

การศึกษาการปลูกฟิล์มเพชรกับการปรับปรุงสมบัติ ทางด้านการยึดเกาะของฟิล์มเพชรกับฐานรอง

ชนภักษ์ เมธนาวิน¹ ไพศาล เสตสุวรรณ² และ ณรงค์ฤทธิ สมบัติสมภพ³

Abstract

Metanawin T.¹, Setasuwon P.² and Sombatsompop N.¹

**Diamond film growth with modification properties of adhesion
between substrate and diamond film**

Songklanakarin J. Sci. Technol., 2004, 26(2) : 259-268

Diamond film growth was studied using chemical vapor deposition (CVD). A special equipment was build in-house, employing a welding torch, and substrate holder with a water-cooling system. Acetylene and oxygen were used as combustion gases and the substrate was tungsten carbide cobalt. It was found that surface treatments, such as diamond powder scratching or acid etching, increase the adhesion and prevent the film peel-off. Diamond powder scratching and combined diamond powder scratching with acid etching gave the similar diamond film structure with small grain and slightly rough surface. The diamond film obtained with both treatments has high adhesion and can withstand internal stress better than ones obtained by untreated surface or acid etching alone. It was also found that higher substrate temperature produced smoother surface and more uniform diamond grain.

Key words : diamond film, WC-Co, CVD, combustion flame

¹Division of Materials Technology, School of Energy and Materials, King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT), Tungkru, Bangmod, Bangkok, 10140 Thailand. ²National Science and Technology Development Agency, Khlong 1, Khlong Luang, Pathum Thani, 12120 Thailand.

¹วศ.ม.(เทคโนโลยีวัสดุ), นักศึกษาระดับปริญญาโท ³Ph.D.(Polymer Processing and Rheology), รองศาสตราจารย์ สายวิชา เทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ทูงครุ กรุงเทพฯ 10140 ²Ph.D.(Electroceramics) ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ตำบลคลองหนึ่ง อำเภอคลองหลวง จังหวัดปทุมธานี 12120

Corresponding e-mail: narongrit.som@kmutt.ac.th

รับต้นฉบับ 5 สิงหาคม 2546 รับลงพิมพ์ 18 พฤศจิกายน 2546

บทคัดย่อ

ธนภัทษ์ เมธนาวิณ ไพศาล เสตสุวรรณ และ ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ
การศึกษาการปลูกฟิล์มเพชรกับการปรับปรุงสมบัติทางด้านการยึดเกาะ
ของฟิล์มเพชรกับฐานรอง

ว. สงขลานครินทร์ วทท. 2547 26(2) : 259-268

การวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรโดยวิธี Chemical Vapor Deposition (CVD) ซึ่งได้ออกแบบพัฒนาและสร้างเครื่องมือผลิตฟิล์มเพชรขึ้นมาโดยเฉพาะ ประกอบด้วยหัวเชื่อมแก๊สโดยใช้ก๊าซอะเซทิลีนและก๊าซออกซิเจนระบบหล่อเย็นด้วยน้ำเพื่อควบคุมอุณหภูมิของฐานรองที่เป็นทั้งเสตนคาร์ไบด์โคบอลท์ ผลการทดลอง พบว่า การเตรียมพื้นผิวหน้าฐานรองด้วยการกัดกรดและขัดด้วยผงเพชรทำให้สามารถป้องกันการหลุดร่อนของฟิล์มเพชรจากฐานรองได้ โดยพบว่าการขัดด้วยผงเพชรและการกัดกรด และตามด้วยการขัดด้วยผงเพชรให้ฟิล์มเพชรที่มีลักษณะคล้ายกัน กล่าวคือ ผลึกมีขนาดเล็กและมีผิวหน้าหยาบเล็กน้อย ฟิล์มมีความแข็งแรงของการยึดเกาะสูงพอที่สามารถทนค่าความเค้นภายในได้สูงกว่าฐานรองที่ไม่ได้เตรียมผิวหน้าและฐานรองที่กัดกรดอย่างเดียว นอกจากนี้การปลูกฟิล์มเพชรที่ฐานรองมีอุณหภูมิสูงได้ผลึกเพชรที่เล็กและผิวหน้าฟิล์มเพชรค่อนข้างเรียบและสม่ำเสมอว่าการผลิตฟิล์มที่ฐานรองมีอุณหภูมิต่ำ

เพชรนอกจากเป็นอัญมณีที่มีค่าสูงมากแล้ว ยังเป็นวัสดุที่สามารถนำไปใช้ในงานอุตสาหกรรม เนื่องจากเพชรเป็นวัสดุแข็งที่สุดที่เรารู้จัก เพชรจึงมีสมบัติเหมาะสมสำหรับงานประเภทการตัด กลึง ปาด เจียร ด้วยวิธีเชิงกล แต่เนื่องจากเพชรที่เกิดตามธรรมชาติและเพชรที่สังเคราะห์ขึ้นมีราคาแพง ทำให้มีการใช้งานเพชรในงานเฉพาะด้านเท่านั้น การค้นพบการขึ้นรูปฟิล์มเพชรด้วยวิธี chemical vapor deposition (CVD) ทำให้การนำเพชรมาใช้งานในวงที่กว้างขึ้นในรูปของฟิล์มเพชรที่เคลือบอยู่ เนื่องจากการใช้งานในเชิงกลนั้นใช้เฉพาะบริเวณพื้นผิวสัมผัสเป็นส่วนสำคัญ จึงไม่จำเป็นต้องใช้เพชรทั้งชิ้น หนึ่งในวิธี CVD ที่สามารถสร้างฟิล์มเพชรขึ้นคือ วิธีการเผาไหม้ในระบบชีวีตี (combustion flame CVD) ซึ่งมีต้นทุนต่ำที่สุดและมีขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน แต่ได้ผลึกเพชรที่ไม่สมบูรณ์ไม่เหมาะสมกับงานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งเป็นการใช้งานที่สำคัญอีกด้านหนึ่งของฟิล์มเพชร แต่ไม่มีปัญหาในกรณีนำไปใช้งานทางด้านเชิงกล ดังนั้นฟิล์มเพชรที่ได้จากกระบวนการนี้จึงเหมาะสำหรับการนำไปใช้งานตัดโลหะนอกกลุ่มเหล็ก (non-ferrous metal) อย่างไรก็ตามไม่สามารถจะนำไปใช้กับงานที่ต้องการความทนทานต่อภาระที่หนักหน่วง (heavy duty) ได้ (Murakawa and Takeuchi,

1995; Kanda *et al.*, 1995) ไม่เหมาะสำหรับตัดโลหะกลุ่มเหล็ก (ferrous metal) เพราะว่าที่อุณหภูมิสูงเกิดการออกซิเดชันและมีแนวโน้มของคาร์บอนที่จะแพร่เข้าไปในผิวของโลหะกลุ่มเหล็ก (Kanda *et al.*, 1995)

การยึดเหนี่ยวของอะตอมคาร์บอนด้วยพันธะโควาเลนต์แบบต่างๆ คือ SP^3 และ SP^2 ทำให้เกิดโครงสร้างของคาร์บอนในหลายๆ อัญรูป ซึ่งสามารถใช้รามานสเปกโตรสโคปี (หน่วยเป็น Raman Shift cm^{-1}) แยกความแตกต่างของโครงสร้างคาร์บอนแต่ละแบบได้ ซึ่งโครงสร้างคาร์บอนแต่ละแบบมีดังต่อไปนี้ 1. เพชร (Diamond) เกิดจากอะตอมคาร์บอนยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะโควาเลนต์แบบ SP^3 โดยมีหน่วยเซลล์เป็นแบบเป็นคิวบิกและพันธะของอะตอมคาร์บอนมีการยึดเหนี่ยวแบบเตตระฮีดรอล (tetrahedral) มีค่าคงที่โครงสร้างผลึก 3.567 อังสตรอม ความยาวอะตอมข้างเคียงที่ใกล้ที่สุดเท่ากับ 1.54 อังสตรอม และมีค่า Raman Shift ของคิวบิก 1332 cm^{-1} และ 1284 cm^{-1} ซึ่งเป็นของคาร์บอน 12 และคาร์บอน 13 ตามลำดับ 2. กราไฟต์ (Graphite) เกิดจากอะตอมคาร์บอนยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะโควาเลนต์แบบ SP^2 และอะตอมคาร์บอนมีการยึดเหนี่ยวกับอะตอมข้างเคียง 3 อะตอมในระนาบเดียวกัน มีค่าคงที่โครงสร้างผลึก 6.707 อังสตรอม ความยาวอะตอมข้าง

เคียงที่ใกล้ที่สุดเท่ากับ 1.42 อังสตรอม และมีค่า Raman Shift เท่ากับ 1580 cm^{-1} (Davis, 1993) 3. เพชรเสมือนคาร์บอน (diamond like carbon; DLC) พบว่าเป็นอสัณฐาน โครงสร้างยึดกันด้วยอัตราส่วนของพันธะ SP^3/SP^2 และมีค่า Raman Shift เท่ากับ 1550 cm^{-1} 4. ฟลิกไมโครกราฟไฟต์ (microcrystalline graphite) เป็นโครงสร้างที่ยึดกันด้วยพันธะ SP^3 แต่ก็พบพันธะ SP^2 บริเวณใกล้ๆ กับบริเวณขอบเกรนและมีค่า Raman Shift เท่ากับ 1355 cm^{-1} 5. คาร์บอนอสัณฐาน (amorphous carbon) มีค่า Raman Shift ใกล้ 1140 cm^{-1} ซึ่งอาจเป็นพันธะแบบ SP^3 เป็นต้น (Pierson, 1993)

การศึกษาการทำเพชรที่เคลือบบนวัสดุเครื่องมือ (cutting tool) นั้นได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดวัสดุชนิดใหม่ที่มีประโยชน์ เช่น เส้นใยเสริมแรงในพอลิเมอร์ วัสดุในรถยนต์ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีความต้านทานต่อการเสียดสีและสึกหรอสูง และเครื่องมือที่มีความแม่นยำสูง (Kanda *et al.*, 1995) การสังเคราะห์ฟิล์มเพชรด้วยวิธี combustion flame CVD เตรียมในบรรยากาศห้องพลังงานความร้อนที่ใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรได้จากการเผาไหม้ของสารตั้งต้น เป็นระบบไม่ซับซ้อน การบำรุงรักษาไม่แพง อัตราการเกิดสูงทำให้สามารถเตรียมฟิล์มเพชรบนฐานรองได้ในราคาที่ไม่แพง จากเหตุผลดังกล่าวในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรด้วยเทคนิค combustion flame CVD (Murakawa and Takeuchi, 1993) จากงานวิจัยที่ผ่านมาได้ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรโดยวิธี combustion flame CVD ใช้แก๊สออกซิเจนและอะเซทิลีนผสมกันที่หัวเชื่อมแก๊ส (Murakawa *et al.*, 1989, 1989 and 1997) หรืออาจเปลี่ยนแก๊สอะเซทิลีนไปเป็นโพรเพนหรือมีเทนและผสมไฮโดรเจนเพิ่ม (Moriyoshi *et al.*, 1991) เพื่อเพิ่มอัตราส่วนของเพชร/อสัณฐาน (diamond/amorphous) (Oakes *et al.*, 1991) โดยสามารถสังเคราะห์ฟิล์มเพชรบนฐานรองได้หลายชนิด เช่น ทังสเตนคาร์ไบด์ กับ 1 ถึง 6.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของโคบอลต์ (WC 1-6.5%wt. Co) (Kikuchi *et al.*, 1988; Murakawa *et al.*, 1989 and 1990; Peters and Cummings, 1996; Murakawa and Takeuchi, 1993; Shibuki *et al.*, 1994) โมลิบดีนัม (Garcia *et al.*, 1996; Murakawa *et al.*, 1997) วางอยู่บนระบบหล่อเย็นด้วยน้ำ ฐานรองมีการทำ

ความสะอาดด้วยไตรคลอโรเอทิลีนหรืออะซิโตน และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (Peters and Cummings, 1996) และมีการเตรียมพื้นผิวด้วยการขัดผงเพชร (Murakawa *et al.*, 1989 and Shibuki *et al.*, 1994) และล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน อะซิโตน และแอลกอฮอล์ เพื่อกำจัดสารมลทินที่เกิดจากการขัดด้วยผงเพชร (Garcia *et al.*, 1996) ผลที่ได้สามารถสังเคราะห์เพชรได้ในอัตรา 100-150 ไมครอน/ชม. (Oakes *et al.*, 1991; Sarin and Arya, 1995; Murakawa *et al.*, 1989; Matsui *et al.*, 1990) ฟิล์มเพชรที่เกิดแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ บริเวณตรงกลางและส่วนที่เป็นวงแหวนรอบๆ ตรงกลาง เป็นระยะทาง 0.5-1.0 มม. โดยบริเวณตรงกลางเป็นบริเวณพบเพชรที่มีคุณภาพดีมาก แต่โดยมากจะพบรอยแตกบริเวณตรงกลาง เนื่องจากว่าเป็นบริเวณที่อยู่ใกล้เปลวไฟชั้นในซึ่งมีอุณหภูมิสูงสุด เมื่อดับไฟทันทีหลังจากการทดลอง บริเวณนี้จึงมีการเย็นตัวอย่างรวดเร็ว ทำให้เกิดการแตกของฟิล์มเพชร (Garcia *et al.*, 1996)

การศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรโดยการปรับปรุงผิวหน้าฐานรอง ปัญหาแรกคือ อุณหภูมิจะมีการลดลงอย่างรวดเร็วหลังจากที่ฐานรองหลุดจากเปลวไฟ ส่งผลให้เกิดการแยกชั้นหรือรอยแตกขนาดเล็ก ที่เป็นผลจากสัมประสิทธิ์ของการขยายตัวทางอุณหภูมิไม่เท่ากันของฐานรองกับฟิล์มเพชร ทำให้ความแข็งแรงของการยึดเกาะลดลง (Spear and Dismukes, 1994; Peters and Cummings, 1996; Murakawa *et al.*, 1989) ปัญหาที่สองคือ ในการทดลองที่มีการเลือกใช้ฐานรองชนิดทังสเตนคาร์ไบด์ที่มีโคบอลต์ผสมอยู่ พบว่าเกิดฟิล์มเพชรบนฐานชนิดนี้รองได้ยาก (Pual, 1995) โดยพบว่าถ้าปริมาณโคบอลต์ที่ใช้เป็นตัวยึด (binder) อนุภาคของทังสเตน มีค่าน้อยกว่า 1%wt จะทำให้ฐานรองมีความแข็งแรงไม่พอที่จะใช้เป็นมิตดัดชนิดที่เรียกว่า insert แต่ถ้าโคบอลต์มากกว่า 4%wt ทำให้เกิดเป็นเพชรได้ยาก (Kikuchi *et al.*, 1988) ในการทำงานบางอย่างที่มีความจำเป็นต้องใช้ฐานรองที่ทำจากทังสเตนคาร์ไบด์-โคบอลต์ (WC-Co) ใช้ทำมิตดัดชนิด insert (Murakawa and Takeuchi, 1995) การกำจัดโคบอลต์วิธีง่ายที่สุดโดยการกัดกรดด้วยสารเคมี ทำโดยชุบฐานรองลงใน 1-10% กรดไนตริก กรดไฮโดรคลอริก และกรดซัลฟูริก ในเวลา 1-30 นาที (Kikuchi *et al.*, 1988) หรือโดยใช้

การกัดกรดด้วยไฟฟ้า (electrolytic polishing) ในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Murakawa and Takeuchi, 1995) การศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวโดยใช้ murakami's reagent (Peters and Cummings, 1996) เปรียบเทียบกับการเตรียมผิวโดยกรดไนตริก เพื่อกำจัดโคบอลต์ออกจากฐานรอง พบว่าชั้นงานที่ผ่านการเตรียมผิวด้วย murakami's reagent มีการยึดเกาะกับฐานรองดีและสามารถเตรียมความหนาของฟิล์มเพชรได้ถึง 50 ไมครอน โดยไม่เกิดการหลุดร่อน ซึ่งโดยปกติพบว่าทำได้ไม่เกิน 20 ไมครอน โดยไม่เกิดการหลุดร่อน (Peters and Cummings, 1996) และเมื่อเปรียบเทียบสารเคมีที่ใช้กำจัดโคบอลต์ระหว่าง electrolytic polishing - pretreatment (E-pretreatment) และ murakami's reagent-pretreatment (M-pretreatment) (Poloni *et al.*, 2000) ผลที่ได้จากการทดสอบความสามารถในการยึดเกาะ เรียกว่า การทดสอบการกด (Indentation test) โดยใช้ rockwell hardness scale A พบว่าการเตรียมผิวด้วย E-pretreatment พบรอยแตกที่น้ำหนักกด 60 กก. ส่วน M-pretreatment พบรอยแตกที่น้ำหนักกด 150 กก. แสดงว่าฟิล์มที่เตรียมด้วย M-pretreatment มีการยึดเกาะดีกว่า E-pretreatment (Poloni *et al.*, 2000) การศึกษาขนาดฟิล์มเพชรที่นำไปทดสอบควรมีความหนา 5-10 ไมครอน (Murakawa *et al.*, 1990; Peters and Cummings, 1996) ทำให้อายุการใช้งานนานขึ้น ซึ่งอายุของเครื่องมือแปรผันตรงกับความหนาของฟิล์มฟิล์มเพชรที่มีขนาดเกรนใหญ่ๆ ทำให้ทอร์คเพิ่ม จึงต้องการปลุกฟิล์มเพชรที่มีขนาดเกรนของเพชรเล็กๆ เพื่อลดทอร์คแต่ถ้าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเพชรบนดอกสว่านน้อยกว่า 1 ไมครอน ทำให้ผลึกเพชรแตกภายใต้เงื่อนไขอื่น เช่น ความเร็วสูงและหลุมลึก (Kanda *et al.*, 1995)

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสถานะเบื้องต้นในการปรับปรุงสมบัติด้านการยึดเกาะของฟิล์มเพชรกับฐานรองและลักษณะผลึกที่อุณหภูมิต่ำและสูง เพื่อที่จะเป็นแนวทางในการพัฒนาฟิล์มเพชรที่เคลือบบนมิตัดชนิด insert ให้มีความทนทานและอายุการทำงานที่ยาวขึ้น โดยใช้เครื่องมืออุปกรณ์ในการทดลองที่สร้างขึ้นเอง ตามจุดประสงค์หลักที่จะนำไปสู่การใช้งานฟิล์มเพชรในอุตสาหกรรมต่อไป

วิธีการทดลอง

1. วัสดุและอุปกรณ์ในการทดลอง

การทดลองนี้ได้ศึกษาการเตรียมฟิล์มเพชรโดยใช้เครื่องมือที่สร้างมาโดยเฉพาะ โดยแสดงตาม Figure 1 เครื่องมือปลุกฟิล์มเพชรที่สร้างขึ้นเพื่อใช้ในการทดลอง โดยให้แก๊สออกซิเจน 99.8% และแก๊สอะเซทิลีน 99.5% ผ่านเครื่องวัดอัตราการไหลแก๊สบริษัท Gilmunt Instruments รุ่น GF-6541-1215 ออกมาทางหัวเชื่อมแก๊สออกซิเจน-อะเซทิลีน โดยใช้ปลายหัวเชื่อมแก๊สเบอร์ 8 ของบริษัท Comet รุ่น 3 และใช้เครื่องอ่านค่าอุณหภูมิของบริษัท Carlo Gavazzi Instruments SPA รุ่น LDI 35 ซึ่งปลายหัวเชื่อมแก๊สวางห่างจากผิวหน้าฐานรองเป็นระยะ 1 มม ฐานรองวางอยู่บนระบบหล่อเย็นกล่องทองแดงด้วยน้ำ

2. สารเคมีใช้เตรียมผิวฐานรอง

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมพื้นผิวฐานรอง ASTM E407 มีองค์ประกอบดังต่อไปนี้

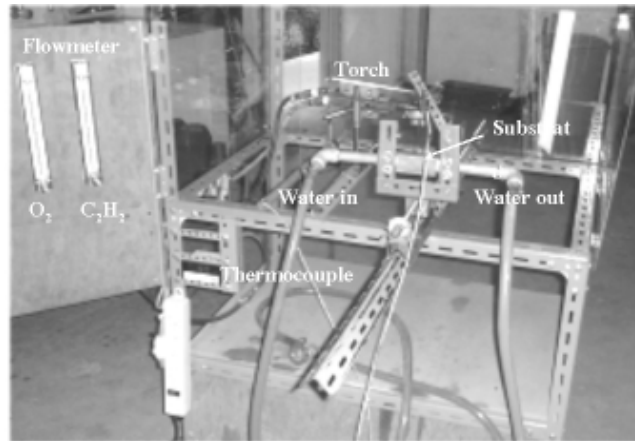
1. กรดไนตริก	15 มล.
2. กรดอะซิติก	15 มล.
3. กรดไฮโดรคลอริก	60 มล.
4. น้ำปราศจากไอออน	15 มล.

3. เครื่องมือในการตรวจสอบสมบัติของฟิล์มเพชร

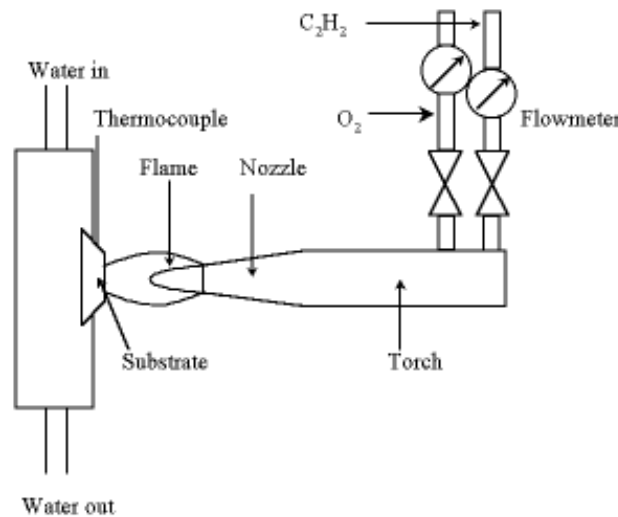
เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวคือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM, บริษัท Jeol รุ่น JSM-5400 และ JSM-5800/energy dispersive; EDS) และกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Light Microscope, บริษัท Olympus Optical รุ่น BHM-112 KL) และเครื่องมือที่ใช้จำแนกความแตกต่างระหว่างเพชรกับกราไฟต์ (Raman Image Microscope, บริษัท Renishaw รุ่น Renishaw Raman System 2000)

4. สภาพที่ใช้ในการทดลอง

เมื่อให้แก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2) ไหลผ่านเครื่องวัด



1(a)



1(b)

**Figure 1. a An experiment apparatus of the diamond coating (back view)
 b A schematic of the diamond coating apparatus used in the experiment (top view)**

อัตราการไหล 1.21 ลิตร/นาที และแก๊สออกซิเจน (O_2) 1.37 ลิตร/นาที แก๊สผสมที่ได้มีอัตราส่วน (O_2/C_2H_2) 1.13 (ถึงแม้ว่าอัตราส่วนแก๊สมากกว่า 1 แต่เปลวไฟที่ได้ก็ยังคงมี 3 ชั้น) ฐานรองเป็นมีดตัดชนิด insert ที่มีส่วนผสมของ WC-Co (2-6wt. %Co) ระยะทางระหว่างเปลวไฟชั้นในกับฐานรอง 1 มม.

5. การศึกษาตัวแปรในการทดลอง

5.1 การเตรียมผิวฐานรอง

การทดลองนี้ใช้สภาวะการทดลองตามข้อ 4 เพื่อ

ศึกษาความแข็งแรงของการยึดเกาะของฟิล์มเพชรกับฐานรอง โดยเตรียมฐานรอง 4 ชุด ชุดที่ 1 ฐานรองที่ไม่เตรียมพื้นผิว ชุดที่ 2 ฐานรองที่เตรียมพื้นผิวโดยการกัดกรด เป็นเวลา 180 วินาที ชุดที่ 3 ฐานรองที่เตรียมพื้นผิวโดยการขัดด้วยผงเพชรขนาด 1 ไมครอน เป็นเวลา 60 วินาทีและชุดที่ 4 ฐานรองที่เตรียมพื้นผิวโดยการกัดกรด 30 วินาที และขัดผงเพชรขนาด 1 ไมครอน เป็นเวลา 180 วินาที การทดลองนี้ปลูกฟิล์มเพชรเป็นเวลา 30 นาที เนื่องจากว่าโดยปกติสามารถสังเคราะห์ฟิล์มเพชรได้เต็มพื้นที่โดยใช้เวลาประมาณ 15 นาที แต่ต้องการเพิ่มความเค้นภายใน

เพื่อดูความแข็งแรงของการยึดเกาะของฟิล์มเพชร และการทดลองนี้ได้เลือกใช้อุณหภูมิฐานรอง 690°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิในเบื้องต้นที่พบว่าสามารถปลูกผลึกเพชรได้ ก่อนที่จะศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิต่อไป

5.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิต่อขนาดของผลึกเพชร

การทดลองนี้ใช้สภาวะการทดลองตามข้อ 4 เพื่อศึกษาขนาดผลึกฟิล์มเพชรบนฐานรองที่มีอุณหภูมิแตกต่างกัน การทดลองนี้ได้กำหนดช่วงอุณหภูมิต่ำคือช่วง 600°C-700°C และช่วงอุณหภูมิสูงคือช่วง 701°C-900°C ซึ่งในการทดลองนี้ได้เลือกอุณหภูมิ 650°C และ 800°C มาทำการทดลอง โดยที่ก่อนทำการทดลองต้องมีการเตรียมผิวหน้าฐานรองด้วยการขัดผงเพชรขนาด 1 ไมครอนเป็นเวลา 60 วินาที และใช้เวลาในการทดลองปลูกฟิล์มเพชรเป็นเวลานาน 30 นาที

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

1. การเตรียมฟิล์มเพชรและผลของการเตรียมผิวหน้าฐานรองที่มีต่อสมบัติการยึดเกาะ

ผลการทดลองที่ได้จากการเตรียมในชุดที่ 1 ที่ใช้ฐานรองที่ไม่ได้เตรียมผิวหน้า พบว่าฟิล์มเพชรมีการร่อนแตกออกจากฐานรองหลังจากดับเปลวไฟทันที ซึ่งอาจจะเกิดจากสัมประสิทธิ์การขยายตัวไม่เท่ากัน แสดงถึงการยึดเกาะที่ไม่ดี ผลการวิเคราะห์ผิวหน้าฐานรองได้ฟิล์มเพชรที่ร่อนที่พบ ณ ตำแหน่งหนึ่งด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีแสดงดัง Figure (2a) พีกเพชร (diamond peak) และพีก diamond like carbon (DLC peak) และ Figure (2b) แสดงถึงพีกผลึกไมโครกราไฟต์ (microcrystalline graphite peak) และพีกกราไฟต์ (graphite peak) และผลการวิเคราะห์ด้านหลังของฟิล์มเพชรที่ร่อน ที่พบ ณ ตำแหน่งหนึ่งด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีแสดงดัง Figure (3a) แสดงถึงพีกเพชรและพีก DLC และ Figure (3b) แสดงถึงพีกผลึกไมโครกราไฟต์และกราไฟต์ จาก Figure 2 และ Figure 3 พบว่าภายใต้ฟิล์มเพชรที่สมบูรณ์มีทั้ง DLC กราไฟต์และผลึกไมโคร กราไฟต์ ทำให้ฟิล์มที่โตขึ้นมีจุดยึดของเพชรกับฐานรองน้อย ส่งผลให้มีความแข็งแรงในการยึดเกาะกับฐานรองต่ำ เนื่องจากว่าความแข็งแรงระหว่าง DLC หรือกราไฟต์กับเพชรมีค่าน้อยกว่า

เพชรกับเพชร

ผลการทดลองที่ได้จากการทดลองในชุดที่ 2 ที่ใช้ฐานรองที่เตรียมพื้นผิวโดยการกัดกรดเป็นเวลา 180 วินาที โครงสร้างจุลภาคของเพชรแสดงได้ดัง Figure (4a) พบว่ามีการกระจายตัวของผลึกเพชรเต็มฐานรอง ผลึกเพชรมีขนาดค่อนข้างใหญ่และมีการเชื่อมกันของผลึกเพชรบางผลึกเป็นกลุ่มๆ และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ยืนยันว่าฐานรองที่กัดกรด (ก่อนปลูกฟิล์มเพชร) ไม่พบโคบอลต์ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีได้ Raman shift⁻¹ ที่ 1333 ซึ่งเป็นค่าของเพชร ส่วน Raman shift⁻¹ ที่ 1550 cm⁻¹ ซึ่งเป็นค่าของ DLC มีความเข้มต่ำมากเมื่อเทียบกับเพชรจนไม่มีนัยสำคัญ ผลการทดลองที่ได้จากการทดลองในชุดที่ 3 ที่ใช้ฐานรองที่เตรียมพื้นผิวโดยการขัดด้วยผงเพชรขนาด 1 ไมครอน เป็นเวลา 60 วินาที โครงสร้างจุลภาคของเพชรแสดงได้ดัง Figure (4b) พบว่าฟิล์มเพชรที่เกิดบนฐานรองที่ขัดด้วยผงเพชร 1 ไมครอน ได้ผลึกเพชรขนาดเล็กและมีความหยาบของผิวหน้าค่อนข้างต่ำ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีได้ Raman shift⁻¹ ที่ 1333 ซึ่งเป็นค่าของเพชร ส่วน Raman shift⁻¹ ที่ 1550 cm⁻¹ ซึ่งเป็นค่าของ DLC มีความเข้มต่ำมากจนไม่มีนัยสำคัญ และผลการทดลองที่ได้จากการทดลองในชุดที่ 4 ที่ใช้ฐานรองที่เตรียมพื้นผิวโดยการกัดกรด 30 วินาที และขัดผงเพชรขนาด 1 ไมครอนเป็นเวลา 180 วินาที โครงสร้างจุลภาคของเพชรแสดงได้ดัง Figure (4c) ซึ่งพบว่ามึลักษณะคล้ายกับการทดลองที่ขัดผงเพชรอย่างเดียวคือ ได้ผลึกเพชรที่มีขนาดเล็ก แต่มีผิวหน้าของฟิล์มหยาบเล็กน้อย จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีได้ Raman shift⁻¹ ที่ 1333 ซึ่งเป็นค่าของเพชร ส่วน Raman shift⁻¹ ที่ 1550 cm⁻¹ ซึ่งเป็นค่าของ DLC มีความเข้มต่ำมากจนไม่มีนัยสำคัญ

การที่เตรียมพื้นผิวด้วยการกัดกรดและขัดด้วยผงเพชร ทำให้ฟิล์มเพชรมีความแข็งแรงของการยึดเกาะ น่าจะเป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างฐานรองกับผงเพชรและการเกิดปฏิกิริยาเคมีไปกระตุ้นพื้นผิวฐานรองและหลุมเล็กๆ ซึ่งผงเพชรสามารถเพิ่มตำแหน่งในการเกิดนิวเคลียสได้ ทำให้จำนวนการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับวัสดุชนิดอื่น นอกจากนี้การกัดกรดเพื่อกำจัดโคบอลต์ เนื่อง

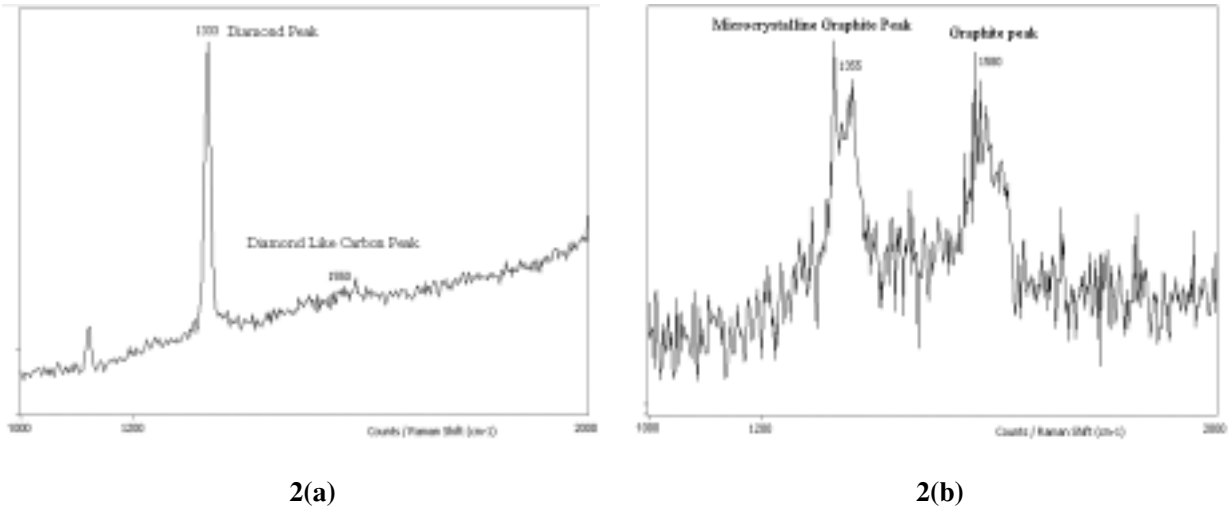


Figure 2. a Raman Spectrum on surface substrate under breakaway diamond film at one position: diamond peak and DLC peak
b Raman Spectrum on surface substrate under breakaway diamond film at another position: microcrystalline graphite peak and graphite peak

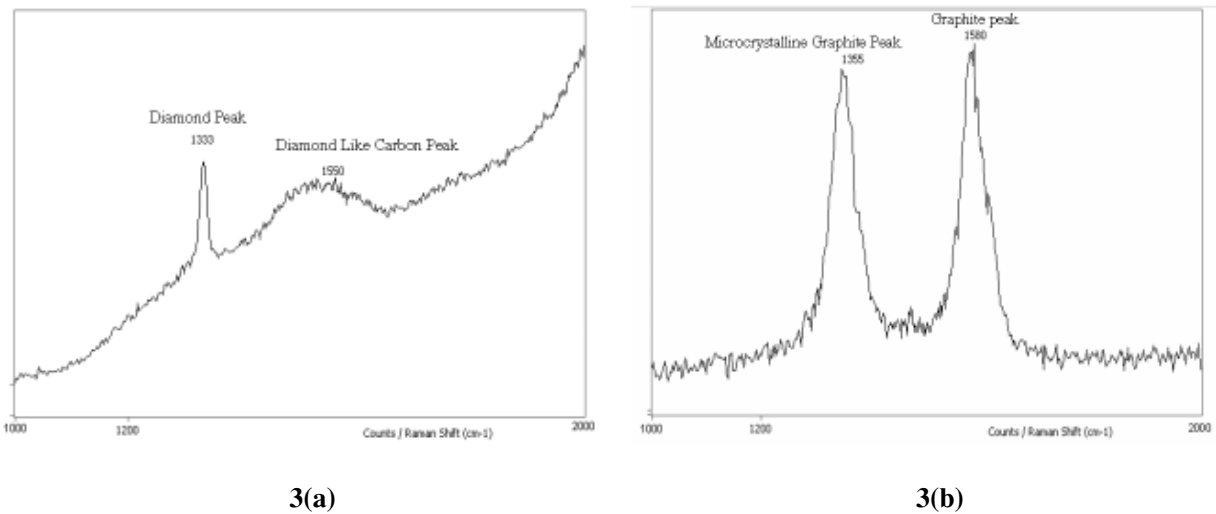
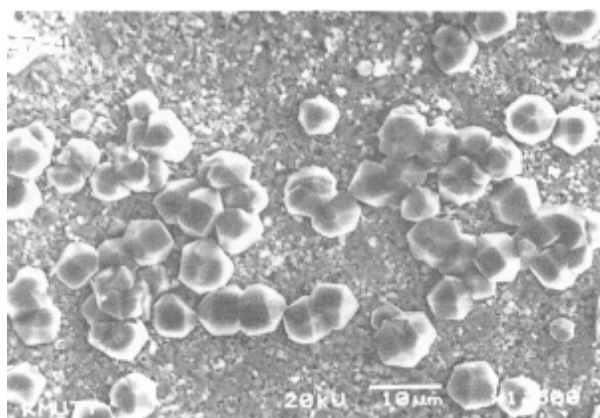


Figure 3. a Raman Spectrum on back side of breakaway diamond film at one position: diamond peak and DLC peak
b Raman Spectrum on back side of breakaway diamond film at another position: microcrystalline graphite peak and graphite peak

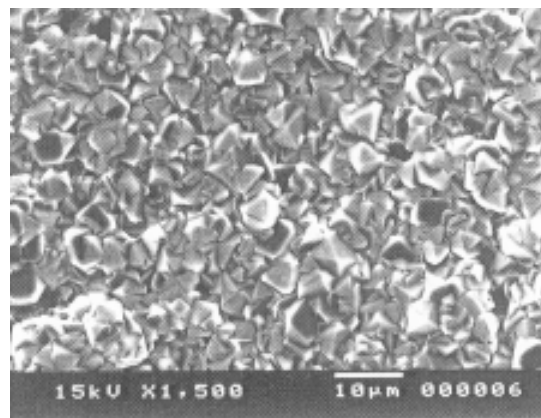
จากโคบอลต์มีการยึดเกาะกับเพชรไม่ดี ทำให้ได้พื้นผิวที่มีความหยาบ ส่งผลให้เกิดการขัดลอกจากเชิงกล (Murakawa and Takeuchi, 1995) ซึ่งการเตรียมผิวทั้ง 2 วิธีควรใช้ร่วมกันเพื่อเป็นการเสริมซึ่งกันและกัน

2. ผลของอุณหภูมิของฐานรองที่มีผลต่อลักษณะของฟิล์มเพชร

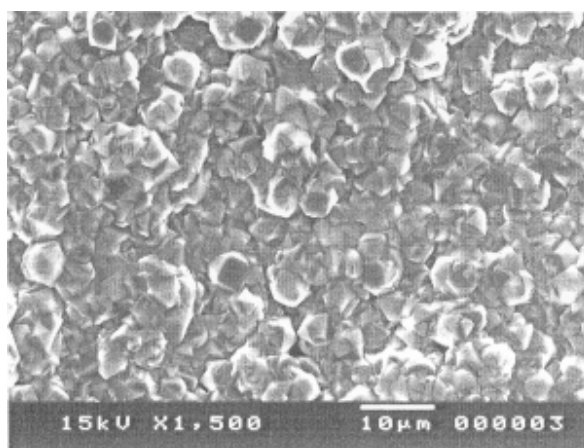
การทดลองศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรที่อุณหภูมิฐานรองไม่เท่ากัน เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของฐาน



4(a)



4(b)



4(c)

Figure 4. a Microstructure of diamond crystal on the substrate surface at etching time 180 second
b Microstructure of diamond crystal on the substrate surface at scratch treatment with 1 micron diamond powder using 60 seconds
c Microstructure of diamond crystal on the substrate surface at etching time 180 second and after scratch treatment with 1 micron diamond powder for 60 seconds

รองที่มีผลต่อลักษณะฟิล์มเพชรที่เกิดขึ้น จากผลการทดลองพบว่าโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเพชรบนฐานรองอุณหภูมิต่ำคือ 650°C ดังแสดงใน Figure (5a) ได้ฟิล์มเพชรที่เชื่อมต่อเนื่องและมีพื้นที่ในการเกิดฟิล์มเพชรเล็กกว่า โดยฟิล์มเพชรที่มีผลึกที่มีขนาดและรูปร่างแตกต่างกันมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ฐานรองที่อุณหภูมิสูง และเนื่องจากผิวหน้ามีความสูงต่ำที่แตกต่างกัน จึงทำให้มีความหยาบ

สูงและลักษณะหน้าของผลึก (crystal face) ที่พบมีทั้งหน้าสี่เหลี่ยมและสามเหลี่ยม ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มเพชรบนฐานรองอุณหภูมิสูงคือ 800°C แสดงใน Figure (5b) พบว่าฟิล์มเพชรที่ได้มีลักษณะเชื่อมต่อเนื่องและมีพื้นที่ในการเกิดฟิล์มเพชรมากกว่าการใช้ฐานรองที่อุณหภูมิต่ำ ฟิล์มเพชรที่มีผลึกที่มีขนาดและรูปร่างใกล้เคียงกันและได้ผิวหน้าค่อนข้างเรียบ ลักษณะหน้าของผลึกที่

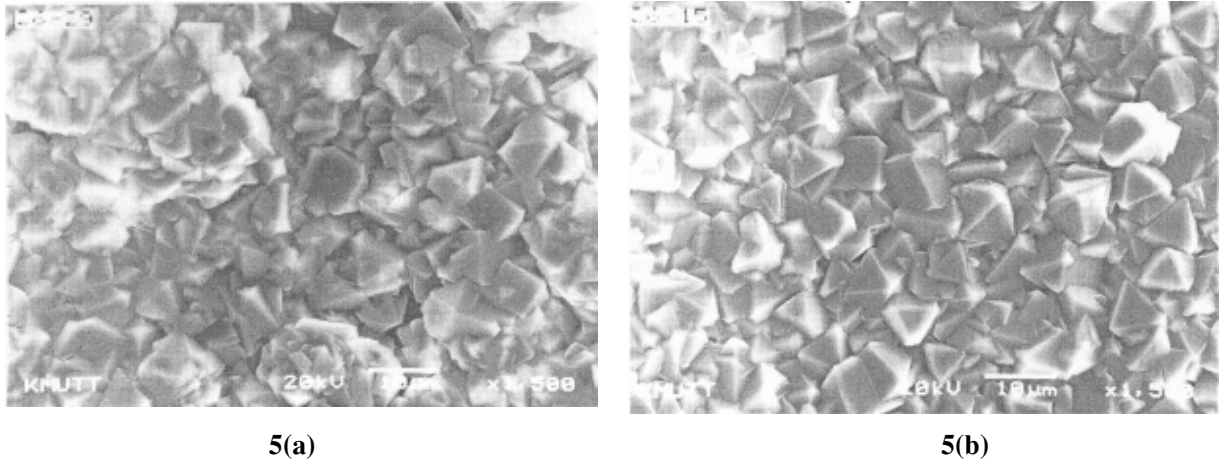


Figure 5. a Microstructure of diamond crystal grown on substrate at low temperature 650°C
b Microstructure of diamond crystal grown on substrate at high temperature 800°C

พบมีหน้าสามเหลี่ยมเป็นส่วนใหญ่ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามาน สเปกโตรสโคปีได้ Raman shift⁻¹ ที่ 1333 cm⁻¹ และ 1550 cm⁻¹ ซึ่งเป็นค่าของเพชรและ DLC ตามลำดับ ฐานรองอุณหภูมิต่ำได้ฟิล์มเพชรที่มีผลึกที่มีขนาดและรูปร่างแตกต่างกันมากกว่าฐานรองอุณหภูมิสูง น่าจะมีสาเหตุมาจากอุณหภูมิฐานรองไม่เหมาะสมสำหรับการโตของเพชร (Kikuchi *et al.*, 1988) ซึ่งจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าเพชรโตได้ดีในช่วงอุณหภูมิประมาณ 700-1200°C (Oakes *et al.*, 1991; Moriyoshi *et al.*, 1991)

บทสรุป

จากการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิของฐานรองต่อลักษณะเพชรที่สังเคราะห์ได้ พบว่าฟิล์มเพชรที่เตรียมบนฐานรองอุณหภูมิสูงให้ผลึกเพชรที่สมบูรณ์กว่าฟิล์มเพชรที่เตรียมบนฐานรองอุณหภูมิต่ำ โดยฟิล์มเพชรที่ได้จะมีการเชื่อมต่อเนื่องเต็มพื้นที่และให้พื้นผิวค่อนข้างเรียบ นอกจากนี้พบว่าการเย็นตัวอย่างรวดเร็วของฐานรองและฟิล์มเพชรซึ่งทำให้เกิดการแตกหักของฟิล์มเพชรเกิดขึ้น ทำให้ฟิล์มเพชรเกิดการร่อนจากฐานรอง จากการศึกษาลักษณะของการปรับปรุงพื้นผิวหน้าของฐานรองเพชรต่อลักษณะฟิล์มเพชรที่เตรียมได้ พบว่าการขัดผิวหน้าฐานรองด้วยเพชรและการกัดด้วยกรดก่อนนำไปใช้สามารถแก้ปัญหา

เรื่องการหลุดร่อนของฟิล์มได้ โดยการขัดผิวหน้าด้วยเพชรช่วยเพิ่มตำแหน่งในการเกิดนิวเคลียสของเพชรจำนวนมากและทำให้อัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นมากซึ่งเป็นการเสริมซึ่งกันและกัน และทำให้ฟิล์มเพชรสามารถทนในสภาวะที่มีความเค้นภายในที่เพิ่มขึ้นจากฟิล์มที่หนาขึ้นได้ ในขณะที่การกัดผิวด้วยกรดอย่างเดียวทำให้เกิดความหยาบของผิวและเกิดเป็นการขัดลึกลงเชิงกล

เอกสารอ้างอิง

- ASTM E 407-93 1997. Standard Practice for Micro-etching Metals and Alloys.
- Davis, R.F. , 1993. Diamond Films and Coatings Development, Properties, and Applications. New Jersey. Noyes Publications.
- Garcia, I., Gutierrez, A. and Va'zquez, A. 1996. XPS and Auger Study of the Radical Variation of Diamond Thin Films Growth by the Oxy-Acetylene Flame Method. *Surface and Coating Technology*. 88:172-177.
- Kanda, K., Takehana, S., Yoshida, S., Watanabe, R., Takano, S., Ando, H. and Shimakura, F. 1995. Application of Diamond-Coated Cutting Tools. *Surface and Coating Technology*. 73: 115-120.
- Kikuchi, N., Komatsu, T. and Yamasita, H. 1988. Diamond Coated Tungsten Carbide Base Sintered Hard Alloy Material for Insert of a Cutting Tool.

- U.S. Patent 4,731,296: 7 p.
- Matsui, Y., Yabe, H. and Hirose, Y. 1990. The Growth Mechanism of Diamond Crystals in Acetylene Flames. *Japanese Journal of Applied Physics*. 29(8): 1552-1560.
- Matsui, Y., Yuuki, A., Sahara, M. and Hirose, Y. 1989. Flame Structure and Diamond Growth Mechanism of Acetylene Torch. *Japanese Journal of Applied Physics*. 28(9): 1718-1724.
- Murakawa, M., Suzuki, M. and Tekeuchi, S. 1997. Improving Thickness Uniformity of Freestanding Diamond Sheets Synthesized by Combustion Flame Method. *Thin solid Films*. 308-309: 245-248.
- Murakawa, M. and Takeuchi, S. 1993. Fabrication of Diamond-Coated Cutting Insert Using an Improved Atmospheric Chamber Flame Method. *Diamond Films and Technology*. 2(4): 183-199.
- Murakawa, M. and Takeuchi, S. 1995. Substrate Treatments/Modifications to Improve the Adhesion of Diamond-Coated Cutting Inserts. *Journal Adhesion Science Technology*. 9(6): 695-710.
- Murakawa, M., Takeuchi, S. and Hirose, Y. 1989. Diamond Coated of a Long Substrate by Use of a Combustion Flame. *Surface and Coating Technology*. 39/40: 235-240.
- Murakawa, M., Takeuchi, S. and Hirose, Y. 1990. An Experiment in Large Area Diamond Coating Using a Combustion Flame Torch in Its Traversing Mode. *Surface and Coating Technology*. 43/44: 22-29.
- Murakawa, M., Takeuchi, S. and Hirose, Y. 1990. Diamond Coated of Shearing Tools Using Burning Gas Flame, *Science and Technology of New Diamond*. 30(4): 425-429.
- Oakes, D.B., Butler, J.E., Snail, K.A. and Hanssen, L.M. 1991. Diamond Synthesis in Oxygen-Acetylene Flames: Inhomogeneties and The Effects of Hydrogen Addition. *Journal Applied Physics*. 69(4): 2602-2610.
- Peters, M.G. and Cummings, R.H. 1996. Cemented Tungsten Carbide Substrate Having Adherent Diamond Films Coated Thereon. U.S. Patent 5,567,526: 5 p.
- Pierson, H.O., 1993. *Handbook of Carbon, Graphite, Diamond and Fullerenes*. New Jersey. Noyes Publications.
- Poloni, R., Antonio, P.D', Casto, S.L., Ruisi, V.F. and Traversa, E. 2000. Cutting Performance and Indentation Behavior of Diamond Film on Co-Cemented Carbide. *Surface and Coating Technology*. 123: 78-83.
- Pual, W.M. 1995. CVD Diamond - A new Technology for the Future. School of Chemistry, University of Bristol, Cantock's Close, Bristol BS8 1TS, U.K.
- Sarin, V.K. and Arya, S.P.S. 1995. Enhanced Adherence of Diamond Coating by Combustion Flame CVD. U.S. Patent 5,433,977: 17 p.
- Shibuki, K., Sasaki, K., Yagi, M., Suzuki, T. and Ikuhara, Y. 1994. Diamond coating on WC-Co and WC for Cutting Tools. *Surface and Coatings Technology*. 68/69: 369-373.
- Spear, K.E. and Dismukes, J.P. 1994. *Synthesis Diamond Emerging CVD Science and Technology*, A Wiley Interscience Publication, New York.