

ประภาพร ศิลาวงศ์ : สมบัติเชิงกลระดับนาโน เสถียรภาพทางความร้อน และความต้านทาน  
การกัดกร่อนของชั้นเคลือบคล้ายเพชรด้วยการเจืออะลูมิเนียมและไนโตรเจน  
(NANOMECHANICAL PROPERTIES, THERMAL STABILITY, AND CORROSION  
RESISTANCE OF ALUMINIUM AND NITROGEN DOPED DIAMOND-LIKE CARBON FILM)  
อาจารย์ที่ปรึกษา : รองศาสตราจารย์ ดร.พรวิสา วงศ์ปัญญา, 145 หน้า.

คำสำคัญ: FCVA/AL-N CO-DOPED DLC/ NEXAFS/XPS /สมบัติเชิงกลระดับนาโน/ความแข็งแรงใน  
การยึดเกาะ/เสถียรภาพทางความร้อน/ความต้านทานการกัดกร่อน

ในทางวิศวกรรมมักใช้เหล็กกล้าอัลลอยด์ต่ำ AISI4140 เนื่องจากมีคุณสมบัติทางกลที่  
โดดเด่น รวมทั้งมีความต้านทานแรงดึงสูง ทนต่อความล้า ความแกร่ง และทนต่อแรงกระแทก แต่มีความ  
ต้านทานการสึกหรอต่ำ จึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงพื้นผิวเพื่อให้สอดคล้องกับการใช้งานสำหรับใน  
สภาพแวดล้อมที่มีการกัดกร่อนและการทำงานที่อุณหภูมิสูง พิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร (Diamond-like  
carbon, DLC) ช่วยเพิ่มความแข็ง โมดูลัสความยืดหยุ่น การยึดเกาะ ความทนทานต่อการเสียดสี ทน  
ความร้อน และทนต่อการกัดกร่อน สำหรับการศึกษานี้ฟิล์ม DLC ได้ถูกผลิตขึ้นโดยเทคนิคการเคลือบ  
ฟิลเตอร์คาร์โธดิกอาร์ก (Filtered cathodic vacuum arc, FCVA) เทคนิคนี้สามารถสร้างชั้นฟิล์ม  
คาร์บอนอสัณฐานเตตระฮีดรัลที่ปราศจากไฮโดรเจน (hydrogen-free tetrahedral amorphous  
carbon, ta-C) ที่มีอัตราส่วนพันธะคาร์บอน  $sp^3/sp^2$  สูง ในทางกลับกันฟิล์ม ta-C มีความเค้นภายใน  
อย่างมาก ซึ่งทำให้ชั้นฟิล์มยึดเกาะกับพื้นผิวโลหะได้ไม่ดี ด้วยเหตุนี้จึงเพิ่มความแข็งแรงในการยึดเกาะ  
ขึ้นโดยการเจือธาตุผสมลงในฟิล์ม DLC เพื่อลดความเค้นภายในชั้นฟิล์ม ในงานวิจัยนี้ฟิล์ม DLC ที่  
พัฒนาขึ้นนั้น ถูกเจือด้วยอะลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) และสังเคราะห์ฟิล์มโดยใช้เทคนิค FCVA  
เพื่อเคลือบชั้นฟิล์ม ta-C, ta-C:N, ta-C:Al และฟิล์ม ta-C:Al:N ตามลำดับ ลงบนผิวเหล็ก AISI 4140  
โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม DLC ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นได้รับการตรวจสอบโดยใช้รามาน  
สเปกโตรสโกปี (Raman spectroscopy), เอ็กซ์เรย์โฟโต้อิเล็กตรอนสเปกโตรสโกปี (X-ray  
photoelectron spectroscopy, XPS) และการดูดกลืนรังสีเอกซ์โครงสร้างใกล้เคียง (Near Edge X-  
Ray Absorption Fine Structures, NEXAFS) จากนั้น จึงตรวจวัดคุณสมบัติทางกลและแรงยึดเกาะของ  
ฟิล์ม พฤติกรรมการเกิดออกซิเดชันของฟิล์ม DLC ถูกวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค NEXAFS ที่ให้ความร้อนใน  
แหล่งกำเนิด ตามด้วยพฤติกรรมการกัดกร่อนของฟิล์มทั้งหมด ชิ้นงานถูกประเมินโดยใช้โพเทนชิโอสแตต  
ในสารละลายของโซเดียมคลอไรด์ 3.5 โดยน้ำหนัก สุดท้ายตรวจสอบบริเวณที่กัดกร่อนและผลิตลักษณะ  
การกัดกร่อนจากการทดสอบการกัดกร่อนโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเอ็กซ์เรย์  
(X-ray photoemission electron microscopy, XPEEM) และ NEXAFS ตามลำดับ และศึกษาผลิตภัณฑ์  
การกัดกร่อนโดยใช้เทคนิค XPS ผลการวิจัยพบว่าชั้นฟิล์ม DLC ที่เจือด้วย Al และ N ที่มีโครงสร้าง  $sp^3$

C-N และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  มีคุณสมบัติทางกลที่คล้ายคลึงกับของ DLC ที่ไม่เจือธาตุผสม (ความแข็ง =  $49.04 \pm 1.33$  GPa, โมดูลัสยืดหยุ่น (E) =  $251.09 \pm 6.57$  GPa, ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนรูป (%ER) =  $58.43 \pm 1.73$ ) และยังมีกรยึดเกาะของฟิล์มที่ดีขึ้น (ความต้านทานรอยขีดข่วน, CPRs =  $12187.06$   $\text{mN}^2$ ), ความคงตัวทางความร้อน (ทนต่ออุณหภูมิได้ถึง  $600$  °C) และความต้านทานการกัดกร่อนโดยการเพิ่มค่า  $E_{\text{corr}}$  จาก  $-443.31$  ถึง  $-382.93$  mV (เมื่อเปรียบเทียบกับ DLC บริสุทธิ์) ด้วยเหตุนี้ชิ้นงานทดสอบ ta-C:Al:N จึงเหมาะสำหรับใช้งานที่ต้องการความต้านทานการกัดกร่อนและทนความร้อน



สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อนักศึกษา

*Paisy*

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

*Pornwan Nongpranya*

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

*Fat Pholom*

PRAPHAPHON SILAWONG : NANOMECHANICAL PROPERTIES, THERMAL STABILITY,  
AND CORROSION RESISTANCE OF ALUMINIUM AND NITROGEN DOPED DIAMOND-  
LIKE CARBON FILM. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. PORNWASA WONGPANYA,  
Dr.-Ing., 145 PP.

Keyword: FCVA/Al–N Co–Doped DLC/NEXAFS/XPS/Nanomechanical/Adhesion  
Strength/ Thermal Stability/Corrosion Resistance

In engineering, AISI4140 low alloy steel is commonly utilized. It has outstanding mechanical qualities, including high tensile strength, fatigue resistance, toughness, and impact resistance, but low wear resistance. Surface enhancement is required for corrosive environments and operations at high temperatures to satisfy its application. Diamond-like carbon (DLC) film enhances hardness, modulus of elasticity, adhesion, abrasion resistance, heat resistance, and corrosion resistance. As a result, DLC films were produced by filtered cathodic vacuum arc (FCVA) for this investigation. This technique is capable of fabricating a hydrogen-free tetrahedral amorphous carbon (ta-C) film layer with a high  $sp^3/sp^2$  carbon bond ratio. On the other hand, the ta-C film has a significant internal stress, which contributes to the coating's poor adherence to the metal surface. As a consequence, the adhesion strength is enhanced by the incorporation of doping elements into the DLC film to relieve internal stress. In this work, the developed DLC film was doped with aluminum (Al) and nitrogen (N) and synthesized by using the FCVA technique to coat AISI 4140 steel and produce ta-C, ta-C:N, ta-C:Al, and ta-C:Al:N films, respectively. The structure and chemical composition of the produced DLC films were investigated using Raman spectroscopy, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), and near edge X-ray absorption fine structures (NEXAFS). Following that, the mechanical characteristics and adhesive strengths of the films were determined. The oxidation behavior of the DLC films was determined using in situ heating NEXAFS, followed by the corrosion behavior of the whole film. They were evaluated using a potentiostat in a solution of 3.5 wt% sodium chloride (NaCl). Finally, the corroded regions and corrosion products from the corrosion test were evaluated using X-ray photoemission electron microscopy (XPEEM) and

NEXAFS, respectively, and the corrosion products were studied using XPS. The results indicated that Al and N-doped DLC film (ta-C:Al:N) with  $sp^3$  C-N and  $Al_2O_3$  structures had similar mechanical properties to that of non-doped DLC (ta-C) (hardness =  $49.04 \pm 1.33$  GPa, elastic modulus (E) =  $251.09 \pm 6.57$  GPa, elastic recovery (%ER) =  $58.43 \pm 1.73$ ), and also had improved film adhesion (scratch propagation resistance, CPRs =  $12187.06$  mN<sup>2</sup>), thermal stability (temperature resistance up to 600°C), and corrosion resistance by raising the  $E_{corr}$  value from -443.31 to -382.93 mV (in comparison to pure DLC). As a result, ta-C:Al:N specimens are suitable for use in applications requiring corrosion resistance and thermal resistance.



School of Materials Engineering

Academic Year 2021

Student's Signature

Paej

Advisor's Signature

Pornwasa Nongnanyu

Co-Advisor's Signature

Pat Thongjorn