

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์  
ที่เคลือบด้วยวิธีอีพ็อกซีดีซีแมกนีตรอน โคสปีดเตอริง

อำพล ทัตบุตร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาฟิสิกส์  
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา  
มีนาคม 2559  
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณา  
วิทยานิพนธ์ของ อําพล ทิมบุตร ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์

..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธาน  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กมล เอี่ยมพานากิจ)

..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์)

..... กรรมการ  
(ดร.อดิศร บุรณวงศ์)

..... กรรมการ  
(ดร.การะเกด เทศศรี)

คณะวิทยาศาสตร์อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพา

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกรัฐ ศรีสุข)

วันที่ 11 เดือน สิงหาคม พ.ศ. 2559

การวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือคุษฎีนิพนธ์

จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

ปีงบประมาณ 2557

และ

ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือคุษฎีนิพนธ์

จากมหาวิทยาลัยบูรพา

ปีงบประมาณ 2558

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงด้วยความช่วยเหลือและกรุณาจากผู้เกี่ยวข้องหลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ที่ให้ความกรุณาเป็นอาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กมล เอี่ยมพนากิจ ที่ให้ความกรุณามาเป็นประธาน กรรมการสอบ ขอขอบคุณ ดร.อดิสร บรูณวงศ์ ที่ให้ความกรุณาเป็นกรรมการสอบ และ ขอขอบคุณ ดร.การะเกด เทศศรี ตัวแทนฝ่ายวิชาการและบัณฑิตศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นกรรมการสอบ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง จึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ณ โอกาสนี้

ผู้วิจัยขอขอบคุณแหล่งทุนที่ให้การสนับสนุนงานวิจัย วิทยานิพนธ์นี้ได้รับทุนสนับสนุน บางส่วนจาก ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือดุษฎีนิพนธ์ จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ปีงบประมาณ 2557 และทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือดุษฎีนิพนธ์ จากมหาวิทยาลัยบูรพา ประจำปีงบประมาณ 2558

ขอขอบคุณบุคลากรของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง (VTTF) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว (PSS) ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (ThEP) สำหรับให้ความอนุเคราะห์และช่วยเหลือในการทำวิจัยด้วยดี คุณภายิณี สหายา สำหรับการประสานงานต่าง ๆ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณ พ่อ แม่ ที่ให้ความช่วยเหลือเป็นกำลังใจ ทั้งทางด้านร่างกาย และ จิตใจ กับข้าพเจ้าตลอด รวมถึง พี่ น้อง และเพื่อนทุกคน รวมถึงผู้ที่ให้ความอนุเคราะห์ท่านอื่น ๆ ที่ได้เอื้อนามในที่นี้ ที่เป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือ ซึ่งมีส่วนทำให้การทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ สำเร็จได้ด้วยดี ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่าวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะเป็นประโยชน์แก่วงการและ ผู้สนใจทั่วไป รวมถึงเป็นแนวทางในการศึกษาวิจัยต่อไปในอนาคต ประโยชน์อันใดที่เกิดจาก วิทยานิพนธ์นี้ย่อมเป็นผลจากความกรุณาของทุกท่านที่เอื้อนามข้างต้น ผู้วิจัยขอขอบพระคุณไว้ ณ โอกาสนี้

อำพล ฑีฆบุตร

56910070: สาขาวิชา: ฟิสิกส์; วท.ม. (ฟิสิกส์)

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง/ไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์/รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

อำพล ที่มนบุตร: การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TiCrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE DC MAGNETRON CO-SPUTTERING) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: นิรันดร์ วิทิตอนันต์, Ph.D. 92 หน้า. ปี พ.ศ. 2559.

ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (TiCrN) เคลือบบนกระจกสไลด์และซิลิกอน ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2 sccm ถึง 6 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของไทเทเนียมในช่วง 300 mA ถึง 900 mA ฟิล์มที่เคลือบได้ ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่า โครงสร้างของฟิล์มเปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมโดย (1) กรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่า ค่าคงที่แลตทิซมีค่าอยู่ในช่วง 4.1640 Å - 4.1656 Å ขณะที่ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 33.5 nm เป็น 59.8 nm ส่วนความหนาแน่นมีค่าลดลงจาก 767 nm เป็น 483 nm โดยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ (2) กรณีแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) โครงสร้างและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มแปรค่าตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม ทั้งนี้เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นพบว่า ค่าคงที่แลตทิซมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 4.1394 Å เป็น 4.1618 Å ขณะที่ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 39.9 nm เป็น 33.5 nm ส่วนความหนาแน่นของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 397 nm เป็น 615 nm โดยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแปรค่าตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

56910070: MAJOR: PHYSICS; M.Sc. (PHYSICS)

KEYWORDS: THIN FILM/ TITANIUM CHROMIUM NITRIDE/ REACTIVE DC  
MAGNETRON CO- SPUTTERING

AMPHON TEEKHABOOT: PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF  
TiCrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE DC MAGNETRON CO-SPUTTERING.  
ADVISORY COMMITTEE: NIRUN WITIT-ANUN, Ph.D. 92 P. 2016.

Titanium chromium nitride (TiCrN) thin films were deposited on glass slide and Si by reactive dc magnetron co-sputtering method with different N<sub>2</sub> gas flow rates ranging from 2 sccm to 6 sccm, and titanium sputtering current ranging from 300 mA to 900 mA. The as-deposited films were characterized by XRD, AFM, EDS and FE-SEM. The results showed that the structure of the as-deposited films varied with the N<sub>2</sub> gas flow rates and titanium sputtering current. (1) In case of varied N<sub>2</sub> gas flow rate, the as-deposited films were composed of titanium chromium nitride with (111), (200) and (220) planes. When the N<sub>2</sub> gas flow rate increased, it was found that the lattice constant was in range of 4.1640 Å - 4.1656 Å, while the crystal size increased from 33.5 nm to 59.8 nm, while the film's thickness decreased from 767 nm to 483 nm. The elemental composition of the as-deposited films varied with the N<sub>2</sub> flow rate and (2) In case of varied titanium sputtering current, the as-deposited films were composed of titanium chromium nitride with (111), (200) and (220) planes. The films structure and elemental composition varied with the Ti current. When the Ti current increased, it was found that the lattice constant increased from 4.1394 Å to 4.1618 Å, while the crystal size decreased from 39.9 nm to 33.5 nm, while the film's thickness increased from 397 nm to 615 nm. The elemental composition of the as-deposited films varied with the Ti current.

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	จ
สารบัญ .....	ฉ
สารบัญตาราง .....	ช
สารบัญภาพ .....	ฌ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย .....	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
ขอบเขตของการวิจัย.....	4
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง .....	5
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสเป็คเตอรืง .....	7
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีรีแอกตีฟสเป็คเตอรืง .....	10
ระบบเคลือบแบบดีซีสเป็คเตอรืง .....	13
ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสเป็คเตอรืง.....	15
การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง.....	17
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	26
3 วิธีดำเนินการวิจัย .....	29
อุปกรณ์และเครื่องมือ .....	29
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอน โคสเป็คเตอรืง.....	33
ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง .....	35
การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง .....	36
แนวทางการทดลอง.....	40

## สารบัญ (ต่อ)

บทที่		
4	ผลและอภิปรายผลการวิจัย .....	42
	ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน .....	42
	ผลของกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียม .....	51
5	สรุปผลการทดลอง .....	60
บรรณานุกรม	.....	62
ภาคผนวก	.....	66
	ภาคผนวก ก.....	67
	ภาคผนวก ข.....	75
ประวัติย่อของผู้วิจัย	.....	92



## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน.....	40
3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	41
4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ระนาบ (111) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน .....	46
4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ระนาบ (111) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน .....	46
4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน .....	49
4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ระนาบ (220) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	55
4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ระนาบ (220) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	55
4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	58

## สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ.....	6
2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ.....	8
2-3 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสเปคโตรริง.....	9
2-4 ระบบการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟสเปคโตรริง.....	10
2-5 การเกิดสารประกอบไนไตรด์ระหว่างอะตอมสารเคลือบกับแก๊สไนโตรเจน.....	12
2-8 ระบบสเปคโตรริงแบบดีซีสเปคโตรริง.....	13
2-9 ผลของความดันที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสเปคโตรริง ของนิเกิลที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm.....	14
2-10 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก.....	15
2-11 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแบบต่าง ๆ.....	16
2-12 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก.....	17
2-13 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope.....	19
2-14 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ.....	19
2-14 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Electron Microscope.....	21
2-15 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง.....	23
2-17 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน.....	24
2-18 การเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ.....	24
2-19 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDS).....	25
2-20 ตัวอย่างการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเทคนิค EDS.....	25

## สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
3-1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคทีฟโคสปีดเตอร์ริงที่ใช้ในงานวิจัย .....	30
3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) .....	31
3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) .....	31
3-4 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) .....	32
3-5 เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDS) .....	32
3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย .....	33
3-7 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย .....	34
3-8 ลักษณะและตำแหน่งการติดตั้งคาโทดทั้งสองชุดของเครื่องเคลือบ .....	34
3-9 ระบบพลิกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก .....	38
3-10 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย .....	39
3-11 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบธาตุของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS .....	39
4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบ บนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน .....	42
4-2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน .....	43
4-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน .....	44
4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน .....	48
4-5 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน .....	50
4-6 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบ บนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	51
4-7 องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	52
4-8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	53

## สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-9 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	57
4-10 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม .....	59

# บทที่ 1

## บทนำ

### ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การเคลือบ (Coating) เป็นการปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของวัสดุวิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพและกำลังได้รับความสนใจจากกลุ่มวิจัยและภาคอุตสาหกรรม ซึ่งปัจจุบันมีการนำไปประยุกต์ใช้งานด้านต่าง ๆ เช่น การเคลือบแข็ง (Hard coating) การเคลือบสวยงาม (Decorative Coating) การเคลือบแสง (Optical Coating) เป็นต้น การเคลือบผิววัสดุทำได้หลายวิธี ส่วนใหญ่นิยมใช้วิธีเคลือบด้วยไฟฟ้า หรือ วิธีอิเล็กโทรเพลตติง (Electroplating) แต่วิธีนี้ใช้สารเคมีในการเคลือบทำให้มีสารเคมีเหลือหลังการเคลือบจำนวนมากทำให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม (สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ธารธริรา, 2540) จากเหตุผลดังกล่าว ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาการเคลือบในสุญญากาศ (Vacuum Coating) ขึ้นมาทดแทน เนื่องจากชั้นเคลือบจากการเคลือบในสุญญากาศมีคุณภาพสูงกว่าชั้นเคลือบจากการเคลือบด้วยไฟฟ้า นอกจากนี้การเคลือบวิธีนี้ไม่มีการใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบจึงไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม และยังสามารถควบคุมการเกิดฟิล์มบางได้อย่างแน่นอนและเที่ยงตรงทั้งด้านความหนาและองค์ประกอบทางเคมี สามารถเคลือบผิววัสดุได้หลายประเภท ทั้งโลหะ อโลหะ หรือของผสม การสูญเสียในกระบวนการเคลือบมีน้อยมาก มีความปลอดภัยสูง (พิเชษฐ์ ลิ้มสุวรรณ, 2551)

ปัจจุบันการปรับปรุงผิววัสดุโดยการเคลือบแข็งด้วยสารเคลือบที่เหมาะสมในลักษณะฟิล์มบางกำลังได้รับความสนใจอย่างมากจากกลุ่มอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้อง โดยฟิล์มบางที่นิยมใช้เคลือบผิววัสดุเพื่อเพิ่มความแข็งในช่วงแรก คือสารประกอบไนไตรด์ ที่เรียกว่า Binary Coating เช่น ฟิล์มบางในกลุ่มไนไตรด์ของโลหะทรานซิชัน ได้แก่ ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN), เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN), โครเมียมไนไตรด์ (CrN) เป็นต้น โดยฟิล์มบางที่ได้รับความสนใจมากในช่วงแรกคือ ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เนื่องจากมีความเสถียรทั้งด้านเคมีและความร้อน มีความแข็งประมาณ 20 GPa มีสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ สามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงประมาณ 500 °C และมีสีทองสวยงาม (Chu, Shum, & Shen, 2006) ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ก็ยังมีข้อจำกัดบางประการ คือ ไม่สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงเกินกว่า 550 °C เพราะฟิล์มเกิดการเสื่อมสภาพ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงออกซิเจนในบรรยากาศจะเข้าไปรวมตัวกับไทเทเนียมทำให้เกิดชั้นของออกไซด์ซึ่งทำให้ฟิล์มหลุดออกออกจากชิ้นงานที่เคลือบไว้ (สุรศักดิ์ สุรินทร์พงษ์, 2544)

จากข้อจำกัดของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ดังกล่าว ทำให้มีการวิจัยและพัฒนา เพื่อแก้ปัญหาดังกล่าวมาอย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้แนวทางหนึ่งที่มีการศึกษาวิจัยคือ การเติมธาตุบางชนิด เช่น Al, Cr, Zr เข้าไปในโครงสร้างของฟิล์ม ทำให้ได้ฟิล์มของสารประกอบของธาตุ 3 ชนิด ที่เรียกว่า Ternary Coating ซึ่งมีสมบัติดีกว่าฟิล์มบางกลุ่ม Binary Coating มาก ทั้งในด้านความแข็ง และความสามารถในการต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง โดยฟิล์มบางกลุ่ม Ternary Coating ที่ได้รับความสนใจศึกษาอย่างมากในปัจจุบันมีหลายชนิด เช่น ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) (Chen, Chang, Yong, Li, & Wu, 2011) หรือ ฟิล์มบางไทเทเนียมวานาเดียมไนไตรด์ (TiVN) (Deelear et al., 2012) และ ฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (TiZrN) (Lin, Huang, & Yu, 2010) ทั้งนี้ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (TiCrN) (Choi, Han, Hong, & Lee, 2009) เป็นฟิล์มบางในกลุ่ม Ternary Coating หนึ่งที่น่าสนใจอย่างมาก เนื่องจากมีความแข็งสูง มีสมบัติทางความร้อนดี ต้านทานการสึกหรอและการเกิดออกซิเดชันดี (Lee, Park, Yoon, & Lee, 2001; Zeng, Zhang, & Hsieh, 1998; Hsieh, Zhang, Li, & Sun, 2001)

การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ สามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น วิธีใช้ลำไอออนช่วย (Ion Beam Assist Deposition) (Aouadi et al., 2004) หรือ วิธีไอออนเพลตติง (Ion Plating) (Lee, Kim, & Kwon, 2001) หรือ วิธีคาโทดิกอาร์ค (Cathodic Arc) (Chang, Yang, & Wang, 2007) และวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) (Paksunchai, Denchitcharoen, Chaiyakun, & Limsuwan, 2012) ทั้งนี้การเตรียมด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นวิธีที่ได้รับความสนใจอย่างมาก เนื่องจากมีข้อดีหลายประการ สำหรับการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปัตเตอริงนั้น อารีรัตน์ สมหวังสกุล (2556) ได้สรุปแนวทางการเตรียมฟิล์มบางกลุ่ม Ternary Coating ไว้เป็น 3 แนวทางดังนี้ คือ (1) ใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก (Mosaic Target) วิธีนี้ทำได้โดยใช้เป้าสารเคลือบสองชนิดตัดให้มีขนาดต่าง ๆ แล้วนำมาอัดฝังรวมกันเป็นเป้าสารเคลือบ หรือ (2) ใช้เป้าสารเคลือบแบบอัลลอยด์ (Alloy Target) ทำได้โดยการผสมสารเคลือบสองชนิดตามอัตราส่วน ที่ต้องการแล้ว ขึ้นรูปเป็นเป้าสารเคลือบ และ (3) ใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม (Co-Target) วิธีนี้เป็นการเตรียมโดยใช้เป้าสารเคลือบสองชนิดแยกกันอย่างละหนึ่งชุด กรณีนี้ทำให้สามารถควบคุมหรือแปรค่าอัตราส่วนของสารเคลือบทั้งสองชนิดในเนื้อฟิล์มที่ได้ตามที่ต้องการ โดยการควบคุมกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบแต่ละชุด

ทั้งนี้โดยปกติแล้ว โครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่เตรียมได้มักขึ้นกับเทคนิคและเงื่อนไขการเคลือบเป็นสำคัญ สำหรับฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ มีนักวิจัยหลายกลุ่ม ให้ความสนใจศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์ม เช่น Samapisut, Tipparach, Heness, and McCredie (2012) ได้ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียม

ไนโตรดด้วยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์แบบคู่ (Dual DC Magnetron Sputtering) เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างฟิล์ม ซึ่งพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โทโรมบิก โดยมีค่าคงที่แลตทิซดังนี้คือ  $a = 2.962 \text{ \AA}$   $b = 4.130 \text{ \AA}$  และ  $c = 2.875 \text{ \AA}$  ขนาดเกรนมีค่าประมาณ  $100 - 200 \text{ nm}$  นอกจากนี้ Paksunchai et al. (2012) ยังได้ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนโตรดด้วยวิธีแอคทีฟอานบาลานซ์แมกนีตรอนโคสปัตเตอร์ (Reactive Unbalanced Magnetron Co-Sputtering) เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ โดยให้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมคงที่เท่ากับ  $0.6 \text{ A}$  และแปรค่ากระแสไฟฟ้าไฟของเป้าโครเมียมในช่วง  $0.4 \text{ A}$  ถึง  $1.0 \text{ A}$  เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าโครเมียมเพิ่มขึ้น พบว่าความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $400 \text{ nm}$  เป็น  $900 \text{ nm}$  ทั้งนี้จากงานวิจัยดังกล่าวข้างต้นจะเห็นว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าที่ให้เป้าสารเคลือบ ซึ่งเป็นพารามิเตอร์ของการเคลือบนั้น ล้วนมีผลสำคัญต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งสิ้น

จากรายละเอียดต่าง ๆ ข้างต้น ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะศึกษาเทคนิคขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนโตรดด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปัตเตอร์ โดยงานวิจัยนี้ศึกษาผลพารามิเตอร์ของการเคลือบ ได้แก่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม ที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการทำวิจัยต่อไป

### วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนโตรดด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปัตเตอร์
2. เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์การเตรียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนโตรด

## ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

ทำให้ทราบขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซีแมกนีตรอน โครสปีดเตอริง และทราบลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากการวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM แล้วนำมาสรุปหาความสัมพันธ์ของตัวแปรที่ใช้ใน เงื่อนไขการเตรียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เพื่อใช้เป็นข้อมูล พื้นฐานสำหรับการวิจัยต่อไป

## ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง ไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอน โครสปีดเตอริง ซึ่งเคลือบ บนวัสดุรองรับ คือแผ่นซิลิกอนและกระจก ตัวแปรที่ศึกษาคืออัตราไหลแก๊สใน โตรเจน และ กระแสไฟฟ้าเป้าของไทเทเนียม ในส่วนของการวิเคราะห์ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่จะศึกษาคือ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ตามลำดับ



## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการสะสมพอกพูน (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของสารเคลือบในลักษณะฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร (Bunshah, 1994) ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้ฟิล์มบางในงานด้านต่าง ๆ เช่น อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เช่น สารกึ่งตัวนำ ตัวนำและตัวต้านทาน หรือ อุปกรณ์ทางแสง เช่น กระจกเลเซอร์ กระจกสะท้อนแสง กระจกกรองแสงเฉพาะบางช่วงความถี่ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้เทคนิคการเคลือบฟิล์มบางนี้ในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางและมีความเป็นระเบียบสำหรับใช้ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของวัสดุต่าง ๆ ในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางประการไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน ข้อมูลเหล่านี้มีประโยชน์มากในการพัฒนาวัสดุเพื่อนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรม

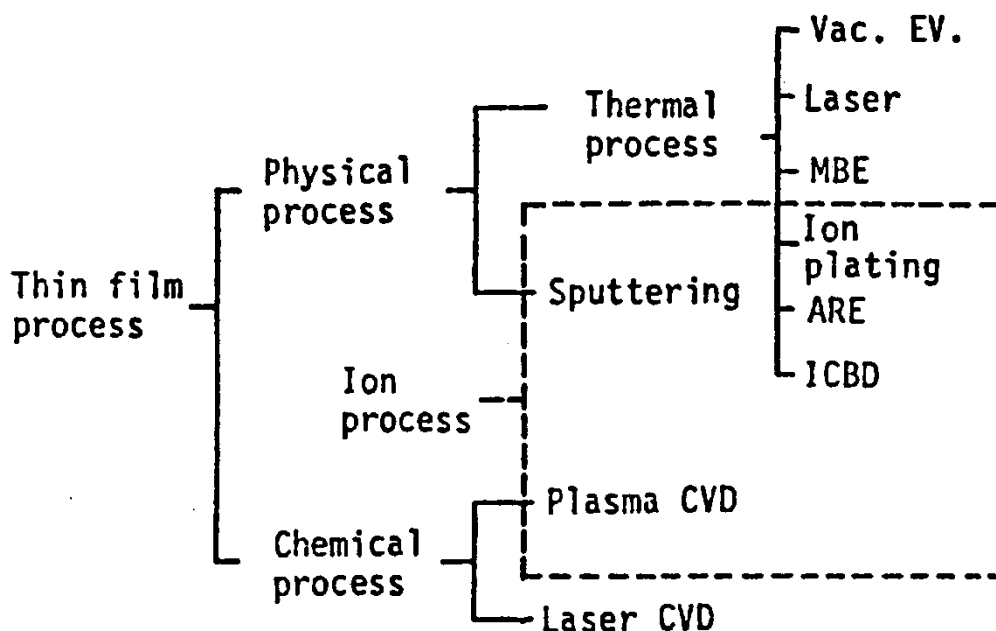
การเคลือบฟิล์มบางทำได้โดยกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) สารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะเคลือบต้องอยู่ในรูปของไอระเหยเท่านั้น ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น
2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศ ไอระเหยของสารเคลือบอาจเคลื่อนที่เป็นเส้นตรงไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจเคลื่อนที่ในลักษณะของไหลหรือพลาสมา
3. การสะสมพอกพูน (Deposition) ขั้นนี้เป็นการควบแน่นโดยสารเคลือบจากสถานะไอเป็นของแข็ง และสะสมพอกพูนและโตขึ้นเป็นชั้นฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ คุณภาพของชั้นฟิล์มบางที่เกิดขึ้นจะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

การเคลือบฟิล์มในสุญญากาศบางแบ่งได้เป็น 2 ประเภท (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่

1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธี Plasma CVD และ วิธี Laser CVD เป็นต้น

2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวด้วยความร้อน หรือการถ่ายเทโมเมนตัมจากการชนแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นต้น



ภาพที่ 2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ (Wasa & Hayakawa, 1992)

สำหรับการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ ซึ่งอาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวของสารเคลือบด้วยความร้อนหรือการถ่ายเทโมเมนตัม แล้วพุ่งกระจายวิ่งไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ แล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธีหลัก ๆ (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนปริมาณมากพอจนทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ซึ่งจะพุ่งกระจายไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูน โดเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่ที่นิยมคือการให้ความร้อนด้วยวิธีทางไฟฟ้าจากหลอดต้านทาน สำหรับข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะต่ำ ดังนั้นจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

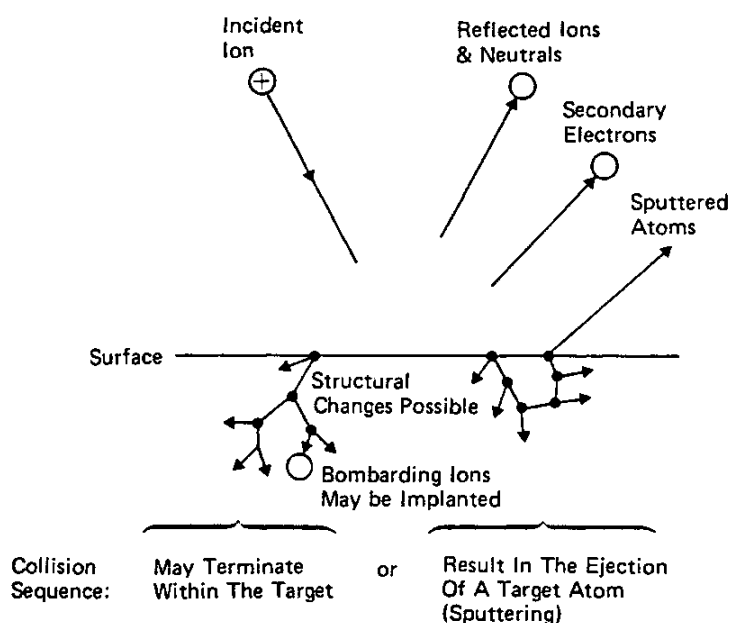
2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุ โดยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและ โมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

### การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นกระบวนการพอกพูนของสารเคลือบที่ได้จากการสปัตเตอริง (Sputter) ซึ่งเกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและ โดเป็นฟิล์มบางในที่สุด (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980) กระบวนการสปัตเตอริง คือกระบวนการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุ โดยการชนของอนุภาคพลังงานสูง ทำให้มีการแลกเปลี่ยนพลังงานและ โมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่

วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุ ทั้งนี้เมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งเข้าชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพที่ 2-2 ดังนี้คือ (Chapman, 1980; Maissel & Gland, 1970)

1. การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ
2. การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าถ้าไอออนมีพลังงานสูงพอ
3. การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/ พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง
4. การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered Surface Layer
5. การสปัตเตอร์ (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอร์ริง



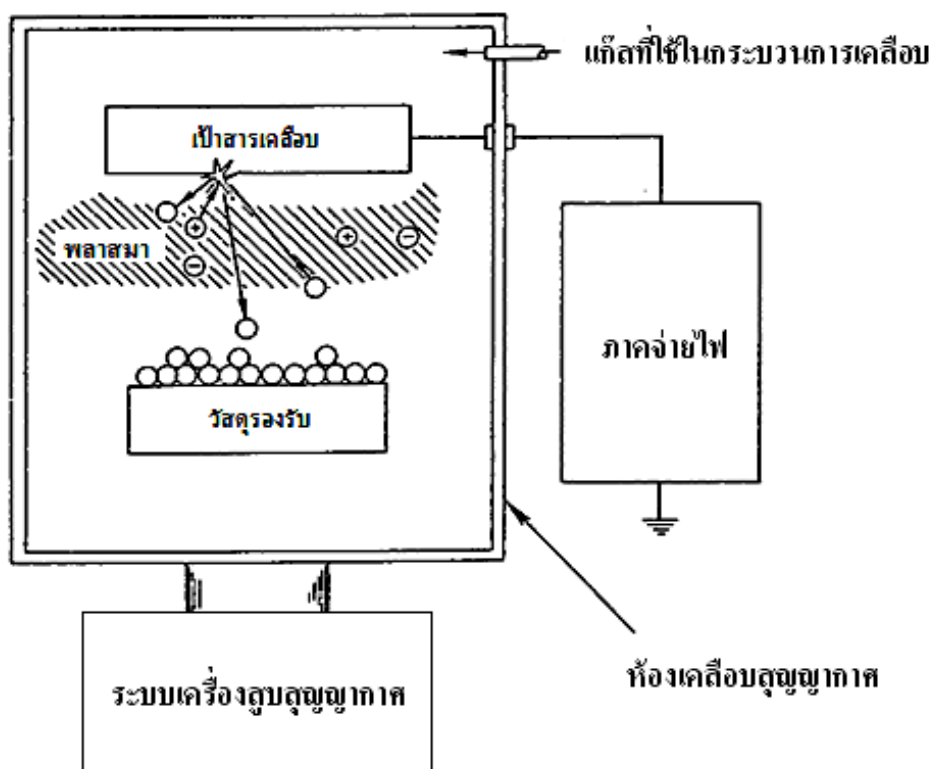
ภาพที่ 2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

ภาพที่ 2-3 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง ทั้งนี้การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงนั้นจำเป็นต้องมีองค์ประกอบพื้นฐานอย่างน้อย 3 ส่วน ได้แก่

1. สารเคลือบ ซึ่งทำหน้าที่เป็นเป้า ให้ไอออนพลังงานสูงวิ่งเข้าชน จนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2. อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบแล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ซึ่งนิยมใช้การเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาคพลังงานสูงเข้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

3. การผลิตอนุภาคพลังงานสูงอย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอร์ริงจะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ฟิล์มที่มีความหนาตามต้องการ ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออน (Ion Gun) ที่มีปริมาณการผลิตไอออน ในอัตราสูง หรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ (Glow Discharge) แต่เนื่องจากปืนไอออนมีราคาสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ ดังนั้นในกระบวนการสปัตเตอร์ริงในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูงแทน

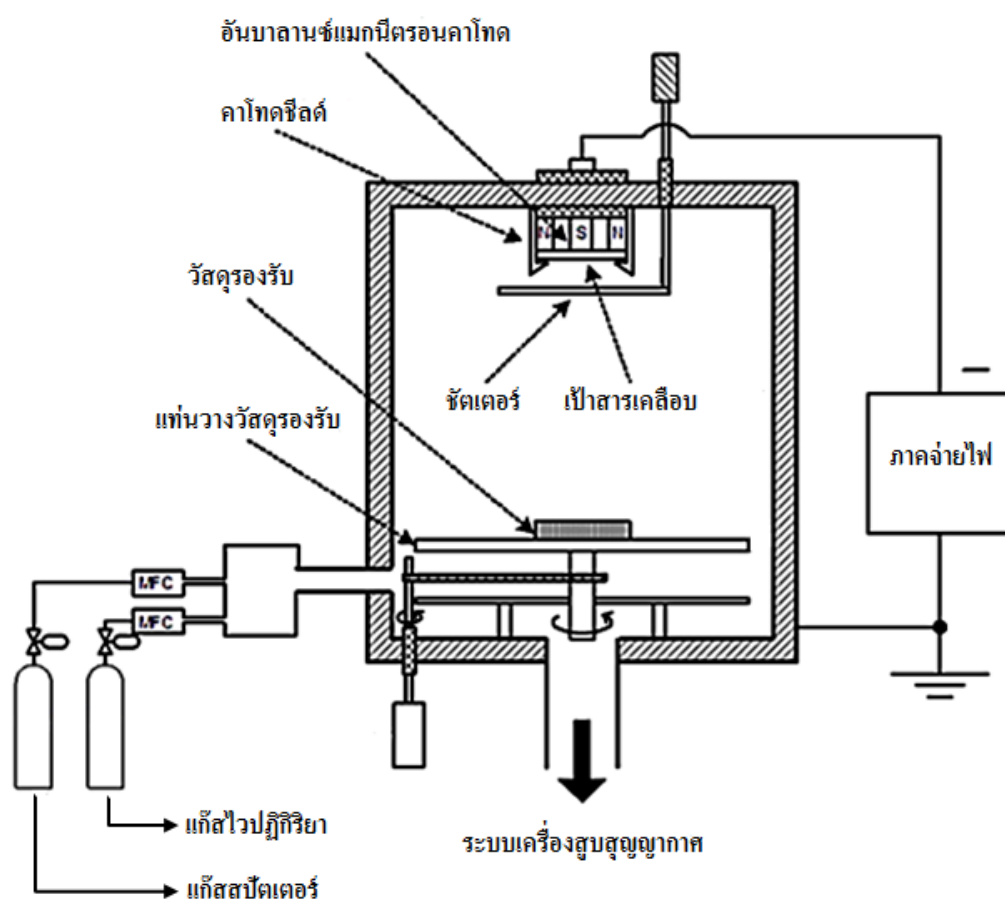


ภาพที่ 2-3 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง

## การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์

การเคลือบด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์ (Reactive Sputtering) คือ กระบวนการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ที่มีการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เข้าสู่ระบบเพื่อให้แก๊สทำปฏิกิริยากับสารเคลือบเกิดเป็นสารประกอบของฟิล์มที่ต้องการเคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ การเคลือบด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์ ใช้หลักการพื้นฐานแบบเดียวกับการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ แต่เพิ่มแก๊สไวปฏิกิริยาเข้าไปในกระบวนการเคลือบ (ภาพที่ 2-4) แก๊สที่ใช้ในระบบนี้มี 2 ชนิดคือ

1. แก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas) เป็นแก๊สที่ทำให้เกิดกระบวนการสปัตเตอร์ ปกติใช้แก๊สเฉื่อย เช่น แก๊สอาร์กอน
2. แก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เป็นแก๊สที่จะเข้าไปทำปฏิกิริยากับอะตอมของสารเคลือบแล้วเกิดเป็นสารประกอบของฟิล์มบางที่ต้องการ เช่น แก๊สไนโตรเจน หรือแก๊สออกซิเจน



ภาพที่ 2-4 ระบบการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์

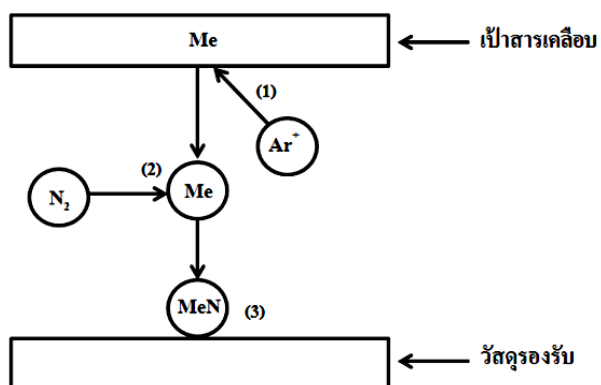
การเคลือบฟิล์มของสารประกอบด้วยวิธีอิเล็กโตรสปีดเตอริง ทำได้โดยใช้เป่าสารเคลือบที่เป็นโลหะบริสุทธิ์ (Metal; Me) (เหมือนในระบบสปีดเตอริง) และมีการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยาที่ต้องการเข้าไปในระบบ เช่น การป้อนแก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ ) เพื่อทำให้ได้ฟิล์มบางของสารประกอบโลหะไนไตรด์ หรือ การป้อนแก๊สอะเซทิลีน ( $C_2H_2$ ) หรือ มีเทน ( $CH_4$ ) เพื่อทำให้ได้ฟิล์มบางของสารประกอบโลหะคาร์ไบด์ เป็นต้น (มดิ ห่อประทุม, 2548)

การเกิดฟิล์มของสารประกอบ เช่น สารประกอบไนไตรด์ เนื่องจากการทำปฏิกิริยาของแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมของเป่าสารเคลือบนั้น อาจเกิดได้ใน 3 ลักษณะคือ

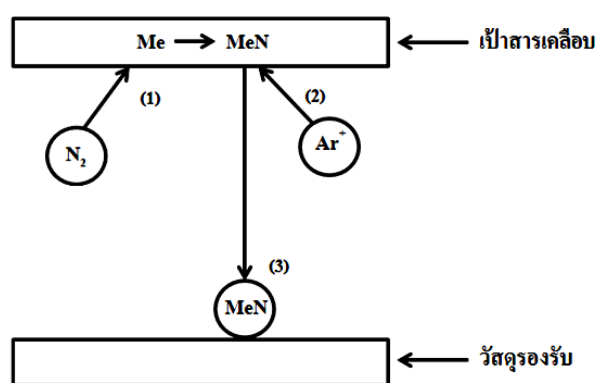
1. การเกิดสารประกอบระหว่างเป่าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ กรณีนี้จะตอมสารเคลือบถูกสปีดเตอริงออกจากหน้าเป่าสารเคลือบ จากนั้นแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจนจะทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบระหว่างทางที่วิ่งสู่แผ่นวัสดุรองรับแล้วตกเคลือบบนวัสดุรองรับ (ภาพที่ 2-5(a)) กระบวนการนี้ในทางทฤษฎีถือว่าการเกิดน้อยมากเนื่องจากสถานะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัม แต่เป็นไปได้ที่การรวมตัวของสารประกอบจะเกิดในช่วงนี้

2. การเกิดสารประกอบที่ผิวหน้าเป่าสารเคลือบ กรณีนี้เกิดขึ้นเมื่อแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบที่ผิวหน้าเป่าสารเคลือบเป็นสารประกอบไนไตรด์ จากนั้นจึงถูกสปีดเตอริงให้หลุดออกจากหน้าเป่าสารเคลือบด้วยไอออนพลังงานสูงของแก๊สอาร์กอนออกมาเป็นอะตอมสารเคลือบของสารประกอบไนไตรด์ แล้วตกเคลือบลงบนแผ่นวัสดุรองรับ (ภาพที่ 2-5(b)) ปฏิกิริยานี้มีโอกาสเกิดขึ้นได้มาก เมื่อความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาในระบบมีค่าสูง

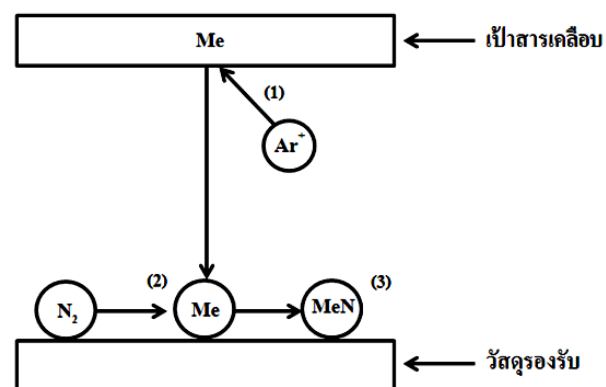
3. การเกิดสารประกอบที่ผิวหน้าวัสดุรองรับ กรณีนี้เกิดขึ้นเมื่อไอออนพลังงานสูงของแก๊สอาร์กอนสปีดเตอริงอะตอมสารเคลือบให้หลุดออกจากหน้าเป่าสารเคลือบ แล้วตกลงบนวัสดุรองรับ จากนั้นแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจน เข้ามาทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบ เกิดเป็นสารประกอบไนไตรด์ที่ผิวหน้าวัสดุรองรับ (ภาพที่ 2-5(c))



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 2-5 การเกิดสารประกอบไนไตรด์ระหว่างอะตอมสารเคลือบกับแก๊สไนโตรเจน

(a) ระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ

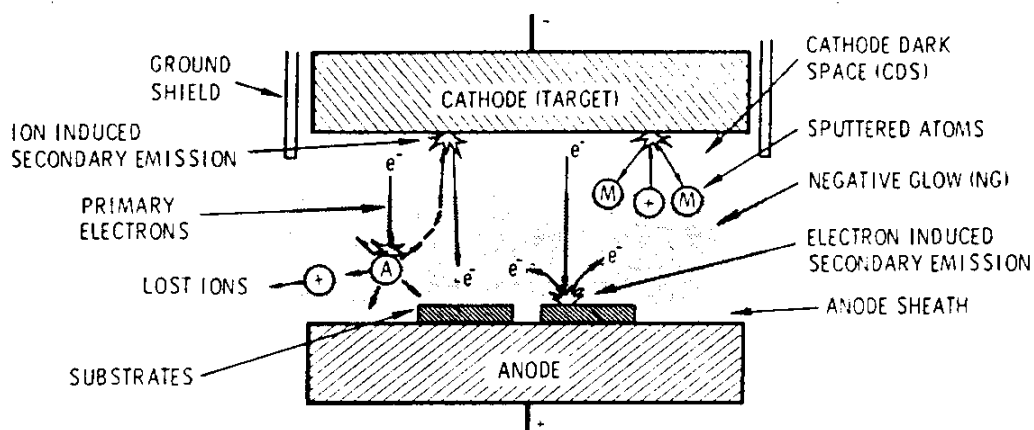
(b) ที่ผิวหน้าเป้าสารเคลือบ

(c) ที่ผิวหน้าวัสดุรองรับ

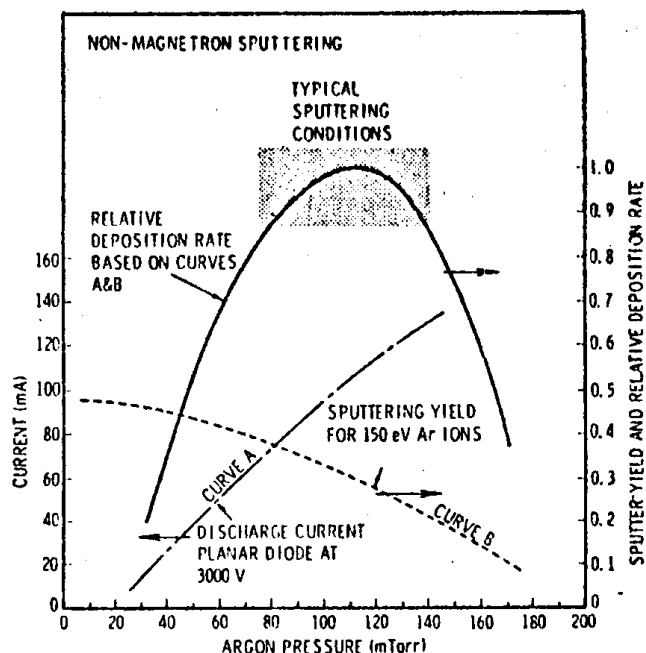


## ระบบเคลือบแบบดีซีสปีดเตอริง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปีดเตอริง แบบพื้นฐานที่ง่ายที่สุดสามารถแสดงได้ดังภาพที่ 2-6 ซึ่งประกอบด้วยคาโทดคือแผ่นเป้าสารเคลือบและอานอดใช้เป็นที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4.0-10.0 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบออกด้านข้างหรือผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปชอยู่ระหว่าง 1.0-4.0 cm โดยอานอดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลว์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานอยู่ในช่วงแอนนอร์มอลโกลว์ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้อิเล็กตรอนสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบ ขณะเกิดโกลว์ดีสชาร์จ กระบวนการไอออนไนซ์จะรักษาสภาพโกลว์ดีสชาร์จไว้ครบที่ระยะคาร์คสเปชไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและอานอด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปชขยายตัวออก และแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสไฟฟ้าจะลดลงและอะตอมที่ถูกสปีดเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar ระยะคาร์คสเปชจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรดและกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการ สปีดเตอริงอีก (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995)



ภาพที่ 2-6 ระบบสปีดเตอริงแบบดีซีสปีดเตอริง (Bunshah, 1994)



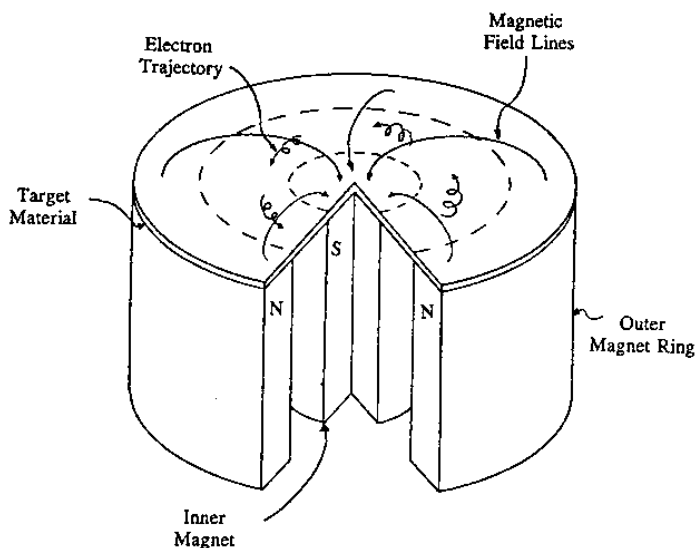
ภาพที่ 2-7 ผลของความดันที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสเปตเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้นกระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสเปตเตอริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังภาพที่ 2-7 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของyield จากการสเปตเตอริงมีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-7 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างyield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่าการสเปตเตอริงนิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า  $2.6 \times 10^{-4}$  mbar และที่ความดันสูงกว่า  $1.6 \times 10^{-5}$  mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้นั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสเปตเตอริงคือบริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-7 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ  $1.0 \times 10^{-5}$  mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1.0 \text{ mA/cm}^2$  ด้วยอัตราเคลือบ  $0.036 \mu\text{m/min}$  ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

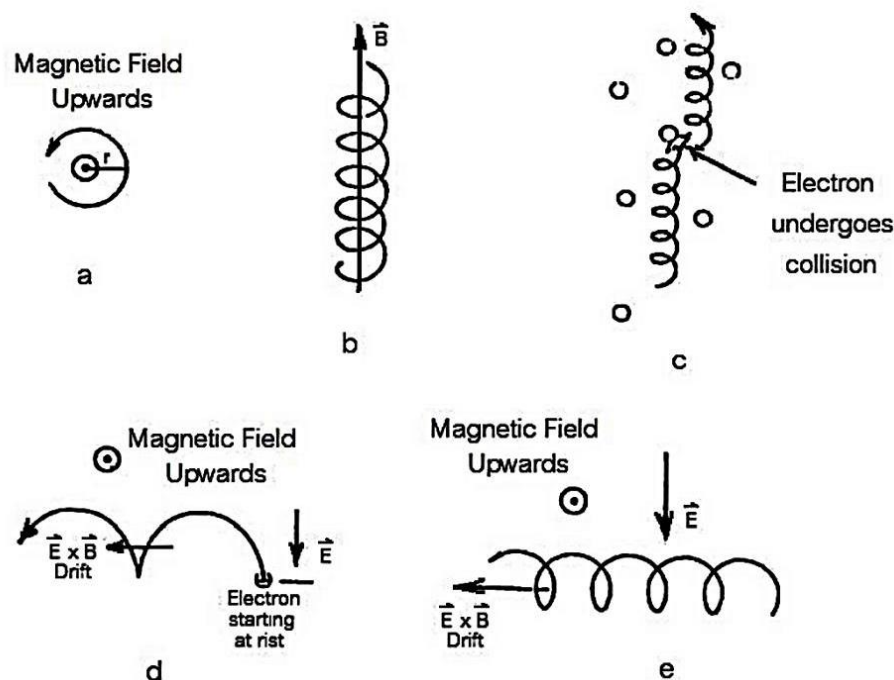
### ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อัตราการเกิดสปัตเตอริงนั้นขึ้นกับผลคูณระหว่างอัตราเร็วและปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอริงนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มอัตราเร็วแล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบดีซีสปัตเตอริงปกติ ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1 \text{ mA/cm}^2$  และความดันประมาณ  $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบดีซี สปัตเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่เกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% เมื่อความดันสูงขึ้น ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาาระบบใหม่เรียกว่า ระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้า ซึ่งช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-8) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-8 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Rickerby & Matthews, 1991)



ภาพที่ 2-9 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแบบต่าง ๆ (Bunshah, 1994)

ทั้งนี้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุเคลื่อนที่ในแนววงกลม (ภาพที่ 2-9(a)) ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ  $2.8 \times 10^8$  Hz ภาพที่ 2-9(b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็ก อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส ภาพที่ 2-9(c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าเรียกว่า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน กรณีพลังงานเริ่มต้นของอิเล็กตรอนมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเป็นรูปไซคลอยด์ (Cycloid) ดังภาพที่ 2-9(d) ถ้าอิเล็กตรอนมีพลังงานเริ่มต้นสูงกว่าพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนจะอยู่ในแนววงกลมซ้อนกัน ดังแสดงในภาพ ที่ 2-9(e) พฤติกรรมที่ปรากฏต่ออิเล็กตรอนนี้เด่นชัดมาก ถึงแม้จะใช้สนามแม่เหล็กมีค่าน้อย ๆ แต่จะมีผลในการเบี่ยงเบนแนวทางเดินของไอออน (ซึ่งมีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก)

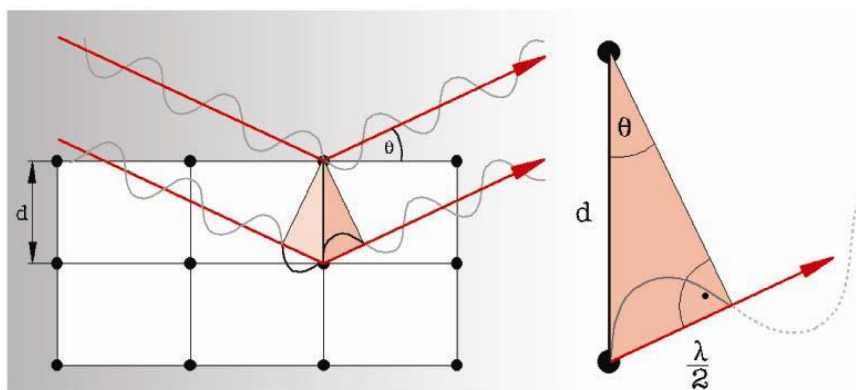
## การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

ลักษณะเฉพาะหรือสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางสามารถวิเคราะห์ได้จากเทคนิคต่าง ๆ โดยลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่ศึกษาในงานวิจัยนี้ ได้แก่ โครงสร้างผลึก องค์ประกอบทางเคมี ลักษณะพื้นผิว และความหนา โดยเทคนิคที่ใช้ในการศึกษามีดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วย X-Ray Diffractometer (XRD) ลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบาง คือ โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) ซึ่ง ประเสริฐศักดิ์ เกษมอนันต์กุล (2549) ได้อธิบายหลักการของเทคนิค XRD ไว้ดังนี้ การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคสำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากผลึก โดยใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของคลื่น ทั้งนี้พบว่ารังสีเอกซ์เลี้ยวเบนได้เมื่อให้ตกกระทบผลึก ซึ่ง Bragg ได้เสนอแนวคิดว่า โครงสร้างผลึกหรือผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือ ระนาบ (Plane) ของอะตอม ซึ่งสามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยมุมที่ตกกระทบจะเท่ากับมุมสะท้อน และแสดงออกมาในรูปของพีค เป็นไปตามสมการที่ 2-1 ซึ่งเรียกว่าสมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law) และภาพที่ 2-10

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2-1)$$

- เมื่อ  $d_{hkl}$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ ( $h k l$ )  
 $\theta$  คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา  
 $n$  คือ ลำดับของการสะท้อน  
 $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ( $\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$ )



ภาพที่ 2-10 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก (ประเสริฐศักดิ์ เกษมอนันต์กุล, 2549)

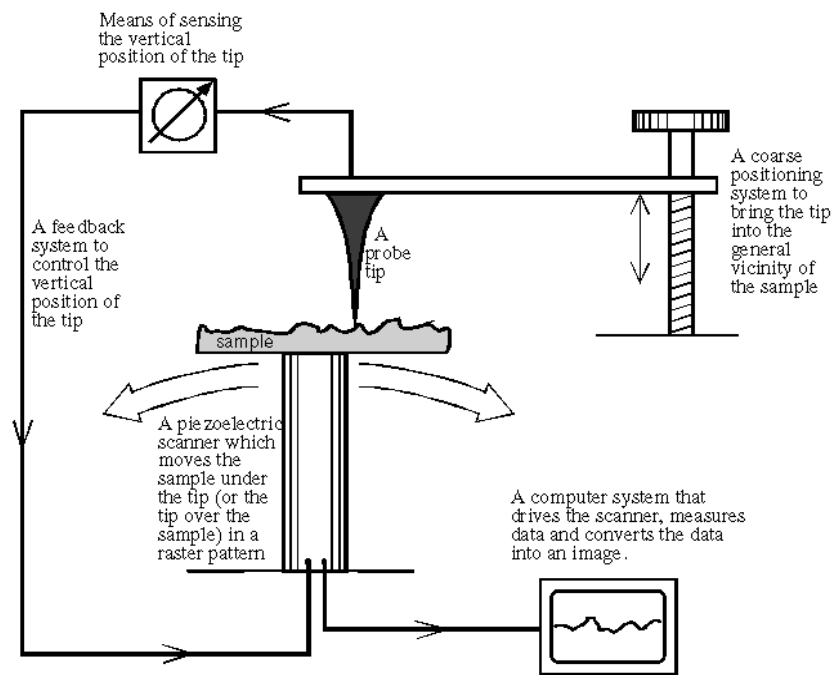
โดยตำแหน่งของพีคที่มีค่ามากที่สุด สามารถบอกขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ได้ ขณะที่ความกว้างให้หาค่าขนาด การจัดเรียงตัว (Orientation) และความเครียด (Strain) ภายในเกรน ของวัสดุหลายผลึก ทั้งนี้ขนาดผลึกของฟิล์มสามารถหาได้จากสมการของ Scherrer (สมการที่ 2-2)

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-2)$$

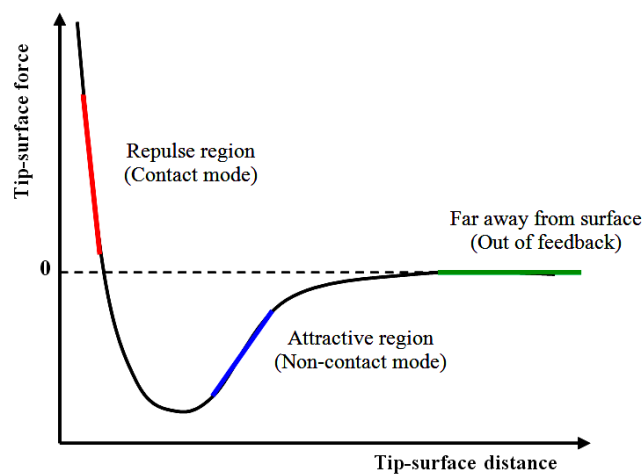
- เมื่อ  $L$  คือ ขนาดผลึก  
 $k$  คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9  
 $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ( $\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$ )  
 $\beta$  คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด  
 $\theta$  คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

บางครั้งตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่วัดได้อาจจะเลื่อนไปด้วยค่ามุมที่สูงขึ้น เนื่องจากผลของความเค้นคงค้าง (Residual Stress) ในผิวสารเคลือบ ส่วนความเข้มของสัญญาณ ที่ได้ อาจไม่เป็นไปตามค่ามาตรฐาน JCPDS เพราะเกิดการจัดเรียงตัวในทิศทางที่ชอบ (Preferred Orientation) ของอะตอมในฟิล์ม นอกจากนี้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ยังสามารถให้ข้อมูลที่บอกถึงส่วนผสมทางเคมีของเฟส (Phase Composition) และค่าพารามิเตอร์ของแลตทิซ (Lattice Parameter)

2. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วย Atomic Force Microscopy (AFM) ลักษณะเฉพาะสำคัญ อีกอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือ ลักษณะพื้นผิว ซึ่ง จตุพร วุฒิกันกกาญจน์ (2542) อธิบายไว้ดังนี้ เทคนิค AFM เป็นการสร้างภาพของผิววัสดุจากแรงกระทำระหว่างผิววัสดุกับตัวตรวจวัดที่ทำจาก เข็มขนาดเล็ก เป็นเทคนิคหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy (SPM) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ ในการศึกษาสภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่าง ๆ การวิเคราะห์ทำได้โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็ก เคลื่อนที่กราด (Scan) ไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ โดยมีตัวเพียโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (Piezoelectric Scanner) เป็นตัวควบคุม สภาพผิวที่แตกต่างกันไปทำให้เข็มตรวจวัดเปลี่ยนแปลง แตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ซึ่งตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ (Photo Detector) (2-11) ภาพที่ได้จากเทคนิคนี้จะสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณที่ ตรวจสอบ ทั้งนี้สิ่งที่ทำให้คานามีเข็มเกาะติดอยู่เกิดการโค้งงอขึ้นก็คือ แรงกระทำระหว่างอะตอมซึ่ง อาจจะเป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มปลายแหลมกับพื้นผิว ดัง แสดงในภาพที่ 2-12



ภาพที่ 2-11 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope (อดิศร บุรณวงศ์, 2551)



ภาพที่ 2-12 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ (อดิศร บุรณวงศ์, 2551)

การทำงานเทคนิค AFM มี 4 ลักษณะ (Mode) ดังนี้คือ

1. Contact Mode เป็นการศึกษาสภาพผิวชิ้นงาน โดยการขยับให้เข็มไถล (Slide) ไปบนผิวงานซึ่งจะทำให้มีแรงผลักเกิดขึ้น เนื่องจากเข็มกับผิวงานอยู่ใกล้กันมาก แรงผลักนี้เปลี่ยนแปลงไปตามสภาพผิว ทำให้มีการ โกงงอของคานที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลาย ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามลักษณะของพื้นผิวชิ้นงาน

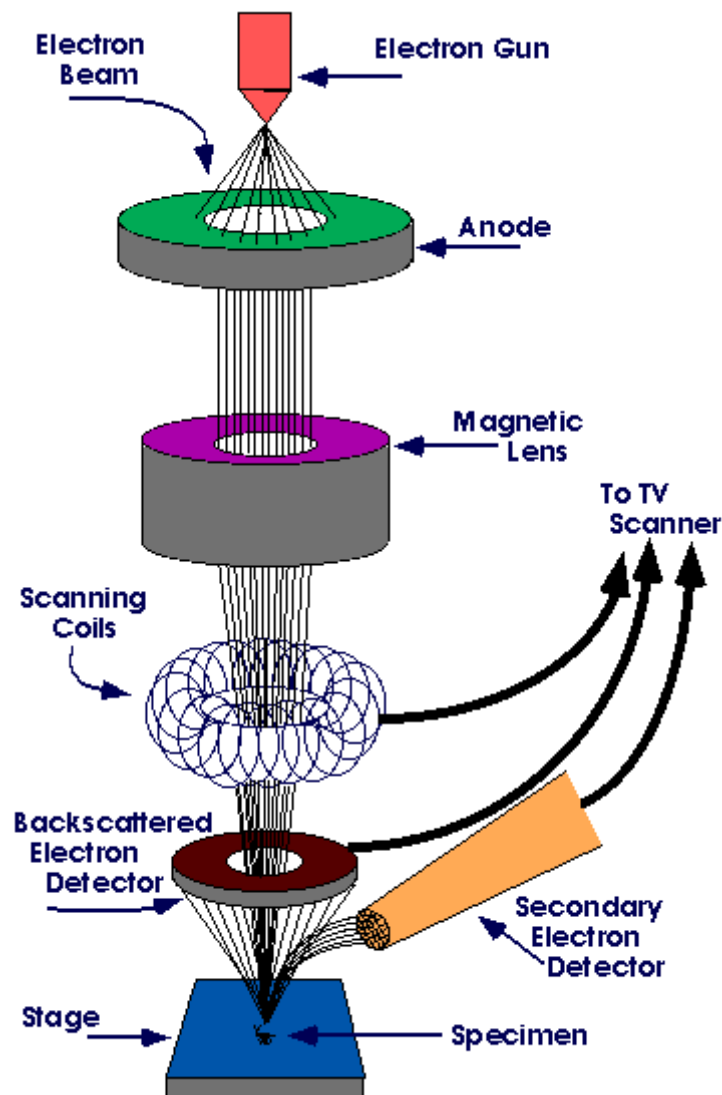
2. Non-Contact Mode เพื่อหลีกเลี่ยงปัญหาข้างต้น ได้มีการพัฒนาเทคนิคแบบ Non-Contact Mode ขึ้นมา โดยตัวเข็มปลายแหลมจะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้น คือประมาณ 10 - 100 Å จึงไม่มีปัญหาเรื่องการทำลายโครงสร้างผิวงาน กรณีนี้แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงานจะเป็นลักษณะแรงดึงดูด ซึ่งเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิวงานเช่นเดียวกัน

3. Tapping Mode เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดแบบ Contact Mode และ Non-Contact Mode เข้าด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มกับผิวงานในระยะที่ใกล้กันมาก เหมือนกับกรณีของ Contact Mode เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะเดียวกัน ก็จะมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลง ไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกน ไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้นจึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลเข็มปลายแหลม ซึ่งทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้ เหมือนใน Contact Mode

4. Force Modulation Mode วิธีนี้เหมาะสำหรับพื้นผิววัสดุที่มีหลายเฟส เทคนิคนี้เป็นการวัดและสร้างภาพพื้นผิวชิ้นงานที่มีความแตกต่างของความแข็งแกร่ง (Stiffness) ในแต่ละเฟสสูง โดยกรณีนี้ตัวเข็มสแกนไปในลักษณะที่มีการสั่นในแนวตั้งจากกับผิววัสดุด้วยแอมพลิจูดเล็กน้อย แต่มีความเร็วในการสั่นที่สูงกว่าการเคลื่อนที่สแกนของเข็ม และเมื่อตัวเข็มถูกนำเข้ามาแตะสัมผัสกับผิววัสดุจะเกิดแรงต้านจากผิวของวัสดุที่เกิดจากการสั่นและทำให้ตัวคานงอ ถ้าหากให้แรงที่ทำให้ตัวคานสั่นลงที่ พื้นผิวบริเวณที่แข็งกว่าจะทำให้เกิดการต้านต่อการสั่นในแนวตั้งของตัวคานมากกว่า และจึงทำให้ตัวคานงอมากกว่า ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดที่เกิดจากการ โกงงอของตัวคานจึงนำมาใช้วัดเปรียบเทียบความแข็งที่บริเวณต่าง ๆ ของผิวงาน



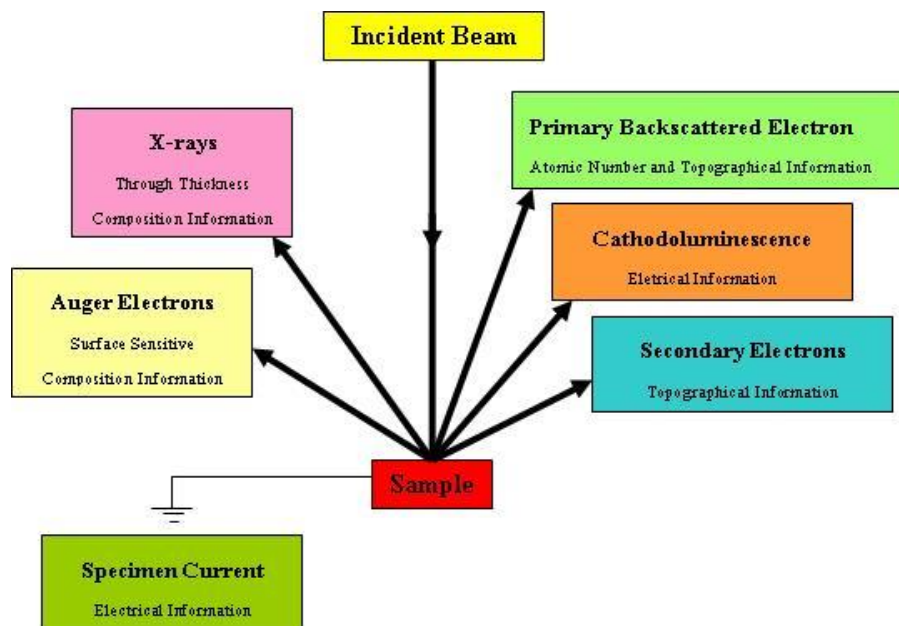
3. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง ซึ่ง วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานของเครื่อง ไว้ดังนี้ เทคนิค Scanning Electron Microscope สัญญาณภาพที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron detector; SE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron detector; BSE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้นดังแสดงในภาพที่ 2-13



ภาพที่ 2-13 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Electron Microscope  
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

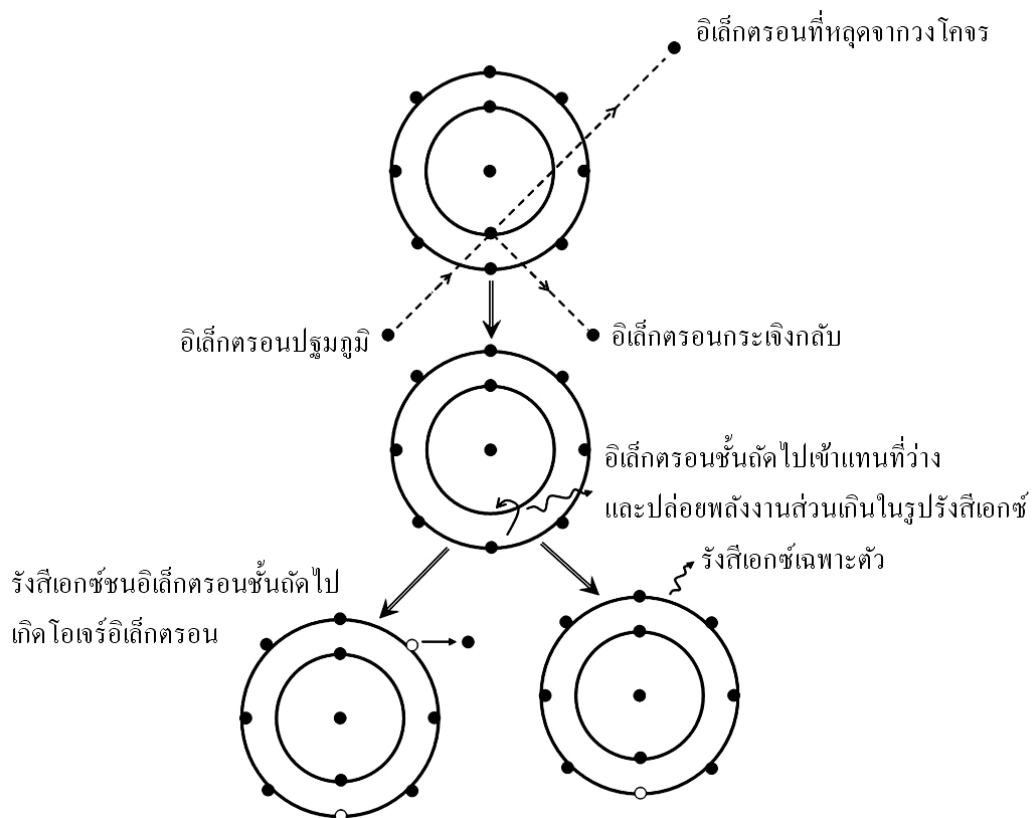
อิเล็กตรอนทุติยภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นอานโนดภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ  $10^{-5}$  ถึง  $10^{-7}$  torr และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 nm โดยมีชุดลดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ควบคุมทิศทางและการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวตัวอย่าง ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ออกมา (ภาพที่ 2-14) สัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image; SEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3 ถึง 5 eV เกิดที่พื้นผิวระดับไมลิก โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวดำ
2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image; BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานเป็นบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา
3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-ray Electron Image; XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้น โคจรต่าง ๆ (K, L, M,...) ถูกกระตุ้นหรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างรวมภายในอะตอมโดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้น โคจรถัดไปมาแทนที่ และต้องลดระดับพลังงานภายใน เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่ระดับพลังงานสูงกว่า โดยการปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับวงโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

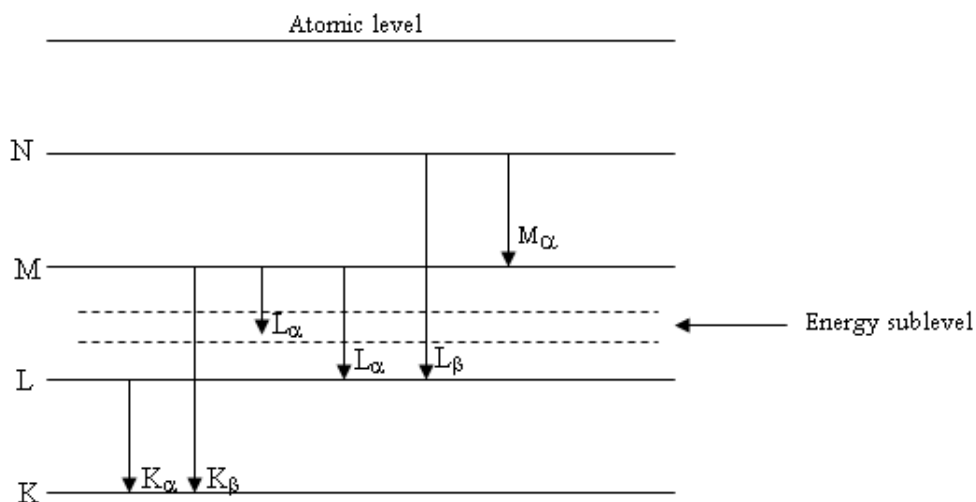


ภาพที่ 2-14 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง  
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

4. การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วย Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ลักษณะเฉพาะสำคัญอีกประการหนึ่งของฟิล์มบางคือ องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางที่เตรียมได้ ซึ่ง วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานของเทคนิค EDS ดังนี้ เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ ชั้น L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสถานะกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น ( $10^{-15}$  วินาที) โดยอิเล็กตรอนของวงจรชั้นถัดออกไปลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่ พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน และเฉพาะของธาตุนั้น ๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เรียกรังสีชนิดนี้ว่า “รังสีเอกซ์เฉพาะตัว” ดังแสดงในภาพที่ 2-15 และภาพที่ 2-16

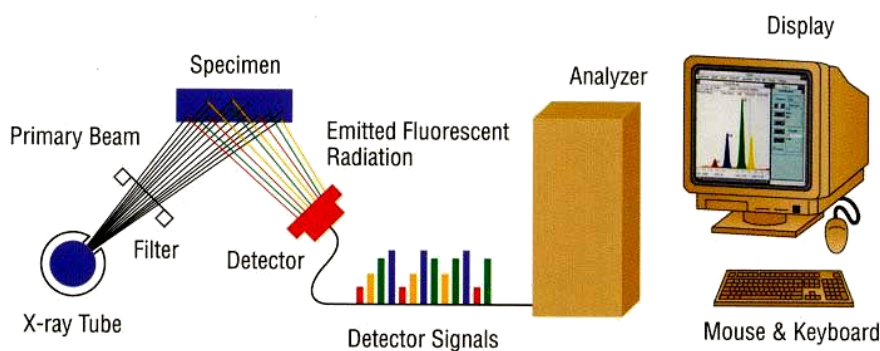


ภาพที่ 2-15 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน (วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

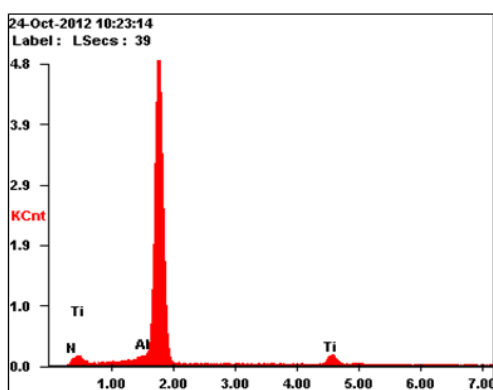


ภาพที่ 2-16 การเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้น โจรต่าง ๆ (วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

ในระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยมใช้ คือ หัววัดรังสีแบบ Si (Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 keV หรือหัววัดชนิดเจอร์มานเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium; HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวได้ช่วงกว้าง คือ 3 ถึง 200 keV โดยหัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสอง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดี่ยวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลวิเคราะห์หับนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพ โดยโปรแกรมสำเร็จรูปดังภาพที่ 2-17 และภาพที่ 2-18



ภาพที่ 2-17 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDS)  
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)



Element	Wt%	At%
N	45.38	69.74
Al	16.41	13.09
Ti	38.21	17.17

ภาพที่ 2-18 ตัวอย่างผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบของทางเคมีด้วยเทคนิค EDS  
(อารีรัตน์ สมหวังสกุล, 2556)

## งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Aouadi et al. (2004) ศึกษาการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างผลึกระดับนาโน ด้วยวิธี Ion Beam Assist Deposition บนซิลิกอนและเหล็กกล้าไร้สนิม โดยให้ความร้อนระหว่างเคลือบ เท่ากับ 150 และ 400 °C และควบคุมปริมาณของไทเทเนียมและโครเมียมในฟิล์มโดยการควบคุมอัตราการระเหยในกระบวนการเคลือบ นำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึกองค์ประกอบทางเคมี สมบัติทางแสงและสมบัติเชิงกลด้วยเทคนิค X-ray Diffraction, X-ray Photoelectron Spectroscopy, Spectroscopic Ellipsometry, Nanoindentation และ Wear Testing ผลจากเทคนิค X-ray Diffraction และ X-ray Photoelectron Spectroscopy พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ที่อุณหภูมิเท่ากับ 150 °C เกิดเป็นสารละลายของแข็งขณะที่อุณหภูมิเท่ากับ 400 °C เกิดเป็นแบบนาโนคอมโพสิต จากการวัดค่าคงที่ทางแสงด้วยเทคนิค Spectroscopic Ellipsometry พบว่าองค์ประกอบธาตุและเฟสมีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าคงที่ทางแสงที่วัดได้ สำหรับความแข็งที่วัดจากเทคนิค Nanoindentation มีค่าขึ้นกับองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบาง โดยฟิล์มบางที่เป็นแบบนาโนคอมโพสิตมีความแข็งมากที่สุด เท่ากับ 30 GPa และ ค่ามอดูลัสยืดหยุ่นเท่ากับ 300 GPa ในส่วนสมบัติด้านไทรโบโลยีศึกษาด้วย Ball-On-Disk Tribometer โดยเคลือบไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์บนแผ่นสแตนเลสชนิด 440 C และนำไปทดสอบโดยใช้แรงกดเท่ากับ 50 N จำนวน 1.5 ล้านครั้ง ด้วยความเร็วรอบเท่ากับ 180 รอบต่อนาที พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบที่อุณหภูมิสูงไม่เกิดรอยสึกหรอ

Uglov et al. (2008) เคลือบฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีคาโทดิกอาร์คในบรรยากาศของไนโตรเจนพร้อมกับไฮโดรเจนของโลหะระดมยิงไปยังวัสดุรองรับระหว่างเคลือบ โดยในการเคลือบจะใช้การผสมพลาสมาที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันของไทเทเนียมและโครเมียม จากการทดลองพบว่าองค์ประกอบของธาตุแต่ละชนิดจะกระจายตัวไปทั่วฟิล์มบาง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางมีทั้งโครงสร้างผลึกแบบสารละลายของแข็งเพียงอย่างเดียว และสารละลายของแข็งผสมกับโครงสร้าง TiN ทั้งนี้องค์ประกอบของธาตุและองค์ประกอบของเฟสในฟิล์มบางจะมีความเสถียรจนถึง 800 °C ในส่วนของอุณหภูมิในการอบอ่อนสูงนั้นส่งผลโดยตรงต่อความเป็นผลึกในกระบวนการเกิด Solid Solution โดยทำให้เกิดโครงสร้างผลึก CrN และ FeCr นอกจากนี้ยังพบว่าการจัดเรียงตัวใหม่ของโครเมียมในฟิล์มบางส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซในโครงสร้างผลึกเพิ่มขึ้น

Wolfe, Gabriel, and Reedy (2011) ใช้อธิบายผลการสังเคราะห์และลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง (Ti,Cr)N ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิม AM355 ด้วยวิธีคาโทดิกอาร์คโดยใช้หัวเคลือบหลายหัวเพื่อปรับปรุงความต้านทานการสึกกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิม ซึ่งในงานวิจัยศึกษาผลของ

กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียมและการให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับ ฟิล์มบางที่เคลือบได้นำไปศึกษาด้วยเทคนิค X-ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, Electron Probe Microanalysis, Scanning Transmission Electron Microscopy, Scratch Adhesion Testing และ Erosion Testing ตามลำดับ โดยพบว่าฟิล์มบางมีความหนาระดับนาโนประกอบไปด้วยชั้นของ TiN และ CrN เป็นส่วนใหญ่ จากเทคนิค EPMA แสดงให้เห็นว่าเปอร์เซ็นต์อะตอมโครเมียมในฟิล์มบางเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียม แต่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับ ในส่วนของเทคนิค XRD และ STEM พบว่า ฟิล์มบางมีโครงสร้างผลึกอยู่หลายแบบ ประกอบไปด้วย โครงสร้างผลึกแบบ B1 NaCl โดยโครงสร้าง CrN เพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียม ในขณะที่ปริมาณ Macro Particle เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียม และลดลงเมื่อเพิ่มศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับ ฟิล์มบางมีความแข็งอยู่ในช่วง 1700 – 2800 HV มีการยึดเกาะดีขึ้นเมื่ออัตราส่วนระหว่างโครเมียมต่อไทเทเนียมเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังสรุปว่าฟิล์มบางที่มีอัตราส่วนระหว่างโครเมียมต่อไทเทเนียมสูงสุดและศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับต่ำสุดจะมีความต้านทานการสึกหรอดีที่สุด

Samapisut et al. (2012) ได้เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์แบบหลายชั้นด้วยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบคู่ (Dual DC Magnetron Sputtering) บนกระจกสไลด์ โดยทำการศึกษาผลของเงื่อนไขในการเคลือบคือ กำลังไฟฟ้าที่ให้กับหัวแมกนีตรอนของเป้าสารเคลือบไทเทเนียมและโครเมียม อีกทั้งอัตราไหลแก๊สใน ไตรเจน ที่มีต่อลักษณะทางผลึกวิทยาและโครงสร้างจุลภาค หลังเคลือบฟิล์มบางแล้วนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค XRD และ FE-SEM ตามลำดับ จากผลการทดลองพบว่าฟิล์มบางมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิกและมีเฟสผสมของ  $Ti_{0.5}Cr_{0.5}N$  ซึ่งมีค่าคงที่แลตทิซ  $a = b = c = 4.238 \text{ \AA}$  และมีโครงสร้างผลึกเป็น  $TiCrN_2$  ค่าคงที่แลตทิซ  $a = b = c = 4.1835 \text{ \AA}$  เมื่อเคลือบโดยใช้กำลังไฟฟ้ากับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมและโครเมียมตามลำดับ ส่วนผลของอัตราการไหลแก๊สใน ไตรเจนพบว่าฟิล์มบางมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์ทอโรมบิกเข้าไปอยู่ในโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง โดยมีค่าคงที่แลตทิซ  $a = 2.962 \text{ \AA}$   $b = 4.130 \text{ \AA}$  และ  $c = 2.875 \text{ \AA}$  สำหรับโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางนั้นมีค่าขนาดเกรนประมาณ 100 – 200 nm และความหนาของฟิล์มบางแบบ Multilayer ที่ประกอบด้วยชั้นฟิล์มบาง Cr, CrN และ TiCrN มีค่าประมาณ 1  $\mu\text{m}$ , 0.5  $\mu\text{m}$  และ 2  $\mu\text{m}$  ตามลำดับ

Paksunchai et al. (2012) เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ลงบนแผ่นซิลิกอนด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอนโคสปัตเตอริงโดยไม่มีการให้ความร้อนและศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับ ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่มีต่อองค์ประกอบทางเคมี สถานะทางเคมี โครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของ

ฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), X-ray Diffraction (XRD), Atomic Force Microscopy (AFM) และ Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) ตามลำดับ พบว่าฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์มีรูปแบบเป็นสารละลายของแข็ง มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ fcc B1 ฟิล์มมีขนาดผลึกเล็กกว่า 14 nm โดยผลจากสเปกตรัมจากเทคนิค XPS พบว่าฟิล์มมีพันธะเคมีของไทเทเนียม โครเมียม และไนโตรเจน ความหนาผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อกระแสไฟฟ้าของไทเทเนียมเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ภาคตัดขวางของฟิล์มบางแสดงให้เห็น โครงสร้างแบบคอลลัมน์

Paksunchai et al. (2014) ได้เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ( $Ti_{1-x}Cr_x$ )N ที่มีองค์ประกอบของธาตุแตกต่างกัน โดยทำการแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียมตั้งแต่ 0.4 - 1.0 A ลงบนวัสดุรองรับ คือ ซิลิกอนระนาบ (100) และ กระจกสไลด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟอานบาลานซ์แมกนีตรอนโคสปีดเตอริง โดยไม่มีการให้ความร้อนและศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับในระหว่างการเคลือบ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบที่มีต่อโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง ในการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับจะใช้เป้าสารเคลือบไทเทเนียมและโครเมียมภายใต้สภาวะบรรยากาศแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจน หลังจากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางศึกษาด้วยเทคนิค AFM และ FE-SEM ตามลำดับ นอกจากนี้วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS จากการทดลองพบว่าฟิล์มบางเกิดเป็นแบบสารละลายของแข็ง (Solid Solution) โดยมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ fcc NaCl และปริมาณธาตุโครเมียม (x) ที่อยู่ในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.46 เป็น 0.81 เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ ขนาดผลึกซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer มีค่าโดยประมาณอยู่ระหว่าง 12 -13 nm จากเทคนิค AFM แสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียม ความหนาผิวมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 3 nm เป็น 7 nm ซึ่งสอดคล้องกับความหนาที่เพิ่มขึ้นจาก 400 nm เป็น 900 nm นอกจากนี้ ภาคตัดขวางของฟิล์มบางแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลลัมน์



## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### อุปกรณ์และเครื่องมือ

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

##### 1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-1)

##### 1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

###### 1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) มี 2 ชนิดคือ

- ไทเทเนียม (Ti) ความบริสุทธิ์ 99.97%
- โครเมียม (Cr) ความบริสุทธิ์ 99.95 %

###### 1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระจกสไลด์
- แผ่นซิลิกอน

###### 1.2.3 แก๊ส (Gas) มี 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

##### 2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-ray Diffractometer Bruker รุ่น D8 โดยใช้  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) ของคณะพลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี (ภาพที่ 3-2)

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Park system EX 100 ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง (ภาพที่ 3-3)

2.3 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ของ EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น 1450VP ของศูนย์ปฏิบัติการกล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-4)

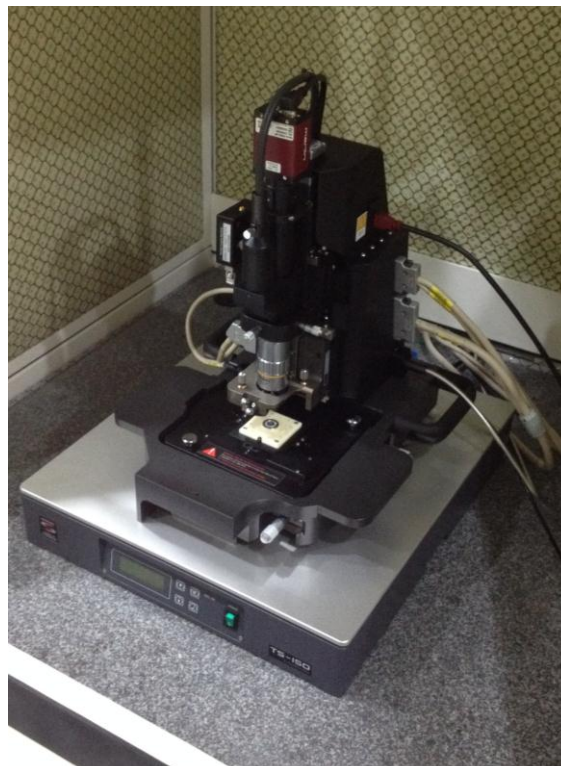
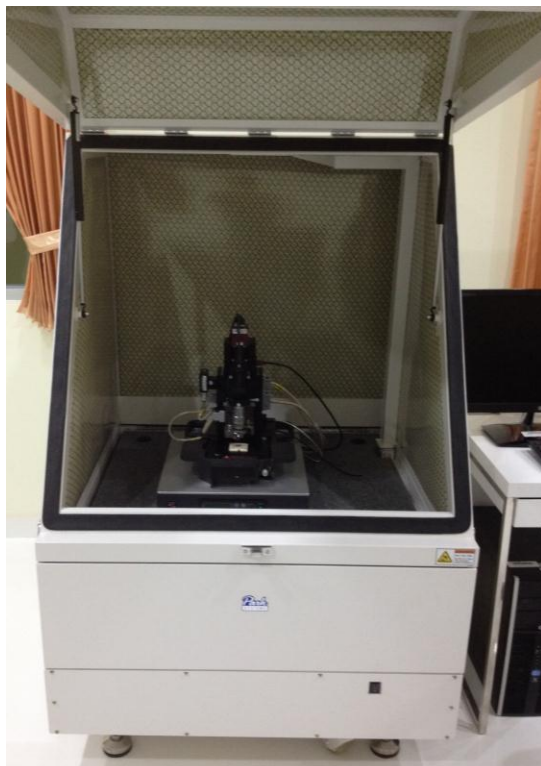
2.4 Field Emission Scanning Electron Microscope สำหรับศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น Hitachi S-4700 ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC) (ภาพที่ 3-5)



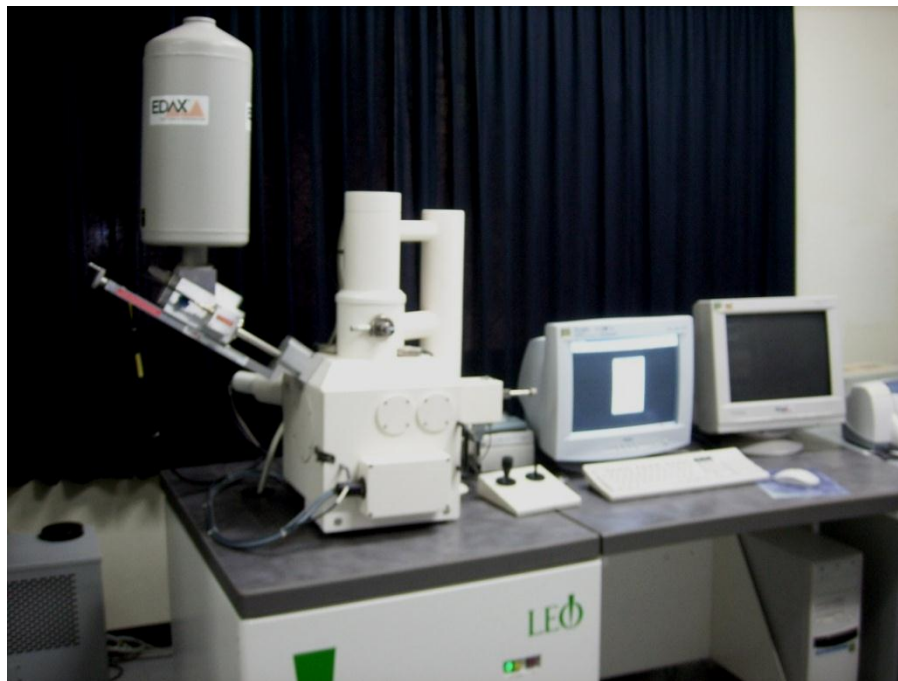
ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลื่อนสุญญากาศระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอน โคสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)



ภาพที่ 3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)



ภาพที่ 3-4 เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

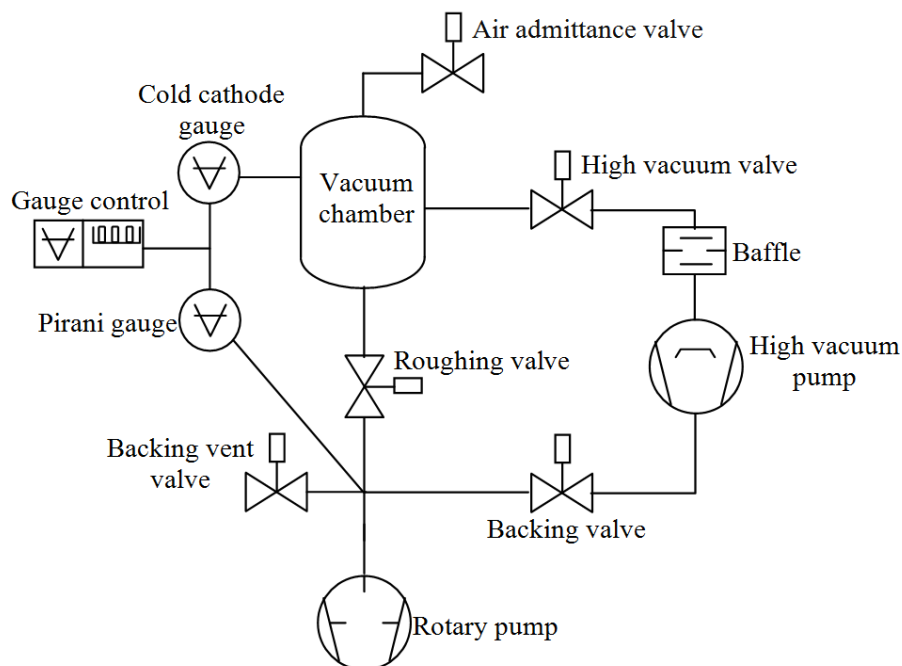


ภาพที่ 3-5 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)

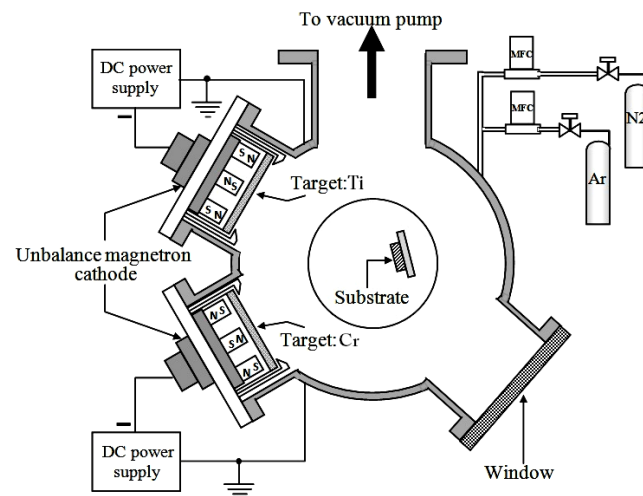
## เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิครีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ ต้องลดความดันพื้น (Base Pressure) ภายในห้องเคลือบให้อยู่ในระดับ  $10^{-5}$  mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และระบบการเคลือบ (Coating System) มีรายละเอียดดังนี้

1. ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 310.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบลท้าย สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251 ภาพที่ 3-6 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ ส่วน ภาพที่ 3-7 เป็นไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

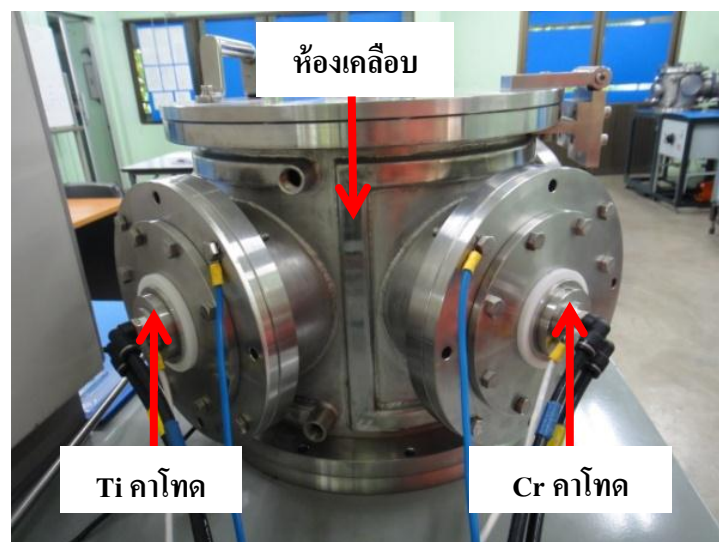


ภาพที่ 3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-7 ไตอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

2. ระบบการเคลือบ (Coating System) เป็นส่วนเคลือบฟิล์ม ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 50.0 mm จำนวน 2 ชุด ติดตั้งด้านข้างของห้องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 1000 V 3 A ควบคุมการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊ส (Mass Flow Controller) ของ MKS รุ่น type247D (ภาพที่ 3-8) พร้อมแท่นวางชิ้นงานในห้องเคลือบซึ่งสามารถปรับระยะได้



ภาพที่ 3-8 ลักษณะและตำแหน่งการติดตั้งคาโทดทั้งสองชุดของเครื่องเคลือบ

## ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคติฟลิซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง มีรายละเอียดสรุปดังนี้ ติดตั้งแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อสวิตช์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทด และต่อสวิตช์ไฟฟ้าบวกกับภาชนะสุญญากาศ เป่าไทเทเนียมและเป่าโครเมียมถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดจากการสปัตเตอริงของไอออนอาร์กอนบริเวณผิวหน้าเป่าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ได้ และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจน ที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์ม มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับวางบนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ  $5 \times 10^{-5}$  mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น ( $P_0$ ) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน  $P_0$  ที่อ่านได้
3. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง
4. จ่ายสวิตช์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิด โกลว์ดีสชาร์จ์ เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง เริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า ( $V$ ) ค่ากระแสไฟฟ้า ( $I$ ) และความดันรวม ( $P_t$ ) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา ( $t$ ) ที่กำหนด
5. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

## การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

งานวิจัยนี้ แบ่งการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเป็น 3 ส่วน คือ (1) โครงสร้างผลึก (2) ลักษณะพื้นผิวและความหนา (3) องค์ประกอบทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. โครงสร้างผลึก เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 โครงสร้างผลึก ศึกษาจากฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้  $\text{Cu-K}\alpha$  เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ตรวจวัดใน Mode Low Angle ด้วยมุมตกกระทบคงที่เท่ากับ  $2^\circ$  กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง  $20^\circ - 80^\circ$  สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ปกติการระบุโครงสร้างผลึกของวัสดุทำได้โดยเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุที่สนใจกับฐานข้อมูล JCPDS แต่ในงานวิจัยนี้เป็นศึกษาฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งเป็นสารประกอบของธาตุ 3 ชนิดในลักษณะสารละลายของแข็ง จึงไม่พบข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ดังนั้นการระบุโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ ในงานวิจัยนี้จึงใช้วิธีเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ และโครเมียมไนไตรด์ และคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d) จากสมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law) ดังสมการ

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3-1)$$

เมื่อ  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

$n$  คือ ลำดับของการสะท้อน

$d_{hkl}$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (h k l)

$\theta$  คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่พิจารณา

ทั้งนี้ผลของการแทนที่ของอะตอมไทเทเนียมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ จะทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบ (d) ของผลึกเพิ่มขึ้น โดยอะตอมไทเทเนียม ( $\text{Ti} = 0.1445 \text{ nm}$ ) มีขนาดใหญ่กว่าอะตอมโครเมียม ( $\text{Cr} = 0.1249 \text{ nm}$ ) ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในโครงสร้างหลัก ( $\text{CrN}$ ) มีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลง เมื่อเทียบกับโครเมียมไนไตรด์ (Paksunchai, Denchitcharoen, Chaiyakun, & Limsuwan, 2014) ในทำนองเดียวกัน จากการแทนที่ของอะตอมโครเมียมในโครงสร้างไทเทเนียมไนไตรด์นั้น อะตอมโครเมียมมีขนาดเล็ก



กว่าไทเทเนียม ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในโครงสร้างหลัก (TiN) ลดลง ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับไทเทเนียมไนไตรด์ ดังนั้นมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และโครเมียมไนไตรด์

1.2 ขนาดผลึก สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ หากจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยใช้ สมการของ Scherrer ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ ดังสมการ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3-2)$$

เมื่อ  $L$  คือ ขนาดของผลึกฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์

$k$  คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

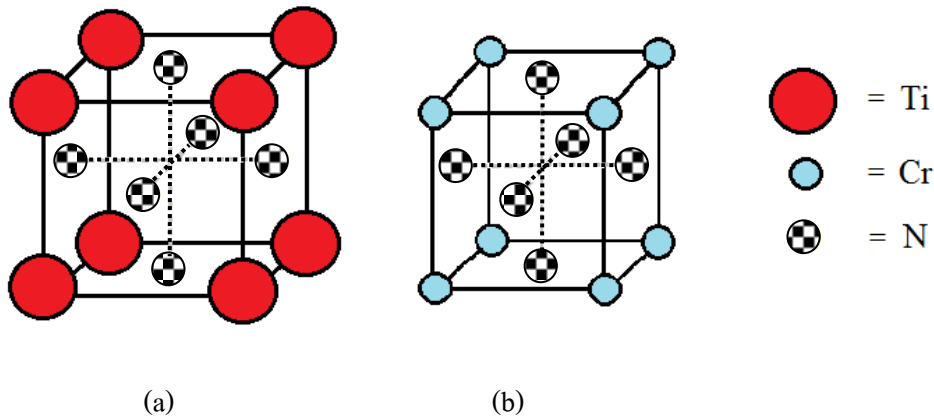
$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ( $\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$ )

$\beta$  คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีกที่มีค่าความเข้มสูงสุด

$\theta$  คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีก

1.3 ค่าคงที่แลตทิซ การหาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ซึ่ง Paksunchai et al. (2014) ได้ศึกษาโครงสร้างของฟิล์ม (Ti,Cr)N พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก (FCC) ดังภาพที่ 3-9 ทั้งนี้การแทนที่ของอะตอมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์หรือโครเมียมไนไตรด์นั้น ทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และโครเมียมไนไตรด์

ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกแบบคิวบิก;  $d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3-3)$



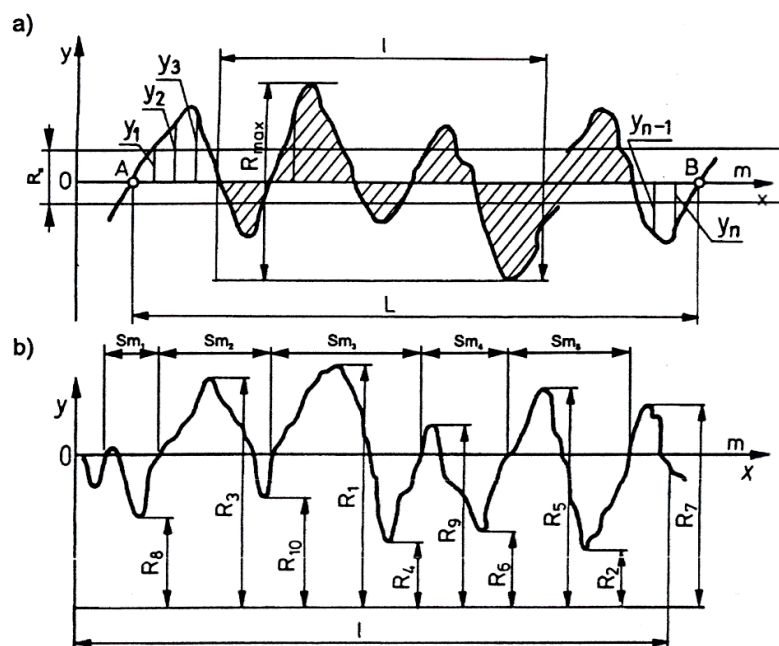
ภาพที่ 3-9 ระบบผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (a) ไทเทเนียมไนไตรด์ (b) โครเมียมไนไตรด์

2. ลักษณะพื้นผิวและความหนา ขั้นตอนนี้เป็น การนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษา ลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอน ไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิว วัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ แสดงผลดังภาพที่ 3-10 โดยใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (Root-Mean-Square Roughness,  $R_{rms}$ ) ดังสมการ

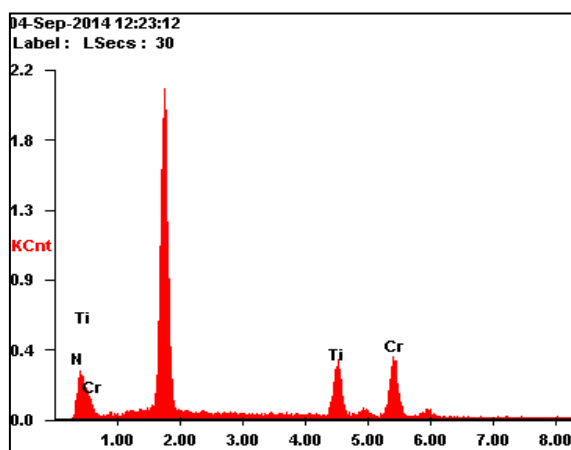
$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Z_i - \bar{Z})^2} \quad (3-4)$$

เมื่อ  $n$  คือ จำนวนตำแหน่งที่มีค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของบริเวณพื้นที่ผิวที่ทำกราด  
 $Z_i$  คือ ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของแต่ละตำแหน่งบนพื้นผิว  
 $\bar{Z}$  คือ ความสูงเฉลี่ย



ภาพที่ 3-10 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย (หนึ่งฤดูย แก้วไข, 2555)

3. องค์ประกอบธาตุ เป็นการนำฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษาองค์ประกอบของธาตุ ด้วย เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-11



Element	Wt%	At%
N	29.05	59.61
Ti	25.05	15.03
Cr	45.90	25.37

ภาพที่ 3-11 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบธาตุของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS

## แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้เตรียมฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ แล้วนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะ แบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

### การทดลองที่ 1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้

### วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม, โครเมียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2, 4, 6
กระแสไฟฟ้าไทเทเนียม (mA)	900
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

## การทดลองที่ 2 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้

### วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม, โครเมียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	4
กระแสไฟฟ้าไทเทเนียม (mA)	300, 600, 900
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

## บทที่ 4

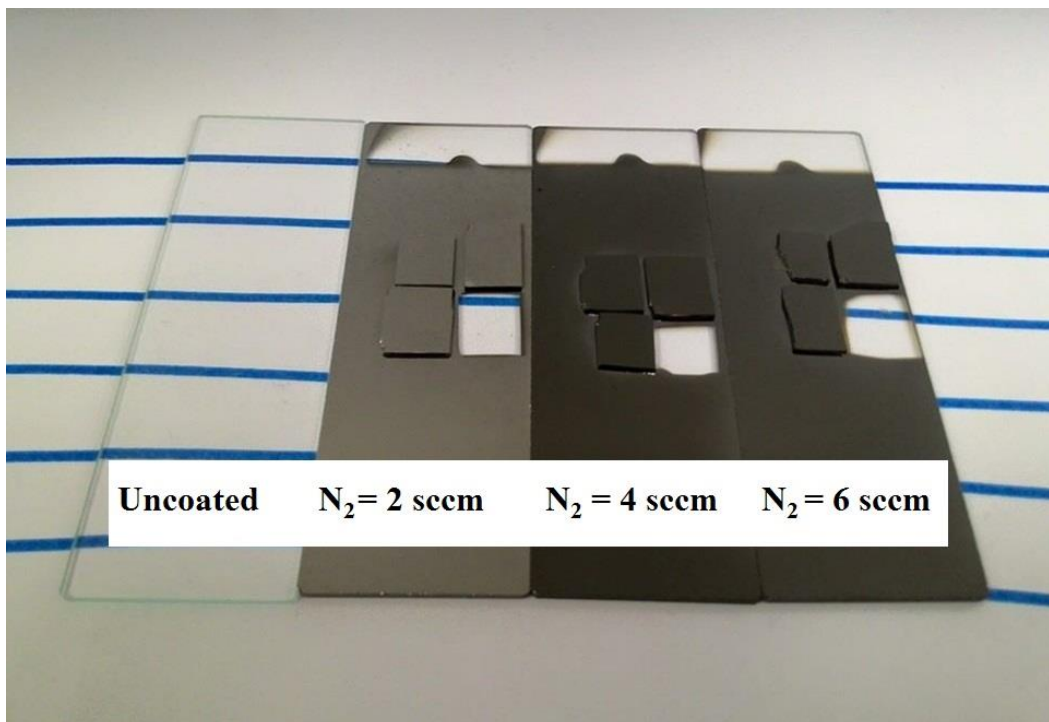
### ผลและอภิปรายผลการวิจัย

#### ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2, 4 และ 6 sccm ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ องค์ประกอบทางเคมี โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว และความหนาของฟิล์มบางที่เคลือบได้

##### 1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะเรียบเนียน และทึบแสง โดยเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มมีสีเทา แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเป็น 4 sccm และ 6 sccm ฟิล์มมีสีเทาเข้ม ดังแสดงในภาพที่ 4-1

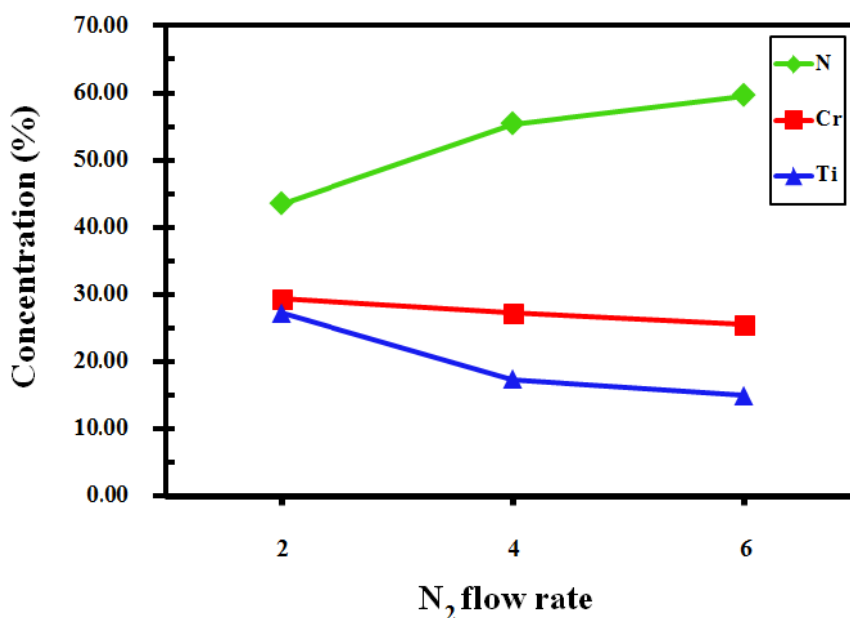


ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

## 2. องค์ประกอบทางเคมี

ภาพที่ 4-2 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม โครเมียม และไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบทุกเงื่อนไขในการเคลือบ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 2 sccm เป็น 6 sccm ปริมาณไทเทเนียมลดลงจาก 27.21% เป็น 14.98% ส่วนปริมาณโครเมียมค่อนข้างคงที่ในช่วง 25.49% - 29.35% ขณะที่ปริมาณไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 43.44% เป็น 55.39%

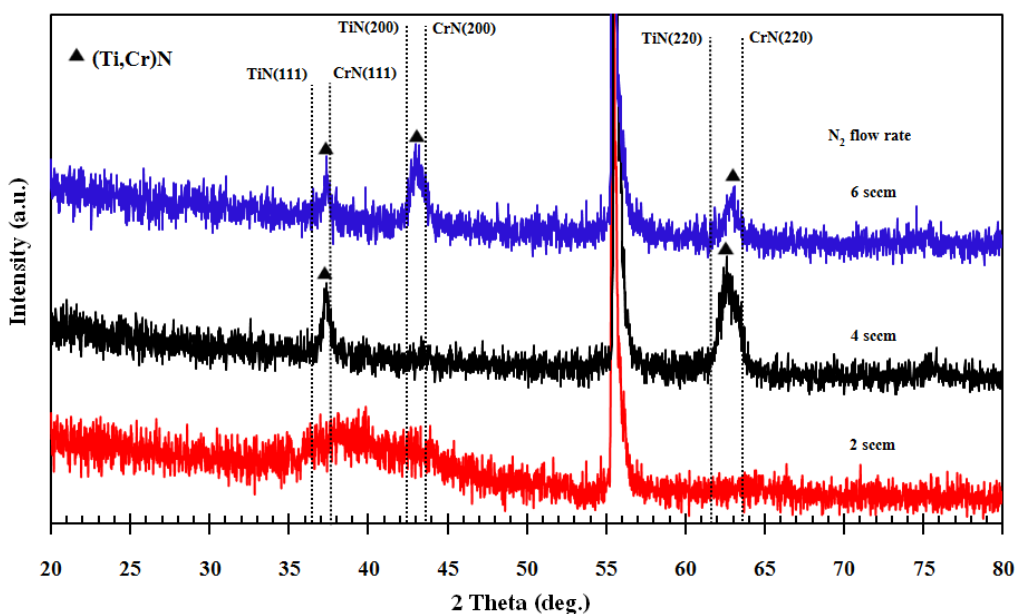
ผลการวิเคราะห์พบว่า ธาตุในฟิล์มมีปริมาณต่างกันแปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยพบว่าปริมาณโครเมียมในฟิล์มมีค่าค่อนข้างคงที่ ส่วนปริมาณไทเทเนียมมีค่าลดลง เนื่องจากแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นไปทำปฏิกิริยากับไทเทเนียมเกิดเป็นชั้นของสารประกอบไนไตรด์หน้าเป้าสารเคลือบ เรียกว่า Target Poisoning ซึ่งสปีดเตอร์ยิลด์ (Sputter Yield) ของสารประกอบไนไตรด์มีค่าต่ำกว่าโลหะ (Han, Tian, Lai, Yu, & Li, 2003) เป็นผลให้อะตอมของไทเทเนียมถูกสปีดเตอร์ออกจากเป้าหมายลง ทำให้ปริมาณไทเทเนียมที่จะเข้าร่วมตัวหรือแทรกตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ลดลง ปริมาณไทเทเนียมในฟิล์มจึงมีค่าลดลง ส่วนปริมาณไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นนั้น เป็นผลมาจากเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ทำให้ปริมาณไนโตรเจนในห้องเคลือบมีมากขึ้น จึงทำให้ปริมาณไนโตรเจนมีโอกาสเข้าร่วมตัวหรือแทรกตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มากขึ้น



ภาพที่ 4-2 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

### 3. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็นโดเมนขนาดใหญ่ ระหว่างมุม  $35.00^\circ$  ถึง  $45.00^\circ$  ทั้งนี้เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนให้สูงขึ้นเท่ากับ 4 sccm ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.35^\circ$  และ  $62.74^\circ$  สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (220) และสุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 6 sccm ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.36^\circ$ ,  $43.07^\circ$  และ  $62.95^\circ$  ซึ่งตรงกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



ภาพที่ 4-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



จากการศึกษาพบว่า ฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีความเป็นผลึก แต่อย่างไรก็ดี ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัย มีลักษณะเป็นสารละลายของแข็ง (Solid Solution) (Paksunchai et al., 2012) ซึ่งไม่พบข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ดังนั้นการระบุโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางจึงใช้วิธีเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) และโครเมียมไนไตรด์ (CrN)

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 870633 และโครเมียมไนไตรด์จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 110065 ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิงสำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางมุมของการเลี้ยวเบนที่สูงขึ้น โดยเมื่อนำผลดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS มาใช้ประกอบในการพิจารณา พบว่าปริมาณโครเมียมในฟิล์มมีมากกว่าปริมาณไทเทเนียม สำหรับทุกเงื่อนไขการทดลอง เนื่องจากเกิดการแทนที่อะตอมของโครเมียม ในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ ทั้งนี้ อะตอมของโครเมียม (0.1249 nm) มีขนาดเล็กกว่าอะตอมของไทเทเนียม (0.1445 nm) (Paksunchai et al., 2012) ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกมีค่าลดลง ส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าลดลง ทำให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางขวา เมื่อเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ที่ในการอ้างอิง

ตารางที่ 4-1 แสดงค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มหาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (111) มีค่าอยู่ในช่วง 4.1640 Å - 4.1656 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และโครเมียมไนไตรด์

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์หาได้จากสมการ Scherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกของฟิล์มบางที่ระนาบ (111) มีขนาดใหญ่ขึ้นจาก 33.5 nm เป็น 59.8 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-2 ต่างกับงานวิจัยของ Vetter, Scholl and Knotek (1995) ซึ่งพบว่าขนาดผลึกเล็กลงตามความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากในกระบวนการเคลือบมีการไบแอสศักย์ไฟฟ้าให้กับวัสดุรองรับ ทำให้อะตอมสารเคลือบที่กำลังฟอร์มตัวบนวัสดุรองรับถูกระดมยิง (Bombards) ด้วยไอออนของแก๊สอาร์กอน ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบที่มีพลังงานต่ำหลุดออกไป ขนาดผลึกของฟิล์มจึงมีขนาดเล็กลง

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111)  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)		
	TiN JCPDS No. 870633	CrN JCPDS No. 110065	2	4	6
$a = b = c$ (Å)	4.238	4.140	-	4.1656	4.1640
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	-	90	90

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111)  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

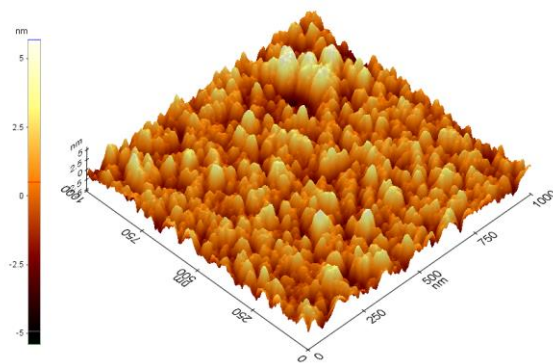
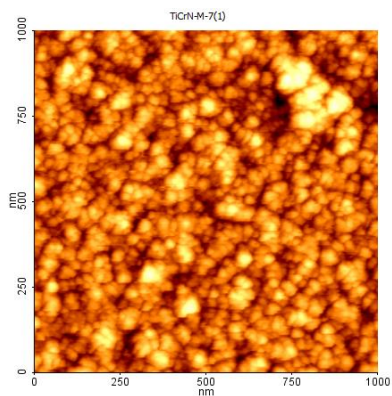
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ระนาบ (111)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
2	-	-
4	0.00402	33.5
6	0.00244	59.8

#### 4. ลักษณะพื้นผิว

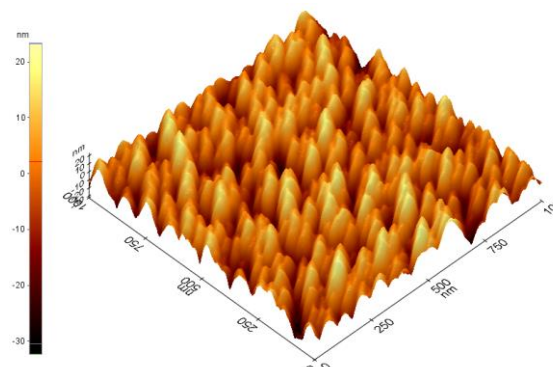
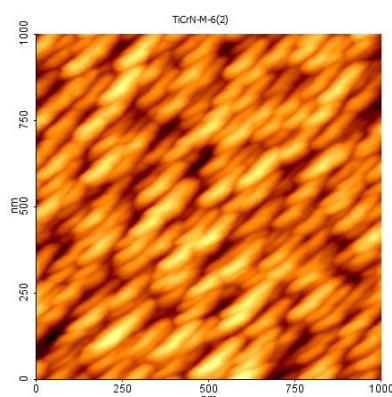
สำหรับพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เกรนมีลักษณะกลุ่มก้อนปลายแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm เกรนมีลักษณะแท่งแหลมเรียวยาวกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนขนาดไม่เท่ากันกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ดังแสดงในภาพที่ 4-4

จากการวิเคราะห์พบว่าลักษณะเกรนของฟิล์มมีลักษณะเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้แก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ในห้องเคลือบมีปริมาณแก๊สน้อย ทำให้อะตอมสารเคลือบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมา มีพลังงานสูง เป็นผลให้อะตอมสารเคลือบตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับแล้วยังมีพลังงานเหลืออยู่ ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ไปรวมตัวกันของอะตอมสารเคลือบ เกรนจึงมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อน แต่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm ในห้องเคลือบมีปริมาณแก๊สมาก ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบชนกันมากขึ้น ทำให้อะตอมสารเคลือบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมา มีการสูญเสียพลังงานในระหว่างการชนกัน ทำให้อะตอมสารเคลือบตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับแล้วหยุดนิ่งและเกิดการซ้อนทับกัน เกรนจึงมีลักษณะเป็นแท่งแหลมเรียวยาว ในขณะที่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm ในห้องเคลือบมีปริมาณแก๊สมากที่สุดในงานวิจัยนี้ อะตอมสารเคลือบจึงชนกันมากขึ้น ส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมา มีพลังงานต่ำ ทำให้อะตอมของสารเคลือบตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับแล้วหยุดนิ่ง เกรนจึงมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนขนาดไม่เท่ากันกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม

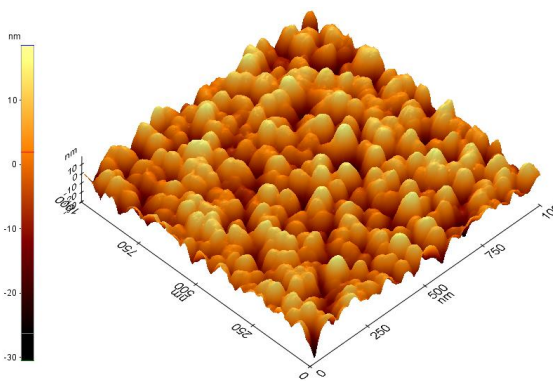
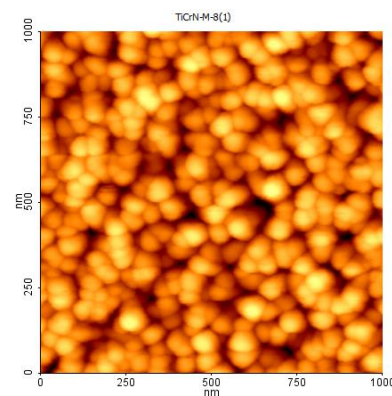
สำหรับความหยาบผิวของฟิล์มของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจาก 2 sccm เป็น 4 sccm ความหยาบผิวของฟิล์มมีเพิ่มขึ้นจาก 1.1 nm เป็น 6.3 nm ขณะที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 4 sccm เป็น 6 sccm ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงเล็กน้อยจาก 6.3 nm เป็น 5.9 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-3



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

(a) 2 sccm      (b) 4 sccm      (c) 6 sccm

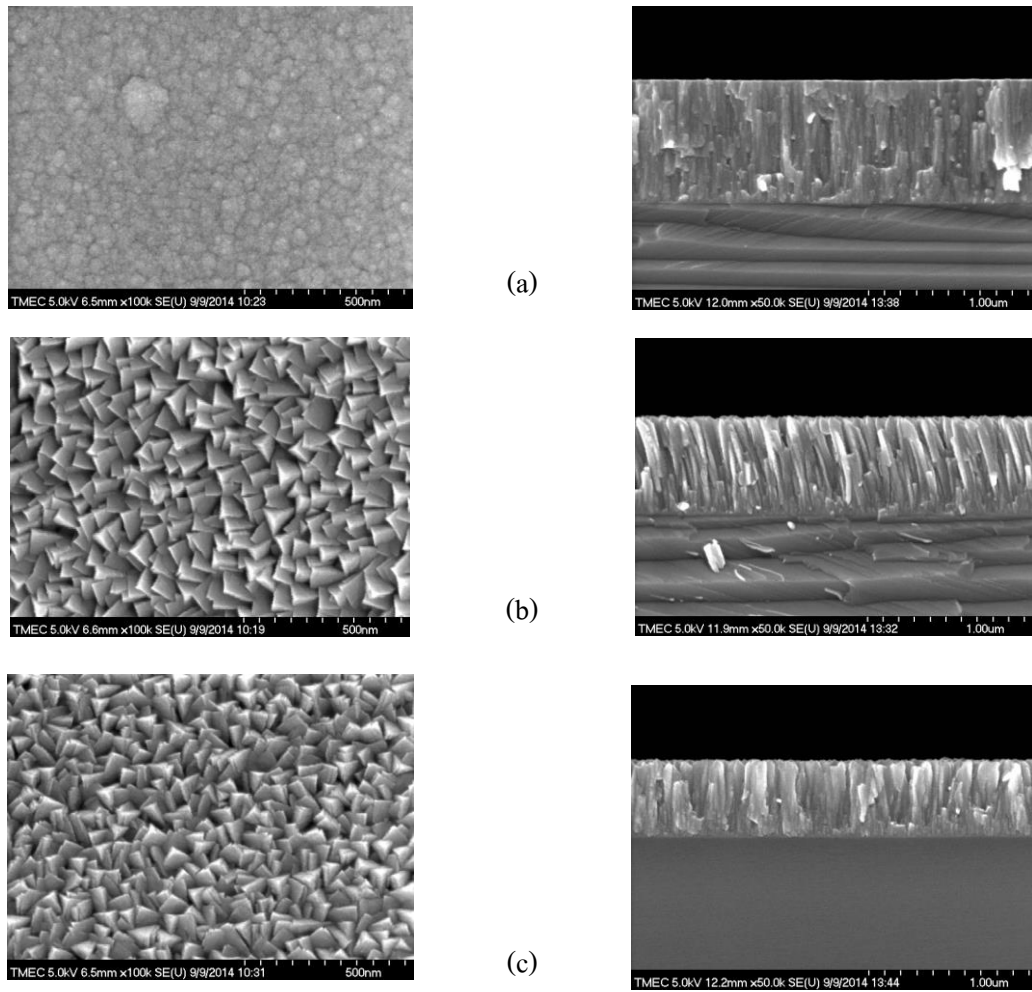
ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
2	767	1.1
4	615	6.3
6	483	5.9

### 5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

ภาพที่ 4-5 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ จากการศึกษาดูด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม โดยรวมค่อนข้างเรียบส่วนฟิล์มที่เคลือบโดยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็น แท่งเหลี่ยมแหลมคล้ายปิรามิดกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม สูดท้ายฟิล์มที่เคลือบโดยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm เกรนมีลักษณะเกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมที่มีขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ จะเห็นว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เนื้อฟิล์มมีลักษณะหนาที่บีบแน่นไม่มีช่องว่าง แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 4 sccm ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งแหลมเรียวยาวในลักษณะคอลัมน์และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างมาก สูดท้ายเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm เนื้อฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบแท่งลดลงแต่มีลักษณะค่อนข้างที่บีบแน่นเพิ่มขึ้นรวมถึงช่องว่างในเนื้อฟิล์มก็ลดลงด้วย ในส่วนของความหนาของฟิล์มพบว่า อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 767 nm เป็น 483 nm (ตารางที่ 4-3) เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ทำให้แก๊สไนโตรเจนบางส่วนไปทำปฏิกิริยากับเป้าเกิดเป็นชั้นของสารประกอบไนไตรด์หน้าเป้าสารเคลือบ (Target Poisoning) ทำให้เป้าสารเคลือบถูกสปีดเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้น้อยลง ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาลดลง

จากการศึกษาผลของอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ดังนั้นจึงเลือกอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm ไปใช้ในการทดลองต่อไป



ภาพที่ 4-5 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

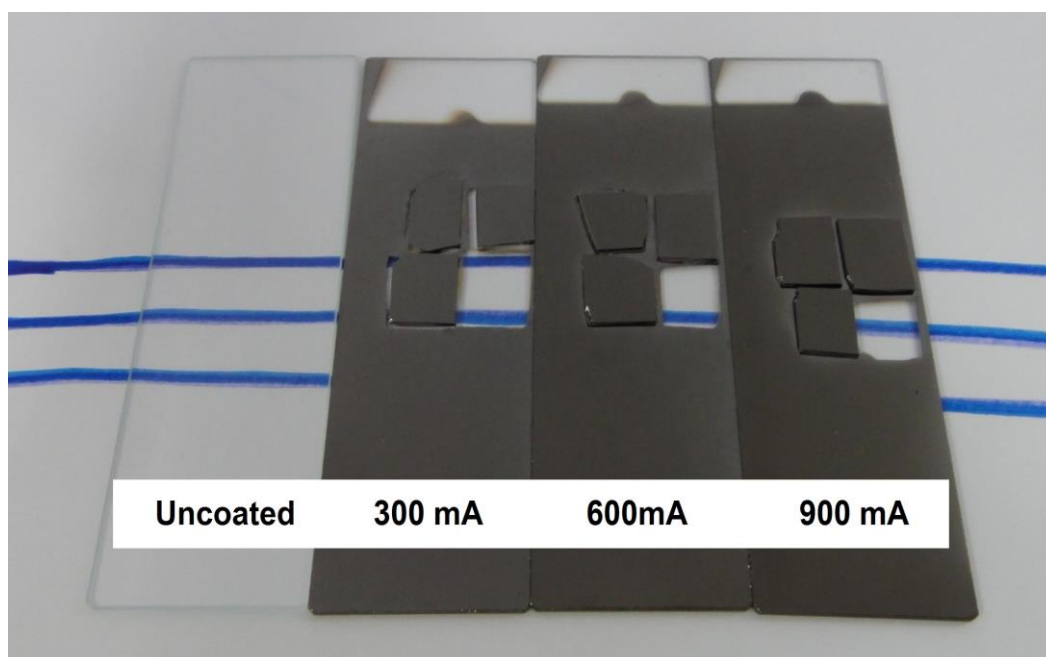
(a) 2 sccm      (b) 4 sccm      (c) 6 sccm

## ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 300, 600 และ 900 mA ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ องค์ประกอบทางเคมี โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว และความหนาของฟิล์มบางที่เคลือบได้

### 1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม พบว่าผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะเรียบเนียน และทึบแสง โดยเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA ฟิล์มมีสีเทา แต่เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเป็น 600 mA และ 900 mA ฟิล์มมีสีเทาเข้ม ดังแสดงในภาพที่ 4-6

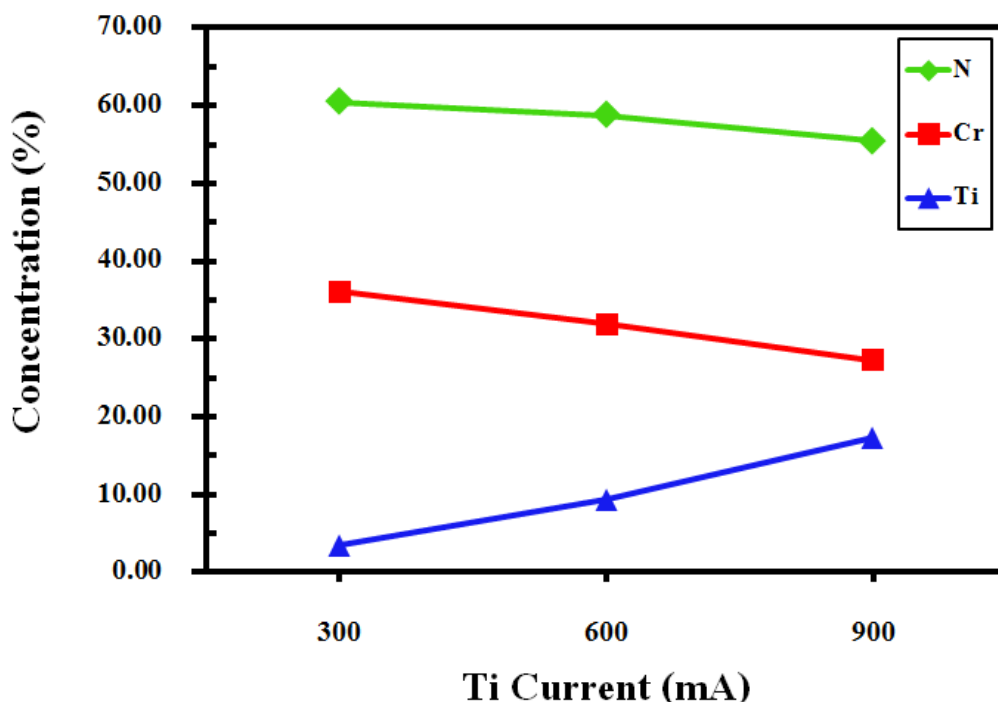


ภาพที่ 4-6 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

## 2. องค์ประกอบทางเคมี

ภาพที่ 4-7 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม โครเมียม และไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบทุกเงื่อนไขในการเคลือบ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA เป็น 900 mA ปริมาณไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 3.45% เป็น 17.33% ส่วนปริมาณโครเมียมมีค่าลดลงจาก 36.05% เป็น 27.27% ขณะที่ปริมาณไนโตรเจนมีค่าลดลงจาก 60.50% เป็น 55.39%

จากผลการวิเคราะห์พบว่า ปริมาณธาตุในฟิล์มมีปริมาณต่างกัน แปรค่าตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากอะตอมของไทเทเนียมถูกสเปคโตร้ออกมามากขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของไทเทเนียมมีโอกาสเข้าร่วมตัวหรือแทรกตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มากขึ้น ส่งผลให้ปริมาณไทเทเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง

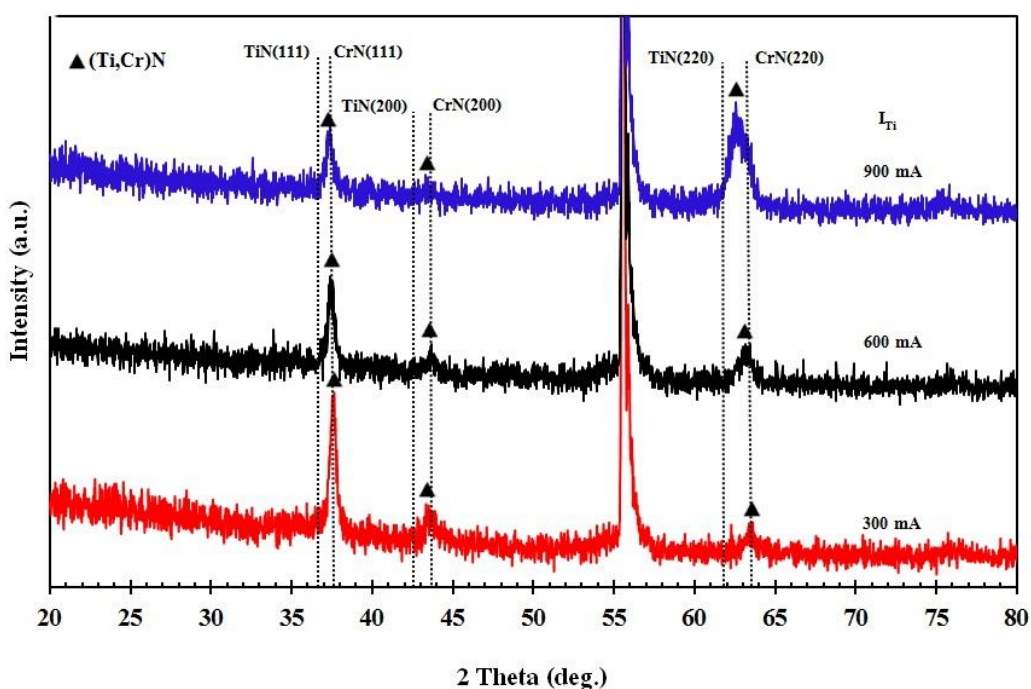


ภาพที่ 4-7 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม



### 3. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแปรตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม โดยมีใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.59^\circ$ ,  $43.54^\circ$  และ  $63.44^\circ$  สอดคล้องกับไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ ขณะที่เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.46^\circ$ ,  $43.67^\circ$  และ  $63.19^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 900 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $38.38^\circ$ ,  $43.44^\circ$  และ  $62.81^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



ภาพที่ 4-8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

จากการศึกษาพบว่า ฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีความเป็นผลึก แต่อย่างไรก็ดี ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัย มีลักษณะเป็นสารละลายของแข็ง (Solid Solution) (Paksunchai et al., 2012) ซึ่งไม่พบข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ดังนั้นการระบุโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางจึงใช้วิธีเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) และโครเมียมไนไตรด์ (CrN)

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 870633 และโครเมียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 110065 ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิงสำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางซ้าย เมื่อเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ที่ใช้ในการอ้างอิง สอดคล้องกับงานวิจัยของ Paksunchai et al. (2014) ซึ่งศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบโดยวิธีดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง พบว่าอะตอมของโครเมียมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ถูกแทนที่ด้วยอะตอมไทเทเนียม เนื่องจากอะตอมไทเทเนียม (0.1445 nm) มีขนาดใหญ่กว่าอะตอมโครเมียม (0.1249 nm) ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในโครงสร้างหลัก (CrN) มีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มุมของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลง

ตารางที่ 4-4 แสดงค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (220) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม โดยค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มหาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (220) โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.147 Å - 4.179 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และโครเมียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์หาได้จากสมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น โดยมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 21.97nm เป็น 26.59 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-5

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (220)  
เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		กระแสไทเทเนียม (mA)		
	TiN JCPDS No. 870633	CrN JCPDS No. 110065	300	600	900
$a = b = c$ (Å)	4.238	4.140	4.147	4.157	4.179
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (220)  
เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

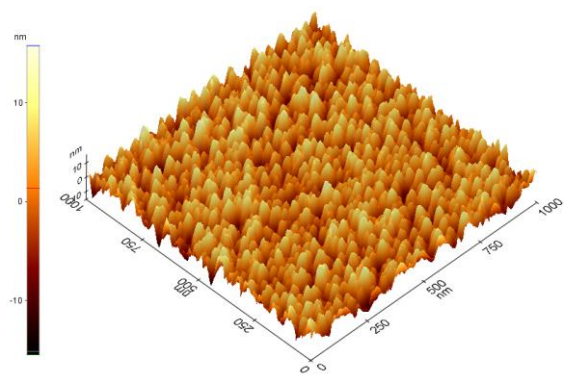
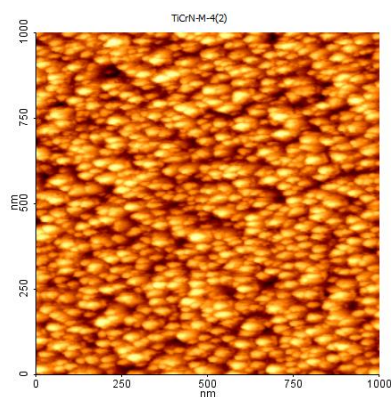
กระแสไทเทเนียม (mA)	ระนาบ (220)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
300	0.0074	21.97
600	0.0064	25.54
900	0.0061	26.59

#### 4. ลักษณะพื้นผิว

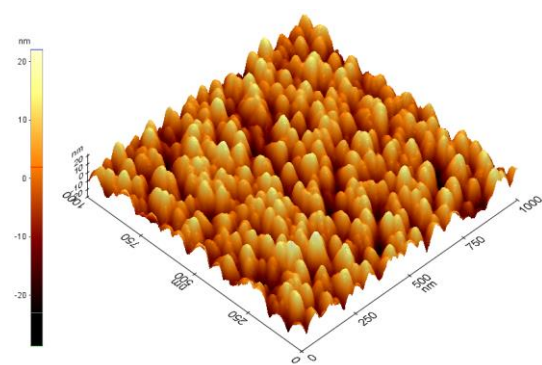
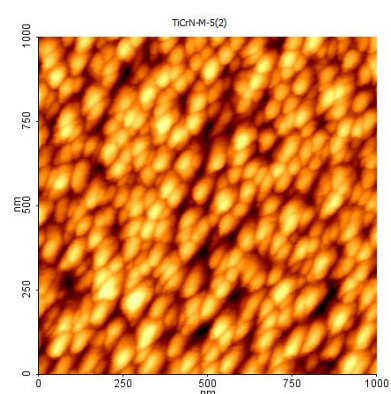
สำหรับพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบโดยกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็กปลายแหลมกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นเป็น 600 mA ส่วนฟิล์มที่เคลือบโดยใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 900 mA เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดรียาวแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ดังแสดงในภาพที่ 4-9

จากการวิเคราะห์พบว่าลักษณะเกรนของฟิล์มมีลักษณะเปลี่ยนแปลงไปตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA ทำให้อะตอมสารเคลือบที่ถูกสเปคเตอร์ออกมาปริมาณน้อย ส่งผลให้เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็กปลายแหลมกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม แต่เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 600 mA ทำให้อะตอมสารเคลือบที่ถูกสเปคเตอร์ออกมาปริมาณมากขึ้น ส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับแล้วเกิดการรวมตัวกัน เกรนจึงมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ในขณะที่เมื่อใช้ใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 900 mA ทำให้อะตอมสารเคลือบที่ถูกสเปคเตอร์ออกมาปริมาณมาก ส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับแล้วเกิดการรวมตัวกัน และมีการ โตนเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดรียาวแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม

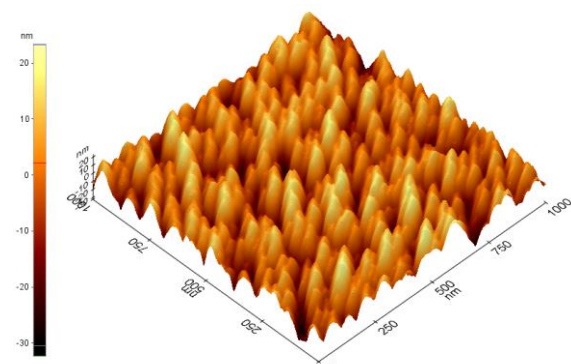
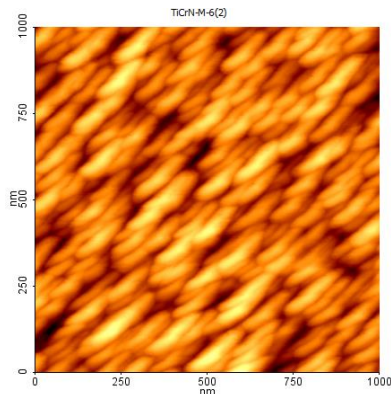
ส่วนความหยาบผิวของฟิล์ม พบว่าเมื่อเพิ่มกระแสของเป้าเซอร์โคเนียมจาก 300 mA เป็น 900 mA ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 3.66 nm เป็น 6.26 nm สอดคล้องกับงานวิจัยของ Paksunchai et al. (2014) ซึ่งพบว่าความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น สรุปได้ว่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อความหยาบผิว สรุปดังตารางที่ 4-6



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-9 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

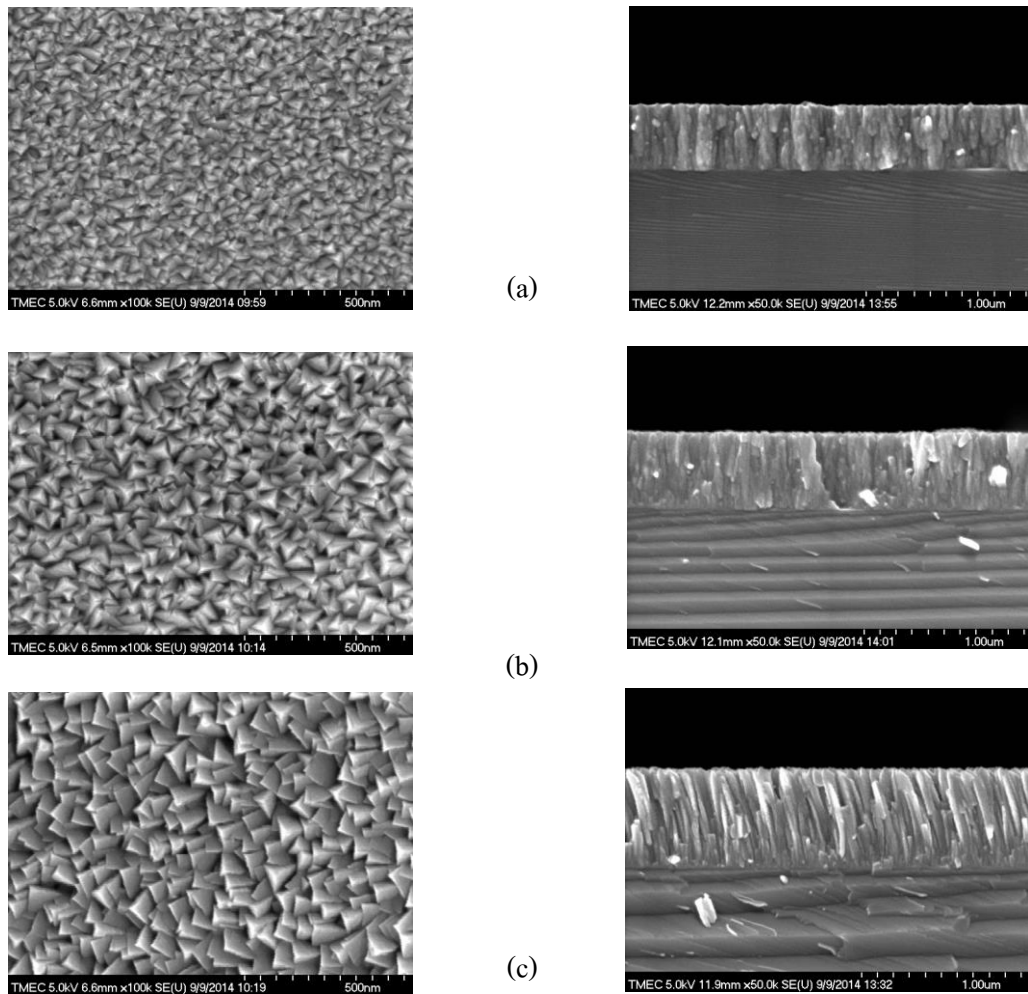
(a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA

ตารางที่ 4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์  
เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

กระแสไทเทเนียม (mA)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
300	397	3.66
600	476	5.84
900	615	6.26

### 5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

ภาพที่ 10- แสดงโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบได้ ผลจากเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิว เกรนและโครงสร้างของฟิล์มเปลี่ยนแปลงไปตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม โดยเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA ผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมคล้ายปิรามิดกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมีลักษณะเป็นแท่งเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ในส่วนความหนาของฟิล์มพบว่า เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม ฟิล์มที่ได้มีความหนาเพิ่มขึ้นจาก 397 nm เป็น 615 nm (ตารางที่ 4-6) เนื่องจากกระแสไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกมาจากเป้าสารเคลือบมากขึ้น ส่งผลให้สารเคลือบตกเคลือบบนวัสดุรองรับได้มากขึ้น ฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีความหนาเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4-10 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม  
(a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

ผลการศึกษานี้มี 2 ส่วน ได้แก่ ผลของอัตราไหลแก๊สในโตรเจน และผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม ซึ่งสรุปได้ดังนี้

#### 1. ผลของอัตราไหลแก๊สในโตรเจน

1.1 फिल्मบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบได้มีลักษณะเรียบเนียน ทึบแสง และสีเทาฟิล์มมีสีเทา เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สในโตรเจนเท่ากับ 2 sccm แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สในโตรเจนเป็น 4 sccm และ 6 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม

1.2 फिल्मบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (200) โดยพบว่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์

1.3 อัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่ออัตราไหลแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้น พบว่าความหนามีค่าลดลงจาก 767 nm เป็น 483 nm

1.4 อัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่ออัตราไหลแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้น ความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 1.1 nm ถึง 6.3 nm

1.5 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม พบว่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ โดยในโตรเจนเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลของแก๊สในโตรเจน ในขณะที่ไทเทเนียมและโครเมียมมีค่าลดลง

1.6 โครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์

#### 2. ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

2.1 फिल्मบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบได้มีลักษณะเรียบเนียน ทึบแสง มีสีเทา และเปลี่ยนเป็นสีเทาเข้ม เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น

2.2 फिल्मบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (200) โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมในไตรด์

2.3 กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมมีผลต่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น พบว่าความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 397 nm เป็น 615 nm



2.4 กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมมีผลต่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 3.66 nm เป็น 6.26 nm

2.5 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม พบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมมีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ โดยไทเทเนียมเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม ส่วนโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง

2.6 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์

## บรรณานุกรม

- จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. (2542). การศึกษาสภาพพื้นผิวของโพลีเมอร์ โดยใช้เทคนิค Atomic Force Microscopy. *วารสารเทคโนโลยีวัสดุ*, (15), 46-50.
- ประเสริฐศักดิ์ เกษมมอณ์. (2549). การเกิดไฮดรอกซีโอบาไทท์บนฟิล์มบางของไททานเนียม ไดออกไซด์ที่เคลือบบนผิวของสเตนเลส สตีลเกรด 316L ด้วยเครื่องอเนกประสงค์ แมกนีตรอนสปัตเตอร์. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ และธันธดา รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปัตเตอร์ตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2. *รายงานการวิจัยประจำปี 2547*. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม (หน้า 163-166). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ. (2551). *เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ*. กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- มดี ห่อประทุม. (2548). การศึกษาฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์โดยการเตรียมด้วยวิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอร์. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา. (2543). *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ ทฤษฎี และหลักการดำเนินงานเบื้องต้น*. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สุรศักดิ์ สุรินทร์พงษ์. (2544). การชุบเคลือบผิวระบบ PVD สำหรับงานชุบเคลือบผิวเครื่องมือ (2) (จบ). *เทคนิค*, 122-125.
- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณะ และจักรพันธ์ ถาวรชิตา. (2540). การพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์. *รายงานการวิจัยประจำปี 2540*. *ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยบูรพา*.
- หนึ่งฤทัย แก้วไข่ม. (2555). *โครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.

- อดิศร บุรณวงศ์. (2551). *สภาพชอบน้ำของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีแอคทีฟ ดีซี สเปคเตอริง*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อมรรัตน์ คำบุญ. (2551). *ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟ สเปคเตอริง ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อารีรัตน์ สมหวังสกุล. (2556) *การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอน โคสเปคเตอริง*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- A., Brechbuehl, J., & Lazar, A. P. (2008). Composition and phase stability upon annealing of gradient nitride coatings. *Surface and Coatings Technology*, 202, 2389–2393.
- Aouadi, S. M., Wong, K. C., Mitchell, K. A. R., Namavar, F., Tobin, E., Mihut, D. M., & Rohde, S. L. (2004). Characterization of titanium chromium nitride nanocomposite protective coatings. *Applied Surface Science*, 229, 387–394.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2<sup>nd</sup> ed.). New Jersey: Noyes Publications.
- Chang, Y. Y., Yang, S. J., & Wang, D. Y. (2007). Characterization of TiCr(C,N)/amorphous carbon coatings synthesized by a cathodic arc deposition process. *Thin Solid Films*, 515, 4722–4726.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- Chen, L., Chang, K. K., Yong, D., Li, J. R., & Wu, M. J. (2011). A comparative research on magnetron sputtering and arc evaporation deposition of Ti–Al–N coatings. *Thin Solid Films*, 519, 3762–3767.
- Choi, H. S., Han, D. H., Hong, W. H., & Lee, J. J. (2009). (Titanium, chromium) nitride coatings for bipolar plate of polymer electrolyte membrane fuel cell. *Journal of Power Sources*, 189, 966-971.

- Chu, K., Shum, P. W., & Shen, Y. G. (2006). Substrate bias effects on mechanical and tribological properties of substitutional solid solution (Ti, Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering. *Materials Science & Engineering B*, 131, 62-71.
- Cullity, B. D. (1978). *Elements of x-ray diffraction* (2<sup>nd</sup> ed.). Addison-Wesley.
- Deeleard, T., Buranawong, A., Choeysuppaket, A., Witit-anun, N., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Structure and Composition of TiVN Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Co-sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 1000-1005.
- Han, Z., Tian, J., Lai, Q., Yu, X., & Li, G. (2003). Effect of N<sub>2</sub> partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered CrN<sub>x</sub> films. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189-193.
- Hsieh, J. H., Zhang, W. H., Li, C., & Sun, C. Q. (2001). Characterization of (Ti<sub>x</sub>Cr<sub>0.6-x</sub>)N<sub>0.4</sub> coatings and their tribological behaviors against an epoxy molding compound. *Surface and Coating Technology*, 146-147, 331-337.
- Lee, D. B., Kim, M. H., & Kwon, S. C. (2001). Cyclic Oxidation Behavior of TiCrN Coating Deposited on a Steel Substrate by the Arc-ion Plating Method. *METALS AND MATERIALS International*, 7, 375-380.
- Lee, K. H., Park, C. H., Yoon, Y. S., & Lee, J. J. (2001). Structure and properties of (Ti<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>)N coatings produced by the ion-plating method. *Thin Solid Films*, 385, 167-173.
- Lin, Y. W., Huang, J. H., & Yu, G. P. (2010). Effect of nitrogen flow rate on properties of nanostructured TiZrN thin films produced by radio frequency magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 518, 7308-7311.
- Maissel, L. I., & Glang, R. (1970) *Handbook of Thin Film Technology*. New York: Mc Graw-Hill Book.
- Paksunchai, C., Denchitharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2014). Growth and Characterization of Nanostructured TiCrN Films Prepared by DC Magnetron Cosputtering. *Journal of Nanomaterials*, 2014, 1-9.
- Paksunchai, C., Denchitharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Effect of Sputtering Current on Structure and Morphology of (Ti<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>)N Thin Films Deposited by Reactive Unbalanced Magnetron Co-sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 875-881.

- Rickerby, D. S., & Matthews, I. (1991). *Advanced Surface Coating: a Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.
- Rohde, S. L., & Munz, W. D. (1991). *Sputter Deposition in Advanced Surface Coatings: A Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.
- Samapisut, S., Tipparach, U., Heness, G., & McCredie, G. (2012). Effect of Magnetron Discharge Power and N<sub>2</sub> Flow Rate for Preparation of TiCrN Thin Film. *Procedia Engineering*, 32, 1135-1138.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-Film Deposition : Principle And Practice*. New York: McGraw-Hill.
- Uglov, V. V., Anishchik, V. M., Zlotski, S. V., Feranchuk, I. D., Alexeeva, T. A., Ulyanenko, Vetter, J., Scholl, H. J., & Knotek, O. (1995). (TiCr)N coatings deposited by cathodic vacuum arc evaporation. *Surface and Coatings Technology*, 74-75, 286-291.
- Vishnyakov, V. M., Bachurin V. I., Minnebaev, K. F., Valizadeh, R., Teer, D. G., Colligon, J. S., Vishnyakov, V. V., & Yurasov, V. E. (2006). Ion assisted deposition of titanium chromium nitride. *Thin Solid Films*, 497, 189 – 195.
- Vossen, J. L., & Kerns, W. (1978). *Thin Film Processes*. New York: Academic Press.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles technology and applications*. New Jersey: Noyes.
- Wolfe, E. D., Gabriel, B. M., & Reedy, M. W. (2011). Nanolayer (Ti,Cr)N coatings for hard particle erosion resistance. *Surface and Coatings Technology*, 205, 4569-4576.
- Zeng, X., Zhang, S., & Hsieh, J. (1998). Development of graded Cr–Ti–N coatings. *Surface and Coatings Technology*, 102, 108-112.

ภาคผนวก

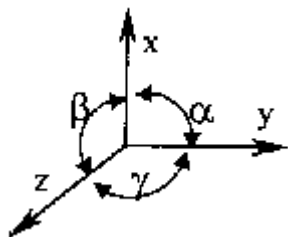
**ภาคผนวก ก**

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants) และขนาดผลึก (Crystallite Size)

## การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants)

### โครงสร้างผลึก (Crystal Structure)

ในการศึกษาโครงสร้างผลึกที่เข้าใจง่ายขึ้นเราจะกำหนดแกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึกซึ่งมีอะตอมอยู่ตามเหลี่ยมมุมต่าง ๆ ในทิศทาง 3 มิติ (ภาพที่ ก-1 ประกอบ) โดยให้



a, b, c เป็นระยะห่างระหว่างอะตอม เรียกว่า สเปซแลตทิซ (Space lattice) มีหน่วยเป็นแองสตรอม (Å) โดยที่ 1 Angstrom =  $10^{-10}$  m.  
x, y, z เป็นแกนสมมุติอ้างอิง โดยมีจุดกำเนิด O (Origin) อยู่ตรงตำแหน่งอะตอมหนึ่ง ๆ ของหน่วยเซลล์หนึ่ง เรียกว่า แลตทิซเวกเตอร์ (Lattice vector)  
 $\alpha, \beta, \gamma$  เป็นมุมที่เกิดขึ้นภายในผลึกอยู่ระหว่างแกน x, y, z

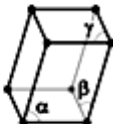







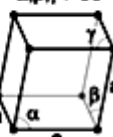


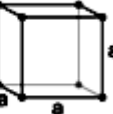
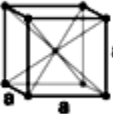
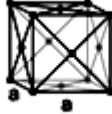
ภาพที่ ก-1 แกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึก

สเปซแลตทิซ (Space Lattice) มี 14 แบบ และ โครงสร้างผลึก (Crystal structure) ได้ 7 แบบคือ

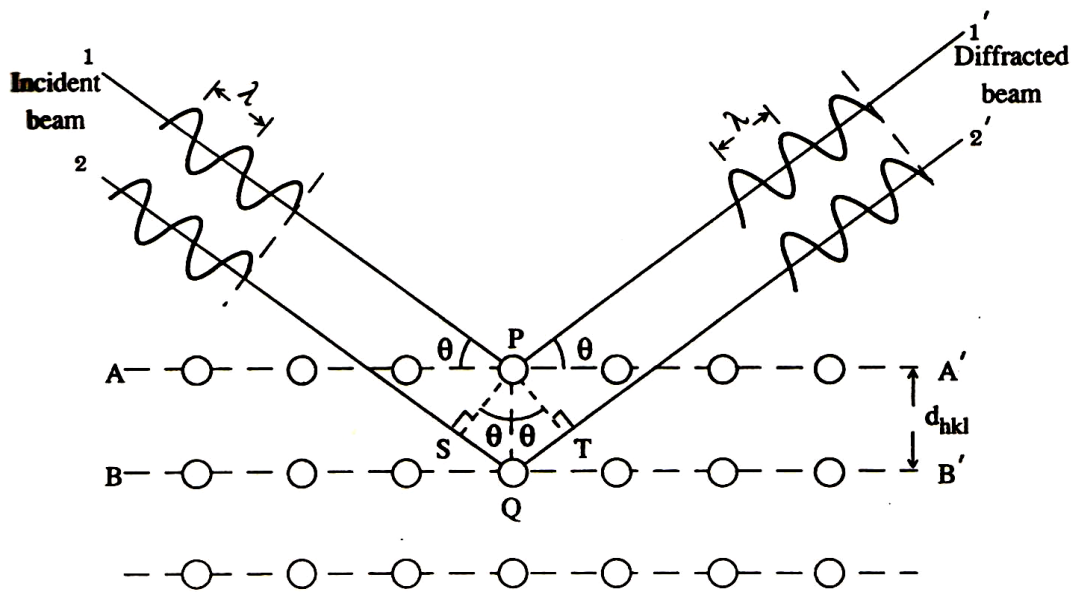
1. ไตรคลินิก (Triclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แกนทั้ง 3 แกนทำมุมไม่เท่ากันและไม่ตั้งฉากกัน
2. โมโนคลินิก (Monoclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน มีแกน 2 แกนที่จะทำมุมตั้งฉากกัน แต่แกนที่ 3 ไม่ตั้งฉาก
3. ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แต่ทุกแกนทำมุมตั้งฉากกันและกัน
4. เตตระโกนอล (Tetragonal) มีแกน 2 แกนยาวเท่ากัน แต่อีกแกนหนึ่งจะสั้น หรือยาวกว่า แกนทั้ง 3 แกน ทำมุมตั้งฉากกันและกัน
5. รอมโบฮีดรัล (Rhombohedral) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากัน แกนทั้ง 3 แกนทำมุมเท่ากัน แต่ทั้ง 3 มุมไม่เป็น 90 องศา
6. เฮกซาโกนอล (Hexagonal) มีแกน 3 แกนอยู่ในแนวระนาบ (Plane) ทำมุมภายในเท่ากับ 120 องศา ต่อกัน แกนที่ 4 ทำมุม 90 องศา กับแนวระนาบ (Plane) แกน 3 แกนแรกจะเท่ากัน แต่จะไม่เท่ากับแกนที่ 4
7. คิวบิก (Cubic) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากันและตั้งฉากซึ่งกันและกัน



ปกติแล้วไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์บริสุทธิ์ มีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกงานวิจัยนี้พบว่าฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริงมีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก

ระบบผลึก	แลตทิซ			
ไตรคลีนิก (triclinic)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
โมโนคลีนิก (monoclinic)	simple $\beta \geq 90^\circ$ $\alpha, \gamma = 90^\circ$ 	centered $\beta \geq 90^\circ$ $\alpha, \gamma = 90^\circ$ 		
ออร์โธโรมบิก (orthorhombic)	simple $a \neq b \neq c$ 	base-centered $a \neq b \neq c$ 	body-centered $a \neq b \neq c$ 	face-centered $a \neq b \neq c$ 
เฮกซาโกนอล (hexagonal)	$a \neq c$ 			
รอมโบฮีดรัล ( <u>rhombohedral</u> ) (trigonal)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
เตตระโกนอล (tetragonal)	simple $a \neq c$ 	body-centered $a \neq c$ 		
คิวบิก (isometric)	simple 	body-centered 	face-centered 	

กฎของแบรกก์ (Bragg's law)



ภาพที่ ก-2 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{ก-1})$$

เมื่อ  $d_{hkl}$  เป็นระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ( $h k l$ )

$\theta$  เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อน เมื่อวัดจากแนวระนาบ (ในหน่วย radians)

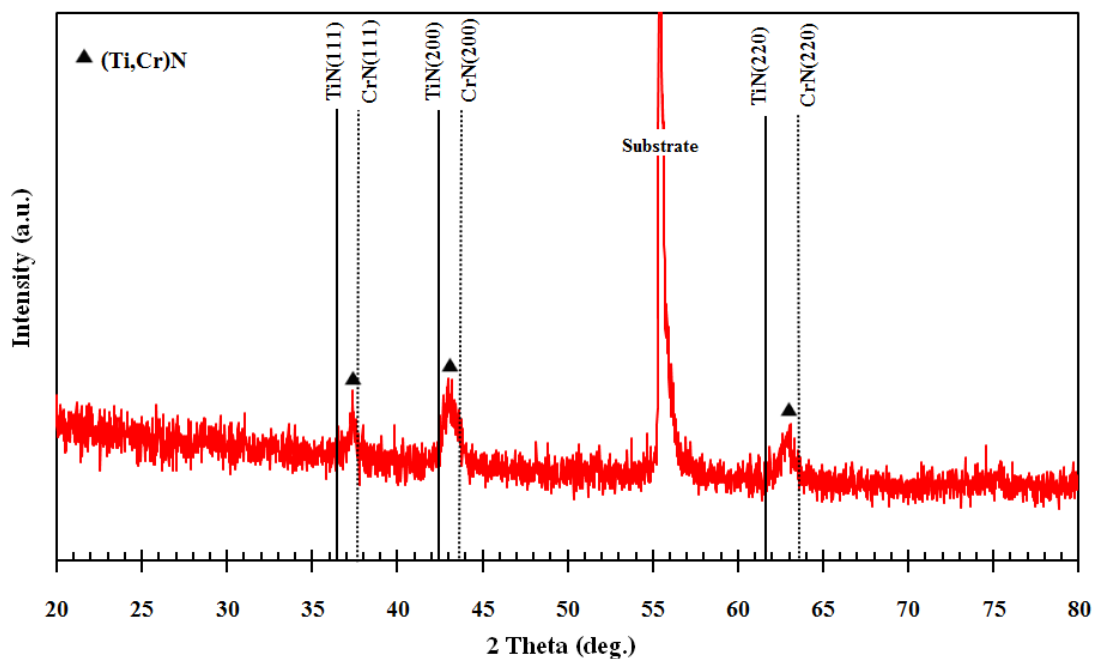
$n$  ลำดับการสะท้อน

$\lambda$  ความยาวคลื่น ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ )

### สูตรคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบในระบบผลึกแบบแบบคิวบิก

$$\text{cubic; } d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{ก-2})$$

ตัวอย่าง ก-1 การคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ( $d$ -spacing) ที่ระนาบต่าง ๆ



ภาพที่ ก-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์

ตารางที่ ก-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์

No.	2 Theta	Intensity	h k l	d-spacing
1	37.36	81.25	1 1 1	2.40
2	43.07	90.00	2 0 0	2.10
3	62.95	62.50	2 2 0	1.48

1. หาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่ระนาบต่าง ๆ

กำหนด  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ; มุม  $\theta$  หน่วยเป็น เรเดียน  
แทนค่ามุม  $\theta$  ในหน่วยเรเดียนในสมการที่ ก-1 จะได้  $d$ -spacing ที่ระนาบต่าง ๆ ดังนี้

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{ก-1})$$

ที่ระนาบ (200);  $d_{hkl} = 2.10 \text{ \AA}$

2. หาค่าคงที่ (Lattice Constant)

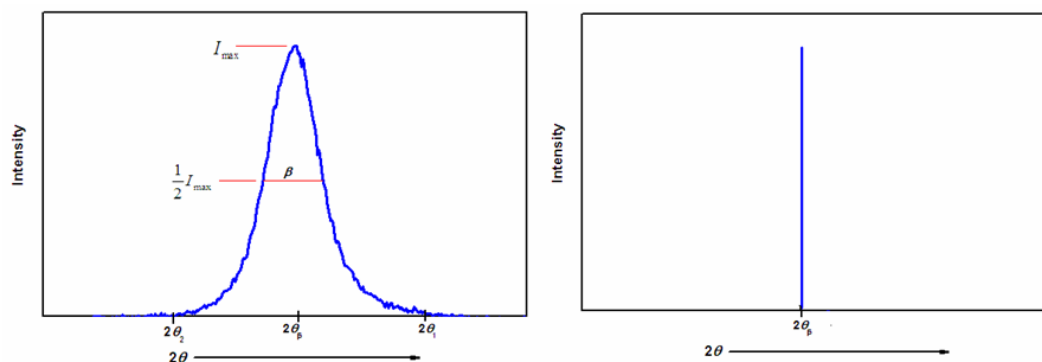
cubic;  $d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{ก-2})$

ที่ระนาบ (200);  $2.10 = \frac{a}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}}$

$$a = 2.10 (2)$$

$$a = 4.2 \text{ \AA}$$

### การคำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size)



ภาพที่ ก-4 ผลของขนาดผลึกต่อลักษณะของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (Cullity, 1978)

Scherrer Equation 
$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_\beta} \quad (\text{ก-3})$$

เมื่อ  $L$  คือ ขนาดของผลึกฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ หน่วย นาโนเมตร (nm)

$k$  คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ( $\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$ )

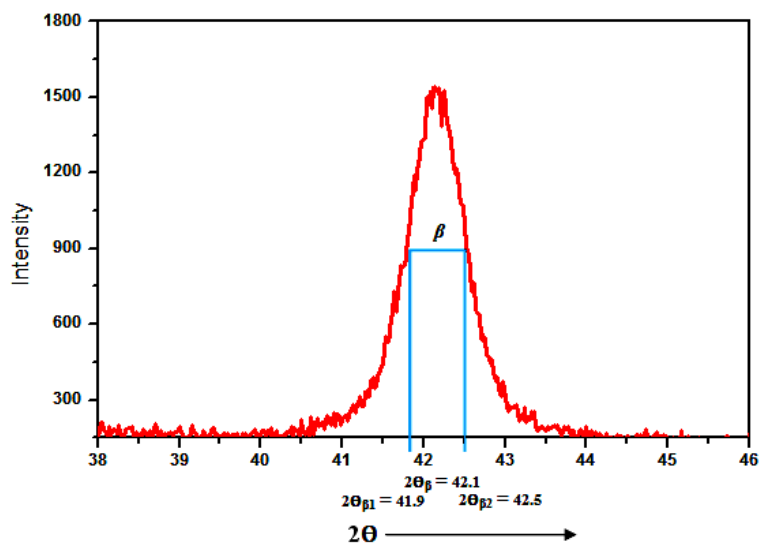
$\theta$  คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพิก หน่วย เรเดียน

$\beta$  คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพิกที่มีค่าความเข้มสูงสุด

(Full Width at Half Maximum; FWHM) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ ก-4

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2} \quad (\text{ก-4})$$

ตัวอย่าง ก-2 การคำนวณขนาดผลึก



ภาพที่ ก-5 การหาความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

วิธีคำนวณ หาค่า  $\beta$  จากสมการ ก-4

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2}$$

$$\beta = \frac{43.32 - 42.82}{2} = 0.0044 \text{ เรเดียน}$$

นำค่า  $\beta$  แทนในสมการ ก-3 จะได้

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_{\beta}} ; \cos \theta_{\beta} = 0.930 \text{ เรเดียน}$$

$$L = \frac{(0.9)(0.15406 \text{ nm})}{(0.0044)(0.930)} = 34.15 \text{ nm}$$

ดังนั้น ผลึกมีขนาดเท่ากับ 34.15 nm

ภาคผนวก ข

ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

โครงการประชุมวิชาการ การนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ครั้งที่ 3

บทความฉบับเต็ม  
ภาคบรรยาย

**“การบูรณาการงานวิจัยไทยเชื่อมโยงกับเครือข่ายสังคมอาเซียน”**  
“Integration of Thai Research within the ASEAN Community Network”

ระหว่างวันที่ 17 - 18 ธันวาคม 2557  
ณ ศูนย์ประชุมมหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต

**การนำเสนอผลงานวิจัย**

01 กลุ่มสาขาสังคมศาสตร์  
และบริหารธุรกิจ

02 กลุ่มสาขาการศึกษา

03 กลุ่มสาขาวิทยาศาสตร์  
และเทคโนโลยี

จัดโดย  
สถาบันวิจัยและพัฒนา  
สำนักงานบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต  
มหาวิทยาลัยราชภัฏสุราษฎร์ธานี มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา  
มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช มหาวิทยาลัยราชภัฏยะลา  
มหาวิทยาลัยวลัยลักษณ์ (สกอ.ภาคใต้ตอนบน) มหาวิทยาลัยทักษิณ





## ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

Effect of N<sub>2</sub> Gas Flow Rate on Structure of Titanium Chromium Nitride Thin Film  
 Deposited by Reactive DC Magnetron Co-Sputtering Method

อำพล ชีฆบุตร<sup>1\*</sup> พรพิมล ธัญญะภูมิ<sup>2</sup> นรินทร์ วิทิตอนันต์<sup>3</sup>

<sup>1</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. tammpol@hotmail.com

<sup>2</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. noyny\_a@hotmail.com

<sup>3</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. nirun@buu.ac.th

### บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (TiCrN) เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริงบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุ ศึกษาด้วยเทคนิค X-ray diffraction, scanning electron microscopy และ energy dispersive X-ray spectroscopy ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 33.5 nm เป็น 59.8 nm ส่วนความหนามีค่าลดลงจาก 767 nm เป็น 483 nm โดยองค์ประกอบธาตุในฟิล์มแปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง ไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน รีแอคทีฟดีซีโคสปีดเตอริง

### Abstract

Titanium chromium nitride (TiCrN) thin films were deposited by reactive DC magnetron co-sputtering method on glass slide and silicon. The effect of N<sub>2</sub> gas flow rate on the structure of the as-deposited film was investigated. The crystal structure, surface morphology, thickness and elemental composition were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectroscopy technique, respectively. The results show that, the as-deposited films were composed of titanium chromium nitride with (111), (200) and (220) planes. When the N<sub>2</sub> gas flow rate increased, it was found that the crystal size increased from 33.5 nm to 59.8 nm while the thickness decreased from 767 nm to 483 nm. The elemental composition of the as-deposited films varied with the N<sub>2</sub> flow rate.

Keyword: thin film, titanium chromium nitride, nitrogen gas flow rate, reactive co-sputtering



## 1. บทนำ

การปรับปรุงผิวของวัสดุโดยการเคลือบด้วยสารเคลือบในลักษณะฟิล์มบาง (thin film) เพื่อให้มีสมบัติตามที่ต้องการกำลังได้รับความสนใจจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรมทั่วโลก โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบแข็ง (hard coating) ในสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (sputtering) ซึ่งเป็นวิธีหนึ่งของการเคลือบด้วยไออากาศ (Physical Vapor Deposition ; PVD) ที่นอกจากให้ฟิล์มคุณภาพสูงแล้ว ยังเป็นกระบวนการเคลือบที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (environmental friendly) เพราะไม่ใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบ ชั้นเคลือบแข็งที่นิยมใช้ในช่วงแรกคือ ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เนื่องจากมีสมบัติเด่นหลายด้าน เช่น มีสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำ มีเสถียรภาพทางเคมีดี (Liu, Duh, Chung, & Wang, 2005; Su, Lin, Shiau, & Wu, 1993) มีความแข็งสูงมากประมาณ 20 GPa (Chu, Shum, & Shen, 2006) จึงนิยมนำมาใช้เคลือบผิวของเครื่องมืออุปกรณ์ตัดเฉาะและเครื่องจักรกลในภาคอุตสาหกรรม (Cunha, Andritschky, Rebouta, & Pischow, 1999)

อย่างไรก็ดีฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์มีข้อจำกัดคือเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูงเกิน 500 °C ฟิล์มจะเสื่อมสภาพเนื่องจากเกิดออกซิเดชันแล้วหลุดออกจากชิ้นงานทำให้ความแข็งของฟิล์มลดลง (Shum, Tam, Li, Zhou, & Shen, 2004) ทั้งนี้แนวทางหนึ่งในการแก้ปัญหาคือเติมอะตอมของธาตุบางชนิด เช่น โครเมียม (Cr) ในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ เพื่อฟอร์มตัวเป็นไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (TiCrN) ซึ่งมีความแข็งสูง มีสมบัติทางความร้อนดี ด้านทานการสึกหรอและการเกิดออกซิเดชันดี (Lee, Park, Yoon, & Lee, 2001 ; Zeng, Zhang, & Hsieh, 1998 ; Hsieh, Zhang, Li, & Sun, 2001) ทำให้ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์เริ่มได้รับความสนใจมากขึ้น

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์นั้นสามารถทำได้หลายวิธี แต่วิธีสปัตเตอร์ริงได้รับความนิยมมากที่สุด เพราะฟิล์มที่เตรียมได้นั้นมีการยึดติดวัสดุรองรับดี อีกทั้งยังสามารถควบคุมโครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่ได้ค่อนข้างง่าย ที่สำคัญยังสามารถขยายกระบวนการเคลือบสู่ระดับอุตสาหกรรมได้อย่างไม่ยุ่งยากนัก สำหรับการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงนั้นเป็นไปได้ 3 แนวทางดังนี้ คือ (1) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก (mosaic target) วิธีนี้ทำได้โดยนำเป้าสารเคลือบสองชนิดมาตัดให้มีขนาดต่าง ๆ แล้วนำมาอัดฝังรวมกันเป็นเป้าสารเคลือบชิ้นเดียว (Fanghua, Nan, Lun, & Geyang, 2005) หรือ (2) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบอัลลอยด์ (alloy target) ทำได้โดยการผสมสารเคลือบสองชนิดตามอัตราส่วนต่างๆ ที่ต้องการแล้วขึ้นรูปเป็นเป้าสารเคลือบ (Liu, Duh, Chung, & Wang, 2005) และ (3) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม (co-target) วิธีนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยใช้เป้าสารเคลือบสองชนิดแยกกันอย่างละหนึ่งชุด วิธีนี้มีข้อดีคือทำให้สามารถควบคุมหรือแปรค่าอัตราส่วนของสารเคลือบทั้งสองชนิดในเนื้อฟิล์มที่ได้ตามที่ต้องการโดยการควบคุมกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบแต่ละชุด (Wuhrer & Yeung, 2003)



ทั้งนี้โดยทั่วไปโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่ได้จากวิธีสปีดเทอริงอาจต่างกันไปขึ้นอยู่กับพารามิเตอร์การเคลือบ เช่น ความดัน กำลังไฟฟ้า อัตราไหลแก๊ส ฯลฯ ซึ่งปัจจุบันการวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ มุ่งความสนใจไปที่ผลของพารามิเตอร์การเคลือบที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์มบาง (Vetter, Scholl & Knotek, 1995 ; Aouadi et al., 2004) ดังนั้นการศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มยังสำคัญและจำเป็นต้องการวิจัยด้านฟิล์มบางต่อไป บทความนี้เป็นรายงานการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนโดยไม่ให้ความร้อนหรือความต่างศักย์ไบแอสแก่วัสดุรองรับด้วยวิธีเอกทีพีดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเทอริง เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบ ได้แก่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM และ EDX ตามลำดับ

## 2. วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ (TiCrN) ที่เคลือบด้วยวิธีเอกทีพีดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเทอริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน

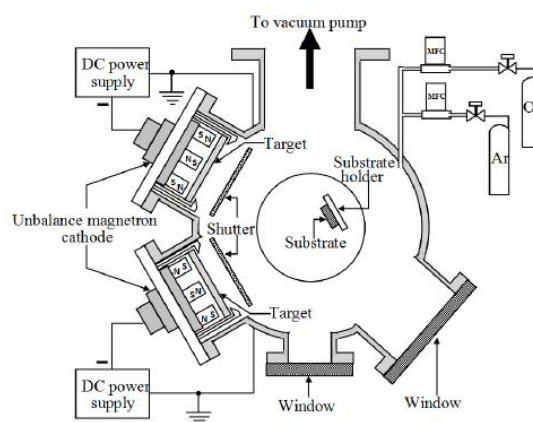
## 3. วิธีดำเนินการวิจัย

ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ในงานนี้ เตรียมด้วยวิธีเอกทีพีดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเทอริง จากเครื่องเคลือบทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm ใช้เป้าสารเคลือบเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm จำนวน 2 ชุด ได้แก่ ไทเทเนียม (99.97%) และ โครเมียม (99.97%) สำหรับแก๊สในกระบวนการเคลือบได้แก่ แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปีดเทอริง และแก๊สไนโตรเจน (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา การจ่ายแก๊สผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลของ MKS รุ่น type247D เครื่องสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบางแปรไอและเครื่องสูบลูกโรตารี เป็นเครื่องสูบท้าย ใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER รุ่น TPG262

การเคลือบเริ่มจากนำวัสดุรองรับ เข้าห้องเคลือบวางห่างจากเป้าสารเคลือบเท่ากับ 13 cm ลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ  $5.0 \times 10^{-5}$  mbar ปล่อยแก๊สเข้าห้องเคลือบผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สในหน่วยลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (Standard Cubic Centimeters per Minute; sccm) โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 10 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2, 4 และ 6 sccm ให้กระแสสปีดเทอริงของเป้าโครเมียมเท่ากับ 300 mA และกระแสสปีดเทอริงของเป้าไทเทเนียม เท่ากับ 900 mA ทั้งนี้ฟิล์มแต่ละชุดใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที



ฟิล์มที่ได้นำไปศึกษาโครงสร้างผลึก ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ของ Bruker รุ่น D8 ตรวจวัดแบบ 2 $\theta$ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง เท่ากับ 2 $^{\circ}$  สแกน 2 $\theta$  จาก 20 $^{\circ}$  ถึง 80 $^{\circ}$  ขนาดผลึกคำนวณจากสมการของ Scherrer ศึกษาองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO 1450VP ส่วนโครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวาง และความหนาศึกษาด้วยเครื่อง Field Emission SEM ของ Hitachi รุ่น s4700



ภาพที่ 1 ลักษณะและไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบาง

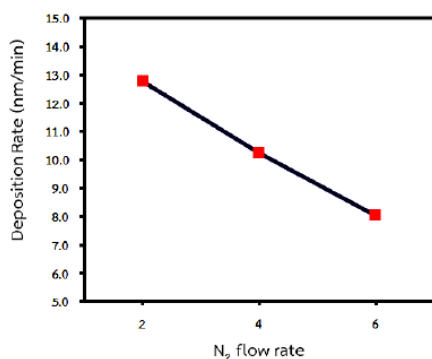
พารามิเตอร์	รายละเอียด
วิธีการเคลือบ	Reactive DC co-sputtering
ระยะห่างจากเป้าสารเคลือบ	13 cm
วัสดุรองรับ	Si-wafer, glass slide
เป้าสารเคลือบ	Ti (99.97%) , Cr (99.97%)
กำลังสปีดเตอริง; Ti	335-340 W
กำลังสปีดเตอริง; Cr	115-120 W
ความดันพื้น	$5.0 \times 10^{-5}$ mbar
ความดันขณะเคลือบ	$5.0 \times 10^{-3}$ mbar
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน	10 sccm
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	2, 4, 6 sccm
เวลาการเคลือบ	60 min



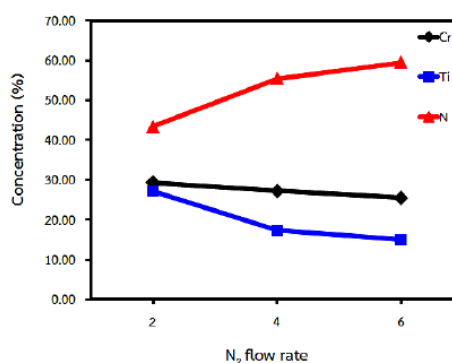
#### 4. ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ภาพที่ 1 แสดงอัตราเคลือบของฟิล์ม เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบ โดยอัตราเคลือบคำนวณจากค่าความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้หารด้วยเวลาที่ใช้ในการเคลือบ พบว่าอัตราเคลือบของฟิล์มมีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm อัตราเคลือบมีค่าเท่ากับ 12.78 nm/min และลดลงเป็น 8.05 nm/min เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm เหตุที่อัตราเคลือบมีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีค่ามากจะทำให้อะตอมของไนโตรเจนบางส่วนไปทำปฏิกิริยากับอะตอมของเป่าสารเคลือบแล้วเกิดเป็นสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป่าสารเคลือบซึ่งเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า poisoning ทำให้เป่าสารเคลือบถูกสปีดเตอร์ได้ยากขึ้น เพราะสารประกอบไนไตรด์มีค่ายึดต่ำกว่าโลหะ ทำให้อะตอมสารเคลือบในกระบวนการเคลือบ (ไทเทเนียม และ โครเมียม) ลดลงความหนาของฟิล์มในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) จึงลดลงตามไปด้วย

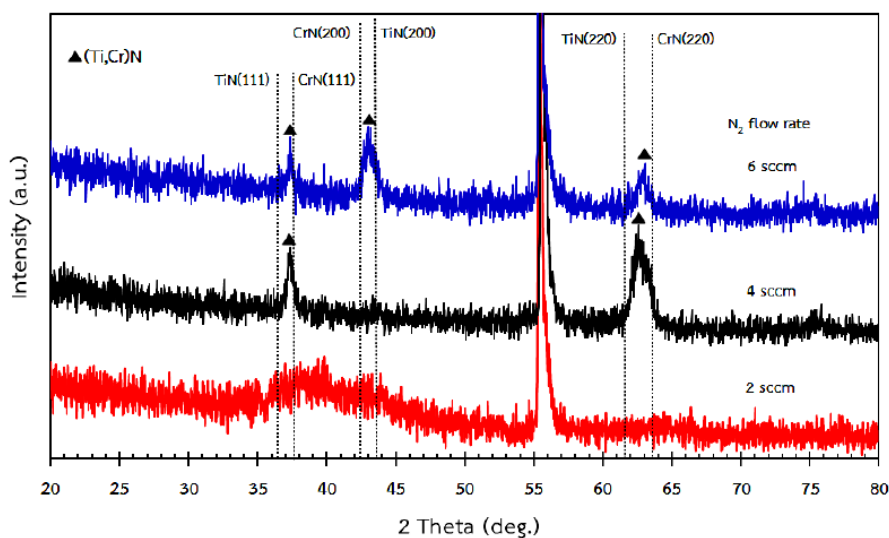
สำหรับองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มที่ได้ทั้งหมดมีอะตอมของธาตุ ไทเทเนียม (Ti) โครเมียม (Cr) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ ซึ่งแปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 2) โดยพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 2 sccm เป็น 6 sccm ปริมาณอะตอมของไทเทเนียมในฟิล์มมีค่าลดลงจาก 27.21% เป็น 14.98% ส่วนโครเมียมมีค่าลดลงจาก 29.35% เป็น 25.49% ขณะที่ไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 43.44% เป็น 59.54% ทั้งนี้สัดส่วนองค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไป ตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนที่เข้าร่วมหรือแทรกตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของไทเทเนียมและอะตอมของโครเมียมมีค่าลดลง



ภาพที่ 1 อัตราเคลือบฟิล์มเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์  
 เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

โครงสร้างผลึกของฟิล์ม จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังภาพที่ 3 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยที่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็นโดเมนขนาดใหญ่ ระหว่างมุม  $35.00^\circ$  ถึง  $45.00^\circ$  แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้ยังไม่เป็นผลึกส่วนหนึ่งอาจเกิดจาก ปริมาณไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบมีค่าน้อยกว่าที่จะรวมตัวกับอะตอมของสารเคลือบที่ได้จาก การสปีเตอร์ (ไทเทเนียม และ โครเมียม) ในการฟอร์มตัวเป็นผลึกของไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ทั้งนี้เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนให้สูงขึ้นเท่ากับ 4 sccm ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่มุม  $37.35^\circ$  และ  $62.74^\circ$  สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ ระนาบ (111) และ (220) และสุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 6 sccm ปรากฏ รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.36^\circ$ ,  $43.07^\circ$  และ  $62.95^\circ$  ซึ่งตรงกับโครงสร้างผลึกของ สารประกอบไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ



ตารางที่ 2 ค่าแลตทิซ ขนาดผลึก ความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้

N2 flow rate (sccm)	Lattice constant (Å)			Crystal size (nm)			Thickness (nm)
	TiCrN(111)	TiCrN(200)	TiCrN(220)	TiCrN(111)	TiCrN(200)	TiCrN(220)	
2	-	-	-	-	-	-	767
4	4.167	-	4.184	33.5	-	21.9	615
6	4.164	4.196	4.171	59.8	34.2	23.5	483

หมายเหตุ ค่าคงที่แลตทิซของ TiN = 4.238 Å, จาก JCPDS file No. 870633

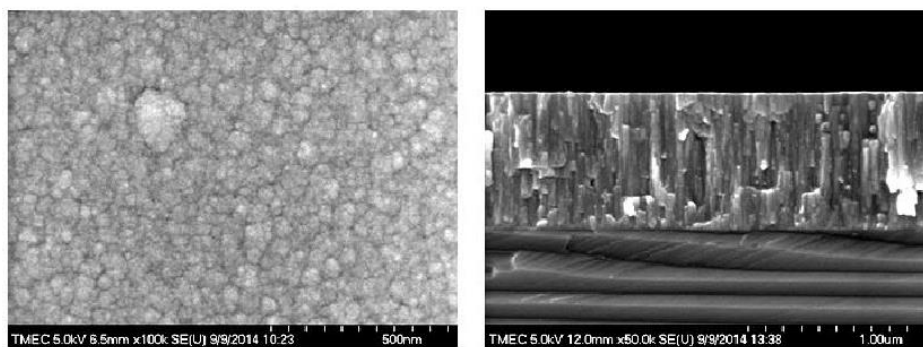
CrN = 4.140 Å, จาก JCPDS file No. 110065

สำหรับค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ซึ่งคำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (ตารางที่ 2) พบว่าฟิล์มที่ได้มีค่าคงที่แลตทิซลดลง เมื่อเทียบกับค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 870633 เนื่องจากการแทนที่อะตอมของโครเมียม (รัศมีของอะตอมประมาณ 139 pm) ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าอะตอมของไทเทเนียม (รัศมีของอะตอมประมาณ 160 pm) ในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกมีค่าลดลง ส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าลดลง ทำให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเลื่อนไปทางขวาของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer พบว่ามีสำหรับฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111) ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 33.5 nm เป็น 59.8 nm

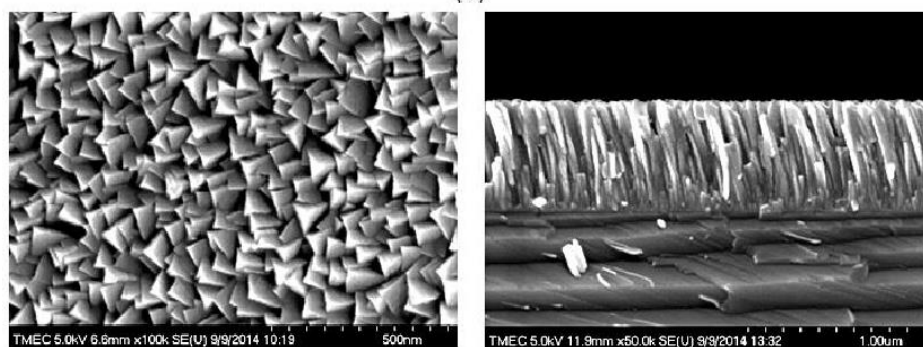
ภาพ 4 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม โดยรวมค่อนข้างเรียบ ส่วนฟิล์มที่เคลือบโดยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมคล้ายปริมาตรกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม สุดท้ายฟิล์มที่เคลือบโดยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm เกรนมีลักษณะเกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมที่มีขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ (ภาพที่ 4) จะเห็นว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เนื้อฟิล์มมีลักษณะหนาทึบแน่นไม่มีช่องว่าง (void) แต่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 4 sccm ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งแหลมเรียงในลักษณะคอลัมน์และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างมาก สุดท้ายเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm เนื้อฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบแท่งลดลงแต่มีลักษณะค่อนข้างทึบแน่นเพิ่มขึ้นรวมถึงช่องว่างในเนื้อฟิล์มก็ลดลงด้วย ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มมีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นโดยมีค่าลดลงจาก 767 nm เป็น 483 nm



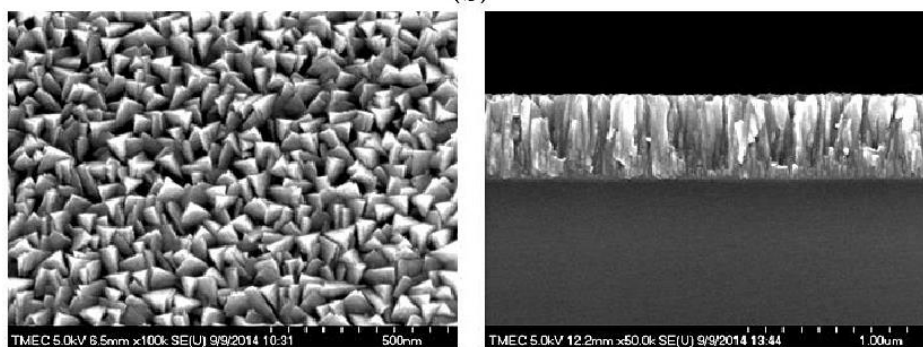
การประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ครั้งที่ 3: 2557  
 "การบูรณาการงานวิจัยไทยเชื่อมโยงกับเครือข่ายสังคมอาเซียน"  
 "Integration of Thai Research within the ASEAN Community Network"



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4 โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์  
 เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

(a) 2 sccm (b) 4 sccm (c) 6 sccm





## 5. สรุปและข้อเสนอแนะ

ฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์เคลือบด้วยวิธีรีเอกทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริงที่อุณหภูมิห้อง ผลการศึกษาพบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม ทั้งนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน และเปลี่ยนเป็นผลึกเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 4 และ 6 sccm โดยฟิล์มที่ได้แสดงโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111), (200) และ (220) และมีอะตอมของธาตุไทเทเนียม โครเมียม และ ไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ แปรค่าไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน นอกจากนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มความหนาฟิล์มมีค่าลดลงจาก 767 nm เป็น 483 nm ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 33.5 nm เป็น 59.8 nm สำหรับโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ปัจจุบันการเคลือบฟิล์มบางสามารถทำได้หลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีก็มีข้อดี-ข้อเสียแตกต่างกันไป บทความวิจัยนี้ได้นำเสนอวิธีการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ด้วยวิธีเคลือบใหม่คือ รีเอกทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ซึ่งมีข้อดีคือสามารถเคลือบฟิล์มไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิห้องและยังสามารถควบคุมองค์ประกอบธาตุของฟิล์มได้ตามต้องการ ผลงานวิจัยนี้เป็นข้อมูลพื้นฐานที่สำคัญในการวิจัยและพัฒนาการเตรียมฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิดสำหรับใช้เป็นชั้นเคลือบแข็ง ทั้งนี้ควรศึกษาเชิงลึกเกี่ยวกับผลของเงื่อนไขการเคลือบที่มีต่อโครงสร้างฟิล์ม เช่น การให้ความร้อน การเพิ่มศักย์ไบแอส ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ เป็นต้น รวมถึงศึกษาสมบัติต่างๆ ของฟิล์มเพิ่มเติม เช่น สมบัติด้านทรานสโปโรสปีดและความแข็ง เป็นต้น

## 6. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2557 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 88/2557 คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ในการทำวิจัยจนสำเร็จลุล่วงลงได้เป็นอย่างดี

## เอกสารอ้างอิง

Aouadi, S.M., Maeruf, T., Twesten, R.D., Mihut, D.M., & Rohde, S.L. (2006). Physical and mechanical properties of chromium zirconium nitride thin films. *Surface and Coatings Technology*, 200(11), 3411-3417.



- Chu, K., Shum, P.W., & Shen, Y.G. (2006). Substrate bias effects on mechanical and tribological properties of substitutional solid solution (Ti, Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering. *Materials Science & Engineering B*, 131, 62-71.
- Cunha, L., Andritschky, M., Rebouta, L., & Pischow, K. (1999). Corrosion of CrN and TiAlN coatings in chloride-containing atmospheres. *Surface and Coatings Technology*, 116-119, 1152-1160.
- Fanghua Mei, Nan Shao, Lun Wei, & Geyang Li. (2005). Effect of N<sub>2</sub> partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters*, 59, 2210-2213.
- Hsieh, J. H., Zhang, W. H., Li, C., & Sun, C. Q. (2001). Characterization of (Ti<sub>x</sub>Cr<sub>0.6-x</sub>)N<sub>0.4</sub> coatings and their tribological behaviors against an epoxy molding compound. *Surface and Coatings Technology*, 146-147, 331-337.
- Lee, K. H., Park, C. H., Yoon, Y. S., & Lee, J. J. (2001). Structure and properties of (Ti<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>)N coatings produced by the ion-plating method. *Thin Solid Films*, 385, 167-173.
- Liu, G.T., Duh, J.G., Chung, K.H., & Wang, J.H. (2005). Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti,Al)N coatings on dental alloys. *Surface and Coatings Technology*, 200, 2100-2105.
- Shum, P.W., Tam, W.C., Li, K.Y., Zhou, Z.F., & Shen, Y.G. (2004). Mechanical and tribological properties of titanium-aluminium-nitride films deposited by reactive close-field unbalance magnetron sputtering. *Wear*, 257, 1030-1040.
- Su, Y.L., Lin, J.S., Shiau, L.I., & Wu, J.D. (1993). A tribological investigation of physical vapour deposition TiN coatings paired with surface treated steels for machine element applications. *Wear*, 167, 73-83.
- Vetter, J., Scholl, H.J., & Knotek, O. (1995). (TiCr)N coatings deposited by cathodic vacuum arc evaporation. *Surface and Coatings Technology*, 74-75, 286-291.
- Wuhrer, R., & Yeung, W.Y. (2003). Effect of target-substrate working distance on magnetron sputter deposition of nanostructured titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, 49, 199-205.
- Zeng, X., Zhang, S., & Hsieh, J. (1998). Development of graded Cr-Ti-N coatings. *Surface and Coatings Technology*, 102, 108-112.



## ประวัติผู้วิจัย

### 1. ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายอำพล ฑีฆบุตร  
 ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยวิจัย / นิสิตบัณฑิตศึกษา  
 ที่อยู่ปัจจุบัน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลสมสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว  
 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา  
 ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.  
 โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084  
 E-mail t.ampol@hotmail.com



### 2. ประวัติการศึกษา

ปี พ.ศ.ที่จบ	วุฒิการศึกษา	สาขาวิชา	สถาบันที่จบ
2556	วท.บ.	ฟิสิกส์ประยุกต์	มหาวิทยาลัยบูรพา

### 3. ประวัติการทำงาน

ช่วงปี พ.ศ.	ตำแหน่ง	หน่วยงาน
พ.ศ.2556-ปัจจุบัน	ผู้ช่วยวิจัย	ห้องปฏิบัติการวิจัยพลสมสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131

### 4. ผลงานด้านการวิจัย

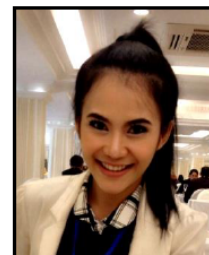
-



## ประวัติผู้วิจัย

### 1. ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นางสาวพรพิมล ธัญญะภูมิ  
 ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยวิจัย  
 ที่อยู่ปัจจุบัน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว  
 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา  
 ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.  
 โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084  
 E-mail noyny\_a@hotmail.com



### 2. ประวัติการศึกษา

ปี พ.ศ.ที่จบ	วุฒิการศึกษา	สาขาวิชา	สถาบันที่จบ
2554	วท.บ.	ฟิสิกส์ประยุกต์	มหาวิทยาลัยบูรพา

### 3. ประวัติการทำงาน

ช่วงปี พ.ศ.	ตำแหน่ง	หน่วยงาน
พ.ศ.2555-ปัจจุบัน	ผู้ช่วยวิจัย	ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131

### 4. ผลงานด้านการวิจัย

พัชรีย์ ภักดีเสนาหา, พรพิมล ธัญญะภูมิ, สุรสิงห์ ไชยคุณ และ นิรันดร์ วิทอนันต์. 2557. ผลของกำลังสเปคโตริงต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีอีพอกซีที่พดชิโคสปีดเตอริง. ในการประชุมวิชาการระดับชาติ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 6, 20-21 มีนาคม 2557, มหาวิทยาลัยบูรพา, ชลบุรี. 223-228.

Thunyaphum, P., Witit-anun, N., & Chaiyakun. S. 2014. Preparation and Characterizations of CrZrN Thin Film Deposited by DC Reactive Magnetron Co-Sputtering Method. In SIAM PHYSICS CONGRESS 2014. March 26-29, 2014. Rajamangala University of Technology Isan, Nakhon Ratchasima. 283.

Pakdeesahneha, P., Thunyaphum, P., Witit-anun, N., & Chaiyakun. S. 2014. Preparation and Characterizations of TiAlN Thin Film Deposited by Reactive DC Magnetron Co-Sputtering Method. In SIAM PHYSICS CONGRESS 2014. March 26-29, 2014. Rajamangala University of Technology Isan, Nakhon Ratchasima. 284.

Thunyaphum, P., Buranawong, A., Witit-anun, N., & Chaiyakun. S. 2014. Growth and Characterization of CrZrN Thin Film Deposited by DC Reactive Magnetron Co-Sputtering. In Burapha University International Conference 2014. July 3-4, 2014. Dusit Thani Pattaya, Pattaya, Chonburi.



## ประวัติผู้วิจัย

### 1. ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายนิรันดร์ วิทิตอนันต์  
 ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์  
 ที่อยู่ปัจจุบัน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสติกสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว  
 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา  
 ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.  
 โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084  
 E-mail nirun@buu.ac.th



### 2. ประวัติการศึกษา

ปี พ.ศ.ที่จบ	วุฒิการศึกษา	สาขาวิชา	สถาบันที่จบ
2553	ปร.ด.	ฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
2543	วท.ม.	ฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
2535	วท.ม.	วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
2532	กศ.บ.(เกียรตินิยม)	วิทยาศาสตร์-ฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร

### 3. ประวัติการทำงาน

ช่วงปี พ.ศ.	ตำแหน่ง	หน่วยงาน
พ.ศ.2550-ปัจจุบัน	กรรมการ	สมาคมฟิสิกส์ไทย
พ.ศ.2550-ปัจจุบัน	หัวหน้าห้องปฏิบัติการวิจัย พลาสติกสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว	ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ สว. สกอ. ศธ.
พ.ศ.2550-ปัจจุบัน	ประธานกรรมการ หลักสูตร วท.บ.ฟิสิกส์ประยุกต์	ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
พ.ศ.2550-2555	กรรมการจัดทำหลักสูตร ปร.ด.(ฟิสิกส์) กรรมการจัดทำหลักสูตร วท.ม.(ฟิสิกส์) กรรมการจัดทำหลักสูตร วท.ม.(ฟิสิกส์ศึกษา)	คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
พ.ศ.2549-2551	รองหัวหน้าภาควิชาฟิสิกส์	คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
พ.ศ.2540-ปัจจุบัน	ผู้ช่วยศาสตราจารย์	ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
พ.ศ.2539-2541	รองผู้อำนวยการ สำนักบริการวิชาการ	สำนักบริการวิชาการ มหาวิทยาลัยบูรพา
พ.ศ.2538-2539	รักษาราชการแทนรองผู้อำนวยการ สำนักบริการวิชาการ	สำนักบริการวิชาการ มหาวิทยาลัยบูรพา
พ.ศ.2535-2540	อาจารย์	ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา



#### 4. ผลงานด้านการวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ (selected paper)

1. Boosabarat,P., Honglertkongsakul, K., Ngamrunroj, D., **Witit-anun, N.**, & Chaikyakun, S. (2014). Effect of Current at Aluminum Target on the AZO Thin Films by DC Magnetron Sputtering. *Advanced Materials Research*, 979, 289-292.
2. Rattana, T., **Witit-anun, N.**, Suwanboon, S., & Chaikyakun, S. (2014). Preparation and properties of TiO<sub>2</sub> thin films deposited on different substrates by sol-gel method. *Advanced Materials Research*, 979, 355-358.
3. Tongwanichniyom, S., & **Witit-anun, N.** (2014). Structural and Optical Properties of Anatase-TiO<sub>2</sub> Sputtered nano-Thin Films. *Advanced Materials Research*, 979, 370-373.
4. **Witit-anun, N.**, & Chaikyakun, S. (2014). Structural and optical properties of ZrO<sub>2</sub> thin films deposited by reactive DC unbalanced magnetron sputtering. *Advanced Materials Research*, 979, 374-377.
5. Tongwanichniyom, S., Siriprom,W., Manop, D., Buranawong, A., Kaewkhao, J., & **Witit-anun, N.** (2013). Growth of Anatase TiO<sub>2</sub> Thin Films for Photokilling of Bacteria by Reactive Magnetron Sputtering Technique. *Advanced Materials Research*, 770, 173-176.
6. **Witit-anun, N.**, Kaewkhao, J., & Chaikyakun, S. (2013). Effect of Sputtering Power on Structural and Optical Properties of AlN Thin Films Deposited by Reactive DC Sputtering Technique. *Advanced Materials Research*, 770, 177-180.
7. Rattana, T., **Witit-anun, N.**, Suwanboon, S., & Chaikyakun, S. (2013). Influence of Annealing Temperature on Microstructural and Optical Properties of TiN Thin Films Deposited by DC Reactive Magnetron Sputtering. *Advanced Materials Research*, 770, 197-200.
8. Choeysuppakat, A., **Witit-anun, N.**, & Chaikyakun, S. (2013). Characterization of ZrN Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering. *Advanced Materials Research*, 770, 350-353.
9. Buranawong, A., **Witit-anun, N.**, & Chaikyakun, S. (2012). Total Pressure and Annealing Temperature Effects on Structure and Photo-Induce Hydrophilicity of Reactive DC Sputtered TiO<sub>2</sub> Thin Films. *Engineering Journal*, 16(3), DOI:10.4186/ej.2012.16.3.pp.
10. Kasemanankul, P., **Witit-anun, N.**, Chaikyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Apatite Formation on Rutile TiO<sub>2</sub> Film Deposited Using Dual Cathode DC Unbalanced Magnetron Sputtering. *Engineering Journal*, 16(3), DOI:10.4186/ej.2012.16.3.pp.
11. Thaveedeetrakul, A., Boonamnuyvitaya, V., & **Witit-anun, N.** (2012). Apatite Deposition on ZrO<sub>2</sub> Thin Films by DC Unbalanced Magnetron Sputtering. *Advances in Materials Physics and Chemistry*, 2(4B), 45-48. doi: 10.4236/ampc.2012.24B013.
12. Thaveedeetrakul, A., **Witit-anun, N.**, & Boonamnuyvitaya, V. (2012). The role of target-to-substrate distance on the DC magnetron sputtered zirconia thin films' bioactivity. *Applied Surface Science*, 258(7), 2612-2619.

มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ร่วมกับมหาวิทยาลัยราชภัฏสุราษฎร์ธานี มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา  
มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช มหาวิทยาลัยราชภัฏยะลา  
มหาวิทยาลัยทักษิณ และมหาวิทยาลัยวลัยลักษณ์ (สกอ.ภาคใต้ตอนบน)

ได้มอบเกียรติบัตรฉบับนี้ให้เพื่อแสดงว่า

นายอำพล ฑีฆบุตร

ได้นำเสนอผลงานวิจัย

ในการประชุมวิชาการ การนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ครั้งที่ 3  
“การบูรณาการงานวิจัยไทยเชื่อมโยงกับเครือข่ายสังคมอาเซียน”  
“Integration of Thai Research within the ASEAN Community Network”  
ให้ไว้ ณ วันที่ 17 ธันวาคม 2557  
ณ ศูนย์ประชุมมหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต

( ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประภา กาหทัย )  
อธิการบดีมหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต