

การสังเคราะห์และการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ ฟิล์มบาง Pd-Ni-P โดยวิธีการเคลือบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า

สุเมธา โคคา^{1*} และ สมยศ เด่นจิตเจริญ¹

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

*Sumeta.coca@gmail.com

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาเงื่อนไขการสังเคราะห์และคุณสมบัติของฟิล์มบาง Pd-Ni-P ด้วยวิธีการเคลือบทางเคมีไฟฟ้า (Electrodeposition) บนแผ่นฐานรองที่มีชั้นนำไฟฟ้า อินเดียมทินออกไซด์บนกระจกสไลด์ (ITO/Glass substrate) โดยกำหนดอุณหภูมิ และ แรงดันไฟฟ้า ขณะทำการเคลือบ เป็น 40 และ 60 องศาเซลเซียส และ 3 ถึง 10 โวลต์ ตามลำดับ ซึ่งสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ประกอบด้วย 0.03 M PdCl₂, 0.05 M NiSO₄, 0.5 M H₃PO₄, 0.4 M C₂H₈N₂ และ 0.06 M NaCl ในการวิจัยเบื้องต้นมีการใช้ขั้วทดสอบหลายอย่าง ได้แก่ Ni และ Cu จากนั้นมีการปรับใช้ขั้วไฟฟ้า Pt/Ti เพื่อเป็นขั้วแอโนด ส่วนขั้วแคโทดคือชิ้นงานที่ถูกเคลือบ กำหนดให้มีระยะห่าง 2.5 เซนติเมตร ใช้เวลาในการเคลือบ 5 ถึง 10 นาที ฟิล์มบางที่ตกเคลือบถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ความขรุขระของพื้นผิว ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM) ตามลำดับ นอกจากนี้ทำการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มและสมบัติการเปียกผิวด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) และการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water Contact Angle) ตามลำดับ ผลการทดลองพบว่า จาก SEM ฟิล์มมีขนาดของเกรนในระดับนาโน เมื่อพิจารณาจาก XRD มีลักษณะพีคที่กว้าง และมีความชอบน้ำซึ่งมีค่ามุมสัมผัสน้ำ 50°- 80°

คำสำคัญ: การเคลือบทางเคมีไฟฟ้า ฟิล์มบาง Pd-Ni-P สมบัติการเปียกผิว

Synthesis and characterization of Pd-Ni-P Thin Films using electrodeposition method

Sumeta Coca^{1*} and Somyod Denchitcharoen¹

¹Department of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's University of Technology Thonburi

*Sumeta.coca@gmail.com

Abstract

This research investigated the synthesis conditions and properties of Pd-Ni-P thin films electrodeposited onto indium tin oxide-coated glass (ITO/glass) substrates. Electrodeposition was conducted at temperatures of 40 and 60 °C, with applied voltages ranging from 3 to 10 V. The electrolyte solution consisted of 0.03 M PdCl₂, 0.05 M NiSO₄, 0.5 M H₃PO₄, 0.4 M C₂H₈N₂ (ethylenediamine), and 0.06 M NaCl. At the beginning of this research, Ni and Cu were applied to the electrochemical cell and then changed to be Pt/Ti served as an anode, while the ITO/glass substrate acted as the cathode, maintained at an electrode spacing of 2.5 cm. Deposition duration was varied between 5 and 10 minutes. The surface morphology and roughness of the resulting films were characterized using scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM), respectively. Additionally, X-ray diffraction (XRD) and water contact angle measurements were employed to analyze the structural properties and wettability. SEM analysis revealed that the films possess nanoscale grain sizes, while the broad XRD diffraction peaks indicated an amorphous or nanocrystalline structure. Furthermore, the films demonstrated hydrophilic behavior, with water contact angles ranging from 50° to 80°.

Keywords: Electrodeposition, Pd-Ni-P thin films, Wettability

1. บทนำ

ปัจจุบันเทคนิคและกระบวนการปรับพื้นผิววัสดุโดยการเคลือบสารที่เหมาะสมลงบนพื้นผิวเพื่อให้มีสมบัติเฉพาะตามต้องการจนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบาง (Thin Film) มีอยู่หลากหลายวิธี เช่น เทคนิคการเคลือบด้วยไอทางกายภาพ (Physical Vapor Deposition: PVD) และเทคนิคเคลือบด้วยไอทางเคมี (Chemical Vapor Deposition: CVD) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมแพร่หลายในหมู่นักวิจัยด้านวัสดุศาสตร์ แต่เทคนิคดังกล่าวยังมีข้อจำกัดที่ระยะเวลาในการเคลือบ กระบวนการที่ซับซ้อน รวมถึงต้นทุนของเครื่องมือและระบบสุญญากาศที่ค่อนข้างสูง ด้วยเหตุนี้ วิธีการเคลือบจากสารละลาย (Wet Chemical Methods) จึงได้รับความสนใจเพิ่มมากขึ้นเนื่องจากเป็นวิธีที่ต้นทุนต่ำ ไม่ต้องใช้เครื่องมือสุญญากาศราคาแพงและยังเหมาะสำหรับขึ้นรูปฟิล์มบางจากสารละลาย โดยหนึ่งในเทคนิคที่ได้รับความนิยมคือ วิธีการเคลือบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition) ซึ่งสามารถควบคุมหรือเพิ่มเติมองค์ประกอบและความหนาของฟิล์มได้ง่าย รวมถึงเหมาะสำหรับการเตรียมฟิล์มบางโลหะผสมและวัสดุอสัณฐานในงานวิจัยสมัยใหม่

วัสดุต่างๆ ที่ได้รับความสนใจในการเคลือบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า เช่น ฟิล์มบางโลหะผสมนิกเกิล-ฟอสฟอรัส (Ni-P thin film) เป็นระบบฟิล์มบางที่มีการประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวาง เนื่องจากฟิล์มแบบ 2 ธาตุ ชนิดนี้มีความแข็งแรงสูง เนื่องจากชั้นฟิล์มมีการจัดเรียงอนุภาคแบบไร้ระเบียบเป็นบริเวณกว้าง (long range disorder) และมีสถานะพลังงานกึ่งเสถียร (Metastable state) โลหะผสมนี้ทำให้มีความสามารถต้านทานการสึกหรอและความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีเยี่ยมซึ่งใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น การบินและอวกาศ การผลิตยานยนต์ การสื่อสารอิเล็กทรอนิกส์อีกด้วย [1,2] อย่างไรก็ตาม โลหะผสมที่เตรียมโดยการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้าอาจเกิดปัญหา เช่น การเกิดหลุม หรือรูพรุน และมีความเค้นของฟิล์มสูง เป็นผลของแก๊สไฮโดรเจนที่ได้จากปฏิกิริยา (Hydrogen Evolution Reaction: HER) ที่ผิวชิ้นงาน อาจทำให้ฟิล์มที่ได้มีรอยแตกร้าว (Cracking) หรือหลุดลอก (Peeling) จากชิ้นงาน นอกจากนี้เมื่อฟิล์ม Ni-P แบบ 2 ธาตุ (Binary) เมื่อได้รับความร้อน อะตอมของธาตุทั้งสองอาจแยกเฟสจากกันและเกิดการโตของเกรน (Grain Growth) ทำให้ฟิล์มมีขนาดใหญ่ขึ้นส่งผลให้สมบัติเชิงกลและความแข็งแรงลดลงอย่างรวดเร็ว [3]

เพื่อเพิ่มความเสถียรของฟิล์มเคลือบ งานวิจัยต่างๆ จึงมุ่งเน้นกลุ่มฟิล์มบางที่มีจำนวนธาตุเป็นองค์ประกอบมากกว่า 2 ชนิด แต่ยังคงมีลักษณะที่แข็งแรง ทนทานต่อการสึกหรอและการกัดกร่อน เช่น แบบ 3 ธาตุ (Ternary) และ 4 ธาตุ (Quaternary) เป็นต้น ที่สามารถส่งผลให้อะตอมของธาตุที่มีขนาดและคุณสมบัติต่างออกไป เข้าไปแทรกตัวอยู่ตามขอบเกรนของผลึกเพื่อขัดขวางไม่ให้เกรนเติบโตทำให้ฟิล์มยึดเกาะได้ดีขึ้น ทนทานต่อการแตกร้าวและการหลุดลอกได้ดีกว่าแบบ 2 ธาตุอย่างชัดเจน [4] ในงานวิจัยของ Suresh และคณะ (2008) ได้พบว่าแพลเลเดียม (Palladium : Pd) เป็นโลหะที่มีความเสถียรทางเคมีและทางอุณหภูมิสูงมาก มีความสามารถในการต้านทานปฏิกิริยาออกซิเดชันและการกัดกร่อนในสภาวะแวดล้อมได้ และแม้ว่าจะไม่มากเท่ากับแพลทินัมก็ตาม แต่แพลเลเดียมยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไฟฟ้าที่ดีมากสำหรับการออกซิเดชันทางไฟฟ้าอีกด้วย [5] นอกจากนี้งานวิจัยของ Daniel และคณะ (2021) ยังพบอีกว่าฟิล์มที่มีโลหะผสมสามธาตุขึ้นไปเช่น Pd-Ni-P สามารถลดความเค้นของฟิล์มได้ดีกว่าฟิล์มที่มี 2 ธาตุทำให้ลดรอยแตกที่เกิดขึ้นได้และสามารถเพิ่มความหนาของฟิล์มได้มากกว่า Ni-P [6]

อย่างไรก็ตาม การเคลือบด้วยสารประกอบของธาตุ 3 ชนิดด้วยการเคลือบทางไฟฟ้าเคมีบนแผ่นฐานรองกระจกนาไฟฟ้าอินเดียมทินออกไซด์ (ITO/Glass substrate) ให้ได้ฟิล์มที่มีคุณภาพสูงและมีสมบัติพื้นผิวตามต้องการนั้น ถือเป็นความท้าทายอย่างยิ่งในทางเคมีไฟฟ้า เนื่องจากไอออนของโลหะแต่ละชนิดมีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันมาตรฐาน (Standard reduction potential) ที่แตกต่างกันมาก [7] การควบคุมปฏิกิริยาการรับประจุบริเวณผิวหน้าแคโทดจึงต้องทำอย่างละเอียดอ่อน โดยมีแรงดัน (Voltage), กระแสไฟฟ้า (Current) [8], ระยะเวลาในการเคลือบ (Time) [9-10] และอุณหภูมิ (Temperature) [11] ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เป็นตัวแปรที่สำคัญต่ออัตราการเกิดชั้นนิวเคลียสและการก่อเกิดของฟิล์ม ซึ่งมีผลโดยตรงต่อการจัดเรียงตัวของอนุภาควัสดุ, ความขรุขระของพื้นผิว (Surface Roughness) และสมบัติการเปียกผิว (Wettability) หรือค่ามุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angle)

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนแปลงค่าแรงดันไฟฟ้าในช่วงความต่างศักย์ 3-10 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 40 และ 60 องศาเซลเซียส และช่วงเวลาการเคลือบ 5-10 นาที โดยสารละลายผสม ประกอบด้วย เอทิลีนไดอะมิน ($C_2H_8N_2$), แพลเลเดียมคลอไรด์ ($PdCl_2$), นิกเกิลซัลเฟต ($NiSO_4$) กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) และโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เพื่อสังเคราะห์การเคลือบฟิล์มด้วยวิธีการเคลือบทางไฟฟ้าเคมี จากนั้นศึกษาคุณลักษณะเฉพาะของฟิล์ม ได้แก่ ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบของธาตุ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแบบฟิวส์อิมชัน (Field Emission Scanning Electron Microscope, FESEM) และลักษณะของพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM) นอกจากนี้ ศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) และสมบัติการเปียกผิวด้วยการวัดมุมสัมผัสน้ำ (Water Contact Angle)

2. วิธีการดำเนินงานวิจัย

2.1 การเตรียมแผ่นฐานรอง

นำแผ่นฐานรองที่มีชั้นนำไฟฟ้าอินเดียมทินออกไซด์บนกระจกสไลด์ (ITO/Glass) ตัดให้มีขนาด 1 cm x 2.5 cm และทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งคราบปนเปื้อนหรือคราบไขมันบนผิวหน้าโดยล้างด้วยสารละลายอะซิโตน (Acetone) จากนั้นล้างด้วย ไอโซโพรพานอล (Isopropanol, IPA) และล้างทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออน (Deionized Water, DI) เป็นเวลาอย่างละ 10 นาที ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Cleaner) และเป่าชิ้นงานให้แห้งโดยไล่ไอน้ำออกจากแผ่นฐานรองด้วยก๊าซไนโตรเจน (N_2)

2.2 ขั้นตอนการทดลอง

2.2.1 ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มบางแบบ 2 ธาตุ (Ni-P) (Binary film)

ในการศึกษาเบื้องต้นได้เริ่มจากการเคลือบฟิล์มแบบ 2 ธาตุ โดยในการทดลองสารตั้งต้นที่ใช้ ได้แก่ นิกเกิลซัลเฟต ($NiSO_4$) ความเข้มข้น 0.76 M , 0.15 M ของกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) , 0.14 M ของกรดซิตริก ($C_6H_8O_7$) และผสมกับน้ำ DI จากนั้นกวนสารละลายให้ผสมกันเป็นเวลา 10 นาที ในการทดลองแต่ละครั้งกำหนดปริมาตรสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เท่ากับ 50 ml โดยสรุปเงื่อนไขการเคลือบดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 2 ชนิด

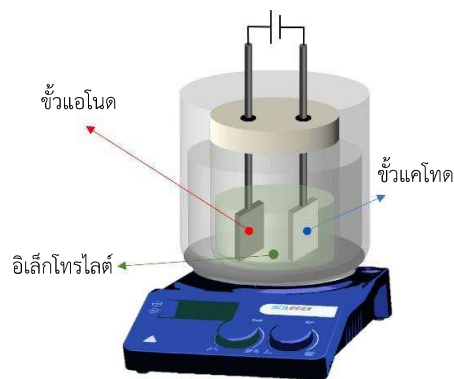
พารามิเตอร์การเคลือบ	รายละเอียด
ขั้วแอโนด (Anode)	แผ่นทองแดง
ขั้วแคโทด (cathode)	ITO/Glass substrate
ขนาดของพื้นผิว	1x2.5 ตารางเซนติเมตร
ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า	2.5 เซนติเมตร
อุณหภูมิขณะเคลือบ	60 องศาเซลเซียส
ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในการเคลือบ	1,3,5,9 โวลต์
เวลาเคลือบ	1 และ 5 นาที

2.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 3 ชนิด (Pd-Ni-P) (Ternary film)

เพื่อศึกษาฟิล์ม Pd-Ni-P ในขั้นตอนนี้ได้นำสารแพลเลเดียมคลอไรด์ ($PdCl_2$) ความเข้มข้น 0.03 M , 0.05 M ของ นิกเกิลซัลเฟต ($NiSO_4$) , 0.5 M ของกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) , 0.4 M ของเอทิลีนไดอะมิน ($C_2H_8N_2$) และ โซเดียมคลอไรด์ ($NaCl$) ความเข้มข้น 0.06 M เพื่อให้ได้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ผสมในน้ำ DI ทำการกวนสารละลายด้วยMagnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที โดยในการทดลองแต่ละครั้งใช้ปริมาตรสารละลายอิเล็กโทรไลต์คงที่ 35 ml โดยสรุปเงื่อนไขการเคลือบดังตารางที่ 2 โดยการทดลองนี้ได้แบ่งออกเป็นสองส่วนย่อยมีการใช้เงื่อนไขทางไฟฟ้าต่างกัน ส่วนแรก กำหนดขั้วไฟฟ้าที่ใช้เป็นแอโนด คือ Ni และปรับความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงกว่าเพื่อศึกษาลักษณะของฟิล์มที่ได้ รวมถึงความหนา โดยให้กระแสเปลี่ยนไปตามโพลต์ สำหรับส่วนย่อยที่สอง เป็นการให้ Pt/Ti เป็นขั้วแอโนดแทน แต่ศึกษาที่ศักย์ไฟฟ้าต่ำกว่า และมีการกำหนดค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านโพลต์ไว้

ตารางที่ 2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 3 ชนิด

พารามิเตอร์การเคลือบ	รายละเอียด
ขั้วแอโนด (Anode)	แผ่นนิกเกิล และแผ่นแพลทินัม
ขั้วแคโทด (cathode)	ITO/Glass substrate
ขนาดของพื้นผิว	1×2.5 ตารางเซนติเมตร
ระยะห่างระหว่างขั้ว	2.5 เซนติเมตร
อุณหภูมิขณะเคลือบ	40 – 60 องศาเซลเซียส
ค่าความต่างศักย์ในการเคลือบ	2,3,4,6,10 โวลต์
เวลาเคลือบ	3,5,10 นาที



ภาพที่ 1 ตัวอย่างชุดการทดลองการเคลือบผิวชิ้นงานด้วยเคมีไฟฟ้า

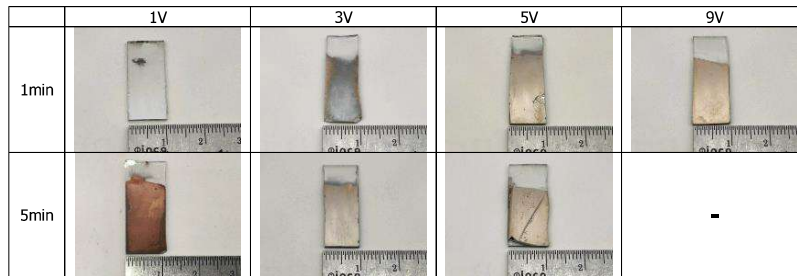
3. ผลการวิจัย

3.1 ผลการศึกษาฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 2 ชนิด (Ni-P) (Binary film)

จากการทดลองเมื่อมีการเปลี่ยนความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาในการเคลือบฟิล์มบางนิกเกิล-ฟอสฟอรัส (Ni-P) ผลแสดงดังภาพที่ 2 พบว่าที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ 1 โวลต์ เวลาเคลือบ 1 และ 5 นาที พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับผิวชิ้นงานสำหรับ 1 นาที ไม่ก่อเกิดฟิล์มที่แผ่นรองรับ แต่สำหรับ 5 นาที เกิดฟิล์มที่มีสีน้ำตาลแดงชัดเจนทั้งนี้อาจเป็นส่วนหนึ่งของทองแดงตกเคลือบในช่วงแรกที่ได้รับแรงดันไฟฟ้าไม่มากพอ ทำให้เกิดกระบวนการ electrolysis ที่สามารถเคลือบโดยไม่ต้องอาศัยไฟฟ้า ดังนั้น ด้วยแรงดันไฟฟ้าที่น้อยเกินไป ถึงจะปรับเวลาการเคลือบเพิ่มขึ้น อาจยังไม่สามารถทำให้ นิกเกิลไอออนสามารถตกเคลือบบนขั้วแคโทดที่มีแผ่นรองรับได้ จากการพิจารณาค่าศักย์รีดักชันไฟฟ้ามาตรฐาน (Standard Electrode Potential) ของนิกเกิลต่ำกว่าทองแดงซึ่งใช้เป็นขั้วแอโนดเกิดปฏิกิริยาก่อน [7] ทำให้เกิดการเคลือบทองแดงลงไปบนพื้นผิวแทนที่จะเป็นนิกเกิล แต่เมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้าขึ้นเป็น 3 โวลต์ ถึง 5 โวลต์ ลักษณะของผิวฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนเป็นสีเทาเงินแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาของโลหะผสมที่ถูกขับเคลื่อนด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เลยค่าขีดเริ่มของปฏิกิริยาที่ใช้ เพื่อศึกษาปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่องจึงปรับค่าความต่างศักย์เพิ่มขึ้นเป็น 9 โวลต์ ด้วยเวลาการเคลือบที่สั้นลงเพียง 1 นาที พบว่า ลักษณะของฟิล์มที่ได้มีความหนา มีการสะท้อนแสง สีของผิวฟิล์มเป็นสีเงินที่เด่นชัด และสามารถสะท้อนภาพจากผิวฟิล์มได้ อย่างไรก็ตามการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงอาจทำให้เกิดความเครียดสะสมในชั้นฟิล์มและฟิล์มอาจหลุดลอกได้ [12]

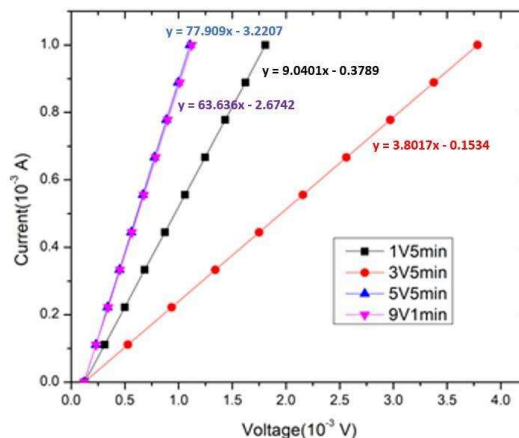
ดังนั้น เมื่อพิจารณาจากผลของเวลาเคลือบ พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มจาก 1 นาทีเป็น 5 นาที ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น ทั้งนี้จะเห็นการทึบแสงที่มากขึ้นเมื่อเทียบกับ 1 นาที แต่สิ่งที่พบเห็นและมีลักษณะคล้ายกับงานวิจัยอื่นเมื่อทำการเคลือบที่

เวลานานขึ้นขณะที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงเกินอาจส่งผล เกิดความร้อนสะสม ความเครียดที่เกิดขึ้นเมื่อฟิล์มหนาขึ้น กระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้นถ้าไม่ได้กำหนดค่ากระแสไฟฟ้าไว้ อาจส่งผลให้ฟิล์มร่อนร้าว (Cracking) หลุดลอก และเกิดการไหม้ จากปรากฏการณ์ความร้อนสูงเฉพาะจุด (Joule Heating Effect) [13] จากการทดลองที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 9 โวลต์ ต้องใช้เวลาการเคลือบ 1-2 นาที ถ้านานเกินไปกว่านี้ฟิล์มจะถูกทำลายได้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกฟิล์มที่มีการยึดเกาะดีและมีความหนาเหมาะสม คือ ฟิล์มที่มีค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าเป็น 3 และ 5 โวลต์ ด้วยเวลาการเคลือบ 5 นาที และสำหรับฟิล์มที่มีค่าความต่างศักย์ 9 โวลต์ สามารถเคลือบได้ใช้เวลา 1 นาที ยังทำให้ฟิล์มมีคุณภาพอยู่ได้ไม่หลุดลอก



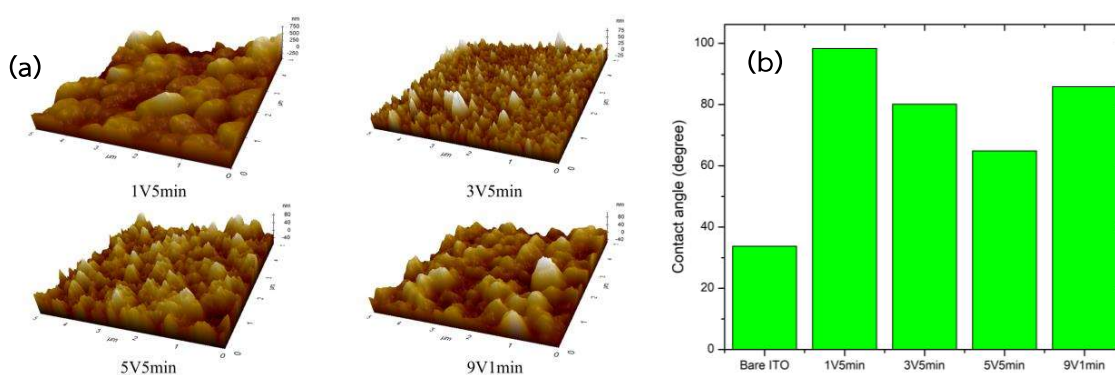
ภาพที่ 2 ผลการเคลือบฟิล์ม นิกเกิล-ฟอสฟอรัส (Ni-P) ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาเคลือบต่างกัน

เมื่อนำฟิล์มที่เตรียมได้มาทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่องวัดแบบสี่จุด (Four-Point Probe) พบว่าความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าของทุกเงื่อนไขการเคลือบมีลักษณะเป็นเชิงเส้นสอดคล้องกับกฎของโอห์ม (Ohmic behavior) [14] จากความชันของกราฟ พบว่าฟิล์มที่เตรียมจากเงื่อนไข 5 โวลต์ 5 นาที และ 9 โวลต์ 1 นาที มีความชันสูงสุดที่มีความใกล้เคียงกันในกลุ่มที่มีค่าความนำไฟฟ้าสูงที่สุด ในขณะที่เงื่อนไข 3 โวลต์ 5 นาที มีความชันต่ำสุดทั้งนี้อาจเป็นผลของปริมาณนิกเกิลฟิล์มมีบทบาทแทนทองแดงแต่ถ้าเทียบกับฟิล์มที่เงื่อนไข 5 และ 9 โวลต์ อาจแตกต่างกันมาก ซึ่งก็สรุปได้ว่า ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมควรพิจารณาตั้งแต่ 5 โวลต์ นอกจากนี้ ผลที่ได้ยังมีความชันน้อยกว่า 1 โวลต์ที่เวลา 5 นาที ทั้งนี้กระบวนการตกเคลือบอาจมีลักษณะที่แตกต่างไป ซึ่งยังไม่สามารถทำให้นิกเกิลตกเคลือบได้แต่จะมีทองแดงเป็นส่วนใหญ่ และด้วยทองแดงนำไฟฟ้าได้ดีกว่านิกเกิลหลายเท่าจึงทำให้กราฟอาจมีความชันสลับกันระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 1 โวลต์ กับ 3 โวลต์ แสดงดังภาพที่ 3



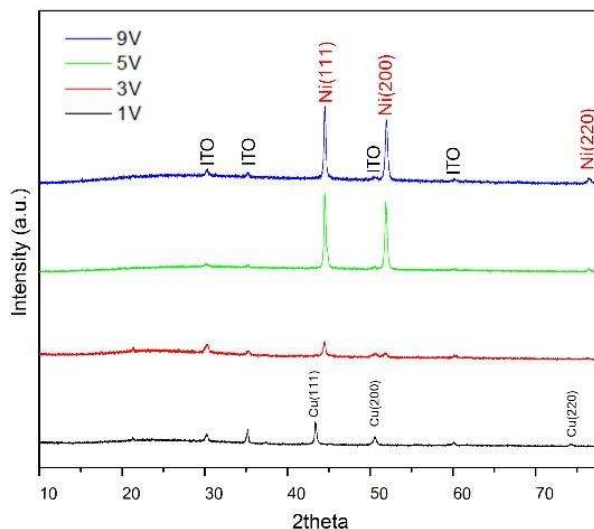
ภาพที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มนิกเกิล-ฟอสฟอรัส (Ni-P)

เมื่อทำการวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาพื้นผิวสามมิติด้วยเทคนิค AFM ร่วมกับพฤติกรรมการเปียกผิวด้วยการวัดมุมสัมผัสน้ำ (Contact angle) พบว่าค่ามุมสัมผัสน้ำของฟิล์มมีพฤติกรรมแปรผันตรงกับความขรุขระและลักษณะการโตของเกรนในระดับนาโนเมตร จากผลการทดลองพบว่า ที่เงื่อนไขแรงดันต่ำ 1 โวลต์ 5 นาที จะทำให้เกิดพื้นผิวที่ขรุขระเกิดการพอกพูนเป็นก้อนเกรนขนาดใหญ่ มีค่าความหยาบเฉลี่ย (Rq) 180 นาโนเมตร ส่งผลให้มุมสัมผัสน้ำเพิ่มขึ้นโดยเปรียบเทียบจากแผ่นฐานรอง ITO/glass ที่ทั่วไปที่มีค่ามุมสัมผัสอยู่ที่ 33.37° เป็น 98.30° เมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้าเป็น 3 โวลต์ 5 นาที จะเกิดการฟอร์มตัวเป็นโครงสร้างเกรนละเอียดหนาแน่นส่งผลให้ค่าความขรุขระของพื้นผิวลดลงโดยมีค่าความหยาบเฉลี่ย (Rq) 12 นาโนเมตร มีมุมสัมผัสน้ำลดลง [15] สำหรับเงื่อนไข 5 โวลต์ 5 นาที และ 9 โวลต์ 1 นาที จะมีความขรุขระของพื้นผิวที่เท่ากัน (Rq = 22 นาโนเมตร) แต่ที่เงื่อนไข 5 โวลต์ 5 นาที มีค่ามุมสัมผัสน้ำของพื้นผิวน้อยกว่าเงื่อนไข 9 โวลต์ 1 นาที อาจเป็นเพราะเวลาในการเคลือบของ 5 โวลต์ นานถึง 5 นาที ในสารละลายที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ มีโอกาสเกิดขึ้นฟิล์มออกไซด์หรือไฮดรอกไซด์บางๆบนผิวหน้า [16] ซึ่งเป็นเหตุให้พื้นผิวมีพลังงานพื้นผิวสูงและชอบน้ำจึงช่วยลดมุมสัมผัสลงมาอยู่ที่ 64 องศา แสดงดังภาพที่ 4



ภาพที่ 4 (a) ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มนิกเกิล-ฟอสฟอรัสจาก AFM (5X5 ตารางไมโครเมตร) (b) ค่ามุมสัมผัสน้ำของฟิล์มนิกเกิล-ฟอสฟอรัส

เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงดังภาพที่ 5 สามารถนำมาอภิปรายกลไกการก่อตัวของฟิล์มโลหะผสมแปรผันตามความต่างศักย์ไฟฟ้าในเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ 1 โวลต์ 5 นาที กราฟ XRD ปรากฏพีคที่มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับเฟสของทองแดงบริสุทธิ์ (JCPDS No.04-0836) เนื่องจากศักย์ไฟฟ้ามาตรฐานในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของทองแดงมีค่ามากกว่านิกเกิลอย่างมาก ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำๆ จึงเกิดการตกเคลือบของทองแดงเป็นหลัก ส่งผลให้ฟิล์มที่เตรียมได้แสดงลักษณะทางกายภาพเป็นสีน้ำตาลแดง เมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้าเป็น 3 โวลต์ 5 นาที มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม 44.45° , 51.78° และ 76.36° ซึ่งเป็นมุมที่อยู่ระหว่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ ทองแดง (JCPDS No.04-0836) และ นิกเกิล (JCPDS No.04-0850) ที่ระนาบ (111), (200) และ (220) อย่างไรก็ตามความต่างศักย์ไฟฟ้ายังไม่สูงพอในการนำกระแสไฟฟ้าและเกิดปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ ส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาและความต่อเนื่องเชิงโครงสร้างต่ำ ปรากฏการณ์นี้สอดคล้องกับผลการทดสอบความนำไฟฟ้า (Four-Point Probe) ซึ่งฟิล์มในเงื่อนไขนี้มีการนำไฟฟ้าต่ำที่สุด สำหรับเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 5 โวลต์ และ 9 โวลต์ ด้วยเวลาการเคลือบ 5 นาที และ 1 นาที ตามลำดับ พบว่า ตำแหน่งพีคและลักษณะของพีคที่ได้อยู่ที่ระนาบ (111), (200) และ (220) ยืนยันการเคลือบของฟิล์ม นิกเกิลที่มีค่าใกล้เคียงกับนิกเกิลบริสุทธิ์ (JCPDS No.04-0850)

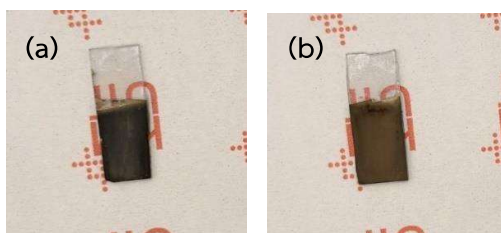


ภาพที่ 5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD patterns) ของฟิล์มนิเกิล-ฟอสฟอรัส

จากการศึกษาผลของฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบธาตุ 2 ชนิดพบว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเคลือบผิว คือการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 3-5 โวลต์ เป็นเวลา 5 นาทีซึ่งช่วยให้ฟิล์มยึดเกาะกับพื้นผิวได้ดีที่สุด เนื่องจากเป็นช่วงเวลาที่ทำได้ความหนาของชั้นฟิล์มเหมาะสม หากใช้เวลาล้นเกินไปฟิล์มจะบางจนไม่ครอบคลุมพื้นผิว แต่หากใช้เวลานานหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงเกินไป จะทำให้เกิดความเครียดภายในชั้นฟิล์มซึ่งนำไปสู่การหลุดลอกของฟิล์ม นอกจากนี้ในงานวิจัยนี้ยังมีการปรับความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาการเคลือบต่างจากขอบเขตนี้ไปอีกเล็กน้อยเพื่อศึกษาเพิ่มเติมถึงขอบเขตจำกัดที่อาจเกิดขึ้นเมื่อมีการปรับเปลี่ยนหรือเพิ่มจำนวนองค์ประกอบของเนื้อฟิล์ม

3.2 ผลการศึกษาฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 3 ชนิด (Pd-Ni-P) (Ternary Film)

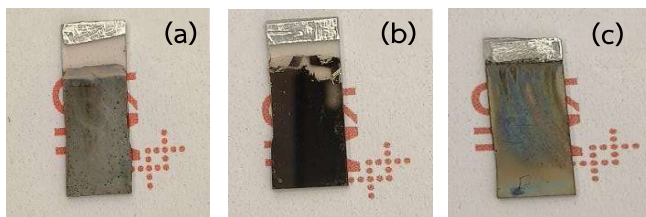
ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบฟิล์มบางชนิด 3 ธาตุ Pd-Ni-P ด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า ผู้วิจัยได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนย่อยดังได้กล่าวมาแล้วในขั้นตอนการทดลอง 2.2.2 เพื่อศึกษาลักษณะของฟิล์ม คุณภาพการยึดเกาะและความเรียบของผิวฟิล์ม



ภาพที่ 6 ผลของการเคลือบฟิล์ม Pd-Ni-P ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 10 โวลต์ เป็นเวลา (a) 3 นาที และ (b) 10 นาที

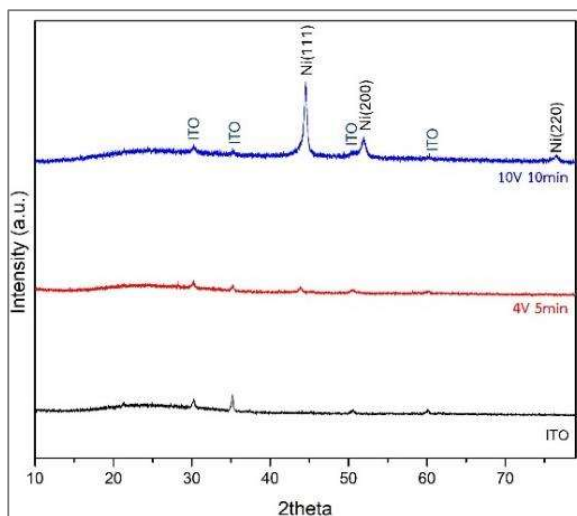
จากภาพที่ 6 เป็นส่วนย่อยแรก ศึกษาผลของระยะเวลาในการตกสะสมภายใต้สภาวะความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงที่ 10 โวลต์ โดยไม่ได้จำกัดกระแสไฟฟ้าไว้ เวลาการเคลือบ 3 และ 10 นาที โดยใช้อุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส และขั้วแอโนดเป็นนิเกิล ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่า ระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นจาก 3 นาที เป็น 10 นาที ส่งผลให้ฟิล์มมีอัตราการเติบโตและมีความหนาเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด โดยฟิล์มที่เงื่อนไข 10 โวลต์ 10 นาที มีลักษณะการเคลือบติดแน่นเป็นแผ่นโดยไม่เกิดการหลุดลอกเนื่องจากความเครียดที่สะสมภายในชั้นฟิล์ม ทั้งนี้มีความแตกต่างจากเงื่อนไขการเคลือบที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงสำหรับฟิล์มที่

มีองค์ประกอบของธาตุ 2 ชนิด ซึ่งจะหลุดลอกได้รวมถึงผลของความร้อน ต่างจากระบบสามธาตุที่เดิมแพลเลเดียมลงไปทำให้ฟิล์มยึดเกาะได้ดีไม่หลุดลอก [4]



ภาพที่ 7 ผลของการเคลือบฟิล์ม Pd-Ni-P โดยใช้ขั้ว Pt/Ti ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาต่างๆ (a) 2 โวลต์ 10 นาที (b) 4 โวลต์ 5 นาที (c) 4 โวลต์ 10 นาที

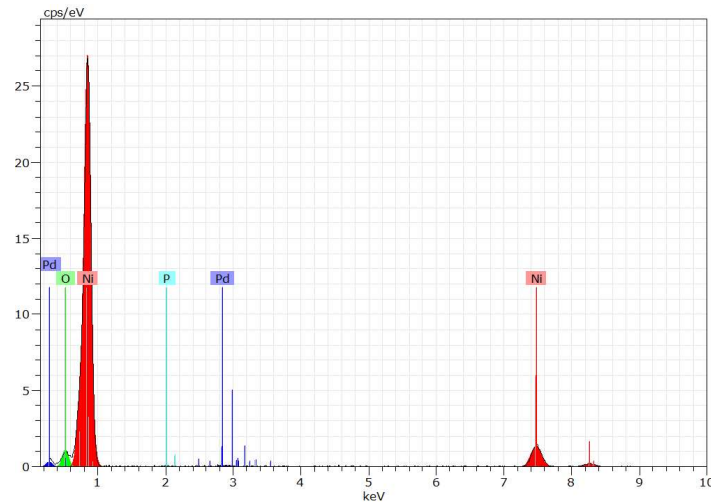
จากภาพที่ 7 เป็นส่วนย่อยที่สอง เพื่อศึกษาการปรับปรุงปฏิกิริยาของการเคลือบทั้งนี้ได้ปรับเปลี่ยนขั้วแอโนดโดยใช้ Pt/Ti แทนนิกเกิล เพื่อปรับอัตราการตกเคลือบที่ช้าลง พร้อมกับกำหนดกระแสสูงสุดไว้ 20 มิลลิแอมป์ ที่อุณหภูมิของสารละลายอิเล็กโตรไลต์ 60°C จากการทดลองพบว่าที่สภาวะความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ 2 โวลต์ ด้วยเวลาการเคลือบ 10 นาที ฟิล์มจะมีผิวที่มีลักษณะไม่สะท้อนแสงและพอเห็นแสงส่องผ่านได้บ้าง แสดงดังภาพที่ 7 (a) เมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้าเป็น 4 โวลต์ที่เวลา 5 นาที ดังภาพที่ 7 (b) พบว่าฟิล์มที่ได้มีความหนาที่แสง ไม่มีรุปรุนเกิดขึ้น ฟิล์มมีความสม่ำเสมอ และการสะท้อนแสงคล้ายกระจกเงาจากฟิล์มได้ ฟิล์มมีการยึดเกาะแผ่นรองรับดี เมื่อสังเกตจากการทดลองค่ากระแสและแรงดันไฟฟ้ามีความเสถียร เกิดปริมาณแก๊สไฮโดรเจนที่ผิวฟิล์มน้อยมาก [17] ที่เงื่อนไขเดิมแต่ใช้เวลาการเคลือบที่นานขึ้นเป็น 10 นาที ดังภาพที่ 7 (c) พบว่า ฟิล์มที่ได้มีความหนาเช่นกัน แต่ผิวหน้าของฟิล์มมีความหยาบกว่า มีลักษณะเหมือนไม่สะท้อนภาพที่ผิวฟิล์มสามารถเห็นแนวของฟิล์มที่เกิดขึ้นเมื่อใช้เวลาเคลือบที่นานขึ้น ซึ่งอาจทำให้ปริมาณการเคลือบแตกต่างกันเด่นชัดมากขึ้น



ภาพที่ 8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง Pd-Ni-P ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาที่ต่างกัน

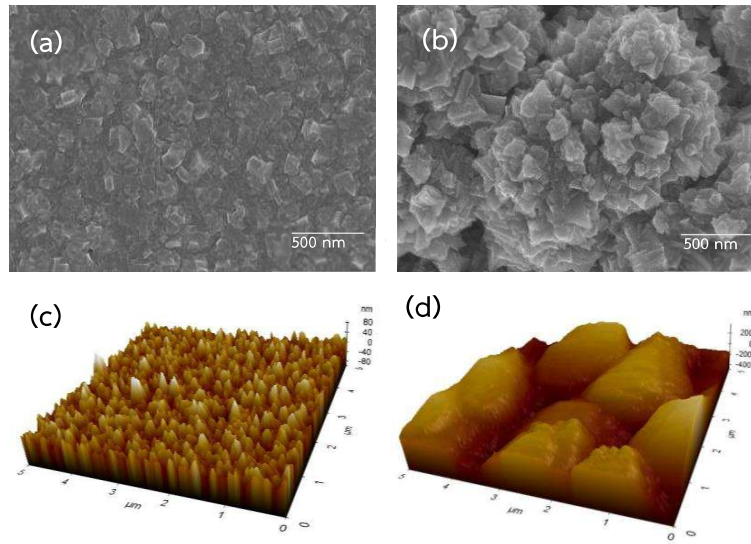
ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD patterns) แสดงดังภาพที่ 8 เป็นการนำขึ้นตัวอย่างที่เคลือบแล้วจากส่วนแรก (10 โวลต์, 10 นาที) และของส่วนที่สอง (4 โวลต์, 5 นาที) พบว่าการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 4 โวลต์ เวลาการเคลือบ 5 นาที (สีแดง) ยากที่จะสังเกตเห็นรูปแบบการเลี้ยวเบนจากฟิล์มที่เคลือบ แต่จะได้ตำแหน่งพีคที่สอดคล้อง

กับ รูปแบบการเลี้ยวเบนของ ITO ที่ใช้เป็นแผ่นฐานรอง ทางผู้วิจัยยังได้นำชิ้นงานไปตรวจสอบ XRD แบบ grazing angle ซึ่งก็ไม่มีพบรูปแบบการเลี้ยวเบนเกิดขึ้น ซึ่งมีผลแตกต่างจากฟิล์มที่เคยเคลือบด้วยเงื่อนไขต่างๆ ที่ผ่านมา ซึ่งจะได้ขยายความลักษณะของฟิล์มในการตรวจสอบด้วยวิธีการอื่นในลำดับถัดไป เมื่อพิจารณาเงื่อนไขที่ 10 โวลต์ 10 นาที่ (สีน้ำเงิน) พบว่า มีพิคความเข้มของสัญญาณที่สูง ของนิกเกิลและมีลักษณะความเป็นผลึก ทั้งนี้อาจมีผลของความร้อนที่สะสมเนื่องจากกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านเนื่องจากเงื่อนไขไม่ได้มีการจำกัดกระแสไฟฟ้า ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของอนุภาคที่ตกเคลือบขยายใหญ่ขึ้น[18] และเพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุในฟิล์มที่ได้จากเทคนิค Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) แสดงดังภาพที่ 9 พบว่ามีปริมาณการเคลือบของธาตุ Ni , Pd และ P เท่ากับ 31.99 , 0.24 และ 0.13 wt% ตามลำดับ



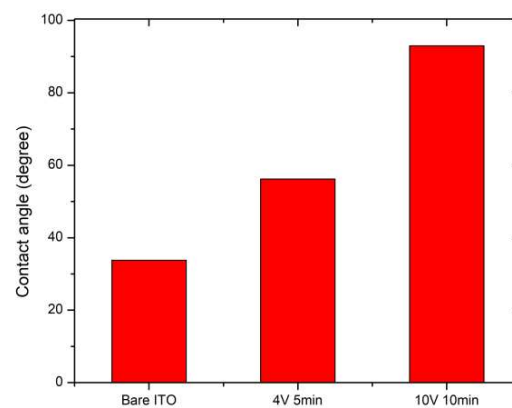
ภาพที่ 9 การตรวจหาปริมาณธาตุองค์ประกอบของฟิล์ม Pd-Ni-P ด้วยเทคนิค EDS

ผลวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และ ภาพสามมิติจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) แสดงดังภาพที่ 10 พบว่าฟิล์มบาง Pd-Ni-P ตามเงื่อนไข 4 โวลต์ 5 นาที่ (ภาพที่ 10 (a) และ (c)) พื้นผิวมีหนาแน่น สม่ำเสมอ และขนาดของเกรนละเอียดมากในระดับนาโนเมตรซึ่งสอดคล้องกับภาพสามมิติจาก AFM ที่มีความเรียบสูงมีค่าความหยาบเฉลี่ย (Rq) เท่ากับ 12 นาโนเมตร (5x5 ตารางไมโครเมตร) สำหรับเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้าสูง 10 โวลต์ 10 นาที่ (ภาพที่ 10(b) และ (d)) พื้นผิวเกิดการก่อตัวที่มีลักษณะที่เป็นกลุ่มก้อน (Island) ขนาดใหญ่ การพอกพูนจะมีลักษณะซ้อนทับกันของอนุภาคจากสารละลาย ผิวฟิล์มมีสีเข้มดำไม่สะท้อนแสง เมื่อตรวจสอบแล้วผิวมีค่าความหยาบเฉลี่ยสูง (Rq) เท่ากับ 168 นาโนเมตร (5x5 ตารางไมโครเมตร) ซึ่งเป็นผลจากความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงการตกเคลือบที่เร็ว และฟิล์มได้รับความร้อนกระตุ้นให้อะตอมเกิดการแพร่ไปรวมกลุ่มและเติบโตเป็นผลึกขนาดใหญ่แทนการสร้างนิวเคลียสใหม่ [19] จากภาพ SEM และ AFM ช่วยเสริมการตรวจสอบชั้นฟิล์มบางที่ได้จาก XRD ว่า ที่เงื่อนไข 4 โวลต์ 5 นาที่ ฟิล์มที่ได้มีความเป็น nanocrystalline ที่มีเกรนขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตร



ภาพที่ 10 ภาพถ่ายสัณฐานวิทยาพื้นผิว (SEM) และภาพสามมิติจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ของฟิล์มบาง Pd-Ni-P : (a) ภาพ SEM และ (c) ภาพ AFM ของฟิล์มที่เงื่อนไข 4 โวลต์ 5 นาที (b) ภาพ SEM และ (d) ภาพ AFM ของฟิล์มที่เงื่อนไข 10 โวลต์ 10 นาที

ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการเปียกผิวดังแสดงในภาพที่ 11 พบว่าฟิล์มในเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ 4 โวลต์ 5 นาทีมีค่ามุมสัมผัสน้ำเพิ่มขึ้นจากแผ่นฐานรอง ITO ซึ่งเพิ่มขึ้นจาก 33.77° เป็น 56.21° ซึ่งยังเป็นพื้นผิวที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) หมายความว่า การฟอร์มตัวของฟิล์มโลหะผสมส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของพลังงานอิสระที่ผิวแต่เนื่องจากเนื้อฟิล์มมีความเรียบสูงมากและมีค่าความขรุขระที่ต่ำหยตน้ำจึงยังสามารถแผ่ตัวบนพื้นผิวได้ดี ในขณะที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูง 10 โวลต์ 10 นาที ค่ามุมสัมผัสของน้ำพุ่งสูงขึ้นจนถึง 92.96° ซึ่งเป็นพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ตรงกับผลความขรุขระของพื้นผิวที่มีความขรุขระมากส่งผลให้พื้นที่สัมผัสจริงระหว่างของเหลวและของแข็งลดลงอย่างมาก



ภาพที่ 11 ค่ามุมสัมผัสน้ำของฟิล์ม Pd-Ni-P

4. บทสรุป

จากการศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางสารประกอบโลหะ นิกเกิล-ฟอสฟอรัส (Ni-P) และแพลลาเดียม-นิกเกิล-ฟอสฟอรัส (Pd-Ni-P) ด้วยวิธีการเคลือบด้วยไฟฟ้าเคมี (Electrodeposition) สามารถสรุปผลการทดลองแยกตามระบบของฟิล์มบางได้ดังนี้

4.1 สรุปผลการศึกษาฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 2 ชนิด (Ni-P)

จากการศึกษาฟิล์มบางนิเกิล-ฟอสฟอรัส (Ni-P) พบว่า การเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลา ส่งผลโดยตรงต่อโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มบาง Ni-P โดยที่ความต่างศักย์ต่ำ 1 โวลต์ 5 นาที่ จะเกิดปฏิกิริยาของทองแดงแทนที่นิเกิลเนื่องจากมีศักย์รีดักชันไฟฟ้ามาตรฐานสูงกว่า ฟิล์มจึงมีสีน้ำตาลแดง ผิวขรุขระ และปรากฏเฟสทองแดงบริสุทธิ์ เมื่อเพิ่มเป็น 3 โวลต์ 5 นาที่ ฟิล์มเริ่มฟอร์มตัวเป็นเกรนละเอียดแต่เนื้อฟิล์มบางและไม่ต่อเนื่องจนเกิดรอยแตกร้าวขนาดเล็กทำให้น้ำไฟฟ้าได้ต่ำสุด แต่เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้นในเงื่อนไข 5 โวลต์ 5 นาที่ และ 9 โวลต์ 1 นาที่ ฟิล์มจะฟอร์มตัวเป็นโครงสร้างผลึคนิกเกิลที่สมบูรณ์และมีความหนาแน่นสูง ส่งผลให้น้ำไฟฟ้าได้ดีที่สุด ทั้งนี้ การเพิ่มเวลาจาก 1 นาที่เป็น 5 นาที่ช่วยเพิ่มความหนาของฟิล์ม แต่หากใช้เวลานานร่วมกับศักย์ไฟฟ้าสูงจะเกิดความเครียดและความร้อนที่พื้นผิวสูงจนฟิล์มหลุดลอก นอกจากนี้ สำหรับเงื่อนไข 5 โวลต์ 5 นาที่ อาจมีผลของชั้นออกไซด์ บนผิวหน้าช่วยลดมุมสัมผัสน้ำทำให้พื้นผิวเกิดความชอบน้ำ ต่างจาก 9 โวลต์ 1 นาที่ ที่ใช้เวลาสั้นกว่า ผิวหน้าจึงยังคงสภาพนิเกิลและมีมุมสัมผัสน้ำสูงในย่านของความไม่ชอบน้ำ

4.2 สรุปผลการศึกษาฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของธาตุ 3 ชนิด (Pd-Ni-P)

การเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาส่งผลโดยตรงต่อกลไกการโตของผลึกและสัณฐานวิทยาของฟิล์มบางสามธาตุ Pd-Ni-P โดยที่ศักย์ไฟฟ้าต่ำ 4 โวลต์ 5 นาที่ จะควบคุมอัตราการเกิดนิวเคลียสได้ดี ทำให้ได้ฟิล์มมีเกรนละเอียดระดับนาโนเมตร มีพื้นผิวหนาแน่นและความหยาบต่ำมากประมาณ 12 นาโนเมตร ส่งผลให้หยดน้ำแผ่ตัวได้ดีและแสดงสมบัติชอบน้ำ อีกทั้งการใช้ศักย์ไฟฟ้าต่ำยังทำให้อะตอมผสมผสานกันโดยไม่มีการแยกเฟสผลึกและเกิดปรากฏการณ์เลื่อนตำแหน่งพีค (Peak Shift) ในทางตรงกันข้าม การใช้ศักย์ไฟฟ้าสูงและเวลานาน 10 โวลต์ 10 นาที่ จะกระตุ้นความร้อนเฉพาะจุดทำให้อะตอมแพร่ไปรวมกลุ่มจนเกิดการแยกเฟสผลึก (Phase Separation) ปรากฏพีคของนิเกิลเด่นชัดในผล XRD และเปลี่ยนพื้นผิวให้เป็นมวลผลึกขนาดใหญ่ที่มีความขรุขระสูงถึง 168 นาโนเมตร ซึ่งปลดพื้นที่สัมผัสจริงกับของเหลวทำให้มุมสัมผัสเพิ่มขึ้น กลายเป็นผิวไม่ชอบน้ำและเกิดการกระเจิงของแสง

5. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] Habazaki, H., Lu, Y.-P., Kawashima, A., Asami, K., & Hashimoto, K. (1991). The effects of structural relaxation and crystallization on the corrosion behavior of electrodeposited amorphous Ni-P alloys. *Corrosion Science*, 32(11), 1227–1235.
- [2] Wu, Y., Zhang, Z., Xu, K., Lu, J., Wang, A., Dai, X., & Zhu, H. (2021). A study on the formation conditions of amorphous nickel-phosphorus (Ni-P) alloy by laser-assisted electrodeposition. *Applied Surface Science*, 535, 147707.
- [3] Murdoch, H. A., & Schuh, C. A. (2013). Stability of binary nanocrystalline alloys against grain growth and phase separation. *Acta Materialia*, 61(6), 2121–2132.
- [4] Yar-Mukhamedova, G., Vedi, M., Sakhnenko, N., Nenastina, T., & Protchenko, V. (2018). Electrodeposition and properties of binary and ternary cobalt alloys with molybdenum and tungsten. *Applied Surface Science*, 445, 298–307.
- [5] Kumar, K. S., Haridoss, P., & Seshadri, S. K. (2008). Synthesis and characterization of electrodeposited Ni-Pd alloy electrodes for methanol oxidation. *Surface and Coatings Technology*, 202(9), 1764–1770.



- [6] Soriano, D., Zhou, H., Hilke, S., Pineda, E., Ruta, B., & Wilde, G. (2021). Relaxation dynamics of Pd–Ni–P metallic glass: decoupling of anelastic and viscous processes. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 33(16), Article 164004.
- [7] Raub, E., & Müller, K. (1967). *Fundamentals of metal deposition*. Elsevier.
- [8] Wijanarka, W. A., & Toifur, M. (2020). Effect of deposition voltage on layer thickness, microstructure, Cu/Ni sheet resistivity of deposition results by magnetic field electroplating assisted technique. *Indonesian Review of Physics*, 3(1), 23–29.
- [9] Sarac, U., & Baykul, M. C. (2013). Effect of deposition time on properties of Ni–Cu alloy films electrodeposited on ITO coated glass substrates. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26, 1753–1758.
- [10] Bacal, P., Stojek, Z., & Donten, M. (2016). Optimization of CuW alloy electrodeposition towards high-tungsten content. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 20, 3143–3150.
- [11] Cui, Z., Pei, C., Wu, S., Fu, S., Guo, C., Fang, Y., Yan, M., Lan, S., & Feng, T. (2021). Ultrastable Ni-P amorphous alloy formed via high temperature electrodeposition. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 551, Article 120398.
- [12] Chason, E., Engwall, A., Pei, F., Lafouresse, M., Bertocci, U., Stafford, G., Murphy, J. A., Lenihan, C., & Buckley, D. N. (2013). Understanding residual stress in electrodeposited Cu Thin Films. *Journal of The Electrochemical Society*, 160(12), D3285–D3289.
- [13] Lee, S., Watanabe, T., Ross, F. M., & Park, J. H. (2024). Temperature dependent growth kinetics of Pd nanocrystals: Insights from liquid cell transmission electron microscopy. *Small*, 20(51), Article 2403969.
- [14] Mitta, S. B., Choi, M. S., Nipane, A., Fida, A., Kim, C., Teherani, J. T., Hone, J., & Yoo, W. J. (2021). Electrical characterization of 2D materials-based field-effect transistors. *2D Materials*, 8(1), Article 012002.
- [15] Razavifar, M., Abdi, A., Nikoee, E., Aghili, O., & Riazi, M. (2025). Quantifying the impact of surface roughness on contact angle dynamics under varying conditions. *Scientific Reports*, 15, Article 16611.
- [16] Garcia, E. M., Lins, V. F. C., & Matencio, T. (2013). Metallic and oxide electrodeposition. In *Modern Surface Engineering Treatments*. IntechOpen.
- [17] Dubouis, N., & Grimaud, A. (2019). The hydrogen evolution reaction: From material to interfacial descriptors. *Chemical Science*, 10(40), 9165–9181.
- [18] Sun, Y., & Zangari, G. (2019). Phase separation in electrodeposited Ag-Pd alloy films from acidic nitrate bath. *Journal of The Electrochemical Society*, 166(8), D339–D345.
- [19] Bijani, S.; Schrebler, R.; Dalchiele, E. A.; Gabás, M.; Martínez, L.; Ramos-Barrado, J. R. Study of the Nucleation and Growth Mechanisms in the Electrodeposition of Micro- and Nanostructured Cu₂O Thin Films. *J. Phys. Chem. C*.