



ใบรับรองวิทยานิพนธ์
บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)

ปริญญา

วิศวกรรมวัสดุ

วิศวกรรมวัสดุ

สาขา

ภาควิชา

เรื่อง การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระบวนการทางความร้อนของ
ฟิล์มโลหะนิกเกิลไทเทเนียม

The Direct Current Electrochemical Codeposition and Heat Treatment of Ni-Ti Films

نامผู้วิจัย นายแสงธรรม ศรีโกมล

ได้พิจารณาเห็นชอบโดย

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(อาจารย์รัชธีร์ เดชไพศาลเจริญกิจ, Ph.D.)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(อาจารย์ยุทธนันท์ บุญยงมณีรัตน์, Ph.D.)

หัวหน้าภาควิชา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์วิศิษฐ์ ไส้เจริญรัตน์, วศ.ม.)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์รับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์กัญญา ชีระกุล, D.Agr.)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่ เดือน พ.ศ.

ลิขสิทธิ์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วิทยานิพนธ์

เรื่อง

การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระบวนการทางความร้อนของฟิล์ม
โลหะนิกเกิลไทเทเนียม

The Direct Current Electrochemical Codeposition and Heat Treatment of Ni-Ti Films

โดย

นายแสงธรรม ศรีโกมล

เสนอ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
เพื่อความสมบูรณ์แห่งปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)

พ.ศ. 2555

ลิขสิทธิ์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

แสงธรรม ศรีโกมล 2555: การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและ
กระบวนการทางความร้อนของฟิล์มโลหะนิกเกิลไทเทเนียม ปริญญาวิศวกรรมศาสตร
มหาบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ) สาขาวิศวกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ อาจารย์ที่
ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: อาจารย์ราชธีร์ เตชไพศาลเจริญกิจ, Ph.D. 101 หน้า

การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงเป็นกระบวนการที่มีต้นทุนต่ำ และไม่
ซับซ้อน งานวิจัยนี้ศึกษาความเป็นไปได้ในการปลูกฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมด้วยเทคนิค
การสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระบวนการทางความร้อน โดยศึกษา
อิทธิพลของขนาดผง -22 และ -45 ไมครอน ที่ความหนาแน่นกระแสในช่วง 100 - 250 มิลลิ
แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร โดยใช้ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 0.1 ถึง 30 กรัมต่อลิตร
และวิเคราะห์สมบัติและลักษณะของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)
เครื่องวิเคราะห์ห่อหุ้มประกอบทางเคมีด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) อุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน
(EDS) และการวิเคราะห์ธาตุโดยการวาวรังสีเอ็กซ์ (XRF) พบว่าฟิล์มที่มีสัดส่วนของไทเทเนียม
สูงสุดประมาณ 40 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ปลูกขึ้นได้ด้วยผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน
ปริมาณ 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งปัจจัย
หลักที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมและลักษณะของฟิล์มคือ ขนาดผงไทเทเนียม และปริมาณ
ผงไทเทเนียมในสารละลาย ในขณะที่อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสมีแนวโน้มที่ไม่ชัดเจน

สำหรับฟิล์มวัสดุประกอบที่มีสัดส่วนของไทเทเนียม 40 เปอร์เซ็นต์โดยอะตอม ซึ่งผ่าน
กระบวนการทางความร้อนที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง พบว่าฟิล์มที่เกิดขึ้น
ประกอบด้วยเฟสของ Ni_3Ti และ NiTi ซึ่งสอดคล้องกับแผนภูมิเฟสของโลหะผสมนิกเกิล
ไทเทเนียม และพบเฟส TiN ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาของไทเทเนียมกับแก๊สไนโตรเจนที่เหลืออยู่
ระหว่างกระบวนการทางความร้อน ส่งผลให้ไทเทเนียมที่ทำปฏิกิริยากับนิกเกิลมีปริมาณลดลง
การเกิดของเฟส NiTi จึงมีสัดส่วนต่ำกว่าที่คาดหมาย อย่างไรก็ตามเฟส NiTi ที่เกิดขึ้นแสดงให้เห็น
ถึงความเป็นไปได้ในการปลูกฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมโดยการสะสมทางไฟฟ้าเคมี
แบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระบวนการทางความร้อน

ลายมือชื่อนิสิต

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

Sangthum Srikomol 2012: The Direct Current Electrochemical Codeposition and Heat Treatment of Ni-Ti Films. Master of Engineering (Materials Engineering), Major Field: Materials Engineering, Department of Materials Engineering. Thesis Advisor: Mr. Ratchatee Techapiesancharoenkij, Ph.D. 101 pages.

The direct current electrochemical codeposition was a cost effective and unsophisticated method. This research studied a possibility of using direct current electrochemical codeposition and heat treatment to produce NiTi films. The effects of Ti particle sizes of -22 and -45 micron, current densities of 100 - 250 mA/cm², and particle concentrations of 0.1 to 30 g/dm³ were investigated. The chemical compositions and morphology were characterized using scanning electron microscope (SEM), x-ray diffraction (XRD), energy dispersive spectroscopy (EDS), and x-ray fluorescence (XRF). The experimental results showed that 40 at. % film could be codeposited at 200 mA/cm² by 8 g/dm³ of -45 micron Ti particles. Notably, particle size as well as particle concentration strongly affected the film's chemical compositions and morphology while the effects of current density were not clearly presented.

The NiTi films containing 40 at. % were heat treated at 1100 °C for 5 hours. The heat-treated film showed Ni₃Ti and NiTi phases, which correspond well with the Ni-Ti phase diagram. Moreover, TiN phase also appeared in the sample, which may be due to the reaction of Ti and retain N₂ in furnace atmosphere. The presented TiN phase might result in a reduction of available Ti to react with Ni; as a result, the NiTi fraction is lower than expected. Noticeably, the presence of NiTi phase showed the feasibility of NiTi film produced by a direct current electrochemical codeposition with subsequent heat treatment.

Student's signature

Thesis Advisor's signature

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อ.ดร.ราชธีร เตชไพศาลเจริญกิจ ประธานกรรมการที่ปรึกษา
วิทยานิพนธ์ และ อ.ดร.ยุทธนันท์ บุญยมณีนรัตน์ กรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้ความรู้
ให้คำปรึกษาในการเรียน การค้นคว้าวิจัย ตลอดจนการตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์จนกระทั่งเสร็จ
สมบูรณ์และสนับสนุนผู้วิจัยทุกๆด้านด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณคณาจารย์และบุคลากรของภาควิชาวิศวกรรมวัสดุทุกท่าน ที่ได้อบรมสั่ง
สอน มอบความรู้อันมีค่ายิ่งในการเรียน การทำงาน การดำเนินชีวิต และสนับสนุนการดำเนิน
โครงการวิจัยนี้ด้วยดีตลอดมา รวมถึงพี่น้องภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและผู้เกี่ยวข้องทุกท่านซึ่งมีอาจ
เอยนามได้อย่างครบถ้วน

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ บุคลากรและพี่น้องในกลุ่มวิจัย ของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่ได้สนับสนุนการดำเนินโครงการวิจัยนี้และคอยให้คำแนะนำ
ด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์สำหรับเงินทุนอุดหนุนเพื่อการ
ตีพิมพ์ผลงานในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ ซึ่งทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดี

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่คอยอบรม ให้โอกาสทางการศึกษา ให้กำลังใจ
รวมถึงพี่ๆทุกคนที่ให้ความเอาใจใส่และห่วงใยผู้วิจัยเสมอมา ซึ่งนำมาสู่ความสำเร็จในวันนี้

แสงธรรม ศรีโกมล

พฤษภาคม 2555

สารบัญ

หน้า

สารบัญ	(1)
สารบัญตาราง	(3)
สารบัญภาพ	(4)
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	(16)
คำนำ	1
วัตถุประสงค์	3
การตรวจเอกสาร	4
อุปกรณ์และวิธีการ	21
อุปกรณ์	21
วิธีการ	22
ผลและวิจารณ์	27
ผล	27
วิจารณ์	45
สรุปและข้อเสนอแนะ	59
สรุป	59
ข้อเสนอแนะ	60
เอกสารและสิ่งอ้างอิง	62
ภาคผนวก	67
ภาคผนวก ก วิธีวัดความหนาชั้นฟิล์ม	68
ภาคผนวก ข วิธีวัดปริมาณรุกรุนและสัดส่วนของเฟส	71
ภาคผนวก ค วิธีคำนวณประสิทธิภาพของนิกเกิล	74
ภาคผนวก ง ภาพถ่ายผลการทดลอง	77

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ประวัติการศึกษาและการทำงาน

101



สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1 สารเคมีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์นิกเกิล	23
2 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา	24
3 สัดส่วนของเฟสจากโปรแกรมวิเคราะห์ภาพ	53
4 ตารางเปรียบเทียบกระบวนการผลิตโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม	56

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
1 การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมของนิกเกิลและ SiC	5
2 กระบวนการทางไฟฟ้าเคมีและลักษณะชิ้นงานที่สามารถผลิตได้	5
3 กลไกที่เกิดขึ้นในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม	7
4 แผนภาพเฟสไดอะแกรมของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม	8
5 อุปกรณ์ถังขยายหลอดเลือดที่ทำจากโลหะจำรูป NiTi	9
6 ผล X-ray photoemission spectra ของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี	12
7 แผนภาพ EMF-pH และพฤติกรรมของผงไทเทเนียมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	13
8 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของชั้นเคลือบ Ni-Ti และ Ni-P-Ti โดยเส้น a และ b แสดงสัดส่วนของไทเทเนียมและนิกเกิลในชั้นเคลือบ Ni-Ti เส้น c และ d แสดงสัดส่วนของไทเทเนียมและนิกเกิลในชั้นเคลือบ Ni-P-Ti	15
9 ผล XRD ของชั้นเคลือบที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ของชั้น (a) Ni-Ti และ (b) Ni-P-Ti	16
10 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแส (a) และปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย (b) ที่มีต่อปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นเคลือบ	17
11 ภาพ SEM ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม (a) ภาพถ่ายด้านบน และ (g) ภาพตัดขวาง	17
12 ภาพ SEM แสดงชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน (a) 950 °C (b) 950+1000 °C และ (c) 500+1000 (2 °C/นาท)	19
13 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วม	24
14 ขั้นตอนของกรรมวิธีทางความร้อน	25
15 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตร ขนาดผงไทเทเนียม -45 ไมครอน	28

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่		หน้า
16	อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm ² ขนาดผงไทเทเนียม -45 ไมครอน	29
17	ผล XRD ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm ² ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตร ขนาดผงไทเทเนียม ขนาด -45 ไมครอน	30
18	อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	31
19	อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม วัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	32
20	อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	33
21	อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม วัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	34
22	ผล XRD ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียม ขนาด -45 ไมครอน (a) และ 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน (b)	35
23	อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	36

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า	
24	อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อความหนาฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	37
25	ลักษณะผิวและภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (a และ g) , 2 กรัมต่อลิตร (b และ h) , 18 กรัมต่อลิตร (c และ i) และผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (d และ j) , 2 กรัมต่อลิตร (e และ k) , 18 กรัมต่อลิตร (f และ l)	38
26	อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	39
27	อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	40
28	อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	41
29	อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของนิกเกิล ในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน	42
30	ผล XRD ของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน ของฟิล์มที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน (a) และปริมาณ 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน (b)	43

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
31 ภาพตัดขวางก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนของฟิล์มวัสดุประกอบ นิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² และปริมาณผง ไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ซึ่งมีปริมาณผง ไทเทเนียมในฟิล์ม 40 at. % (a และ b) และ ฟิล์มที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² และปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอนซึ่งมีปริมาณผงไทเทเนียมในฟิล์ม 20 at. % (c และ d)	44
32 แสดงแบบจำลองเปรียบเทียบการสะสมทางไฟฟ้าแบบรวมในกรณี ปริมาณผง ไทเทเนียมในสารละลายต่ำ (a) และ ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายสูง (b)	47
33 ภาพถ่ายพื้นผิวของฟิล์ม Ni-Ti แสดงให้เห็นการยึดเกาะของนิกเกิลบนผงไทเทเนียม ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² ด้วยปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 2 กรัมต่อลิตร ของผงขนาด -45 (a) และ -22 (b) ไมครอน	49
34 กลไกการโตของฟิล์มในระหว่างขั้นตอนการสะสมทางไฟฟ้าแบบรวม : (a) การโต ของฟิล์มอย่างสม่ำเสมอในช่วงแรก, (b) การสะสมของผงอย่างต่อเนื่องซึ่งเกิดบนชั้น ฟิล์มที่เกิดในช่วงแรก (c) ฟิล์มหนาที่มีช่วงว่างกระจายอยู่ภายใน	50
35 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการไฟฟ้าเคมี	51
36 แผนภาพเฟสของนิกเกิลไทเทเนียม	55

ภาพผนวกที่

ก1 วิธีการ Calibrate ระยะทางในภาพจากโปรแกรม ImageJ	69
ก2 วิธีวัดความหนาชั้นฟิล์มและค่าที่ได้จากการวัด	70
ข1 บริเวณที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณรูพรุนหรือสัดส่วนเฟสที่ได้จากการตัดภาพ	72
ข2 การปรับความเข้มของสีรูพรุนและเนื้อฟิล์มเพื่อใช้วิเคราะห์ปริมาณรูพรุน	73
ข3 สัดส่วนของรูพรุนหรือเฟสที่ได้จากการวิเคราะห์	73

สารบัญภาพ (ต่อ)

[illegible]

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง9 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	80
ง10 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	81
ง11 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	81
ง12 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 250 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	81
ง13 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร	82
ง14 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร	82
ง15 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร	82
ง16 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 6 กรัมต่อลิตร	83

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง17 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร	83
ง18 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร	83
ง19 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร	84
ง20 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 30 กรัมต่อลิตร	84
ง21 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	84
ง22 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	85
ง23 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	85
ง24 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 250 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	85

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง25 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	86
ง26 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	86
ง27 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	87
ง28 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	87
ง29 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	88
ง30 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	88

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง31 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	89
ง32 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	89
ง33 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	90
ง34 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	90
ง35 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	91
ง36 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	91

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง37 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	92
ง38 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	92
ง39 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	93
ง40 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน	93
ง41 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	94
ง42 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	94
ง43 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	94

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง44 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดง ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	95
ง45 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดง ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	95
ง46 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดง ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	95
ง47 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดง ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 250 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน	96
ง48 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (a), 0.6 กรัมต่อลิตร (b), 2 กรัมต่อลิตร (c), 6 กรัมต่อลิตร (d), 8 กรัมต่อลิตร (e), 10 กรัมต่อลิตร (f), 18 กรัมต่อลิตร (g) และ 30 กรัมต่อลิตร (h)	97
ง49 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (a), 0.6 กรัมต่อลิตร (b), 6 กรัมต่อลิตร (c), 8 กรัมต่อลิตร (d), 10 กรัมต่อลิตร (e), 18 กรัมต่อลิตร (f) และ 30 กรัมต่อลิตร (g)	98
ง50 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 1100°C	99

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่	หน้า
ง51 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 1100 °C	99
ง52 การวิเคราะห์สัดส่วนของเฟสด้วยโปรแกรม ImageJ ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 1100 °C	100
ง53 การวิเคราะห์สัดส่วนของเฟสด้วยโปรแกรม ImageJ ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm ² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 1100 °C	100

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

μm	=	Micrometer
$^{\circ}\text{C}$	=	Degree Celsius
SEM	=	Scanning Electron Microscope
XRD	=	X-Ray Diffractometer
EDS	=	Energy Dispersive Spectroscopy
XRF	=	X-ray Fluorescence Spectrometer
SiC	=	Silicon Carbide
TiN	=	Titanium Nitride
MEMs	=	Microelectromechanical Systems
ITO	=	Indium Tin Oxide
NiTi	=	Nickel Titanium
PVD	=	Physical Vapor Deposition
at. %	=	Atomic Percent

การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมด้วยไฟฟ้ากระแสตรงและกระบวนการ ทางความร้อนของฟิล์มโลหะนิกเกิลไทเทเนียม

The Direct Current Electrochemical Codeposition and Heat Treatment of Ni-Ti Films

คำนำ

การชุบเคลือบด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี (Electrodeposition) เป็นเทคนิคที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นกระบวนการที่ไม่ซับซ้อน มีต้นทุนการผลิตต่ำ สามารถดำเนินการได้ในบรรยากาศปกติ และผลิตชิ้นงานขนาดใหญ่หรือมีรูปร่างซับซ้อนได้ นอกจากนี้ยังสามารถใช้กับวัสดุหลากหลายประเภท เช่น นิกเกิล เหล็ก และทองแดง เป็นต้น โดยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมียังสามารถใช้ผลิตชั้นเคลือบที่เป็นวัสดุประกอบ (Composite Coating) เช่น ชั้นเคลือบนิกเกิลที่มีผงอะลูมิเนียม (Susan *et al.*, 1997) ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sohrabi *et al.*, 2010) หรือผงอะลูมินา (Borkar and Harimkar, 2011) กระจายตัวอยู่ภายใน โดยเรียกเทคนิคนี้ว่า การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม (Codeposition) ซึ่งทำให้ได้ชั้นเคลือบที่มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้กระบวนการทางความร้อนภายใต้บรรยากาศที่เหมาะสม เพื่อทำให้เกิดสารประกอบเชิงโลหะที่ต้องการเช่น Ni_3Al (Liu and Chen, 2005) และ TiN (Serek and Budniok, 2003) ได้

NiTi เป็นโลหะจำรูป (Shape Memory Alloy) ที่มีองค์ประกอบทางเคมีในช่วง 49-52 at. % ของไทเทเนียมซึ่งสามารถเสียรูปด้วยแรงกระทำทางกล และกลับสู่รูปร่างเดิมได้โดยการเปลี่ยนอุณหภูมิในช่วงที่เหมาะสม ทำให้สารประกอบเชิงโลหะชนิดนี้มีความสำคัญอย่างมากในเชิงวิศวกรรม และมีการใช้งานที่หลากหลาย เช่น เป็นอุปกรณ์ทางการแพทย์ หรือเป็นส่วนประกอบในรถยนต์ รวมถึงยังประยุกต์ใช้เป็นแผ่นฟิล์มในระบบไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ได้อีกด้วย อย่างไรก็ตาม กระบวนการ Sputtering Deposition ซึ่งใช้ผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมในปัจจุบันยังมีต้นทุนสูง เนื่องจากต้องให้พลังงานกับนิกเกิลและไทเทเนียมในการบอมบาร์ดอะตอม รวมถึงต้องปลูกฟิล์มภายใต้สภาวะสุญญากาศ นอกจากนี้ยังมีปัญหาหลายประการ เช่น ใช้ระยะเวลาในการผลิตนาน ชิ้นงานที่ได้มีขนาดเล็ก และมีความซับซ้อนในการควบคุมกระบวนการผลิตสูง ทำให้มีความพยายามศึกษาและพัฒนากระบวนการผลิตต่างๆ เพื่อช่วยลดปัญหาที่เกิดขึ้น อย่างไรก็ตาม

งานวิจัยเกี่ยวกับการใช้เทคนิคทางไฟฟ้าเคมีในการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมนั้นยังมีอยู่น้อยมาก

งานวิจัยนี้จึงศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม ด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมและกระบวนการทางความร้อน โดยสนใจอิทธิพลของเงื่อนไขกระบวนการผลิตได้แก่ ความหนาแน่นกระแส ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย และขนาดผงไทเทเนียม ที่ส่งผลกระทบต่อประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม รวมถึงผลกระทบของกระบวนการทางความร้อนที่มีต่อการเกิดเฟสโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมเพื่อใช้เป็นพื้นฐานในการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมต่อไป



วัตถุประสงค์

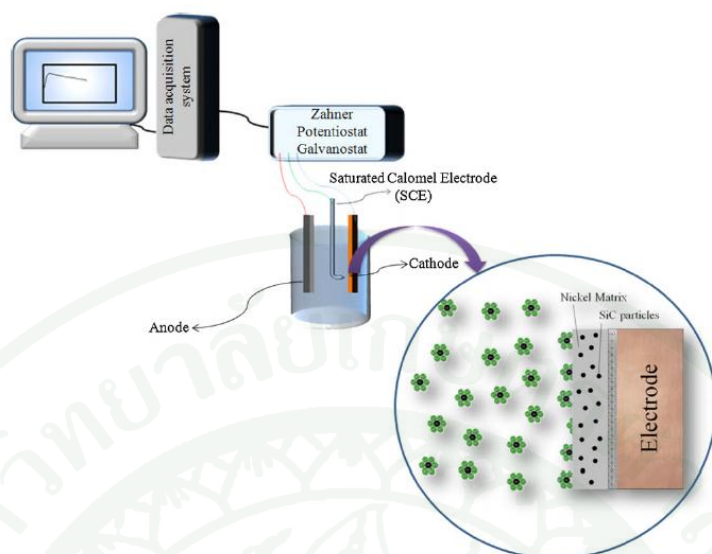
งานวิจัยนี้จึงศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม ด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมและกระบวนการทางความร้อน โดยมีมุ่งสนใจเงื่อนไขกระบวนการปลูกชั้นฟิล์ม โดยมีขอบเขตงานวิจัยดังนี้

1. ศึกษาอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ใช้ในการปลูกฟิล์มที่ส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม
2. ศึกษาอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย ที่ใช้ในการปลูกฟิล์มที่ส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม
3. ศึกษาอิทธิพลของขนาดผงไทเทเนียมในสารละลาย ที่ใช้ในการปลูกฟิล์มที่ส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม
4. ศึกษาอิทธิพลของกระบวนการทางความร้อนที่ส่งผลต่อการเกิดเฟสโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

การตรวจเอกสาร

1. การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม

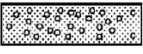
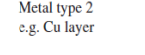
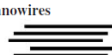
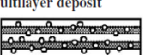
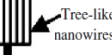
การชุบเคลือบด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี (Electrodeposition) เป็นกระบวนการที่ไม่ซับซ้อน มีต้นทุนการผลิตต่ำ สามารถดำเนินการได้ในบรรยากาศและอุณหภูมิปกติ และผลิตชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่หรือมีรูปร่างซับซ้อนได้ นอกจากนี้ยังสามารถใช้กับโลหะหลากหลายประเภท เช่น นิกเกิล เหล็ก และทองแดง โครเมียม เป็นต้น ทำให้ในปัจจุบันมีการใช้งานกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีในเชิงอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย โดยสามารถใช้ชุบเคลือบผิวให้มีความสวยงาม หรือเพิ่มสมบัติของผิววัสดุให้ดีขึ้น นอกจากนี้ยังมีการใช้งานในการขึ้นรูปวัสดุในระดับไมครอนได้อีกด้วย ทำให้กระบวนการทางไฟฟ้าเคมีมีความน่าสนใจในการศึกษาต่อยอดและพัฒนาเป็นอย่างมาก โดยมีงานวิจัยทางด้านเทคโนโลยีทางไฟฟ้าเคมีเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ซึ่งกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีนอกจากสามารถชุบเคลือบผิววัสดุด้วยโลหะบริสุทธิ์หรือผสมได้แล้ว ยังสามารถใช้ผลิตชั้นเคลือบที่เป็นวัสดุประกอบ (Composite Coating) ซึ่งมีเนื้อพื้นเป็น โลหะและมีการกระจายตัวของผงอนุภาคชนิดต่างๆได้อีกด้วย เช่น ชั้นเคลือบนิกเกิลที่มีผงอะลูมิเนียม (Susan *et al.*, 1997) ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ (Sohrabi *et al.*, 2010) หรือผงอะลูมินา (Borkar and Harimkar, 2011) กระจายตัวอยู่ใน ดังแสดงในภาพที่ 1



ภาพที่ 1 การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมของนิกเกิลและ SiC

ที่มา: Sohrabi *et al.* (2010)

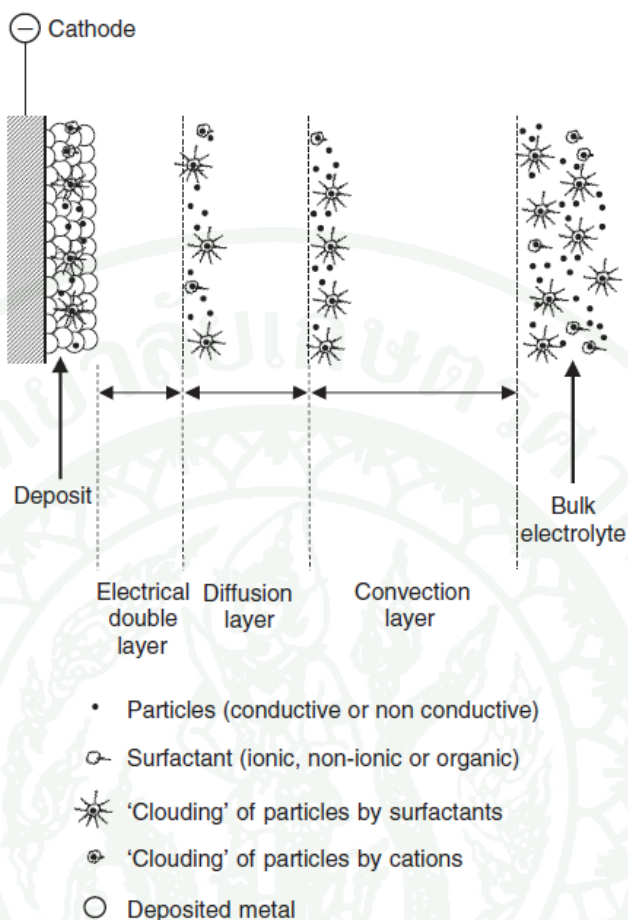
โดยเรียกเทคนิคนี้ว่า การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม (Codeposition) ซึ่งทำให้ได้ชั้นเคลือบที่มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น โดยจะเห็นได้ว่าอนุภาคที่กระจายตัวเพื่อเพิ่มสมบัติทางกลของวัสดุนั้นสามารถเป็นวัสดุที่หลากหลาย และทำให้เกิดชั้นเคลือบที่มีสมบัติแตกต่างกัน รวมถึงสามารถผลิตรูปร่างขึ้นงานได้หลากหลาย ดังแสดงในภาพที่ 2

Various types of nanostructured materials which may be produced by electrodeposition techniques				
Methods of electrodeposition	Types of nanostructure materials			
	Nanoparticles in a metal deposit	Nanomultilayers	Nanotubes/nanowires	Nanocrystalline materials
Direct current (DC)	Single metal deposit 	Metal type 1 e.g. Ni layer 	Nanotubes 	Single metal 
Pulsed direct current (PDC)	Alloy deposit 	Metal type 2 e.g. Cu layer 	Nanowires 	Alloy 
Pulsed reverse current (PRC)	Multilayer deposit 		Tree-like nanowires 	
Potentiostatic (P)				
Pulsed potentiostatic (PP)				

ภาพที่ 2 กระบวนการทางไฟฟ้าเคมีและลักษณะขึ้นงานที่สามารถผลิตได้

ที่มา: Low *et al.* (2006)

การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม (Low *et al.*, 2006) ถูกพัฒนาขึ้นในปี ค.ศ. 1950 โดยถูกใช้งานเพื่อพัฒนาสมบัติของชั้นเคลือบให้ดีขึ้น โดยเติมอนุภาคของแข็งลงในสารละลายที่ทำการปลูกชั้นเคลือบเพื่อให้อนุภาสดังกล่าวกระจายตัวภายในเนื้อพื้นโลหะ ทำให้ได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น ซึ่งการพัฒนาการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวมต่อมาทำให้ทราบว่า ชั้นเคลือบที่ได้้นอกจากมีสมบัติทางกลที่ดีขึ้นแล้ว ยังมีสมบัติความต้านทานการกัดกร่อน สมบัติทางความร้อน และสมบัติอื่นๆดีขึ้นเมื่อเทียบกับกระบวนการสะสมทางไฟฟ้าแบบทั่วไป ทำให้เกิดการศึกษาวิจัยเพื่อคิดค้นวัสดุใหม่ๆและพยายามอธิบายกลไกที่เกิดขึ้นในกระบวนการอย่างต่อเนื่อง ซึ่งหนึ่งในทฤษฎีที่เป็นที่ยอมรับคือ ทฤษฎีของ Guglielmi โดยอธิบายขั้นตอนการเกิดที่สำคัญไว้ 5 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 : การก่อตัวของกลุ่มหมอกไอออนิกรอบอนุภาคของไทเทเนียมซึ่งแขวนลอยภายในสารละลาย ขั้นตอนที่ 2 : การพัดพาของอนุภาคซึ่งถูกล้อมรอบด้วยหมอกไอออนิกสู่ขั้วแคโทด ขั้นตอนที่ 3 : การแพร่ของอนุภาคซึ่งถูกล้อมรอบด้วยหมอกไอออนิกผ่าน Hydrodynamic Boundary Layers และเคลื่อนเข้าหาขั้วแคโทด ขั้นตอนที่ 4 : การแพร่เนื่องจากแรง Electrophoretic ผ่านชั้น Electrical Double Layers และขั้นตอนที่ 5 : การยึดเกาะของอนุภาคกับชั้นแคโทดและการสร้างชั้นนิกเกิลซึ่งช่วยยึดอนุภาคไว้กับขั้วแคโทด ดังแสดงในภาพที่ 3



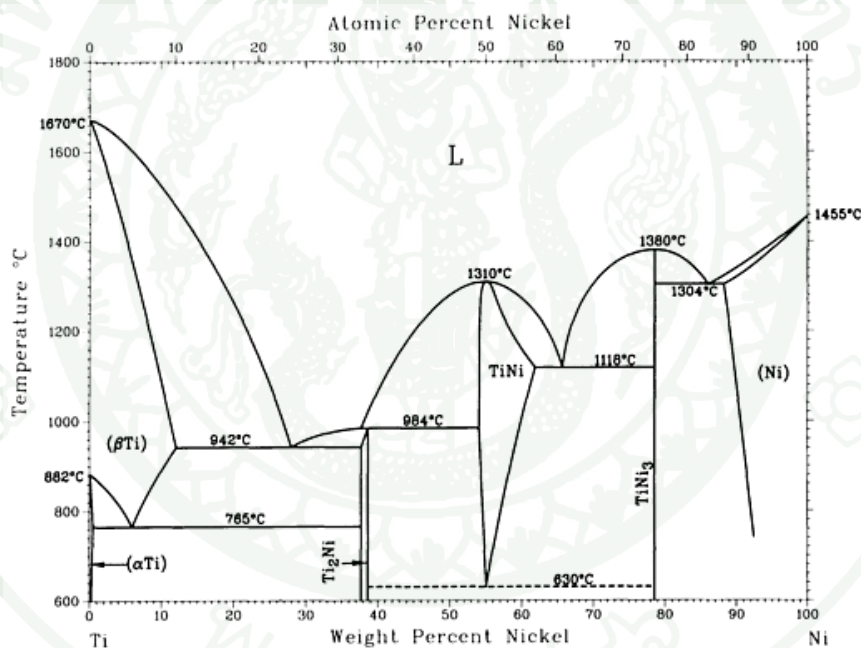
ภาพที่ 3 กลไกที่เกิดขึ้นในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม

ที่มา: Low *et al.* (2006)

นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยต่างๆ ซึ่งทดลองศึกษาการใช้กระบวนการทางความร้อนภายใต้บรรยากาศที่เหมาะสม เพื่อทำให้เกิดสารประกอบเชิงโลหะที่ต้องการเช่น Ni_3Al (Liu and Chen, 2005) และ TiN (Serek and Budniok, 2003) ได้ ซึ่งทำให้ได้วัสดุที่มีสมบัติที่แตกต่างกันและเหมาะสมต่อการใช้งานอย่างหลากหลาย จึงเห็นได้ว่าการใช้กระบวนการชุบเคลือบทางไฟฟ้าเคมีร่วมกับกระบวนการทางความร้อนที่เหมาะสมนั้น อาจสามารถใช้ในการผลิตสารประกอบเชิงโลหะที่หลากหลาย ซึ่งหนึ่งในสารประกอบเชิงโลหะที่อาจเกิดขึ้นได้จากกระบวนการผลิตดังกล่าวคือ เฟสของ NiTi

2. โลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

NiTi เป็นเฟสของสารประกอบเชิงโลหะที่เกิดขึ้นในระบบของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่มีองค์ประกอบทางเคมีในช่วง 49-52 at. % ดังแสดงในภาพที่ 4 ซึ่งเป็นเฟสที่มีสมบัติจำรูปและสามารถใช้เป็นวัสดุจำรูป (Shape Memory Alloys) ซึ่งวัสดุวิศวกรรมที่ได้รับความสนใจทั้งในเชิงงานวิจัยและมีการใช้งานหลากหลายประเภท เนื่องจากสมบัติที่โดดเด่นในการถูกเปลี่ยนรูปและสามารถคืนรูปได้เมื่อให้ความร้อนถึงอุณหภูมิที่เหมาะสม (Shape Memory Effect) หรือสามารถคืนรูปได้โดยการคลายตัวเมื่อปล่อยแรงที่มากระทำ คือสมบัติความยืดหยุ่นได้เหมือนยาง (Super-Elasticity)



ภาพที่ 4 แผนภาพเฟสไดอะแกรมของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

ที่มา: Whitney *et al.* (2009)

โลหะจำรูปพบได้ในโลหะผสมหลากหลายชนิด แต่ที่นิยมใช้ในภาคอุตสาหกรรมและใช้ทั่วไปในท้องตลาดคือ นิกเกิลไทเทเนียมและมีการใช้งานโลหะผสมชนิดนี้ในเชิงพาณิชย์อย่างหลากหลายเช่น ชิ้นส่วนรถยนต์ (Automotive Parts) กลุ่มผลิตภัณฑ์ทั่วไป (Consumer Product) และกลุ่มเครื่องมือทางการแพทย์ เช่น ลวดดัดฟัน อุปกรณ์ป้องกันการอุดตันและขยายหลอดเลือด

(Stent) ดังแสดงในภาพที่ 5 รวมถึงอุปกรณ์เครื่องมือสำหรับการผ่าตัด (Bellouard, 2008) อย่างไรก็ตามในปัจจุบันนั้นการผลิตแผ่นฟิล์มบางโลหะจำรูป NiTi เพื่อใช้เป็นแผ่นฟิล์มในระบบ Micro Electro Mechanic System (MEMS) (Winzek *et al.*, 2004) นิยมใช้กระบวนการใช้กระบวนการ Sputtering Depositon ซึ่งจัดเป็นกระบวนการที่มีต้นทุนสูง เนื่องจากต้องทำภายใต้สุญญากาศต้องใช้พลังงานสูงในการบอมบาร์ดอะตอมและมีข้อจำกัดด้านรูปร่างชิ้นงาน รวมถึงมีความอ่อนไหวต่อตัวแปรในการผลิตที่หลากหลาย (Fu *et al.*, 2004)



ภาพที่ 5 อุปกรณ์ต่างขยายหลอดเลือดที่ทำจากโลหะจำรูป NiTi

ที่มา: Biesiekierski *et al.* (2012)

3. กระบวนการผลิตโลหะผสมนิเกิลไทเทเนียม

ปัจจุบันกระบวนการผลิตโลหะผสมนิเกิลไทเทเนียมมีการพัฒนาและวิจัยอย่างแพร่หลาย โดยสามารถแบ่งเป็นกระบวนการหลักได้ดังนี้ (Biesiekierski *et al.*, 2012)

กระบวนการผลิตแบบดั้งเดิม เป็นกระบวนการผลิตที่ง่ายที่สุดคือการทำให้โลหะผสมที่มีส่วนผสมทางเคมีที่ต้องการมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งอาจทำได้โดยหลอมวัตถุดิบตั้งต้นอย่างสมบูรณ์ ซึ่งสามารถนำโลหะหลอมเหลวเหล่านั้นไปขึ้นรูปให้มีรูปแบบที่ต้องการหรือทำให้เป็นก้อน เพื่อนำแท่งโลหะเหล่านั้นไปตัดแต่งขึ้นรูปต่อในภาพหลัง อย่างไรก็ตามกระบวนการขึ้น

รูปแบบนี้ยังคงมีปัญหา ซึ่งหนึ่งในประเด็นสำคัญคือจุดหลอมเหลวที่สูงของโลหะตั้งต้น เช่น ไทเทเนียมมีจุดหลอมเหลวที่ $1668\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งค่าใช้จ่ายในการทำให้โลหะเหล่านี้เกิดการหลอมเหลวอย่างสมบูรณ์มีค่าสูง นอกจากนี้ยังมีข้อจำกัดในการขึ้นรูปโลหะบางประการเช่น ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา (Reactivity) ของไทเทเนียมที่อุณหภูมิสูง ค่าการนำความร้อนที่ต่ำ รวมถึงค่าโมดูลัสของไทเทเนียมที่ต่ำ ซึ่งทำให้การตัดแต่งขึ้นรูปของโลหะผสมไทเทเนียมหลายเกรดมีความยุ่งยากกว่าการขึ้นรูปเหล็กกล้าทั่วไป จึงมีความพยายามในการพัฒนากระบวนการขึ้นรูปให้ได้ชิ้นงานที่มีขนาดใกล้เคียงของจริงมากที่สุด (Near Net Shape Method) โดยพยายามลดการปรับแต่งชิ้นงานในการกระบวนการผลิตให้น้อยลงและพบว่ามิงงานวิจัยด้านการหล่อที่ทำสำเร็จ แต่ยังมีปัญหาและความยุ่งยากจากความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของโลหะผสมในระหว่างกระบวนการหล่อ นอกจากนี้กระบวนการเหล่านี้ยังไม่เหมาะสมสำหรับกระบวนการผลิตโลหะที่มีรูพรุน ซึ่งมีข้อจำกัดจากอุณหภูมิในการผลิตที่สูงและความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของไทเทเนียมหลอมเหลว

กระบวนการขึ้นรูปโลหะแบบผง เป็นอีกหนึ่งกระบวนการที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลาย ซึ่งมีข้อได้เปรียบเหนือกระบวนการผลิตแบบดั้งเดิมอยู่หลายประการ หนึ่งในประเด็นสำคัญที่สุดเหนือกระบวนการหล่อ คือกระบวนการขึ้นรูปโลหะแบบผงเป็นกระบวนการที่สามารถผลิตชิ้นงานที่มีขนาดใกล้เคียงผลิตภัณฑ์สุดท้าย ซึ่งช่วยลดกระบวนการตัดแต่งครั้งสุดท้ายลงได้ โดยส่วนใหญ่กระบวนการขึ้นรูปโลหะแบบผงสามารถแบ่งออกได้สองประเภทคือ ขั้นตอนการผสมวัตถุดิบตั้งต้น ซึ่งใช้ผงของโลหะบริสุทธิ์ชนิดต่างๆ หรือผงโลหะผสมสำเร็จ และขั้นตอนการอัดขึ้นรูป ซึ่งสามารถใช้แรงทางกล ใช้ความดันจากของเหลวหรือแก๊สเพื่ออัดผงให้อยู่ในรูปร่างชิ้นงานที่ต้องการ ซึ่งชิ้นงานที่ถูกอัดขึ้นรูปจะถูกนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนภายใต้สุญญากาศเพื่อให้ได้ชิ้นงานสุดท้ายซึ่งโดยทั่วไปมีความหนาแน่นประมาณ 95-99% ของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยกระบวนการหล่อ ซึ่งกระบวนการขึ้นรูปแบบผงนี้เป็นกระบวนการที่มีต้นทุนต่ำ มีความเรียบง่าย และมีข้อดีหลายประการ เนื่องจากอุณหภูมิในกระบวนการทางความร้อนซึ่งต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของของต่างๆ ตัวอย่างของการขึ้นรูปโลหะผสม TiTaSn ซึ่งใช้อุณหภูมิของกระบวนการทางความร้อนที่ 1200°C ซึ่งต่ำกว่าครึ่งหนึ่งของจุดหลอมเหลวของ Ta (Li *et al.*, 2009)

ข้อดีอีกประการหนึ่งของกระบวนการขึ้นรูปเชิงผงซึ่งมีความสำคัญอย่างมากคือความสามารถในการผลิตชิ้นงานที่มีรูพรุนสูงได้ โดยการควบคุมความหนาแน่นหรือรูพรุนของชิ้นงานสามารถทำได้โดยการควบคุมลักษณะของผงและการอัดตัว หรืออาจใช้สารเติมแต่งเพื่อให้

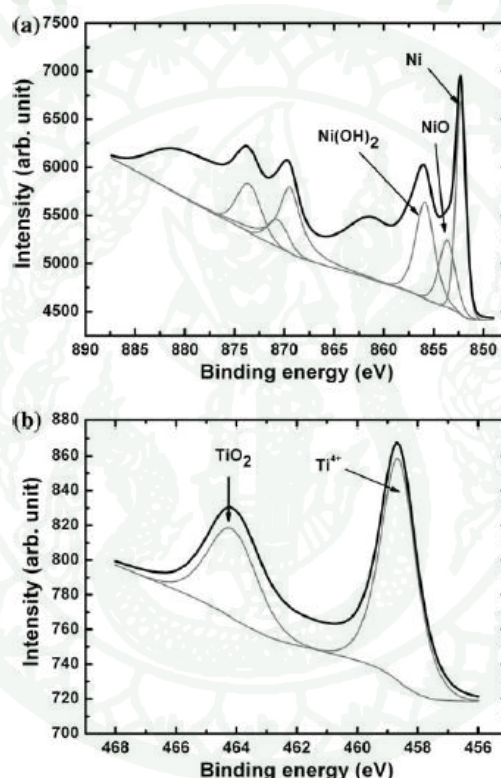
เกิดรูปขึ้นภายในชิ้นงาน โดยสามารถผลิตชิ้นงานที่มีรูปพรุนมากกว่า 70 % (Li *et al.*, 2009) อย่างไรก็ตาม การอัดตัวของชิ้นงานที่ดำในระหว่างกระบวนการผลิตอาจส่งผลให้การเชื่อมติดกันที่ไม่ดีระหว่างผงโลหะ และส่งผลให้ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนมีสมบัติทางกลต่ำได้

กระบวนการ Physical Vapor Deposition (PVD) แบบ Sputter Deposition เป็นเทคนิคที่มีความแม่นยำและคุณภาพสูง เหมาะสำหรับการใช้ในการผลิตฟิล์มบางเพื่อใช้ในระบบอิเล็กทรอนิกส์ อย่างไรก็ตาม PVD เป็นกระบวนการผลิตที่มีต้นทุนการผลิตสูง เนื่องจากจำเป็นต้องทำการปลูกแผ่นฟิล์มในระบบสุญญากาศ มีข้อจำกัดทางด้านรูปร่างของฐานหรือ Substrate ต้องใช้พลังงานในการให้ความร้อนกับ Target ที่เป็นนิเกิลและไทเทเนียมสูง และยังเป็นกระบวนการที่มีตัวแปรที่จะต้องควบคุมเป็นจำนวนมากด้วย ไม่ว่าจะเป็นกำลังไฟฟ้าในการบอมบาร์ดให้อนุภาคของนิเกิลและไทเทเนียมออกจาก Target, ระยะห่างระหว่าง Substrate และ Target หรือแม้แต่อุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกแผ่นฟิล์ม ซึ่งผลจากตัวแปรดังกล่าวทำให้การผลิตด้วยกระบวนการ Sputter Deposition ใช้ระยะเวลานาน และผลิตแผ่นฟิล์มได้ในพื้นที่และขนาดที่จำกัดอีกด้วย จึงมีแนวคิดที่จะค้นคว้าและปรับปรุงเทคนิคการผลิตแผ่นฟิล์ม NiTi ด้วยเทคนิคอื่นๆ เพื่อแก้ไขข้อเสียของกระบวนการ Sputter Deposition จากการตรวจสอบพบว่า มีเทคนิคใหม่เกิดขึ้นหลากหลายวิธี เช่น Ion Beam Deposition (Castro *et al.*, 2008), Plasma Ion Implantation (Tan and Crone, 2002) แต่ก็ยังคงพบปัญหาเรื่องอัตราในการผลิตที่ช้า และปัญหาเรื่องต้นทุนในการผลิตที่ยังคงสูงอยู่

กระบวนการทางไฟฟ้าเคมีเป็นกระบวนการที่น่าสนใจเนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีต้นทุนต่ำ สามารถผลิตได้อย่างรวดเร็ว ทำได้ง่ายภายใต้ความดันบรรยากาศปกติ และไม่มีข้อจำกัดเรื่องรูปร่างของ Substrate ทำให้สามารถปลูกฟิล์มที่มีรูปร่างซับซ้อนได้แทนที่จะปลูกเป็นเพียงแผ่นฟิล์มธรรมดา โดยหลักการการปลูกฟิล์มด้วยไฟฟ้าเคมีนั้นอาศัยการเกาะของอนุภาครอบ Substrate หรือเรียกว่าขั้วแคโทด จึงทำให้สามารถปรับเปลี่ยนรูปร่างของขั้วแคโทดตามที่ต้องการได้ ทำให้มีงานวิจัยเพื่อพยายามประยุกต์ใช้เพื่อผลิตฟิล์มโลหะผสมนิเกิลไทเทเนียม แต่วิธีการนี้กลับมีความยุ่งยาก เนื่องจากไทเทเนียมไอออนประกอบไปด้วยเลขออกซิเดชันได้หลากหลายรูปแบบ ได้แก่ Ti(II) Ti(III) และ Ti(IV) (Mukhopadhyay *et al.*, 2005) จึงทำให้มีสารเจือปนผสมอยู่มาก ด้วยสาเหตุนี้ทำให้มีการศึกษาการปลูกแผ่นฟิล์ม NiTi ด้วยวิธีนี้มีอยู่น้อยมาก

Lee *et al.* (2009) ได้ศึกษาและพัฒนาการปลูกฟิล์ม NiTi บน Substrate ที่ทำจาก Indium-Tin-Oxide (ITO) Coated Glass ด้วยวิธีการทางไฟฟ้าเคมี โดยศึกษาถึงผลกระทบของความเข้มข้น

ของไทเทเนียมไอออนในสารละลายที่มีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของไทเทเนียมใน NiTi พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของไทเทเนียมไอออนในสารละลายตั้งแต่ 0.05 M ถึง 0.30 M ส่งผลให้แผ่นฟิล์ม NiTi มีองค์ประกอบทางเคมีของไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 7 ไปจนถึงร้อยละ 27 โดยอะตอม ซึ่งมีแนวโน้มที่ดี อย่างไรก็ตามจากการตรวจสอบแผ่น NiTi ที่ได้ด้วยเทคนิค X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) พบว่าชั้นฟิล์มยังประกอบไปด้วยสิ่งเจือปนจำพวกนิกเกิลไฮดรอกไซด์ นิกเกิลออกไซด์ และไทเทเนียมออกไซด์ดังแสดงในภาพที่ 6

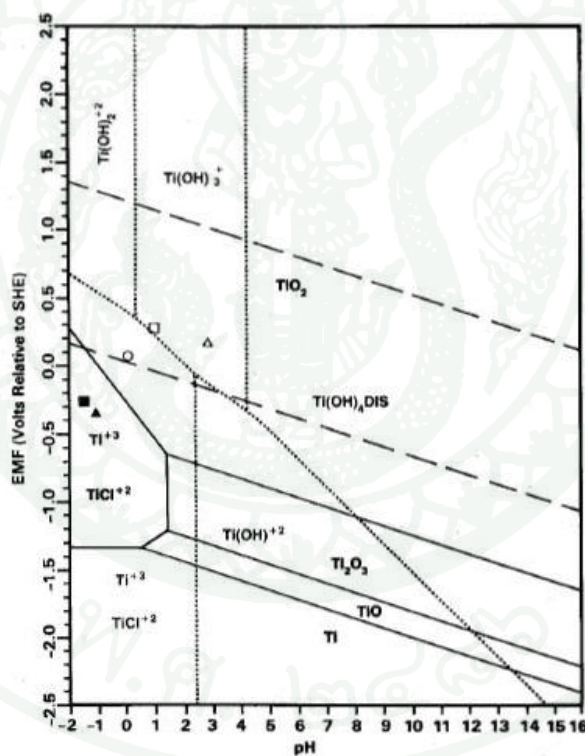


ภาพที่ 6 ผล X-ray photoemission spectra ของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วย กระบวนการไฟฟ้าเคมี

ที่มา: Lee *et al.* (2009)

4. การปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม

จากข้อจำกัดของกระบวนการผลิตต่างๆดังที่กล่าวไว้ข้างต้นทำให้เทคนิคที่มีความน่าสนใจสำหรับการประยุกต์ใช้เพื่อผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมคือ การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม เนื่องจากผงไทเทเนียมมีความเสถียรและสามารถทนสภาวะกรดบางประเภทได้เป็นอย่างดี โดย Silverman (1986) ได้อธิบายแผนภาพ EMF-pH และพฤติกรรมของผงไทเทเนียมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ดังแสดงในภาพที่ 7 ว่าในช่วงค่า pH 3.5 นั้น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซึ่งเป็นฟิล์มออกไซด์ตามธรรมชาติของไทเทเนียมที่มีความเสถียร ทำให้อัตราการกัดกร่อนของไทเทเนียมมีค่าเป็น 0 mil/year



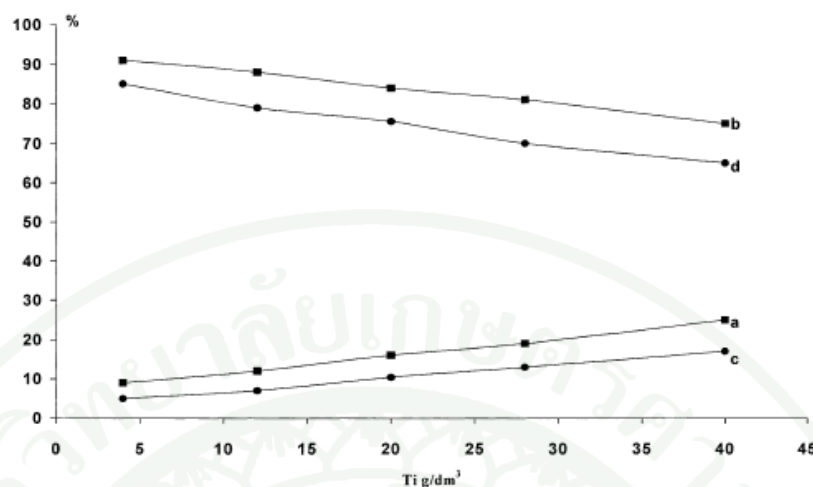
ภาพที่ 7 แผนภาพ EMF-pH และพฤติกรรมของผงไทเทเนียมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

ที่มา: Silverman (1986)

นอกจากนี้งานวิจัยด้านพฤติกรรมของไทเทเนียมในสารละลายกรดซัลฟิวริก (Krysa *et al.*, 1997; Andijani *et al.*, 2000) ยังแสดงให้เห็นว่าผงไทเทเนียมมีความเสถียรที่ pH 3.5 โดยพบว่าที่

อุณหภูมิ 50 °C อัตราการกัดกร่อนของไทเทเนียมยังคงเป็น 0 mil/year ซึ่งออกไซด์ของไทเทเนียมทำให้เกิดความต้านทานการกัดกร่อนและความเสถียรของอนุภาคนั้นโดยปกติมีความหนาในระดับอังสตรอม (10^{-10}) เท่านั้น ซึ่งเป็นสัดส่วนที่น้อยมากเมื่อเทียบกับสัดส่วนของโลหะไทเทเนียมสำหรับอนุภาคระดับไมครอน (10^{-6}) จากข้อมูลด้านความเสถียรของอนุภาคไทเทเนียมในสารละลายทำให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการสะสมทางไฟฟ้าแบบรวม ซึ่งใช้การปลุกชั้นเคลือบนิเกิลด้วยไฟฟ้าเคมีร่วมกับผงไทเทเนียมบริสุทธิ์ที่กระจายตัวอยู่ในสารละลายนิเกิลไอออน เพื่อให้เกิดการเคลือบของนิเกิลไปพร้อมกับการยึดติดของผงไทเทเนียมบน Substrate หรือขั้วแคโทด เพื่อให้ได้แผ่นฟิล์มของวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่มีนิเกิลเป็นโลหะเนื้อพื้นและมีผงอนุภาคของไทเทเนียมกระจายอยู่ และใช้กระบวนการ Homogenization ที่มีการควบคุมอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสม เพื่อให้เกิดโลหะผสมที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเฟส NiTi ที่ต้องการ ซึ่งวิธีการนี้จะทำให้ได้ NiTi ที่มีความบริสุทธิ์สูงและสามารถป้องกันการเกิดสารเจือปนขึ้นในชิ้นงานได้ เนื่องจากผงอนุภาคของไทเทเนียมที่กระจายอยู่ในสารละลายนิเกิลไอออนนั้นมีความเสถียรสูงกว่าไทเทเนียมไอออนที่มีอยู่ในสารละลาย โดยงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้ศึกษากระบวนการปลุกชั้นเคลือบวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมไว้ดังนี้

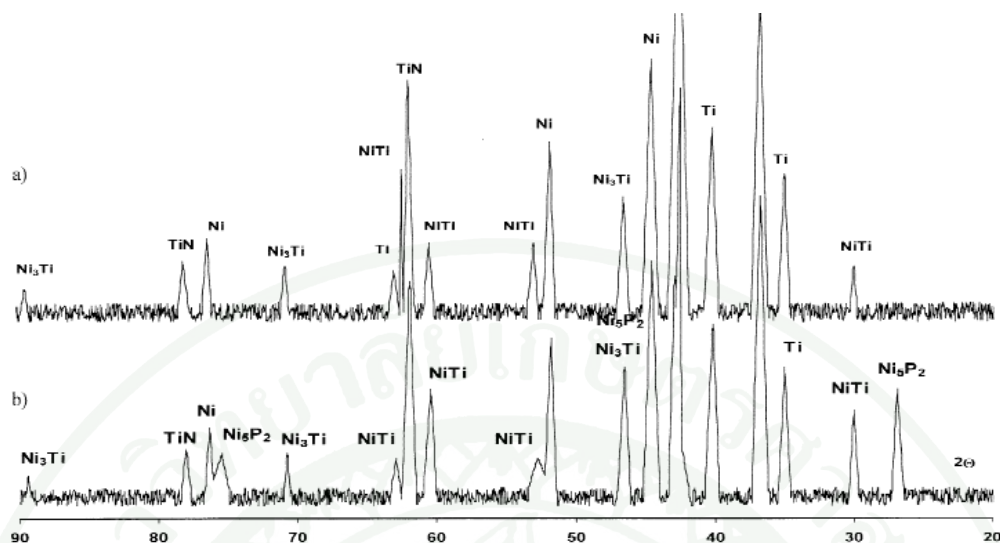
Serek and Budniok (2002) ได้ศึกษาการชุบเคลือบผิววัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมลงบนเหล็กกล้าด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวมโดยใช้ผงไทเทเนียมปริมาณ 4, 12, 20, 28, และ 40 กรัมต่อลิตรผสมอยู่ในสารละลายนิเกิลที่มีการกวนอย่างต่อเนื่องโดยใช้ความหนาแน่นกระแส 0.1 แอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 30 นาที ที่ pH 3.5-4.5 และพบว่าสามารถปลุกชั้นเคลือบที่มีปริมาณผงไทเทเนียมกระจายตัวอยู่ในปริมาณ 9-25 % (ในงานวิจัยไม่ได้แสดงหน่วยไว้) ดังแสดงในภาพที่ 8 และมีความหนาของฟิล์ม 250-270 ไมครอน โดยงานวิจัยได้อธิบายสามารถของการเกิดชั้นเคลือบที่มีผงไทเทเนียมกระจายตัวอยู่ภายในว่าเกิดจากการดูดซับของนิเกิลไอออนที่ผิวของผงไทเทเนียม ทำให้เมื่อนิเกิลถูกดึงดูดเข้าหาขั้วแคโทดผงไทเทเนียมก็ถูกดึงเข้าไปพร้อมกัน



ภาพที่ 8 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของชั้นเคลือบ Ni-Ti และ Ni-P-Ti โดยเส้น a และ b แสดงสัดส่วนของไทเทเนียมและนิกเกิลในชั้นเคลือบ Ni-Ti เส้น c และ d แสดงสัดส่วนของไทเทเนียมและนิกเกิลในชั้นเคลือบ Ni-P-Ti

ที่มา: Serek and Budniok (2003)

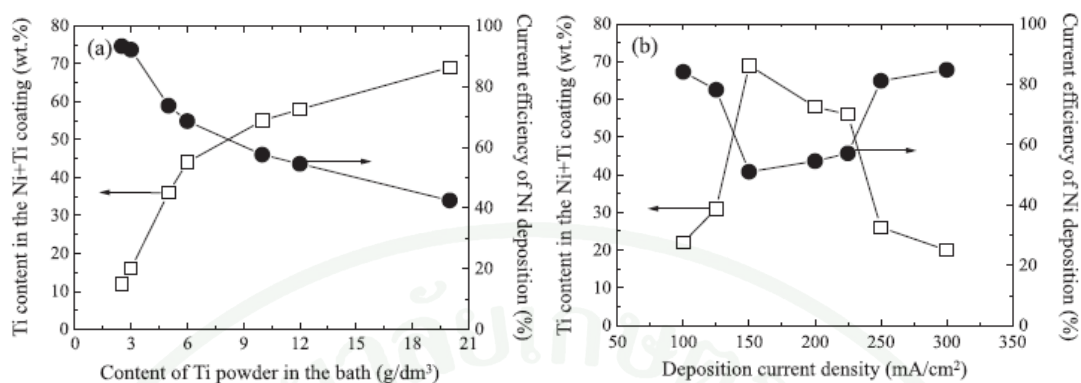
Serek and Budniok (2003) ได้ทำการศึกษาการชุบเคลือบผิววัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมลงบนเหล็กกล้าด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมต่อเนื่องจากงานวิจัยในปี 2002 โดยใช้ผงไทเทเนียมขนาด 150 ไมโครเมตร ปริมาณ 40 กรัมต่อลิตรผสมอยู่ในสารละลายที่มีการกวนอย่างต่อเนื่องและใช้ความหนาแน่นกระแส 0.1 แอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และพบว่าสามารถปลูกชั้นเคลือบที่มีปริมาณผงไทเทเนียมกระจายตัวอยู่ในปริมาณ 25 % (ในงานวิจัยไม่ได้แสดงหน่วยไว้) โดยงานวิจัยได้อธิบายความสามารถของการเกิดชั้นเคลือบที่มีผงไทเทเนียมกระจายตัวอยู่ภายในว่าเกิดจากการดูดซับของนิกเกิลไอออนที่ผิวของผงไทเทเนียม ทำให้เมื่อนิกเกิลถูกดึงดูดเข้าหาขั้วแอโนดผงไทเทเนียมก็ถูกดึงเข้าไปพร้อมกัน จึงเกิดเป็นฟิล์มที่มีผงไทเทเนียมกระจายตัวอยู่ขึ้น นอกจากนี้ยังทำการปรับปรุงสมบัติทางกลของชั้นเคลือบที่ได้ภายในบรรยากาศของไนโตรเจนและพบว่าความแข็งแรงหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนมีค่าสูงขึ้น โดยมีเฟสที่เกิดขึ้นใหม่คือ TiN, NiTi และ Ni₃Ti ดังแสดงในภาพที่ 9 งานวิจัยดังกล่าวแสดงให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการผลิตชั้นเคลือบโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมจากการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมและกระบวนการทางความร้อน



ภาพที่ 9 ผล XRD ของชั้นเคลือบที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ของชั้น (a) Ni-Ti และ (b) Ni-P-Ti

ที่มา: Serek and Budniok (2003)

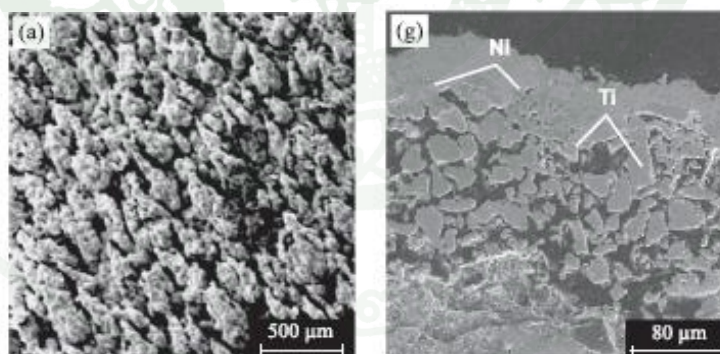
Naploszek-Bilnik *et al.* (2005) ได้ศึกษากระบวนการชุบเคลือบผิววัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมโดยทำการปลูกชั้นเคลือบลงบนพื้นผิวเหล็กกล้าโดยใช้ผงอนุภาคขนาด 40 ไมโครเมตร และทำการศึกษาอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ใช้ในการชุบเคลือบช่วง 100 - 300 mA/cm² รวมถึงปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายในช่วง 2.5 - 20 กรัมต่อลิตร ที่ pH 3.5 อุณหภูมิ 50 °C และพบว่า การชุบเคลือบด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมสามารถทำให้เกิดชั้นเคลือบที่มีผงไทเทเนียมกระจายตัวอยู่ในชั้นเคลือบนิกเกิล โดยปริมาณของผงไทเทเนียมในชั้นเคลือบนั้น ขึ้นกับเงื่อนไขในการทดลองดังแสดงในภาพที่ 10 ซึ่งเห็นได้ว่าผงไทเทเนียมในชั้นเคลือบนั้น สามารถมีปริมาณสูงสุดถึง 68 % โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 10 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแส (a) และปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย (b) ที่มีต่อปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นเคลือบ

ที่มา: Naploszek-Bilnik *et al.* (2005)

โดยชั้นเคลือบที่เกิดขึ้นมีความขรุขระและมีรูพรุนกระจายอยู่ตลอดชั้นเคลือบ ซึ่งอาจเกิดจากขนาดอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ทำให้นิกเกิลสามารถปกคลุมทั่วพื้นผิวได้ก่อนที่อนุภาคใหม่จะเกิดการเกาะและเกิดรูพรุนอยู่ภายในดังแสดงในภาพที่ 11



ภาพที่ 11 ภาพ SEM ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม (a) ภาพถ่ายด้านบน และ (g) ภาพตัดขวาง

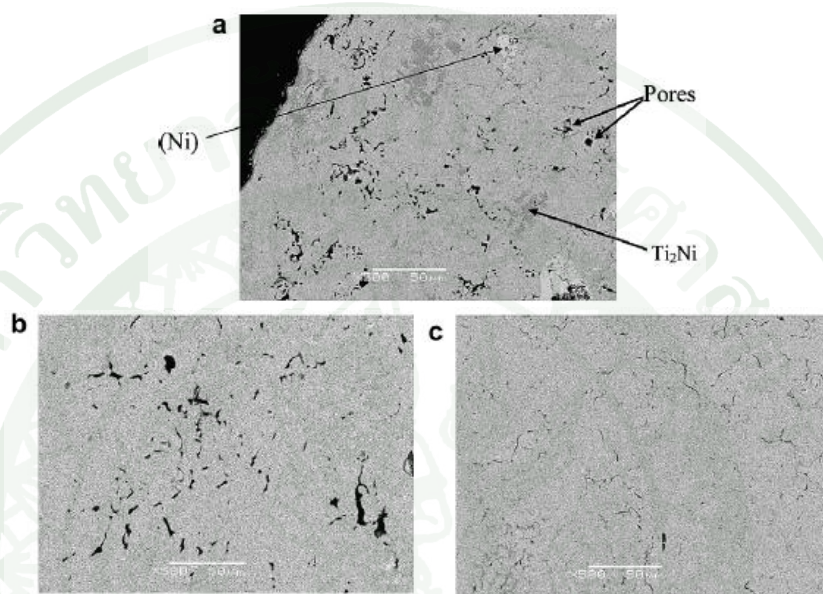
ที่มา: Naploszek-Bilnik *et al.* (2005)

5. กระบวนการทางความร้อนของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

กระบวนการ Homogenization เป็นกระบวนการสำหรับการผลิตโลหะผสมกรณีที่ใช้กรรมวิธีเชิงผง ซึ่งกระบวนการเชิงผงของโลหะผสมจำรูปที่ได้จากกรรมวิธีเชิงผงได้มาจากการบดผสมผงนิกเกิลและผงไทเทเนียมบริสุทธิ์เข้าด้วยกัน โดยงานวิจัยของ Zhang (Zhang *et al.*, 1992) ได้ศึกษากระบวนการ Sintering และ Homogenization ของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม โดยผสมผงนิกเกิลและผงไทเทเนียมอัตราส่วน 50 ต่อ 50 at. % และใช้ผงนิกเกิล 3 ขนาด ได้แก่ -25 ไมครอน, -45 ไมครอน และ -150 ไมครอน แต่ใช้ผงไทเทเนียมเพียงขนาดเดียว คือ -45 ไมครอน เมื่อผสมผงโลหะทั้งสองจนเข้ากันดีแล้วจึงนำไปอัดขึ้นรูปด้วยความดันในช่วง 200-2000 MPa ก่อนจะนำไปผ่านกระบวนการ Sinter ที่อุณหภูมิ 900-1050°C เป็นเวลา 1-30 ชั่วโมง และนำไปผ่านกระบวนการ Homogenization ที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 30 นาที ผลที่ได้จากการทดลองพบว่า ได้ชิ้นงานที่มีการกระจายตัวของนิกเกิลและไทเทเนียมสม่ำเสมอ และมีสมบัติการจำรูปได้ตามที่ต้องการ แต่ยังมีข้อเสียคือ ชิ้นงานมีรูพรุนเกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการเผา ซึ่งมีสาเหตุมาจากการให้ความร้อนด้วยอัตราเร็วที่มากเกินไปกว่า 10°C ต่อนาที จากงานวิจัยนี้จึงให้แนวคิดในการอบความร้อนครั้งนี้ควรอบชิ้นงานภายใต้ระบบสุญญากาศและควบคุมไม่ให้มีอัตราเร็วในการให้อุณหภูมิที่สูงเกินไป โดยเฉพาะในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 750°C ขึ้นไป เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างผงนิกเกิลและผงไทเทเนียมอย่างรุนแรง จนทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของชิ้นงานและเกิดปัญหาช่องว่างตามมา โดยงานวิจัยนี้ได้นำเสนอวิธีการในการอบให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน ออกเป็น 2 ช่วง (2 Step Sintering) โดยช่วงแรกใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 2°C ต่อนาทีในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 700 ถึง 900°C เพื่อป้องกันการเกิดเฟสของของเหลวและการเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ระหว่างผงนิกเกิลและไทเทเนียม และช่วงที่ 2 เป็นการอบเพื่อให้เกิดกระบวนการ Homogenization ควรอบที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000°C เพื่อกระตุ้นให้เฟสของเหลวบางส่วนช่วยในการเกิด Homogenization

Cluff and Corbin (2010) ได้ทดลองศึกษาเปรียบเทียบกระบวนการเผาสองขั้นตอนและกระบวนการเผาขั้นตอนเดียว โดยใช้ผงนิกเกิลขนาด 10 ไมครอน และผงไทเทเนียมขนาด 32 ไมครอน ในอัตราส่วน 49 ต่อ 51% อะตอม และพบว่า การอบแบบขั้นตอนเดียวโดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 °C ต่อนาทีจากอุณหภูมิห้องถึง 950 °C เป็นเวลา 30 นาที ทำให้ได้ชิ้นงานที่มีรูพรุนและประกอบด้วยเฟสหลายชนิด ดังแสดงในภาพที่ 12 (a) ในขณะที่การใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 °C ต่อนาทีจากอุณหภูมิห้องถึง 950 °C และเพิ่มอุณหภูมิอีกครั้งจนถึง 1000 °C และทิ้งไว้ 6 ชั่วโมง ให้ชิ้นงานที่เป็นเฟสเดียว แต่ยังคงมีรูพรุน 5-6 % ดังแสดงในภาพที่ 12 (b) ซึ่งแตกต่างจาก

การอบสองขั้นตอนที่ใช้การเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 2°C ต่อนาทีในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 700 ถึง 900°C และเพิ่มอุณหภูมิช่วงที่ 2 จนถึง 1000°C และทิ้งไว้เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งกระบวนการดังกล่าวทำให้ได้ชิ้นงานที่มีรูพรุนต่ำและเป็นเฟสเดียวกันทั่วทั้งชิ้นงานดังแสดงในภาพที่ 12 (c)



ภาพที่ 12 ภาพ SEM แสดงชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน (a) 950°C (b) $950+1000^{\circ}\text{C}$ และ (c) $500+1000$ (2°C/นาที)

ที่มา: Cluff and Corbin (2010)

6. กระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์

กระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ (Indium–Tin Oxide-Coated Glass) (Vaufrey, 2002; Kim *et al.*, 2004) เป็นวัสดุพื้นที่มีการใช้งานอย่างกว้างขวางในหลายจุดประสงค์เนื่องจากสมบัติการนำไฟฟ้าและความโปร่งแสง ซึ่งหนึ่งในการใช้งานหลักคือ การประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์อุปกรณ์ Optoelectronic เช่น การใช้งานเป็นหลอดไฟ LED (Light-Emitting Diodes) โดยความสามารถในการควบคุมสมบัติทางไฟฟ้าและการรับสัญญาณแสงไปได้นั้น ทำให้มีการใช้งานเป็นตัวตรวจจับแสง (Detector) ได้อีกด้วย นอกจากนี้ ITO ยังสามารถใช้งานเป็นขั้วอิเล็กโทรดโปร่งแสงในอุปกรณ์ทางไฟฟ้า อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และอุปกรณ์ทางแสงหลายชนิด เช่น การใช้งานในแผง Solar Cell, การใช้งานในกระจกยานพาหนะ, อุปกรณ์สำหรับกรองแสง, อุปกรณ์สำหรับป้องกัน

แม่เหล็กไฟฟ้า รวมถึงใช้งานสำหรับจอภาพแบบ LCD (Liquid Crystal Display) ซึ่ง ITO นั้นสามารถกัดออกได้ง่ายด้วยสารละลายกรดและใช้งานได้ดีในกระบวนการขึ้นรูปด้วยเทคนิค Lithographic Methods ซึ่งข้อได้เปรียบดังกล่าวทำให้งานวิจัยนี้เลือกใช้อินเดียมทินออกไซด์เคลือบกระจกเป็นวัสดุพื้นเพื่อปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ซึ่งสามารถกัดวัสดุพื้นออกเพื่อนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนได้ต่อไป



อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมชิ้นงานวัสดุพื้นทองแดง
 - 1.1 กระดาษทรายเบอร์ 180, 400, 800, 1200, 2500 และผ้าสักหลาด
 - 1.2 แผ่นทองแดง
 - 1.3 ผงขัดเพชรขนาด 3 และ 6 ไมครอน
 - 1.4 กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 10% โดยปริมาตร
 - 1.5 เรซินหล่อขึ้นรูปชิ้นงานชนิด Cold Mount
 - 1.6 สายไฟทองแดง
 - 1.7 อุปกรณ์บัดกรี
 - 1.8 เครื่องขัดผิวชิ้นงาน
 - 1.9 เครื่องตัดชิ้นงาน (High Speed Cutting Machine)
 - 1.10 เครื่องอัลตราโซนิกส์
2. เครื่องมือและอุปกรณ์ในการเตรียมชิ้นงานกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide)
 - 2.1 กระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide)
 - 2.2 สายไฟทองแดง
 - 2.3 กาวนำไฟฟ้า (Silver Paste)
 - 2.4 อีพอกซีเรซิน (Epoxy Resin)
 - 2.5 เครื่องอัลตราโซนิกส์
 - 2.6 มีดตัดกระจก
3. เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการชุบไฟฟ้า
 - 3.1 เครื่องจ่ายกระแสไฟ
 - 3.2 อ่างควบคุมอุณหภูมิ
 - 3.3 แผ่นแพลทินัม (Platinum Mesh)
 - 3.4 สารละลายอิเล็กโทรไลต์นิกเกิล

- 3.5 เครื่องกวนสารชนิดแท่งแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
- 3.6 พงไทเทเนียมขนาด -22 และ -45 ไมครอน
- 3.7 กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Conc. Hydrochloric Acid)
4. เครื่องมือที่ใช้ในกระบวนการทางความร้อน
 - 4.1 เตาเผาแบบท่อ (Tube Furnace)
 - 4.2 อาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999 %)
5. เครื่องมือวิเคราะห์และตรวจสอบวัสดุ
 - 5.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 - 5.2 อุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS)
 - 5.3 เครื่องวิเคราะห์โดยการวาวรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Fluorescence Spectrometer, XRF)
 - 5.4 เครื่องวิเคราะห์ห่อหุ้มประกอบทางเคมีด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD)

วิธีการ

1. การเตรียมวัสดุพื้นสำหรับปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

1.1 การเตรียมวัสดุพื้นทองแดง

การชุบเคลือบบนวัสดุพื้นทองแดงจำเป็นต้องมีการเตรียมชิ้นงาน โดยเริ่มจากการตัดแผ่นทองแดงด้วยเครื่องตัดความเร็วสูงให้มีขนาด 1*2.54 เซนติเมตร จากนั้นบัดกรีแผ่นทองแดงเข้ากับสายไฟเพื่อใช้ต่อเข้ากับวงจรของเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า หล่อแบบชิ้นงานด้วยเรซินเพื่อควบคุมผิวสัมผัสระหว่างทองแดงและสารละลายให้มีพื้นที่ 2.54 ตารางเซนติเมตร จากนั้นขัดผิวชิ้นงานให้เรียบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 180 ถึง 2500 และขัดละเอียดด้วยผงเพชรขนาด 6 และ 3 ไมครอนตามลำดับ ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์และเป่าชิ้นงานให้แห้ง นอกจากนี้ก่อนการปลูกฟิล์มจะต้องกระตุ้นผิวชิ้นงานด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 10 % โดยปริมาตร เพื่อให้ผิวทองแดงพร้อมต่อการปลูกฟิล์มต่อไป

1.2 การเตรียมวัสดุพื้นกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์

การปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นชนิดกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ต้องเตรียมชิ้นงาน โดยตัดกระจกให้มีขนาด 2.5×2.5 เซนติเมตร จากนั้นต่อสายไฟเข้ากับกระจกโดยใช้ตัวหนีบยึด สายไฟกับแผ่นกระจก จากนั้นติดเข้าด้วยกันโดยใช้กาวนำไฟฟ้าและทาทับอีกชั้นด้วยอีพอกซีให้ทั่ว สายไฟและตัวหนีบเพื่อควบคุมพื้นที่ผิวให้มีขนาดตามต้องการ ทำความสะอาดกระจกด้วยเครื่อง อัลตราโซนิกส์ โดยใช้ น้ำ และด้วยแอลกอฮอล์ จากนั้นเป่าให้แห้งอีกครั้งก่อนการใช้งาน

2. การปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วม

2.1 การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์นิกเกิล

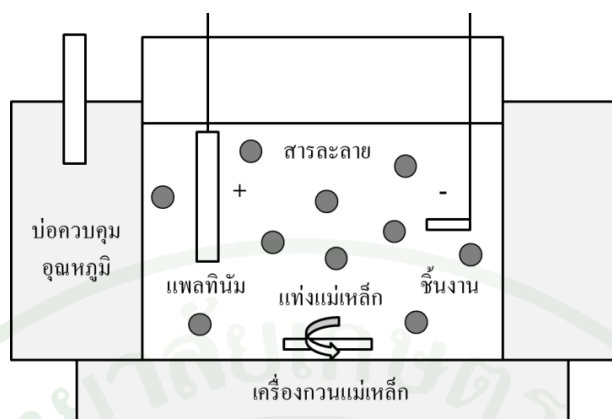
เตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์นิกเกิลโดยเติมน้ำกลั่นปริมาตร 300 มิลลิลิตรลงในบีกเกอร์ปริมาตร 400 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารเคมีดังแสดงในตารางที่ 1 โดยคนสารละลายตลอดเวลา ด้วยเครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็ก และปรับ pH ของสารละลายให้มีค่าประมาณ 3.5 ด้วยกรด ซัลฟิวริกเข้มข้น

ตารางที่ 1 สารเคมีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์นิกเกิล

สารเคมี	ปริมาณ (กรัมต่อลิตร)
1. Sodium Acetate (CH_3COONa)	10
2. Ammonium Chloride (NH_4Cl)	10.7
3. Nickel Sulfate Hexahydrate ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	54
4. Boric Acid (H_3BO_3)	8

2.2 การติดตั้งอุปกรณ์และเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลอง

นำบีกเกอร์บรรจุสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้จากข้อ 2.1 ใส่ลงในอ่างควบคุมอุณหภูมิ เปิดเครื่องกวนแม่เหล็กโดยใช้ความเร็ว 1000 รอบต่อนาที เติมน้ำไทเทเนียมลงในสารละลาย ทำการตั้งเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในภาพที่ 13



ภาพที่ 13 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วม

ปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมโดยให้ชั้นงานอยู่ต่ำกว่าผิวน้ำ 1 เซนติเมตร เป็นระยะเวลา 60 นาที ที่อุณหภูมิ 50 °C โดยมีตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาดังแสดงในตารางที่ 2 นำฟิล์มที่ได้มาล้างด้วยน้ำและทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเป่าให้แห้งเก็บไว้ในภาชนะสุญญากาศ

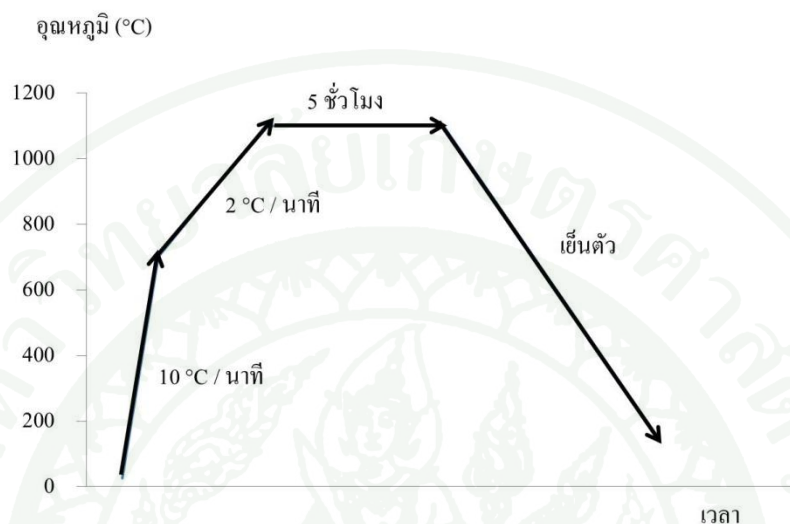
ตารางที่ 2 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา

ตัวแปรที่ศึกษา	ช่วงค่าที่ศึกษา
1. ขนาดผงไทเทเนียม	- 22 และ - 45 (μm)
2. ปริมาณผงไทเทเนียม	0.1, 0.6, 2, 6, 8, 10, 18 และ 30 (กรัมต่อลิตร)
3. ความหนาแน่นกระแส	100, 150, 200, 250 (mA/cm^2)

3. กระบวนการทางความร้อนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

นำฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมสูงหรือใกล้เคียง 50 at. % ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนภายในเตาเผาแบบท่อที่มีบรรยากาศอาร์กอนดังแสดงในภาพที่ 14 โดยแบ่งการเพิ่มอุณหภูมิออกเป็น 2 ช่วงคือ ช่วงแรก จะเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปถึง 700 องศาเซลเซียสด้วยการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาต่อนาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิต่อไปถึง 1100 องศาเซลเซียสด้วยการเพิ่มอุณหภูมิ 2 องศาต่อนาที และคงอุณหภูมิต่อไปเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นจึงปล่อยให้เย็น

ตัวอย่างต่างๆภายในเตาจนถึงอุณหภูมิ 150 องศาจึงนำชิ้นงานออกจากเตาและเก็บไว้ในภาชนะ
ดูดความชื้น



ภาพที่ 14 ขั้นตอนของกรรมวิธีทางความร้อน

4. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ลักษณะพื้นผิวและเฟสที่เกิดขึ้น

4.1 ศึกษาลักษณะของฟิล์มทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope, SEM) ทั้งด้านตัดขวางและด้านบนของชิ้นงาน

4.2 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่เกิดขึ้นในด้านตัดขวาง โดยใช้ EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มจากด้านบนโดยใช้ XRF (X-Ray Fluorescence Spectrometer)

4.3 วิเคราะห์องค์ประกอบของเฟส รวมถึงตรวจสอบสิ่งเจือปนที่เกิดขึ้นในชั้นฟิล์มจากด้านบน ทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนโดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD)

4.4 วิเคราะห์สัดส่วนของเฟส ปริมาณรูพรุน ความหนาของชั้นฟิล์ม และประสิทธิภาพของ
นิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมด้วยโปรแกรมวิเคราะห์ภาพ (Image J)



ผลและวิจารณ์

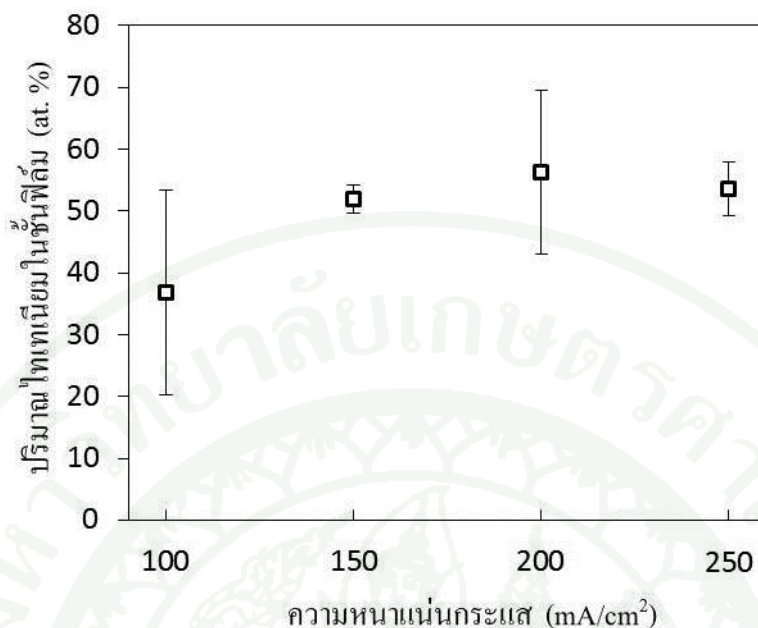
ผล

1. สมบัติของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วม

1.1 การปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมลงบนวัสดุพื้นทองแดง

1.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

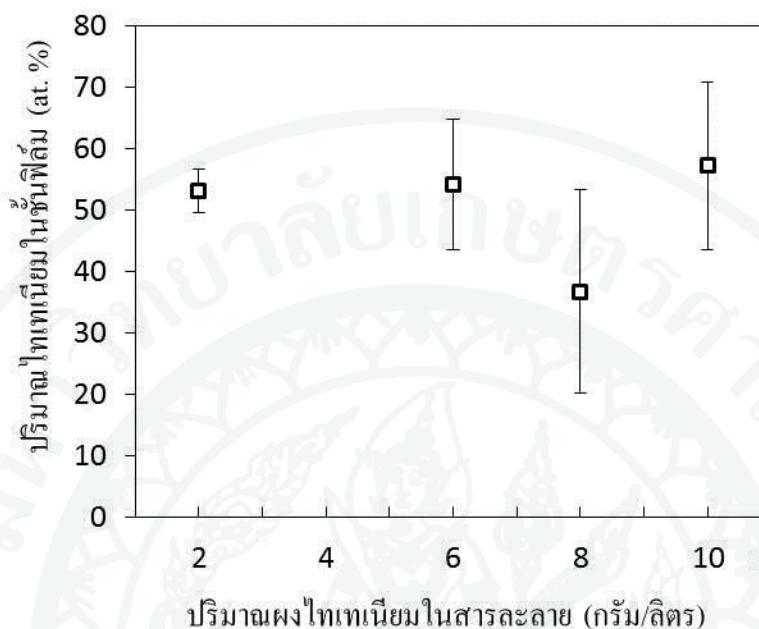
ภาพที่ 15 แสดงอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ส่งผลกระทบต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมบนวัสดุพื้นทองแดง ที่ผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ปริมาณ 8 กรัม ต่อลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งวิเคราะห์ด้วย EDS พบว่าสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุดที่ 57 at. % ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² และเริ่มมีปริมาณผงไทเทเนียมที่ลดลงเมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาจากกราฟพบว่าช่วงค่าที่ทำให้ปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นเคลือบมีค่าประมาณ 50 at. % มีค่าอยู่ในช่วงความหนาแน่นกระแสระหว่าง 100 ถึง 150 mA/cm² ซึ่งเหมาะสมสำหรับการทดลองเพื่อหาค่าที่เหมาะสมต่อการผลิตฟิล์มที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมที่ 50 at. % ต่อไป



ภาพที่ 15 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตร ขนาดผงไทเทเนียม -45 ไมครอน

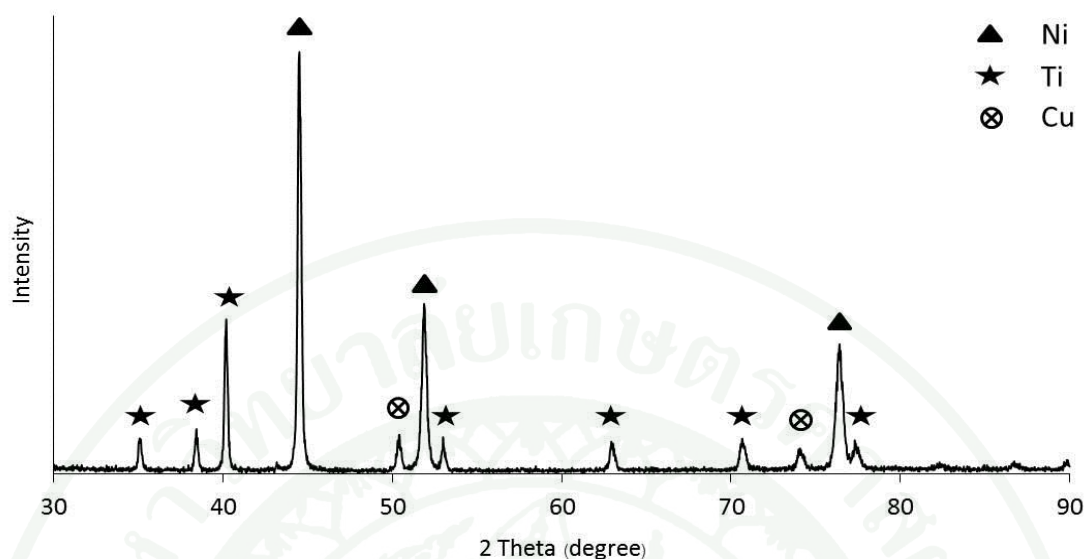
การปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm² ด้วยผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ดังแสดงในภาพที่ 16 พบว่าปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเปลี่ยนแปลงระหว่าง 46 ถึง 62 at. % โดยอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มนั้นไม่มีแนวโน้มที่ชัดเจนมากนัก อย่างไรก็ตามปริมาณผงไทเทเนียมที่ได้จากการทดลอง มีค่าอยู่ในช่วงใกล้เคียงกับ 50 at. % ซึ่งเป็นช่วงค่าที่เหมาะสมสำหรับการปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมบนกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ต่อไป

1.1.2 องค์ประกอบของเฟสในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม



ภาพที่ 16 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm^2 ขนาดผงไทเทเนียม -45 ไมครอน

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟสที่เกิดขึ้นในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกบนวัสดุพื้นทองแดงในทุกเงื่อนไขการทดลองด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) พบว่าฟิล์มที่ได้มีองค์ประกอบหลักคือเฟสของนิกเกิลและไทเทเนียม โดยพบฟิสิกของเฟสทองแดงซึ่งเป็นวัสดุพื้นปรากฏขึ้นด้วย อย่างไรก็ตามไม่พบเฟสของสิ่งเจือปนอื่นๆ รวมถึงเฟสของ TiO_2 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความบริสุทธิ์ของฟิล์มที่ปลูกได้ และอาจกล่าวได้ว่าความหนาของชั้นฟิล์มออกไซด์ที่ผิวของผงไทเทเนียมมีค่าต่ำมากเมื่อเทียบกับปริมาณเฟสหลัก โดยภาพที่ 17 แสดงตัวอย่างกราฟ XRD ของชิ้นงานที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm^2 โดยใช้ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตร ขนาดผงไทเทเนียม -45 ไมครอน

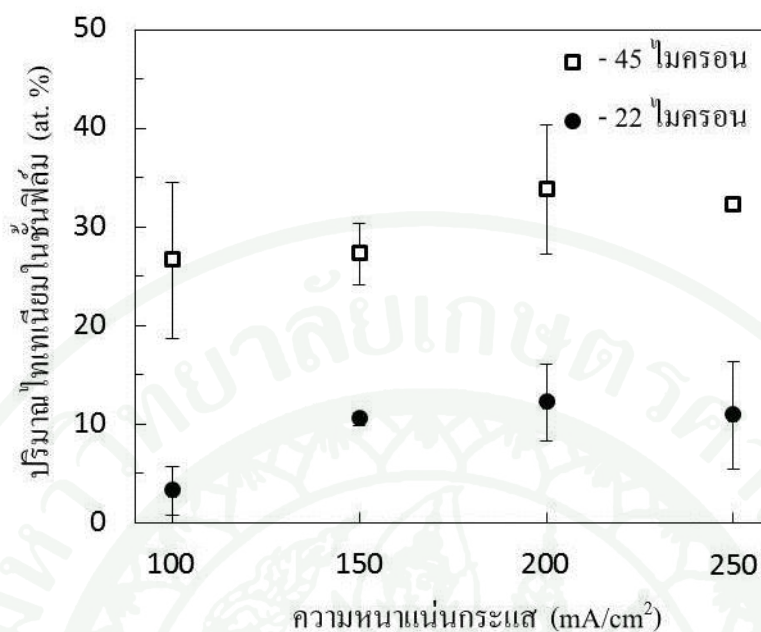


ภาพที่ 17 ผล XRD ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm^2 ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตร ขนาดผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน

1.1 การปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมลงบนวัสดุพื้นกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์

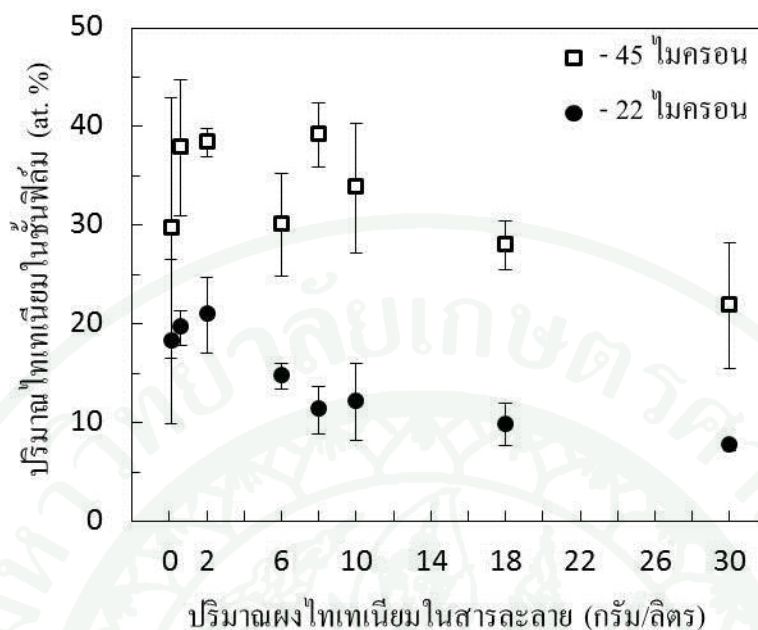
1.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมด้วยเทคนิค EDS

ภาพที่ 18 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS แสดงอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ส่งผลกระทบต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมบนวัสดุพื้นกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ที่ผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 10 กรัมต่อลิตร พบว่าสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุด 33 และ 12 at. % ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ตามลำดับ และเริ่มมีปริมาณผงไทเทเนียมที่ลดลงเมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 18 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

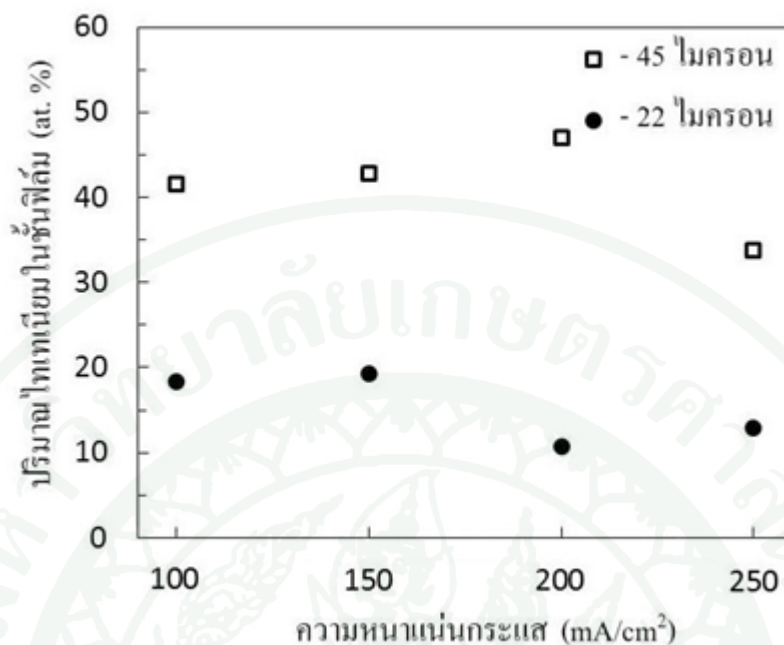
ภาพที่ 19 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS แสดงอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² ด้วยผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 0.1 ถึง 30 กรัมต่อลิตร พบว่าในช่วงปริมาณผงไทเทเนียมต่ำ ปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย โดยมีสัดส่วนของไทเทเนียมสูงสุด 40 at. % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน และ 20 at. % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน โดยพบว่าปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่มากขึ้น ส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มลดลงอย่างต่อเนื่อง



ภาพที่ 19 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม วัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

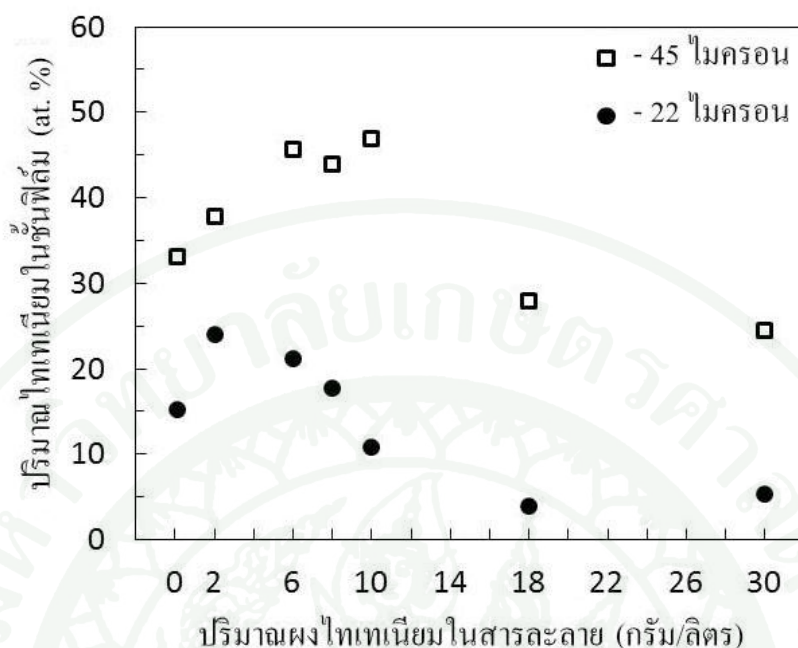
1.2.2 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมด้วยเทคนิค XRF

ภาพที่ 20 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF แสดงอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ส่งผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมบนวัสดุพื้นกระจกเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ ที่ผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 10 กรัมต่อลิตร พบว่าความหนาแน่นกระแสมีผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มเพียงเล็กน้อย สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าในช่วง 33 - 46 at. % ในขณะที่สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน มีค่าเปลี่ยนแปลงระหว่าง 10 - 19 at. % ซึ่งจะเห็นได้ว่าสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มที่ปลูกจากผงไทเทเนียมทั้ง 2 ขนาด มีผลที่ใกล้เคียงกับผลการวิเคราะห์จาก EDS อย่างไรก็ตามผลการทดลองของ XRF มีแนวโน้มที่ไม่ชัดเจนนัก



ภาพที่ 20 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

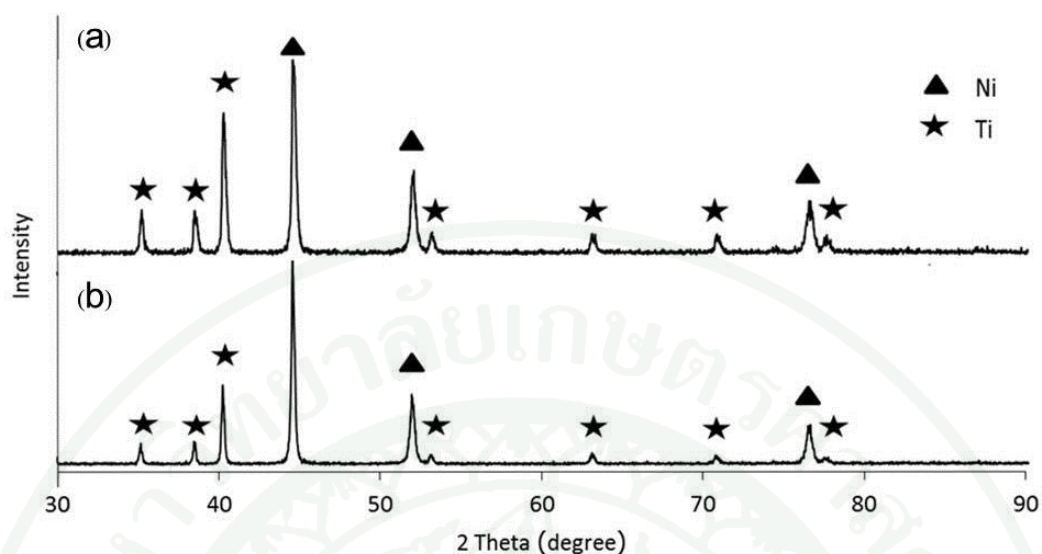
ภาพที่ 21 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF แสดงอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² ด้วยผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 0.1 ถึง 30 กรัมต่อลิตร พบว่าในช่วงปริมาณผงไทเทเนียมต่ำ ปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย โดยมีสัดส่วนของไทเทเนียมสูงสุด 46 at. % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน และ 24 at. % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน และพบว่าปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่มากขึ้น ส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มลดลงอย่างต่อเนื่อง ซึ่งผลการทดลองที่เกิดขึ้นมีแนวโน้มที่สอดคล้องกับผลการทดลองจาก EDS อย่างชัดเจน



ภาพที่ 21 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม วัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

1.2.3 องค์ประกอบของเฟสในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

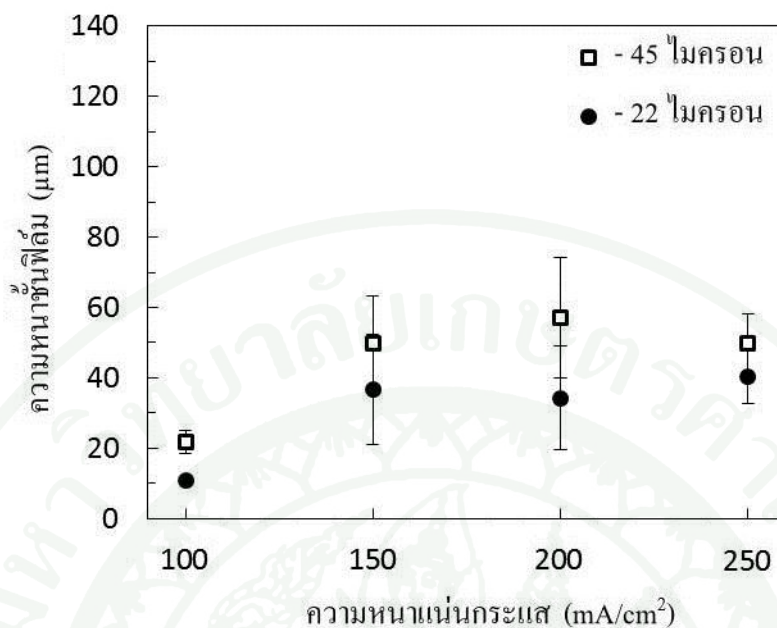
การวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟสที่เกิดขึ้นในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมพบว่า ฟิล์มที่ปลูกขึ้นบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ในทุกเงื่อนไขการทดลองมีองค์ประกอบหลักคือเฟสของนิกเกิลและไทเทเนียม โดยไม่พบเฟสของสิ่งเจือปนอื่นๆรวมถึง TiO_2 เช่นเดียวกับกับฟิล์มที่ปลูกลงบนวัสดุพื้นทองแดง โดยภาพที่ 22 แสดงตัวอย่างกราฟ XRD ของชิ้นงานที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 โดยใช้ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน และ 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



ภาพที่ 22 ผล XRD ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน (a) และ 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน (b)

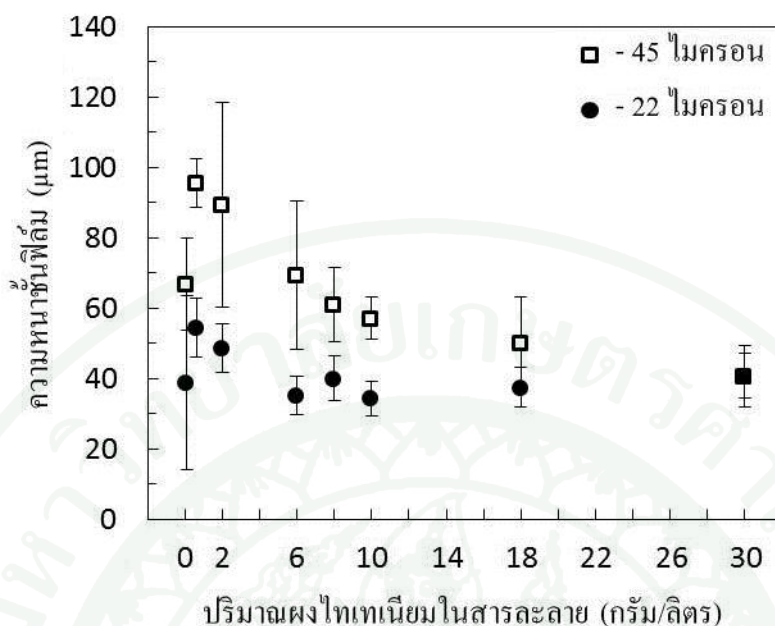
1.2.4 ความหนาของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

ภาพที่ 23 แสดงอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ส่งผลต่อความหนาของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมบนวัสดุพื้นทองแดง ที่ผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 10 กรัมต่อลิตร พบว่าความหนาของชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุด 55 และ 40 ไมครอน ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ตามลำดับ



ภาพที่ 23 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

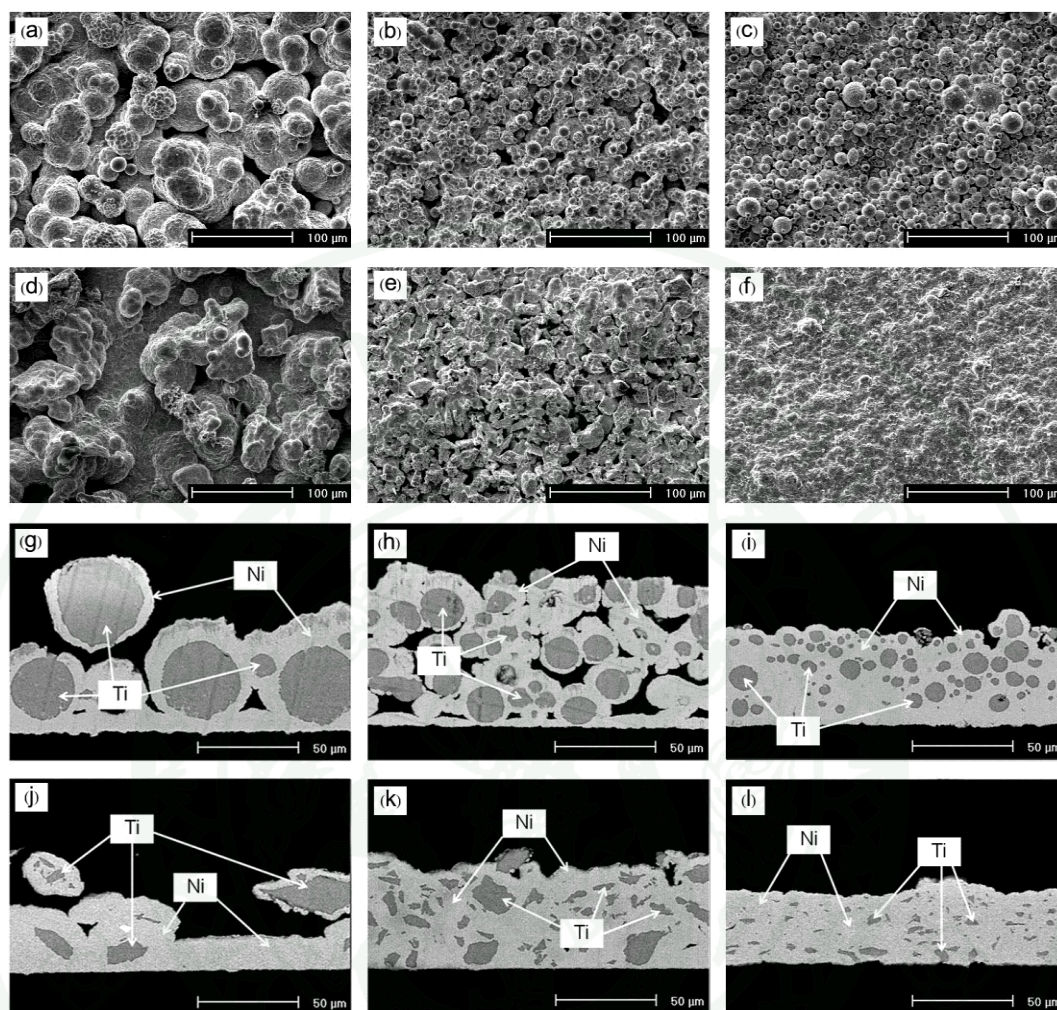
ภาพที่ 24 แสดงอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อความหนาของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 0.1 ถึง 30 กรัมต่อลิตร พบว่าในช่วงปริมาณผงไทเทเนียมต่ำ (น้อยกว่า 2 กรัมต่อลิตร) ปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย โดยมีความหนาสูงสุดที่ 95 และ 54 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน และ -22 ไมครอน ตามลำดับและพบว่าการเพิ่มปริมาณผงอย่างต่อเนื่องในสารละลาย ส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มลดลงอย่างเห็นได้ชัด



ภาพที่ 24 อิทธิพลของปริมาณพอลิเอทิลีนไกลคอลในสารละลายที่ส่งผลต่อความหนาฟิล์มวัสดุประกอบ
นิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับขนาดพอลิเอทิลีนไกลคอล -45 และ -22 ไมครอน

1.2.6 ลักษณะผิวและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

ภาพที่ 25 (a-f) แสดงลักษณะของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ซึ่งพบว่าลักษณะผิวของฟิล์มที่ปลูกด้วยพอลิเอทิลีนไกลคอลทั้ง 2 ขนาด ขึ้นกับปริมาณพอลิเอทิลีนไกลคอลในสารละลาย โดยกรณีปริมาณพอลิเอทิลีนไกลคอลในสารละลายต่ำจะพบว่า การเกาะของพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นแบบสุ่ม และมีการเกาะกลุ่มของพอลิเอทิลีนไกลคอล ซึ่งการเพิ่มปริมาณพอลิเอทิลีนไกลคอลในสารละลายทำให้ลักษณะของฟิล์มมีความแน่นและเรียบขึ้นอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะอย่างยิ่งกรณีพอลิเอทิลีนไกลคอลขนาด -22 ไมครอน ซึ่งปลูกโดยใช้ปริมาณพอลิเอทิลีนไกลคอลในสารละลาย 30 กรัมต่อลิตร (ภาพที่ 25 f) จะเห็นได้ว่าฟิล์มที่ได้มีความเรียบและไม่มีการเกาะกลุ่มของพอลิเอทิลีนไกลคอลเหมือนกรณีปริมาณพอลิเอทิลีนไกลคอลต่ำ (ภาพที่ 25 d และ e)



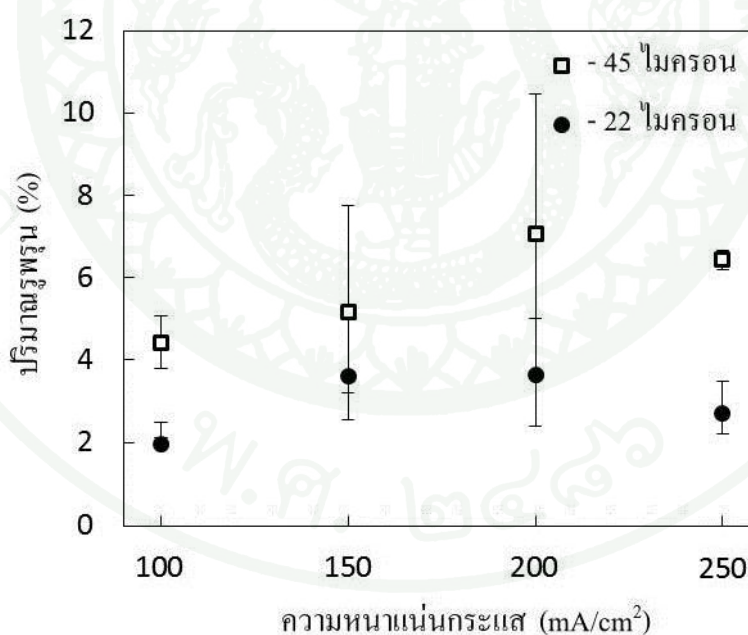
ภาพที่ 25 ลักษณะผิวและภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วย ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณ ผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (a และ g) , 2 กรัมต่อลิตร (b และ h), 18 กรัมต่อลิตร (c และ i) และผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (d และ j) , 2 กรัมต่อลิตร (e และ k), 18 กรัมต่อลิตร (f และ l)

ภาพที่ 25 (g-l) แสดงภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ซึ่ง ลักษณะโครงสร้างที่เกิดขึ้นมีความสอดคล้องกับลักษณะพื้นผิว โดยเป็นที่น่าสนใจว่า สำหรับ ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ต่ำ ผงไทเทเนียมที่กระจายตัวอยู่ในชั้นฟิล์มจะมีขนาดใหญ่ และลุ่มเกาะเพียงบางตำแหน่งของแผ่นฟิล์มเท่านั้น แตกต่างจากกรณีของปริมาณผงไทเทเนียมใน

สารละลายที่สูง ซึ่งผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีขนาดเล็กและกระจายตัวอยู่ทั่วแผ่นฟิล์มทั้งในกรณีผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน

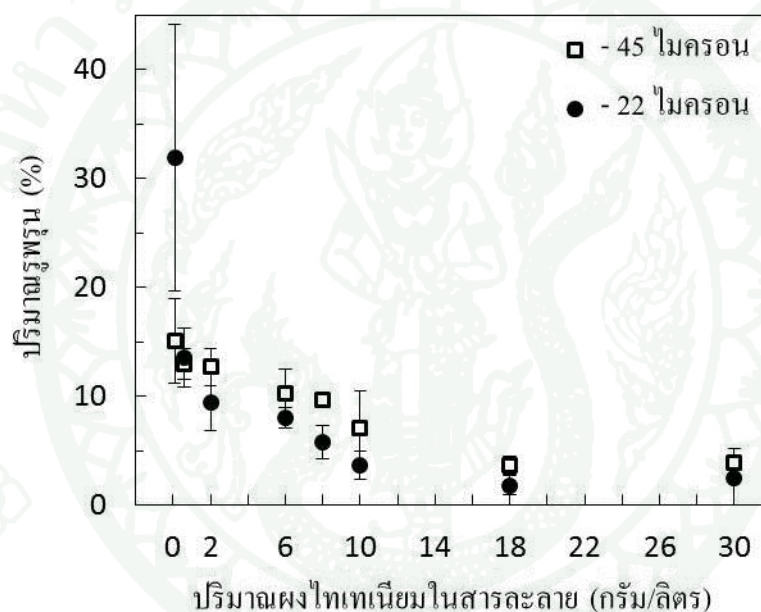
1.2.7 ปริมาณรูพรุนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม

ภาพที่ 26 แสดงอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วม สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 10 กรัมต่อลิตร พบว่าปริมาณรูพรุนของชั้นฟิล์มมีค่าต่ำสุด 4 และ 2 % ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm² และมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุด 7 และ 3 % ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² และ สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ตามลำดับ และพบว่าปริมาณรูพรุนในชั้นฟิล์มเริ่มมีค่าลดลงเมื่อมีค่าความหนาแน่นกระแสมากกว่า 200 mA/cm²



ภาพที่ 26 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

ภาพที่ 27 แสดงอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 0.1 ถึง 30 กรัมต่อลิตร พบว่าการเพิ่มปริมาณผงอย่างต่อเนื่องในสารละลาย ส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยชั้นฟิล์มมีปริมาณรูพรุนสูงสุดที่ 15 และ 31 % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร และมีค่าต่ำสุด 4 และ 2 % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน และ -22 ไมครอน ตามลำดับ

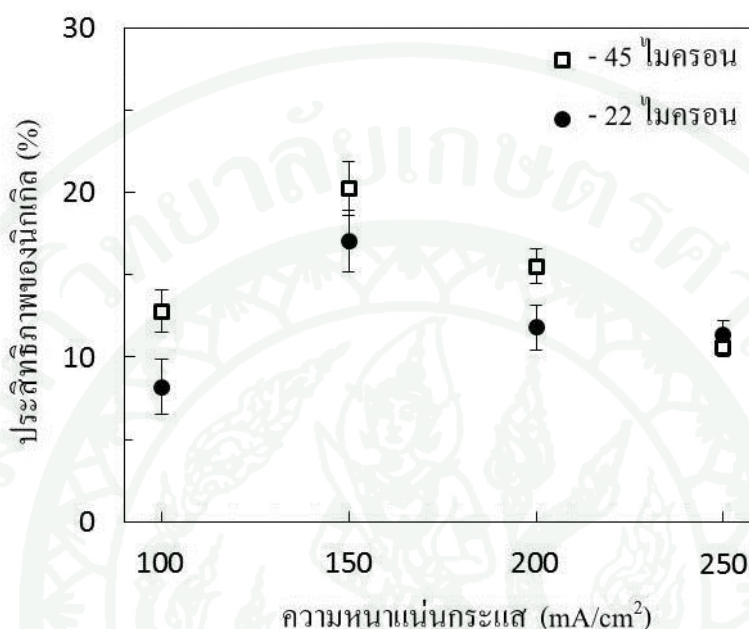


ภาพที่ 27 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

1.2.8 ประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีร่วม

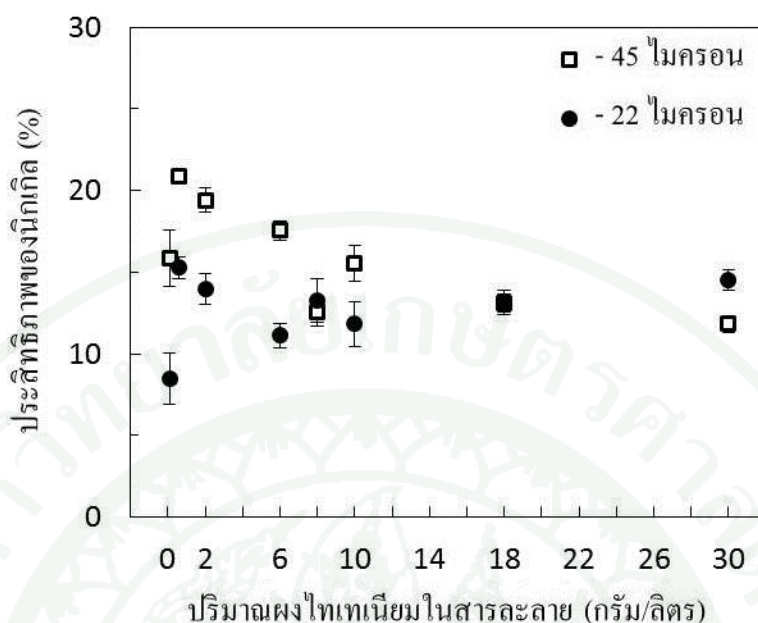
ภาพที่ 28 แสดงอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม ที่ผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ปริมาณ 10 กรัมต่อลิตร พบว่าสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาแน่นกระแสที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุด 20 และ 17 % ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm²

สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน ตามลำดับ และเริ่มมีแนวโน้มประสิทธิภาพของ
 นิกเกิลที่ลดลงเมื่อความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 28 อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทาง
 ไฟฟ้าเคมีแบบรวม ที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 10 กรัมต่อลิตร สำหรับขนาด
 ผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

ภาพที่ 29 แสดงอิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อ
 ประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่น
 กระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 และ -22 ไมครอน โดยพบว่าประสิทธิภาพ
 ของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวมมีค่าสูงสุดที่ 20 และ 17 % ที่ปริมาณผงไทเทเนียม
 0.6 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน และ -22 ไมครอน ตามลำดับ และพบว่า
 การเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายอย่างต่อเนื่อง ส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้น
 ฟิล์มมีแนวโน้มลดลง



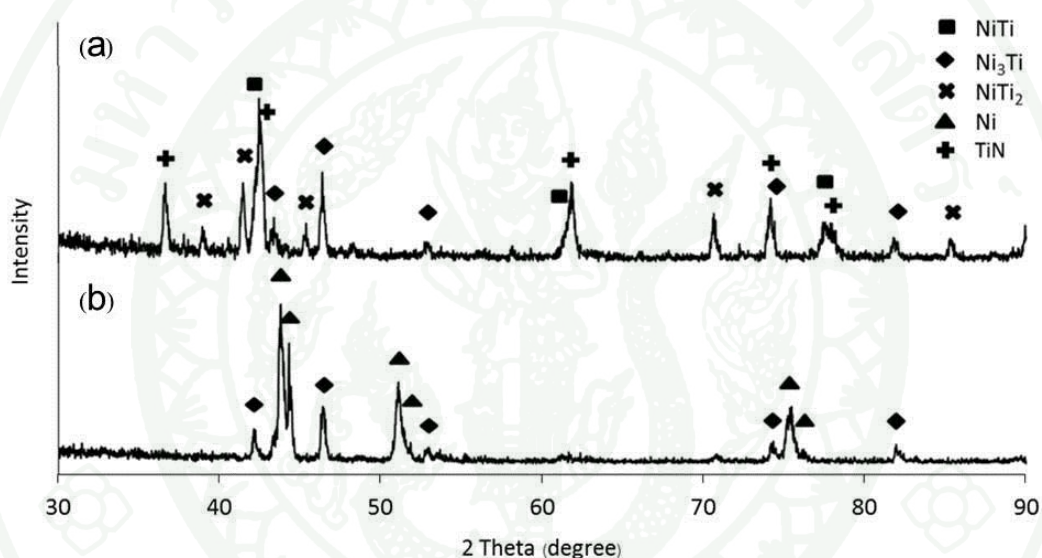
ภาพที่ 29 อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม ที่ปลูกฟิล์มด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับขนาดผงไทเทเนียม -45 และ -22 ไมครอน

2. การวิเคราะห์ฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน

งานวิจัยนี้มีเป้าหมายในการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในการทดลองซึ่งส่งผลสัดส่วนของไทเทเนียมในฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม เพื่อศึกษาเงื่อนไขการทดลองที่ทำให้เกิดฟิล์มที่มีองค์ประกอบทางเคมีที่ใกล้เคียงกับ 50 at. % อย่างไรก็ตามสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มสูงสุดที่สามารถปลูกขึ้นได้ในงานวิจัยนี้ยังคงมีค่าต่ำกว่า 50 at. % งานวิจัยนี้จึงศึกษาผลของกระบวนการทางความร้อนที่ส่งผลต่อฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มที่มีผลการวิเคราะห์จาก EDS และ XRF ที่สูง คือ ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 ปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ซึ่งมีปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม 40 และ 44 at. % สำหรับ EDS และ XRF ตามลำดับ และ ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ซึ่งมีปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม 20 และ 24 at. % สำหรับ EDS และ XRF ตามลำดับ

2.1 องค์ประกอบของเฟสในชั้นฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

ภาพที่ 30 แสดงผล XRD ของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน โดยพบว่าฟิล์มที่ปลูกด้วยผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน (a) มีเฟสของสารประกอบเชิงโลหะ NiTi และ Ni_3Ti เกิดขึ้นเป็นเฟสหลัก และมีเฟสของ TiN และ NiTi_2 เกิดขึ้นเป็นเฟสรอง ในขณะที่ผล XRD ของฟิล์มที่ปลูกด้วยผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน แสดงให้เห็นถึงเฟสของนิกเกิลเป็นเฟสหลัก และมีฟิสิกของเฟส Ni_3Ti เกิดขึ้นเป็นเฟสรอง

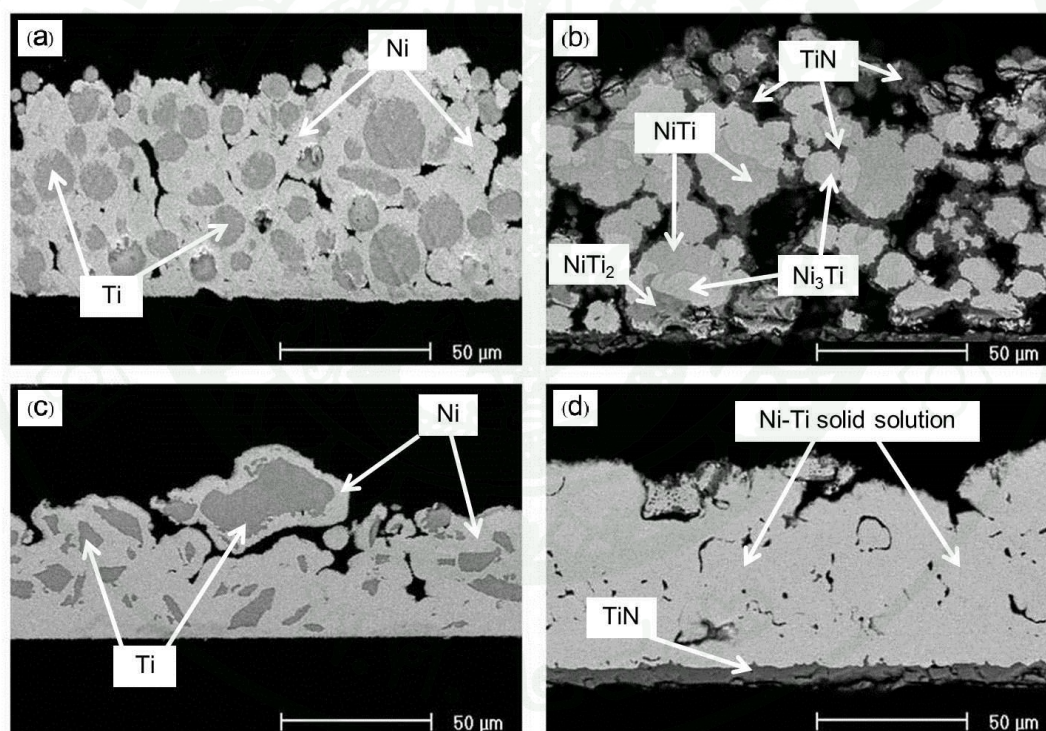


ภาพที่ 30 ผล XRD ของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนของฟิล์มที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน (a) และปริมาณ 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน (b)

2.2 ลักษณะผิวและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

ภาพที่ 31 แสดงภาพตัดขวางก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม ซึ่งความหนาของฟิล์มที่แตกต่างกันสำหรับก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนอาจเกิดจากตำแหน่งของชิ้นงานที่แตกต่างกัน โดยฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2

ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร (ภาพที่ 30 a และ b) แสดงเฟสที่สอดคล้องกับผลของกราฟ XRD โดยจะเห็นได้ว่าโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มประกอบด้วยเฟสของ NiTi และ Ni_3Ti กระจายอยู่ทั่วไปในชั้นฟิล์ม และมีเฟสของ NiTi_2 อยู่ในบางตำแหน่งของฟิล์ม โดยไม่พบเฟสของ นิกเกิลหรือไทเทเนียมเหลืออยู่ภายในชั้นฟิล์ม ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการแพร่ระหว่างอะตอมของนิกเกิลและไทเทเนียมอย่างสมบูรณ์ นอกจากนี้ยังเกิดเฟสของ TiN อยู่ทั้งที่ขอบและภายในช่องว่างของชั้นฟิล์ม ซึ่งอาจเกิดจากแก๊สไนโตรเจนที่เหลืออยู่ภายในบรรยากาศระหว่างกระบวนการทางความร้อน และเกิดการทำปฏิกิริยากับอะตอมของไทเทเนียมทั้งที่ผิวและภายในชั้นฟิล์ม โดยเฟส TiN ที่กระจายตัวอยู่ภายในชั้นฟิล์มยังแสดงให้เห็นว่ารูพรุนที่เกิดขึ้นในชั้นฟิล์มเป็นรูพรุนแบบเปิด ทำให้แก๊สไนโตรเจนสามารถเข้าทำปฏิกิริยาได้ถึงภายในชั้นฟิล์มอีกด้วย



ภาพที่ 31 ภาพตัดขวางก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 และปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ซึ่งมีปริมาณผงไทเทเนียมในฟิล์ม 40 at. % (a และ b) และ ฟิล์มที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 และปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตรสำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอนซึ่งมีปริมาณผงไทเทเนียมในฟิล์ม 20 at. % (c และ d)

ภาพที่ 31 (c และ d) แสดงภาพตัดขวางก่อนและหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร โดยฟิล์มภายหลังกระบวนการทางความร้อนประกอบด้วยเฟสของนิกเกิลเป็นเฟสหลัก โดยไม่ปรากฏเฟสของไทเทเนียมเหลืออยู่ ซึ่งอาจเกิดจากการละลายของไทเทเนียมในเนื้อพื้นนิกเกิลอยู่ในรูปของสารละลายของแข็ง อย่างไรก็ตามเฟสของ Ni_3Ti ซึ่งปรากฏในกราฟ XRD ไม่แสดงในภาพนี้ซึ่งอาจเกิดจากการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอของเฟสที่เกิดขึ้น เนื่องจากสัดส่วนของไทเทเนียมที่ไม่เท่ากันภายในฟิล์มแต่ละตำแหน่ง รวมถึงไทเทเนียมบางส่วนอาจเกิดปฏิกิริยากับไนโตรเจนที่หลงเหลืออยู่ภายในเตาระหว่างกระบวนการทางความร้อน

วิจารณ์

งานวิจัยนี้ได้ทดลองปลูกฟิล์มลงบนวัสดุพื้นทองแดง ซึ่งหาได้ง่ายและมีราคาถูก เพื่อสร้างความรู้และทักษะพื้นฐานสำหรับการใช้ในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม และเน้นศึกษาอิทธิพลของเงื่อนไขการทดลองที่ส่งผลต่อฟิล์มที่ปลูกบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์เป็นหลัก โดยมีเป้าหมายในการปลูกฟิล์มลงบนวัสดุที่สามารถลอกฟิล์มออกเพื่อนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนต่อไป อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกลงบนวัสดุพื้นทองแดงและอินเดียมทินออกไซด์ แสดงให้เห็นความแตกต่างของปริมาณผงไทเทเนียมที่เกิดขึ้นในชั้นฟิล์ม ในระดับหนึ่ง ซึ่งอาจเกิดจากสมบัติของวัสดุพื้นที่แตกต่างกัน

1. อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม

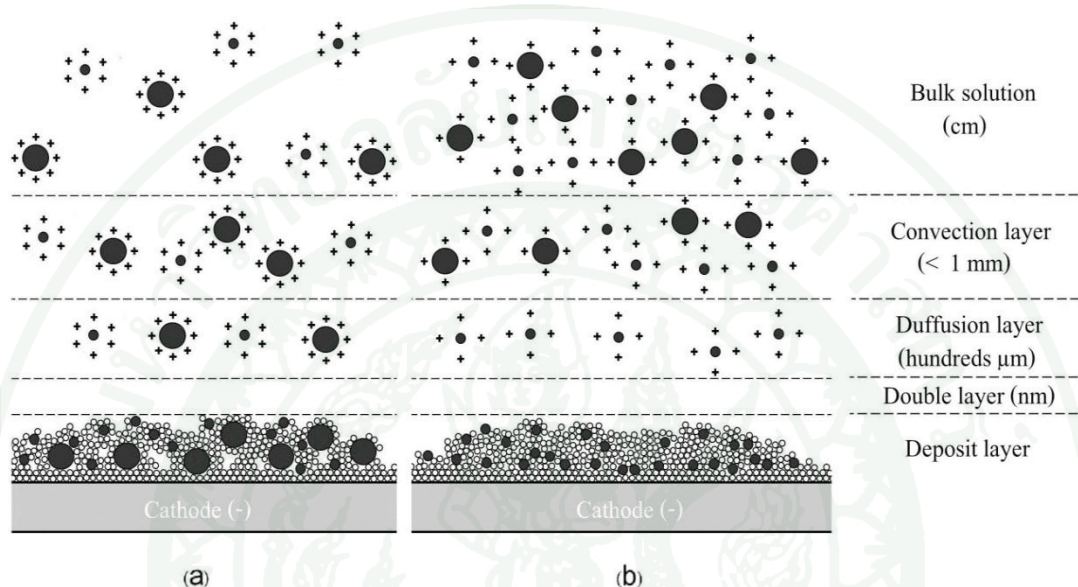
จากผลการทดลองพบว่า ความหนาแน่นกระแสมีอิทธิพลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์เล็กน้อย โดยผลจาก EDS แสดงให้เห็นว่าปริมาณผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามปริมาณความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของการปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียม โดยอิทธิพลของความหนาแน่นกระแสที่เกิดขึ้นนี้สามารถอธิบายโดยกลไกของการสะสมทางไฟฟ้าแบบรวม ซึ่งกลุ่มวิจัยของ Low (Low *et al.*, 2006) ได้แสดงโมเดลของ Guglielmi ที่อธิบายขั้นตอนการเกิดที่สำคัญไว้ 5 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 : การก่อตัวของกลุ่มหมอกไอออนิกรอบอนุภาคของไทเทเนียมซึ่งแขวนลอยภายในสารละลาย ขั้นตอนที่ 2 : การพัฒนา

ของอนุภาคซึ่งถูกล้อมรอบด้วยหมอกไอออนิกสู่ขั้วแคโทด ขั้นตอนที่ 3 การแพร่ของอนุภาคซึ่งถูกล้อมรอบด้วยหมอกไอออนิกผ่าน Hydrodynamic Boundary Layers และเคลื่อนเข้าหาขั้วแคโทด ขั้นตอนที่ 4 : การแพร่เนื่องจากแรง Electrophoretic ผ่านชั้น Electrical Double Layers และ ขั้นตอนที่ 5 : การยึดเกาะของอนุภาคกับขั้วแคโทดและการสร้างชั้นนิกเกิลซึ่งช่วยยึดอนุภาคไว้กับขั้วแคโทด ดังนั้นการความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจะช่วยเร่งให้เกิดการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่ถูกล้อมรอบด้วยหมอกไอออนิกเข้าหาขั้วแคโทด ส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นเคลือบสูงขึ้น อย่างไรก็ตามการเพิ่มความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ามากกว่า 200 mA/cm^2 จะส่งผลให้เกิดการลดลงของสัดส่วนของไทเทเนียม ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Panek and Budniok (Panek and Budniok, 2007) และงานวิจัยของ Naploszek-Bilnik *et al.* (Naploszek-Bilnik *et al.*, 2005) ได้ อธิบายว่าการลดลงของสัดส่วนของไทเทเนียมในช่วงความหนาแน่นกระแสที่สูงขึ้น อาจเกิดจากการการโตของฟิล์มนิกเกิลที่รวดเร็วกว่าการเคลื่อนที่เข้าหาขั้วแคโทดของผงไทเทเนียม หรือเกิดจากการหลุดออก (Discharge) ของนิกเกิลไอออนซึ่งล้อมรอบอนุภาคไทเทเนียมเนื่องจากสนามไฟฟ้าที่เกิดขึ้นในระบบเนื่องจากค่าความหนาแน่นกระแสที่สูง ทำให้อนุภาคไทเทเนียมซึ่งต้องอาศัยการล้อมรอบของไอออนนิกเกิลในการเคลื่อนที่เข้าหาขั้วแคโทดเกิดได้น้อยลง อย่างไรก็ตามผลของ XRF ซึ่งมีความแตกต่างกับผลของ EDS อยู่ นั่น อาจเกิดจากความลึกในการวิเคราะห์และตำแหน่งของชิ้นงานที่ใช้ในการวิเคราะห์ที่อาจแตกต่างกันเล็กน้อย รวมถึงพื้นที่ในการวิเคราะห์ ซึ่งเทคนิค XRF วิเคราะห์เป็นพื้นที่วงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตร ในขณะที่เทคนิค EDS วิเคราะห์พื้นที่ในระดับไมครอนเท่านั้น

2. อิทธิพลของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม

ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายส่งผลโดยตรงต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มเนื่องจากผงไทเทเนียมที่กระจายตัวอยู่ในชั้นฟิล์มนั้นเกิดจากแรงพัดพาของน้ำ (Convection Force) การตกลงของผงเนื่องจากแรงดึงดูดของโลก (Gravitational Force) และการแพร่จากแรง อิเล็กโตรโฟรีติก นำไปสู่การยึดเกาะเข้ากับขั้วแคโทดของผงที่แขวนลอยอยู่ในน้ำดังที่กล่าวไปแล้วข้างต้น ดังนั้นการเพิ่มขึ้นของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายย่อมทำให้ปริมาณผงไทเทเนียมที่แขวนลอยอยู่ในสารละลายมีปริมาณเพิ่มขึ้น และถูกหมอกไอออนิกล้อมรอบและดึงดูดเข้าหาขั้วแคโทดมากขึ้น อย่างไรก็ตามปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่มากเกินไปอาจส่งผลให้ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายเริ่มลดลง เนื่องจากการเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่มากเกินไปนั้น อาจทำให้ปริมาณไอออนของนิกเกิลซึ่งล้อมรอบผงของไทเทเนียมแต่ละอนุภาคนั้นมีค่า

ลดลง เนื่องจากการแบ่งปันกันของไอออนในแต่ละอนุภาค ซึ่งปริมาณของนิกเกิลไอออนที่ลดลงนั้น ทำให้แรงอิเล็กโตรโฟรีติกที่ดึงดูดแต่ละอนุภาคเข้าหาแคโทดมีค่าลดลง ทำให้ผงที่สามารถถูกยึดติดเข้ากับขั้วแคโทดนั้นมีขนาดลดลงดังแสดงในภาพที่ 32



ภาพที่ 32 แสดงแบบจำลองเปรียบเทียบการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมในกรณี ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายต่ำ (a) และ ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายสูง (b)

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นได้ว่าในกรณีของปริมาณผงในสารละลายที่ต่ำดังแสดงในภาพที่ 32 (a) นั้น ปริมาณไอออนที่ล้อมรอบอนุภาคต่อปริมาตรนั้นมีสัดส่วนที่สูง ดังนั้นจึงมีแรงดึงดูดที่มากพอที่จะเอาชนะแรงพัดพาจากน้ำ (Hydrodynamic Flows) ตาม Trajectory โมเดล (Fransaer *et al.*, 1992) และสามารถดึงดูดอนุภาคทั้งที่มีขนาดใหญ่และขนาดเล็กให้เข้ามายึดเกาะในชั้นฟิล์มได้ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองดังแสดงในภาพที่ 25 (g) และ (j) ในขณะเดียวกันการเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายย่อมส่งผลให้แรงอิเล็กโตรโฟรีติกต่อปริมาตรของอนุภาคนั้นมีค่าลดลงดังแสดงในภาพที่ 32 (b) ทำให้แรงที่ยึดเกาะอนุภาควัไว้ในชั้น Double Layer มีค่าลดลงส่งผลให้อนุภาคที่ยึดเกาะภายในชั้นฟิล์มมีเพียงอนุภาคขนาดเล็กซึ่งมีปริมาณไอออนต่อปริมาตรที่สูงเพียงพอที่จะเอาชนะแรงพัดพาจากน้ำได้ สอดคล้องกับผลการทดลองที่แสดงในภาพที่ 25 (i) และ (l) ซึ่งเมื่อเราพิจารณาปริมาตรที่เท่ากันเราจะพบว่า อนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะทำให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นเคลือบมีค่าเพิ่มสูงขึ้น ในขณะที่อนุภาคขนาดเล็กจะมีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้น

ฟิล์มที่ต่ำกว่า ดังนั้นการลดลงของขนาดอนุภาคที่เกิดจากแรงอิเล็กโตรโฟรีติกที่ลดลงจึงนำไปสู่สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มที่ลดลงอย่างต่อเนื่อง

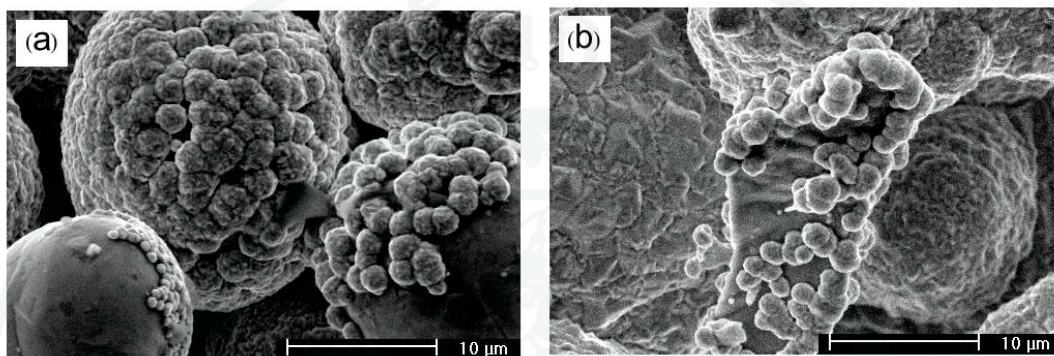
3. อิทธิพลของขนาดผงไทเทเนียมในสารละลายที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม

ผลการทดลองในทุกช่วงเงื่อนไขการทดลองแสดงให้เห็นผลที่สอดคล้องกันอย่างชัดเจนของอิทธิพลของขนาดผงไทเทเนียมในสารละลาย โดยพบว่าผงไทเทเนียมในสารละลายที่มีขนาดใหญ่ส่งผลให้ปริมาตรไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าสูงกว่ากรณีผงไทเทเนียมในสารละลายขนาดเล็ก ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวอ้างอิงอยู่บนสมมติฐานที่ว่า ในปริมาตรที่สนใจอนุภาคขนาดใหญ่จะมีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มที่สูงกว่าอนุภาคขนาดเล็ก โดยสามารถอธิบายได้ด้วยเหตุผลหลัก 3 ประการคือ 1 : อิทธิพลจากการตกตะกอนเนื่องจากขนาดอนุภาคที่ต่างกัน ซึ่งพบว่าโดยปกติแล้วอนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะมีความเร็วในการเคลื่อนตัวสู่ด้านล่างได้รวดเร็วกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก (Gibbs *et al.*, 1971) ด้วยเหตุผลดังกล่าวทำให้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่สามารถเคลื่อนตัวสู่ชั้น Double Layer และยึดเกาะเข้ากับชั้นฟิล์มได้ง่ายกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ประการที่ 2: ในน้ำหนักรวบรวมกันอนุภาคขนาดใหญ่มีพื้นที่ผิวที่น้อยกว่าอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งทำให้ปริมาณไอออนต่ออนุภาคของอนุภาคขนาดใหญ่มีค่าสูงกว่าอนุภาคขนาดเล็ก ทำให้มีแรงมากพอในการยึดเกาะและเอาชนะแรงพัดพาน้ำดังที่กล่าวไว้ข้างต้น ประการที่ 3: อนุภาคขนาดใหญ่มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรน้อยกว่าอนุภาคขนาดเล็ก ทำให้อนุภาคขนาดใหญ่ซึ่งถูกล้อมรอบด้วยนิกเกิลไอออนที่ยึดเกาะกับชั้นฟิล์มสำเร็จมีสัดส่วนของนิกเกิลไอออนต่อปริมาตรที่ต่ำ คือ มีสัดส่วนของไทเทเนียมสูงขึ้นนั่นเอง

4. ลักษณะพื้นผิว ปริมาตรรูพรุน ความหนาของชั้นฟิล์ม

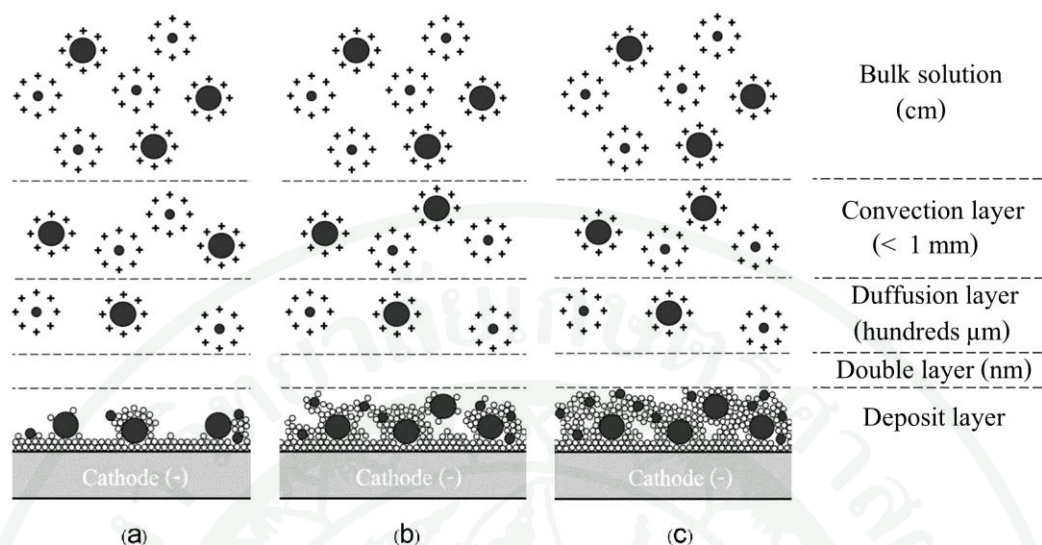
จากพฤติกรรมของผงไทเทเนียมที่เข้าไปยึดเกาะที่ผิวชั้นฟิล์ม ซึ่งผงไทเทเนียมนั้นสามารถนำไฟฟ้าได้ดี อนุภาคนี้อย่างยิ่งเป็นตำแหน่งในการเกิดนิวเคลียส (Nucleation Site) ที่ดีสำหรับอะตอมของนิกเกิล ดังแสดงให้เห็นในงานวิจัยเกี่ยวกับการสะสมทางไฟฟ้าแบบรวมก่อนหน้า (Panek and Budniok, 2007; Naploszek-Bilnik *et al.*, 2005; Liu and Chen, 2005; Naploszek-Bilnik *et al.*, 2004) และพบว่าอะตอมของนิกเกิลสามารถเกิดและโคบนอนุภาคที่นำไฟฟ้าได้รวดเร็วกว่าบนวัสดุพื้น เนื่องจากมีความหนาแน่นกระแสที่สูงกว่าพื้นที่ราบเรียบโดยรอบ ดังแสดงในภาพที่ 33 ทำให้เกิดเป็นชั้นนิกเกิลล้อมรอบผงไทเทเนียม โดยการเกิดฟิล์มสำหรับกรณีผงไทเทเนียมในสารละลายต่ำเช่นกรณีอนุภาคในสารละลาย 0.1 กรัมต่อลิตรนั้น พบว่าอนุภาคที่เข้ามาเกาะจะมีทั้ง

ขนาดใหญ่และขนาดเล็ก รวมถึงปริมาณอนุภาคที่มีอยู่น้อย ทำให้ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เกิดขึ้นไม่สม่ำเสมอ มีการเกาะเพียงบางตำแหน่ง และเกิดขึ้นในลักษณะสุ่ม จากปัจจัยดังกล่าวทำให้ฟิล์มที่ได้มีรูพรุนขนาดใหญ่เกิดขึ้นภายในชั้นฟิล์ม ซึ่งความไม่สม่ำเสมอของฟิล์มที่เกิดขึ้นนี้ยังส่งผลต่อความหนาของชั้นฟิล์มที่มีความแตกต่างกันที่มากในแต่ละตำแหน่งอีกด้วย



ภาพที่ 33 ภาพถ่ายพื้นผิวของฟิล์ม Ni-Ti แสดงให้เห็นการยึดเกาะของนิกเกิลบนผงไทเทเนียมของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 ด้วยปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 2 กรัมต่อลิตร ของอนุภาคขนาด -45 (a) และ -22 (b) ไมครอน

การเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายให้มากขึ้น เช่น กรณี 2 กรัมต่อลิตรนั้น พบว่าขนาดอนุภาคที่เกาะบนชั้นฟิล์มมีขนาดลดลง โดยเป็นการผสมระหว่างอนุภาคขนาดค่อนข้างใหญ่และอนุภาคขนาดเล็กจำนวนมากตลอดทั้งชั้นฟิล์ม โดยสำหรับอนุภาคขนาด -45 ไมครอนจะเห็นอย่างชัดเจนว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นยังคงมีรูพรุนสูง โดยเป็นการกระจายตัวของรูพรุนขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วชั้นฟิล์ม ซึ่งลักษณะดังกล่าวอาจมีสาเหตุจากการเกิดและติดอยู่ระหว่างชั้นนิกเกิลของไฮโดรเจนระหว่างการปลูกฟิล์มรวมทั้งอาจเกิดจากการยึดเกาะของผงไทเทเนียมอย่างต่อเนื่อง ก่อนการปลูกคลุมอย่างสมบูรณ์ของนิกเกิลรอบผงไทเทเนียมระหว่างการปลูกฟิล์ม ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างคอลัมน์นา (Columnar Structures) ดังแสดงในภาพที่ 25 ซึ่งเป็นลักษณะที่เกิดขึ้นทั่วไปในการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมของนิกเกิล (Panek and Budniok, 2007; Naploszek-Bilnik *et al.*, 2004; Naploszek-Bilnik *et al.*, 2005; Kubisztal *et al.*, 2007; Susan, 1997) ซึ่งโครงสร้างที่มีรูพรุนที่เกิดขึ้นนี้ทำให้ฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความหนาสูงกว่ากรณีอื่นๆอีกด้วย



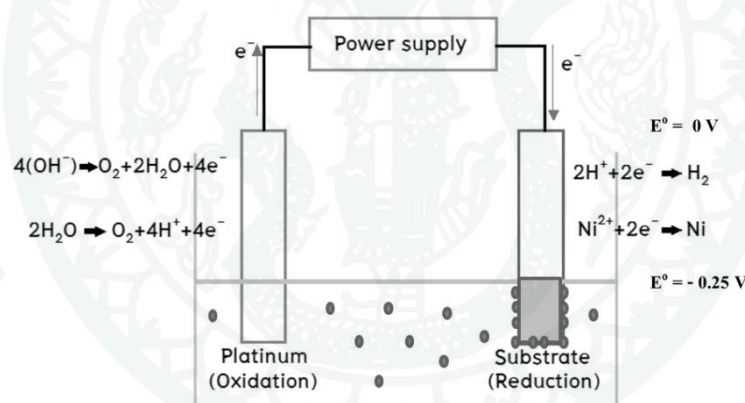
ภาพที่ 1 กลไกการโตของฟิล์มในระหว่างขั้นตอนการสะสมทางไฟฟ้าแบบรวม : (a) การโตของฟิล์มอย่างสม่ำเสมอในช่วงแรก, (b) การสะสมของอนุภาคอย่างต่อเนื่องซึ่งเกิดบนชั้นฟิล์มที่เกิดในช่วงแรก (c) ฟิล์มหนาที่มีช่องว่างกระจายอยู่ภายใน

สำหรับกรณีปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายสูงพบว่า ฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความสม่ำเสมอและมีความหนาแน่นมากขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากอนุภาคที่เข้าเกาะในกรณีนี้มีขนาดลดลง ทำให้ช่องว่างระหว่างอนุภาคแต่ละอนุภาคมีขนาดลดลงตามไปด้วย ส่งผลให้โอกาสในการเกาะของไฮโดรเจนระหว่างชั้นนิเกิลเกิดได้ยากขึ้น รวมถึงนิเกิลสามารถโตขึ้นเพื่อปกคลุมอนุภาคของไทเทเนียมได้อย่างรวดเร็วกว่ากรณีผงไทเทเนียมขนาดใหญ่ โครงสร้างที่ได้จึงมีรูพรุนภายในชั้นฟิล์มลดลง อย่างไรก็ตามการลดลงของรูพรุนทำให้ความหนาของชั้นงานมีค่าน้อยกว่ากรณีรูพรุนสูง

5. ประสิทธิภาพของนิเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม

ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายส่งผลโดยตรงต่อประสิทธิภาพของนิเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวม โดยพบว่าที่ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายน้อยกว่า 2 กรัมต่อลิตร ประสิทธิภาพของนิเกิลมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยก่อนหน้านี้ (Naploszek-Bilnik *et al.*, 2005) ที่อธิบายการเพิ่มขึ้นของค่าประสิทธิภาพของนิเกิลเมื่อเพิ่มปริมาณผงโลหะในสารละลาย ว่าเป็นผลมาจากการเข้ารับอิเล็กตรอนของไอออน

นิกเกิลที่ล้อมรอบผงไทเทเนียมซึ่งเสมือนว่าไม่มีชั้นของน้ำ (Hydrate Layer) เป็นตัวกั้น ทำให้การรับอิเล็กตรอนของไอออนนิกเกิลซึ่งล้อมรอบผงไทเทเนียมอยู่นั้นเกิดขึ้นได้ง่ายกว่าเข้ารับอิเล็กตรอนของไอออนนิกเกิลในสารละลาย นอกจากนี้ผงไทเทเนียมยังเป็นตำแหน่งที่เกิดนิวเคลียสได้ดังที่กล่าวไปแล้วข้างต้น ทำให้การเข้ารับอิเล็กตรอนของไอออนนิกเกิลอิสระและเกิดเป็นอะตอมนิกเกิลนั้นเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้ประสิทธิภาพของนิกเกิลมีค่าเพิ่มขึ้นอีกด้วย อย่างไรก็ตามการเพิ่มขึ้นของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายมากกว่า 2 กรัมต่อลิตรนั้นส่งผลให้แนวโน้มของประสิทธิภาพนิกเกิลลดลงอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายนั้นทำให้ปริมาณของไอออนนิกเกิลต่อหนึ่งอนุภาคของไทเทเนียมมีปริมาณลดลงอย่างต่อเนื่อง และส่งผลให้ปริมาณของไอออนนิกเกิลอิสระในสารละลายนั้นมีปริมาณลดลง ทำให้การเข้ารับอิเล็กตรอนของทั้งไอออนนิกเกิลที่ล้อมรอบผงไทเทเนียมและไอออนนิกเกิลอิสระที่อยู่ในสารละลายเกิดได้ลดลง ส่งผลประสิทธิภาพของนิกเกิลมีค่าลดลง



ภาพที่ 35 ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการไฟฟ้าเคมี

เป็นที่น่าสังเกตว่าประสิทธิภาพของนิกเกิลในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมมีค่าค่อนข้างต่ำในทุกเงื่อนไขในกระบวนการผลิต การลดลงของประสิทธิภาพนิกเกิลในกระบวนการผลิตสามารถอธิบายได้จากปฏิกริยาเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการไฟฟ้าเคมี ซึ่งพบว่าปฏิกริยารีดักชันที่เกิดขึ้นที่ขั้วแคโทดเป็นการแข่งขันกันในการรับอิเล็กตรอนระหว่างไอออนของนิกเกิลและโปรตอนในสารละลายดังแสดงในภาพที่ 35 โดยจะเห็นได้ว่าปฏิกริยารีดักชันของโปรตอนนั้นสามารถเกิดขึ้นได้ง่ายกว่าตามหลักอุณหพลศาสตร์ แต่โดยทั่วไปในกระบวนการผลิตทั่วไปนั้นไอออนของนิกเกิลจะมีความเข้มข้นสูงกว่าโปรตอน ทำ

ให้จลนพลศาสตร์ของนิเกิลไอออนเกิดได้รวดเร็วกว่า อย่างไรก็ตามในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมมีการเติมผงไทเทเนียมลงในสารละลาย ซึ่งอนุภาสดังกล่าวทำให้ปริมาณไอออนนิเกิลอิสระในสารละลายลดลงอย่างต่อเนื่องดังที่กล่าวข้างต้น ส่งผลให้ปฏิกิริยารีดักชันของโปรตอนเกิดได้มากขึ้น ในขณะที่ความสามารถในการแข่งขันของนิเกิลมีแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่อง นอกจากนี้งานวิจัยก่อนหน้านี้ของการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม (Panek *et al.*, 2003; Panek and Budniok, 2007) ได้ศึกษาพฤติกรรมของการเกิดไฮโดรเจนของชั้นเคลือบวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมและพบว่าชั้นเคลือบดังกล่าวสามารถกระตุ้นปฏิกิริยาการเกิดไฮโดรเจนได้เป็นอย่างดีอีกด้วย

6. อิทธิพลของกระบวนการทางความร้อนที่ส่งผลต่อชั้นฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียม

จากผลการทดลองพบว่าฟิล์มที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนเกิดการแปลงเฟสอย่างสมบูรณ์ โดยเกิดเป็นเฟสสารประกอบเชิงโลหะเช่น TiN, NiTi และ Ni₃Ti ขึ้นภายในชั้นฟิล์ม ซึ่งการแพร่ระหว่างอะตอมของนิเกิลและไทเทเนียมนั้นสามารถประมาณได้จากสมการการประมาณระยะทางของการแพร่ (Balluffi *et al.*, 2005)

$$x = 2\sqrt{Dt} \quad (1)$$

เมื่อ x คือ ระยะทางเฉลี่ยของการแพร่ (Mean Diffusion Length), D คือ ค่าสัมประสิทธิ์ของการแพร่, t คือระยะเวลาในการแพร่ โดยค่าสัมประสิทธิ์ของการแพร่ ซึ่งแปรผันตามอุณหภูมินั้นสามารถคำนวณได้จากสมการ (Balluffi *et al.*, 2005)

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

เมื่อ D_0 คือค่า Frequency Factor, Q คือ ค่าพลังงานก่อกัมมันต์, R คือค่าคงที่ของแก๊ส และ T คืออุณหภูมิในการแพร่ ซึ่งจากงานวิจัยก่อนหน้านี้ (Jung *et al.*, 1992) พบว่าค่า Q และ D_0 ของการแพร่ระหว่างนิเกิลและไทเทเนียมมีค่า 275×10^3 kJ/mol และ 4.1×10^{-4} m²/s ตามลำดับ ดังนั้นค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ 1100 °C จะมีค่าเท่ากับ 1.41×10^{-14} m²/s

จะเห็นได้ว่าผงไทเทเนียมขนาดใหญ่คือ -45 ไมครอน จะมีระยะทางในการแพร่จริงคือ 22.5 ไมครอน ซึ่งจากการคำนวณพบว่าที่ 1100 °C นั้นต้องอาศัยระยะเวลาในการแพร่ประมาณ 2.5 ชั่วโมง ดังนั้นในการทดลองจริงซึ่งผ่านกระบวนการทางความร้อนที่ 1100 °C เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง ทำให้การแพร่ระหว่างอะตอมของนิกเกิลและไทเทเนียมนั้นเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ดังเห็นได้จากเฟสภายหลังกระบวนการทางความร้อนซึ่งประกอบด้วยสารประกอบเชิงโลหะหรือสารละลายเชิงโลหะเป็นเฟสหลักเท่านั้น โดยจากการวิเคราะห์ภาพตัวอย่างชิ้นที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนด้วยโปรแกรมวิเคราะห์ภาพ(Image J) พบว่าสำหรับกรณีของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม ซึ่งมีสัดส่วนของไทเทเนียมก่อนการเผาประมาณ 40 at. % นั้นมีสัดส่วนของเฟส Ni_3Ti 27.4 % เฟส NiTi 25% เฟส NiTi_2 10 % และเฟส TiN 37.5 % ในขณะที่กรณีของฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม ซึ่งมีสัดส่วนของไทเทเนียมก่อนการเผาประมาณ 20 at. % นั้นมีสัดส่วนของเฟส สารละลายเชิงโลหะ 87.7 % และเฟส TiN 12.3 %

ตารางที่ 3 สัดส่วนของเฟสจากโปรแกรมวิเคราะห์ภาพ

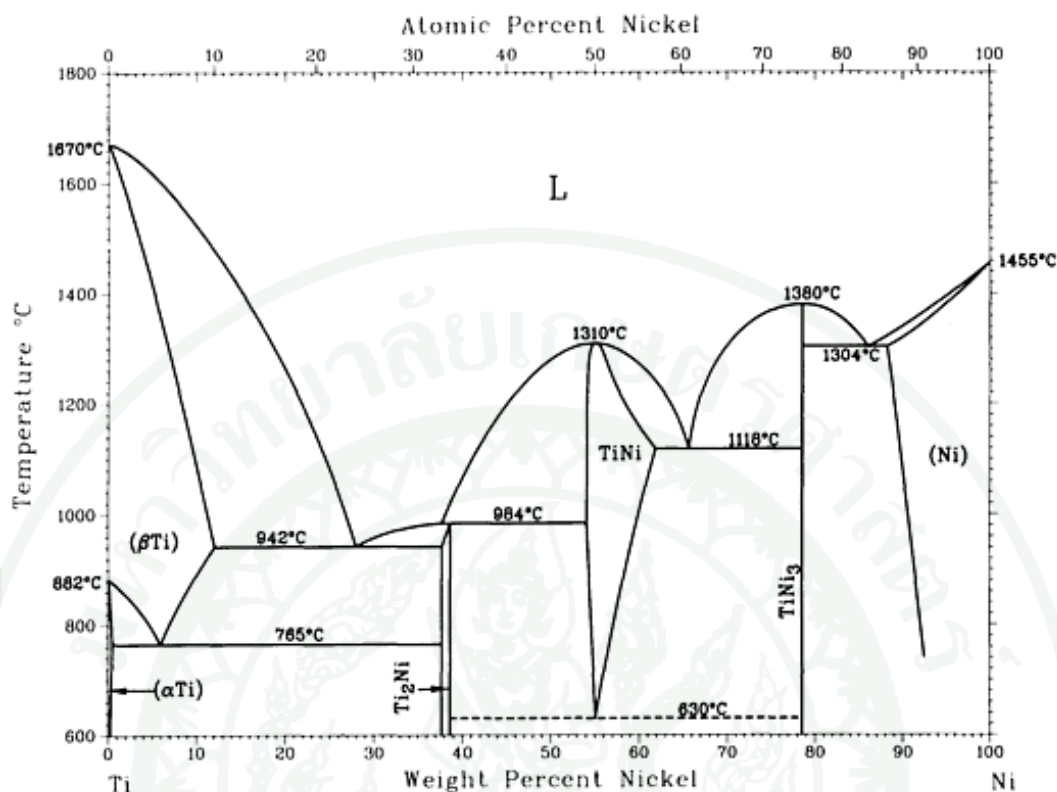
เฟส	สัดส่วนของเฟส (%)	
	- 45 ไมครอน	- 22 ไมครอน
TiN	37	12
NiTi ₂	10	-
NiTi	25	-
Ni ₃ Ti	27	-
Ni (Solid Solution)	-	87

อย่างไรก็ตามจากการคำนวณสัดส่วนของเฟสตามแผนภูมิเฟสนิกเกิลไทเทเนียมดังแสดงในภาพที่ 36 ด้วยกฎของคานดังสมการที่ 3 (Rethwisch and Callister, 2010)

$$W_a = \frac{C_b - C_0}{C_b - C_a} \quad (3)$$

เมื่อกำหนดให้ W_a คือ สัดส่วนของเฟส a, C_a คือ องค์ประกอบทางเคมีของเฟส a, C_b คือ องค์ประกอบทางเคมีของเฟส b, และ C_0 คือ องค์ประกอบทางเคมีที่สนใจ พบว่าที่สัดส่วนของไทเทเนียมประมาณ 40 at. % ดังแสดงในภาพที่ 35 มีสัดส่วนของเฟส NiTi ประมาณ 83% และ

สัดส่วนของเฟส Ni_3Ti 17 % และที่สัดส่วนของไทเทเนียมประมาณ 20 at. % มีสัดส่วนของเฟส Ni_3Ti 60 % และสัดส่วนของเฟสสารละลายเชิงโลหะประมาณ 40 % โดยจะเห็นได้ว่าเฟส TiN ซึ่งอาจเกิดจากการทำปฏิกิริยาของไทเทเนียมและไนโตรเจนที่หลงเหลืออยู่ภายในบรรยากาศระหว่างกระบวนการทางความร้อนและเฟส NiTi_2 ที่เหลือภายในชั้นฟิล์มเป็นจำนวนมากนั้น อาจเป็นสาเหตุหลักของการลดลงของสัดส่วนของไทเทเนียมภายในชั้นฟิล์ม ส่งผลให้สัดส่วนของเฟสที่เกิดขึ้นมีความแตกต่างจากแผนภูมิเฟส โดยเห็นได้จากสัดส่วนของเฟส NiTi ซึ่งมีค่าน้อยลงสำหรับกรณีชั้นฟิล์มที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มก่อนการเผา 40 at. % หรือการไม่ปรากฏของเฟส Ni_3Ti สำหรับกรณีชั้นฟิล์มที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มก่อนการเผา 20 at. % ซึ่งการแก้ปัญหาการเกิดเฟส TiN และ NiTi_2 นั้นสามารถทำได้โดยการควบคุมสภาพบรรยากาศในระหว่างการเผาให้ดีขึ้น โดยอาจเลือกใช้เตาสู่ญญากาศเพื่อลดปริมาณก๊าซไนโตรเจนภายในระบบ รวมถึงอาจเพิ่มระยะเวลาในกระบวนการทางความร้อน เพื่อให้อะตอมของนิกเกิลและไทเทเนียมเกิดการแพร่ และเกิดเฟสที่เป็นเนื้อเดียวกันทั่วทั้งชั้นฟิล์ม อย่างไรก็ตามการเกิดขึ้นของเฟสนิกเกิลไทเทเนียมภายในชั้นฟิล์มภายหลังกระบวนการทางความร้อนทำให้เห็นว่า ฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมสามารถปลูกขึ้นได้จากการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมและกระบวนการทางความร้อนที่เหมาะสม (Whitney *et al.*, 2009; Cluff *et al.*, 2010) โดยจำเป็นต้องมีการศึกษาพัฒนาเพื่อเพิ่มและควบคุมสัดส่วนของไทเทเนียมให้อยู่ในช่วง 50 at.% เพื่อให้เกิดฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่มีความบริสุทธิ์ต่อไป



ภาพที่ 2 แผนภาพเฟสของนิกเกิลไทเทเนียม

ที่มา: Whitney et al. (2009)

7. ภาพรวมของการพัฒนาการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมเพื่อการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

ผลการวิจัยข้างต้นแสดงให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการพัฒนากระบวนการปลูกฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม โดยจะเห็นได้ว่าฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมบัติของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อน ซึ่งสามารถควบคุมทั้งสมบัติทางเคมีและลักษณะของชั้นฟิล์มให้มีความหลากหลายและมีขั้นตอนการผลิตที่ไม่ซับซ้อน ในขณะที่เดียวกันยังเป็นกระบวนการที่มีข้อได้เปรียบกระบวนการขึ้นรูปโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมซึ่งมีอยู่ในปัจจุบันหลายประการดังแสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ตารางเปรียบเทียบกระบวนการผลิตโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม

	กระบวนการ หล่อ	กระบวนการ PVD	กระบวนการ ขึ้นรูปเชิงผง	การสะสม ทางไฟฟ้า เคมีแบบร่วม
ต้นทุนวัตถุดิบ	ต่ำ	สูง	ปานกลาง	ต่ำ
ต้นทุนอุปกรณ์	ต่ำ	สูงมาก	สูง	ต่ำ
อุณหภูมิการผลิต	สูงมาก	ต่ำ	ต่ำ	ต่ำ
พลังงานที่ใช้ในการผลิต	สูง	สูง	ปานกลาง	ต่ำ
บรรยากาศการผลิต	อากาศ	สุญญากาศ	อากาศ	อากาศ
ระยะเวลาการผลิต	เร็ว	นานมาก	ปานกลาง	เร็ว
อุณหภูมิของกระบวนการ ทางความร้อน	-	ปานกลาง	สูง	สูง
บรรยากาศในกระบวนการ ทางความร้อน	-	สุญญากาศ	สุญญากาศ	สุญญากาศ
ขนาดของชิ้นงาน	เซนติเมตร	นาโน	มิลลิเมตร	ไมครอน
		และ ไมครอน	และ เซนติเมตร	และ มิลลิเมตร
รูปร่างชิ้นงาน	3 มิติ	2 มิติ	3 มิติ	2 และ 3 มิติ
ปริมาณสุพูน	ต่ำ	-	ควบคุมได้	ควบคุมได้

จะเห็นได้ว่ากระบวนการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมเป็นกระบวนการที่มีความโดดเด่น เพราะเป็นกระบวนการที่มีต้นทุนในการผลิตต่ำ เนื่องจากเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้มีราคาถูก โดยอาศัยเพียงอุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีทั่วไป นอกจากนี้ยังเป็นกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิในการผลิตต่ำ และสามารถดำเนินการได้ในบรรยากาศปกติ โดยใช้ระยะเวลาในการผลิตไม่นาน นอกจากนี้การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมยังมีจุดเด่นในการผลิตในด้านขนาดของชิ้นงาน เนื่องจากกระบวนการหล่อและกระบวนการขึ้น

รูปแบบผงมีข้อจำกัดในด้านขนาดในการขึ้นรูปชิ้นงานซึ่งมีขนาดเล็กสุดในระดับมิลลิเมตร ในขณะที่การปลูกฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมสามารถขึ้นรูปฟิล์มที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตรเท่านั้น เนื่องจากความหนาของฟิล์มที่ปลูกด้วยกระบวนการ PVD ส่วนใหญ่นั้นได้มีค่าประมาณ 1-10 ไมครอนต่อชั่วโมง (B. Winzek *et al.*, 2004) ทำให้การผลิตชิ้นงานที่มีความหนาหลายร้อยไมครอนนั้นต้องใช้ระยะเวลาในการผลิตที่นาน ในขณะที่การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมสามารถปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่มีความหนาในระดับร้อยไมครอนได้ในระยะเวลาประมาณหนึ่งชั่วโมงเท่านั้น ข้อได้เปรียบดังกล่าวถือเป็นการเติมเต็มช่องว่างของความสามารถในกระบวนการผลิตปัจจุบันได้เป็นอย่างดี

นอกจากนี้การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมยังสามารถผลิตชิ้นงานซึ่งมีรูปทรงสูงได้เช่นเดียวกับกระบวนการขึ้นรูปเชิงผง ซึ่งในอดีตความได้เปรียบด้านปริมาณรูปทรงนั้นสร้างความโดดเด่นให้กระบวนการขึ้นรูปโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมด้วยกรรมวิธีเชิงผงเป็นอย่างมาก เนื่องจากกระบวนการหล่อขึ้นรูปสามารถมีปริมาณรูปทรงในชิ้นงานได้เพียง 1-3 % เท่านั้น (Biesiekierski *et al.*, 2012) ในขณะที่กระบวนการ PVD นั้นไม่สามารถใช้ผลิตชิ้นงานที่มีรูปทรงสูงได้ ทำให้กระบวนการขึ้นรูปเชิงผงถูกใช้งานในการผลิตวัสดุทางการแพทย์อย่างแพร่หลาย ซึ่งความสามารถในการผลิตโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่มีรูปทรงสูงของกระบวนการสะสมทางไฟฟ้าแบบร่วมนั้น ถือเป็นการสร้างมิติใหม่สำหรับกระบวนการผลิตเพื่อประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ในศัลยกรรมกระดูกที่เนื้อเยื่อสามารถเจริญเติบโตบนวัสดุที่มีรูปทรง (Duerig *et al.*, 1999; Morgan, 2004) ได้เป็นอย่างดี โดยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมยังสามารถควบคุมปริมาณรูปทรงได้ด้วยเงื่อนไขในกระบวนการผลิตโดยไม่จำเป็นต้องอาศัยสารเติมแต่ง ทำให้มีต้นทุนด้านวัตถุดิบในการผลิตชิ้นงานที่มีรูปทรงที่ต่ำกว่ากระบวนการขึ้นรูปเชิงผงอีกด้วย

อย่างไรก็ตามการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมสำหรับการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมยังเป็นกระบวนการที่ต้องการการศึกษาและพัฒนาอย่างต่อเนื่อง เพื่อควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมให้มีสัดส่วนตามต้องการ เนื่องจากงานวิจัยก่อนหน้าของกระบวนการผลิตโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม (Cluff and Corbin, 2010; Schüller *et al.*, 2004) แสดงให้เห็นว่าสัดส่วนทางเคมีของนิกเกิลไทเทเนียมมีความสำคัญและเป็นตัวกำหนดสมบัติและอุณหภูมิในการแปลงเฟสของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมเป็นอย่างมาก ซึ่งในกระบวนการผลิตปกติจะควบคุมสัดส่วนทางเคมีของนิกเกิลและไทเทเนียมให้อยู่ในช่วงประมาณ 49-52 at.% โดยขึ้นอยู่กับรูปแบบการใช้งานและอุณหภูมิการแปลงเฟสที่ต้องการ สำหรับ

เทคนิคในการควบคุมและเพิ่มปริมาณผงไทเทเนียมในการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมที่มี การศึกษาและพัฒนาในปัจจุบันคือ การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมซึ่งใช้การตกตะกอน (Sediment Codeposition) ซึ่งพบว่าสามารถเพิ่มปริมาณผงอนุภาคในชั้นฟิล์มวัสดุประกอบได้ใน หลายระบบ (Liu and Chen, 2005; Feng *et al.*, 2008; Pushpavanam *et al.*, 2007) และกระบวนการ ปลุกฟิล์มด้วยไฟฟ้ากระแสสลับ (Pulse Codeposition) (Boonyongmaneerat *et al.*, 2010) ซึ่ง สามารถใช้ควบคุมปริมาณอนุภาคในชั้นฟิล์มและควบคุมลักษณะของฟิล์มได้เป็นอย่างดีและอาจ นำไปสู่การพัฒนาและผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมที่มีรูพรุนต่ำซึ่งเหมาะสำหรับใช้งานใน ระบบเครื่องกลไฟฟ้าจุลภาค (Winzek *et al.*, 2004; Fu, 2004) ต่อไปในอนาคต

สรุปและข้อเสนอแนะ

สรุป

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาและพัฒนากระบวนการปลูกฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม โดยมีจุดมุ่งหมายในการปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม 50 at. % และนำฟิล์มที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนเพื่อให้เกิดเฟสของ NiTi ซึ่งจากการทดลองปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วม โดยศึกษาอิทธิพลของขนาดผง -22 และ -45 ไมครอน ที่ความหนาแน่นกระแสในช่วง 100 - 250 mA/cm² โดยใช้ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย 0.6 - 30 กรัมต่อลิตร พบว่าปริมาณผงและขนาดผงไทเทเนียมในสารละลายเป็นปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม ในขณะที่อิทธิพลของความหนาแน่นกระแสมีแนวโน้มที่ไม่ชัดเจนมากนัก

1. ปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย มีผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมและลักษณะของชั้นฟิล์ม เนื่องจากปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายนั้นส่งผลต่อขนาดเฉลี่ยของผงไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม กล่าวคือ สำหรับปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลายน้อยนั้นพบว่า อนุภาคที่เกาะบนฟิล์มมีขนาดใหญ่และเล็กระบายตัวแบบสุ่ม ทำให้ฟิล์มมีความไม่สม่ำเสมอ และมีปริมาณรูพรุนสูง ซึ่งจำนวนของผงไทเทเนียมในสารละลายที่น้อยส่งผลให้สัดส่วนของไทเทเนียมมีค่าน้อยด้วย ในขณะที่การเพิ่มขึ้นของปริมาณผงในสารละลายทำให้ขนาดของอนุภาคในฟิล์มลดลงอย่างต่อเนื่อง โดยสำหรับกรณีผงไทเทเนียมในสารละลายปริมาณปานกลางพบว่า ฟิล์มที่เกิดมีการกระจายตัวของอนุภาคทั้งขนาดปานกลางและเล็กจำนวนมาก โดยมีรูพรุนเกิดขึ้นชั้นฟิล์ม เกิดเป็นโครงสร้างนอกลูตาขึ้น ซึ่งฟิล์มที่มีลักษณะดังกล่าวมีสัดส่วนของไทเทเนียมสูงกว่าในกรณีอื่นๆ อย่างไรก็ตามการเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องและมากเกินไปของปริมาณผงไทเทเนียมในสารละลาย สามารถทำให้ฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความหนาแน่นสูง และมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดี แต่อนุภาคส่วนใหญ่เป็นอนุภาคขนาดเล็ก ทำให้ฟิล์มที่ได้มีสัดส่วนของไทเทเนียมในปริมาณต่ำกว่าในกรณีอื่นๆ

2. ขนาดผงไทเทเนียมในสารละลายมีผลต่อสัดส่วนของไทเทเนียมและลักษณะของชั้นฟิล์ม โดยพบว่าผงขนาดใหญ่ส่งผลให้ปริมาณไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าสูงกว่ากรณีผงไทเทเนียมขนาดเล็ก เนื่องจากในปริมาตรที่สนใจผงขนาดใหญ่จะมีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มที่สูงกว่าอนุภาคขนาดเล็ก โดยสามารถอธิบายได้ด้วยเหตุผลหลัก คือ 1. อนุภาคขนาดใหญ่เกิดจากการ

ตกตะกอนที่รวดเร็วทำให้ยึดเกาะกับชั้นฟิล์มได้ง่าย 2. สัดส่วนนิกเกิลไอออนที่ผิวต่อปริมาณของอนุภาคนาโนใหญ่มีค่าน้อย ทำให้สัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์มมีค่าสูง นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณรูพรุนในชั้นฟิล์มมีค่าลดลงตามขนาดของผงไทเทเนียมที่ลดลง

3. ฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่มีสัดส่วนของไทเทเนียมในชั้นฟิล์ม 40 at.% ซึ่งผ่านกระบวนการทางความร้อนแบบสองขั้นตอนภายใต้บรรยากาศอาร์กอน โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก 700 ถึง 900 °C ด้วยอัตรา 2 องศาต่อนาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิจาก 900 ไปที่ 1100 °C ด้วยอัตรา 10 องศาต่อนาที และทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงพบว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นประกอบด้วยเฟสของ Ni_3Ti และ NiTi ซึ่งสอดคล้องกับแผนภูมิเฟสของโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม และพบเฟสของ TiN ที่อาจเกิดจากการทำปฏิกิริยาของไทเทเนียมกับแก๊สไนโตรเจนที่เหลืออยู่ภายในเตาระหว่างกระบวนการทางความร้อน และเป็นสาเหตุที่ทำให้เฟส NiTi มีสัดส่วนลดลง อย่างไรก็ตามเฟส NiTi ที่เกิดขึ้นแสดงให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการปลูกฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียม ด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมและกระบวนการทางความร้อนที่เหมาะสม

4. กระบวนการผลิตฟิล์มโลหะผสมนิกเกิลไทเทเนียมด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมและกระบวนการทางความร้อนเป็นกระบวนการที่มีความโดดเด่น เพราะเป็นกระบวนการที่ใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้มีราคาถูก สามารถดำเนินการได้ในบรรยากาศปกติ โดยใช้ระยะเวลาในการผลิตไม่นาน สามารถผลิตชิ้นงานที่มีความหนาหลายร้อยไมครอน ซึ่งถือเป็นการเติมเต็มช่องว่างของความสามารถในกระบวนการผลิตปัจจุบันได้เป็นอย่างดี นอกจากนี้ยังสามารถผลิตชิ้นงานซึ่งมีรูพรุนสูงได้ เช่นเดียวกับกระบวนการขึ้นรูปเชิงผง ถือเป็นการสร้างมิติใหม่สำหรับกระบวนการผลิตเพื่อประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ในศัลยกรรมกระดูกที่เนื้อเยื่อสามารถเจริญเติบโตบนวัสดุที่มีรูพรุน โดยต้องการการศึกษาและพัฒนาอย่างต่อเนื่อง เพื่อควบคุมองค์ประกอบทางเคมี ปริมาณรูพรุน และลักษณะของฟิล์มให้เป็นตามที่ต้องการ

ข้อเสนอแนะ

จะเห็นได้ว่าอุปสรรคหลักในการปลูกฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมด้วยการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมคือสัดส่วนของไทเทเนียมที่ยังต่ำกว่า 50 at.% ซึ่งจำเป็นต้องได้รับการพัฒนาต่อไป โดยคณะผู้วิจัยพบว่าเทคนิคที่มีความเป็นไปได้ที่จะสามารถช่วยในกระบวนการปลูกฟิล์มให้มีสัดส่วนของไทเทเนียมสูงขึ้นได้คือ การสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบร่วมซึ่งใช้การตกตะกอน

(Sediment Codeposition) และกระบวนการปลูกฟิล์มด้วยไฟฟ้ากระแสสลับ (Pulse Codeposition) โดยการใช้ไฟฟ้ากระแสสลับถือเป็นกระบวนการที่น่าสนใจและมีการศึกษาอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถควบคุมปริมาณสัดส่วนทางเคมีได้ดีในหลายระบบ รวมถึงสามารถควบคุมลักษณะของฟิล์มที่ปลูกขึ้นได้เป็นอย่างดีอีกด้วย

วัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์เป็นวัสดุพื้นที่สามารถลอกแผ่นฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมออกไซด์ แต่มีข้อจำกัดทางด้านราคา และเป็นวัสดุที่หาได้ยาก นอกจากนี้ระหว่างการลอกฟิล์มด้วยแรงทางกลอาจทำให้เกิดความเสียหายกับฟิล์มที่ปลูกได้ ซึ่งการใช้วัสดุที่หาได้ง่ายและมีราคาถูก เช่น ทองแดงเป็นวัสดุพื้น และเลือกใช้สารเคมีที่สามารถกัดวัสดุออกโดยไม่ส่งผลต่อฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมเป็นทางเลือกที่เหมาะสมสำหรับการพัฒนากระบวนการผลิตต่อไปในอนาคต

งานวิจัยนี้ได้สร้างองค์ความรู้และความเข้าใจที่สำคัญต่อการศึกษาและพัฒนาการสะสมทางไฟฟ้าเคมีแบบรวมได้เป็นอย่างดี อย่างไรก็ตามอิทธิพลของเงื่อนไขในกระบวนการผลิตหลายประการ เช่น ความเข้มข้นของสารละลายนิกเกิลอิเล็กโตรไลต์ ตำแหน่งของขั้วแคโทดในสารละลาย pH ของสารละลาย และอุณหภูมิของสารละลาย เป็นสิ่งที่จำเป็นต้องทำการศึกษาวิจัยต่อไป

เอกสารและสิ่งอ้างอิง

- Andijani, I.N., S. Ahmad and A.U. Malik. 2000. Corrosion behavior of titanium metal in the presence of inhibited sulfuric acid at 50°C. **Desalination** 129(1): 45–51
- Balluffi, R.W., S.M. Allen, W.C. Carter. 2005. **Kinetics of Materials**. John Wiley & Sons, Inc., United States of America.
- Bellouard. Y. 2008. Shape memory alloys for microsystems: A review from a material research perspective. **Materials Science and Engineering A** 481-482: 582-589.
- Biesiekierski, A., J. Wang, M. Abdel-Hady Gepreel and C. Wen. 2012. A new look at biomedical Ti-based shape memory alloys. **Acta Biomaterialia** 8(5): 1661–1669.
- Boonyongmaneerat, Y., K. Saengkiattiyut, S. Saenapitak and S. Sangsuk. 2010. Pulse co-electrodeposition and characterization of NiW WC composite coatings. **Journal of Alloys and Compounds** 506(1): 151–154.
- Borkar, T. and S.P. Harimkar. 2011. Effect of electrodeposition conditions and reinforcement content on microstructure and tribological properties of nickel composite coatings. **Surface and Coatings Technology** 205(17-18): 4124–4134.
- Castro, A.T., E.L. Cuéllar, U.O. Méndez and M.J. Yacamán. 2008. Crystal structure of TiNi nanoparticles obtained by Ar ion beam deposition. **Materials Science and Engineering: A** 481–482(0): 476–478.
- Cluff, D. and S.F. Corbin. 2010. The influence of Ni powder size, compact composition and sintering profile on the shape memory transformation and tensile behaviour of NiTi. **Intermetallics** 18(8): 1480–1490.

Duerig, T., A. Pelton, and D. Stöckel. 1999. An overview of nitinol medical applications.

Materials Science and Engineering A 273-275: 149-160.

Feng, Q., T. Li, H. Yue, K. Qi, F. Bai and J. Jin. 2008. Preparation and characterization of nickel nano-Al₂O₃ composite coatings by sediment co-deposition. **Applied Surface Science** 254(8): 2262–2268.

Fransaer, J., J. P. Celis and J. R. Roos. 1992. Analysis of the Electrolytic Codeposition of Non-Brownian Particles with Metals. **Journal of The Electrochemical Society** 139(2): 413–425.

Fu, Y. 2004. TiNi-based thin films in MEMS applications: a review. **Sensors and Actuators A: Physical** 112(2-3): 395–408.

Gibbs, R.J., M.D. Matthews, and D.A. Link. 1971. The relationship between sphere size and settling velocity. **Journal of Sedimentary Research** 41(1): 7–18.

Jung, S.B., T. Yamane, Y. Minamino, K. Hirao, H. Araki and S. Saji. 1992. Interdiffusion and its size effect in nickel solid solutions of Ni-Co, Ni-Cr and Ni-Ti systems. **Journal of Materials Science Letters** 11(20): 1333–1337.

Kim, C.O., S.Y. Hong, M. Kim, S.M. Park and J.W. Park. 2004. Modification of indium–tin oxide (ITO) glass with aziridine provides a surface of high amine density. **Journal of Colloid and Interface Science** 277(2): 499–504.

Krýsa, J., R. Mráz and I. Roušar. 1997. Corrosion rate of titanium in H₂SO₄. **Materials Chemistry and Physics** 48(1): 64–67.

- Kubiszta, J., A. Budniok and A. Lasia. 2007. Study of the hydrogen evolution reaction on nickel-based composite coatings containing molybdenum powder. **International Journal of Hydrogen Energy** 32(9): 1211–1218.
- Lee, H.M., S.K. Mahapatra, J.K. Anthony, F. Rotermund and C.K. Kim. 2009. Effect of the titanium ion concentration on electrodeposition of nanostructured TiNi films. **Journal of Materials Science** 44: 3731–3735.
- Li, Y., J. Xiong, C.S. Wong, P.D. Hodgson and C. Wen. 2009. Ti6Ta4Sn Alloy and Subsequent Scaffolding for Bone Tissue Engineering. **Tissue Engineering Part A** 15(10): 3151–3159.
- Liu, H. and W. Chen. 2005. Electrodeposited Ni–Al composite coatings with high Al content by sediment co-deposition. **Surface and Coatings Technology** 191(2-3): 341–350.
- Low, C.T.J., R.G.A. Wills and F.C. Walsh. 2006. Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit. **Surface and Coatings Technology** 201(1-2): 371–383.
- Morgan, N.B. 2004. Medical shape memory alloy applications—the market and its products. **Materials Science and Engineering: A** 378(1–2): 16–23.
- Mukhopadhyay, I., C.L. Aravinda, D. Borissov and W. Freyland. 2005. Electrodeposition of Ti from TiCl_4 in the ionic liquid 1-methyl-3-butyl-imidazolium bis (trifluoro methyl sulfone) imide at room temperature: study on phase formation by in situ electrochemical scanning tunneling microscopy. **Electrochimica Acta** 50(6): 1275–1281.
- Naploszek-Bilnik, I., A. Budniok, B. Losiewicz, L. Pajak and E. Lagiewka. 2005. Electrodeposition of composite Ni-based coatings with the addition of Ti or/and Al particles. **Thin Solid Films** 474(1-2): 146–153.

Naploszek-Bilnik, I., A. Budniok and E. Lagiewka. 2004. Electrolytic production and heat-treatment of Ni-based composite layers containing intermetallic phases. **Journal of Alloys and Compounds** 382(1-2): 54–60.

Panek, J., A. Serek, A. Budniok, E. Rówinski, and E. Lagiewka. 2003. Ni+Ti composite layers as cathode materials for electrolytic hydrogen evolution. **International Journal of Hydrogen Energy** 28(2): 169–175.

Panek, J. and A. Budniok. 2007. Production and electrochemical characterization of Ni-based composite coatings containing titanium, vanadium or molybdenum powders. **Surface and Coatings Technology** 201(14): 6478–6483.

Pushpavanam, M., H. Manikandan and K. Ramanathan. 2007. Preparation and characterization of nickel–cobalt–diamond electro-composites by sediment co-deposition. **Surface and Coatings Technology** 201(14): 6372–6379.

Rethwisch, D.G. and W.D. Callister 2010. **Materials Science and Engineering: An Introduction** 8th ed. John Wiley & Sons, Inc., United States of America.

Schüller, E., M. Bram, H P. Buchkremer and D. Stöver. 2004. Phase transformation temperatures for NiTi alloys prepared by powder metallurgical processes. **Materials Science and Engineering: A** 378(1–2): 165–169.

Serek, A. and A. Budniok. 2003. Electrodeposition and thermal treatment of nickel layers containing titanium. **Journal of Alloys and Compounds** 352(1-2): 290–295.

Silverman, D.C. 1986. Derivation and Application of EMF-pH Diagrams, Electrochemical Techniques for Corrosion Engineers. **National Association of Corrosion Engineers**.

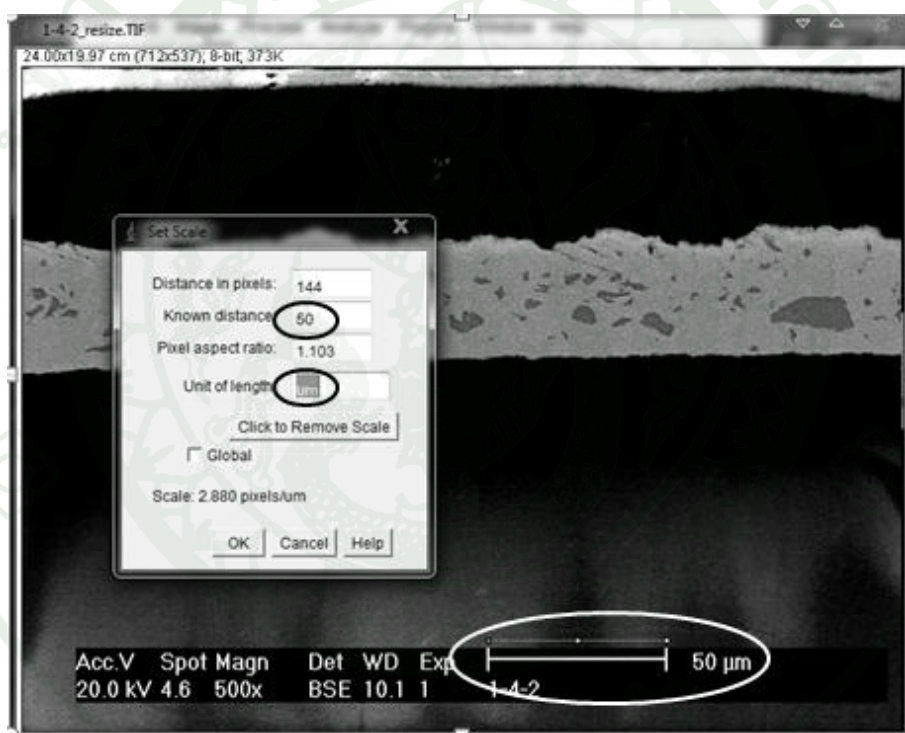
- Sohrabi, A., A. Dolati, M. Ghorbani, A. Monfared and P. Stroeve. 2010. Nanomechanical properties of functionally graded composite coatings: Electrodeposited nickel dispersions containing silicon micro- and nanoparticles. **Materials Chemistry and Physics** 121(3): 497–505.
- Susan, D.F., K. Barmak and A.R. Marder. 1997. Electrodeposited NiAl particle composite coatings. **Thin Solid Films** 307(1-2): 133–140.
- Tan, L., and W. C. Crone. 2002. Surface characterization of NiTi modified by plasma source ion implantation. **Acta Materialia** 50(18): 4449–4460.
- Vaufrey, D., M.B. Khalifa, M.P. Besland, J. Tardy, C. Sandu, M.G. Blanchin and J.A. Roger. 2002. Electrical and optical characteristics of indium tin oxide thin films deposited by cathodic sputtering for top emitting organic electroluminescent devices. **Materials Science and Engineering: C** 21(1–2): 265–271.
- Whitney, M., S.F. Corbin and R.B. Gorbett. 2009. Investigation of the influence of Ni powder size on microstructural evolution and the thermal explosion combustion synthesis of NiTi. **Intermetallics** 17(11): 894–906.
- Winzek, B., S. Schmitz, H. Rumpf, T. Sterzl, R. Hassdorf, S. Thienhaus, J. Feydt, M. Moske and E. Quandt. 2004. Recent developments in shape memory thin film technology. **Materials Science and Engineering A** 378(1-2): 40-46.
- Zhang, N., P.B. Khosrovabadi, J.H. Lindenhovius, and B.H. Kolster. 1992. TiNi shape memory alloys prepared by normal sintering. **Materials Science and Engineering: A** 150(2): 263–270.





ความหนาของชั้นฟิล์มในงานวิจัยนี้วัดด้วยโปรแกรม ImageJ โดยใช้ภาพถ่าย SEM ในโหมด BSE จำนวน 3 ภาพ วิเคราะห์ภาพละ 5 ตำแหน่ง โดยมีวิธีการวัดดังนี้

1. เปิดโปรแกรม ImageJ เลือกคำสั่ง File > Open เพื่อเปิดภาพที่ต้องการวัดความหนา
2. Calibrate ระยะทางในภาพ โดยเลือกเครื่องมือ Straight และลากทับให้พอดีกับ Scale bar ในภาพถ่าย จากนั้นเลือกคำสั่ง Analyze > Set Scale แล้วใส่ระยะทางในภาพที่ทราบในช่อง Know distance และใส่หน่วยของความยาวในช่อง Unit of length ดังแสดงในภาพผนวก ก1



ภาพผนวกที่ ก1 วิธีการ Calibrate ระยะทางในภาพจากโปรแกรม ImageJ

3. เลือกเครื่องมือ Straight ลากเส้นตรงเพื่อวัดความหนาของชั้นฟิล์มในตำแหน่งที่ต้องการ แล้วกดคำสั่ง Analyze > Measure
4. หน้าต่าง Result จะแสดงค่าความหนาของชั้นฟิล์มที่วัดได้ในช่อง Length ดังแสดงในภาพผนวก ก2



ภาพผนวกที่ ก2 วิธีวัดความหนาชั้นฟิล์มและค่าที่ได้จากการวัด

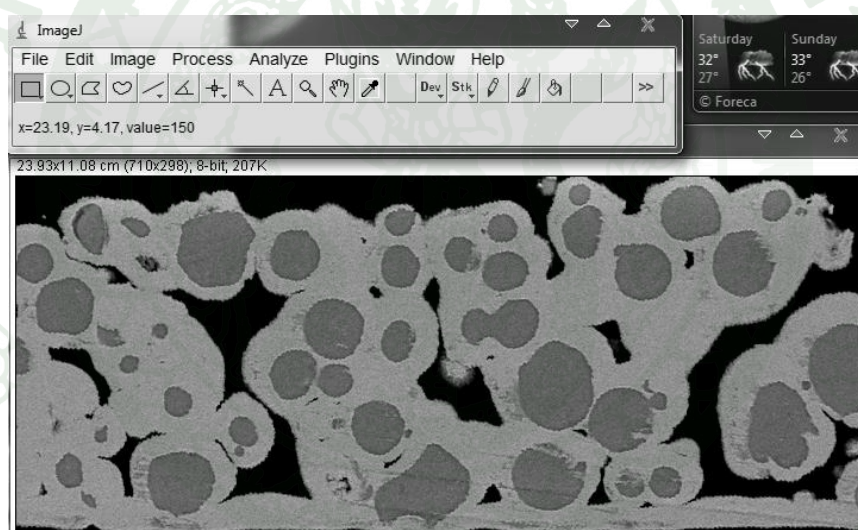
5. วัดความหนาของชิ้นงานภาพละ 5 ตำแหน่ง โดยให้แต่ละตำแหน่งที่วัดแบ่งความกว้างของชั้นฟิล์มออกเป็นส่วนเท่าๆกัน

6. บันทึกความหนาของชั้นฟิล์มที่ได้เพื่อใช้หาค่าเฉลี่ยของความหนาต่อไป



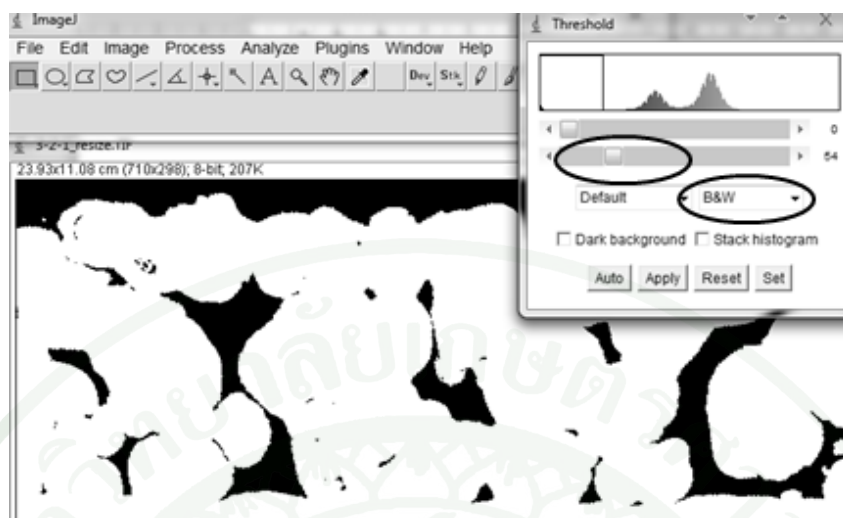
ปริมาณรูพรุนและสัดส่วนเฟสของชั้นฟิล์มในงานวิจัยนี้วัดด้วยโปรแกรม ImageJ โดยใช้ภาพถ่าย SEM ในโหมด BSE จำนวน 3 ภาพ วิเคราะห์ตลอดภาพตัดขวางของชั้นงานโดยมีวิธีการวัดดังนี้

1. เปิดโปรแกรม ImageJ เลือกคำสั่ง File > Open เพื่อเปิดภาพที่ต้องการวิเคราะห์
2. เลือกเครื่องมือ Rectangular ตีกรอบบริเวณที่สนใจวิเคราะห์โดยให้ครอบคลุมถึงความหนาสูงสุดจากการวัดความหนาของชั้นฟิล์ม
3. เลือกคำสั่ง Image > Crop จะได้ภาพบริเวณที่ใช้วิเคราะห์ ดังแสดงในภาพผนวกที่ ข1



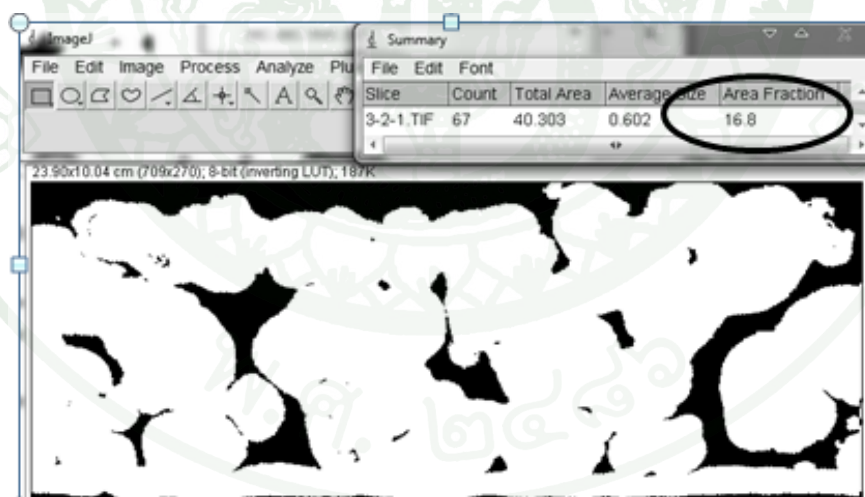
ภาพผนวกที่ ข1 บริเวณที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณรูพรุนหรือสัดส่วนเฟสที่ได้จากการตัดภาพ

4. เลือกคำสั่ง Image > Adjust > Threshold เพื่อปรับสีของรูพรุนหรือและชั้นฟิล์มโลหะให้แตกต่างกัน โดยเลือกชนิดของสีให้เป็น B&W จากนั้นเลือก Apply ดังแสดงในภาพผนวกที่ ข2



ภาพผนวกที่ ข2 การปรับความเข้มของสีรูปพรุนและเนื้อฟิล์มเพื่อใช้วิเคราะห์ปริมาณรูปพรุน

5. เลือกคำสั่ง Analyze > Analyze Particles เลือก Summarize แล้วเลือก OK จะปรากฏ สัดส่วนของรูปพรุนหรือเฟสที่สนใจ ดังแสดงในภาพผนวกที่ ข3



ภาพผนวกที่ ข3 สัดส่วนของรูปพรุนหรือเฟสที่ได้จากการวิเคราะห์

6. บันทึกปริมาณรูปพรุนหรือสัดส่วนของเฟสในชั้นฟิล์มที่ได้เพื่อใช้หาค่าเฉลี่ยต่อไป



งานวิจัยนี้คำนวณประสิทธิภาพของนิกเกิลโดยใช้ค่าความหนาที่ได้จากการทดลองจริง เปรียบเทียบกับค่าที่ได้จากกฎของฟาราเดย์ โดยมีวิธีการคำนวณดังนี้

1. คำนวณมวลทางทฤษฎีจากกฎของฟาราเดย์ตามสมการที่ (4)

$$m = \left(\frac{It}{F} \right) \cdot \left(\frac{M}{Z} \right) \quad (4)$$

เมื่อกำหนดให้ m คือมวลของฟิล์ม, I คือกระแสที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม, t คือระยะเวลาที่ใช้, F คือค่าคงที่ของฟาราเดย์, Z คือวาเลนซ์ของไอออน และ M คือน้ำหนักโมเลกุล

2. แปลงค่าน้ำหนักที่ได้เป็นความหนาของฟิล์มด้วยสมการที่ (5)

$$d = \left(\frac{m}{V} \right) \quad (5)$$

เมื่อกำหนดให้ m คือมวลของฟิล์ม, d คือความหนาแน่นของฟิล์ม และ V คือปริมาตรของฟิล์ม

3. จะได้สมการเพื่อใช้คำนวณความหนาที่ได้ทางทฤษฎีตามสมการที่ (6)

$$X = \frac{m}{d \cdot A} \quad (6)$$

เมื่อกำหนดให้ m คือมวลของฟิล์ม, d คือความหนาแน่นของฟิล์ม และ A คือพื้นที่หน้าตัดของฟิล์ม และ X คือความหนาของฟิล์ม

4. คำนวณปริมาณนิกเกิลที่ได้จากการทดลองโดยใช้ความหนาที่ได้จากการวัดในภาคผนวก ก และสัดส่วนของเฟสที่ได้จากการวิเคราะห์ภาพในภาคผนวก ข ด้วยสมการที่ (7)

$$X_{real} = (X \cdot Ni_{fraction}) \quad (7)$$

เมื่อกำหนดให้ X_{real} คือความหนาจริงของชั้นนิกเกิล, X คือความหนาของฟิล์มที่ได้จากการวัด, และ $Ni\ fraction$ คือสัดส่วนของนิกเกิลที่ได้จากการวัดในภาคผนวก ข

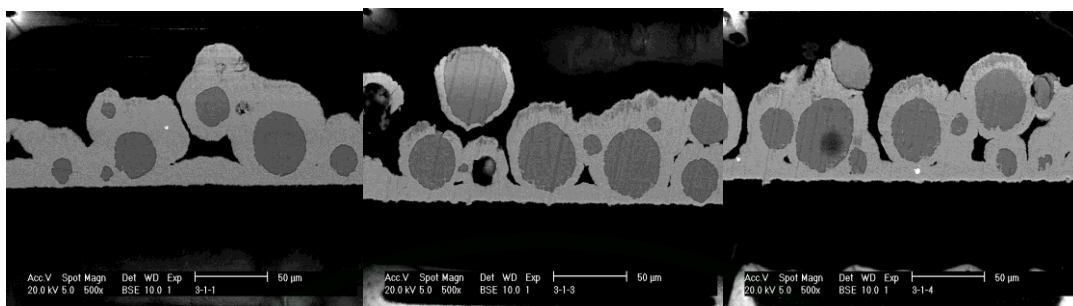
5. จำนวนประสิทธิภาพของนิกเกิลตามสมการที่ (8)

$$Ni_{eff} = \left(\frac{X_{real}}{X_{theory}} \right) \cdot 100 \quad (8)$$

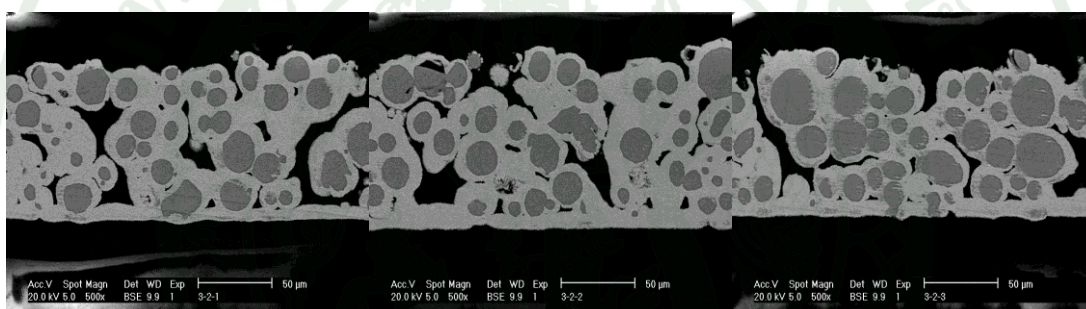
เมื่อกำหนดให้ $Ni\ eff$ คือประสิทธิภาพของนิกเกิล, X_{real} คือความหนาจริงของชั้นนิกเกิล, X_{theory} คือความหนาที่คำนวณได้จากข้อ 3

6. บันทึกผลการทดลองและหาค่าเฉลี่ยต่อไป

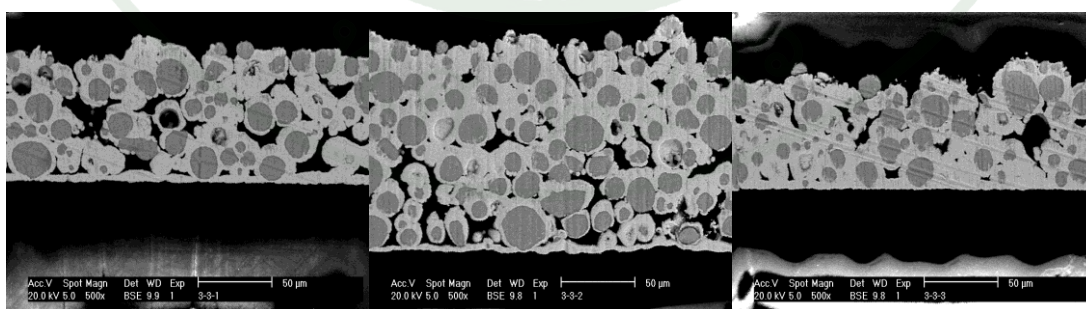




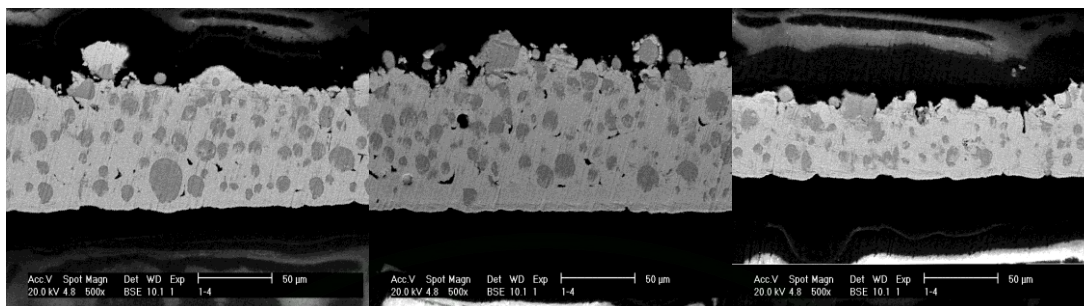
ภาพผนวกที่ 31 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร



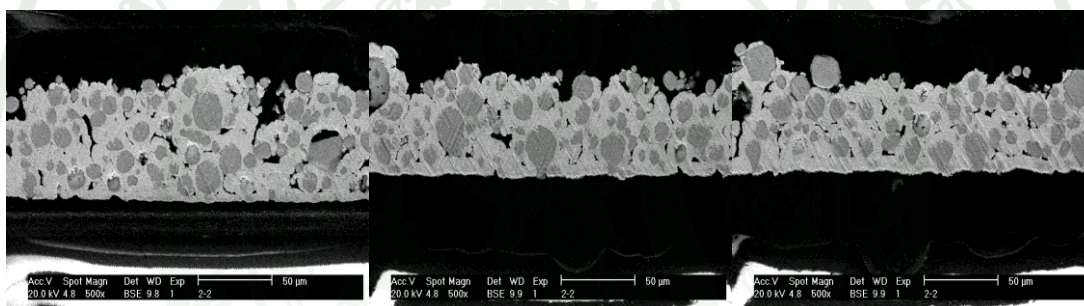
ภาพผนวกที่ 32 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร



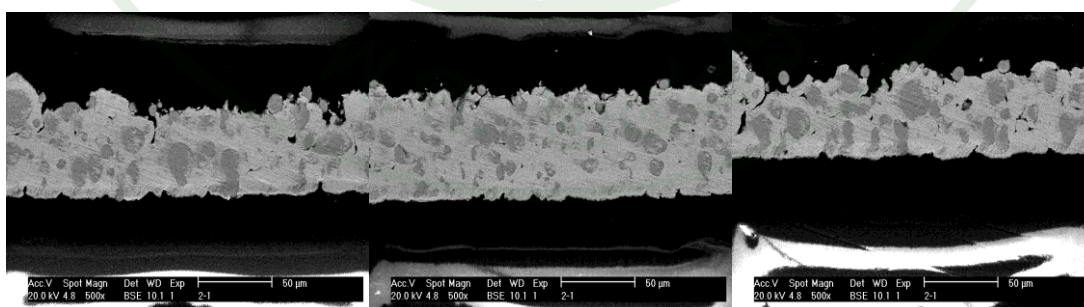
ภาพผนวกที่ 33 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร



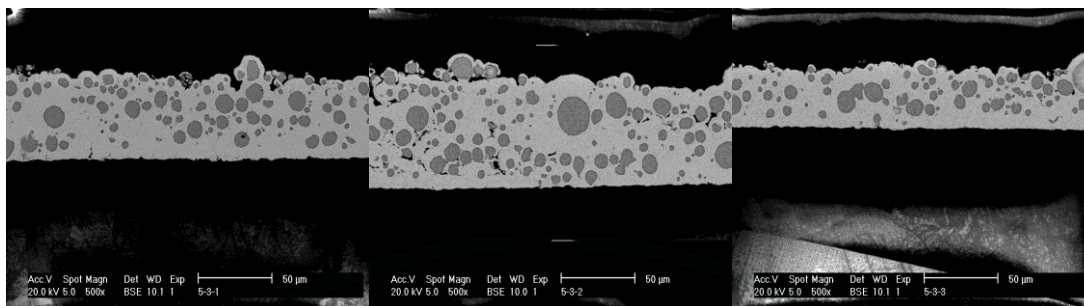
ภาพผนวกที่ 34 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้น
อินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
ไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 6 กรัมต่อลิตร



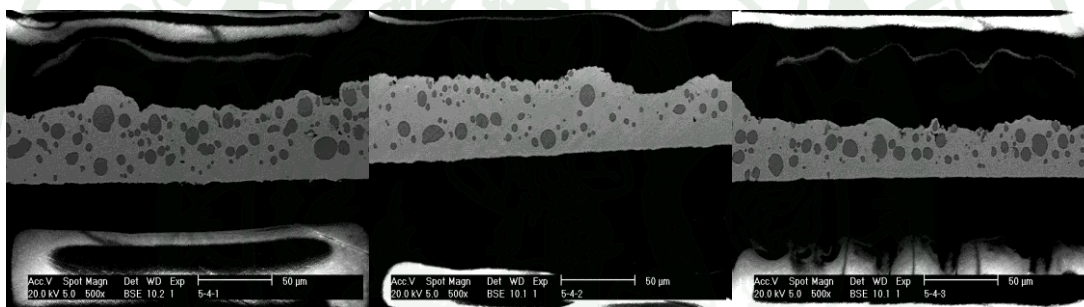
ภาพผนวกที่ 35 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้น
อินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
ไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร



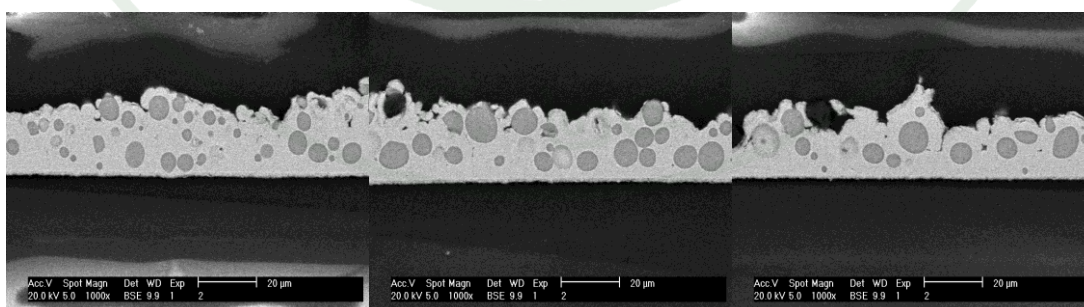
ภาพผนวกที่ 36 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้น
อินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
ไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร



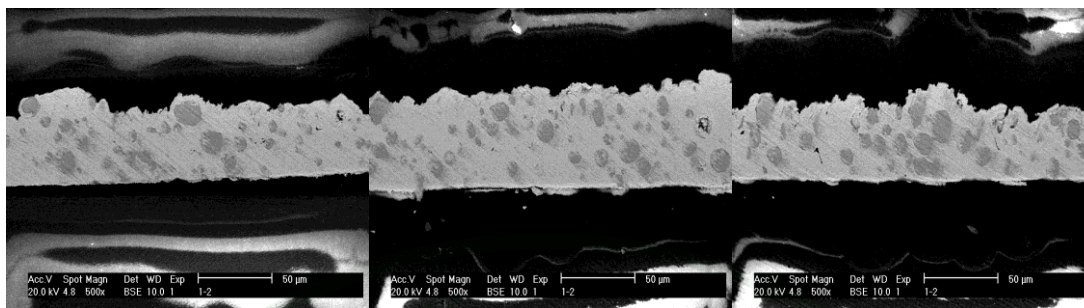
ภาพผนวกที่ ๗ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้น
อินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
ไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร



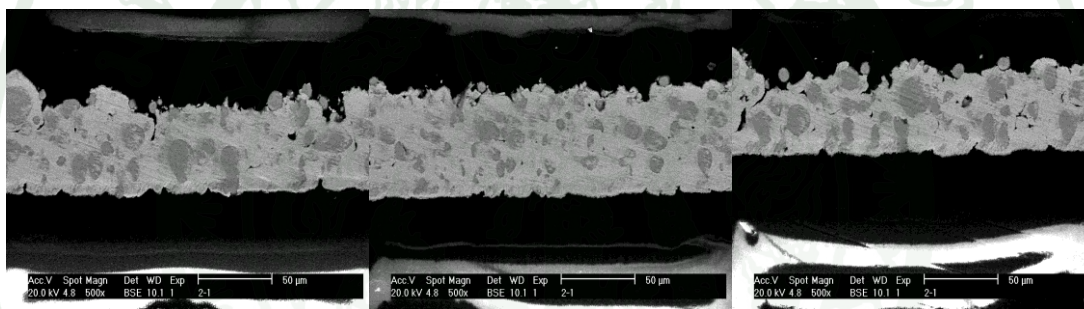
ภาพผนวกที่ ๘ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้น
อินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
ไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 30 กรัมต่อลิตร



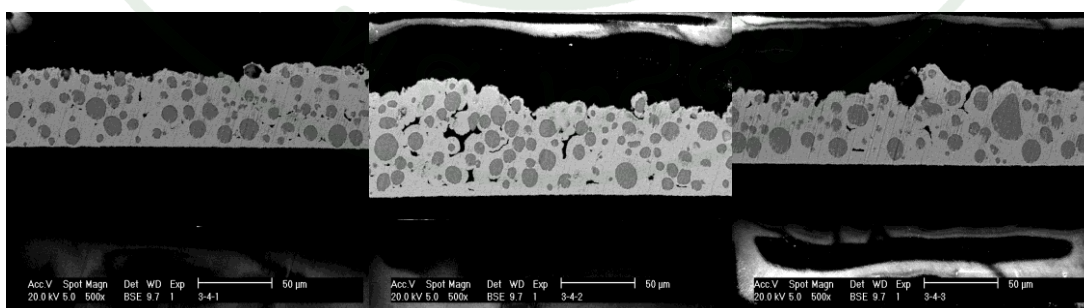
ภาพผนวกที่ ๙ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้น
อินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่น
กระแส 100 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



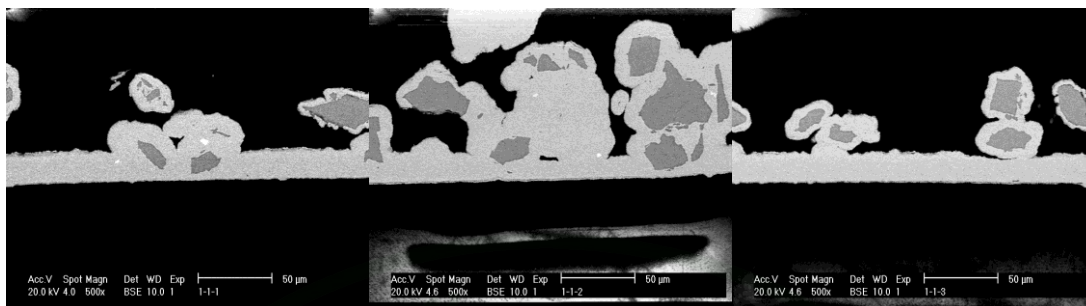
ภาพผนวกที่ 10 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



ภาพผนวกที่ 11 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



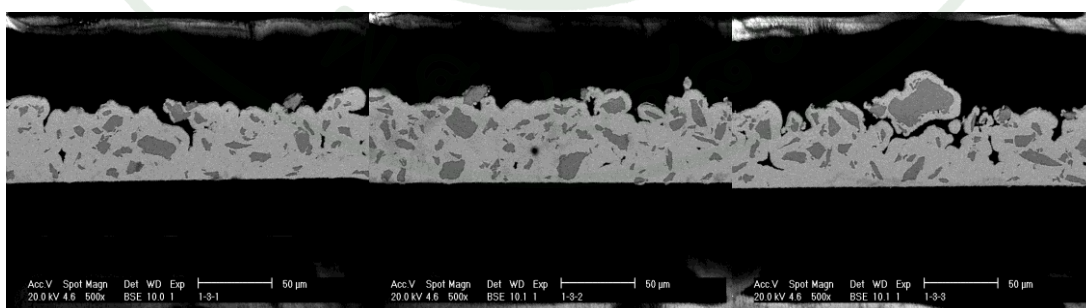
ภาพผนวกที่ 12 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 250 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



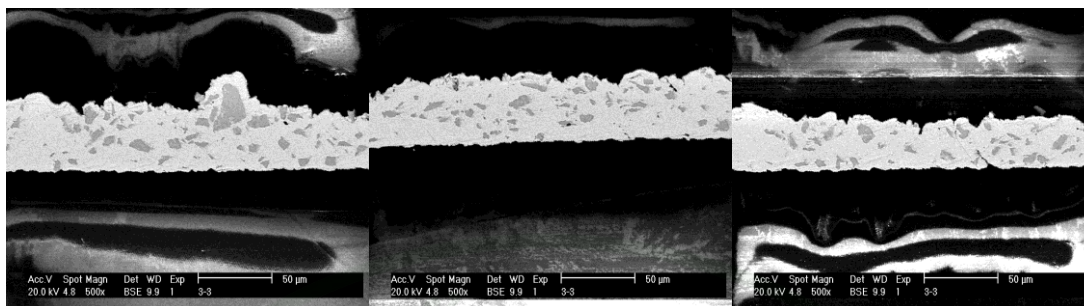
ภาพผนวกที่ 13 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร



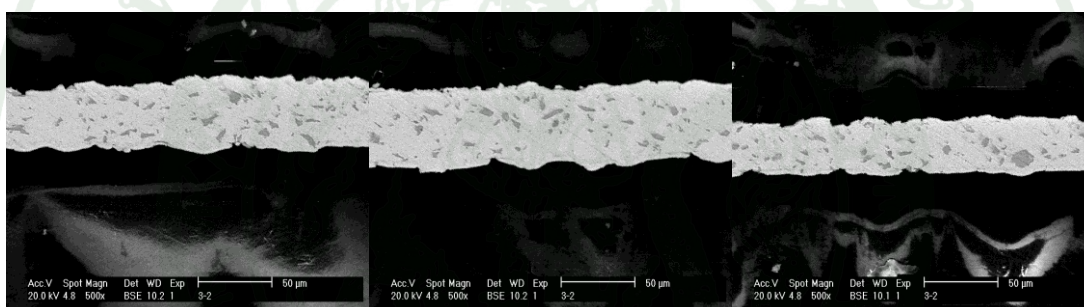
ภาพผนวกที่ 14 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร



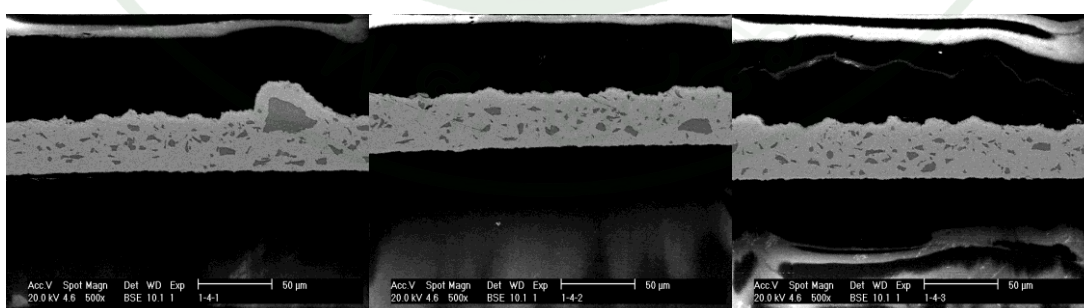
ภาพผนวกที่ 15 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร



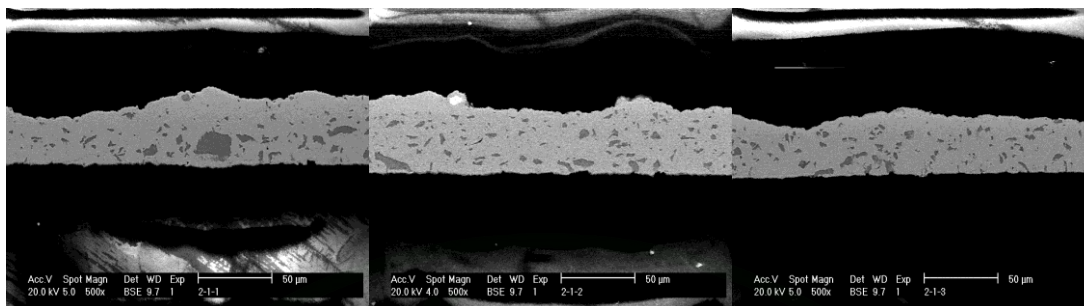
ภาพผนวกที่ 16 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 6 กรัมต่อลิตร



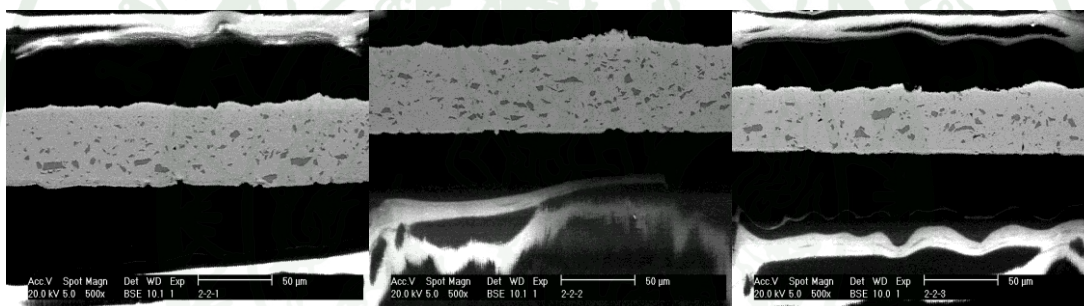
ภาพผนวกที่ 17 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร



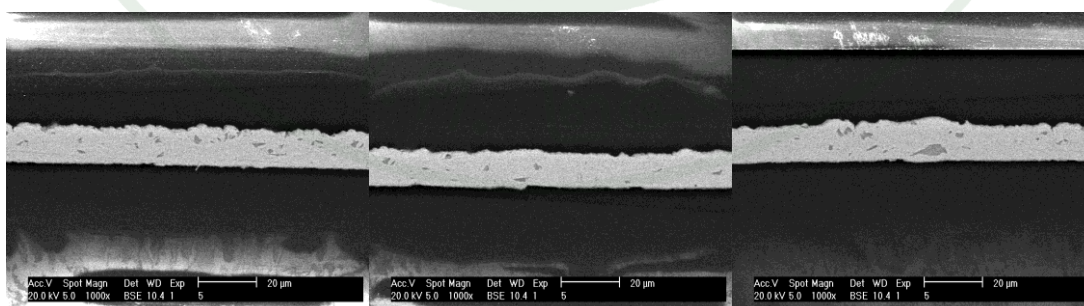
ภาพผนวกที่ 18 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร



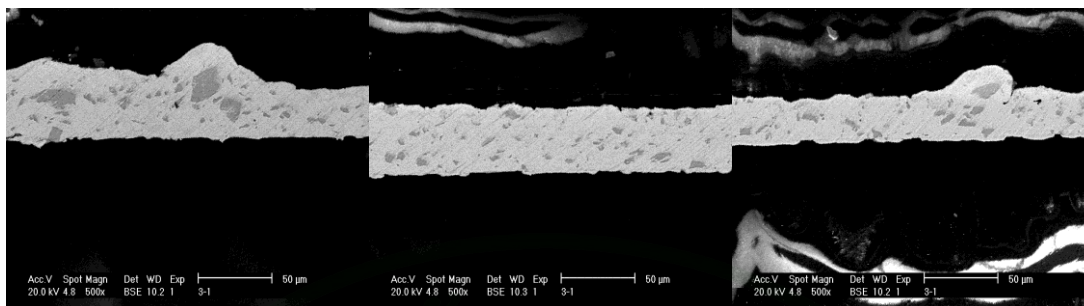
ภาพผนวกที่ 19 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร



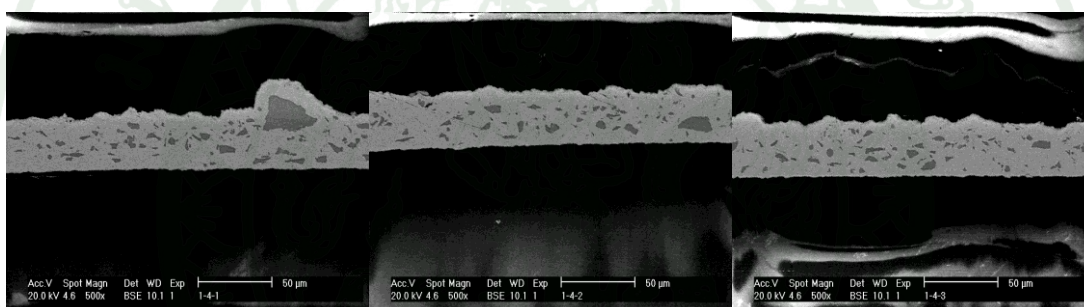
ภาพผนวกที่ 20 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 30 กรัมต่อลิตร



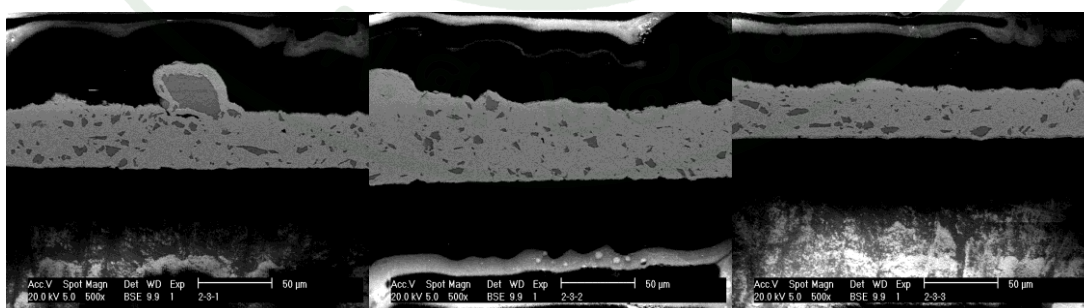
ภาพผนวกที่ 21 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



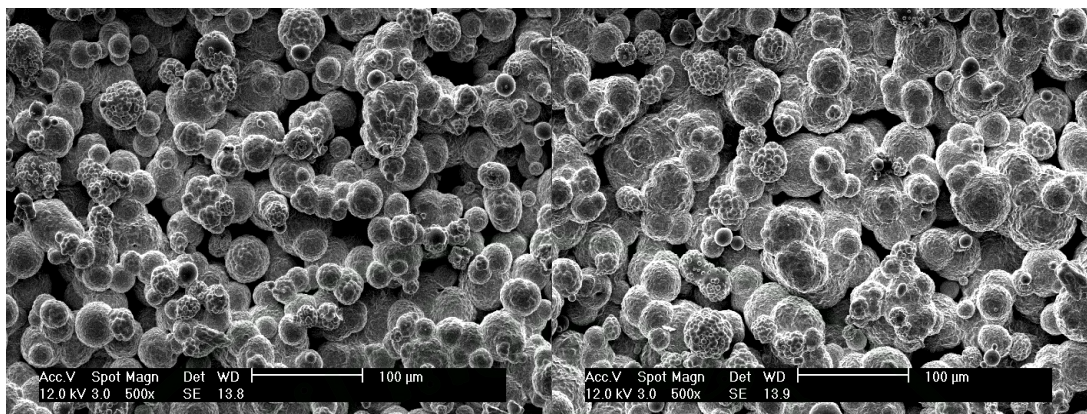
ภาพผนวกที่ ๖๒๒ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



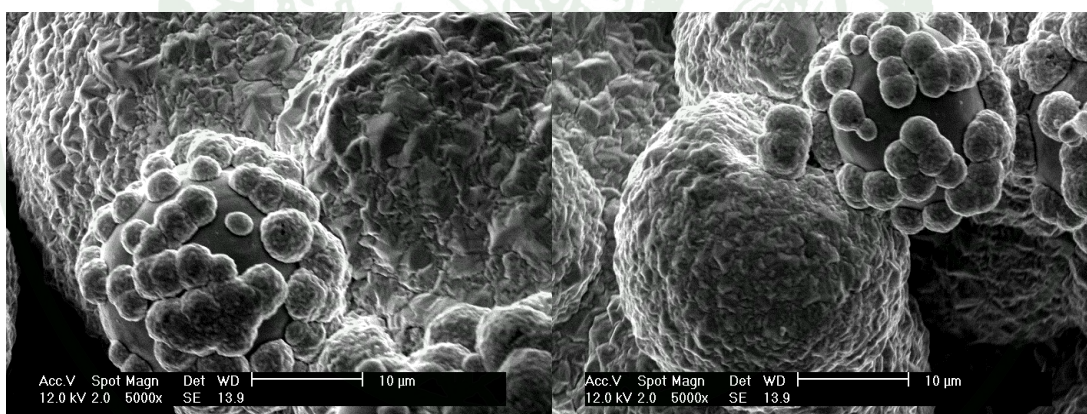
ภาพผนวกที่ ๖๒๓ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



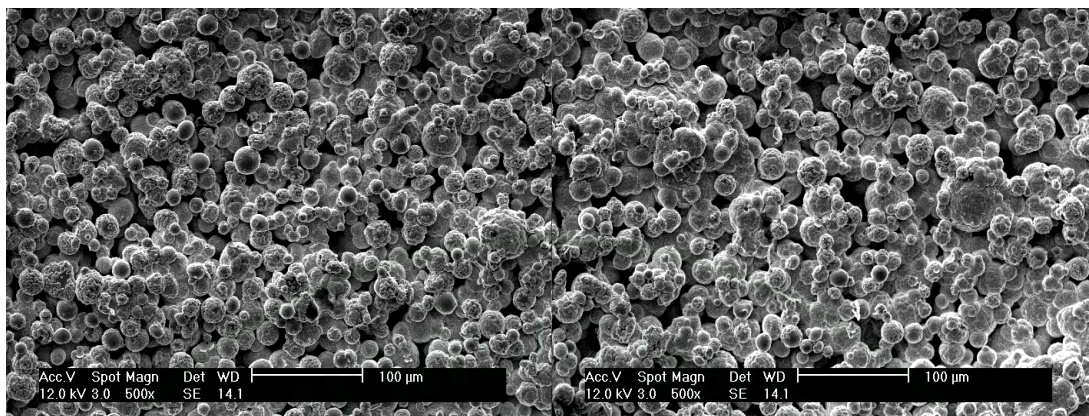
ภาพผนวกที่ ๖๒๔ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 250 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



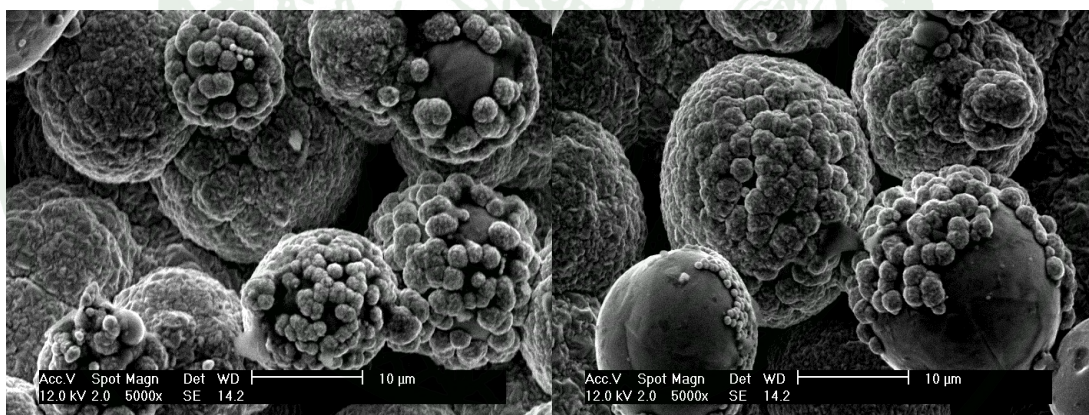
ภาพผนวกที่ 25 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



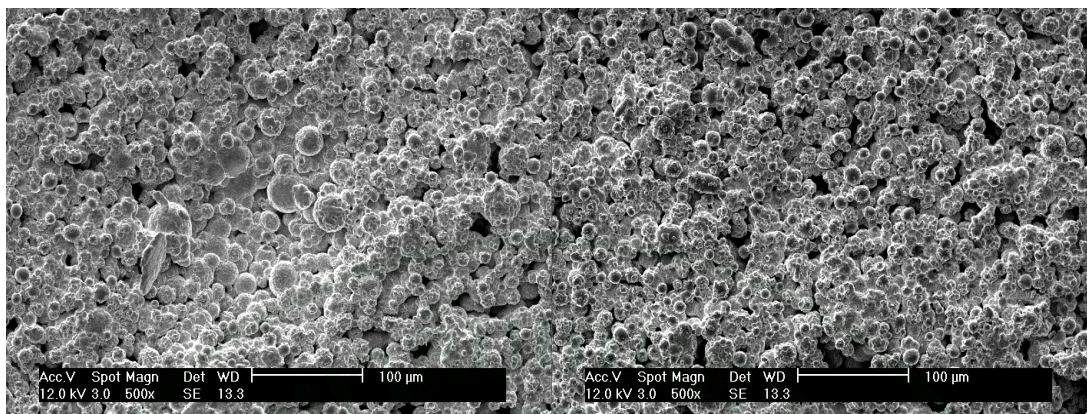
ภาพผนวกที่ 26 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



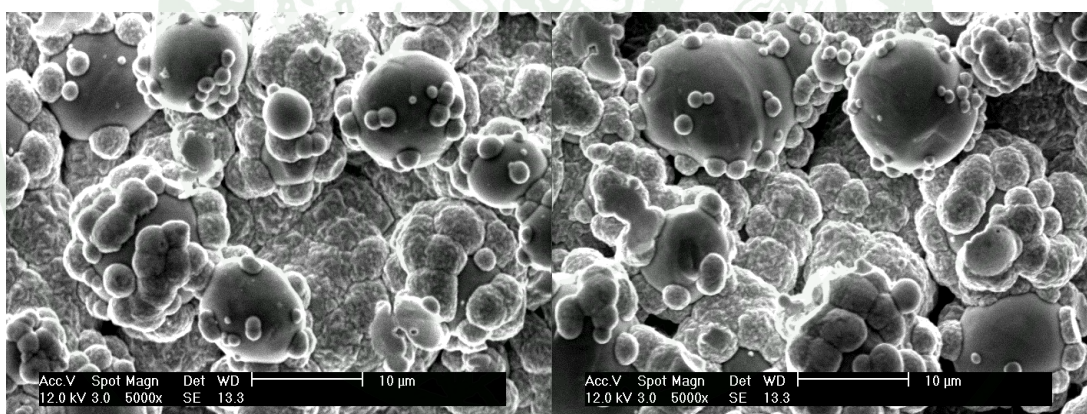
ภาพผนวกที่ ๓27 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



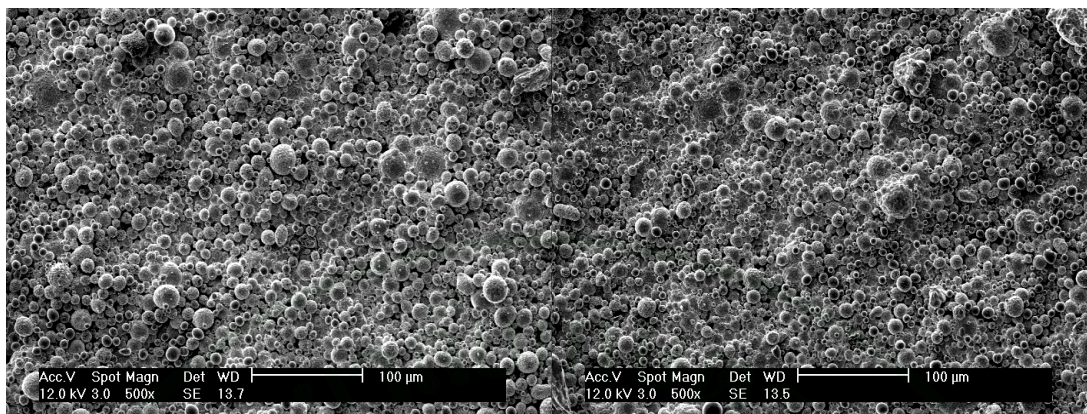
ภาพผนวกที่ ๓28 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



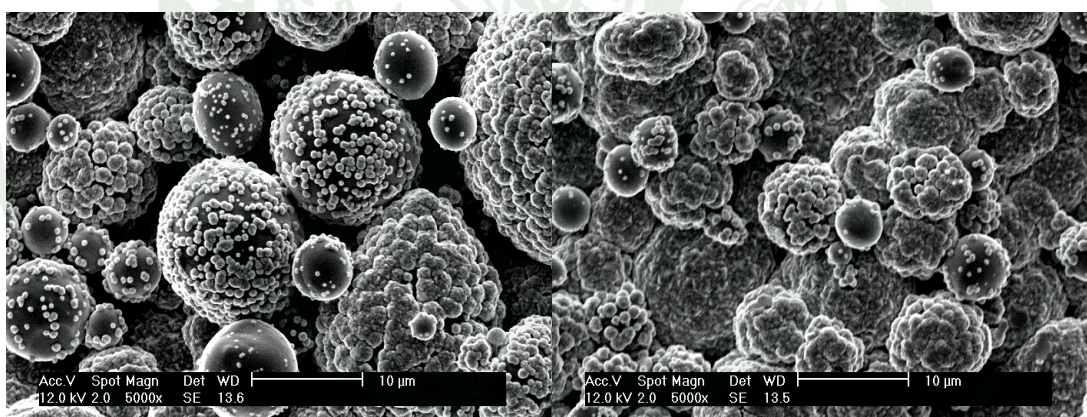
ภาพผนวกที่ ๓29 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



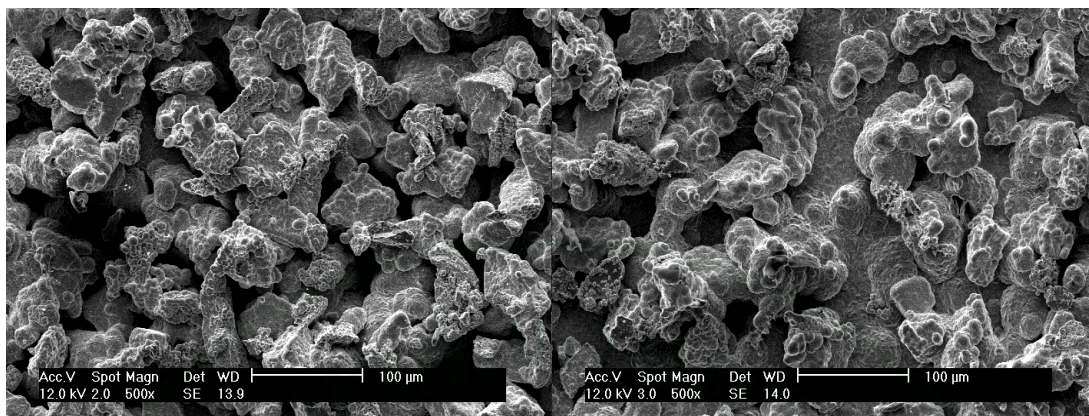
ภาพผนวกที่ ๓30 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



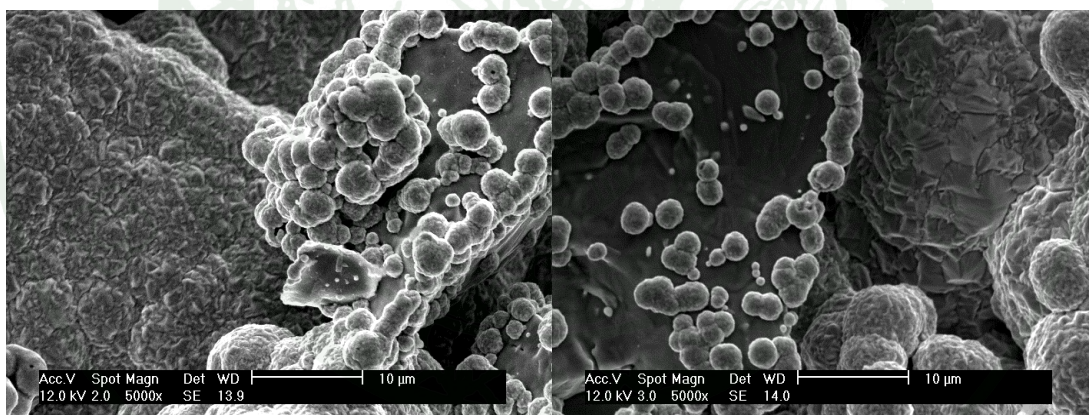
ภาพผนวกที่ 31 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



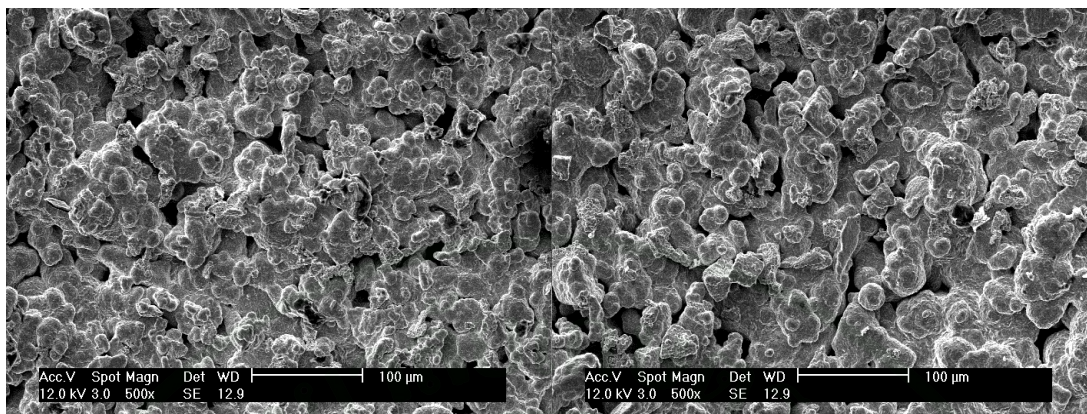
ภาพผนวกที่ 32 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



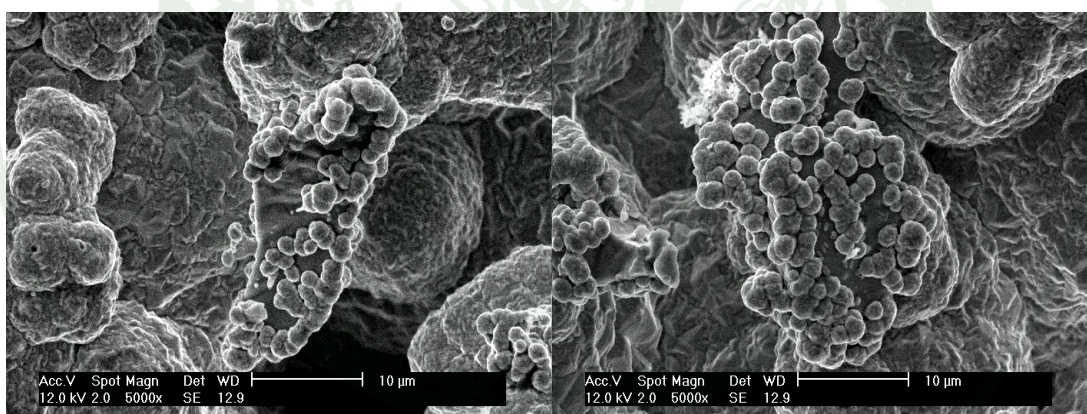
ภาพผนวกที่ 33 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



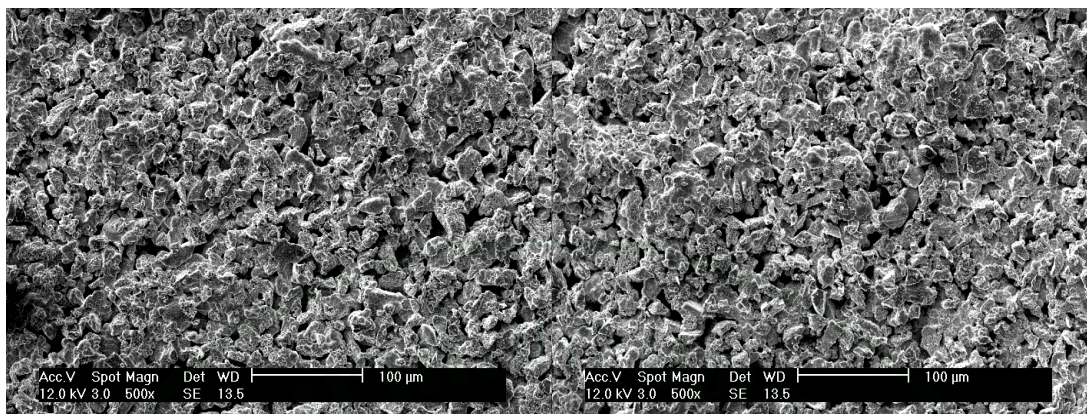
ภาพผนวกที่ 34 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



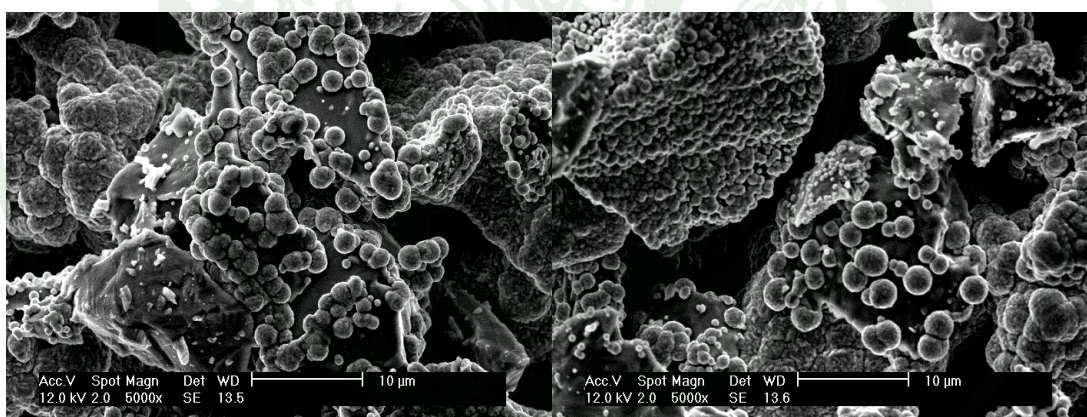
ภาพผนวกที่ 35 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



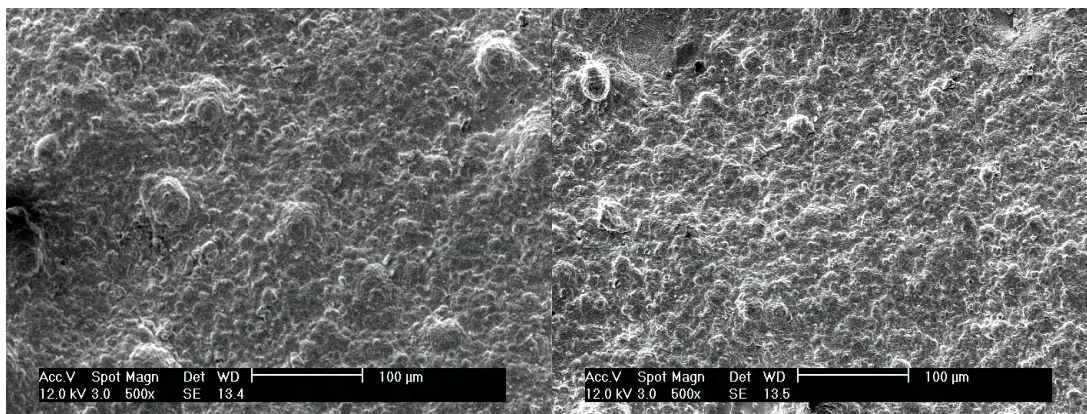
ภาพผนวกที่ 36 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 0.6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด - 22 ไมครอน



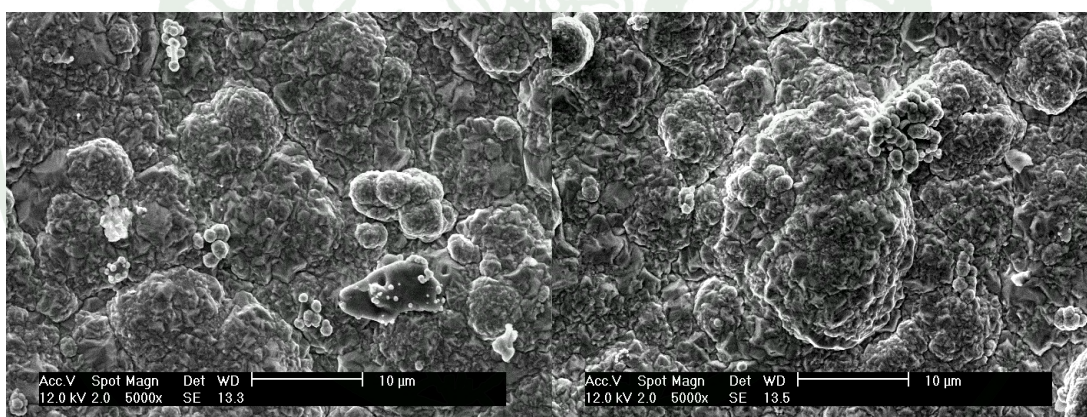
ภาพผนวกที่ 37 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



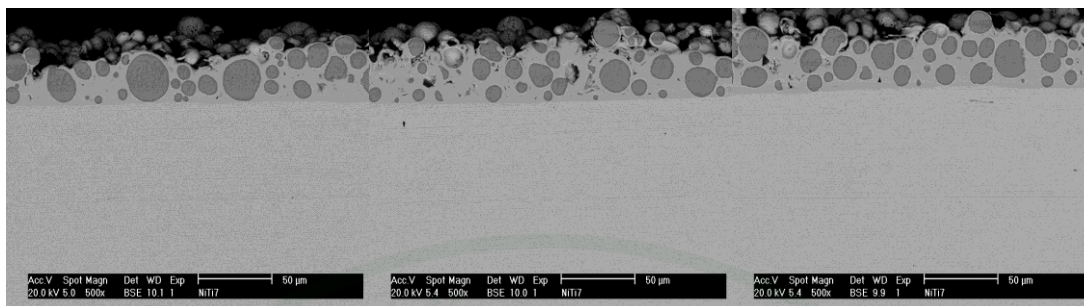
ภาพผนวกที่ 38 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



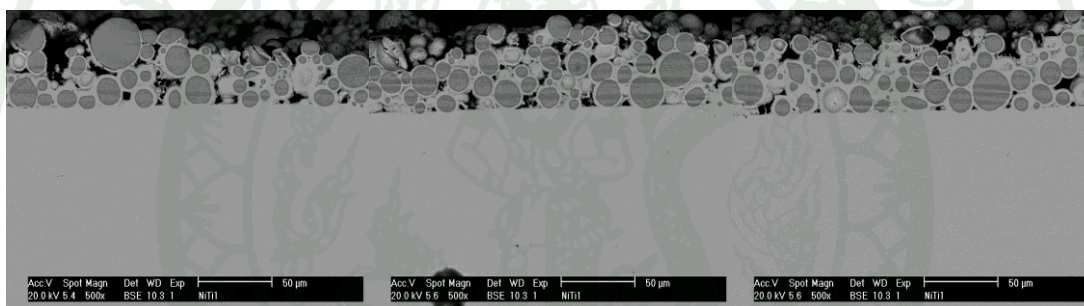
ภาพผนวกที่ 39 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



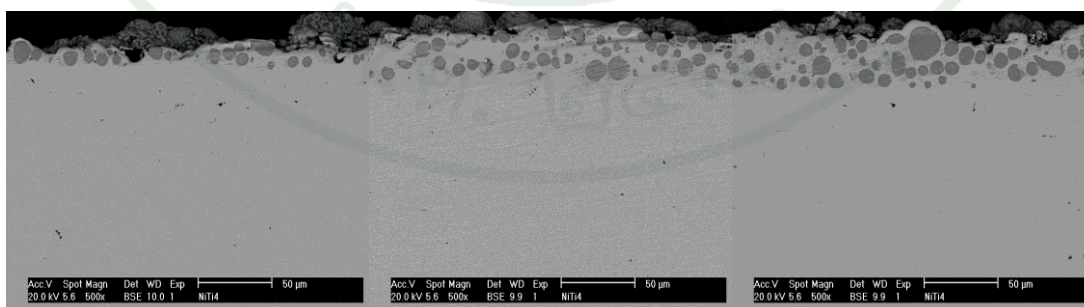
ภาพผนวกที่ 40 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงพื้นผิวของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 18 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน



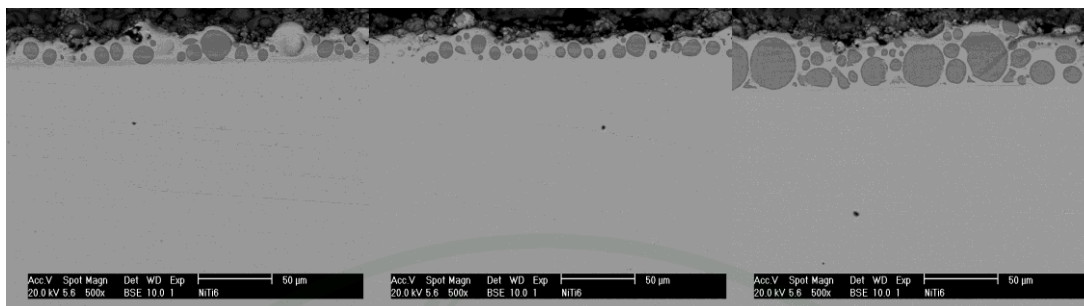
ภาพผนวกที่ 41 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



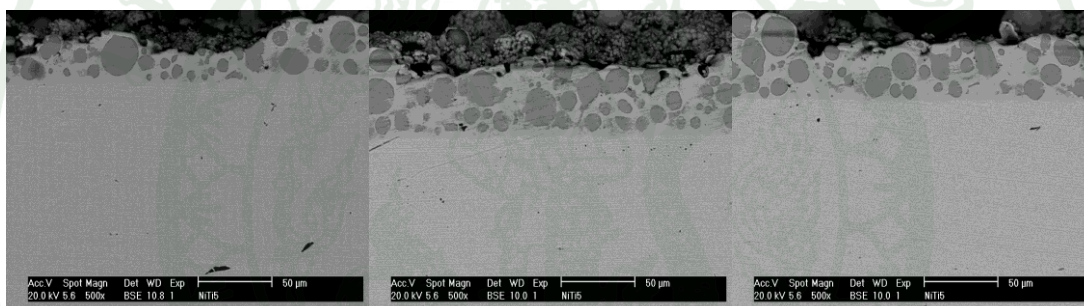
ภาพผนวกที่ 42 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 6 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



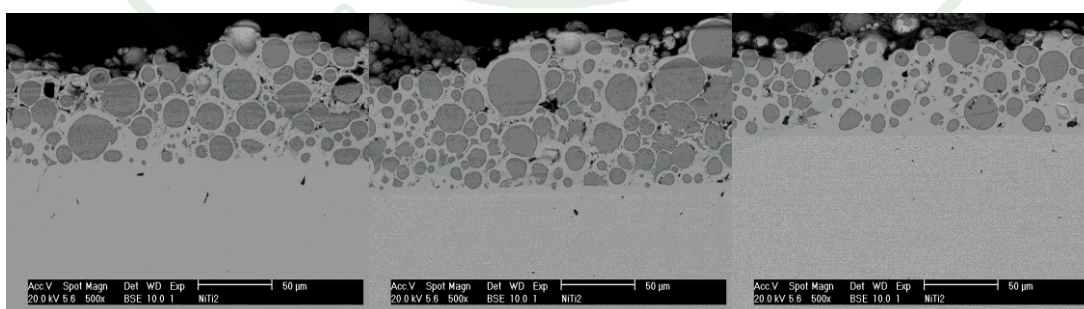
ภาพผนวกที่ 43 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



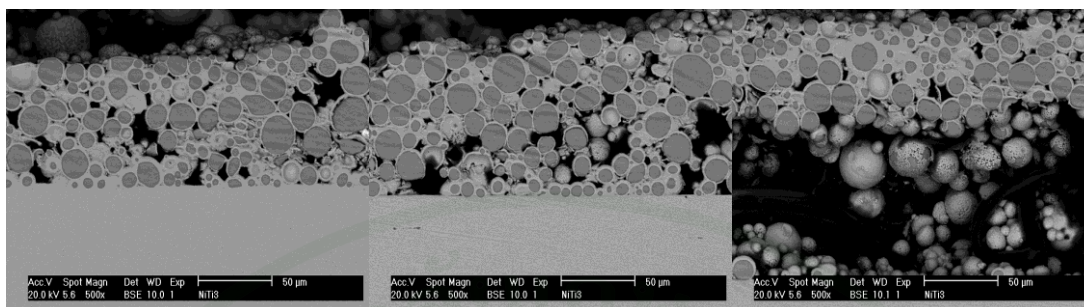
ภาพผนวกที่ ๔๔๔ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 10 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 100 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



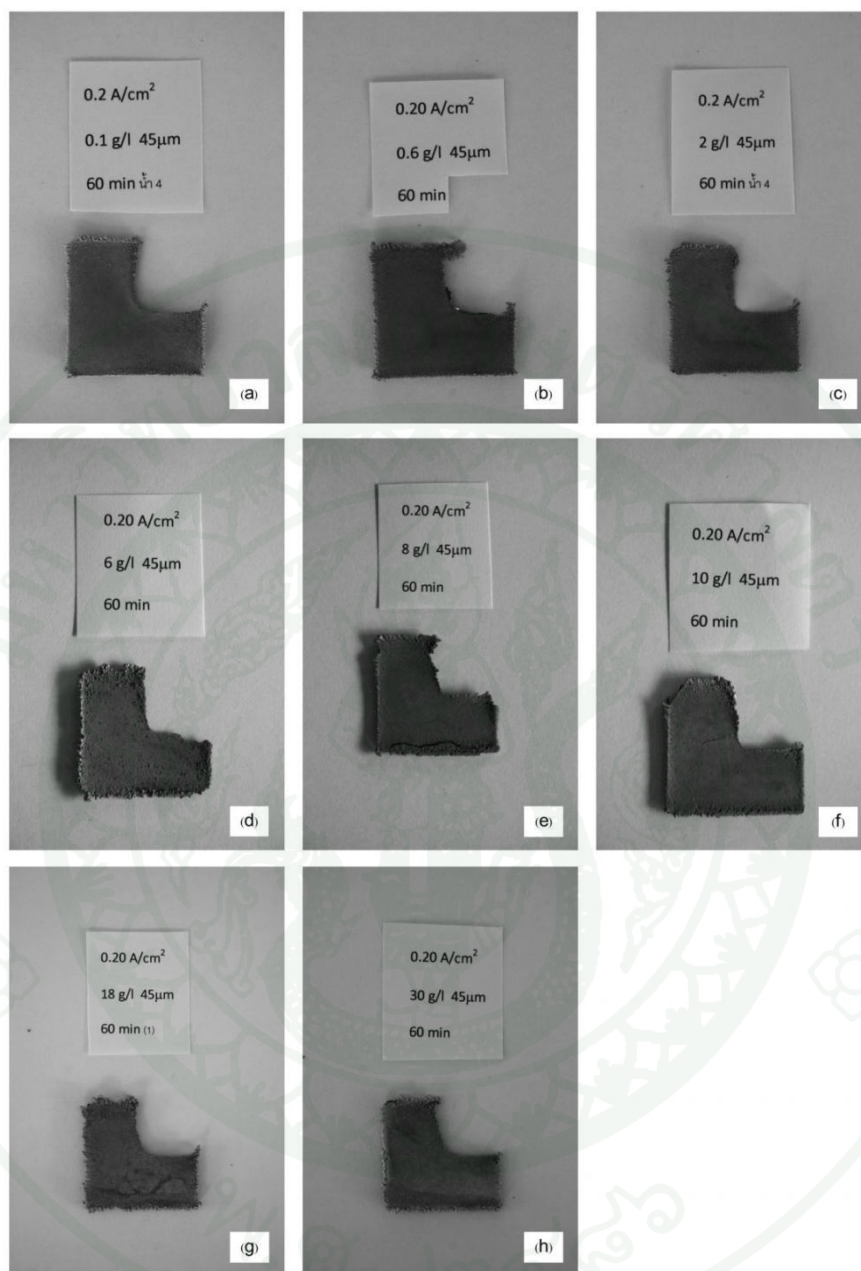
ภาพผนวกที่ ๔๔๕ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 150 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



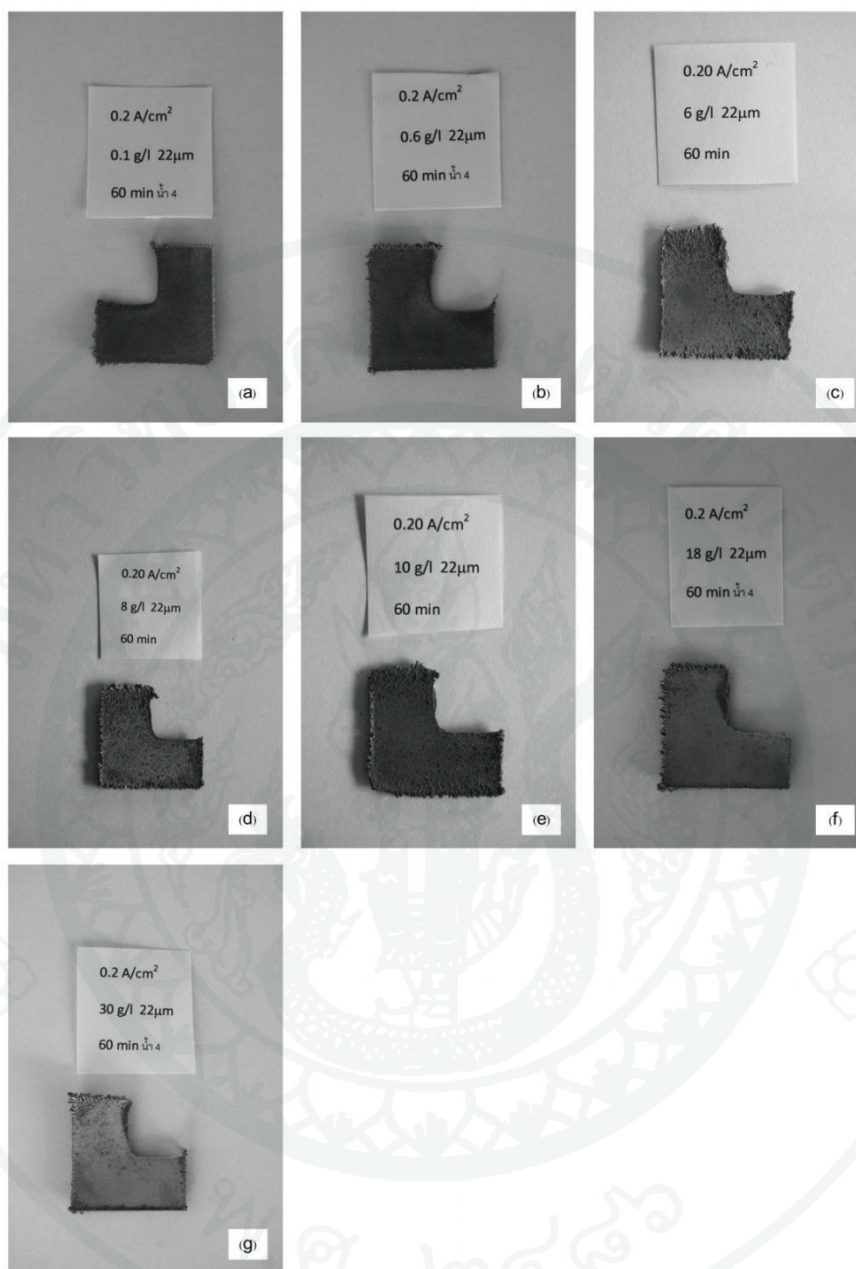
ภาพผนวกที่ ๔๔๖ ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน



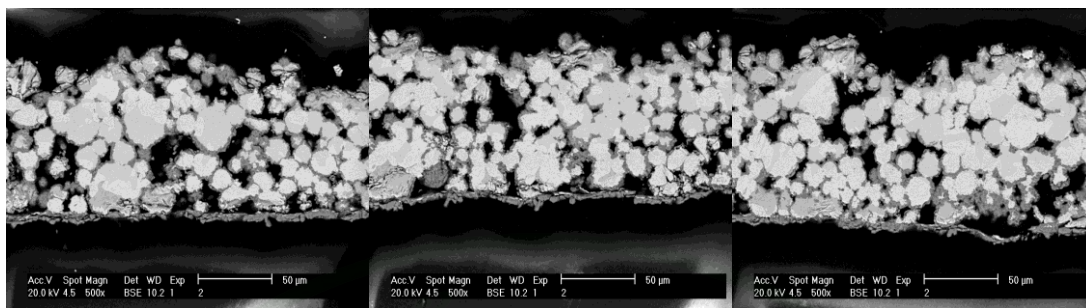
ภาพผนวกที่ ๔7 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นทองแดงด้วยปริมาณผงไฮดรอกไซด์ 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 250 mA/cm² สำหรับผงไฮดรอกไซด์ขนาด -45 ไมครอน



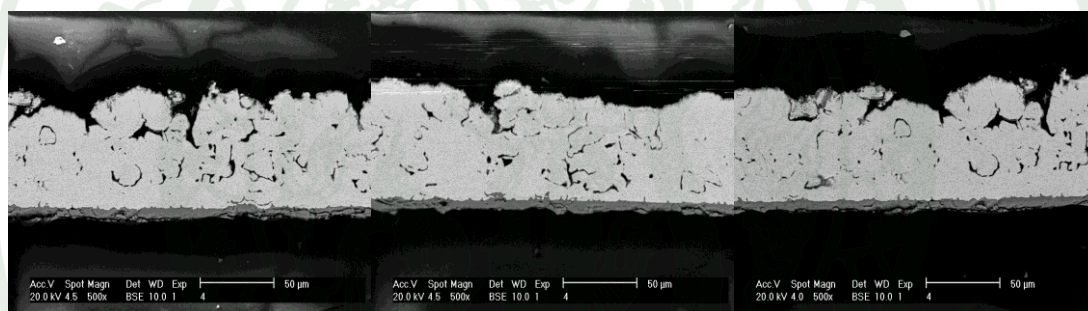
ภาพผนวกที่ 31 ภาพถ่ายจากกล้องดิจิทัลของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (a), 0.6 กรัมต่อลิตร (b), 2 กรัมต่อลิตร (c), 6 กรัมต่อลิตร (d), 8 กรัมต่อลิตร (e), 10 กรัมต่อลิตร (f), 18 กรัมต่อลิตร (g) และ 30 กรัมต่อลิตร (h)



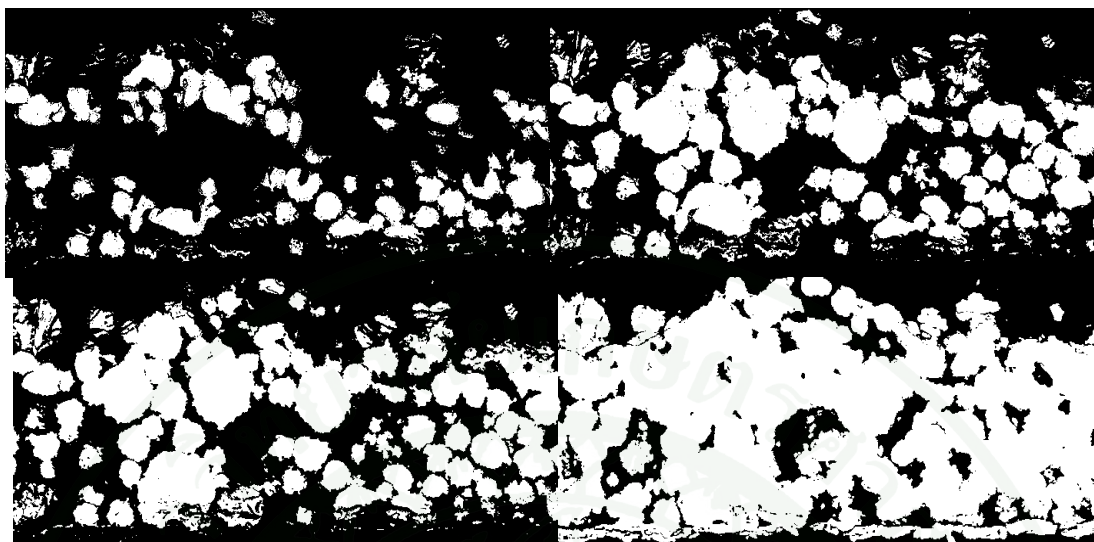
ภาพผนวกที่ 49 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของฟิล์มวัสดุประกอบนิเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ปริมาณผงไทเทเนียม 0.1 กรัมต่อลิตร (a), 0.6 กรัมต่อลิตร (b), 6 กรัมต่อลิตร (c), 8 กรัมต่อลิตร (d), 10 กรัมต่อลิตร (e), 18 กรัมต่อลิตร (f) และ 30 กรัมต่อลิตร (g)



ภาพผนวกที่ 50 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 1100°C



ภาพผนวกที่ 51 ภาพตัดขวางของฟิล์มวัสดุประกอบนิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกฟิล์มบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผงไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผงไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 1100°C



ภาพผนวกที่ ๖52 การวิเคราะห์ตัดส่วนของเฟสด้วยโปรแกรม ImageJ ของฟิล์มวัสดุประกอบ
 นิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผง
 ไทเทเนียม 8 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
 ไทเทเนียมขนาด -45 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ
 1100°C



ภาพผนวกที่ ๖53 การวิเคราะห์ตัดส่วนของเฟสด้วยโปรแกรม ImageJ ของฟิล์มวัสดุประกอบ
 นิกเกิลไทเทเนียมที่ปลูกบนวัสดุพื้นอินเดียมทินออกไซด์ด้วยปริมาณผง
 ไทเทเนียม 2 กรัมต่อลิตร ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 สำหรับผง
 ไทเทเนียมขนาด -22 ไมครอน ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ
 1100°C

ประวัติการศึกษาและการทำงาน

ชื่อ	นายแสงธรรม ศรีโกมล
เกิดวันที่	24 สิงหาคม 2530
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
ประวัติการศึกษา	วศ.บ. (วิศวกรรมวัสดุ) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
ทุนการศึกษาที่ได้รับ	ทุนวิจัยระดับบัณฑิตวิทยาลัย เพื่อการตีพิมพ์ผลงานในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ (พ.ศ. 2553)