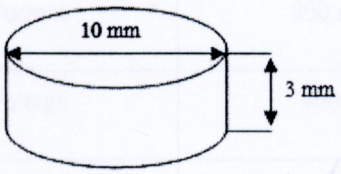
บทที่ 3 การดำเนินการวิจัย

ในการดำเนินการวิจัยนี้ ได้ดำเนินการตั้งแต่เริ่มการเตรียมผิวชิ้นงาน การปรุงสภาพผิวชิ้นงานด้วยวิธีการเคลือบผิวด้วยวิธีไอทางกายภาพ การทดสอบชิ้นงานก่อนและหลังการเคลือบผิว ตลอดจนการวิเคราะห์และสรุปผลที่ได้จากการทดลอง

3.1 การเตรียมชิ้นงาน

สำหรับงานวิจัยนี้ได้ใช้วัสดุโลหะผสมไทเทเนียมอัลลอย (Ti-6Al-4V) โดยตัดชิ้นงานให้ได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 3.1 จำนวนกลุ่มตัวอย่างละ 25 ชิ้น หลังจากนั้นนำไปขัดผิวของชิ้นงานด้วยกระดาษทราย เบอร์ 600, 800, 1,000 และ 1,200 ตามลำดับ ให้ได้ความเรียบผิวน้อยกว่า 0.1 (Ra)



รูปที่ 3.1 แสดงขนาดของตัวอย่างชิ้นงาน

3.2 การปรับปรุงสภาพผิวด้วยวิธีไอทางกายภาพ

การเคลือบผิวชิ้นงานทดสอบด้วยวิธีการเคลือบผิวแบบ ดีซี อันบาลานซ์ แมกนีตรอนสปัตเตอริง (DC unbalance magnetron sputtering) ดังรูปที่ 3.2 ของ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา วัสดุฟิล์มบางที่ใช้เคลือบคือไทเทเนียมอลูมิเนียมคาร์โบไนไตรด์ ก่อนทำการเคลือบผิวต้องล้างชิ้นงานด้วย Trichloroethylene และ Acetone ด้วยเครื่องอุลตร้าโซนิค ตามลำดับอย่างละ 10 นาที หลังจากนั้นนำชิ้นงานใส่เข้าไปในถังเคลือบผิวสุญญากาศ เปิด rotary pump จนความดันใน chamber มีค่าความดันเท่ากับ 8.0×10^{-2} mbar จากนั้นเปิด Diffusion pump ทำงานควบคู่กันไปจนความดัน เท่ากับ 2×10^{-4} mbar ชิ้นงานได้รับความร้อนจากแท่งขดลวดความร้อนจนมีอุณหภูมิภายในถัง 150 °C หลังจากนั้น

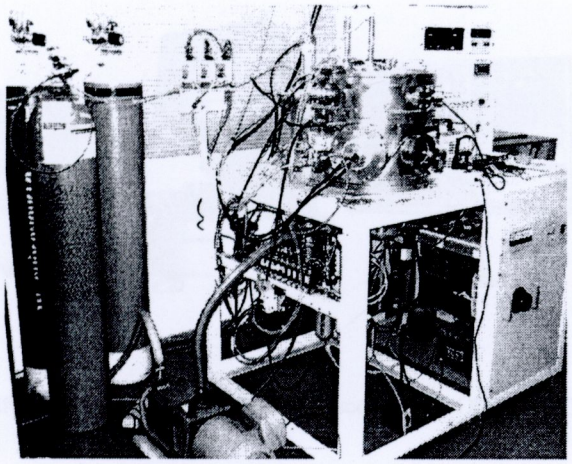
จึงทำการ pre sputtering target ในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที ก่อนที่จะทำการเคลือบผิว จากนั้นจึงปล่อยก๊าซมีเทนและไนโตรเจนเข้าสู่ถังเคลือบตามสภาวะในการเคลือบผิวตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงพารามิเตอร์ในการเคลือบผิว

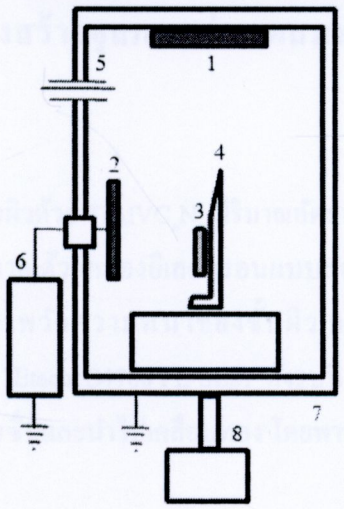
Coating parameter	**Value**
Base pressure	2×10^{-4} mbar
Working pressure	$3.8\text{-}4.5 \times 10^{-3}$ mbar
Ar	3 sccm
N_2	2.4 sccm
CH_4	0.3-1 sccm
Current	800 mA
Voltage	400 V
Temperature	150 °C
Time	90 min
Substrate target separation	15 cm

หลังจากเสร็จจากกระบวนการเคลือบผิวแล้ว จะปล่อยให้ชิ้นงานเย็นตัวภายในถังเคลือบในบรรยากาศของก๊าซผสมระหว่าง Ar + N_2 + CH_4 จนถึงอุณหภูมิห้อง ต่อจากนั้นจึงนำชิ้นงานออกจากถังเคลือบผิว เพื่อทำการศึกษาและวิเคราะห์ต่อไป

(a)



(b)

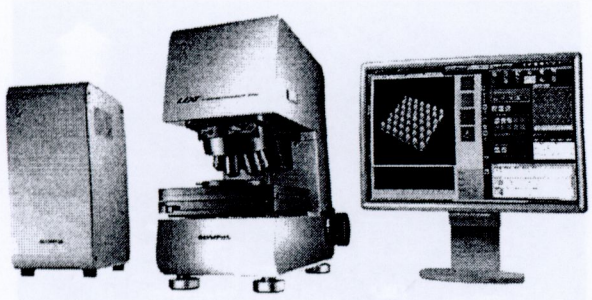


1.Hot coil
2.Target
3.Substrate
4.Holder
5.Inlet gas
6.Power supply
7.Vacuum Chamber
8.Vacuum pump

รูปที่ 3.2 (a) การเคลือบผิวแบบ DC Unbalance magnetron sputtering (b) Diagram ของ DC Unbalance magnetron sputtering

3.3 การวัดความเรียบผิว

นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาวัดความค่าเรียบผิวด้วยเครื่อง 3D measuring laser microscope ยี่ห้อ Olympus OLS 4000 ดังรูปที่ 3.3 โดยกำหนดให้ Cut off มีค่าเท่ากับ 250 ไมครอน จำนวน 5 Cut off ระยะลาก 1.25 mm



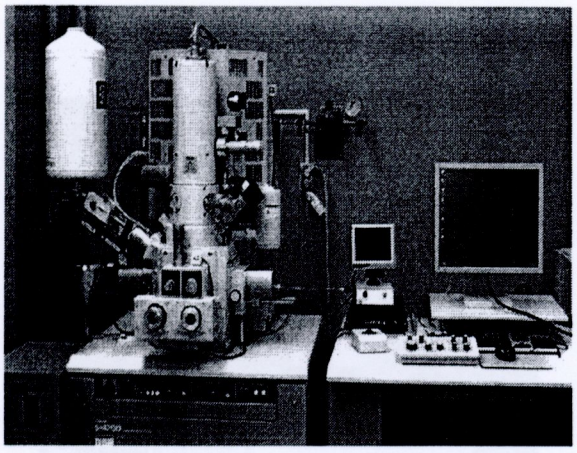
รูปที่ 3.3 เครื่อง 3D measuring laser microscope ยี่ห้อ Olympus OLS 4000

3.4 การศึกษาโครงสร้างจุลภาค ส่วนผสมทางเคมี และวัดความหนาของผิวเคลือบ

นำชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย TiAlVC$_x$N$_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาศึกษาโครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องอิเลคตรอนแบบส่องกราดวัดส่วนผสมทางเคมีโดยใช้เทคนิค (SEM/EDS) และถ่ายภาพวัดความหนาของชั้นผิวเคลือบ ด้วยเครื่อง (Scanning electron microscope/SEM) ยี่ห้อ Hitachi S4700 FE-SEM ดังรูปที่ 3.4 โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบผิวทั้ง 3 สภาวะ ไป Mount ด้วยเรซิ่นและนำไปเคลือบทอง โดยพารามิเตอร์กำหนดให้ตามตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 พารามิเตอร์ของเครื่อง Scanning electron microscope/SEM

SEM parameter	Value
Accelerating Voltage	10,000 V
Emission Current	9,000 mA
Working Distance	12 mm
Resolution (Micro structure)	100,000 x
Resolution (Cross section)	30,000 x



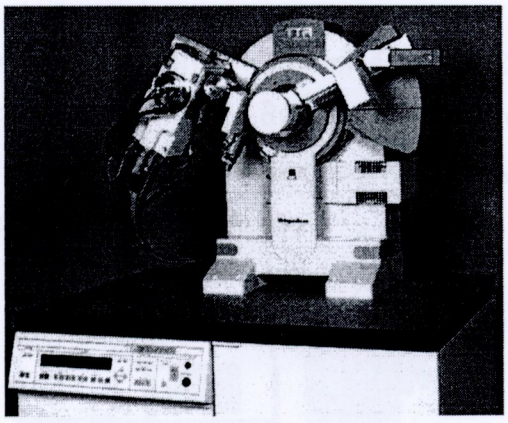
รูปที่ 3.4 เครื่อง Scanning electron microscope ยี่ห้อ Hitachi S4700 FE-SEM

3.5 การศึกษาการจัดเรียงตัวของผลึกด้วยเทคนิค XRD

นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาศึกษาการจัดเรียงตัวของผลึกด้วยเครื่อง X-ray Diffraction/XRD ยี่ห้อ Rigaku TTRAX III ดังรูปที่ 3.5 โดยใช้รังสีเอ็กซ์ CuKα ความยาวคลื่น 1.5406 อังสตอม Focusing beam แบบ Fixed monochromator หลังจากนั้นนำผลไปเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS-ICDD โดยพารามิเตอร์กำหนดให้ตามตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 พารามิเตอร์ของเครื่อง X-ray Diffraction/XRD

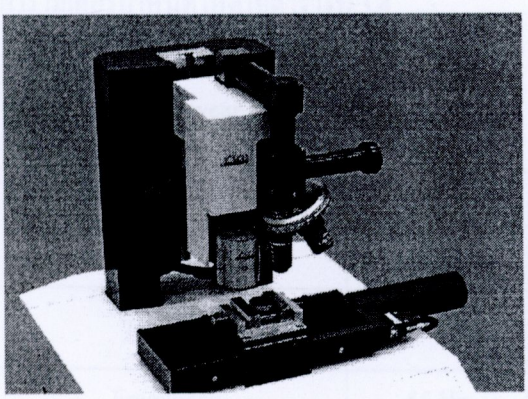
XRD parameter	Value
Power	50 kW
Current	300 mA
Step size	0.02 degree/step
Scan speed	5 deg/min
Two-Theta	30-80 deg



รูปที่ 3.5 เครื่อง X-ray Diffraction/XRD ยี่ห้อ Rigaku TTRAX III

3.6 การวัดความแข็ง

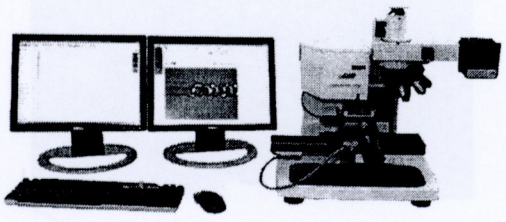
นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาวัดความแข็ง (Hardness) แบบไมโครวิกเกอร์ ด้วยเครื่อง Nano indentation tester ยี่ห้อ CSM ดังรูปที่ 3.6 โดยกำหนดให้ หัวกดเป็นแบบเพชร แรงกด (Load) มีค่าเท่ากับ 0.01 นิวตัน กดค้าง 20 วินาที



รูปที่ 3.6 เครื่อง Nano indentation tester ยี่ห้อ CSM

3.7 การวัดสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน

นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาวัดสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานด้วยเครื่อง Micro scratch tester ยี่ห้อ CSM ดังรูปที่ 3.7 โดยกำหนดให้ หัวลากเป็นแบบเพชร แรงกด (Load) มีค่าเท่ากับ 0.45 นิวตัน ความเร็ว 10 มิลลิเมตรต่อนาที ระยะทาง 4.5 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.7 เครื่อง Micro scratch tester ยี่ห้อ CSM

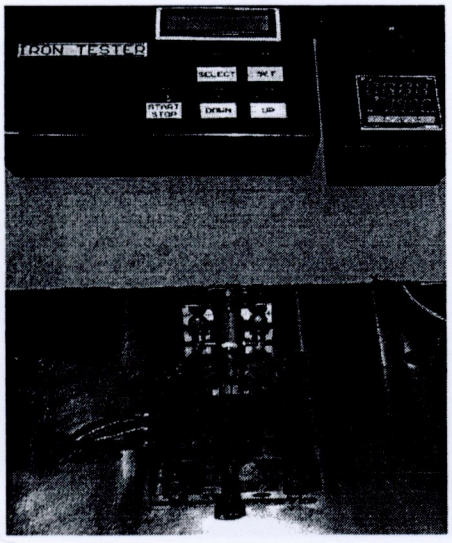
3.8 การทดสอบการสึกหรอ

นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่อง Fretting wear test machine ดังรูปที่ 3.8 โดยกำหนดให้ลูกบอลที่ใช้ในการทดสอบเป็นแบบทังสเตนคาร์ไบด์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 mm และวัดปริมาตรการสึกหรอด้วยเครื่อง 3D measuring laser microscope ยี่ห้อ Olympus OLS 4000 โดยพารามิเตอร์กำหนดให้ตามตารางที่ 3.4

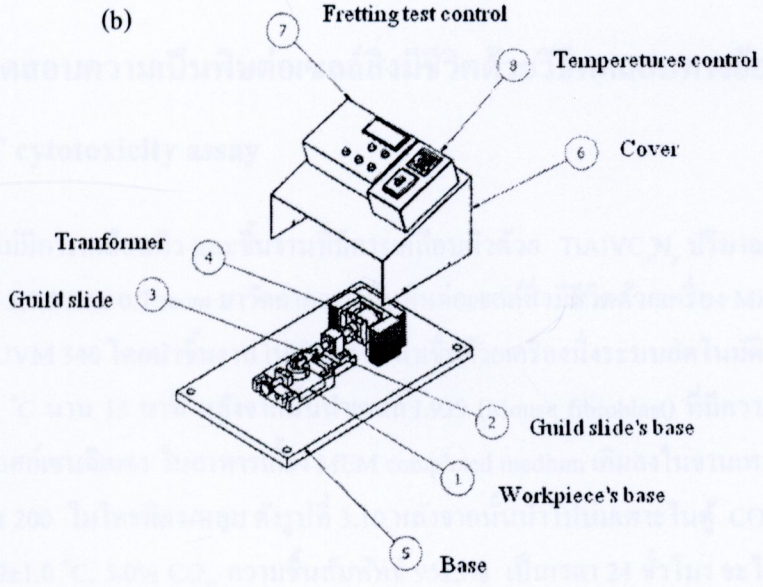
ตารางที่ 3.4 พารามิเตอร์ของเครื่อง Fretting wear test machine

Fretting Wear test parameter	**Value**
Load	1 N
Frequency	55 Hz
Duty	20 %
Revolution	33,000

(a)



(b)

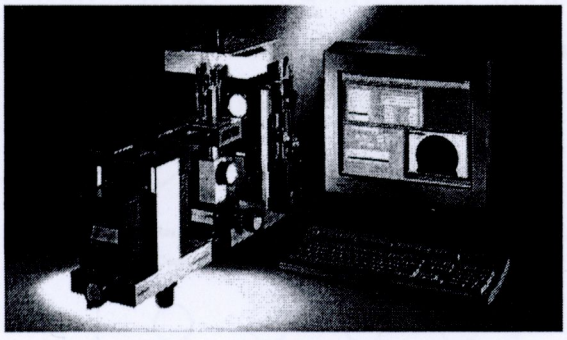


รูปที่ 3.8 (a) เครื่อง Fretting wear test machine (b) Diagram ของ Fretting wear test machine

3.9 การวัดมุมการกระจายตัวของของเหลวด้วยวิธีทดสอบแบบ Contact angle

นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มาวัดค่าการกระจายตัวของของเหลว ด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส

(Contact angle) ยี่ห้อ Dataphysics OCA-20 ดังรูปที่ 3.9 โดยกำหนดให้ ของเหลวที่ใช้เป็นน้ำปราศจากไอออน Dosing volume ที่ใช้มีค่าเท่ากับ 5 µl/sec



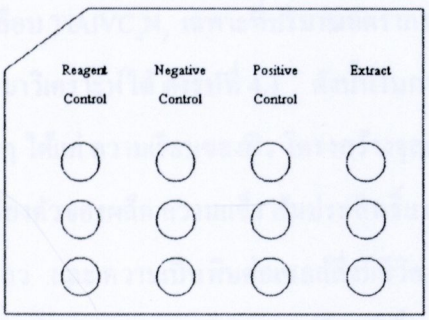
รูปที่ 3.9 เครื่องวัดมุม Contact angle ยี่ห้อ Dataphysics OCA-20

3.10 การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิตด้วยวิธีทดสอบทางอ้อมแบบ

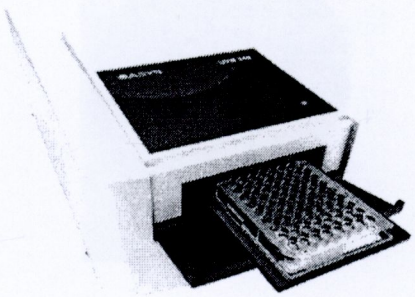
MTT cytotoxicity assay

นำชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3,0.5 และ 0.7 sccm มาวัดค่าความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิตด้วยเครื่อง Microplate reader ยี่ห้อ ASYS UVM 340 โดยนำชิ้นงานไปทำการนึ่งฆ่าเชื้อด้วยเครื่องนึ่งระบบอัตโนมัติ (Autoclave) ที่อุณหภูมิ 121 °C นาน 15 นาที หลังจากนั้นนำเซลล์ L929 (Mouse fibroblast) ที่มีความเข้มข้น $1x10^5$ เซลล์ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ในอาหารเลี้ยง MEM completed medium เติมลงในจานเพาะเลี้ยงชนิด 96 หลุม จำนวน 200 ไมโครลิตร/หลุม ดังรูปที่ 3.10 หลังจากนั้นนำไปบ่มเพาะในตู้ CO_2 Incubator ที่อุณหภูมิ 37.0±1.0 °C, 5.0% CO_2, ความชื้นสัมพัทธ์ 95±5% เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เซลล์ลักษณะเป็นชั้นเดี่ยว (Monolayer) จากนั้นดูดอาหารเลี้ยงเซลล์ออก เติม Extract ของชุดควบคุมและตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ ลงไปหลุมละ 100 ไมโครลิตร โดยการ Extraction แบ่งเป็น ชุดควบคุม Reagent control ได้แก่อาหารเลี้ยงเซลล์ที่เตรียมภายใต้สภาวะเช่นเดียวกับข้างต้นแต่ปราศจากตัวอย่างที่ทดสอบ ชุดควบคุม Negative control material (วัสดุที่ไม่ก่อให้เกิดความเป็นพิษ) ได้แก่ วัสดุ Thermanox (Nunc) cover slips โดย Extraction ratio ที่ใช้ในการทดสอบคือ 6 cm^2/ml แช่ใน Extraction vehicle ชุดควบคุม positive control material (วัสดุที่ก่อให้เกิดความเป็นพิษ) ได้แก่ วัสดุ Polyurethane film containing 0.1% Zinc diethyldithiocarbamate (ZDEC): RM-A โดย Extraction ratio ที่ใช้ในการ

ทดสอบคือ 3 cm^2/ml นำไปบ่มเพาะในตู้ CO_2 incubator ที่อุณหภูมิ 37.0±1.0 °C, 5.0% CO_2, ความชื้นสัมพัทธ์ 95±5% เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นดูด Extract ของชุดควบคุมและตัวอย่างที่ต้องการทดสอบออก แล้วเติม MTT ความเข้มข้น 0.5 mg/ml ลงใน จานเพาะเลี้ยงหลุมละ100 ไมโครลิตร จากนั้นนำไปบ่มเพาะในตู้ CO_2 Incubator ที่อุณหภูมิ 37 °C, ความชื้นสัมพัทธ์ 95% , 5.0 %CO_2 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อครบเวลา ดูด MTT ออก ล้างด้วย PBS 1 ครั้ง แล้วเติม DMSO (Dimethyl sulfoxide) หลุมละ 100 ไมโครลิตร เขย่าเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปวัดค่าดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง Microplate reader ดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.10 แสดง Plate การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต



รูปที่ 3.11 เครื่อง Microplate reader ยี่ห้อ ASYS UVM 340