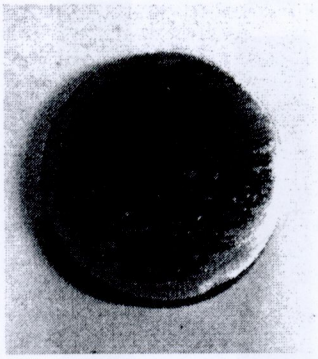
บทที่ 4 ผลการทดลอง

จากการทดลองเพื่อศึกษาคุณสมบัติฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมวานาเดียมคาร์โบไนไตรด์ ด้วยวิธีการเคลือบผิวด้วยไอทางกายภาพแบบ DC unbalance magnetron sputtering บนชิ้นงานไทเทเนียมอัลลอย (Ti-6Al-4V) ในการปรับเปลี่ยนอัตราปริมาณการไหลของก๊าซมีเทน 0.3-1.0 sccm จะพบปัญหาในเรื่องของการหลุดร่อนของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ เฉพาะที่ปริมาณอัตราการไหลของก๊าซมีเทน 1 sccm จึงไม่สามารถนำผลการทดลองมาวิเคราะห์ได้ ดังรูปที่ 4.1 ดังนั้นในการศึกษาและวิจัยในครั้งนี้ได้ศึกษาอิทธิพลของคุณสมบัติต่างๆ ได้แก่ ความเรียบของผิว โครงสร้างจุลภาค ส่วนผสมทางเคมี ความหนาของชั้นผิวเคลือบ การจัดเรียงตัวของผลึก ความแข็ง สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน ปริมาตรการสึกหรอ การกระจายตัวของของเหลว และ ความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต ที่ปริมาณอัตราการไหลของก๊าซมีเทนที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm โดยผลการทดลองมีรายละเอียดดังนี้



รูปที่ 4.1 แสดงการหลุดร่อนของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ที่ปริมาณอัตราการไหลของก๊าซมีเทน 1 sccm

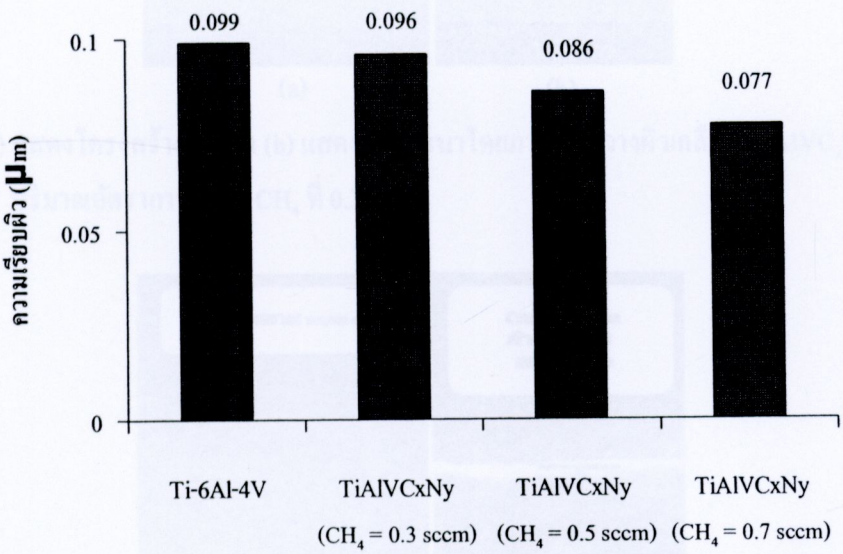
4.1 ความเรียบผิว

ผลการวัดค่าความเรียบผิวชิ้นงาน ด้วยเครื่อง 3D measuring laser microscope ของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ แสดงในตารางที่ 4.1 และ รูปที่ 4.2

ตารางที่ 4.1 ผลการวัดค่าความเรียบผิวของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm

วัสดุ	ความเรียบผิวเฉลี่ย (R_a) (μm)
1.Ti-6Al-4V	0.099
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	0.096
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	0.086
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	0.077

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

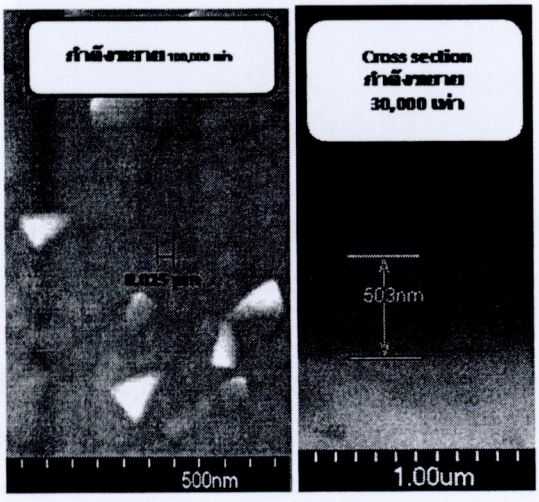


รูปที่ 4.2 แสดงการเปรียบเทียบค่าความเรียบผิวของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm

ผลการทดลองพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm มีค่าความเรียบผิวต่ำสุด

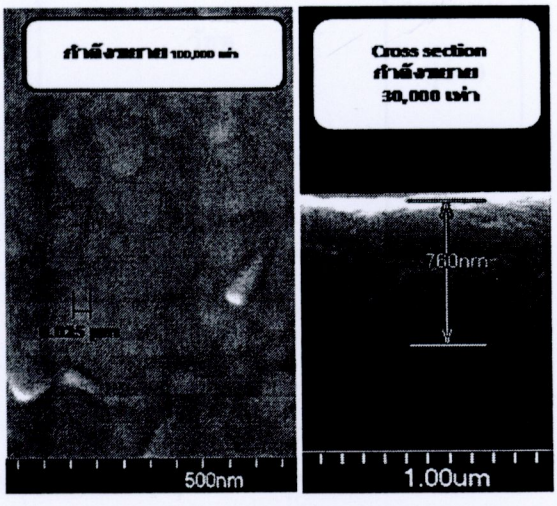
4.2 โครงสร้างจุลภาค ความหนาของชั้นผิวเคลือบและส่วนผสมทางเคมี

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและวัดความหนาชั้นผิวเคลือบโดยแสดงภาพตัดขวางโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning electron microscope,SEM) โดยใช้เทคนิค Energy-dispersive x-ray spectrometer (SEM/EDS) แสดงใน รูปที่ 4.3-4.5 และตารางที่ 4.2



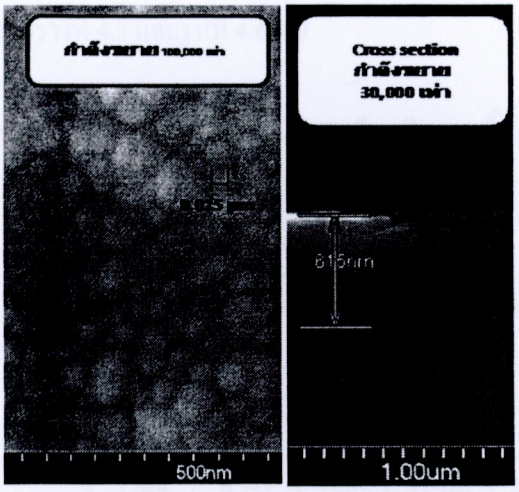
(a) (b)

รูปที่ 4.3 (a) แสดงโครงสร้างจุลภาค (b) แสดงความหนาโดยภาพตัดขวางผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหล CH_4 ที่ 0.3 sccm



(a) (b)

รูปที่ 4.4 (a) แสดงโครงสร้างจุลภาค (b) แสดงความหนาโดยภาพตัดขวางผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหล CH_4 ที่ 0.5 sccm



(a) (b)

รูปที่ 4.5 (a) แสดงโครงสร้างจุลภาค (b) แสดงความหนาโดยภาพตัดขวางผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหล CH_4 ที่ 0.7 sccm

ผลการศึกษาพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm มีขนาดเม็ดเกรนโดยเฉลี่ยตั้งแต่ 0.025 μm

ตารางที่ 4.2 ผลการวัดความหนาผิวของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm

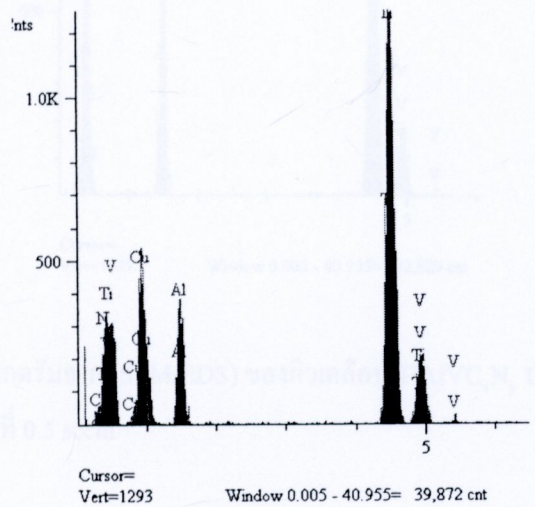
วัสดุ	ความหนา (μm)
1. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	0.503
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	0.760
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	0.615

ผลการศึกษาพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ0.7 sccm มีความหนาของผิวเคลือบอยู่ระหว่าง 0.503-0.760 μm โดยที่ผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm มีความหนาของผิวเคลือบมากที่สุดที่ 0.760 μm

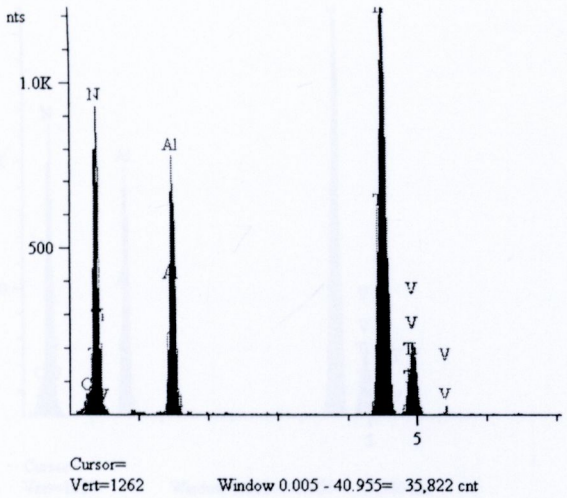
ส่วนผสมทางเคมีแสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.6-4.9

ตารางที่ 4.3 แสดงส่วนผสมทางเคมีของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm

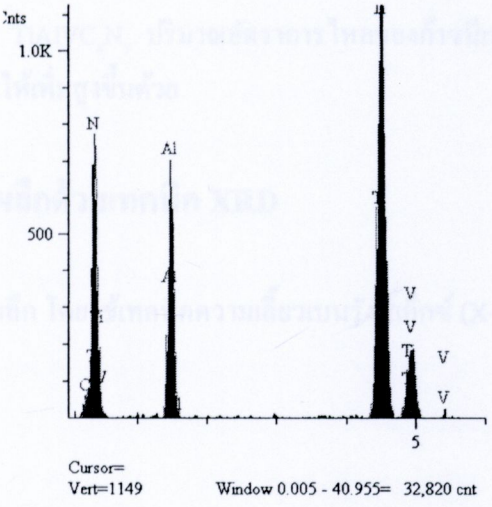
วัสดุ	ส่วนผสมทางเคมี (Wt%)						Total (Wt%)
	C	N	Al	Ti	V	Other	
1.Ti-6Al-4V	1.044	6.595	5.609	77.420	2.866	6.466	100
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	1.584	24.422	8.828	61.528	3.637	0.001	100
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	1.753	22.971	8.686	62.775	3.815	0.000	100
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	2.740	23.511	8.694	61.735	3.320	0.000	100



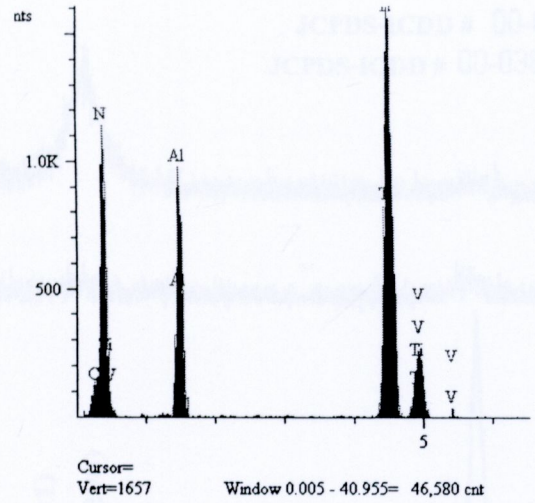
รูปที่ 4.6 แสดงสเปกตรัมจาก (SEM/EDS) ของชิ้นงาน Ti-6Al-4V



รูปที่ 4.7 แสดงสเปกตรัมจาก (SEM/EDS) ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3 sccm



รูปที่ 4.8 แสดงสเปกตรัมจาก (SEM/EDS) ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm

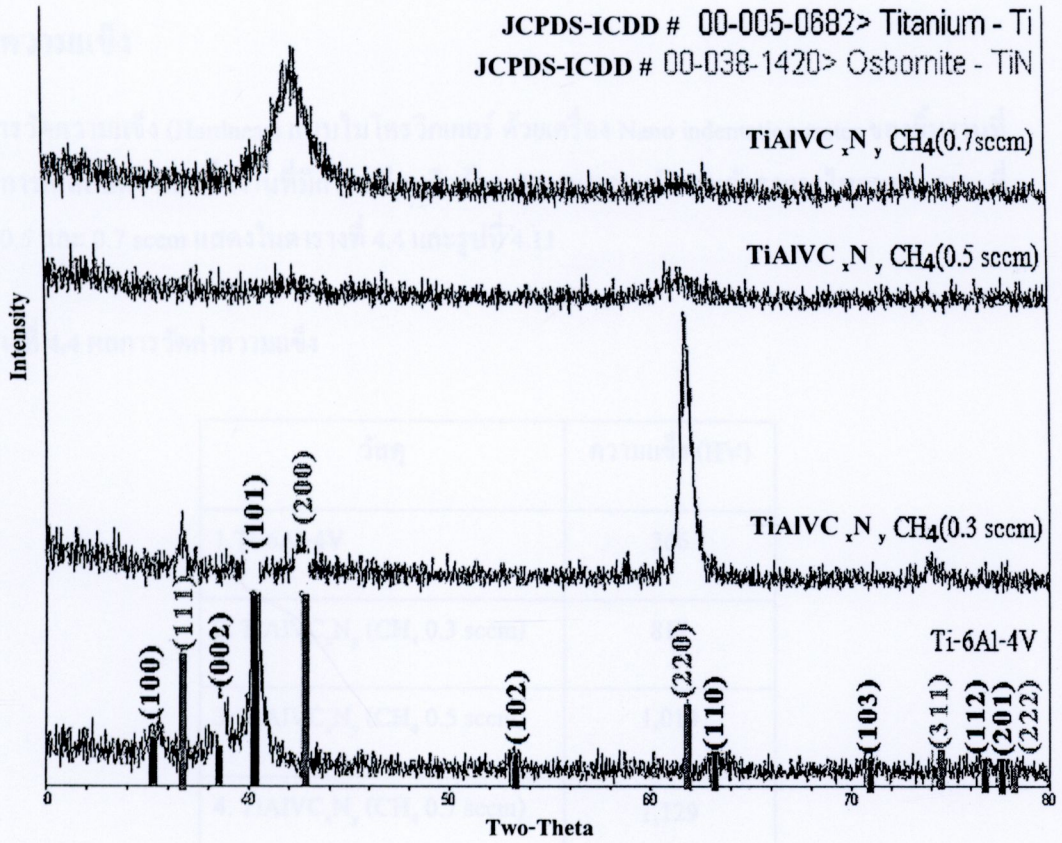


รูปที่ 4.9 แสดงสเปกตรัมจาก (SEM/EDS) ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm

ผลการศึกษาพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของก๊าซมีเทนที่เพิ่มขึ้น จะส่งผลต่อปริมาณคาร์บอนในผิวเคลือบให้เพิ่มสูงขึ้นด้วย

4.3 การจัดเรียงตัวของผลึกด้วยเทคนิค XRD

ผลการศึกษาจัดเรียงตัวของผลึก โดยใช้เทคนิคความเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction/ XRD) แสดงในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 แสดงการจัดเรียงตัวของผลึกของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิว - ด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm

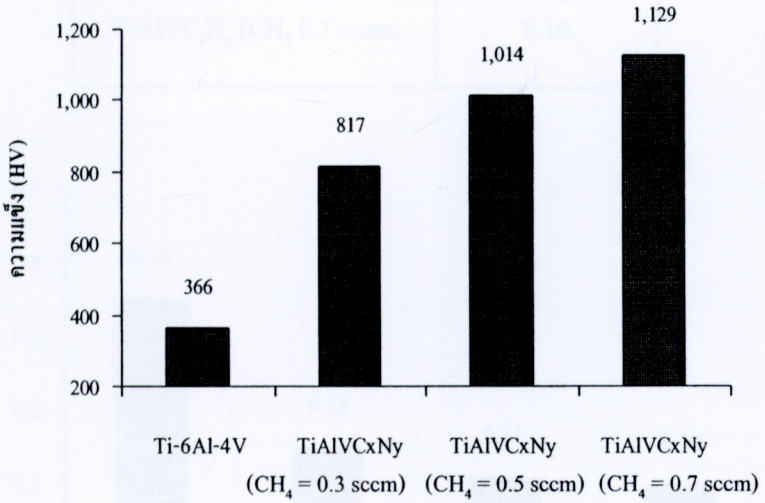
ผลการศึกษาเปรียบเทียบกับสเปคตรัมของฐานข้อมูล JCPDS-ICDD # 00-005-0682 (Ti) พบว่าชิ้นงาน Ti-6Al-4V พบพีคที่แสดงชัดเจนอยู่ที่พีคแรก 34.936° บนระนาบ (100) พีคที่สอง 38.335° บนระนาบ (002) และพีคที่สาม 40.182° บนระนาบ (101) ส่วนผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ0.7 sccm เป็นการศึกษาเปรียบเทียบกับสเปคตรัมของฐานข้อมูล JCPDS-ICDD # 00-038-1420 (TiN) พบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3 sccm พบพีคที่แสดงชัดเจนอยู่ที่พีคที่สาม 61.834° บนระนาบ (220), ผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm พบพีคกำลังเปลี่ยนเฟสอยู่ที่พีคที่สาม 61.733° บนระนาบ (220) และผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm พบพีคที่แสดงชัดเจนอยู่ที่พีคที่สอง 42.439° บนระนาบ (200)

4.4 ความแข็ง

ผลการวัดความแข็ง (Hardness) แบบไมโครวิกเกอร์ ด้วยเครื่อง Nano indentation tester ของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm แสดงในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.11

ตารางที่ 4.4 ผลการวัดค่าความแข็ง

วัสดุ	ความแข็ง (HV)
1.Ti-6Al-4V	366
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	817
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	1,014
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	1,129



รูปที่ 4.11 แสดงการเปรียบเทียบค่าความแข็ง

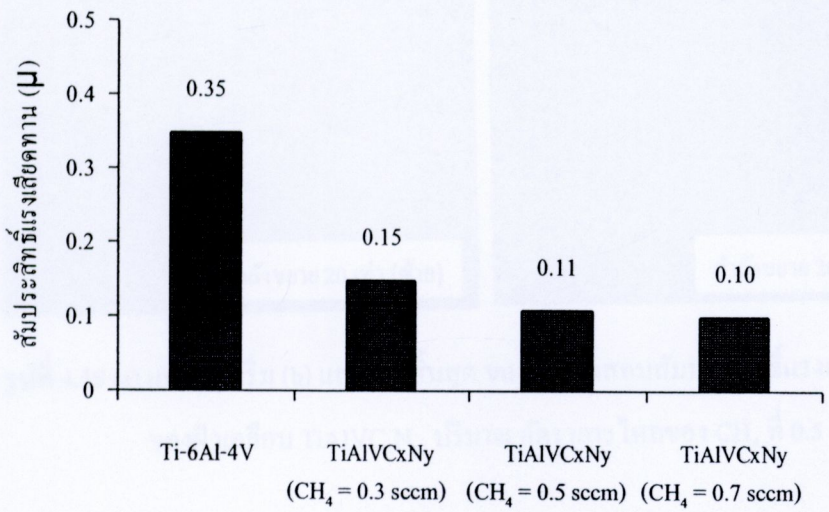
ผลการทดลองพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm มีค่าความแข็งสูงสุด

4.5 สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน

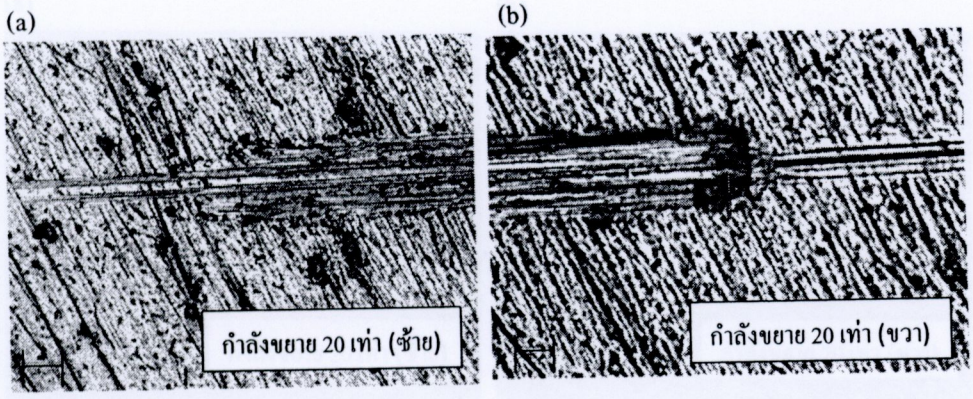
ผลการวัดสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานด้วยเครื่อง Micro scratch tester ของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ0.7 sccm แสดงในตารางที่ 4.5 และ รูปที่ 4.12 ส่วนจุดเริ่มและจุดสิ้นสุด ของการทดสอบสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน แสดงในรูปที่ 4.13 -4.16

ตารางที่ 4.5 ผลการวัดค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน

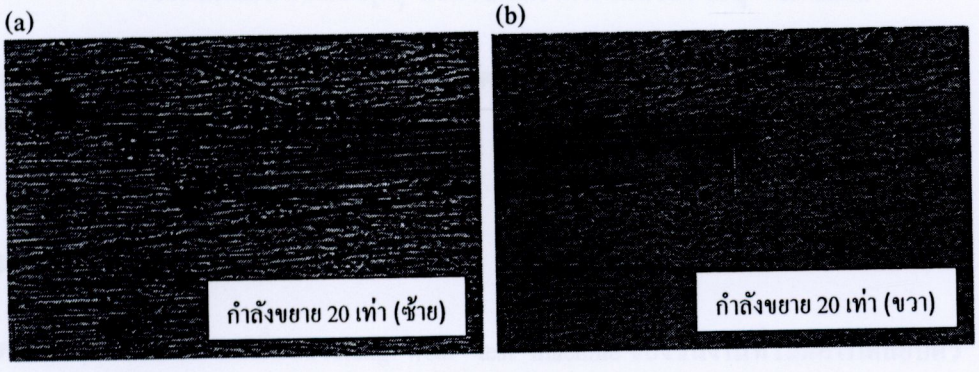
วัสดุ	สัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (μ)
1.Ti-6Al-4V	0.35
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	0.15
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	0.11
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	0.10



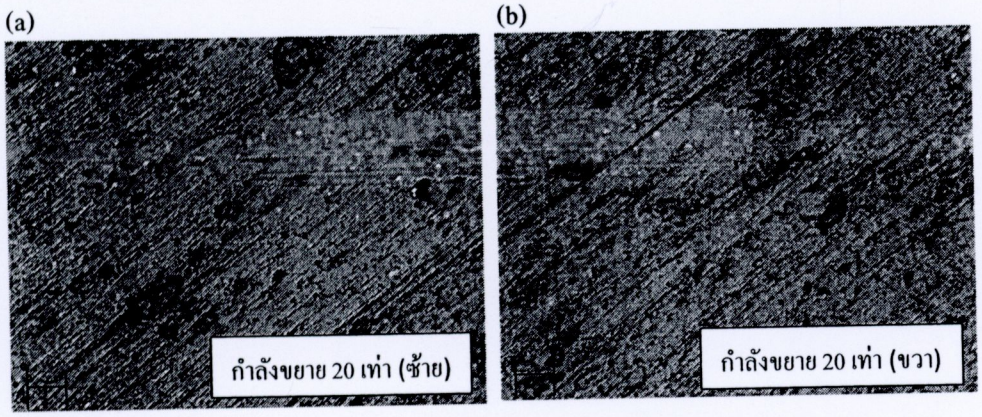
รูปที่ 4.12 แสดงการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน



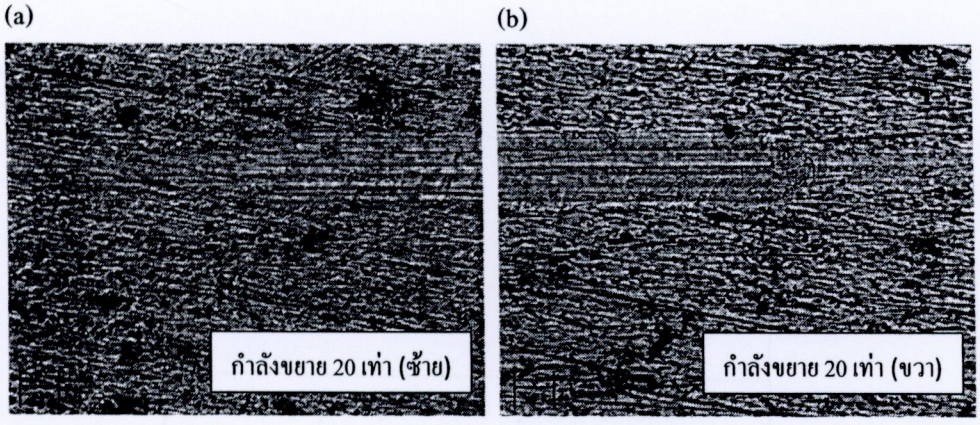
รูปที่ 4.13 (a) แสดงจุดเริ่ม (b) แสดงจุดสิ้นสุด ของการทดสอบสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน-ของชิ้นงาน Ti-6Al-4V



รูปที่ 4.14 (a) แสดงจุดเริ่ม (b) แสดงจุดสิ้นสุด ของการทดสอบสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณ อัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3 sccm



รูปที่ 4.15 (a) แสดงจุดเริ่ม (b) แสดงจุดสิ้นสุด ของการทดสอบสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณ อัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm



รูปที่ 4.16 (a) แสดงจุดเริ่ม (b) แสดงจุดสิ้นสุด ของการทดสอบสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณ อัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm

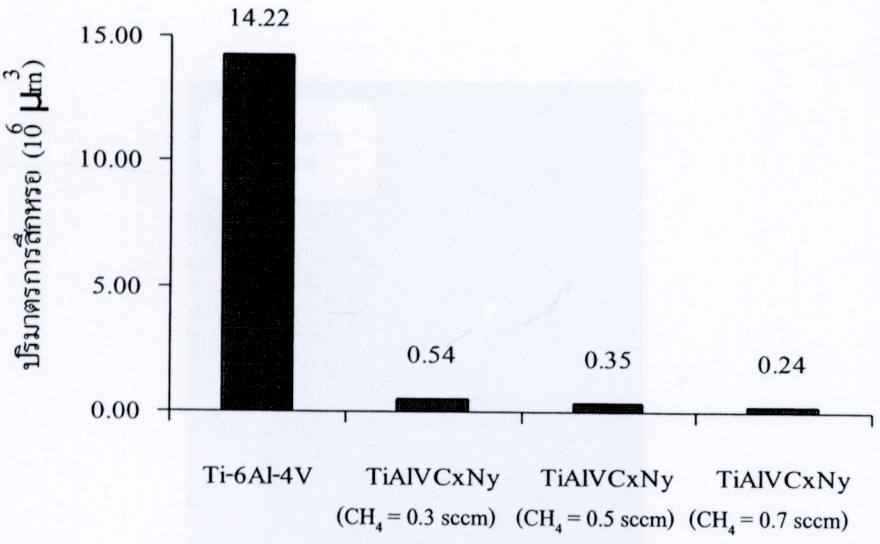
ผลการทดลองพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm มีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำสุด

4.6 ปริมาตรการสึกหรอ

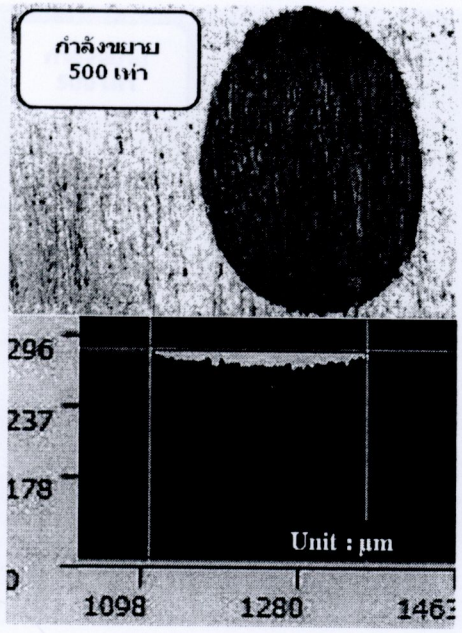
ผลการทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่อง Fretting wear test machine ของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm แสดงในตารางที่ 4.6 และ รูปที่ 4.17 ส่วน Wear scar แสดงในรูปที่ 4.18-4.21

ตารางที่ 4.6 ผลการวัดค่าปริมาตรการสึกหรอ

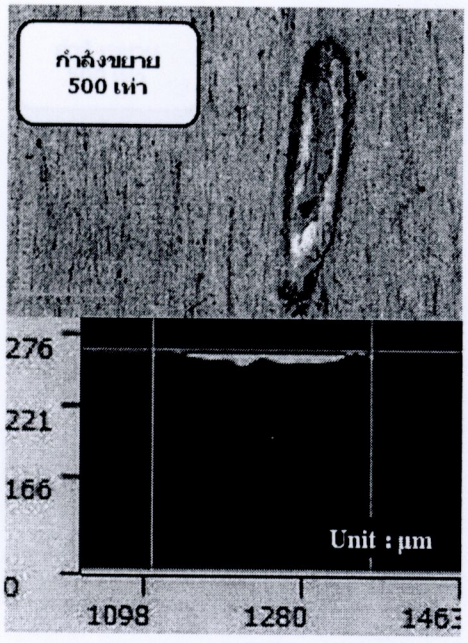
วัสดุ	ปริมาตรการสึกหรอ (μm^3)
1.Ti-6Al-4V	14,218,373
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	542,944
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	350,451
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	242,174



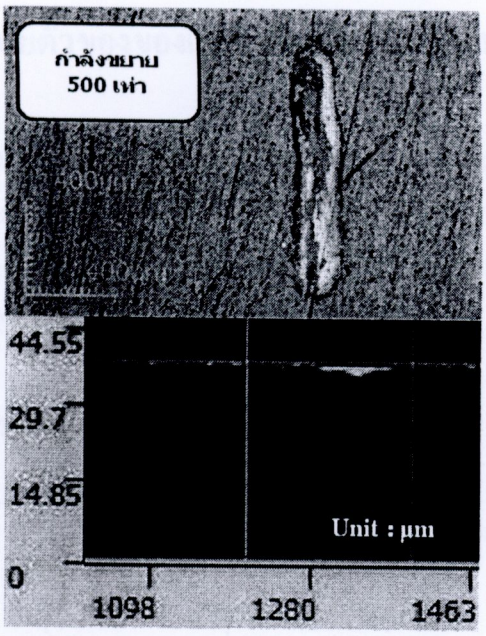
รูปที่ 4.17 แสดงการเปรียบเทียบค่าปริมาตรการสึกหรอ



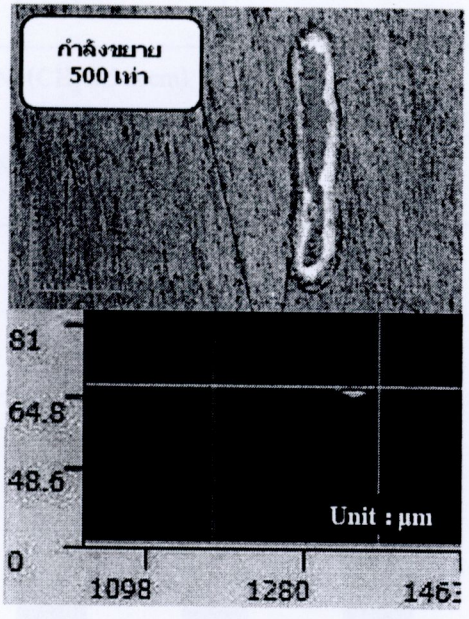
รูปที่ 4.18 แสดง Wear scar ของชิ้นงาน Ti-6Al-4V



รูปที่ 4.19 แสดง Wear scar ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3 sccm



รูปที่ 4.20 แสดง Wear scar ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm



รูปที่ 4.21 แสดง Wear scar ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm

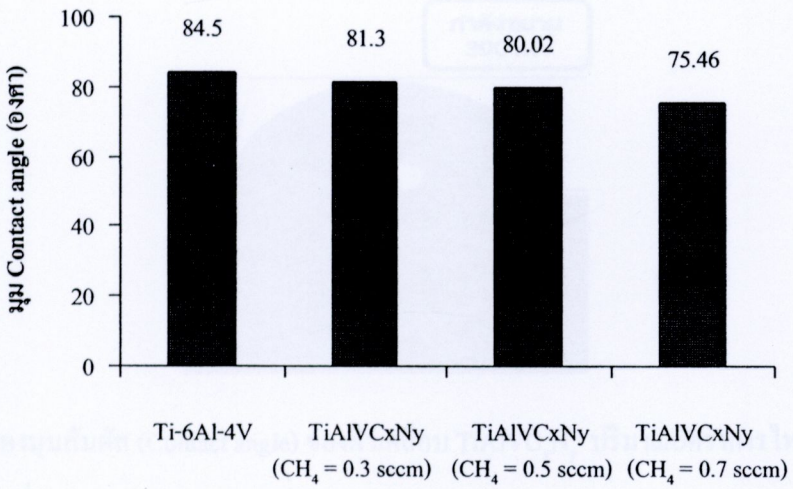
ผลการทดลองพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm มีปริมาตรการสึกหรอต่ำสุด

4.7 การวัดมุมการกระจายตัวของของเหลว ด้วยวิธีทดสอบแบบ Contact angle

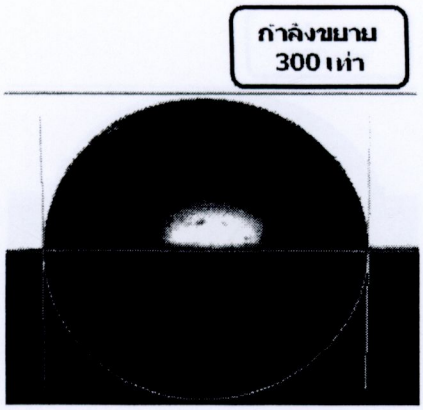
ผลการวัดมุมการกระจายตัวของของเหลว บนผิวชิ้นงานด้วยเครื่อง Dataphysics OCA-20 ของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบ และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm แสดงในตารางที่ 4.7 ส่วนรูปที่ 4.22 แสดงการเปรียบเทียบมุมสัมผัส (Contact angle) และรูปที่ 4.23-4.26

ตารางที่ 4.7 ผลการวัดมุมการกระจายตัวของของเหลวบนชิ้นงาน

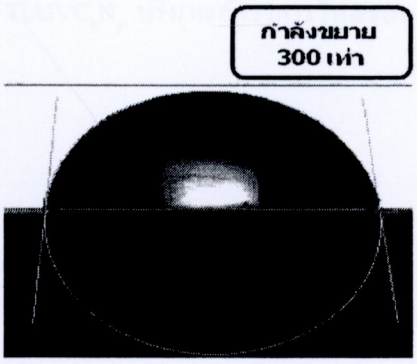
วัสดุ	มุมสัมผัส (Contact angle) (องศา)
1.Ti-6Al-4V	84.50
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	81.30
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	80.02
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	75.46



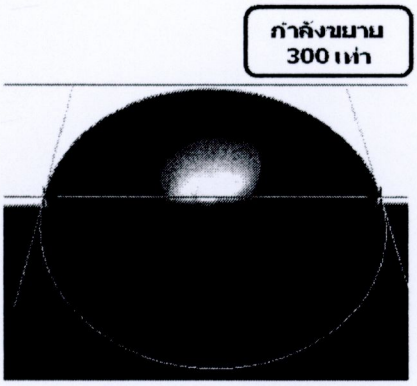
รูปที่ 4.22 แสดงการเปรียบเทียบมุมสัมผัส (Contact angle)



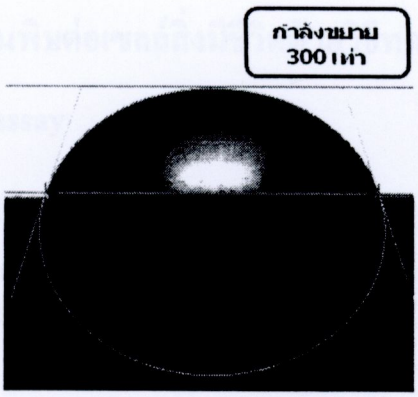
รูปที่ 4.23 แสดงมุมสัมผัส (Contact angle) ของชิ้นงาน Ti-6Al-4V



รูปที่ 4.24 แสดงมุมสัมผัส (Contact angle) ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3 sccm



รูปที่ 4.25 แสดงมุมสัมผัส (Contact angle) ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm



รูปที่ 4.26 แสดงมุมสัมผัส (Contact angle) ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm

ผลการทดลองพบว่าผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm มีมุมสัมผัส (Contact angle) ต่ำสุด

4.8 การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิตด้วยวิธีทดสอบทางอ้อมแบบ

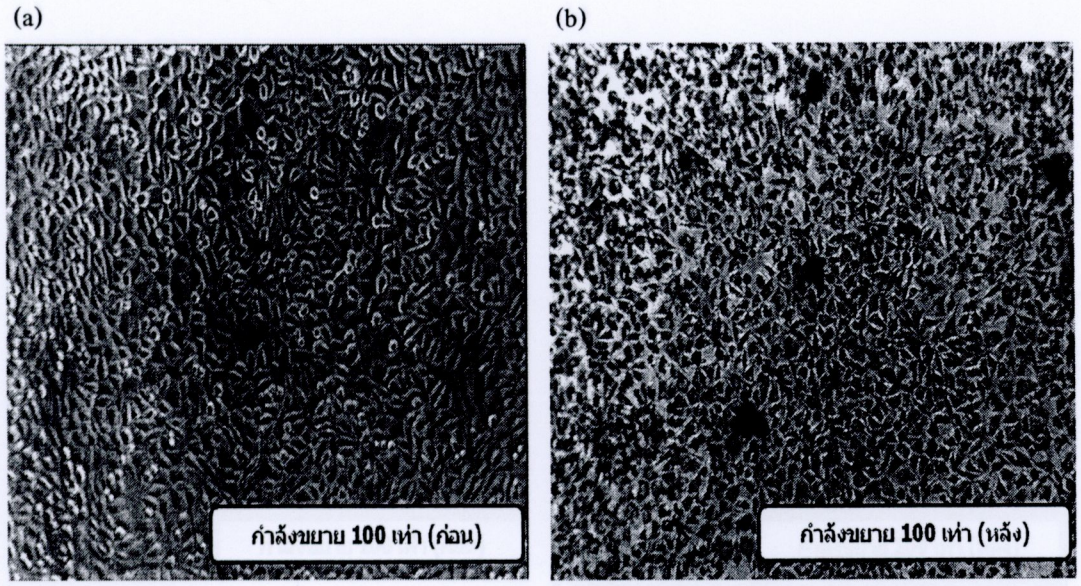
MTT cytotoxicity assay

ผลการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิตด้วยเครื่อง Microplate reader ของชิ้นงานที่ไม่มีการเคลือบผิว และชิ้นงานที่มีการเคลือบผิวด้วย $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm แสดงในตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.27-4.30

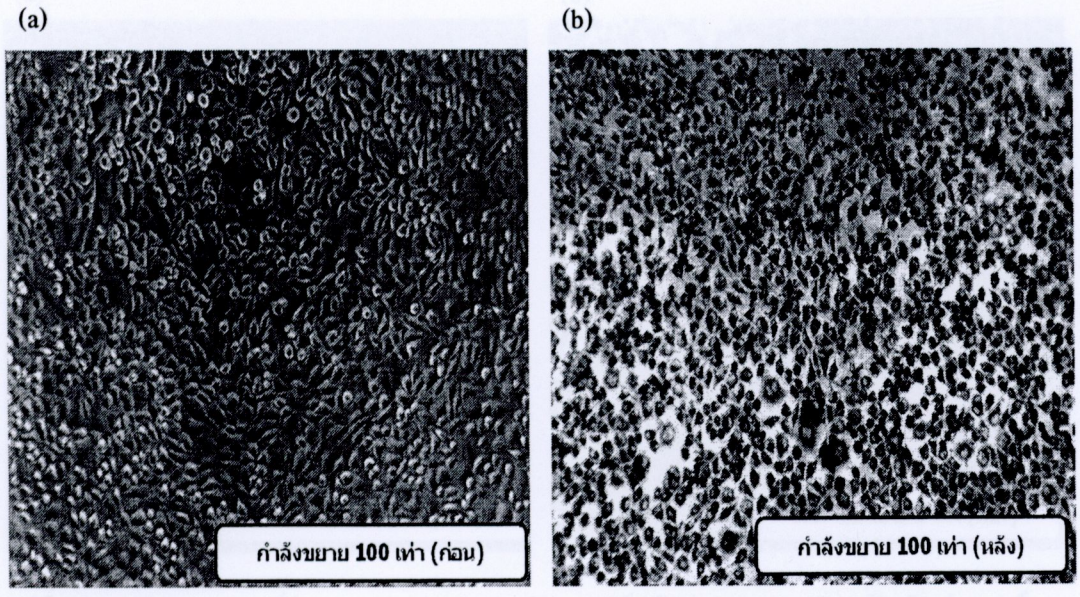
ตารางที่ 4.8 ผลการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต

Sample	**OD (570 nm)**	**% Viability**
Blank	1.232	100
Negative control	1.161	94.2
Positive control	0.035	2.8
1.Ti-6Al-4V	1.036	84.0
2. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.3 sccm)	1.043	84.7
3. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.5 sccm)	1.050	85.2
4. $TiAlVC_xN_y$ (CH_4 0.7 sccm)	1.082	87.9

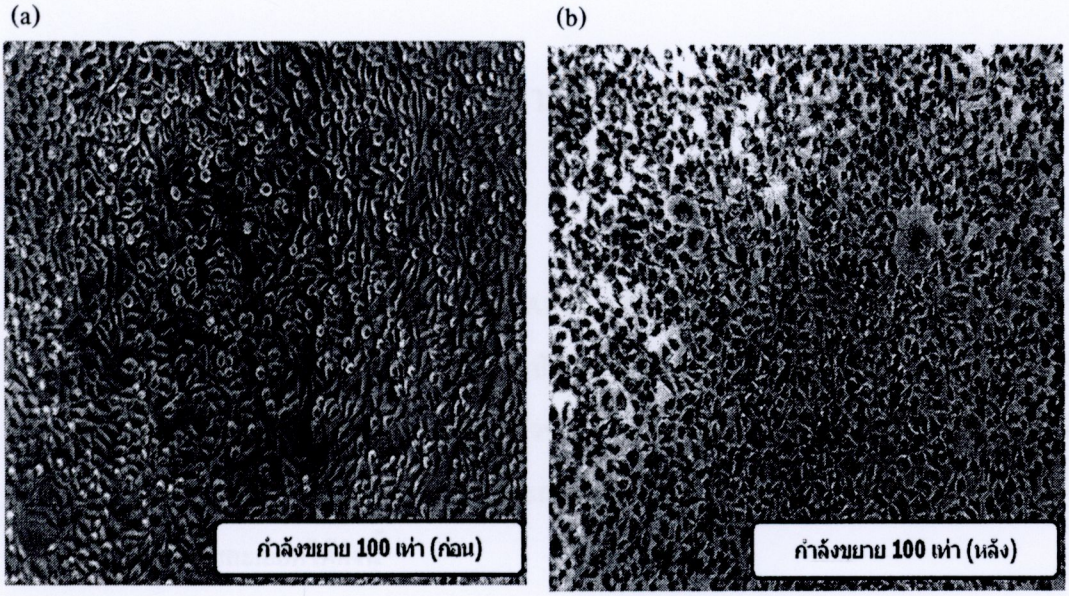
% Viability คำนวณได้จาก 100x (OD_{570nm}Blank/ OD_{570nm}Test sample) ในกรณีพบ % Viability น้อยกว่า 70 มีแนวโน้มจะเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต



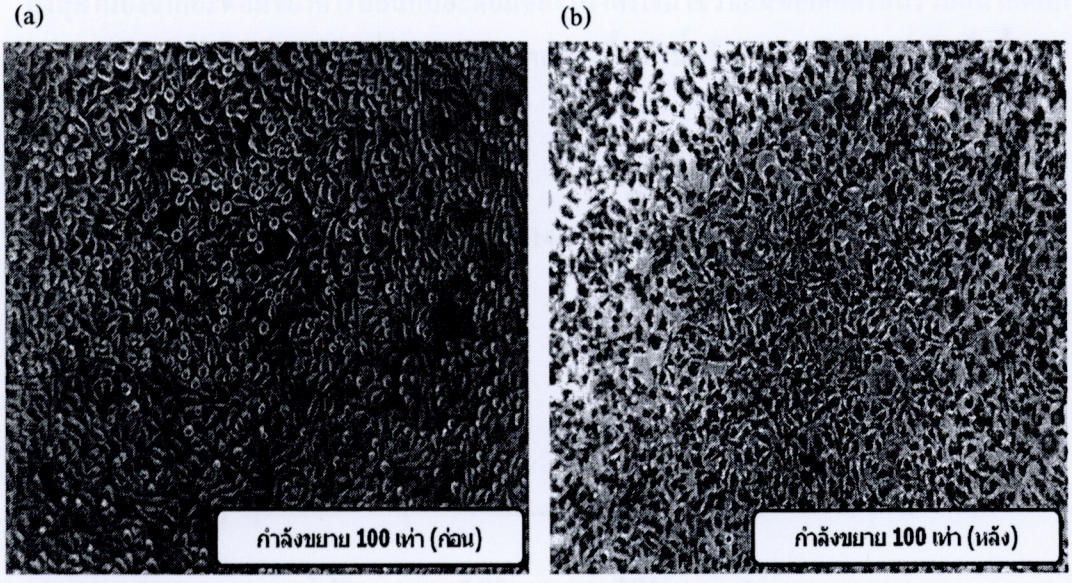
รูปที่ 4.27 (a) แสดงเซลล์ก่อนการทดสอบ (b) แสดงเซลล์หลังการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต ของชิ้นงาน Ti-6Al-4V



รูปที่ 4.28 (a) แสดงเซลล์ก่อนการทดสอบ (b) แสดงเซลล์หลังการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3 sccm



รูปที่ 4.29 (a) แสดงเซลล์ก่อนการทดสอบ (b) แสดงเซลล์หลังการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.5 sccm



รูปที่ 4.30 (a) แสดงเซลล์ก่อนการทดสอบ (b) แสดงเซลล์หลังการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต ของผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.7 sccm

ผลการทดสอบ พบว่าชิ้นงาน Ti-6Al-4V และผิวเคลือบ $TiAlVC_xN_y$ ปริมาณอัตราการไหลของ CH_4 ที่ 0.3, 0.5 และ 0.7 sccm ไม่มีแนวโน้มความเป็นพิษต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต