาม

คาร์บอนพบได้ทั่วไปบนพื้นผิวซึ่งปริมาณคาร์บอน (C) ถูกตรวจพบบนผิวของฟลอยโรสควอทซ์และฟลอยเพอริโดก่อนการเคลือบฟิล์ม(Control) อีกด้วย



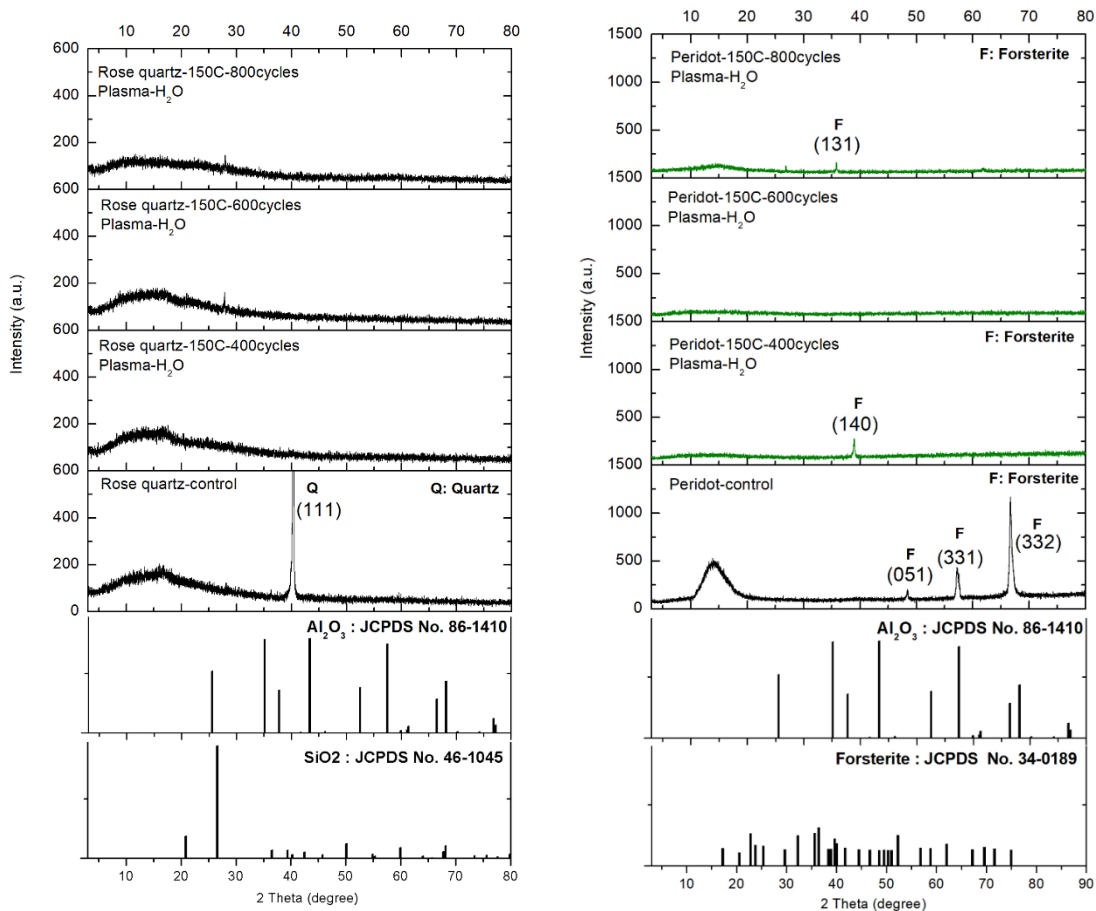
รูปที่ 3.14 กราฟแสดงปริมาณสารบนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบบนชิ้นงานโรสควอทซ์



รูปที่ 3.15 กราฟแสดงปริมาณสารบนฟิล์มอลูมินาที่เคลือบบนชิ้นงานเพอริโด

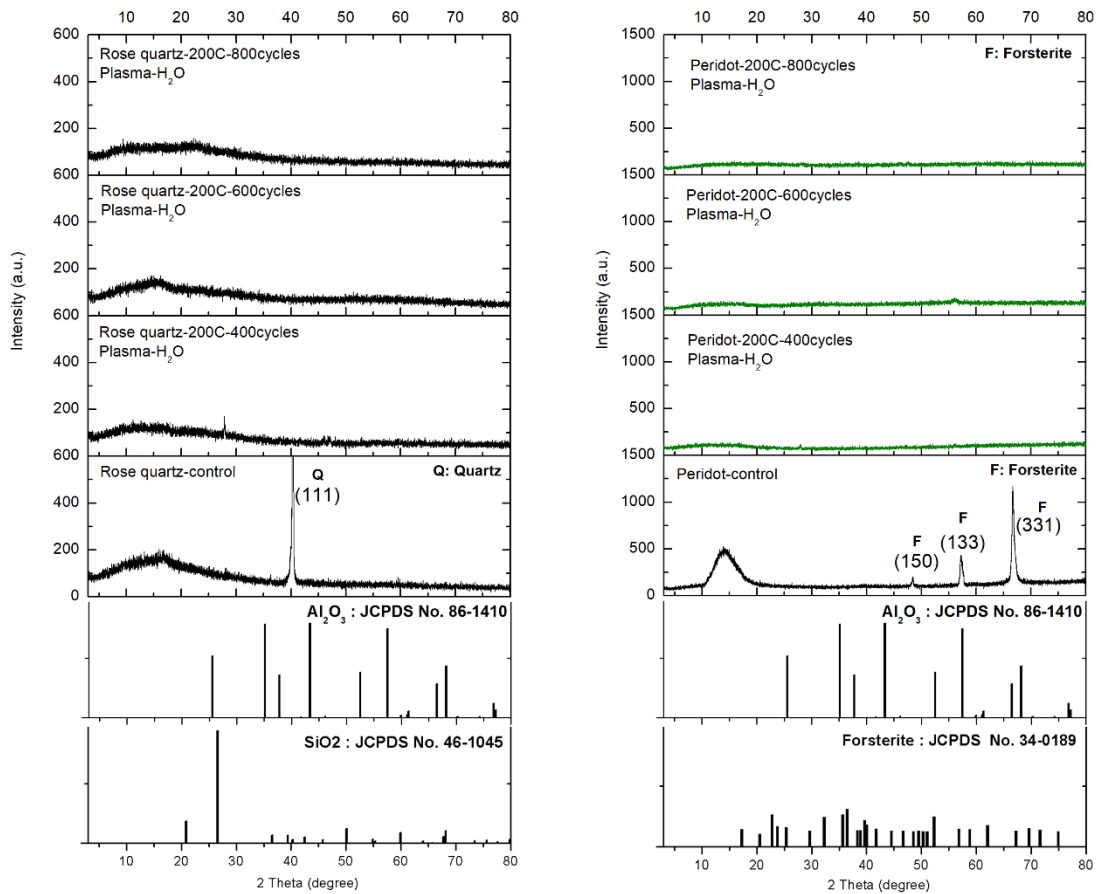
3.4.7 ผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมออกไซด์ด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)

จากการศึกษาตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนทั้งชนิดโรสควอทซ์และเพอริโดต์ด้วยเทคนิค X-Ray diffraction (XRD) เพื่อวิเคราะห์ฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา อุณหภูมิ และจำนวนรอบการเคลือบที่ต่างกัน ดังรูปที่ 3.16 – 3.18 ตามลำดับอุณหภูมิในการเคลือบที่เพิ่มขึ้น



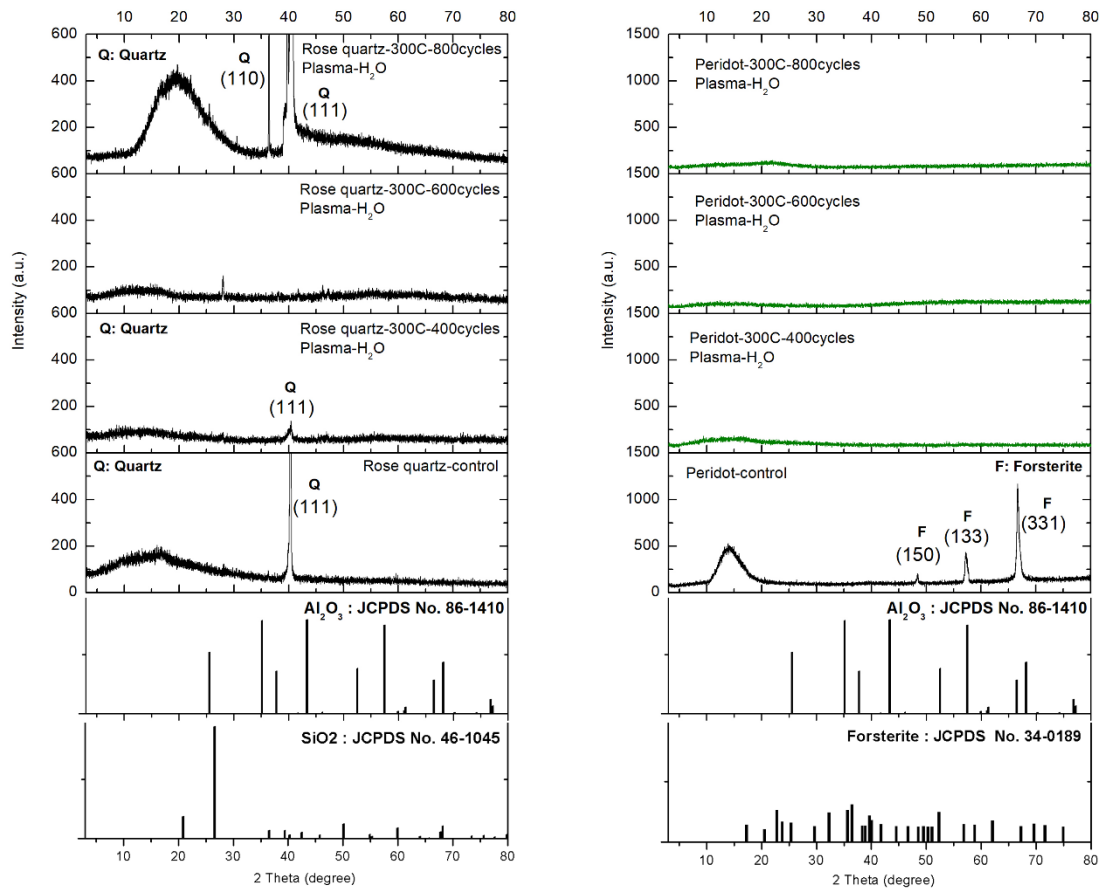
รูปที่ 3.16 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโดต์ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ชิ้นงานโรสควอทซ์ที่ไม่ได้เคลือบฟิล์ม (Rose quartz-control) ปรากฏมุมการเลี้ยวเบนอยู่ที่ 2θ เท่ากับ 40.2 องศา ของสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (111) [Smyth., J.R] อ้างอิงเลขมาตรฐาน 46-1045 (JCPDS,2000) ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบไตรโกนอล เมื่อมีการเคลือบฟิล์มบางด้วยพลาสมาไอน้ำ พบลักษณะของกราฟ XRD แสดงดังรูปที่ 3.16 เป็นเนินกว้าง แสดงลักษณะของโครงสร้างอสัณฐาน [Baggetto, L, 2015] ของฟิล์มบางที่เคลือบบนชิ้นงาน ซึ่งแสดงลักษณะของความเป็นอสัณฐานที่เพิ่มขึ้นตามจำนวนรอบในการเคลือบฟิล์มบางที่สูงขึ้น ไม่พบตำแหน่งของสารประกอบอลูมิเนียมออกไซด์ [Wei, Y, 2011] อ้างอิงเลขมาตรฐาน 86-1410



รูปที่ 3.17 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยโรสควอทซ์ และเพอริโด ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

โรสควอทซ์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางอลูมินาด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 รอบและ 800 รอบ พบพิศการเลี้ยวเบนของซิลิกอนไดออกไซด์ โดย ที่การเคลือบ 400 รอบพบสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ที่ตำแหน่ง 40.2 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (111) และ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ ผลการวิเคราะห์พบสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ที่ตำแหน่ง 36.2 องศา และ 40.2 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (110) และ (111) นอกจากนี้การเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบการเกิดลักษณะของกราฟมีลักษณะโครงสร้างออสัณฐานขึ้น แสดงดังรูปที่ 3.18



รูปที่ 3.18 กราฟสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมินา บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์และเพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

เพอริโด ผลการวิเคราะห์ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดที่ไม่ผ่านการเคลือบฟิล์ม (Peridot-control) พบการปรากฏของสารประกอบฟอสเตอไรต์ (forsterite : Mg_2SiO_4) ซึ่งเป็นสารประกอบในกลุ่มของแร่เพอริโดที่ตำแหน่งมุม 48.5 องศา, 57.0 องศา และ 67.2 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (150), (133) และ (331) [Zhang, J, 2016] อ้างอิงเลขมาตรฐาน 34-0189 ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบออร์ทอโรมบิก

เมื่อผ่านการเคลือบฟิล์มบางอลูมินา ด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400 และ 800 รอบ ผลการวิเคราะห์พบสารประกอบฟอสเตอไรต์ที่ตำแหน่ง 38.8 องศา และ 35.6 องศา ซึ่งเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากระนาบ (210) และ (131) ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.16 และลักษณะกราฟ XRD ของพื้นผิวเพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง มีลักษณะโดยรวมเป็นที่ไม่แสดงพีคการเลี้ยวเบนใด มีเพียงลักษณะของเนินเตี้ยเล็กๆ ซึ่งแสดงลักษณะของโครงสร้างแบบอสัณฐานแต่ไม่ชัดเจนซึ่งต่างจากลักษณะที่พบบนพลอยโรสควอทซ์

3.4.8 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์

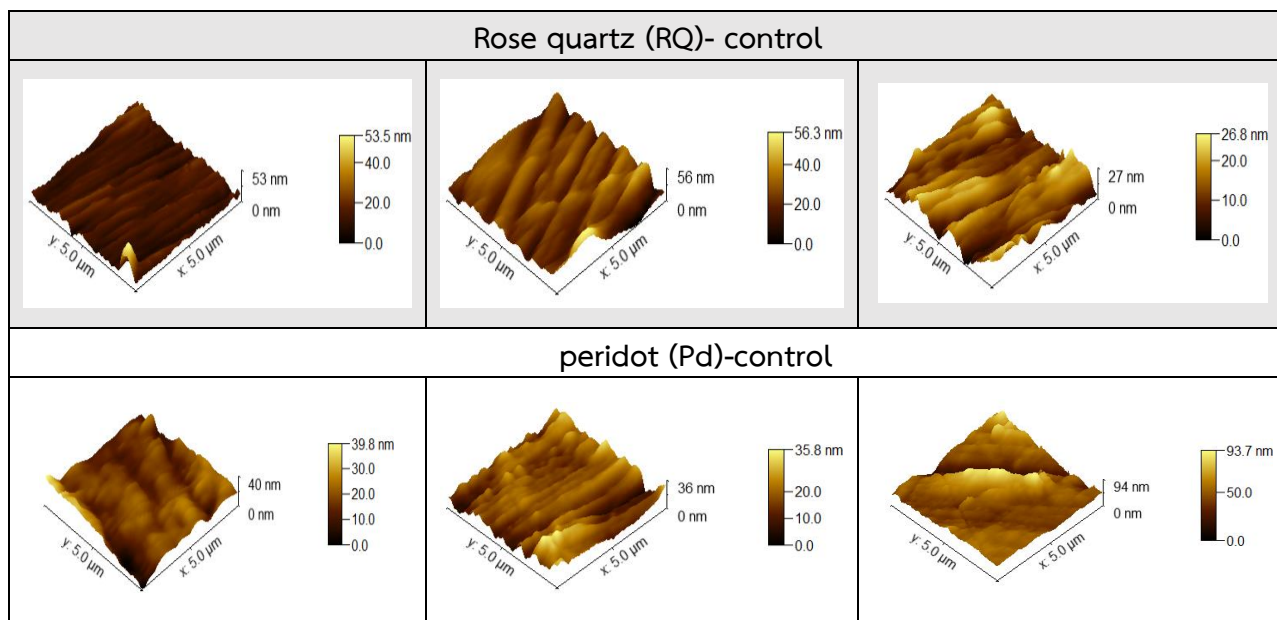
ด้วยวิธีวัดความขรุขระและความหนาของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

การศึกษาค่าความขรุขระและความหนาของผิวฟิล์มอลูมิเนียมบนพลอยนีโออ่อนชนิดโรสควอตซ์และเพอริโดต์ด้วยเครื่อง atomic force microscope (AFM) แสดงดังตารางที่ 3.14 แสดงพลอยก่อนการเคลือบ และตารางที่ 3.15 – ตารางที่ 3.17 แสดงพลอยที่ผ่านการเคลือบฟิล์มบางตามอุณหภูมิในการเคลือบ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

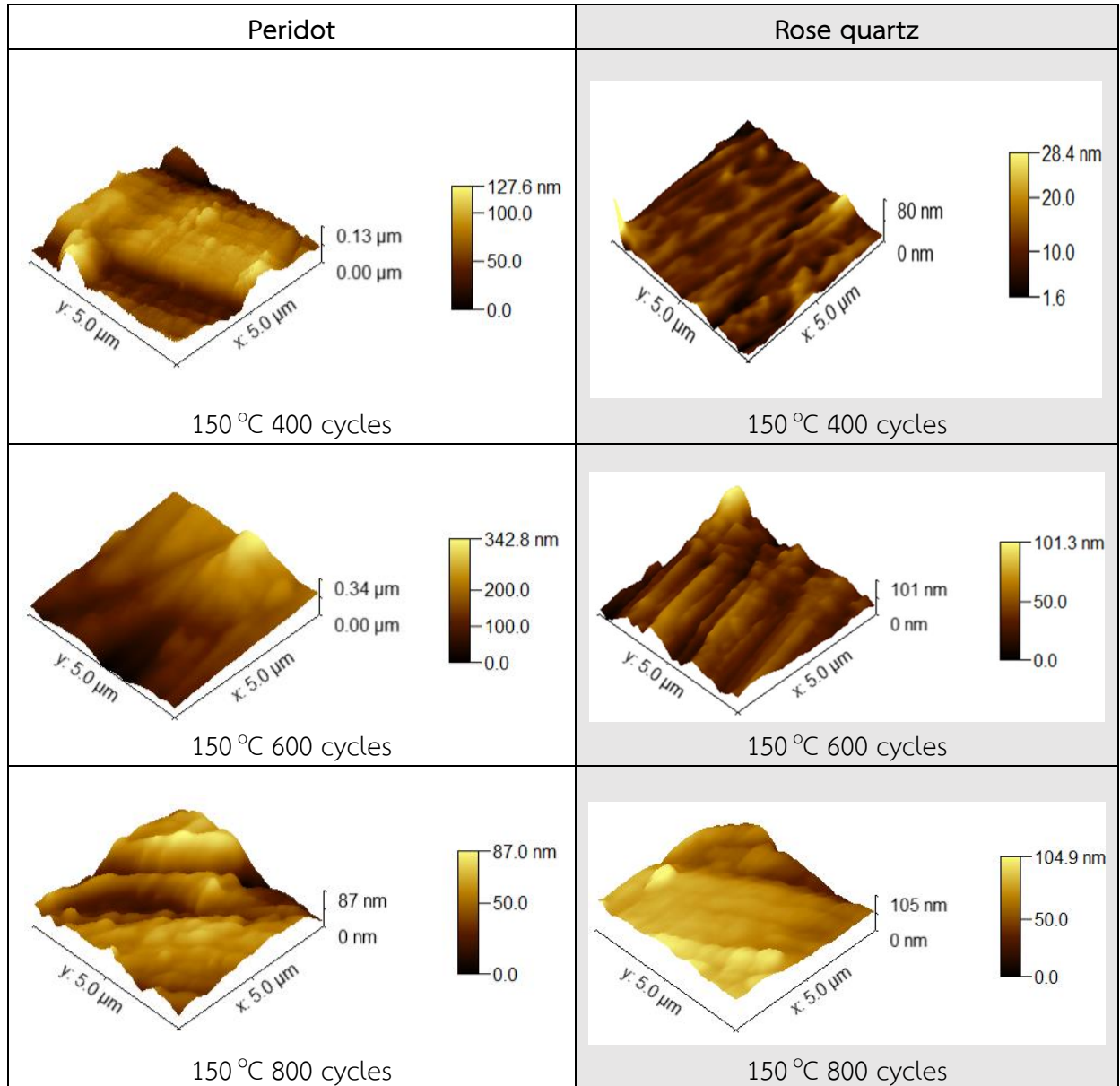
และ

การศึกษาค่าความหนาของผิวฟิล์มอลูมิเนียมบนพลอยนีโออ่อนชนิดโรสควอตซ์ และ เพอริโดต์ด้วยเครื่อง atomic force microscope (AFM) แสดงด้วยกราฟความหนาของฟิล์มดังรูปที่ 3.19 พลาสมาไอน้ำมีผลให้เกิดการสร้างฟิล์มบนผิวของโรสควอตซ์ได้ดีกว่าบนผิวของเพอริโดมาก เนื่องจากความหนาของฟิล์มมีค่ามากกว่า โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบที่อุณหภูมิ 200 °C และ 300 °C และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบฟิล์มบางความหนาของฟิล์มมีค่าสูงมากขึ้น ตามจำนวนรอบในการเคลือบ

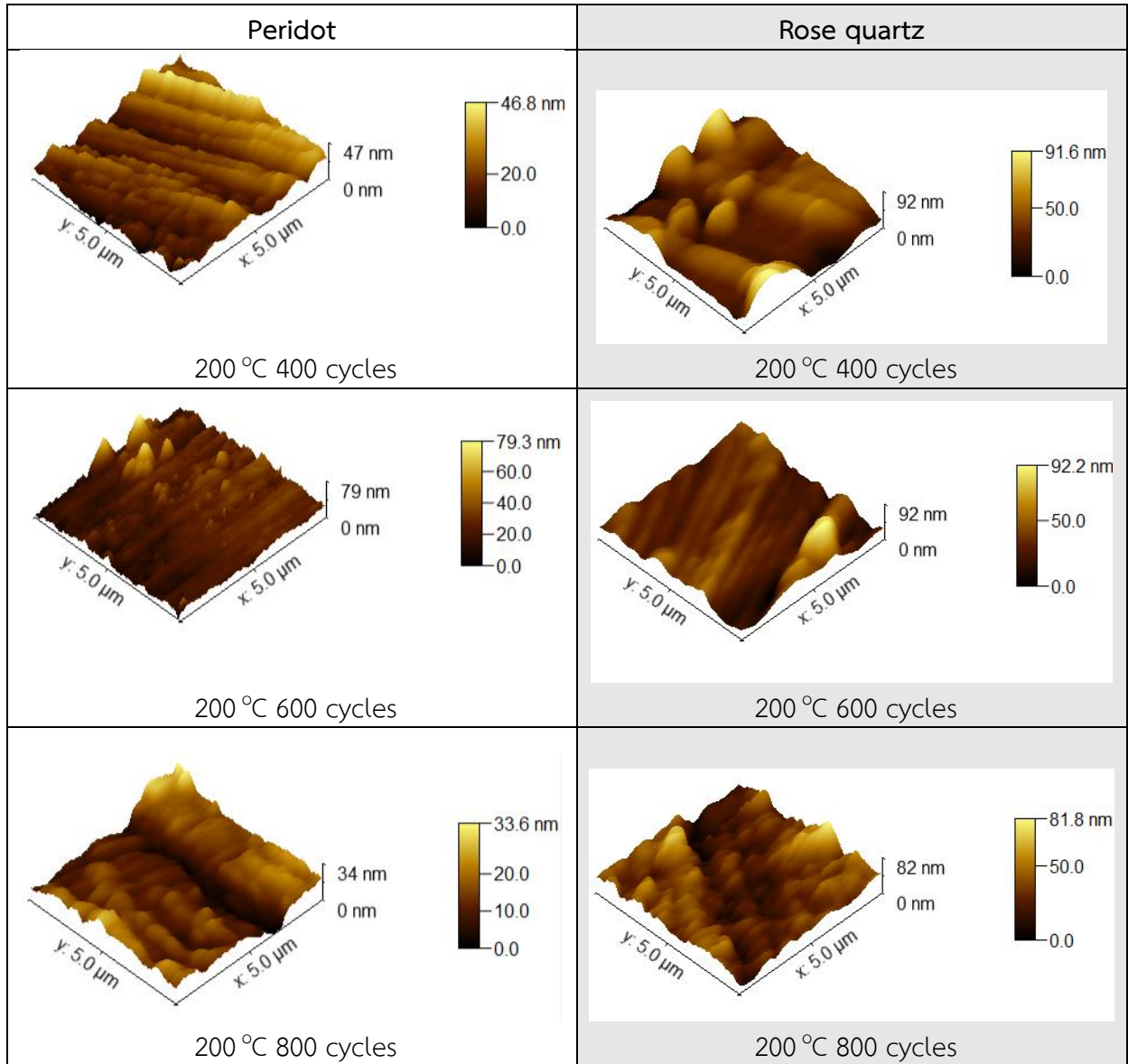
ตารางที่ 3.14 ภาพ AFM ชิ้นงานพลอยโรสควอตซ์และเพอริโดต์ที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มอลูมินา (control)



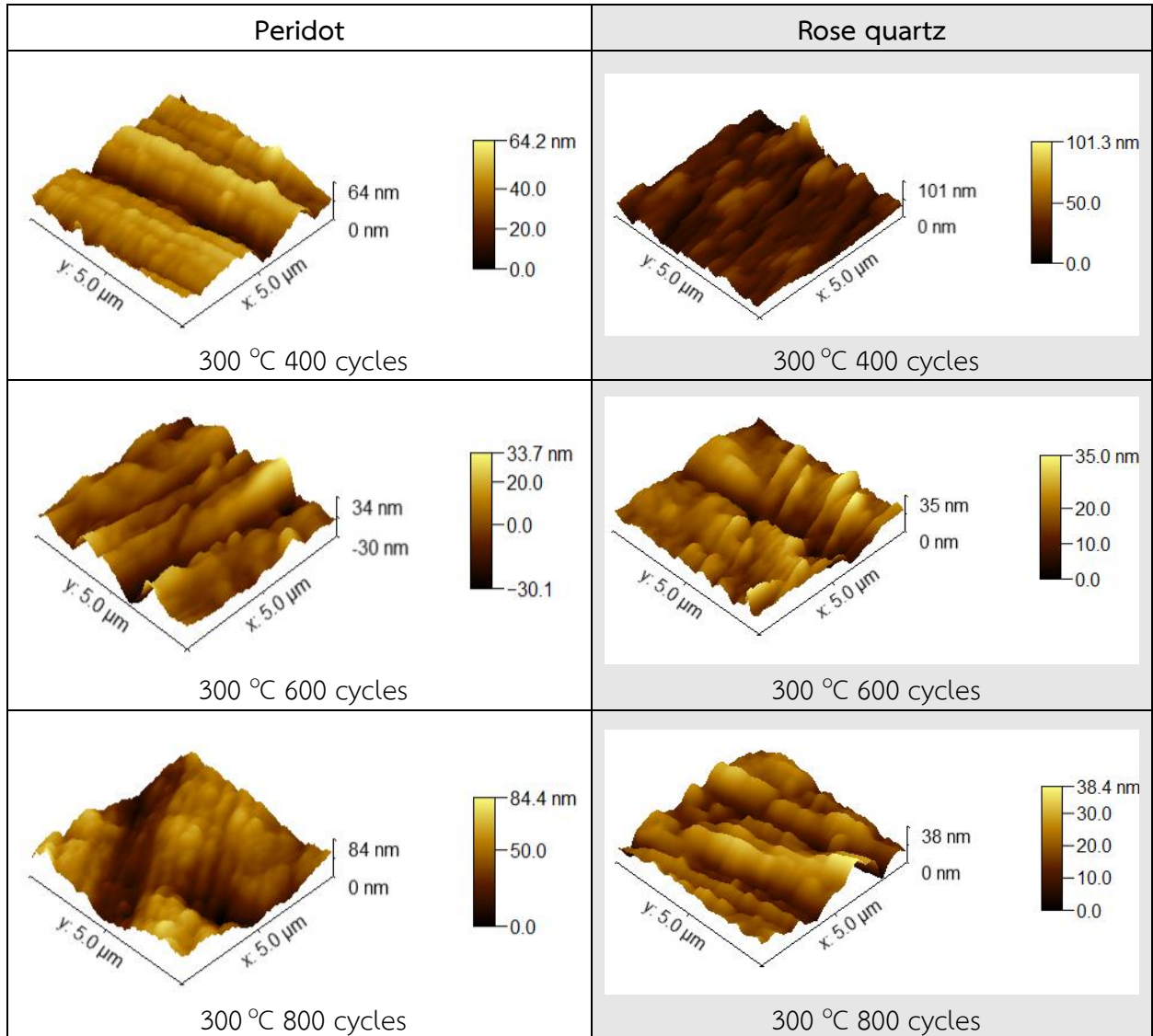
ตารางที่ 3.15 ภาพ AFM พอลอยโรสควอทซ์ และ เพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินาที่อุณหภูมิ 150 °C

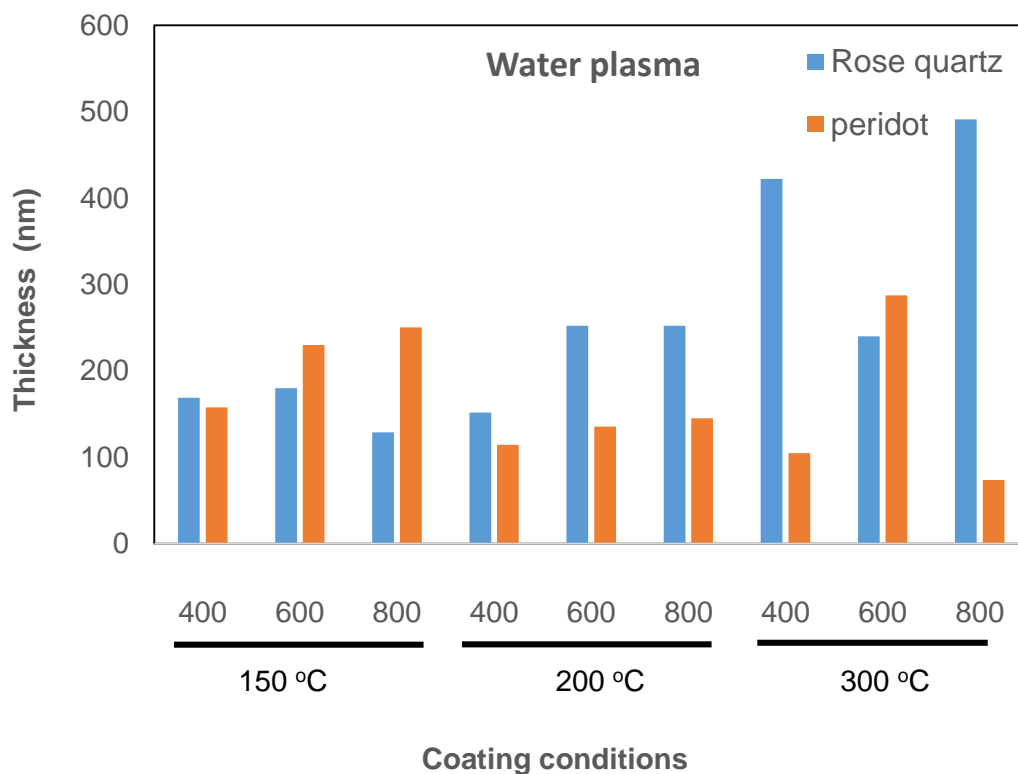


ตารางที่ 3.16 ภาพ AFM พอลอยโรสควอทซ์ และ เพอริโดที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 200 °C



ตารางที่ 3.17 ภาพ AFM พลอยโรสควอทซ์ และ เพริโดต์ที่ผ่านการเคลือบฟิล์มอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 °C





รูปที่ 3.19 กราฟค่าความหนาของฟิล์ม บนผิวชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพอริโด ที่ผ่านการเคลือบเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

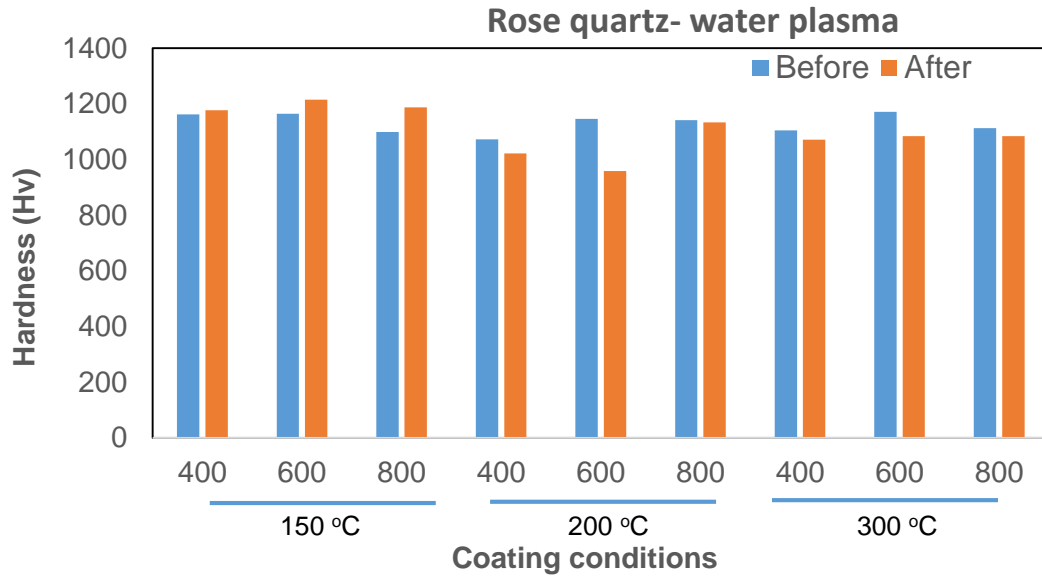
3.4.9 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์

ด้วยวิธีทดสอบความแข็งด้วยเครื่องวัดความแข็ง

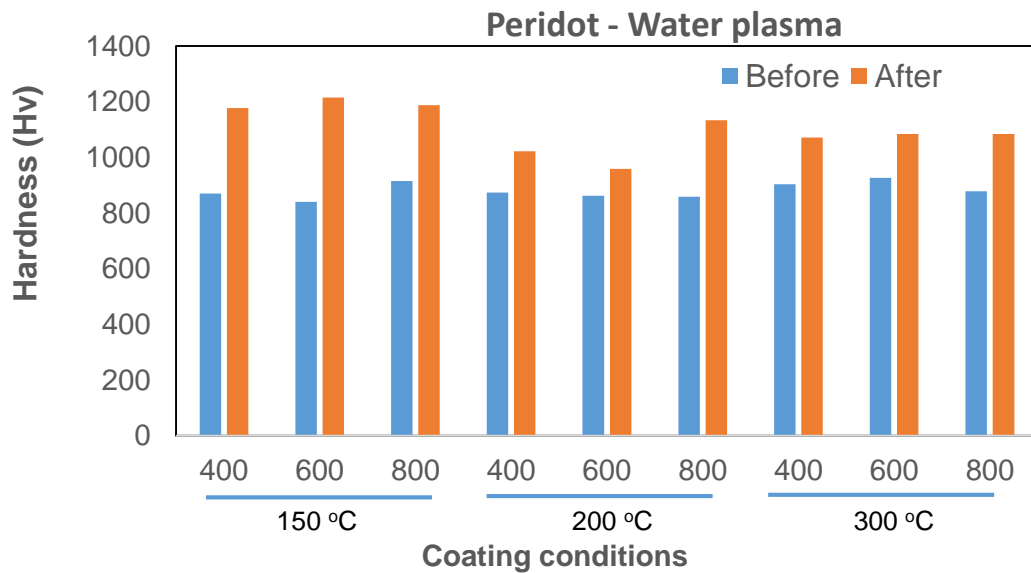
จากผลการทดสอบวัดความแข็งบนชิ้นงานโรสควอทซ์และเพอริโดหลังการเคลือบฟิล์ม โดยเครื่อง Vickers Microhardness สำหรับการวัดความแข็งในระดับจุลภาคด้วยแรงกด 0.98 นิวตัน แสดงดังรูปที่ 3.20 และ รูปที่ 3.21 สำหรับพลอยโรสควอทซ์และเพอริโด ตามลำดับ เมื่อผ่านการเคลือบที่อุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ค่าความแข็งของพลอยโรสควอทซ์เมื่อผ่านการเคลือบฟิล์มบางปรากฏว่า ที่อุณหภูมิการเคลือบ 150 องศาเซลเซียส พลอยโรสควอทซ์มีความแข็งที่เพิ่มขึ้นเล็กน้อย ในขณะที่เมื่ออุณหภูมิในการเคลือบสูงขึ้นเป็น 200 และ 300 องศาเซลเซียส ค่าความแข็งมีแนวโน้มลดลงจากค่าความแข็งที่วัดได้ก่อนเคลือบเล็กน้อย

ค่าความแข็งของพลอยเพอริโดเมื่อผ่านการเคลือบฟิล์มบางปรากฏว่า ที่อุณหภูมิการเคลือบ 150 องศาเซลเซียส พลอยโรสควอทซ์มีความแข็งที่เพิ่มขึ้นมากกว่าเมื่อเคลือบฟิล์มบางด้วยอุณหภูมิในการเคลือบเป็น 200 และ 300 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตาม โดยภาพรวม การสร้างฟิล์มบางด้วยพลาสมาไอน้ำทำให้พลอยเพอริโดมีความแข็งที่สูงขึ้นแต่ยังไม่เท่ากับค่าความแข็งของพลอยโรสควอทซ์



รูปที่ 3.20 กราฟแสดงค่าความแข็งชั้นงานพลอยโรสควอทซ์เคลือบฟิล์มบางอลูมินา



รูปที่ 3.21 กราฟแสดงค่าความแข็งชั้นงานพลอยเพอริโดเคลือบฟิล์มบางอลูมินา

บทที่ 4 สรุปผล ข้อเสนอแนะ และผลผลิต

4.1 สรุปผลการวิจัย

การวิจัยเคลือบฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition (PE - ALD) บนพอลิเอทิลีนด้วยกระบวนการสร้างฟิล์มบางด้วยการสร้างชั้นอะตอมที่ทับถมกัน ด้วยการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น Trimethylaluminum (TMA) กับพลาสมาไอน้ำ โดยมีการควบคุมกำลังไฟ 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*
- ไอน้ำ $\approx 7.4 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 5-6 วินาที*
- แก๊สอาร์กอน $\approx 4.5 \times 10^{-1}$ ทอร์ เป็นเวลา 3-5 วินาที*

การเคลือบฟิล์มบางบนพอลิเอทิลีน 2 ชุด ได้แก่

ชุดที่ 1 การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพอลิเอทิลีน และเพอริโด ด้วยพลาสมาไอน้ำ จำนวน 80 รอบ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเคลือบที่ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

ชุดที่ 2 การเคลือบฟิล์มบางอลูมินาบนพอลิเอทิลีน และเพอริโด ด้วยพลาสมาไอน้ำ โดยมีการเปลี่ยนแปลงจำนวนการเคลือบ 400 600 และ 800 รอบ และเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเคลือบ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส

สรุปการวิจัยการเคลือบฟิล์มบางบนพอลิเอทิลีนได้ว่า การเคลือบฟิล์มบางด้วยกรรมวิธีนี้ส่งผลให้ ก. พอลิเอทิลีนที่ผ่านการเคลือบยังคงคุณลักษณะพื้นฐานของพอลิเอทิลีน ได้แก่ ค่าดัชนีหักเหของแสง และค่าความถ่วงจำเพาะมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยในช่วงของค่าพื้นฐานของพอลิเอทิลีน ซึ่งการเปลี่ยนแปลงที่พบไม่มีแนวโน้มสอดคล้องกับอุณหภูมิหรือจำนวนรอบในการเคลือบ สันนิษฐานว่าเป็นผลมาจากลักษณะเดิมของพอลิเอทิลีนที่มีรอยตำหนิที่ส่งผลให้เกิดความคลาดเคลื่อนในการวัดค่า

ข. พอลิเอทิลีนที่ผ่านการเคลือบฯ ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีจากการสังเกตด้วยตาเปล่า นอกจากนี้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-VIS NIR spectroscopy ไม่แสดงการเปลี่ยนแปลงของการดูดกลืนแสงอย่างมีนัยสำคัญ

ค. ฟิล์มบางมีโครงสร้างอสัณฐานมีความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นตามจำนวนรอบในการเคลือบ อย่างไรก็ตาม การเคลือบฟิล์มบางบนพอลิเอทิลีนพบว่ามีความหนาเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเคลือบที่เพิ่มขึ้น ในทางกลับกัน การเคลือบฟิล์มบางพอลิเอทิลีนและเพอริโดทำให้ความหนาลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเคลือบ อย่างไรก็ตามเนื่องจากไม่มีการควบคุมความเรียบของผิวพอลิเอทิลีนก่อนการเคลือบอาจส่งผลต่อความสามารถในการเกาะติดของฟิล์มบางบนพอลิเอทิลีนได้

ง. พอลิเอทิลีนที่ผ่านการเคลือบฯ มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น โดยพบว่าพอลิเอทิลีนและเพอริโดซึ่งก่อนเคลือบมีค่าความแข็งที่ต่ำกว่าพอลิเอทิลีนและเพอริโด เมื่อเคลือบฟิล์มบางแล้วทำให้มีค่าความแข็งใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีนและเพอริโดก่อนทำการเคลือบ อย่างไรก็ตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นน้อยลง ดังนั้น

การเคลือบฟิล์มบางด้วยการใช้น้ำ ควรทำที่อุณหภูมิการเคลือบ 80 °C จะทำให้ได้ฟิล์มบางที่เพิ่มความแข็งแรงของพลอยควอทซ์และเพอริโตได้มากที่สุด

4.2 ข้อเสนอแนะ

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

4.3 ผลผลิต

4.3.1. ผลงานวิจัยที่มีการตีพิมพ์ในประชุมวิชาการระดับนานาชาติ (Proceeding)

การแสดงผลงานวิจัยโดยการตีพิมพ์ในประชุมวิชาการระดับนานาชาติ International Conference on Radiation and Emission in Materials (ICREM 2018) ซึ่งจัดขึ้นระหว่างวันที่ 20-23 พฤศจิกายน 2561 ณ โรงแรมฮอติเคย์อินน์ จังหวัดเชียงใหม่ ในหัวข้อ “Synthesis and characterization of alumina thin film on semi-precious stones by plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)”

ข้อมูลการอ้างอิง :

S Niyomsoan, C Prapaipong, D Boonyawan, C Umongno. 2018. synthesis and characterization of alumina thin film on semi-precious stones by plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD). Proceeding of International Conference on Radiation and Emission in Materials (ICREM 2018),20-23 November 2018, Chiang Mai, Thailand

ตั้งรายละเอียดในหน้าถัดไป

QZHWMOA



International Conference on Radiation and Emission in Materials

20-23 November 2018
Holiday Inn Hotel, Chiang Mai, Thailand



Inno Plas CM



Preface

E-proceedings aim to quickly distribute authors' research findings. When receiving the manuscript, we assume that the corresponding authors permit us the copyright to use the manuscript for the publication. Should authors use tables or figures from other Publications, they must ask the corresponding publishers to permit them the right to publish this material in their manuscripts.

Non-profit use of any material in the e-proceedings is permitted with credit to the individual authors. For non-commercial use, an individual person is permitted to photocopy articles published in the e-proceedings without charge.

Authors have the right to prepare another version providing more details, any significant findings or results of their work, and submit to another peer-reviewed journal.

For citation:

Author of Paper, A., Author of Paper, B. (2018). *Title of paper*. In D. Boonyawan, S. Intarasiri, T. Chulapakorn, U. Tippawan, A. Kuznetsov (Eds.), E-proceedings: ICREM 2018. Paper presented at the International Conference on Radiation and Emission in Materials, Chiang Mai, 20-23 November (inclusive page numbers). Chiang Mai University, Thailand.

E-Proceeding Preparation:

Distributed by Plasma and Beam Physics Research Facility (PBP), Chiang Mai University
239 Huay Kaew Road, Sutep, Mueang, Chiang Mai, 50200, Thailand

Radiation and Emission in Materials

E-proceedings of International Conference on Radiation and Emission in Materials (ICREM 2018)

**Holiday Inn, Chiang Mai, Thailand
November 20-23, 2018**



2018

CHIANG MAI UNIVERSITY

The Manuscript of the Proceedings
was received by the Publisher: December 2018

Table of Contents

Editorial

PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE ON RADIATION AND EMISSION IN MATERIALS (ICREM 2018)

D. Boonyawan, S. Intarasiri, T. Chulapakorn, U. Tippawan and A. Kuznetsov 1

Light Matter Interactions

ENHANCED PHOTOLUMINESCENCE OF ZINC OXIDE NANORODS BY SELECTIVE PATTERNED GROWTH USING LASER INTERFERENCE LITHOGRAPHY

N. Srisuai, M. Horprathum, S. Boonruang, A. Sathukarn and S. Denchitcharoen 3

GAMMA IRRADIATION ON RUBELLITE TOURMALINE

N. Bunnag and T. Sripoonjan 7

Plasma and Radiation Phenomena

PLASMA EFFECT OF DIELECTRIC BARRIER DISCHARGE PLASMA JET (DBDJ) ON HUMAN DERMAL FIBROBLASTS ADULT (HDFa) CELLS: IN VITRO CONTAMINATED WOUND HEALING MODEL

P. Poramapijitwat, P. Thana, D. Boonyawan, K. Janpong, C. Kuensaen, W. Charentantanakul and S. Sarapirom..... 10

HYDROXYL DENSITY MEASUREMENT BY TWO-BEAM UV-LED ABSORPTION SPECTROSCOPY IN AN ATMOSPHERIC-PRESSURE Ar-H₂O₂ VAPOR HF PLASMA JET

W. Nupangtha, A. Ngamjarujana, M. Nisoa and D. Boonyawan..... 15

EFFECT OF PULSE MODULATION ON ROS CONCENTRATION AND PLASMA TEMPERATURE IN COLD AIR PLASMA JET®

P. Thana, A. Wijaiikum, P. Poramapijitwat, S. Sarapirom, A. Ngamjarujana and D. Boonyawan..... 20

EFFECTS OF PLASMA TECHNIQUE AND GAMMA IRRADIATION ON SEED GERMINATION AND SEEDLING GROWTH OF CHILI PEPPER

M. Thisaweche, O. Saritnum, S. Sarapirom, K. Prakrajang and W. Phakham..... 24

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ALUMINA THIN FILM ON SEMI-PRECIOUS STONES BY PLASMA ENHANCED ATOMIC LAYER DEPOSITION (PE-ALD)

S. Niyomsoan, C. Prapaipong, D. Boonyawan and C. Umongno..... 28

INSTALLATION OF ELECTRON CYCLOTRON RESONANCE PLASMA SYSTEM FOR TOURMALINE TREATMENT

C. Pangkasorn, S. Intarasiri, D. Bootkul, T. Tengchaisri, U. Tippawan and D. Boonyawan 32

Radiation Phenomena with Charged Particles

CATHODOLUMINESCENCE BEHAVIOR OF OXYGEN-IONS IMPLANTED NATURAL RUBY

T. Tengchaisri, D. Bootkul, S. Intarasiri, U. Tippawan and A. Kuznetsov 36

COLOR ENHANCEMENT OF TOURMALINE BY USING ELECTRON IRRADIATION

W. Suwanmanee, C. Sutthirat, B. Wanthanachaisaeng and T. Utapong 40

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ALUMINA THIN FILM ON SEMI-PRECIOUS STONES BY PLASMA ENHANCED ATOMIC LAYER DEPOSITION (PE-ALD)

Saisamorn Niyomsoan^{a*}, Chanitda Prapaipong^b, Dheerawan Boonyawan^b and Chanchai Umongno^b

*^aIntegrated and Innovative Jewelry Materials Research Unit, Faculty of Gems,
Burapha University, Chanthaburi 22170, Thailand*

*^bPlasma and Beam Physics Research Facility, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai
50200, Thailand*

**Corresponding author Email Address: sniyomsoan@gmail.com*

Abstract

Alumina thin film is widely used because of its high corrosion resistance, transparency and hardness. Coating with the film can enhance surface quality of the work piece both for protection and beauty. In the present work, the film was applied to improve surface quality of semi-precious gemstones; amethyst and peridot, by preventing the surface from scratching without changing color of the beautiful stones. Technique of the thin film coating in the study was plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD). Flow rates of trimethylaluminum gas and oxygen plasma were controlled to achieve the alumina thin film on the amethyst and peridot substrates, and still maintain an aesthetic appearance of the stones. However, the most common problem of the coating process was carbon contamination during the formation reaction of the alumina films. In this report, reducing contents of the carbon was studied by varying the coating temperatures from 80 °C to 400 °C under vacuum at 4×10^{-2} Torr. The deposition cycle was fixed at 800 cycles. The resulted thin films were investigated with Atomic force microscopy, X-ray photoelectron spectroscopy, UV-visible spectroscopy, and hardness testing. Surface hardness of the semi-precious gemstones was successfully enhanced and their beauty still lasted.

Keywords: plasma enhanced atomic layer deposition; semi-precious stones; hardness

1. Introduction

Alumina thin film has a chemical formula of Al_2O_3 , which is the same as corundum [1], a single crystal type of alumina. The film is transparent, durable [2], high abrasion resistance and wear resistance [3]. Therefore, it is suitable for coating on semi-precious stones, which have lower hardness than 9 in Mohs' scale. Improvement of the semi-precious stones with the nanometer-scale thin film is challenging.

Plasma enhanced atomic layer deposition (PE-ALD) is the coating technique with plasma that generates alumina layer by layer at low temperature [4]. First layer of aluminum was coated on substrate's surface from Trimethylaluminum (TMA); $Al(CH_3)_3$. Then, oxygen plasma is introduced to the reaction chamber to react with the first aluminum layer. In between each layer, an inert gas is purged in to the system to remove all excess gas. All

process is repeated until the film reaches the proper thickness [5].

Alumina thin film coating on semi-precious gemstones with PE-ALD technique gave the prominent result because the stones gained higher hardness and their color was slightly and non-noticeably changed. However, residual carbon was found with an investigation using X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). In this study, water plasma was also introduced in the PE-ALD technique to increase an efficiency of the coating reaction [6].

2. Experimental procedure

The alumina thin film coating was carried out at the Plasma and Beam Physics Research Facility, Faculty of Science, Chiang Mai University, Thailand by the home-made plasma enhanced atomic layer deposition (PEALD) as shown in Fig.1. Two types of semi-precious gemstones were used as substrate; amethyst and peridot. Before coating, all substrates were cleaned by acetone ethanol and deionized water under ultrasonicator for 10 minutes [4], then dried with nitrogen gas. The cleaned substrates were stored in the glove box. Coating was done in a vacuum chamber under 4×10^{-2} Torr. In the chamber, substrate was pre-cleaned with argon plasma for 20 minutes. One coating cycle of the thin film followed 4 steps. Firstly, TMA gas was released in to the coating chamber for 2 seconds to allow aluminum atoms to deposit on the substrate. Secondly, the excess TMA gas was purged out with argon gas for 3 seconds. Thirdly, the oxygen plasma was introduced in to the chamber for 5 seconds to react with aluminum layer on the first step. Finally, argon gas was allowed to purge out any left-over gas for 3 seconds. Coating temperature was varied at 80, 150 and 300 °C and coating cycles was fixed at 800 cycles.

The film thickness was done by Park XE7 Atomic force microscope (AFM). Chemical composition of the film was analyzed by XIS-Altra DLD X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). An absorption of visible light of the sample before and after coating was observed by 50 CONC VARIAN UV-VIS NIR Spectrophotometer. Finally, hardness of the samples before and after coating was measured using a microhardness tester at 0.98 Newton. The measurement was done for 5 times for each sample.

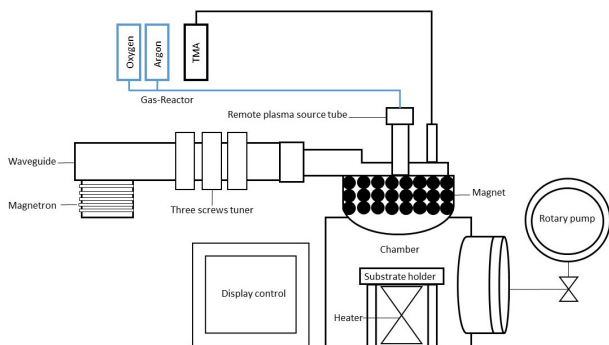


Fig. 1 Home-made PE-ALD coating system

3. Results and Discussion

Table.1 Atomic concentration (%) of amethyst before and after coating using oxygen plasma and water plasma

Atomic concentration (%)	O 1s	N 1s	C 1s	Si 2p	Al 2p
Amethyst (control-2)	36.16	0	28.56	35.28	0
Amethyst-80°C (O-Plasma)	38.62	1.3	37.99	20.28	0
Amethyst-150°C (O-Plasma)	57.38	0	7.92	34.71	0
Amethyst-300°C (O-Plasma)	56.26	0	8.05	35.69	0
Amethyst-80°C (H ₂ O Plasma)	38.53	2.03	56.63	2.82	0
Amethyst-150°C (H ₂ O Plasma)	46.73	2.16	27.31	19.19	4.61
Amethyst-300°C (H ₂ O Plasma)	49.81	0.74	12.66	31.9	4.89

Table.2 Atomic concentration (%) of peridot before and after coating using oxygen plasma and water plasma

Atomic concentration (%)	O 1s	N 1s	C 1s	Si 2p	Al 2p	Mg 2p
Peridot (control-2)	39.31	0	27.51	24.27	0	5.70
Peridot-80°C (O-Plasma)	46.12	2.13	24.45	18.25	0	9.05
Peridot-150°C (O-Plasma)	54.89	0	13.71	22.97	0	8.43
Peridot-300°C (O-Plasma)	50.18	0	13.71	27.14	0	8.98
Peridot-80°C (H ₂ O Plasma)	37.98	2.53	49.39	8.39	0	1.71
Peridot-150°C (H ₂ O Plasma)	46.73	2.66	26.01	14.65	4.48	5.47
Peridot-300°C (H ₂ O Plasma)	50.28	1.04	11.04	31.5	1.63	4.52

3.2 Absorption of visible light using UV-Vis-NIR spectroscopy

Absorption spectra ranging from visible to near IR region of all samples were measured both before and after coating using both oxygen and water plasma and at 80 – 300 °C as shown for example in Fig. 2 for peridot. The visible region ranges from 400 – 700 nm. For peridot, there was no change of the absorption spectra in the visible range. Moreover, all samples showed no significant change of the absorption behavior in the visible range both before and after coating at all coating conditions. The result showed that there was no color change on the samples after coating. The alumina thin film coated on peridot and amethyst did not give a noticeable alteration of their appearance.

3.3 Microscopic study using AFM

The morphology study of the films using AFM showed that thickness of the films coated with the oxygen plasma condition was less than that of the film with the water plasma condition as shown in Fig. 3. After coated at 300 °C, thickness of the film with oxygen plasma and water plasma was 500 nm and 1.3 μm, respectively. Moreover, the film coated on peridot substrate was thicker than the film coated

3.1 Chemical composition using XPS analysis

Chemical compositions of amethyst and peridot were SiO₂ and (Mg, Fe)₂ SiO₄, respectively. The film composition on both substrates was shown in Table 1 and Table 2, respectively, for coating using oxygen plasma and water plasma at 80, 150 and 300 °C. As seen on both substrates for the film coated using oxygen plasma, there was no Al in the film where carbon contents decreased with increasing the coating temperatures. In the films coated using water plasma, the aluminum was observed as coating temperature reached 150 – 300 °C. However, nitrogen contamination was also found with the water plasma coating condition but nitrogen and carbon contamination decreased with increasing the coating temperature.

on amethyst substrate. However, the film coated using oxygen plasma was smoother than that of the film using water plasma.

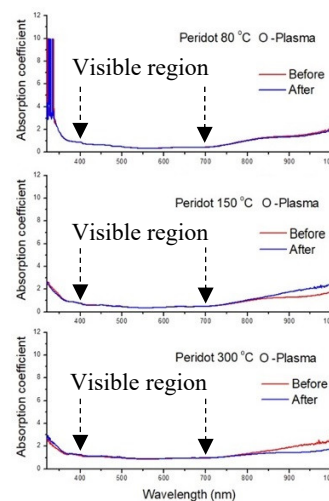


Fig. 2 Absorption spectra of Peridot before (red line) and after (blue line) coated with alumina thin film using oxygen plasma at 80, 150 and 300 °C.

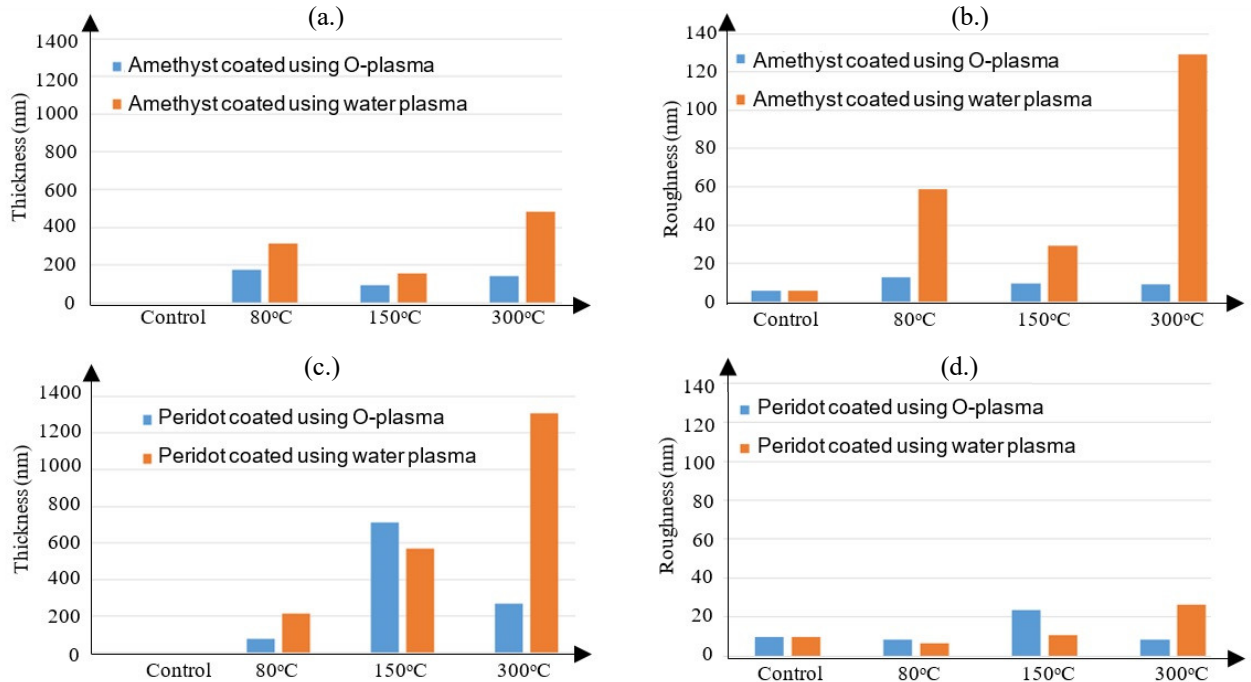


Fig. 3

Morphology of the films created using oxygen and water plasma at 80°C, 150°C, and 300°C; a), c) thickness of the coated amethyst and peridot, respectively; b), d) roughness of the coated amethyst and peridot, respectively.

3.4 Hardness by Vickers microhardness tester

Hardness test on material surface was done by Vickers microhardness tester with 0.98 N loading. The result showed that amethyst and peridot after being coated at higher temperatures gained higher hardness, as shown in Fig. 4. Both types of semi-precious stones that were coated with alumina thin film that were synthesized using oxygen plasma obtained higher hardness than that were synthesized using water plasma.

4. Summary

The alumina thin film that was synthesized using homemade PE-ALD with oxygen plasma or water plasma gained four main properties.

- 1.) The film generated using oxygen plasma and water plasma contained less carbon contamination with increasing coating temperature up to 300 °C. Moreover, the film generated using water plasma contained more Al contents.
- 2.) The film coated on the peridot and amethyst did not give a noticeable alteration of their appearance. There was no color change on the samples after coating.
- 3.) The film coated on the substrate using water plasma was thicker and rougher than the one using oxygen plasma. At 300 °C, the film using water plasma was 1.2 μm thick.
- 4.) Hardness of amethyst and peridot coated with the film using oxygen plasma at 300 °C obtained equal hardness. However, the film using oxygen plasma was higher than that of the film using water plasma.

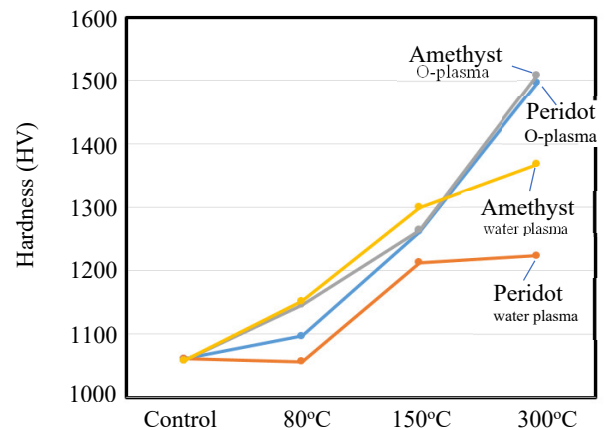


Fig. 4 Hardness of samples coated with oxygen plasma and water plasma at 80°C, 150°C, and 300°C.

Acknowledgements

An appreciation for financial support goes to National Research Council of Thailand (NRCT) under grant number 160/2559.

References

- [1] E. Wallin, (2008). *Alumina Thin Films: From Computer Calculations to Cutting Tools* (Doctoral dissertation, Linköping University Electronic Press).
- [2] S. M. Edlou, A. Smajkiewicz, G. A. Al-Jumaily, Optical properties and environmental stability of oxide coatings deposited by reactive sputtering. *Appl. optics*, **32(28)** (1993) 5601-5605.

[3] T. C. Chou, T. G. Nieh, S. D. McAdams, and G. M. Pharr, Microstructures and mechanical properties of thin films of aluminium oxide. *Scripta Metall.:(United States)*, **25(10)** (1991).

[4] H. Y. Li, Y. F. Liu, Y. Duan, Y. Q. Yang, and Y. N. Lu, Method for aluminum oxide thin films prepared through low temperature atomic layer deposition for encapsulating organic electroluminescent devices. *Materials*, **8(2)** (2015) 600-610.

[5] J. W. Lim and S. J. Yun, Electrical properties of alumina films by plasma-enhanced atomic layer deposition. *Electrochem. Solid St.*, **7(8)** (2004) F45-F48.

[6] J. Haerberle, K. Henkel, H. Gargouri, F. Naumann, B. Gruska, M. Arens and D. Schmeißer, Ellipsometry and XPS comparative studies of thermal and plasma enhanced atomic layer deposited Al₂O₃-films. *Beilstein J. Nanotech.*, **4** (2013) 732.

รายงานสรุปการเงิน

เลขที่โครงการระบบบริหารงานวิจัย (NRMS 13 หลัก) 2560A10802015... สัญญาเลขที่ 161/2560
โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2560 มหาวิทยาลัยบูรพา

ชื่อโครงการ การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาเพื่อเพิ่มความต้านทานต่อการขีดข่วน
ของอัญมณีเนื้ออ่อนด้วยเทคนิค Plasma-enhanced atomic layer deposition (PE-ALD)
โครงการวิจัยประเภทโครงการต่อเนื่อง 2 ปี (ปีที่ 2)

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

รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2559 ถึงวันที่ 30 กันยายน 2562.....

ระยะเวลาดำเนินการ 2 ปี 11 เดือน ตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2559.....

รายรับ

จำนวนเงินที่ได้รับ

งวดที่ 1 (50%)	155,650	บาท	เมื่อ วันที่	10 พฤศจิกายน 2559
งวดที่ 2 (40%)	124,520	บาท	เมื่อ วันที่	11 มีนาคม 2562
งวดที่ 3 (10%)	31,130	บาท	เมื่อ วันที่	15 กันยายน 2562
			รวม	311,300 บาท

รายจ่าย

รายการ	งบประมาณที่ตั้งไว้	งบประมาณที่ใช้จริง	จำนวนเงิน คงเหลือ/เกิน
1. งบบุคลากร	180,000	180,000	-
2. ค่าตอบแทน	56,030	31,130	24,900
3. ค่าใช้สอย	30,000	34,900	-4,900
4. ค่าวัสดุ	14,140	34,140	-20,000
5. ค่าครุภัณฑ์	-	-	-
6. ค่าธรรมเนียมอุดหนุนสถาบัน	31,130	31,130	-
รวม	311,300	311,300	-

(ผศ.ดร.สายสมร นิยมสรวนุญ)
ลงนามหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน

บรรณานุกรม (Bibliography)

- กรมธรณีวิทยา (2557), ควอตซ์, <http://www.dmr.go.th/main.php?filename=quartz>
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.
- 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 O 2 precursors for nonvolatile memory applications. *Nanoscale research letters*, 8(1), 80.
- 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).
- 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.
- Gao, H., et al., Protecting Al foils for high-voltage lithium-ion chemistries. *Materials today energy*, vol.7, 2018, pp. 18-26.
- Giiibelin, 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.
- 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.
- Kloprogge, 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.
- Latsunskyi, I., Kempniński, M., Jancelewicz, M., Załęski, 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.
- 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.
- 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.
- 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.
- 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 Al_2O_3 using dimethylaluminum isopropoxide, $[\text{Al}(\text{CH}_3)_2(\mu\text{-O i Pr})_2]$, 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.
- 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.
- 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.
- Wallin, E. (2008). *Alumina Thin Films: From Computer Calculations to Cutting Tools* (Doctoral dissertation, Linköping University Electronic Press).
- Wei, Y., Liu, H., Sheng, O., Liu, Z., Chen, S., & Yang, L. (2011). Laser damage properties of $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ thin films grown by atomic layer deposition. *Applied optics*, 50(24), 4720-4727.
- Zemlyanov, D., et al., In situ XPS study of Pd (1 1 1) oxidation. Part 1: 2D oxide formation in 10– 3 mbar O_2 , *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 F_2 on surface adhesion of Al and Al_2O_3 surfaces. *Applied physics letters*, vol.93(14), 2008, pp. 141905.

ภาคผนวก

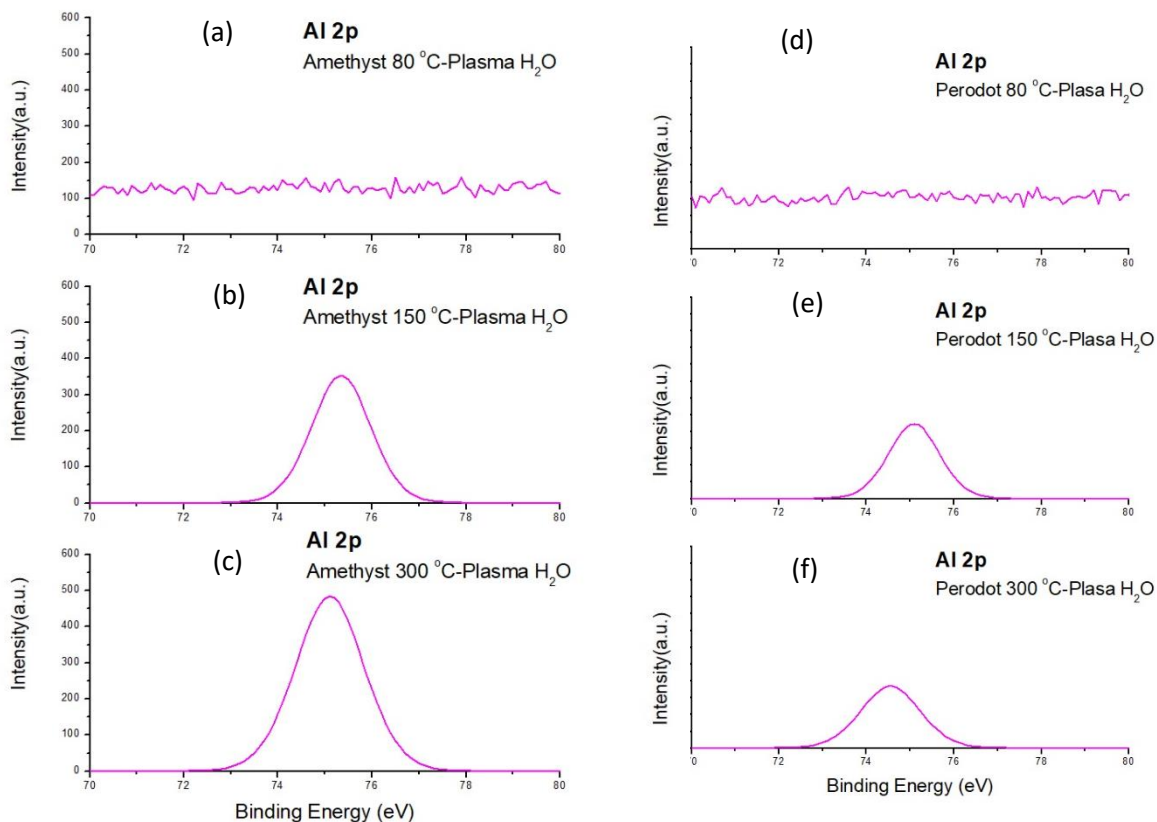
ภาคผนวก ก ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1

Amethyst และ Peridot โดย พลาสมาไออน้ำ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส

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

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

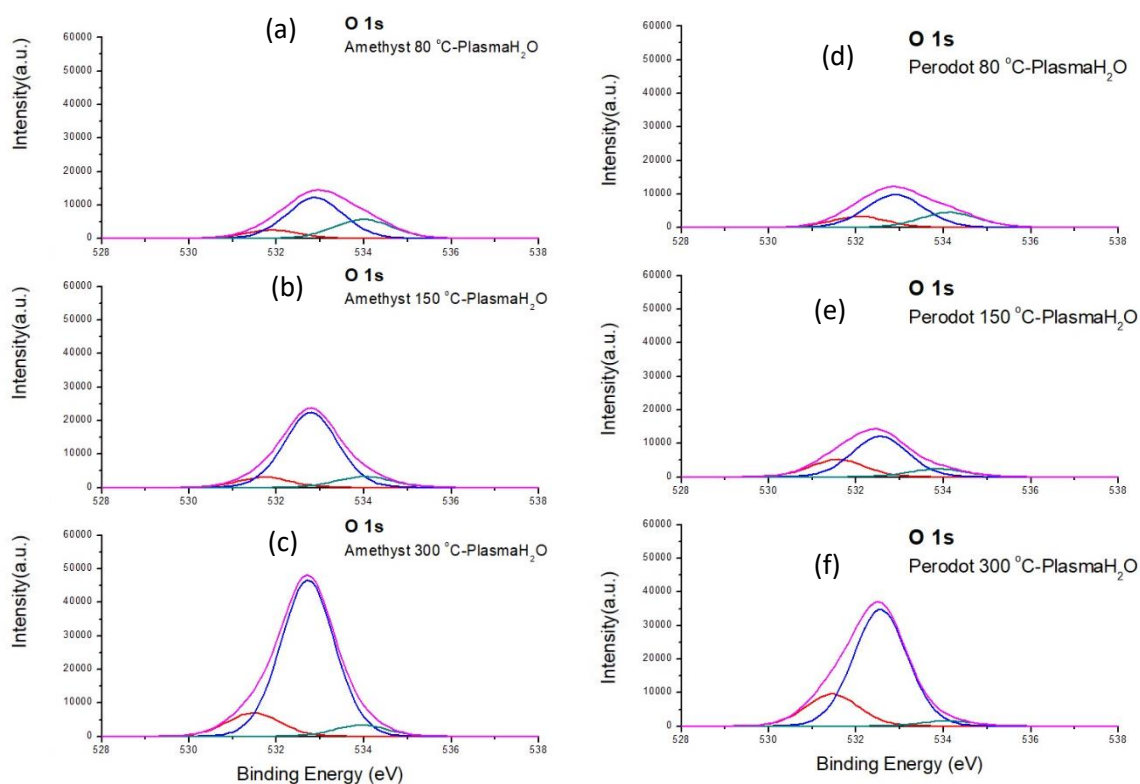
สเปกตรัมของ Al 2p ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่พีระดับพลังงาน 74 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al-O ใน Al_2O_3 และที่พีระดับพลังงาน 75 บอกลักษณะพันธะของ Al ใน $Al(OH)_3$ [Gougousi, T (2005)- Anu, P(2011) - Koo, J(2006)] พบในตัวอย่าง amethyst และ peridot เจือไนพลาสมาไออน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 และ 300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 1 แสดงสเปกตรัมของ Al 2p พอลิเมอร์ออร์แกนิก (a-c) อเมทิส และ (d-f) peridot ที่อุณหภูมิการเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา น้ำ

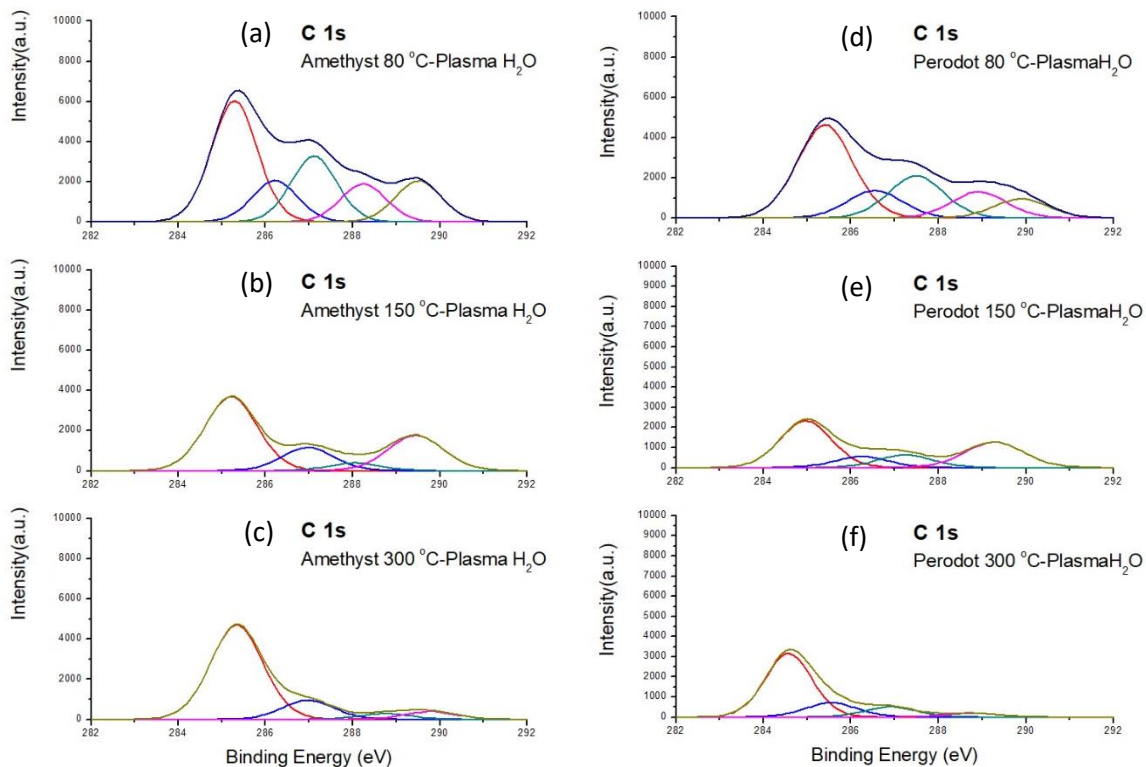
สเปกตรัมของ O 1s ความเข้มข้นที่ระดับพลังงาน 530.5 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O ของ ALOOH, ที่ระดับพลังงาน 531-531.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C=O, ที่ระดับพลังงาน 532.3-532.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O-C, ที่ระดับพลังงาน 533.5-533.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-O-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

ทั้งเงื่อนไขพลาสมาพลาสมาไอน้ำ เมื่ออุณหภูมิลดลงอัตราส่วน Al 2p และ O 1s มีแนวโน้มลดลงตามด้วย โดยอุณหภูมิที่ต่ำลงโมเลกุลของออกซิเจนจะมีผลต่อการรวมตัว (Oxidizing) กับสารระเหยอลูมิเนียม และการลดลงของอุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานเห็นได้ชัด ยกตัวอย่างระหว่างรูปที่ 4 e) และ f) การเปลี่ยนแปลงลักษณะนี้เป็นเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของฟิล์ม Al_2O_3 [Haerberle, J(2013)]



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

ส่วนสเปกตรัมของ C 1s ความเข้มข้นของพีคที่ระดับพลังงาน 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)- latsunskyi, I(2015)- Klopogge, J(2006)]



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

คาร์บอนเป็นสิ่งอีกหนึ่งที่หลีกเลี่ยงไม่ได้ในปฏิกิริยาเคลือบฟิล์มอลูมินา เกิดจากระหว่างตัวสารตั้งต้น TMA : $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ทำปฏิกิริยากับพลาสมาไอน้ำในหมู่ OH ทำให้พิกคาร์บอนที่เกิดขึ้นนั้นอาจจับกับ C-O, C-O และ -COOH เป็นต้น ซึ่งจะเห็นว่ารูปที่ 8 แสดงแนวโน้มคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิลดลง ซึ่งสัมพันธ์กันกับตารางที่ 2 และ 3 แสดงองค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มซึ่งเป็นอีกวิธีหนึ่งจากเทคนิค XPS

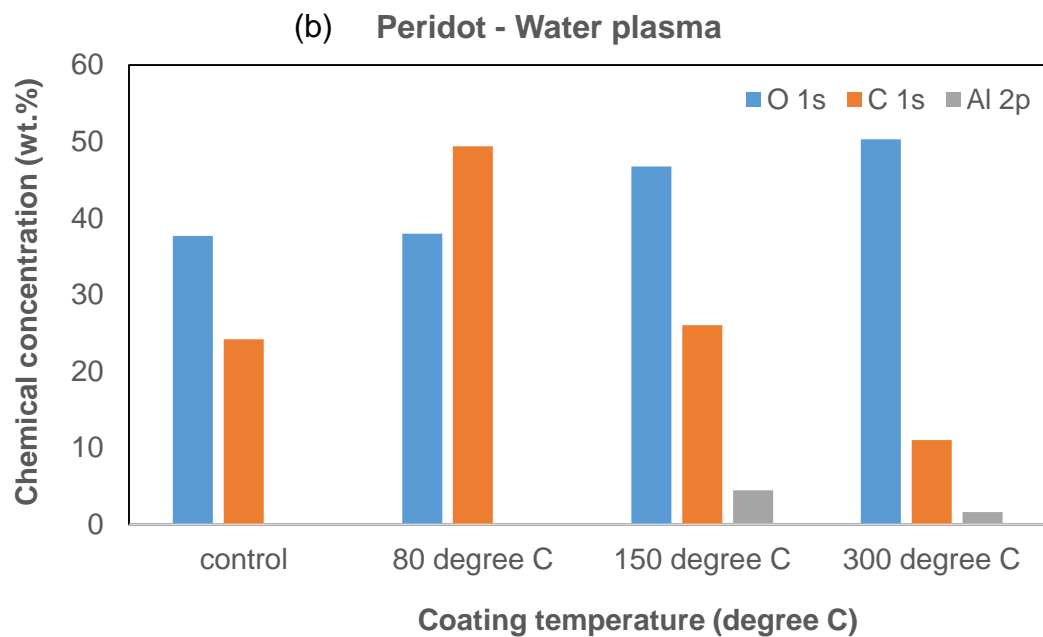
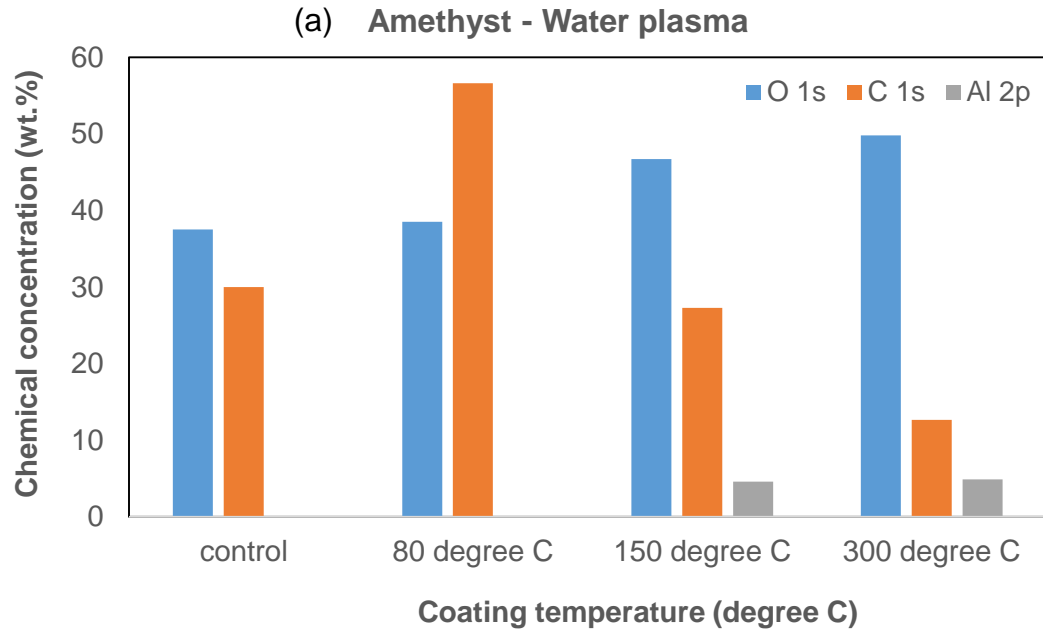
พบว่าก่อนการเคลือบเปอร์เซ็นต์ของปริมาณคาร์บอนอยู่ที่ 40-42 % การเคลือบที่เงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโดยที่อุณหภูมิ 150 และ 300 องศาเซลเซียส เปอร์เซ็นต์ของปริมาณออกซิเจนจะ เพิ่มขึ้นจาก 38.62 % เป็น 57.38-56.26 % และเปอร์เซ็นต์ของปริมาณคาร์บอนลดลงจาก 37.99 % เหลือ 8.05 %

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(PlasmaH ₂ O)	38.53	2.03	0	56.63	2.82	0
Amethyst-150°C(PlasmaH ₂ O)	46.73	2.16	0	27.31	19.19	4.61
Amethyst-300°C(PlasmaH ₂ O)	49.81	0.74	0	12.66	31.9	4.89

ตารางที่ 2 แสดงค่าปริมาณ(Mass concentration (%)) ที่ตรวจพบบนฟิล์มที่เคลือบลงบนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดท

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(PlasmaH ₂ O)	37.98	2.53	0	49.39	8.39	0	0	1.71
Peridot-150°C(PlasmaH ₂ O)	46.73	2.66	0	26.01	14.65	4.48	0	5.47
Peridot-300°C(PlasmaH ₂ O)	50.28	1.04	0	11.04	31.5	1.63	0	4.52



รูปที่ 4 องค์ประกอบของฟิล์มบางที่เคลือบบนพื้นผิวพลอยเนื้ออ่อน ชนิด (a) อเมทิส และ (b) peridot ที่ผ่านการเคลือบอนุกรมการเคลือบ 80-300 องศาเซลเซียสเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ

2 การศึกษาผิวฟิล์มบนชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

ชิ้นงานพลอยเนื้ออ่อนทดสอบเคลือบฟิล์มอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสติกมาไอน้ำ 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	45	49	5.98		
	150 °C	44.9	49.9	5.2		
	300 °C	33.9	53.2	12.9		
Peridot	control	36	21	6.68	29.1	7.2
	80 °C	36.9	20.8	6.85	29	6.41
	150 °C	33.2	21.7	7.39	30	7.66
	300 °C	38.3	20	4.7	30.4	6.58

3 การวัดความแข็งด้วย Vickers Microhardness tester

ตารางที่ 4 ตารางแสดงค่าความแข็งแบบ Vicker ของอะเมทิส ก่อนและหลังการเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ

		ค่าความแข็งแบบ Vickers (Hv)			
Plasma-H2O		อุณหภูมิในการเคลือบ (°C)			
อเมทิส		before	after-80C	after-150C	after-300C
code			AM-04	AM-05	AM-06
1	1082.74		1186.8	1274.5	1417.6
2	1223.64		1186.8	1210.9	1357.6
3	925.02		1056.3	1328.9	1417.6
4	992.46		1118.7	1372.2	1274.5
5	1069.12		1210.9	1315	1372.2
Average		1058.596	1151.9	1300.3	1367.9
STDEV		111.9707	63.55828034	60.95420412	58.71183867

ตารางที่ 5 ตารางแสดงค่าความแข็งแบบ Vicker ของเพอริโดก่อนและหลังการเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ

		ค่าความแข็งแบบ Vickers (Hv)			
Plasma-H2O		before	อุณหภูมิในการเคลือบ (°C)		
เพอริโด			after-80C	after-150C	after-300C
Code			PdT-04	PdT-05	PdT-06
1	1062.94		1027	1223.2	1163.4
2	1064.88		1008.2	1152	1248.4
3	1063.1		1118.7	1315	1223.2
4	1080.76		998.9	1235.7	1274.5
5	1034.72		1129.6	1140.7	1210.9
Average		1061.28	1056.48	1213.32	1224.08
STDEV		16.61274	62.71632164	70.65958534	41.80367209

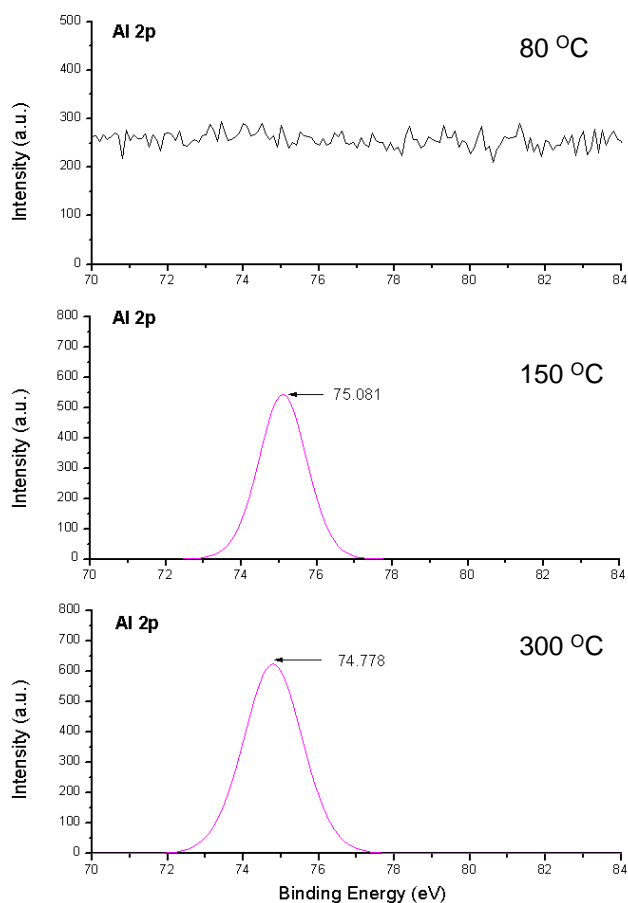
ภาคผนวก ข ข้อมูล XPS ของ Si การวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 1

ผลรายงานการวิเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาด้วยเทคนิค XPSเมื่อเคลือบบนแผ่นซิลิกอน

จากการเคลือบตัวอย่างซิลิกอน ในการทดลองชุดที่ 1 (ดังแสดงในบทที่ 3) ร่วมกับเพอร์โด และอเมทิส ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางอลูมินาที่เงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 80 150 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 800 รอบ แสดงเงื่อนไขการเคลือบทั้ง 6 เงื่อนไข

การวิเคราะห์ธาตุ Al

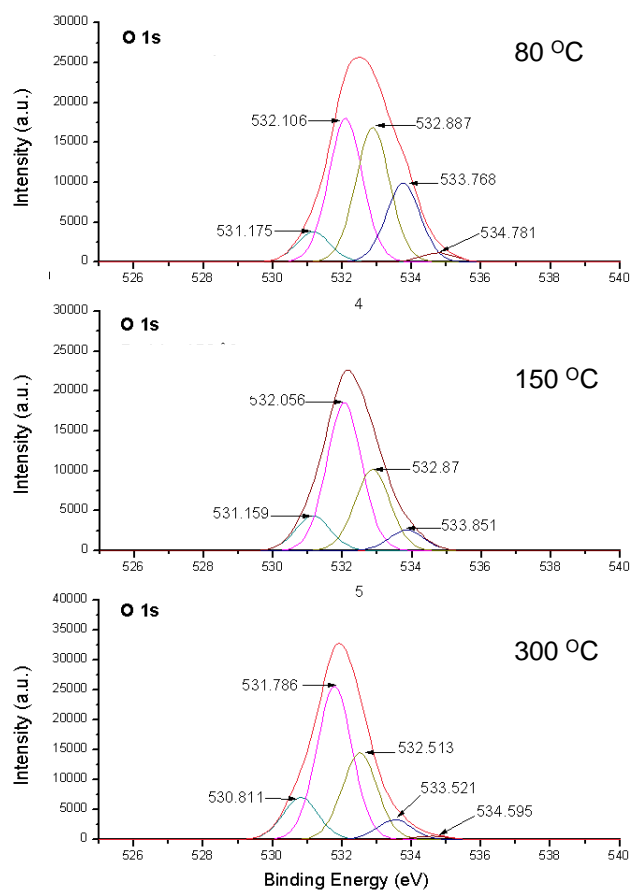
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวฟิล์มบางอลูมินาที่เคลือบลงบนตัวอย่างซิลิกอนสเปกตรัมของ Al 2p ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่พีกระดับพลังงาน 74 อิเล็กตรอนโวลต์ บอถึงลักษณะพันธะของ Al-O ใน Al_2O_3 [Koo (2006); Potts (2012); Gougousi (2005)] และที่พีกระดับพลังงาน 75 บอถึงลักษณะพันธะของ Al ใน $Al(OH)_3$ พบในตัวอย่าง เงื่อนไขพลาสมาไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 150 และ 300 องศาเซลเซียส



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

การวิเคราะห์ธาตุ O

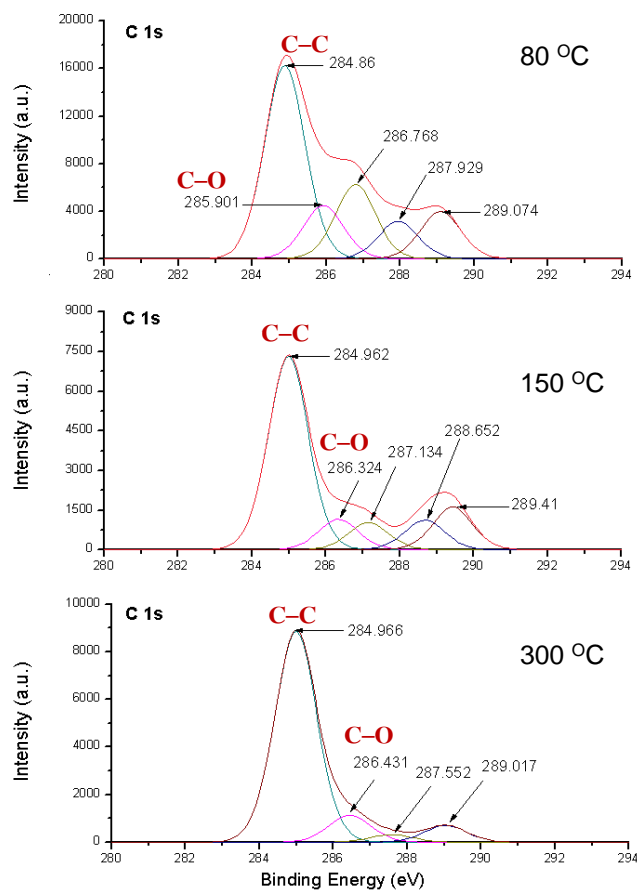
สเปกตรัมของ O 1s แสดงดังรูปที่ 2 แสดงความเข้มข้นที่ระดับพลังงาน 530.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O ของ ALOOH, ที่ระดับพลังงาน 531.4-532.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C=O, ที่ระดับพลังงาน 532.3-532.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O-C, ที่ระดับพลังงาน 533.0-534.0 อิเล็กตรอนโวลต์ 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 แสดงความเข้มข้นของพีกที่ระดับพลังงานประมาณ 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); Iatsunskyi (2015)]



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

ปริมาณธาตุที่ตรวจพบจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS แสดงดังตารางที่ 1 ซึ่งพบว่าพบปริมาณธาตุอลูมิเนียม(Al) ที่ตัวอย่างเงื่อนไขการเคลือบพลาสมาไอน้ำ อุณหภูมิการเคลือบ 150 และ 300 องศาเซลเซียส

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

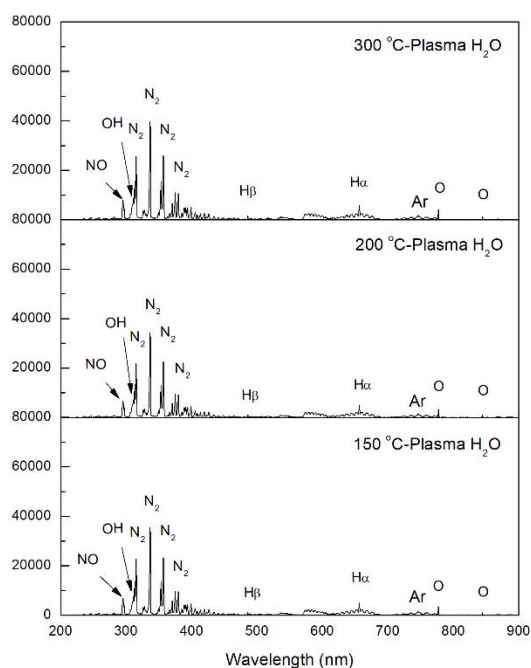
Substrate	อุณหภูมิการเคลือบ	องค์ประกอบเคมี (wt.%)				
		O 1s	N 1s	C 1s	Si 2p	Al 2p
Silicon-control	CONTROL	29.28	0	5.43	65.29	0
	80 °C	32.41	2.73	57.75	7.12	0
	150 °C	34.31	2.06	29.45	29.07	5.11
	300 °C	33.23	0.41	17.59	43.85	4.92

ภาคผนวก ค ข้อมูลการวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง ชุดที่ 2

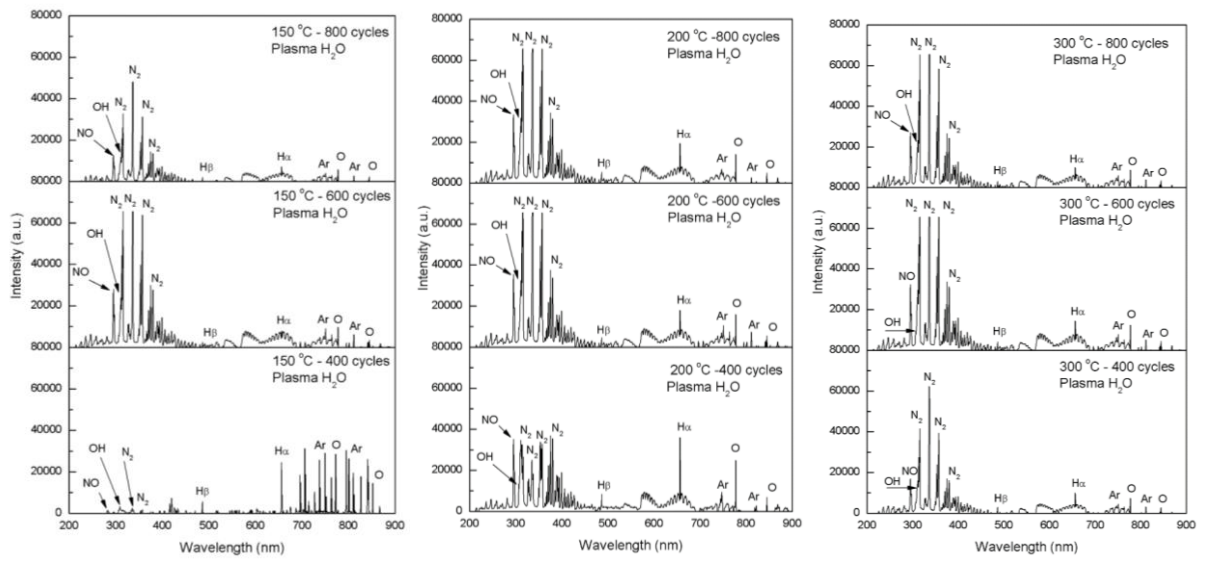
การสังเคราะห์ฟิล์มบางอลูมินาด้วยการตกสะสมในระดับอะตอมที่เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา (plasma enhanced atomic layer deposition : PE-ALD) บนพอลยเนื้ออ่อนที่ชนิดต่างกัน คือ โรสควอตซ์และเพอริโต โดยเงื่อนไขในการเพิ่มประสิทธิภาพบนผิวของพอลยเนื้ออ่อน ได้แก่ การเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมาไอน้ำ จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ และที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส

จากนั้นศึกษาการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง ศึกษาตัวอย่างก่อนและหลังทำการสังเคราะห์ฟิล์มบนพอลยด้วยเครื่องมือพื้นฐานทางอัญมณี คือ การวัดค่าความถ่วงจำเพาะ และการวัดค่าดัชนีหักเหของแสงต่อมาศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ, การวิเคราะห์ความขรุขระและความหนาของผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม, การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีบนผิวพอลย, การวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์ม, การวิเคราะห์ค่าความแข็งของฟิล์มด้วยเครื่องวัดความแข็ง และการวิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูดกลืนคลื่นแสง โดยผลการศึกษาดังต่อไปนี้

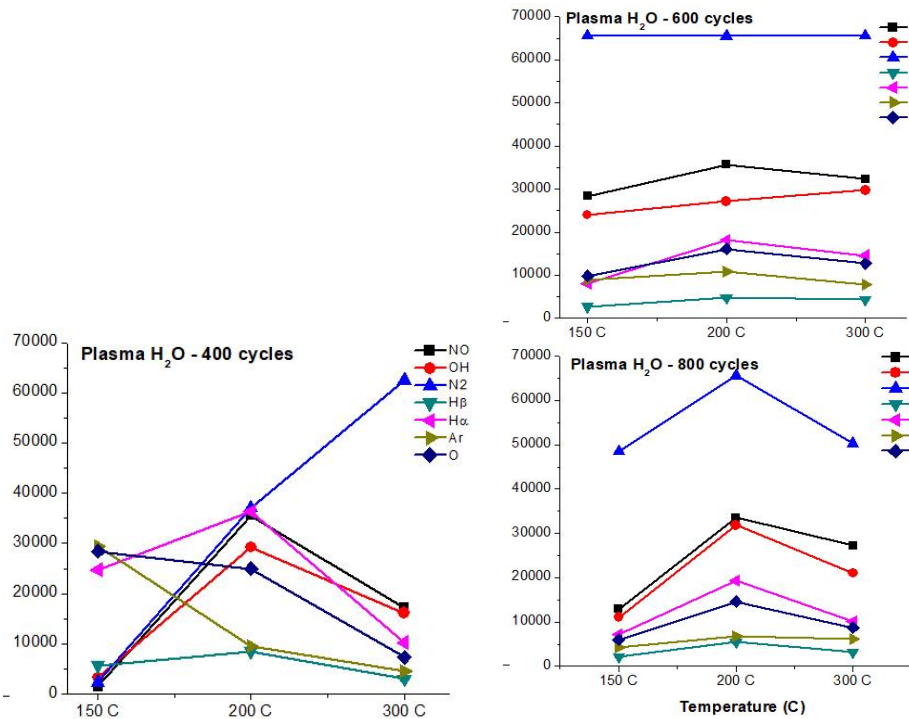
1. การศึกษาผลการแตกตัวของก๊าซโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีเชิงแสง



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 ของพลาสมาระหว่างการเคลือบฟิล์มเมื่อใส่ชิ้นงานอุณหภูมิ 150 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ พบว่าอนุกรมสำคัญ คือ NO, OH, N₂, H β , H α , Ar และ O



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

2. ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ด้วยวิธีการ
วัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Contact angle)

ตารางที่ 1 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำพอลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอตซ์เพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา

Temperature	Cycle	Control	Day 1	Day 2	Day 3	Day 4	Day 5	Day 6	Day 7
150	400	67.34	37.77	52.56	60.94	59.74	61.58	63	62.91
	600	65.57	37.71	52.17	52.28	54.93	54.24	54.04	61.18
	800	66.53	24.54	32.7	38.65	39.83	51.66	53.31	52.47
200	400	63.05	25.72	42.78	48.56	48.41	56.24	53.69	57.17
	600	62.05	22.87	51.98	50.84	56.3	55.97	55.7	60.42
	800	67.28	29.78	52.89	54.41	58.91	51.56	55.02	61.11
300	400	68.83	24.17	46.8	49.44	52.85	63.08	64.85	59.91
	600	68.26	34.32	40.49	46.93	47.49	50.62	57.98	58.8
	800	68.91	24.31	40.53	50.16	52.9	54.55	55.51	59.46

ตารางที่ 2 ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำพอลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโดเพิ่มประสิทธิภาพด้วยพลาสมา

Temperature	Cycle	Control	Day 1	Day 2	Day 3	Day 4	Day 5	Day 6	Day 7
150	400	73	48.86	66.8	73.61	74.5	77.63	77.4	74.9
	600	71.5	34.75	63.98	68.65	65.02	71.22	73.98	67.53
	800	70.14	31.94	43.98	53.26	50.54	60.79	60.07	70.28
200	400	74.11	33.46	40.06	51.97	61.05	68.24	62.4	67.36
	600	72.16	52.31	54.09	56.32	56.36	53.58	58.48	72.14
	800	72.67	33.93	56.08	60.41	64.34	63.66	66.03	71.53
300	400	71.08	37.68	35.31	48.28	56.88	54.76	56.83	64.64
	600	72.75	35.06	50.68	51.81	55.36	58.99	60.96	77.24
	800	73.71	32.98	52.42	54.51	54.45	57.55	59.04	73.21

3 ผลการศึกษาคุณสมบัติพื้นผิวก่อนและหลังการสร้างฟิล์มอลูมิเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีวัดความขรุขระและความหนาของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ตารางที่ 3 ค่าความขรุขระ และค่าความหนาของฟิล์ม พอลิเอธีลีนออกไซด์โรสควอตซ์

Coating conditions		RMS roughness (Sq)	RMS (grain-wise)	Mean roughness (Sa)	thickness (nm)
Coating temperature	Coating 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	3.73	3.73	2.47	168.90
	600 cycles	12.31	12.31	9.42	180.00
	800 cycles	15.15	15.15	12.39	128.90
200 °C	400 cycles	14.45	14.45	11.36	151.90
	600 cycles	12.21	12.21	8.76	252.20
	800 cycles	11.75	11.75	9.26	252.20
300 °C	400 cycles	9.37	9.37	7.20	422.20
	600 cycles	5.14	5.14	3.91	240.00
	800 cycles	5.82	5.82	4.57	491.00

ตารางที่ 4 ค่าความขรุขระ และค่าความหนาของฟิล์ม พลอยเนื้ออ่อนชนิดเพอริโต

Coating conditions		RMS roughness (Sq)	RMS (grain-wise)	Mean roughness (Sa)	thickness (nm)
Coating temperature	Coating 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	22.67	22.67	19.09	157.80
	600 cycles	60.23	60.23	49.28	230.00
	800 cycles	14.59	14.59	11.94	250.40
200 °C-	400 cycles	7.61	7.61	5.94	114.40
	600 cycles	8.52	8.52	6.39	135.60
	800 cycles	5.26	5.26	4.19	145.20
300 °C-	400 cycles	10.03	10.03	7.94	105.00
	600 cycles	8.47	8.47	6.24	287.40
	800 cycles	14.33	14.33	11.90	73.70

4 การศึกษาวิเคราะห์เชิงปริมาณขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มอลูมินาด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี

ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพอลอยเนื้ออ่อนก่อนทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS

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

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

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

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

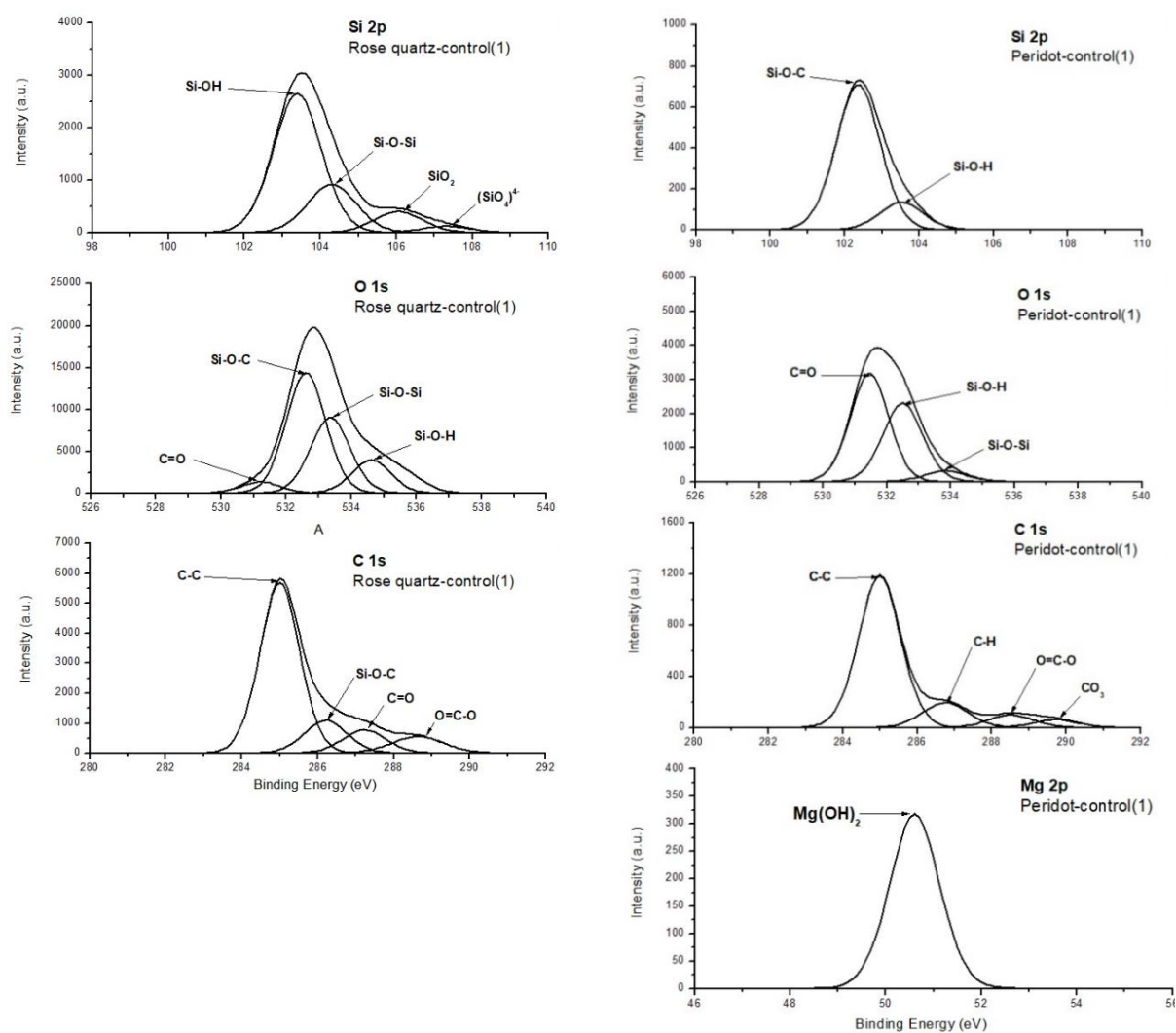
ข. เพอริโตก่อนเคลือบ (รูปที่ จ-4 ขวา) ตรวจพบ Si, O C และ Mg

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

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

พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวพอลอยเพอริโต พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 283.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C-O, ที่ระดับพลังงาน 285.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ 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, ที่ระดับพลังงาน 289.7-290.0 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ CO₃ พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Mg 2p บนผิวพลอยเพอริโด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 50.6-50.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกถึงลักษณะของพันธะ Mg(OH)₂ [Rheinheimer, V,2017]



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

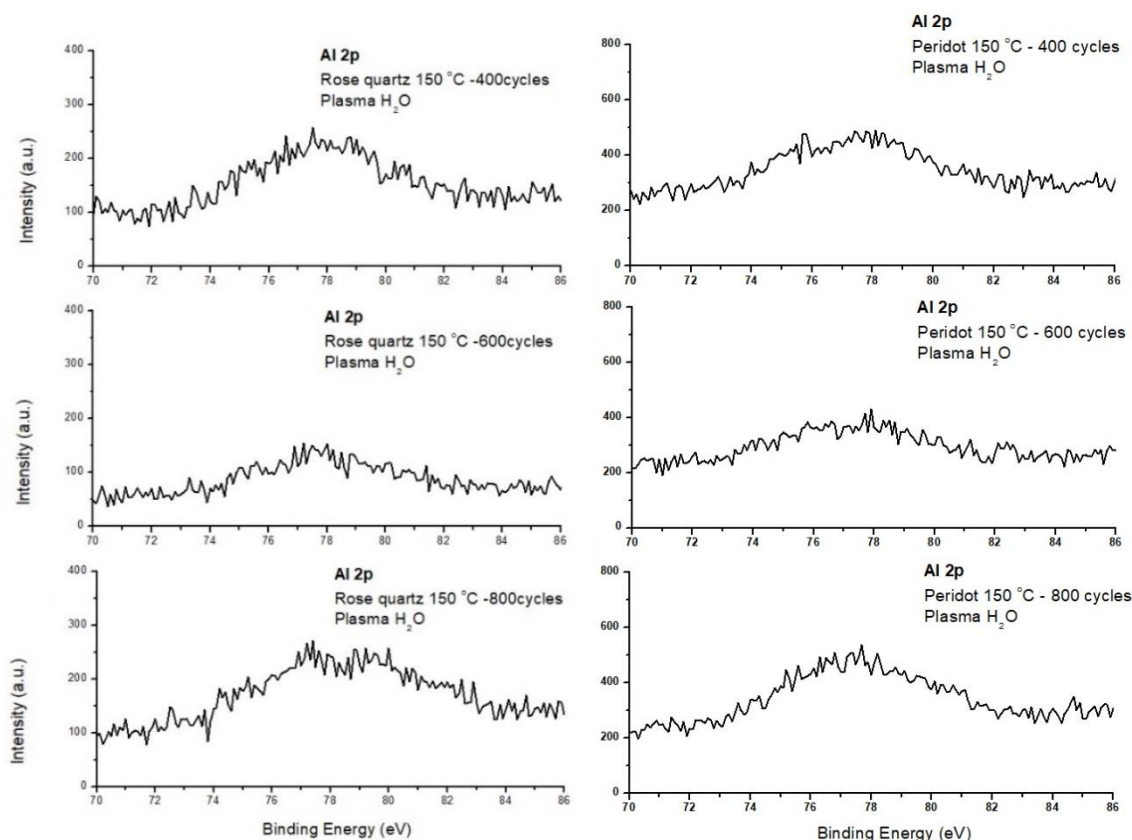
ผลการศึกษารูปประกอบทางเคมีบนผิวตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนหลังทำการเคลือบด้วยเทคนิค XPS

ก การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p

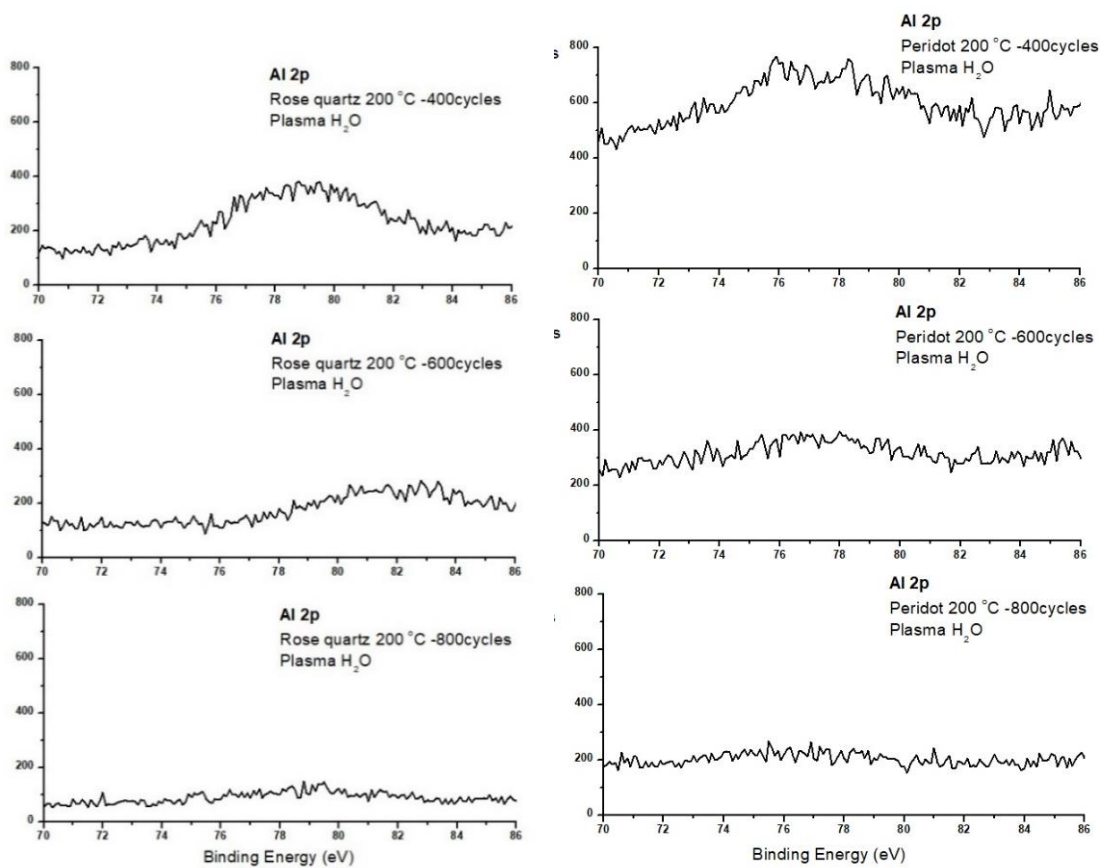
จากการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p ทั้งตัวอย่างพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และเพริโด ที่อุณหภูมิ 150, 200 และ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

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, J (2006)]

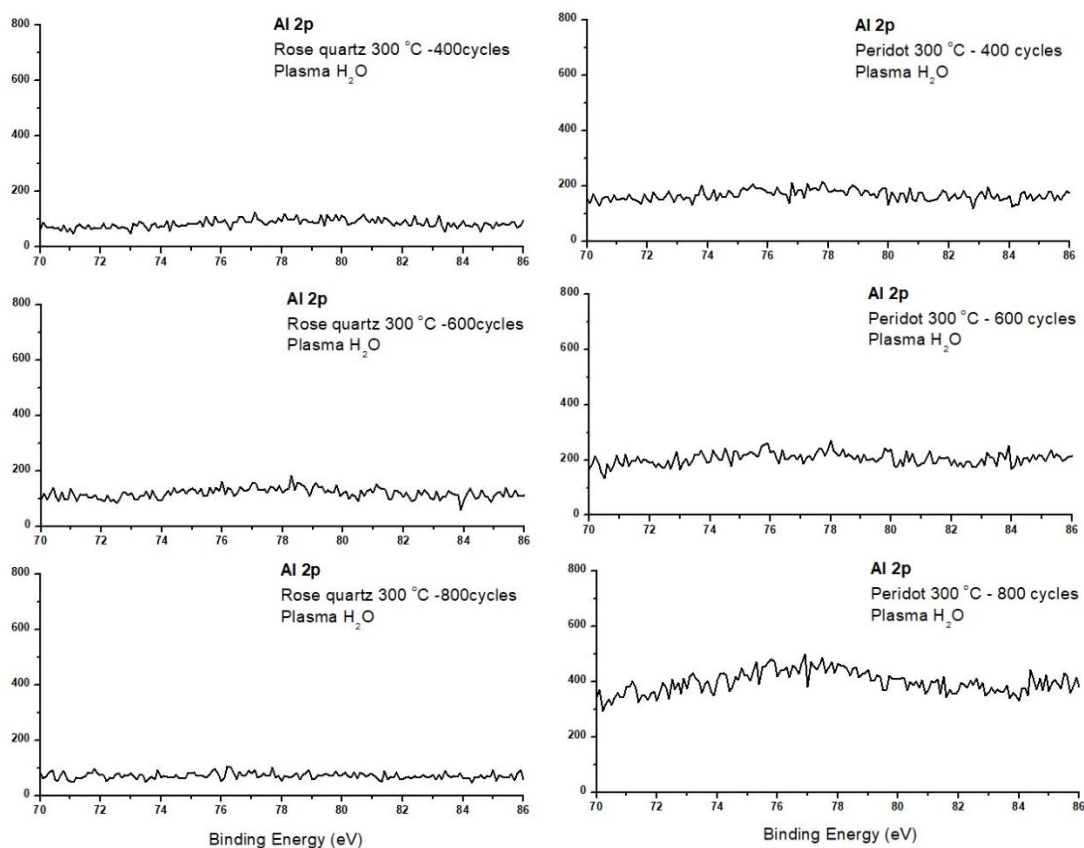
พลอยชนิดเพริโด ผลการวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวฟิล์มอลูมินา ตัวอย่างเพริโด ความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 74.8 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al - O ใน Al_2O_3 , ที่ระดับพลังงาน 77 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al-F ใน AlF_3 [Zhang, T, 2008; Gao, H, 2018;Haverkamp, R.G, 1992], ที่ระดับพลังงาน 78.3 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะพันธะของ Al 2p ในกลุ่ม $Al(CO_x)_y$ [Potts, S.E, 2012], พีคระดับพลังงาน 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



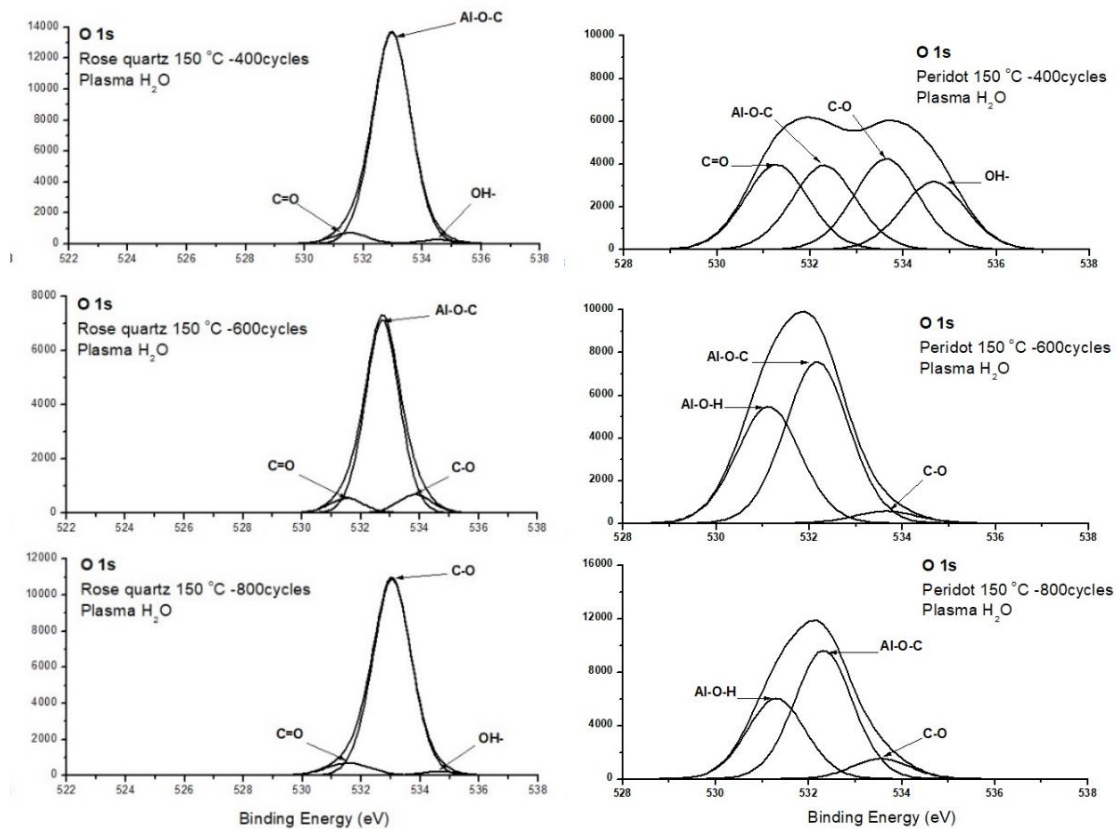
รูปที่ 6 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



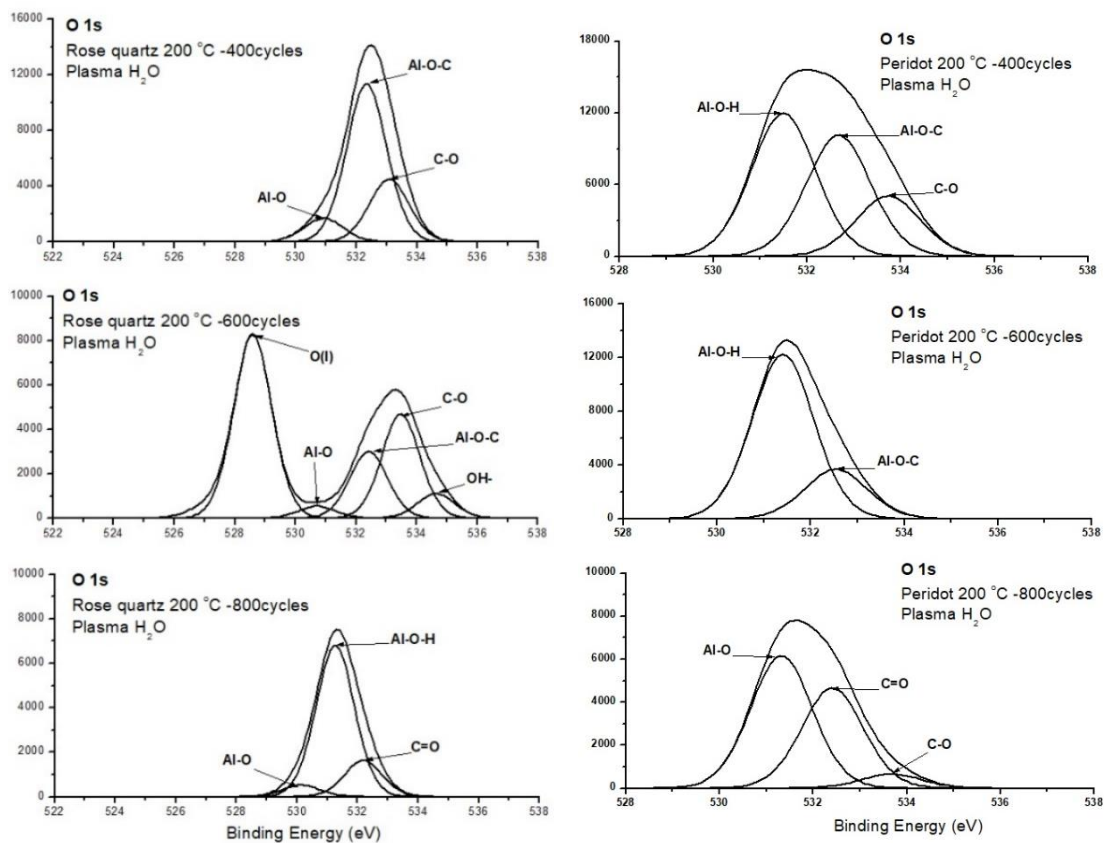
รูปที่ 7 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ Al 2p บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ข การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s

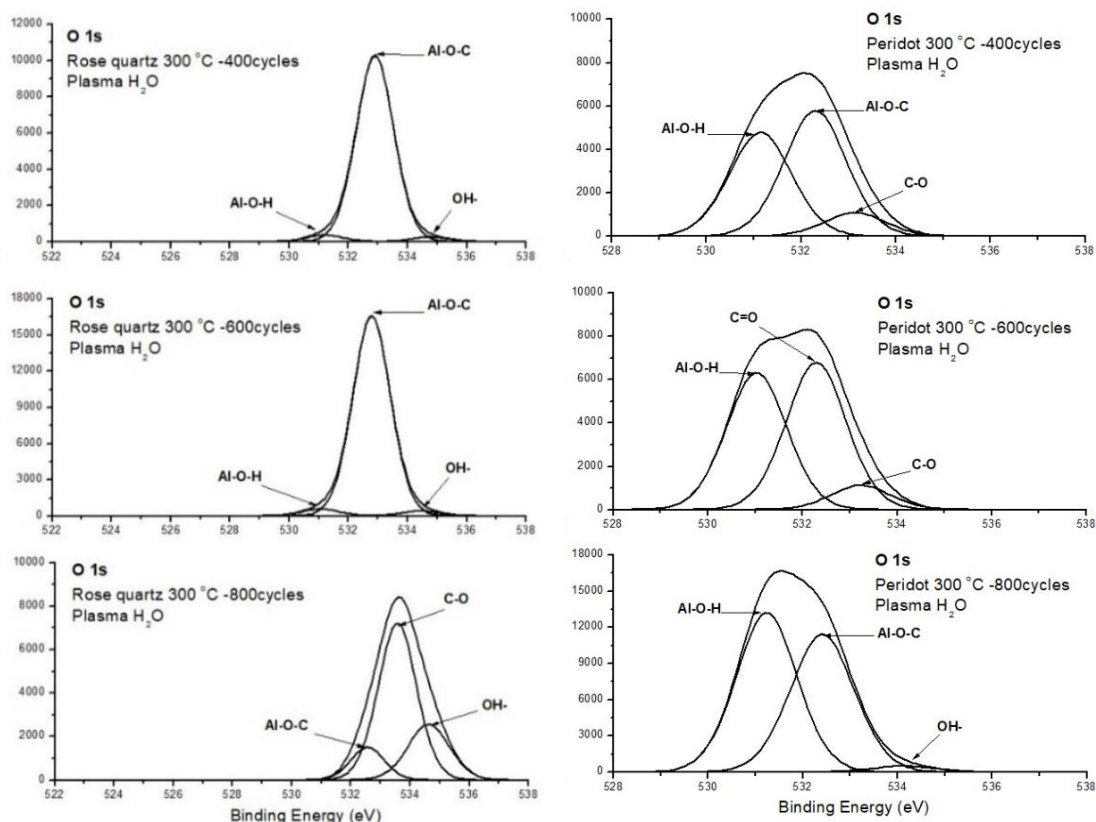
พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 528.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ O(I) แสดงถึงสถานะออกซิเดชันของออกซิเจน [Zemlyanov, D, 2006], ที่ระดับพลังงาน 530.2-530.9 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O ของ AlOOH, ที่ระดับพลังงาน 531.2-531.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ Al-O-H ของกลุ่มไฮดรอกซิล,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



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



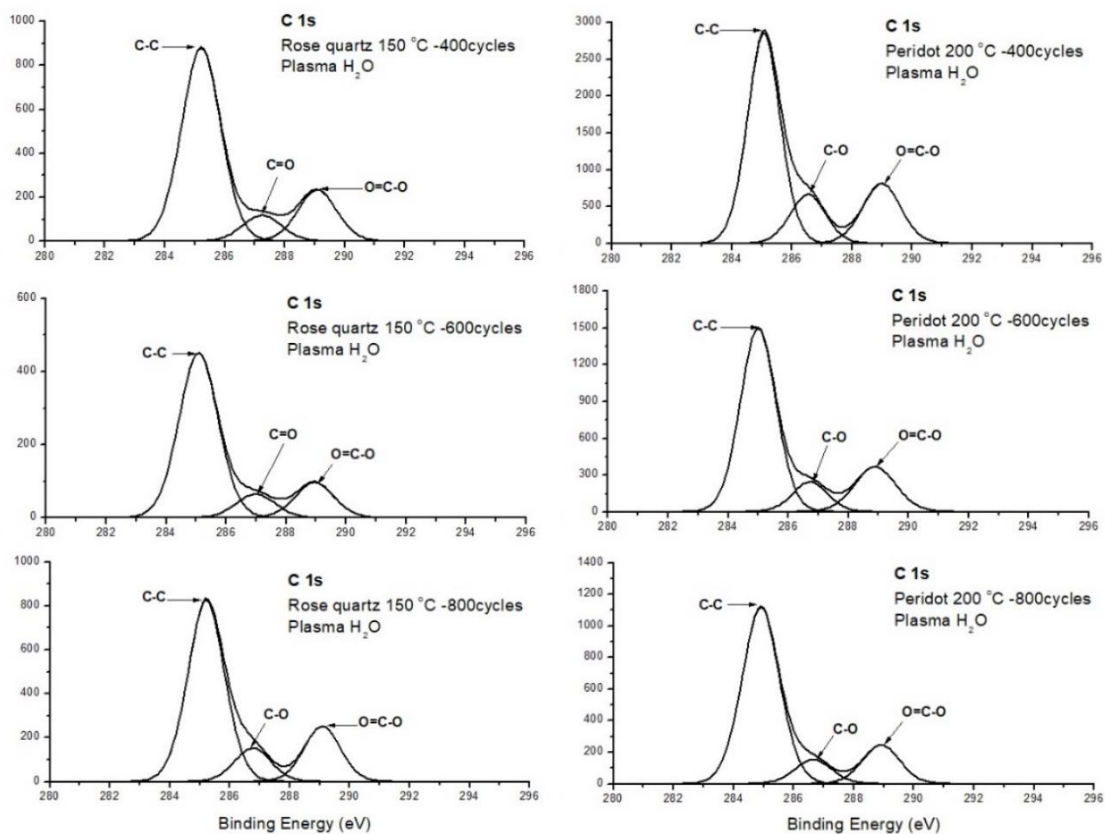
รูปที่ 9 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ



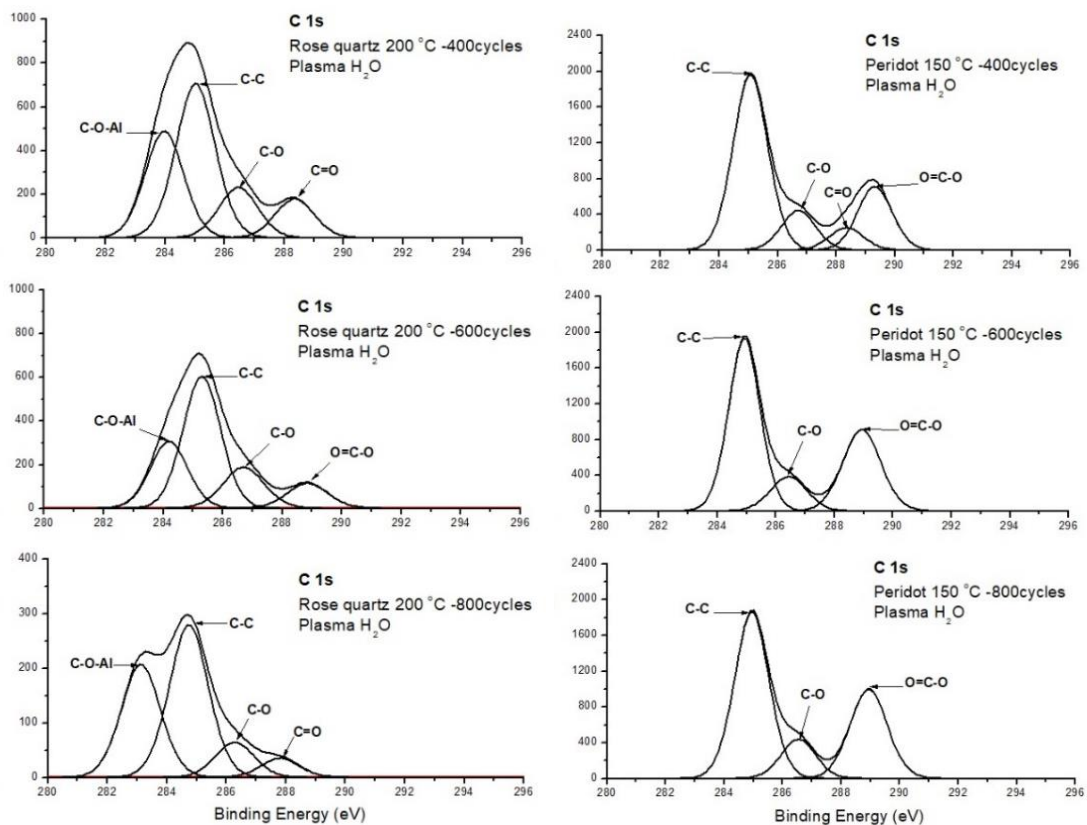
รูปที่ 10 พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ O1s บนผิวพลอยเนื้ออ่อนชนิดโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนรอบการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

ค การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C 1s

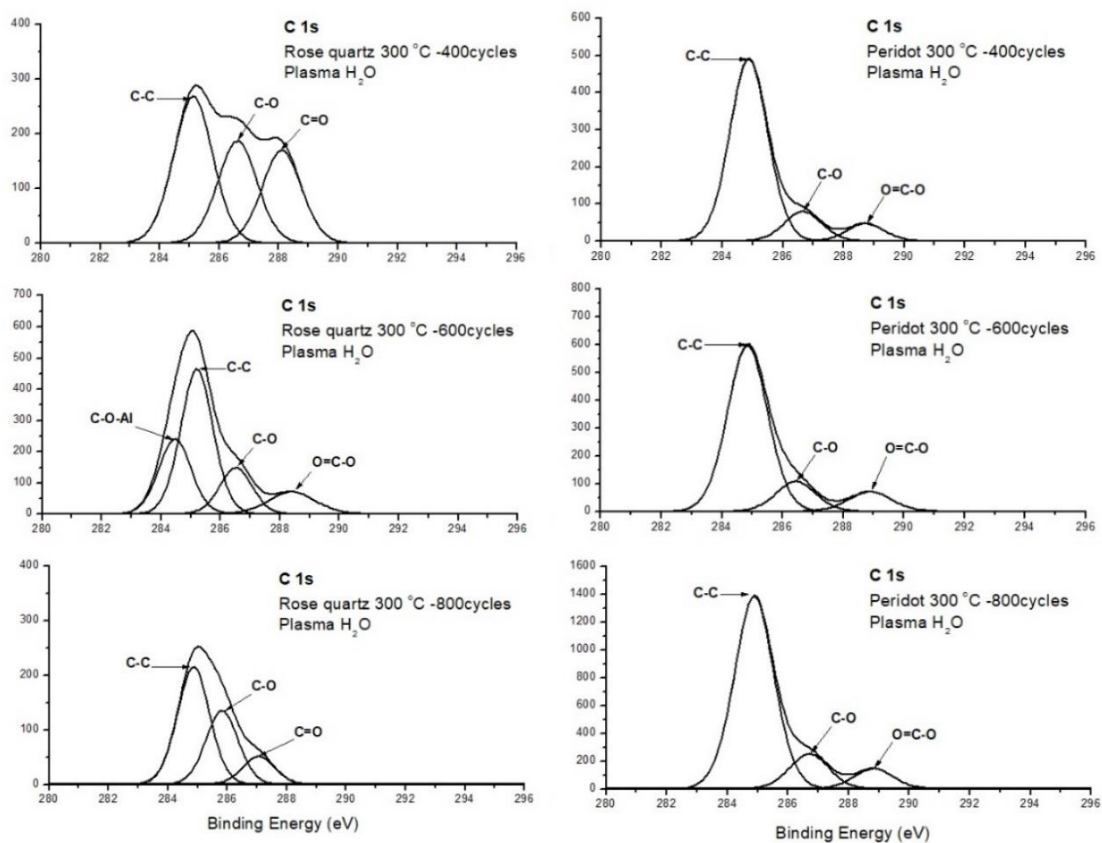
เมื่อวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะ C1s บนผิวฟิล์มอลูมินาตัวอย่างโรสควอทซ์และเพอริโด พบความเข้มข้นของสเปกตรัมส่วนใหญ่เกิดที่ระดับพลังงาน 282.8-283.4 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ H – C – Al, ที่ระดับพลังงาน 283.7-284.2 อิเล็กตรอนโวลต์ บอกลักษณะของพันธะ C – O – Al, ที่ระดับพลังงาน 284.6-285.0 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 (%)) ของพื้นผิวโรสควอทซ์ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา

พลาสมาไอออน้ำ			ปริมาณสาร (Mass concentration (%))			
			O	C	Si	Al
Rose quartz						
		CONTROL	41.62	18.33	40.05	0
		CONTROL	38.60	21.96	39.43	0
	150 °C	400 cycles	52.50	6.77	40.73	0
	150 °C	600 cycles	54.61	6.62	38.77	0
	150 °C	800 cycles	52.98	9.94	37.07	0
	200 °C	400 cycles	52.38	9.89	37.72	0
	200 °C	600 cycles	55.40	8.27	36.33	0
	200 °C	800 cycles	51.86	9.84	38.30	0
	300 °C	400 cycles	52.33	6.40	41.27	0
	300 °C	600 cycles	54.53	4.38	41.09	0
	300 °C	800 cycles	53.88	3.87	42.25	0

ตารางที่ 6 ปริมาณสาร (Mass concentration (%)) ของพื้นผิวเพอริโดที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา

พลาสมาไอ้			ปริมาณสาร (Mass concentration (%))					
	Coating conditions		O	C	Si	Al	Mg	Al
Peridot								
		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	48.67	18.90	20.12	12.30	0	48.67
	150 °C	600 cycles	46.37	18.08	19.35	16.21	0	46.37
	150 °C	800 cycles	50.08	17.92	19.15	12.86	0	50.08
	200 °C	400 cycles	44.16	14.17	19.65	22.03	0	44.16
	200 °C	600 cycles	48.02	12.32	19.76	19.90	0	48.02
	200 °C	800 cycles	48.14	12.71	20.07	19.08	0	48.14
	300 °C	400 cycles	49.13	7.24	28.66	14.97	0	49.13
	300 °C	600 cycles	54.01	6.09	28.85	11.06	0	54.01
	300 °C	800 cycles	51.94	6.79	25.28	15.98	0	51.94

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

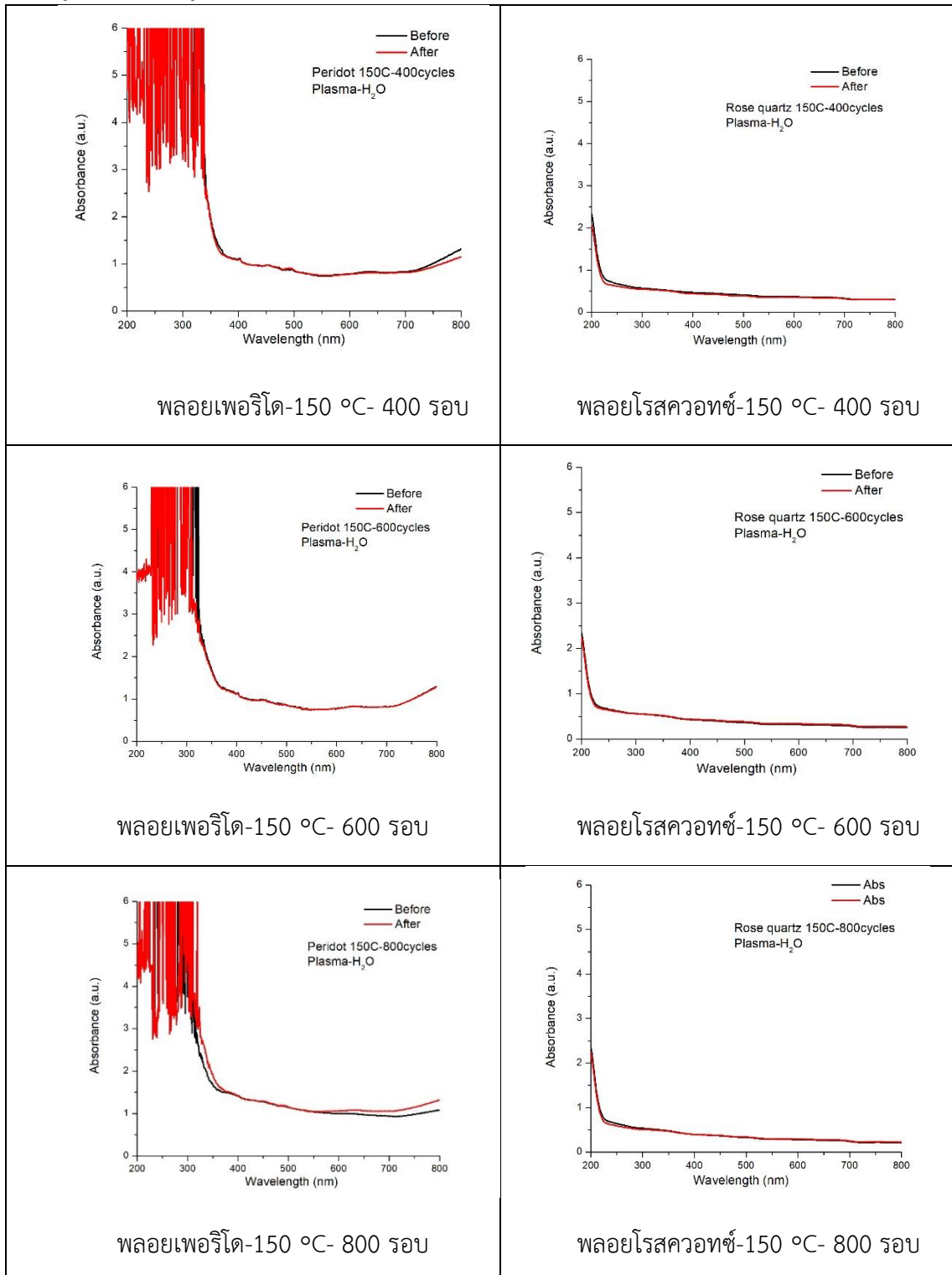
พลาสมาไอ้			Hardness (Hv)	
	Coating conditions		Before	After
Rose quartz				
	150 °C	400 cycles	1161.84	1176.62
	150 °C	600 cycles	1163.92	1214.7
	150 °C	800 cycles	1099.26	1187.04
	200 °C	400 cycles	1072.72	1021.46
	200 °C	600 cycles	1145.94	958.58
	200 °C	800 cycles	1141.24	1133.82
	300 °C	400 cycles	1105.22	1071.7
	300 °C	600 cycles	1170.86	1083.82
	300 °C	800 cycles	1112.5	1083.98

ตารางที่ 8 ค่าความแข็งพลอยเนื้ออ่อนชนิดเพริโดก่อนและหลังการเคลือบด้วยฟิล์มอลูมินา

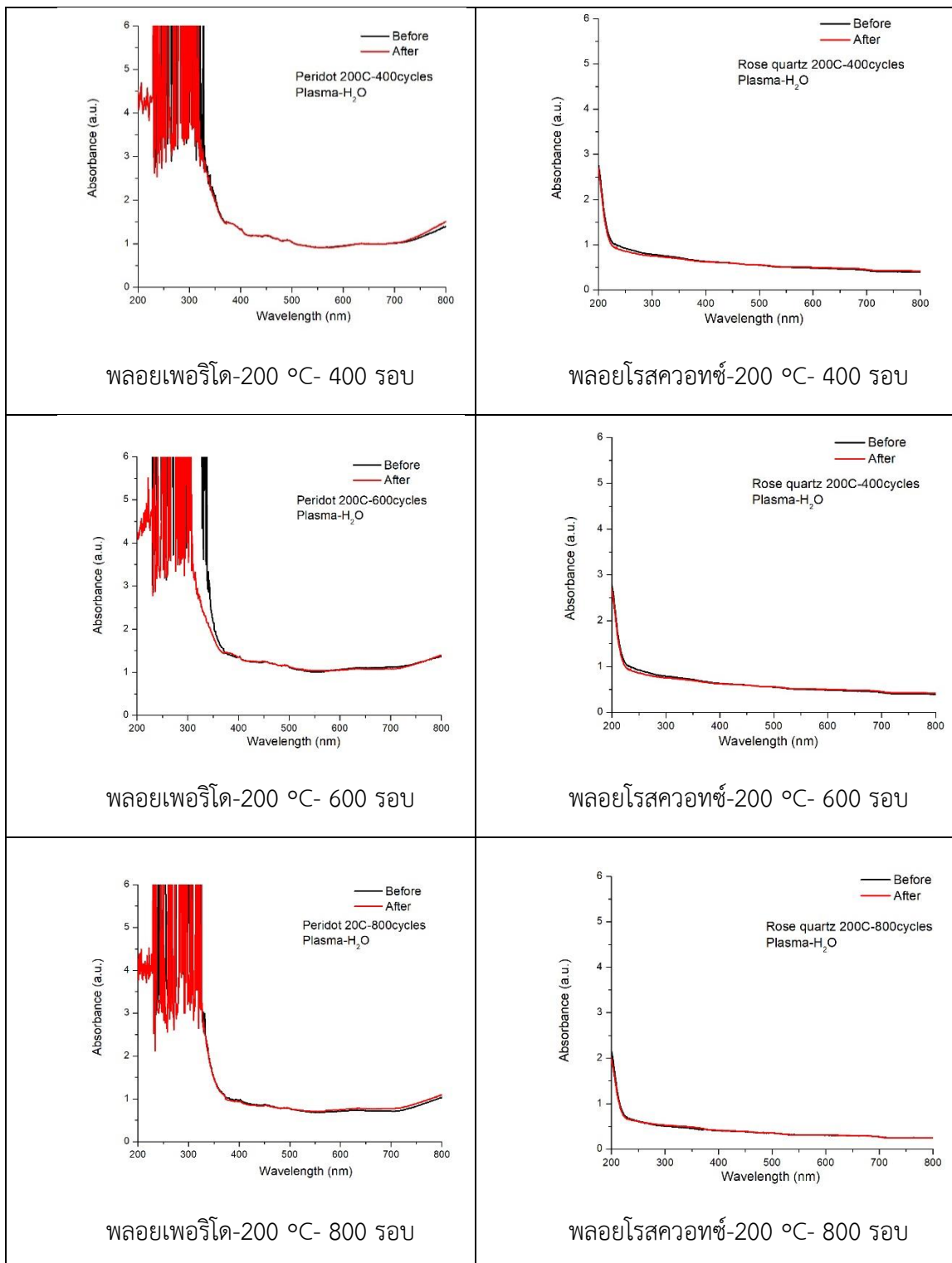
พลาสมาไอออน		Hardness (Hv)	
	Coating conditions	Before	After
Peridot			
	150 °C 400 cycles	870.56	1176.62
	150 °C 600 cycles	839.82	1214.7
	150 °C 800 cycles	915.08	1187.04
	200 °C 400 cycles	873.26	1021.46
	200 °C 600 cycles	861.78	958.58
	200 °C 800 cycles	858.54	1133.82
	300 °C 400 cycles	903.02	1071.7
	300 °C 600 cycles	926.64	1083.82
	300 °C 800 cycles	878.52	1083.98

6 ผลการศึกษาคุณสมบัติทางแสงด้วยวิธีการดูดกลืนคลื่นแสง

ตารางที่ 9 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงชิ้นงานพลอยพลอยโรสควอทซ์และ 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 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงชิ้นงานพลอยพลอยโรสควอทซ์ และ เพอริโด ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมินา ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จำนวนการเคลือบ 400, 600 และ 800 รอบ

