

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุ และอุปกรณ์

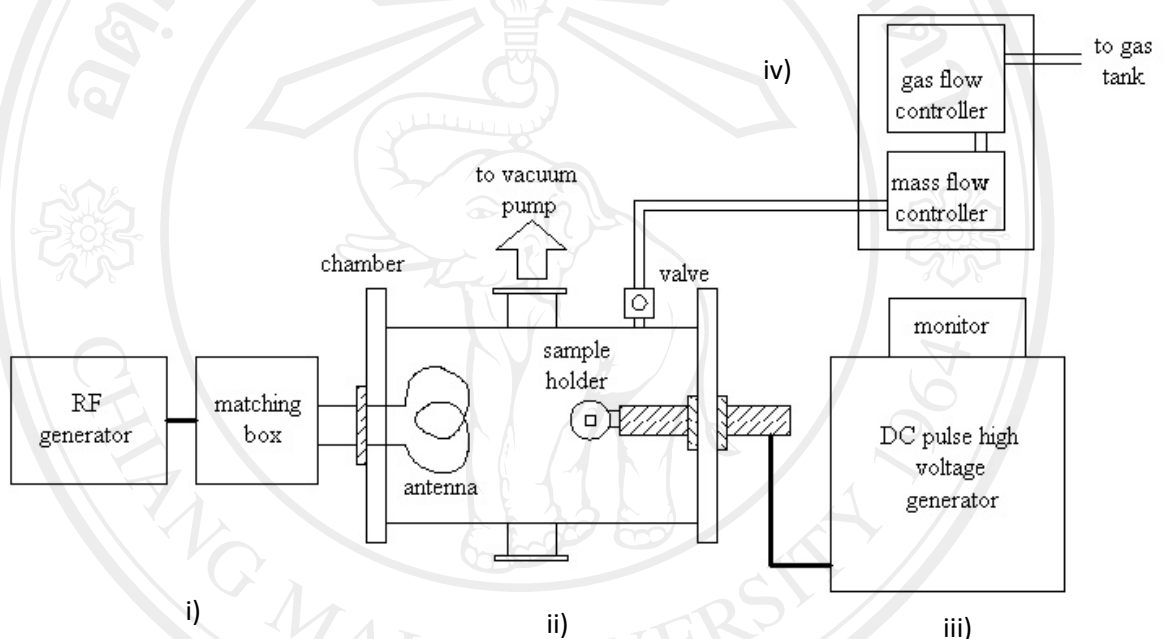
- ฟิล์มพลาสติก PVDC และ PET หนา 60 μm จากบริษัทเคมีซัพพลาย
- แท่นยึดและหน้าต่างสแตนเลส
- เครื่องวัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซ (M & E VAC-V1, China)
- เครื่องวัดสี (HunterLab COLOR QUEST2, USA)
- กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope) (SHIMADZU SPM-9500 J2, Japan)
- Raman spectroscopy (JY T6400, France)
- Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR Spectrometer (Thermo Nicolet 6700, USA)

3.2 ระบบพลาสมาอิมเมอร์ชัน (Plasma Immersion Ion Implantation deposition)

ระบบพลาสมาอิมเมอร์ชัน แบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลักดังนี้ (รูปที่ 3.1 และ 3.2)

- แหล่งกำเนิดพลาสมาซึ่งประกอบด้วยเครื่องกำเนิดสัญญาณคลื่นวิทยุความถี่ 13.56 MHz (HPG RF Generator HPG 1356B DRESSLER), matching network และ two turn antenna
- ห้องสุญญากาศซึ่งเชื่อมต่อกับแท่นยึดชิ้นงาน โดยห้องสุญญากาศมีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอกมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm ยาว 42.5 cm ภายนอกล้อมรอบด้วยแม่เหล็กถาวรประมาณ 100 อัน เพื่อกักพลาสมาให้อยู่บริเวณตรงกลางของห้องสุญญากาศ
- เครื่องกำเนิดไฟฟ้าสวิตช์สูงแบบหัวออกแบบโดย Australian Nuclear Science and Technology Organization (ANSTO) ทำหน้าที่ให้ความต่างศักย์แบบเป็นหัวในการเคลือบฝังพลาสมา โดยสามารถแปรค่าความต่างศักย์ในช่วง 2.4 – 30 kV ค่ากระแสสูงสุดคือ 8 A ความถี่อยู่ในช่วง 0 – 2 kHz และปรับระยะเวลาของแต่ละหัว (pulse length) ได้ในช่วง 5 – 100 μs
- ระบบก๊าซ ก๊าซจะถูกนำมาจากถังผ่าน gas flow controller ซึ่งจะถูควบคุมอัตราการไหลด้วยเครื่อง mass flow controller (MKS – Type 247D) โดยสามารถควบคุมการไหลของก๊าซได้มากที่สุด 4 ชนิด

นอกจากนี้ยังมีระบบย่อยอื่นๆคือ ระบบสุญญากาศประกอบด้วยปั๊ม 2 ชนิด คือโรตารีปั๊ม และเทอร์โบปั๊ม ทำหน้าที่นำอากาศออกจากห้องสุญญากาศ เพื่อลดความดันเพื่อให้ทราบถึงความดันภายในห้องสุญญากาศ และ ระบบหล่อเย็นด้วยน้ำเพื่อไม่เกิดความร้อนที่สูงเกินไป โดยส่วนที่ต้องทำการหล่อเย็นได้แก่ antenna เครื่องกำเนิดคลื่นวิทยุ เทอร์โบปั๊ม และ แท่นยึดชิ้นงาน (sample holder)



รูปที่ 3.1 แผนผังระบบพลาสมาอิมเมอร์ชันจากการเหนี่ยวนำด้วยคลื่นวิทยุ 13.56 MHz



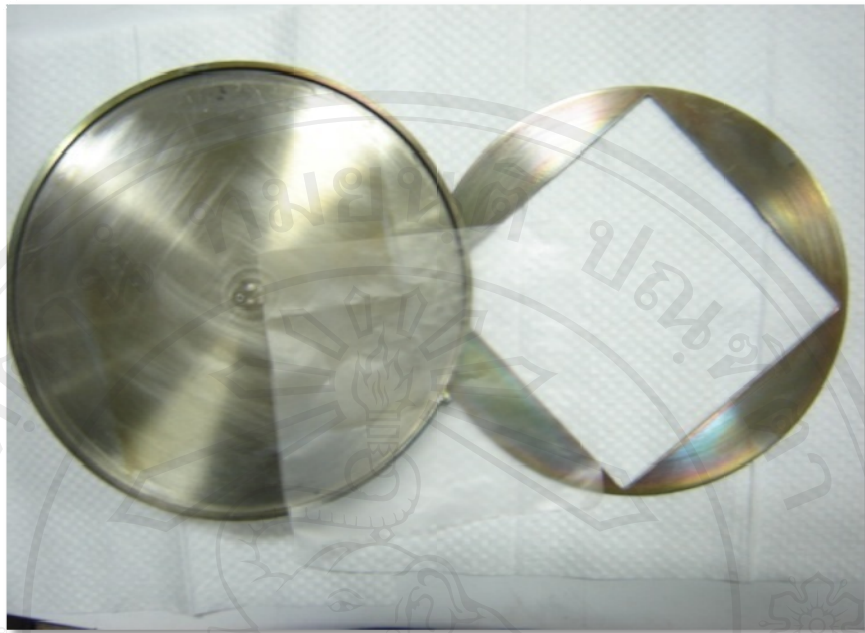
รูปที่ 3.2 ระบบพลาสมาอิมเมอร์ชัน

3.3 การทำพลาสมาอิมเมอร์ชัน

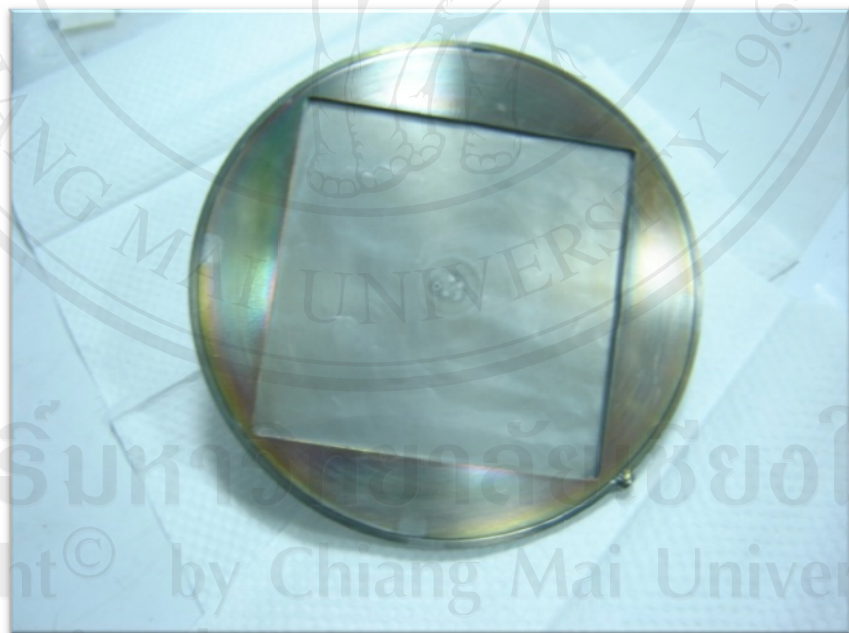
ในการวิจัยนี้จะใช้ฟิล์มบรรจุภัณฑ์ 2 ชนิด คือ PVDC และ PET โดยมีขั้นตอนในการทำทดลองดังนี้

3.3.1 การเตรียมฟิล์ม

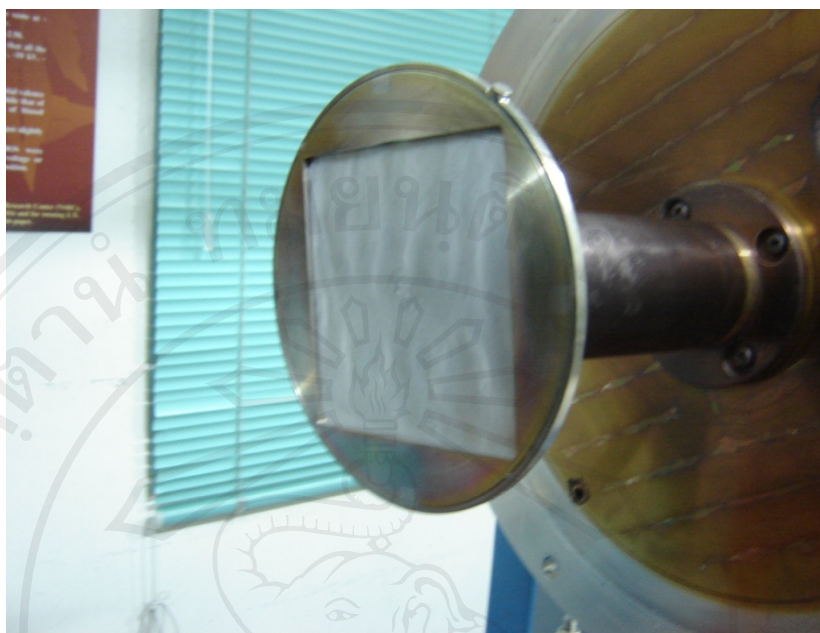
ตัดฟิล์มบรรจุภัณฑ์เป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีขนาด 11 x 11 cm ดังรูปที่ 3.3 จากนั้นทำความสะอาดด้วยเอทานอล ในส่วนของแท่นยึดทำความสะอาดโดย ล้างน้ำและขัดด้วยกระดาษทรายเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกหรือคราบออกไซด์ จากนั้นจึงทำความสะอาดด้วยเอทานอลเช่นเดียวกับฟิล์มบรรจุภัณฑ์ เมื่อเสร็จจากขั้นตอนในการทำความสะอาดแล้วจึงวางฟิล์มบนแท่นยึดแล้วปิดทับด้วยหน้ากากที่เป็นโลหะ เมื่อประกอบเข้าด้วยกันจะมีลักษณะดังรูปที่ 3.4 จากนั้นนำไปยึดกับตัวยึดภายในห้องสุญญากาศดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.3 แท่นยึด หน้ากาก และฟิล์มบรรจุภัณฑ์



รูปที่ 3.4 ลักษณะของแท่นยึดเมื่อประกอบเข้ากับฟิล์มบรรจุภัณฑ์และหน้ากาก



รูปที่ 3.5 แท่นยึดเมื่อประกอบกับตัวยึด

3.3.2 กระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร

ในการสังเคราะห์ฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร ต้องทำการปั้มนำอากาศออกเพื่อลดความดันภายในห้องสุญญากาศก่อนทำการจุดพลาสมา โดยขั้นแรกจะทำการเปิดโรตารีปั้มเพื่อให้ความดันลดลงจากความดันบรรยากาศที่ความดันประมาณ 3×10^{-3} Torr จะใช้เวลาประมาณ 20-30 นาที จึงทำการเปิดเทอร์โบปั้ม เพื่อให้ความดันลดลงไปที่ประมาณ 2×10^{-5} Torr ซึ่งใช้เวลาประมาณ 10-15 นาที จากนั้นใช้พลาสมาของก๊าซอาร์กอนเพื่อทำความสะอาดผิวของชิ้นงาน (argon sputtering) เริ่มด้วยการเปิดก๊าซอาร์กอนด้วยอัตราการไหล 4.0 sccm (standard cubic centimeters per minute) ทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที ให้ความดันคงที่โดยความดันจะอยู่ที่ประมาณ 2.3×10^{-3} Torr เปิดเครื่องกำเนิดคลื่นวิทยุใช้กำลัง 150 W จะเกิดพลาสมาภายในห้องสุญญากาศ แล้วทำการไบแอสด้วยเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าแรงสูงแบบห้วง โดยใช้ความต่างศักย์ -2.4 kV , ความถี่ 200 Hz , pulse length 20 μ s ใช้เวลาในการไบแอส 5 นาที เมื่อทำการทำความสะอาดผิวด้วยอาร์กอนพลาสมาเสร็จแล้วจะทำการดับพลาสมาด้วยการปิดเครื่องกำเนิดคลื่นวิทยุ และปิดก๊าซอาร์กอน ทิ้งไว้สักครู่เพื่อให้ปั้มดูดก๊าซอาร์กอนออกจากระบบให้หมดก่อน จากนั้นจะเป็นการทำพลาสมาอิมเมอร์ชัน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการเปลี่ยนเงื่อนไข 2 เงื่อนไขด้วยกันคือ เงื่อนไขแรกจะแปรค่าเวลาในการสังเคราะห์ฟิล์ม

เงื่อนไขที่สองจะแปรค่าศักย์ไฟฟ้า ในเงื่อนไขแรกจะทำการเปิดก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) ด้วยอัตราการไหล 6.0 sccm ที่วิ่งไปประมาณ 5 นาที เพื่อให้ความดันคงที่โดยความดันจะคงที่ประมาณ 5×10^{-3} Torr จึงจุดพลาสมาด้วยการเปิดเครื่องกำเนิดคลื่นวิทยุโดยใช้กำลัง 200 W จะเกิดพลาสมาภายในห้องสุญญากาศ แล้วทำการไบแอสด้วยเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าแรงสูงแบบห้วง โดยใช้ความต่างศักย์ -3.0 kV , ความถี่ 200 Hz , pulse length 20 μ s แล้วแปรค่าเวลาในการไบแอสเป็น 5, 10, 15 นาที ในส่วนของเงื่อนไขที่สองการทำพลาสมาอิมเมอร์ชันจะมีขั้นตอนเหมือนกับเงื่อนไขแรกทุกประการ แต่จะใช้เวลาในการไบแอสคงที่ คือ 5 นาที แต่จะแปรค่าของศักย์ไฟฟ้าไบแอสเป็น -5.0, -7.0 10.0, 15.0 kV

3.4 การจำลองเส้นทางของไอออนภายในฟิล์มบรรจุภัณฑ์

การจำลองเส้นทางของไอออนที่วิ่งเข้าสู่ฟิล์มบรรจุภัณฑ์ ถูกจำลองโดยโปรแกรม SRIM เวอร์ชัน 2008 โดยมีเงื่อนไขคือ ใช้ไอออนของอาร์กอนมีพลังงาน 2.4 kV จำนวน 1000 ไอออน และมีพอลิเมอร์ PVDC และ PET เป็นเป้า เพื่อแสดงเส้นทางของไอออนและความลึกที่ไอออนสามารถวิ่งเข้าไปในผิวของฟิล์มบรรจุภัณฑ์

3.5 การวัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน

อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนถูกวัดด้วยเครื่องวัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซ (M & E DEVELOPMENT CENTER VAC-V1, China) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยจะทำการวัดที่ อุณหภูมิ 23°C, ความชื้น 17% RH, พื้นที่ในการวัด 78.5 cm^2 และใช้เวลาในการวัด 8 ชั่วโมงต่อหนึ่งชิ้นงาน

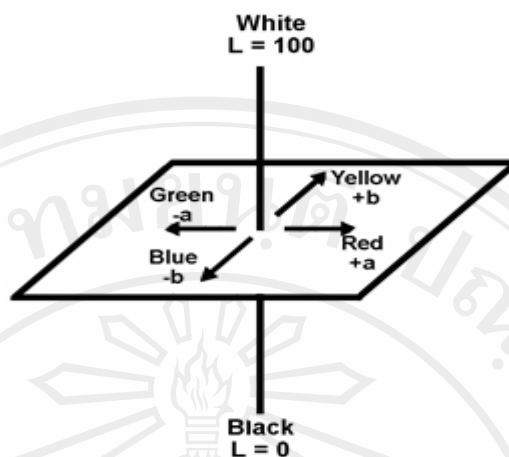


รูปที่ 3.6 เครื่องวัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซ

3.6 การวัดค่าสี L a และ b

ในการวัดค่าสี L a b จะใช้เครื่องวัดสี (HunterLab COLOR QUEST2, USA) ซึ่งค่าที่ได้จากเครื่องนี้จะมี 3 ค่าคือ ค่า L a และ b ซึ่งความหมายของค่าทั้ง 3 แสดงในรูปที่ 3.7 โดยค่า L จะมีค่าตั้งแต่ 0-100 โดยถ้ายังมีค่ามากแสดงว่าวัสดุนั้นมีความสว่างมาก ส่วนค่า a จะแสดงค่าสีเขียวและแดง ถ้าค่า a เป็นลบแสดงว่าสีของฟิล์มมีความใกล้เคียงสีเขียว ถ้าเป็นบวกแสดงว่ามีความใกล้เคียงสีแดง ค่า b จะแสดงค่าสีฟ้าและเหลืองของฟิล์ม โดยค่า b มีค่าเป็นลบแสดงว่าสีของฟิล์มมีความใกล้เคียงสีฟ้า ถ้าเป็นบวกแสดงว่าสีของฟิล์มมีความใกล้เคียงสีเหลือง และนำค่าสี La และ b มาคำนวณหาค่าการเปลี่ยนสีโดยรวม (total color different TCD, ΔE) ได้โดยใช้สมการ CIELAB ซึ่งแสดงในสมการที่ (3.1)

$$\Delta E = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2} \quad (3.1)$$



รูปที่ 3.7 แสดงค่า L a และ b Color (Hunter, Richard Sewall, 1948)

3.7 การวัดค่าความหนาของฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชรที่สังเคราะห์ได้

ความหนาของฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชรถูกวัดโดย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM) (SHIMADZU SPM-9500 J2, Japan) โดยมีพื้นที่สแกน $30 \times 30 \mu\text{m}$ และ สแกนผ่านรอยต่อระหว่างบริเวณที่ถูกสังเคราะห์ฟิล์มกับไม่ถูกสังเคราะห์ฟิล์ม

3.8 การวัดโครงสร้างทางผลึกของฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร

โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชรถูกวัดโดย เครื่อง Raman spectroscopy (JY T6400, France) โดยใช้ต้นกำเนิดแสงคือ Ar-laser ที่ความยาวคลื่น 514.5 nm โดยสามารถหา อัตราส่วนระหว่างความเข้ม (intensity) ของ D peak กับ G peak ซึ่งสามารถนำไปสู่ค่า $\% \text{sp}^3$ ได้

3.9 การวิเคราะห์หาโครงสร้างและพันธะ

การวิเคราะห์หาโครงสร้างและพันธะของฟิล์มบรรจุภัณฑ์ ที่อาจเปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการ สังเคราะห์ฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชรลงบนผิว จะถูกวัดโดยเครื่อง Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR Spectrometer (Thermo Nicolet 6700, USA) ซึ่งจะวิเคราะห์จากตำแหน่งหรือ ความเข้มของพิกที่เปลี่ยนไปเปรียบเทียบกับระหว่างฟิล์มบรรจุภัณฑ์ก่อนและหลังการสังเคราะห์ ฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร

3.10 การวิเคราะห์ทางสถิติ

การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดยใช้โปรแกรม Microsoft Excel เวอร์ชัน 2007 ในการสร้างตารางและกราฟเพื่อเปรียบเทียบ อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน ความหนา และสี ก่อนและหลังการสังเคราะห์ฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร และโปรแกรม Origin เวอร์ชัน 7.5 ในการสร้างกราฟของ Raman spectroscopy และใช้การกระจายแบบ Gaussian เพื่อหา D peak และ G peak นอกจากนี้ยังใช้โปรแกรมนี้กับผลของ FT-IR เพื่อหาตำแหน่งโหมดการสั่นของพันธะที่เลขคลื่นต่างๆ