AMM-244

การศึกษาอิทธิพลของความร้อนที่มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบคาร์บอนคล้ายเพชร (DLC)

Study on the Influence of Thermal on Friction Coefficient of Diamond-Like Carbon (DLC) Film

ญาณี กลั่นภูมิศรี[1], ณัชชา ขุนศิริมา[1], รชฏ เจริญธรรม[1], Shuichi Watanabe[2]
และ ณัฏฐนันท์ มูลสระดู่[1]*

[1] ภาควิชาครุศาสตร์อุตสาหการ คณะครุศาสตร์อุตสาหกรรมและเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
126 ถ.ประชาอุทิศ แขวงบางมด เขตทุ่งครุ กทม. 10140
[2] Department of Systems Engineering, Nippon Institute of Technology, Saitama, JAPAN, 345-0826
*ติดต่อ: nutthanun.moo@kmutt.ac.th, โทรศัพท์ 02-470-8554, โทรสาร 02-470-8557

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาอิทธิพลของความร้อนที่มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบ DLC ที่ถูกเติมด้วยธาตุ Hydrogen, Silicon, Oxygen และ Nitrogen (H-DLC, Si-O-DLC และ Si-N-DLC) ฟิล์มเคลือบที่ได้จะถูกนำไปอบที่อุณหภูมิ 400°C, 650°C และ 900°C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมงภายใต้สภาวะแวดล้อมอากาศ ส่วนผสมของฟิล์มวัดด้วย Energy Dispersive X-ray Spectrometer ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานทดสอบด้วยเครื่อง Tribometer แบบ Ball on disk ผลการทดลองพบว่าฟิล์มเคลือบ DLC, H-DLC และ Si-N-DLC จะได้รับผลจากอุณหภูมิการอบที่ 400°C ในขณะที่ฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC จะได้รับผลจากอุณหภูมิการอบที่ 650°C โดยค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานค่อนข้างคงที่เท่ากับ 0.04 หลังการอบที่ 400°C ทั้งนี้เนื่องจากการเกิดชั้น silicon oxide บนฟิล์มระหว่างทำการอบ

คำหลัก: สัมประสิทธิ์ความเสียดทาน, ฟิล์มเคลือบคาร์บอนคล้ายเพชร (DLC), การเคลือบผิว

Abstract

This research was to study the influence of thermal on friction coefficient of Diamond-Like Carbon (DLC) films added with hydrogen, silicon, oxygen and nitrogen elements (H-DLC, Si-O-DLC and Si-N-DLC). The deposited films were annealed at 400°C, 650°C, and 900°C for 1 hour in air atmosphere. The relative atomic content was measured by Energy Dispersive X-ray Spectrometer. Friction coefficient was tested using Tribometer friction tester with ball on disk type. The results were observed that DLC, H-DLC and Si-N-DLC films were affected by thermal annealing at 400°C, while Si-O-DLC film was affected by thermal annealing at 650°C, and shown to be relatively stable with a friction coefficient of 0.04 after annealed at 400°C. This is due to the formation of silicon oxide on the films during thermal annealing.

Keywords: Friction coefficient, Diamond-Like Carbon (DLC) film, coating

1. บทนำ

ในปัจจุบันนี้จะพบว่า ได้มีการนำฟิล์มเคลือบคาร์บอนคล้ายเพชร (DLC) มาประยุกต์ใช้ในหลากหลายอุตสาหกรรม เช่น magnetic storage, automobile, tooling, และ biomedical ทั้งนี้เนื่องจากฟิล์มเคลือบ DLC มีค่าความแข็งของผิวฟิล์มสูง (high hardness) ความสามารถในการต้านทานการสึกหรอและการกัดกร่อนดี (good wear and corrosion resistance) และค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ (low friction coefficient) [1-4] การเพิ่มประสิทธิภาพของฟิล์มเคลือบ DLC ดังกล่าว สามารถทำได้โดยการเพิ่มสารเติมแต่ง (element addition) เช่น Fluorine, silicon, oxygen, hydrogen และอื่นๆ [5-6]

งานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาอิทธิพลของความร้อนที่มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบ DLC ที่ถูกเติมด้วยธาตุ Hydrogen, Silicon, Oxygen และ Nitrogen เรียกว่าฟิล์ม H-DLC, Si-O-DLC และ Si-N-DLC ตามลำดับ ฟิล์มเคลือบที่ได้แต่ละชนิดจะถูกนำไปอบ (annealing) ที่อุณหภูมิ 400°C, 650°C และ 900°C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมงในสภาวะแวดล้อมอากาศ (Air atmosphere) จากนั้นจึงนำมาวัดส่วนผสมด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) และทดสอบหาค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานด้วยเครื่อง Tribometer แบบ Ball on disk

2. การดำเนินการทดลอง

2.1 การเตรียมชิ้นงาน

แผ่นชิ้นงานทำจากวัสดุ Silicon wafer (100) หนา 0.7 mm ถูกเคลือบด้วยฟิล์มทั้งหมด 4 ชนิด ด้วยกระบวนการ Plasma based ion implantation (PBII) ที่ค่าความดันขณะทำการเคลือบเท่ากับ 2 Pa และความหนาฟิล์มเท่ากับ 500 nm รายละเอียดของการเคลือบฟิล์มชนิดต่างๆแสดงในตารางที่ 1 และสมบัติของฟิล์มแสดงในตารางที่ 2

ฟิล์มเคลือบที่ได้แต่ละชนิดจะถูกนำไปอบที่อุณหภูมิ 400°C, 650°C และ 900°C ด้วยระยะเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงปล่อยชิ้นงานให้เย็นตัวในเตา

ตารางที่ 1 รายละเอียดของฟิล์มเคลือบชนิดต่างๆ [5-6]

Film types	Added-elements	Gaseous mixture
DLC	-	C_2H_2
H-DLC	Hydrogen	$H_2+C_2H_2$
Si-O-DLC	Silicon+Oxygen	$TMS+O_2+C_2H_2$
Si-N-DLC	Silicon+Nitrogen	$TMS+N_2+C_2H_2$

* หมายเหตุ TMS คือ Tetramethylsilane ($C_4H_{12}Si$)

ตารางที่ 2 สมบัติของฟิล์มเคลือบชนิดต่างๆ [5-6]

Film types	Hardness (GPa)	Internal stress (GPa)
DLC	9.8	2.85
H-DLC	12.2	1.32
Si-O-DLC	10.0	0.15
Si-N-DLC	11.1	1.02

2.2 การวิเคราะห์ส่วนผสมของธาตุ

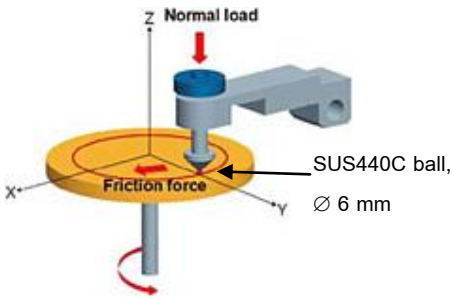
ชิ้นงานที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 400°C, 650°C และ 900°C จะถูกนำไปทดสอบเพื่อวิเคราะห์ส่วนผสมของธาตุด้วยเครื่อง EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) นอกจากนั้น ฟิล์มที่ไม่ผ่านการอบ ก็จะถูกนำมาทำการทดสอบวิเคราห์ส่วนผสมของธาตุเช่นเดียวกัน

2.3 การทดลองหาค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทาน

ฟิล์มเคลือบที่ได้หลังการอบจะถูกนำมาทำการทดลองหาค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานด้วยเครื่อง Tribometer แบบ Ball on disk ในการทดลองจะใช้บอลที่ทำจากวัสดุ SUS440C ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 mm แรงกด (Normal load) เท่ากับ 3 N

AMM-244

ความเร็วเชิงเส้นเท่ากับ 3.14 mm/s จำนวนรอบในการหมุนเท่ากับ 1000 รอบภายใต้สภาวะอุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 1



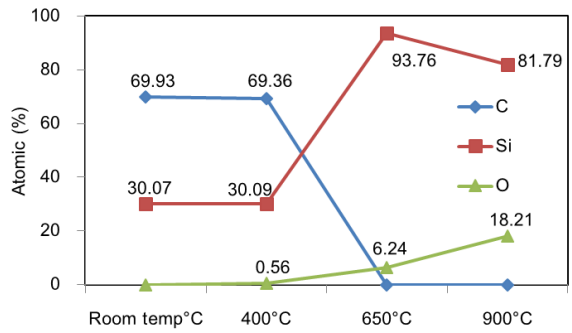
รูปที่ 1 การทดสอบ Ball on disk [7]

3. ผลการทดลอง

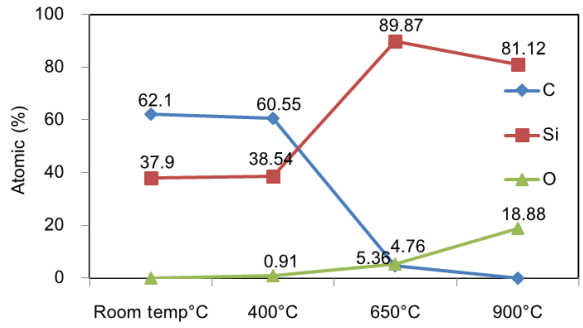
3.1 ส่วนผสมของฟิล์มเคลือบ DLC

ผลการวัดส่วนผสมของฟิล์มเคลือบ DLC ชนิดต่างๆแสดงดังรูปที่ 2-5 จากรูปพบว่าฟิล์มเคลือบ DLC และ H-DLC เมื่อผ่านการอบที่ 400°C จะส่งผลให้ปริมาณของ carbon, silicon และ oxygen มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย หลังจากนั้นปริมาณของ carbon จะลดลง ในขณะที่ปริมาณ silicon และ oxygen จะเพิ่มขึ้น จากผลการทดลองเป็นไปได้ว่าฟิล์มเคลือบ DLC และ H-DLC เริ่มเกิดการเปลี่ยนสถานะที่ 400°C และไม่สามารถคงความเป็นฟิล์มได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 650°C ส่วนฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC และ Si-N-DLC ก็เป็นไปในทำนองเดียวกัน

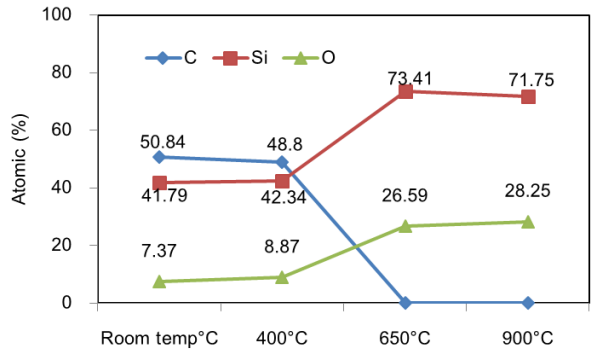
จากการที่ปริมาณ carbon ลงลง และ silicon กับ oxygen เพิ่มขึ้นในขณะที่อุณหภูมิในการอบเพิ่มขึ้นนั้น เนื่องจาก oxygen ที่มีภายในเตาอบได้ทำปฏิกิริยากับฟิล์มเคลือบ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้าง (structural transition) โดยเข้าไปแทนที่ carbon จนส่งผลให้ปริมาณ carbon น้อยลง และปริมาณ silicon กับ oxygen เพิ่มขึ้น [6]



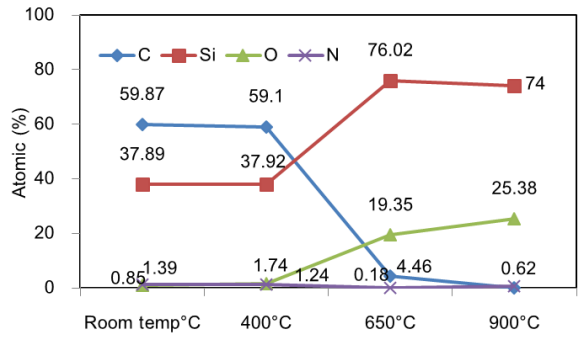
รูปที่ 2 ปริมาณ Relative atomic content ของฟิล์มเคลือบ DLC



รูปที่ 3 ปริมาณ Relative atomic content ของฟิล์มเคลือบ H-DLC



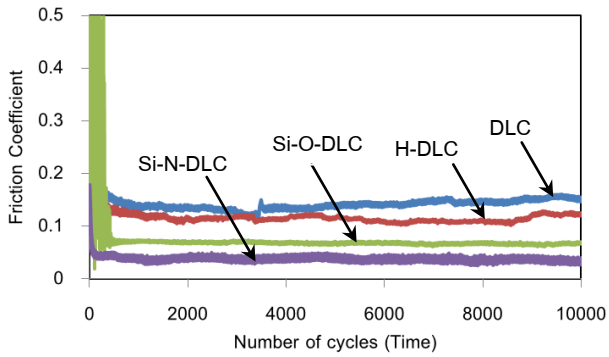
รูปที่ 4 ปริมาณ Relative atomic content ของฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC



รูปที่ 5 ปริมาณ Relative atomic content ของฟิล์มเคลือบ Si-N-DLC

3.2 สัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบ DLC

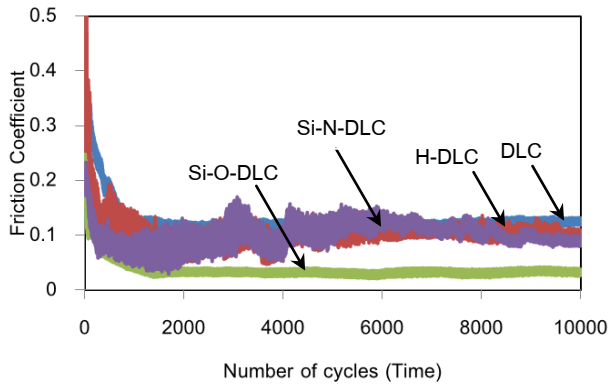
จากรูปที่ 6 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่ทดสอบภายใต้สภาวะอุณหภูมิห้อง ของฟิล์มเคลือบ DLC ที่ไม่ผ่านการอบ จากผลการทดลองพบว่า ฟิล์มเคลือบ Si-N-DLC มีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำที่สุดเท่ากับ 0.04 เนื่องจากมีค่าความแข็งค่อนข้างมากเท่ากับ 11.1 GPa ดังตารางที่ 2 อีกทั้งยังมีค่าความเค้นภายในค่อนข้างต่ำเท่ากับ 1.02 GPa รองลงมาคือ Si-O-DLC, H-DLC และ DLC ตามลำดับ



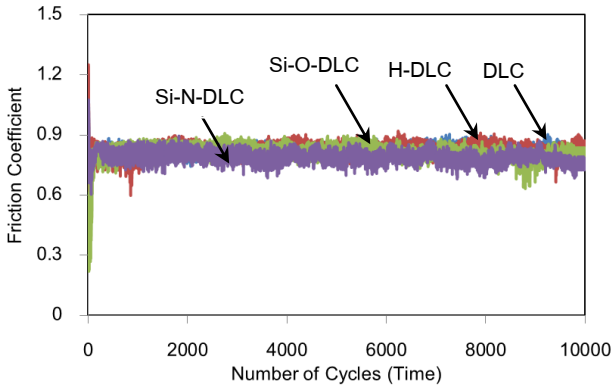
รูปที่ 6 ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบชนิดต่างๆ

3.3 สัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบ DLC ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 400°C และ 650°C

จากรูปที่ 7 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบชนิดต่างๆที่ผ่านการอบที่ 400°C พบว่าฟิล์มเคลือบ DLC, H-DLC และ Si-N-DLC มีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ผ่านการอบ ทั้งนี้เนื่องจากฟิล์มเคลือบดังกล่าวมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเพียงเล็กน้อย สังเกตุได้จากปริมาณส่วนผสมที่เปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ส่วนฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC ให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำที่สุดเท่ากับ 0.04 ทั้งนี้เนื่องจาก oxygen ที่มีภายในเตาอบได้ทำปฏิกิริยากับฟิล์มเคลือบเกิดเป็นชั้น silicon oxide ซึ่งส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC ค่อนข้างต่ำ [6]



รูปที่ 7 ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบที่ผ่านการอบที่ 400°C



รูปที่ 8 ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบที่ผ่านการอบที่ 650°C

จากรูปที่ 8 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 650°C พบว่าฟิล์มเคลือบทุกชนิดมีค่าสัมประสิทธิ์ที่ค่อนข้างสูงมากเมื่อเทียบกับการอบที่ 400°C ทั้งนี่เนื่องจากฟิล์มเคลือบทุกชนิดเกิดการเสียหาย ไม่สามารถคงความเป็นฟิล์มได้ โดยสามารถดูได้จากค่าส่วนผสมทางเคมีดังรูปที่ 2-5

4. สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองสรุปได้ว่า ฟิล์มเคลือบ DLC, H-DLC และ Si-N-DLC สามารถทนอุณหภูมิได้ถึง 400°C หลังจากนั้นฟิล์มจะเกิดการเสียหายที่อุณหภูมิ 650°C อย่างไรก็ตามฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC ถึงแม้จะมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมเช่นเดียวกับฟิล์มชนิดอื่นๆ แต่เนื่องจาก oxygen ที่มีภายในเตาอบได้ทำปฏิกิริยากับฟิล์มเคลือบเกิดเป็นชั้น silicon oxide และส่งผลให้

ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของฟิล์มเคลือบ Si-O-DLC ค่อนข้างคงที่และต่ำเท่ากับ 0.04

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ หมวดเงินอุดหนุน (ทุน ว.1) ประจำปีงบประมาณ 2557 รหัสโครงการ 2557A30602294

6. เอกสารอ้างอิง

[1] Kwak, S.C.H., Wang, J. and Chu, P.K. (2005). Surface energy, wettability, and blood compatibility phosphorus doped diamond-like carbon films, *Diamond and Related Materials*, vol. 14, January 2005, pp. 78-85.

[2] Cruz, R., Rao, J., Rose, T., Lawson, K. and Nicholls, J.R. (2006). DLC-ceramic multilayers for automotive applications, *Diamond and Related Materials*, vol. 15, November-December 2006, pp. 2055-2060.

[3] Shirakura, A., Nakaya, M., Koga, Y., Kodama, H., Hasebe, T. and Suzuki, T. (2006). Diamond-like carbon films for PET bottles and medical applications, *Thin Solid Films,* vol. 494, January 2006, pp. 84-91.

[4] Dillon, R.O., Woollam, J.A. and Katkanant. (1984). Use of Raman scattering to investigate disorder and crystallite formation in as-deposited and annealed carbon films, *Physical Review B,* vol. 29, 1984, pp. 3482-3489.

[5] Moolsradoo, N. and Watanabe, S. (2010). Modification of tribological performance of DLC films by means of some elements addition, *Diamond and Related Materials*, vol. 19, January 2010, pp. 525-529.

[6] Moolsradoo, N., Abe, S. and Watanabe, S. (2011). Thermal stability and tribological performance of DLC-Si-O films, *Advanced in Materials Science and Engineering*, vol. 2011, Article ID 483437.

[7] J&L Tech Co., Ltd. (2014). *Thin Film Analysis and Measurement Equipment,* Gyeonggi-do, Korea URL: http://jnltech.en.ec21.com/Tribometer--4635452_4635464.html, access on 1/07/2014.