

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โกลสปัตเตอริง

สุพัตรา แก้ววงษา

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
มิถุนายน 2559
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณา
วิทยานิพนธ์ของ สุพัตรา แก้ววงษา ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์



..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ)

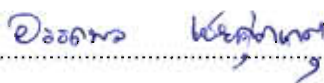
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธาน
(ดร.ภ.พ็องนุญ ปานศิลา)



..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ)



..... กรรมการ
(ดร.อรรถพล เชยศุกเกต)



..... กรรมการ
(ดร.การะเกด เทศศรี)

คณะวิทยาศาสตร์อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพา



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

วันที่ 15 เดือน สิงหาคม พ.ศ. 2559

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงด้วยความกรุณาจาก รองศาสตราจารย์ สุรสิงห์ ไชยคุณ อาจารย์ที่ปรึกษา ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ด้วยความละเอียดถี่ถ้วน และเอาใจใส่ด้วยดีเสมอมา ขอขอบคุณดร.ภ.พึงบุญ ปานศิลา ที่ให้ความกรุณามาเป็นประธานกรรมการสอบ ขอขอบคุณดร.อรรถพล เชยสุภกฤต และดร.กัระเกศ เทศศรี ที่ให้ความกรุณาเป็นกรรมการสอบ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง จึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ณ โอกาสนี้

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่และบุคลากรของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง (VTTF) ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์และช่วยเหลือในการทำวิจัยด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่คอยให้ความช่วยเหลือเป็นกำลังใจตลอดเวลา เสมอมา รวมถึง ผู้หวังดีและเพื่อนสนิททุก ๆ คน ที่คอยให้กำลังใจยามท้อแท้หมดกำลังใจ และขอขอบคุณท่านอื่น ๆ ที่มีได้เอ่ยนามในที่นี้ ที่คอยให้กำลังใจและให้ความช่วยเหลือในหลายด้าน ทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี

สุพัตรา แก้ววงษา

56910501: สาขาวิชา: ฟิสิกส์; วท.ม. (ฟิสิกส์)

คำสำคัญ: ฟิ์มบาง/โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์/รีแอคทีฟโคสปีดเตอริง

สุพัตรา แก้ววงษา: การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิ์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF CrZrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE DC MAGNETRON CO-SPUTTERING) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: สุรสิงห์ ไชยคุณ, Ph.D. 109 หน้า. ปี พ.ศ. 2559.

ฟิ์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริงบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอริงของเป้าเซอร์โคเนียม (I_{Zr}) ในช่วง 0.5 A ถึง 2.0 A ที่มีต่อโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิ์ม ด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscope (AFM), Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) และ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ตามลำดับ ผลจากการศึกษาพบว่า โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิ์ม ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม โดยฟิ์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้มีโครงสร้างผลึก ระนาบ (111), (200) และ (220) ขนาดผลึกลดลงเมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ความหยาบผิวของฟิ์มมีค่าอยู่ระหว่าง 0.888 – 1.959 นาโนเมตร ขณะที่ความหนาของฟิ์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 324 ถึง 669 นาโนเมตร ผลจากการวิเคราะห์ด้วย EDX พบว่าองค์ประกอบธาตุของฟิ์ม ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

56910501: MAJOR: PHYSICS; M.Sc. (PHYSICS)

KEYWORDS: THIN FILM/ CHROMIUM ZIRCONIUM NITRIDE/ REACTIVE CO-SPUTTERING

SUPATTRA KAEWWONGSA: PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF CrZrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE DC MAGNETRON CO-SPUTTERING.

ADVISORY COMMITTEE: SURASINGH CHAIYACOUN, Ph. D. 109 P. 2016.

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited by reactive DC magnetron co-sputtering method on glass slides and silicon wafers. The effect of zirconium sputtering current (I_{Zr}) ranging from 0.5 A to 2.0 A on the crystal structure, crystallite size, surface morphology, thickness and composition of the films were characterized by X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX), respectively. The results showed that the crystal structure, crystallite size, surface morphology, thickness and composition of the films are strongly dependent on the zirconium sputtering current (I_{Zr}). All the films are composed of the CrZrN crystal structure (111), (200) and (220) planes. The crystallite sizes decreased with increasing Zr current. The surface roughness of the films were in the range of 0.888 to 1.959 nm, whereas thickness increased from 324 to 669 nm. The EDX measurement indicated that the composition of the film are strongly dependent on the zirconium sputtering current (I_{Zr}).

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
ขอบเขตของการวิจัย.....	5
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	6
การก่อเกิดฟิล์มบาง	7
โครงสร้างของฟิล์มบาง.....	9
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง	11
กระบวนการ โกลว์ดีสชาร์จ	19
ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเทอริง	23
ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเทอริง.....	25
ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเทอริง.....	30
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธี รีแอกตีฟ สปีดเทอริง	33
การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง.....	35
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	47

สารบัญ (ต่อ)

บทที่		
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	51
	กรอบแนวคิดของงานวิจัย.....	51
	เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	53
	เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคทีฟ ดีซี โคสปีดเตอร์ริง.....	56
	การสร้างสภาวะสุญญากาศ.....	58
	การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม.....	61
	การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์.....	62
	การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง.....	64
	เงื่อนไขการทดลอง.....	67
4	ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....	70
	ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม.....	70
	ผลของเวลาในการเคลือบ.....	81
5	สรุปผล.....	85
	ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม.....	85
	ผลของเวลาในการเคลือบ.....	86
	บรรณานุกรม.....	87
	ภาคผนวก.....	89
	ภาคผนวก ก การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซและขนาดผลึก.....	90
	ภาคผนวก ข ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่.....	98
	ประวัติย่อของผู้วิจัย.....	109

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2-1	พลังงานขีดเริ่มของเป้าสารเคลือบชนิดต่าง ๆ 16
3-1	เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ..... 67
3-2	เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ..... 68
4-1	ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ..... 73
4-2	ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ..... 74
ก-1	โครงสร้างระบบผลึก..... 92

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 การก่อเกิดฟิล์มบาง	8
2-2 ลักษณะ โครงสร้างของฟิล์มบางในรูปแบบต่าง ๆ	9
2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	12
2-4 แผนภาพการทำงานของเครื่องเคลือบสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง	14
2-5 ยึดตัวของทองแดงที่ถูกชนด้วยไอออนจากแก๊สอาร์กอนที่พลังงานต่าง ๆ	16
2-6 การเปลี่ยนแปลงค่ายึดของเป้าทองแดง (Cu) , เงิน (Ag) และแทนทาลัม (Ta) เมื่อใช้ไอออนพลังงาน 45 keV จากธาตุที่มีเลขอะตอมค่าต่าง ๆ	17
2-7 การเปลี่ยนแปลงของยึดเมื่อใช้ไอออนของปรอทพลังงาน 200 eV ชนเป้า นิกเกิล (Ni), โมลิบดีนัม (Mo) , ทังสเตน (W) และทองคำขาว (Pt) ที่มุมการตกกระทบค่าต่าง ๆ (วัดเทียบกับแนวชนตั้งฉากบนเป้า)	18
2-8 ความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกระแสและแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของกระบวนการเกิด ดิซี โกลว์ดิสชาร์จ ในหลอดสุญญากาศบรรจุแก๊สไนออน	20
2-9 ความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าทะลายและผลคูณระหว่างความดัน (P) และระยะระหว่างอิเล็กโตรด (d)	21
2-10 โกลว์ดิสชาร์จของหลอดไนออนยาว 50 cm ที่ความดัน 1.33 mbar	22
2-11 ระบบเคลือบแบบ ดิซี สปัตเตอร์ริง	24
2-12 ผลของความดันที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ริงของนิกเกิลที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	25
2-13 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	26
2-14 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่าง ๆ โดยที่ a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่าง ๆ	28
2-15 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแม่กนีตรอน สปัตเตอร์ริง	29
2-16 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอันบาลานซ์ แม่กนีตรอน สปัตเตอร์ริง	31
2-17 ลักษณะพลาสมาของระบบสปัตเตอร์ริง	33

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
2-18 การเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นสารประกอบระหว่างแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอม เป้าสารเคลื่อนในบริเวณต่าง ๆ	34
2-19 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม	36
2-20 ตัวอย่าง XRD Spectrum ของฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์	38
2-21 การทำงานของเครื่อง Atomic Force Microscope	39
2-22 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ	39
2-23 ลักษณะการสั้นของคานที่มีเข็มติด	41
2-24 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Electron Microscope	43
2-25 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง	45
2-26 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้น ความลึกต่าง ๆ	45
2-27 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy	47
3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย	52
3-2 เครื่องเคลื่อนสุญญากาศระบบรีแอกตีฟ ดีซี โคสปีดเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย	54
3-3 เครื่อง X-Ray Diffractometer	54
3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope	55
3-5 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope และ เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy	55
3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลื่อนที่ใช้ในงานวิจัย	56
3-7 แผนภาพจำลองของเครื่องเคลื่อนที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านบน (Top View)	57
3-8 แผนภาพจำลองของเครื่องเคลื่อนที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านข้าง (Side View)	57
3-9 ไลอะแกรมระบบเครื่องสูบลำสุญญากาศ ของระบบเคลื่อนสปีดเตอริง	60
3-10 การล้างวัสดุรองรับ	61

สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
3-11 การเคลือบฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์	63
3-12 ระบบผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก	65
4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่เคลือบบน กระจกสไลด์ ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ	70
4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่าง ๆ	72
4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน	72
4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียม ในไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่าง ๆ	75
4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ	77
4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้า ของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ	78
4-7 ตัวอย่าง EDX Spectrum ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม 2.0 A	78
4-8 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ	79
4-9 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ที่เคลือบบน กระจกสไลด์ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ	81
4-10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ	82
4-11 ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ที่เวลาในการเคลือบ ต่าง ๆ	83
4-12 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ที่เวลาใน การเคลือบต่าง ๆ	84

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การปรับปรุงผิววัสดุทำได้หลายวิธี แต่ที่กำลังได้รับความสนใจ คือ การเคลือบผิววัสดุในลักษณะฟิล์มบาง (Thin Film) ซึ่งทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีนั้น จำเป็นต้องใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลัก ซึ่งหลังการเคลือบมักมีสารละลายเคมีที่เหลือใช้จำนวนมากซึ่งยากต่อการกำจัด อีกทั้งยังก่อให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย แต่สำหรับการเคลือบด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้วยังให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงกว่ากระบวนการทางเคมีอีกด้วย

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์มีหลายวิธี แต่ละวิธีก็มีข้อดี-ข้อเสียต่างกัน แต่มีวิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพในการเคลือบสูง คือ การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) กระบวนการนี้เกิดขึ้นภายใต้ความดันต่ำประมาณ 10^{-3} - 10^{-1} mbar และอาศัยการดีสชาร์จไฟฟ้าของแก๊สทำให้แตกตัวเป็นไอออน จากนั้นไอออนจะถูกเร่งให้วิ่งเข้าชนแผ่นเป้าสารเคลือบ (Target) ซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแรงสูง อนุภาคของเป้าสารเคลือบที่ถูกชนด้วยไอออนของแก๊สพลังงานสูงนั้นจะหลุดจากเป้าสารเคลือบและวิ่งออกมาด้วยความเร็วสูงเข้าชนและพอกพูน (Deposition) เป็นชั้นของฟิล์มบางเคลือบลงบนวัสดุรองรับ (Substrate) ในทุกทิศทาง และเนื่องจากพลังงานของอนุภาคสารเคลือบที่หลุดออกมาจากกระบวนการสปัตเตอร์ริงนี้สูงมาก เมื่อตกกระทบบนวัสดุรองรับก็จะฝังตัวลงในเนื้อของวัสดุรองรับทำให้การยึดเกาะของฟิล์มที่เคลือบได้ดีมาก ข้อดีสำคัญของการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงคือวัสดุรองรับ อาจเป็นโลหะหรืออโลหะก็ได้ ขณะเดียวกันสารที่ต้องการเคลือบอาจเป็นโลหะหรืออโลหะก็ได้เช่นเดียวกัน ปัจจุบันในภาคอุตสาหกรรมมีการนำวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมาใช้ในกระบวนการผลิตอุปกรณ์เครื่องมือและวัสดุต่าง ๆ มากมาย โดยฟิล์มบางที่ได้นั้นอาจเป็นแบบชั้นเดียวหรือแบบหลายชั้น อาจเป็นฟิล์มของสารชนิดเดียวหรือสารประกอบ และอาจมีลักษณะหรือขนาดแตกต่างกันไป ขึ้นอยู่กับลักษณะการใช้งานเป็นสำคัญ

การประยุกต์ใช้การเคลือบด้วยวิธีสเปคโตรริงสำหรับการเคลือบผิววัสดุในลักษณะของฟิล์มบาง เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงผิวให้เหมาะสม อาจแยกเป็น 3 กลุ่ม คือ (1) กลุ่มชั้นเคลือบแสง (Optical Coating) เช่น การเคลือบฟิล์ม Al_2O_3 , TiO_2 , AlN บนกระจกแผ่นเรียบและอุปกรณ์ทางแสง (2) กลุ่มชั้นเคลือบสมบัติเฉพาะด้าน (Functional Coating) เช่น การเคลือบฟิล์มบาง TiO_2 บนกระจกแผ่นเรียบเพื่อให้มีสมบัติทำความสะอาดตัวเอง (Self-Cleaning Glass) ซึ่งสามารถกำจัดสิ่งสกปรกและทำให้น้ำไม่จับตัวเป็นหยดเมื่อสัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ต และ (3) กลุ่มชั้นเคลือบแข็ง (Hard Coating) เป็นการเคลือบเพื่อทำให้ผิวของวัสดุมีความแข็งมากขึ้น เพื่อยืดอายุการใช้งานให้นานขึ้น เช่น การเคลือบฟิล์มบาง $TiZrN$, CrN และ ZrN บนเครื่องมือช่าง เป็นต้น

การเคลือบแข็งในลักษณะฟิล์มบางนิยมใช้เคลือบบนผิวเครื่องมือตัดเฉาะต่าง ๆ ทางอุตสาหกรรม อีกทั้งยังได้รับความสนใจจากนักวิจัยและกลุ่มวิจัยทั่วโลกในช่วงทศวรรษที่ผ่านมา เนื่องจากการปรับปรุงพื้นผิวของเครื่องมือตัดเฉาะให้มีความแข็ง ยืดอายุการใช้งาน ซึ่งช่วยลดต้นทุนในการผลิต และยังเป็น การเพิ่มมูลค่าให้กับเครื่องมือตัดเฉาะอีกด้วย สำหรับลักษณะของฟิล์มบางที่มักนิยมใช้เคลือบแข็ง มักอยู่ในรูปของสารประกอบไนไตรด์ หรือ คาร์ไบน์ ของธาตุทรานซิชัน เช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN), เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN), โครเมียมไนไตรด์ (CrN) และไทเทเนียมคาร์ไบน์ (TiC) ฯลฯ โดยไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เป็นชั้นเคลือบแข็งที่ได้รับความนิยมมากที่สุด เนื่องจากมีคุณสมบัติที่ดี เช่น มีความแข็งสูง มีเสถียรภาพทางเคมีและความร้อน (สุรศักดิ์ สุรินทร์พงษ์, 2544) มีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานพื้นผิวดำ ทนทานต่อการสึกหรอได้ดี มีสภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำ และมีสีทองสวยงาม (Nose, Zhon, Honbo, Yokota, & Saji, 2001) ส่วนการเคลือบอีกตัวอย่างหนึ่งที่น่าสนใจ คือ โครเมียมไนไตรด์ (CrN) ซึ่งเป็นโลหะทรานซิชันที่มีความแข็งสูง (Bertrand, Savall, & Meunier, 1997) ทนต่อการขีดสีและการกัดกร่อน (Sue & Chang, 1995) ทนต่ออุณหภูมิสูง และด้านการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง อีกทั้งยังมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ (Zenghu, Jiawan, Qianxi, Xiaojiang, & Geyang, 2003) ทั้งนี้ชั้นเคลือบ หรือ ฟิล์มบางที่เกิดจากสารประกอบของธาตุสองชนิดว่า ชั้นเคลือบของสารประกอบสองชนิด (Binary Coating) อย่างไรก็ดี ชั้นเคลือบของสารประกอบสองชนิดนั้นมีข้อจำกัดบางประการตามสมบัติเฉพาะตัวของชั้นเคลือบหรือฟิล์มนั้น ๆ ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาชั้นเคลือบชนิดใหม่ที่ประกอบด้วยธาตุสามชนิดเรียกว่า ชั้นเคลือบของสารประกอบสามชนิด (Ternary Coating) เช่น $TiAlN$, $CrAlN$ และ $CrZrN$ ซึ่งชั้นเคลือบของสารประกอบสามชนิดเหล่านี้สามารถแก้ปัญหาและทดแทนความต้องการในงานเฉพาะทางบางอย่างได้ดี อีกทั้งมักมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่ากลุ่มชั้นเคลือบของสารประกอบสองชนิด เมื่อใช้งานในลักษณะเดียวกัน

ปัญหาอีกอย่างหนึ่งของการใช้งานของเครื่องจักรและอุปกรณ์ต่าง ๆ ในโรงงานอุตสาหกรรม คือ เครื่องจักรและชิ้นส่วนของอุปกรณ์ต่าง ๆ มีอายุการใช้งานที่จำกัด ทำให้ต้องหยุดการทำงานเพื่อเปลี่ยนชิ้นส่วนที่มีปัญหา ส่งผลให้เสียเวลาในการทำงานซึ่งอาจทำให้ต้นทุนในการผลิตสูงขึ้น ทั้งนี้แนวทางหนึ่งในการแก้ปัญหาดังกล่าว คือ การปรับปรุงพื้นผิวชิ้นงานด้วยการเคลือบ โดยเฉพาะการเคลือบแข็ง (Hard coating) ด้วยชั้นเคลือบหรือสารเคลือบที่เหมาะสม เพื่อยืดอายุการใช้งานของชิ้นส่วนต่าง ๆ ของเครื่องจักร ทั้งนี้ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เป็นสารเคลือบแข็งที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอุปกรณ์เครื่องจักรต่าง ๆ เป็นอย่างมากเนื่องจากมีคุณสมบัติเชิงกล และสมบัติไตรโบโลยีที่ดี

ชั้นเคลือบของโลหะทรานซิชันไนไตรด์ได้รับความสนใจมาก เนื่องจากเป็นชั้นเคลือบที่มีค่าความแข็งสูง ยึดเกาะผิวโลหะและทนต่อการกัดกร่อน (Forníés, Galindo, Sánchez, & Albella, 2006) ทั้งนี้โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เป็นโลหะทรานซิชันประเภทหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจเพราะมีค่าความแข็งสูงและมีคุณสมบัติในการต้านทานการกัดกร่อนและต้านทานการสึกหรอที่ดีกว่าโครเมียมไนไตรด์ (GwangSeok, BomSok, SangYul, & JunHee, 2005) อีกทั้งโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์สามารถนำมาเคลือบเพื่อตกแต่งให้วัสดุมีความสวยงามได้อีกด้วย เมื่อทำการทดสอบคุณสมบัติเชิงกลของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์พบว่ามีความแข็งสูงมากและยังมีความยืดหยุ่นและความเหนียวที่มากขึ้น ซึ่งเมื่อมีความยืดหยุ่นและความเหนียวที่มากขึ้นแล้วจึงส่งผลทำให้ความเปราะแตกง่ายลดลง (Aouadi, Maeruf, Twesten, Mihut, & Rohde, 2006) จากสมบัติดังกล่าวจึงทำให้มีการวิจัยและพัฒนาฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์อย่างต่อเนื่องและกว้างขวางในงานด้านต่าง ๆ เช่น การป้องกันการกัดกร่อนและการขัดสีในวัสดุรองรับที่บอบบาง เช่น พลาสติก (Bienk, Reitz, & Mikkelsen, 1995) แม่พิมพ์ตอกโลหะ ชิ้นส่วนยานยนต์และเครื่องประดับ เป็นต้น

โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เป็นชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางกลุ่มไนไตรด์ที่เรียกว่า Ternary Nitride เนื่องจาก มีสาร 2 ชนิด (โครเมียมและเซอร์โคเนียม) เป็นองค์ประกอบ ทั้งนี้การเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิคสเปคโตรริง สามารถใช้เป่าสารเคลือบในกระบวนการเคลือบ 2 แบบ คือ (1) การใช้เป่าสารเคลือบที่เป็นโลหะผสมของโครเมียมและเซอร์โคเนียม หรือเรียกว่า “เป่าผสม” (Alloy Target) และ (2) การใช้เป่าสารเคลือบโครเมียมแยกจากเป่าสารเคลือบเซอร์โคเนียม หรือเรียกว่า “เป่าร่วม” (Co-Target) โดยแต่ละวิธีจะมีข้อแตกต่างกันไปตามลักษณะของเป่าและฟิล์มบางที่เตรียมได้ สำหรับเป่าสารเคลือบที่เป็นโลหะผสมนั้น มีข้อดี คือสามารถกำหนดให้องค์ประกอบของธาตุในฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เป็นไปตามที่ต้องการได้ตามสัดส่วนของโครเมียมและเซอร์โคเนียมที่ผสมอยู่ในเป่าสารเคลือบ แต่มีราคาค่อนข้างสูง และในกรณีที่ต้องการ

ฟิล์มบางที่มีสัดส่วนต่าง ๆ กัน ต้องใช้เป่าสารเคลือบจำนวนมาก ในขณะที่เป่าสารเคลือบแบบแยก นั้นมีราคาถูกกว่า และสามารถปรับเปลี่ยนองค์ประกอบของธาตุโครเมียมและเซอร์โคเนียมในฟิล์ม บางได้หลากหลายโดยการควบคุมกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป่าสารเคลือบแต่ละชุด

ทั้งนี้เป็นที่ทราบกันว่า โครงสร้าง ลักษณะเฉพาะ ตลอดจนสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบ ได้ อาจแตกต่างกันไป หากใช้วิธีการเคลือบ เทคนิคและเงื่อนไขแตกต่างกัน การควบคุมตัวแปรและ เงื่อนไขการเคลือบจึงเป็นสิ่งสำคัญต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มเพื่อให้ได้สมบัติตรงตามความ ต้องการ ซึ่งจากการศึกษาวิจัยที่ผ่านมาพบว่าตัวแปรต่าง ๆ ในการเคลือบล้วนมีผลต่อ ลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์มทั้งสิ้น จากรายละเอียดดังกล่าวข้างต้น ทำให้ผู้วิจัยสนใจที่จะ ศึกษาขั้นตอนและกระบวนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โครสปัตเตอริง โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป่าสารเคลือบและแปรค่าเวลา ในการเคลือบเพื่อศึกษาถึงผลของกระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมและเวลาในการเคลือบที่มีต่อ การเกิดฟิล์มบางและสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ และศึกษาลักษณะเฉพาะ ของชิ้นงานที่เคลือบโดยศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว และความหนาด้วยเทคนิค AFM ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FE-SEM และองค์ประกอบธาตุวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการประยุกต์ใช้ ต่อไป

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โครสปัตเตอริง
2. เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมและเวลาในการเคลือบ ที่มีผลต่อ โครงสร้างและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ทำให้ทราบขั้นตอนที่เหมาะสมของการเตรียมฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โครสปัตเตอริงและทราบลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ เพื่อนำมาสรุปหาความสัมพันธ์ของเงื่อนไขการเคลือบต่อ โครงสร้างและสมบัติของฟิล์มบางโครเมียม เซอร์โคเนียมไนไตรด์ เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการวิจัยต่อไป

ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้จะศึกษากระบวนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอน โดสปีดเตอริง โดยตัวแปรที่จะใช้ในการศึกษา คือ กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมและเวลาในการเคลือบ ส่วนการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้จะใช้เทคนิค XRD เพื่อศึกษาเฟสและโครงสร้างผลึก ใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบ ใช้เทคนิค EDX เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีและใช้เทคนิค FE-SEM เพื่อศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้กล่าวถึงทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ ซึ่งประกอบด้วย กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง การก่อเกิดฟิล์มบาง โครงสร้างของฟิล์มบาง การเคลือบฟิล์มบางด้วย วิธีสปัตเตอร์ริง กระบวนการโกล์วดีสซาร์จ ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง การเคลือบฟิล์มบาง ด้วยวิธีรีแอคทีฟ สปัตเตอร์ริง และการหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบาง (Thin Film) ในสุญญากาศครั้งแรกทำโดย Bunsen และ Grove ในปี ค.ศ.1852 โดยพื้นฐานแล้วแนวคิดเกี่ยวกับ การเคลือบในสุญญากาศหรือการเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยว บนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางมาก ในระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตร จึงอาจกล่าวได้ว่า “ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ ” อย่างไรก็ตามการระบุว่าฟิล์มใดเป็น “ฟิล์มบาง” นั้นอาจพิจารณาได้จากลักษณะการใช้งานว่าใช้สมบัติด้านใดของฟิล์ม กล่าวคือ ถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) จะเรียกฟิล์มนั้นว่า “ฟิล์มบาง” แต่ถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) จะเรียกฟิล์มนั้นว่า “ฟิล์มหนา” ทั้งนี้จะเห็นว่า ฟิล์มเดียวกันนั้นอาจเป็นทั้ง “ฟิล์มบาง” หรือ “ฟิล์มหนา” ก็ได้ขึ้นกับลักษณะการใช้งาน (Bunshah, 1994)

ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมาย เช่น งานด้าน อิเล็กทรอนิกส์ เช่น สารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำ และฟิล์มตัวต้านทาน หรืองานด้านทัศนศาสตร์ เช่น เลนส์ กระจกสะท้อนแสง กระจกสะท้อนความร้อน เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้วิธีการเคลือบฟิล์มบางในการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการศึกษาสมบัติทางกายภาพของวัสดุในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางอย่างไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน (Bulk) เพราะฉะนั้นข้อมูลเหล่านี้มีประโยชน์อย่างมากต่อการพัฒนาวัสดุเพื่อนำไปใช้ในอุตสาหกรรม

การเคลือบฟิล์มบางเป็นกระบวนการที่ทำให้สารเคลือบตกเคลือบลงบนผิววัสดุรองรับที่ต้องการ ซึ่งสามารถทำได้ทั้งกระบวนการทางเคมีหรือกระบวนการทางฟิสิกส์ โดยพื้นฐานแล้ว กระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) โดยทั่วไปแล้วสารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส ก็ได้ แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอระเหย เท่านั้น ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อน หรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

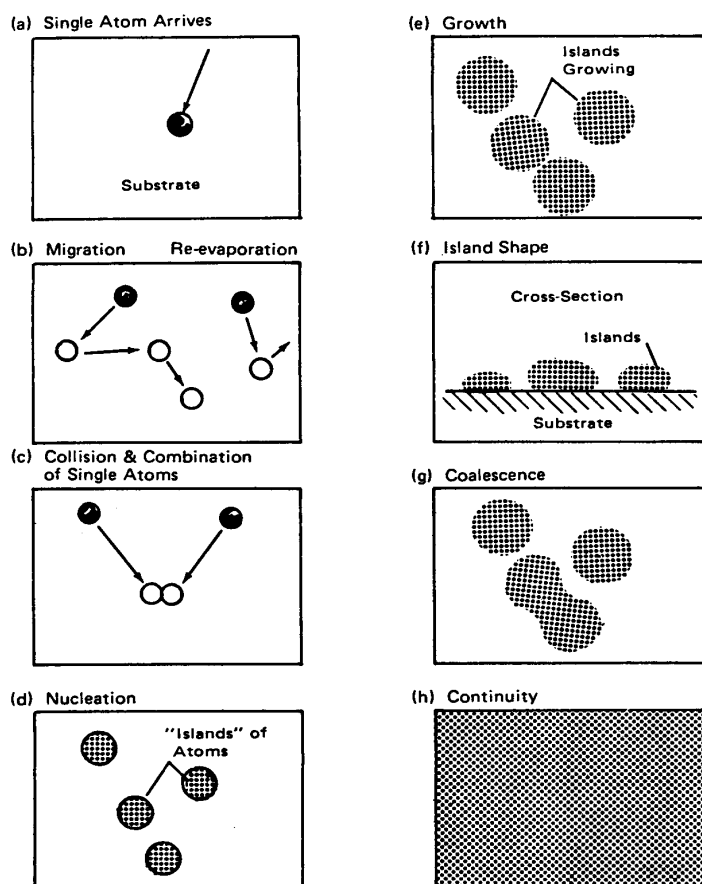
2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศ ไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การควบแน่น (Deposition) เป็นการพอกพูนและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นฟิล์มบางบนวัสดุรองรับส่วนของการควบแน่นและพอกพูนของชั้นฟิล์มบางนั้น จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

การก่อเกิดฟิล์มบาง

การเกิดฟิล์มบางจากกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ Chapman (1980) แบ่งออกเป็นขั้นตอนต่าง ๆ ดังภาพที่ 2-1 ในขั้นต้นเมื่อสารเคลือบจากแหล่งกำเนิดสารเคลือบเคลื่อนที่มาถึงวัสดุรองรับ (Substrate) สารเคลือบที่กระทบผิววัสดุรองรับส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอะตอมหรือโมเลกุล (ภาพที่ 2-1 (a)) โดยพลังงานพันธะ (Bonding Energy) ระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับวัสดุรองรับและอุณหภูมิของวัสดุรองรับ จะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ (Diffusion) ของสารเคลือบบนผิววัสดุรองรับ อะตอมของสารเคลือบจะตกกระทบผิววัสดุรองรับ ในตำแหน่งที่เรียกว่าตำแหน่งการดูดซับ (Adsorption Site) ทำให้เกิดการเกาะติดหรือถ้ามีพลังงานมากพอก็อาจกระโดดข้ามกำแพงพลังงานไปยังบริเวณที่อยู่ติดกันหรือหลุดออกจากตำแหน่งนั้นไป (ภาพที่ 2-1 (b)) ในช่วงเวลาหนึ่ง อะตอมสารเคลือบอาจเกิดการระเหยกลับและเกิดการรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ด้วยกัน เมื่ออะตอมของสารเคลือบรวมตัวกันอาจเกิดเป็นอะตอมคู่ (ภาพที่ 2-1 (c)) ซึ่งมีความเสถียรมากกว่าอะตอมเดี่ยว (Single Atom) ซึ่งการรวมตัวกันของอะตอมนั้นจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของอะตอมเดี่ยวและอัตราเคลือบ (Deposition Rate) อะตอมคู่อาจรวมตัวกับอะตอมเดี่ยวอื่นแล้วกลายเป็นสามอะตอม (Triplets) หรือ สี่อะตอม (Quadruplets) หรืออื่น ๆ

ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า สภาวะการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) ดังภาพที่ 2-1 (d) ทำให้ได้กลุ่มอะตอมกึ่งเสถียร (Quasi-Stable Islands) จากนั้นกลุ่มอะตอมจะเริ่มโตขึ้นเรียกว่า การโตเป็นกลุ่มก้อน (Island Growth) ขนาดของกลุ่มอะตอมจะใหญ่ขึ้น โดยมีจำนวนอะตอมเท่าเดิม หรือเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ภาพที่ 2-1 (e) และ 2-1 (f)) การโตของกลุ่มอะตอมนี้จะเกิดขึ้นเรื่อย ๆ จนกระทั่งขอบของแต่ละกลุ่มอะตอมชนกัน เรียกว่า การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอม (Agglomeration หรือ Coalescence) (ภาพที่ 2-1 (g)) จากการศึกษาด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM) พบว่าขณะที่กลุ่มอะตอมรวมกันเป็นก้อนอะตอมจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid-Like Behaviour) และมีการจัดเรียงทิศทางในเชิงผลึกวิทยา (Crystallographic Orientation) ด้วยการรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอมจะเกิดขึ้นจนกระทั่งเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่อง (ภาพที่ 2-1 (h)) แต่ในบางกรณีการเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่องจะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์เมื่อฟิล์มมีความหนาโดยเฉลี่ยประมาณ $0.04 - 0.05 \mu\text{m}$ ลักษณะผิวของฟิล์มบางขณะเกิดการรวมกลุ่มอะตอมจะดูคล้ายเนินเขาและหุบเขา



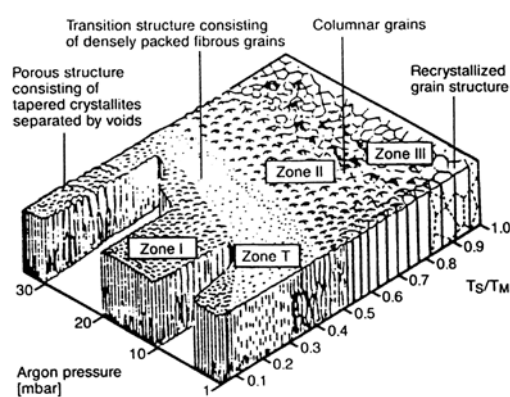
ภาพที่ 2-1 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

เมื่อพิจารณาการเกิดฟิล์มในสภาวะที่เป็นกลุ่มอะตอม (Island) พบว่าอาจเป็นกลุ่มของผลึกเดี่ยวหรือกลุ่มของผลึกคู่หรือมากกว่านั้น ซึ่งกลุ่มอะตอมเหล่านี้จะตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นวัสดุหลายผลึก ทิศทางการจัดเรียงตัว (Orientation) ของแต่ละกลุ่มอะตอมนั้นจะเป็นแบบสุ่ม (Random) ทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีโครงสร้างเป็นหลายผลึกด้วย แต่ถ้ากลุ่มอะตอมเหล่านั้นตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นผลึกเดี่ยว การจัดเรียงตัวของฟิล์มก็จะมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว และเรียกการเกิดฟิล์มแบบผลึกเดี่ยวประเภทนี้ว่า เอพิแทกซี (Epitaxy)

ถ้าอะตอมที่ผิวของวัสดุรองรับมีพลังงานเพียงพอ อะตอมเหล่านั้นจะเคลื่อนที่เพื่อเลือกเข้าไปอยู่ในตำแหน่งที่มีพลังงานต่ำกว่าเสมอ ทั้งนี้ความสามารถในการเคลื่อนที่ (Mobility) ของอะตอมจะเพิ่มขึ้น ถ้าอุณหภูมิที่ผิววัสดุรองรับสูงขึ้น นอกจากนี้การลดอัตราเคลือบยังสามารถช่วยให้การโตของผลึกเกิดได้ดียิ่งขึ้น เพราะอะตอมมีเวลาในการโตมากพอ ดังนั้นถ้าอุณหภูมิของวัสดุรองรับสูงและมีอัตราเคลือบต่ำจะได้ฟิล์มที่มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้น มีข้อบกพร่องในเกรนน้อยลง และได้ฟิล์มที่มีความหนามากพอสำหรับการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์ ในทางกลับกันถ้าอุณหภูมิวัสดุรองรับต่ำแต่อัตราเคลือบสูงก็จะให้ผลลักษณะเดียวกัน

โครงสร้างของฟิล์มบาง

โครงสร้างของฟิล์มบางจะเป็นไปตามเงื่อนไขของอัตราส่วนระหว่างอุณหภูมิเคลือบกับอุณหภูมิหลอมเหลว (T/T_m) ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 ส่วน ตามลักษณะโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพ (ซีวาร์ตน์ ม่วงพัฒน์, 2544) ดังภาพที่ 2-2



ภาพที่ 2-2 ลักษณะโครงสร้างของฟิล์มบางในรูปแบบต่าง ๆ (ซีวาร์ตน์ ม่วงพัฒน์, 2544)

1. บริเวณ 1 (Zone I) เป็นการเคลือบ ที่เกิดในช่วงอุณหภูมิต่ำ และความดันขณะเคลือบมีค่าสูง อะตอมที่อยู่บนผิววัสดุรองรับจะมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำ ทำให้เกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มเล็ก ๆ กระจัดกระจาย และเกิดเป็นโครงสร้างผลึกที่มีลักษณะเรียวยาวแบบ Tapers Crystallites จากนิวเคลียสที่มีปริมาณจำกัด ทำให้เกิดความหนาแน่นของโครงสร้างต่ำ มีช่องว่างขนาดความกว้างในระดับ 100 \AA ที่ T/T_m เท่ากับ 0 - 0.1 ที่ความดัน 1 mtorr ถ้าความดันสูง บริเวณนี้จะขยายกว้างสู่บริเวณที่มีอุณหภูมิสูงขึ้น และทำให้ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้น ถ้า T/T_m เพิ่มขึ้น เนื่องจากที่ความดันสูงความหนาแน่นของแก๊สในภาชนะสุญญากาศมีมากขึ้น อนุภาคของสารเคลือบจะเคลื่อนที่ตกลงมาได้ยากขึ้น ทำให้อนุภาคของสารเคลือบตกลงมาได้ช้าลง และขณะที่ตกอาจรวมตัวกับอนุภาคอื่น ทำให้อนุภาคที่ตกลงมามีขนาดใหญ่ และมีเวลาในการเคลื่อนที่เพื่อฟอร์มตัวเป็นนิวเคลียสมากขึ้น จึงทำให้ช่องว่างระหว่างเกรนมีขนาดใหญ่เกิดขึ้น ลักษณะของฟิล์มบางที่ขรุขระมักจะเกิดจากความไม่สม่ำเสมอของการโตของนิวเคลียส โดยอุณหภูมิที่มีผลต่อการโตของฟิล์มมักจะมาจากไอออนที่ระดมยิงเป็นส่วนใหญ่

2. บริเวณ T (Zone T) เป็นบริเวณต้นแบบสำหรับการเคลือบฟิล์มด้วยระบบสปัตเตอร์ โดยที่ค่าของ T/T_m อยู่ในช่วง 0.1 - 0.5 ที่ความดันขณะเคลือบประมาณ 1 mtorr เกิดในช่วงระหว่างบริเวณ 1 และบริเวณ 2 อะตอมที่อยู่บนผิววัสดุรองรับจะมีปริมาณมากขึ้น และได้รับพลังงานจากการชนของอนุภาคสารเคลือบ ทำให้อนุภาคของวัสดุรองรับเพิ่มขึ้น ค่า Surface Mobility จะเพิ่มขึ้น และโครงสร้างในบริเวณ 1 ก็จะเข้าสู่บริเวณ T ซึ่งจะเริ่มมีเกรนยาว (Fibrous Grain) เต็มพื้นที่ และขอบเกรนมีความหนาแน่นสูงขึ้นไปจึงมีการแพร่ของอะตอมผ่านขอบเกรนที่ไม่แข็งแรงนั้นเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน จนกลายเป็นคอลัมน์ (Columnar) ต่อไป โดยปราศจากช่องว่างบริเวณที่ขอบ

3. บริเวณ 2 (Zone II) ที่บริเวณ 2 จะมีค่า T/T_m อยู่ระหว่าง 0.5 - 0.8 ที่ความดันขณะเคลือบประมาณ 1 mtorr จะเกิดการแพร่ที่รอยต่อระหว่างขอบเกรน จนเกิดเป็นโครงสร้างแบบคอลัมน์ที่เกิดจากการอยู่กันอย่างหนาแน่นของผลึกทั้งหลาย ขนาดของเกรนและความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิในการเคลือบและอัตราการเคลือบเพิ่ม (มีผลต่อ Surface Mobility ของอะตอม) และขนาดของคอลัมน์จะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เนื่องจากการแพร่ที่บริเวณรอยต่อระหว่างขอบคอลัมน์

4. บริเวณ 3 (Zone III) บริเวณนี้อุณหภูมิสูงสุดและค่า T/T_m อยู่ระหว่าง 0.8 - 1.0 ที่ความดันขณะเคลือบประมาณ 1 mtorr การแพร่จะมีค่าสูง และส่งผลต่อโครงสร้างสุดท้าย โครงสร้างที่ได้จะเป็นเกรนที่มีด้านเท่ากันหมด ขนาดของ คอลัมน์ จะมีขนาดใหญ่ และความหนาแน่นเพิ่มขึ้นอย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิสูงอาจจะทำให้เกิดการจัดเรียงผลึกใหม่ (Recrystallization)

เนื่องมาจากพลังงานสะสมของความเครียด (Stored Strain Energy) ที่เกิดขึ้นตั้งแต่ตอนเคลือบ เกรนที่เกิดขึ้นในชั้นตอนนี้จะเปลี่ยนจาก คอลัมน์าร์ เป็นผลึกเดี่ยว

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางที่เกิดจากสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์วิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอร์ริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยอนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ และเนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ในการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงจะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสดา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

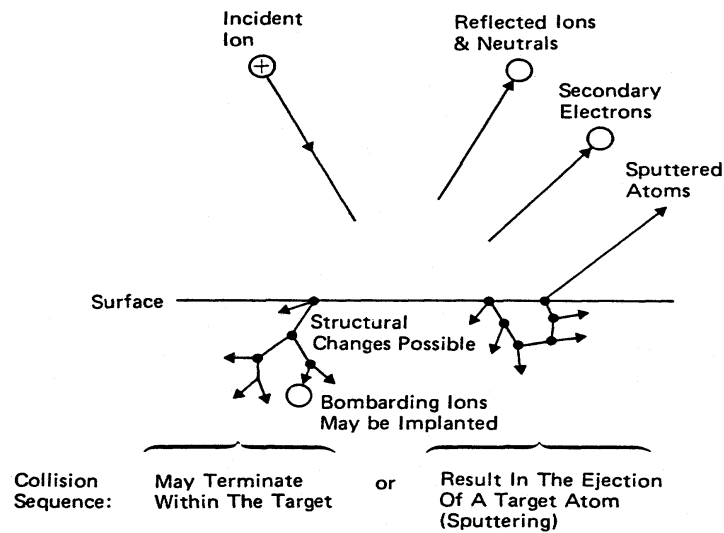
เมื่อผิวหน้าของวัสดุถูกระดมยิงด้วยอนุภาคพลังงานสูงจะทำให้เกิดการสึกกร่อนและมีอนุภาคที่ผิวหน้าของวัสดุนั้นหลุดมา เนื่องจากการชนของอนุภาคพลังงานสูงกับอนุภาคที่ผิวหน้าปรากฏการณ์ที่อนุภาคผิวหน้าวัสดุหลุดออกมาเรียกว่า สปัตเตอร์ (Sputter) หรือสปัตเตอร์ริง (Sputtering) ดังแสดงในภาพที่ 2-3 กระบวนการสปัตเตอร์ริงนี้ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อ 100 กว่าปีที่ผ่านมาโดย Grove ซึ่งในขณะนั้นสปัตเตอร์ริงเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดความเสียหายกับคาโทดและกริดในหลอดดิสราร์จแต่ปัจจุบันมีการนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางเช่น การทำความสะอาดผิวหน้า (Surface Cleaning) การกัดเซาะ (Etching) การวิเคราะห์ชั้นผิวหน้าของวัสดุ (Surface Layer Analysis) และการเคลือบฟิล์มบาง

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอร์ริง อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้า อันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2. การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ



ภาพที่ 2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/ พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

1.4 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผิวสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered Surface Layer

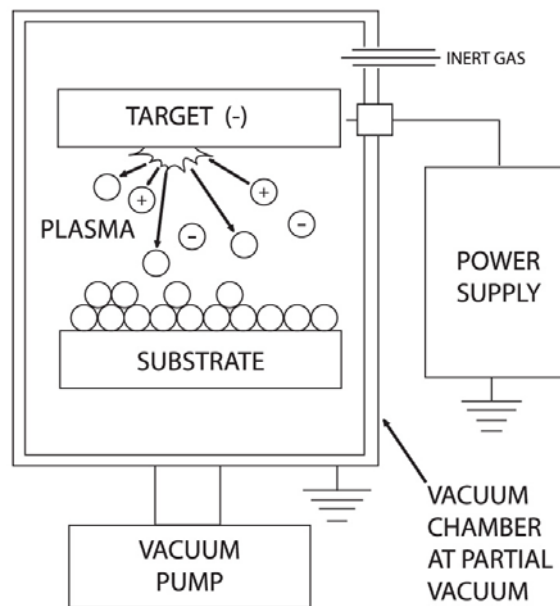
1.5 การสปัตเตอร์ (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบ ซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอร์ริง

2. กระบวนการสปัตเตอร์ริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอร์ริง คือ

2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ แต่การทำให้อนุภาคที่เป็นกลางมีพลังงานสูงเกิน 10 eV เพื่อใช้ในกระบวนการสปัตเตอริงทำได้ค่อนข้างยาก วิธีการหนึ่งที่นิยมคือการเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมระดับพลังงานไอออนตามต้องการ อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่เกิดได้ง่ายและสามารถเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้ แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าอะตอมของสารเคลือบมากทำให้การถ่ายเทพลังงานและ โมเมนตัมต่ออะตอมสารเคลือบนั้นเป็นไปได้โดยไม่มีประสิทธิภาพและไม่สามารถทำให้กระบวนการสปัตเตอริงเกิดขึ้นได้ ตามทฤษฎีทางฟิสิกส์การชนกันระหว่าง 2 อนุภาคที่มีการส่งถ่ายพลังงานและ โมเมนตัมดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากันดังนั้นเราจึงเลือกการเร่งไอออนของกิสในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความที่ต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ทั้งนี้สามารถทำได้หลายวิธี เช่นการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูงหรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง โดยจากหลักการและวิธีการของกระบวนการสปัตเตอริงที่กล่าวมาข้างต้นจะแสดงดังภาพที่ 2-4



ภาพที่ 2-4 แผนภาพการทำงานของเครื่องเคลือบสุญญากาศด้วยวิธีสปีดเตอริง

3. ค่ายึดค้ของสปีดเตอริง (Sputtering Yield: S) คือ ค่าเฉลี่ยปริมาณการหลุดของอะตอมเป้าสารเคลือบต่อปริมาณการชนของไอออน 1 อนุภาค มีหน่วยเป็น อะตอมต่อไอออน การวัดค่ายึดค้นี้ สามารถทำได้โดยการหาน้ำหนักหรือความหนาที่ลดลงของเป้าสารเคลือบ หรือหาได้จากวัสดุทั้งหมดที่ถูกสปีดเตอริง หรืออาจหาได้จากการตรวจวัดสปีดเตอริงอะตอม (Sputter Atom) ขณะที่ยังฟุ้งกระจาย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547) ค่ายึดค้ของกระบวนการสปีดเตอริงจะเปลี่ยนไปตามภาวะต่าง ๆ ดังนี้

3.1 เปลี่ยนแปลงตามพลังงานไอออน การชนของอนุภาค 2 อนุภาคในแนวเดียวกัน การถ่ายเทพลังงานระหว่างอนุภาคจะเป็นไปตามสมการที่ (2.1)

$$\Delta E = \frac{4mM}{(m+M)^2} \quad (2.1)$$

เมื่อ	ΔE	คือพลังงานที่ถ่ายเทระหว่างอนุภาค
	m	คือมวลอะตอมที่ถูกระดม
	M	คือมวลของอะตอมที่วิ่งเข้าชน

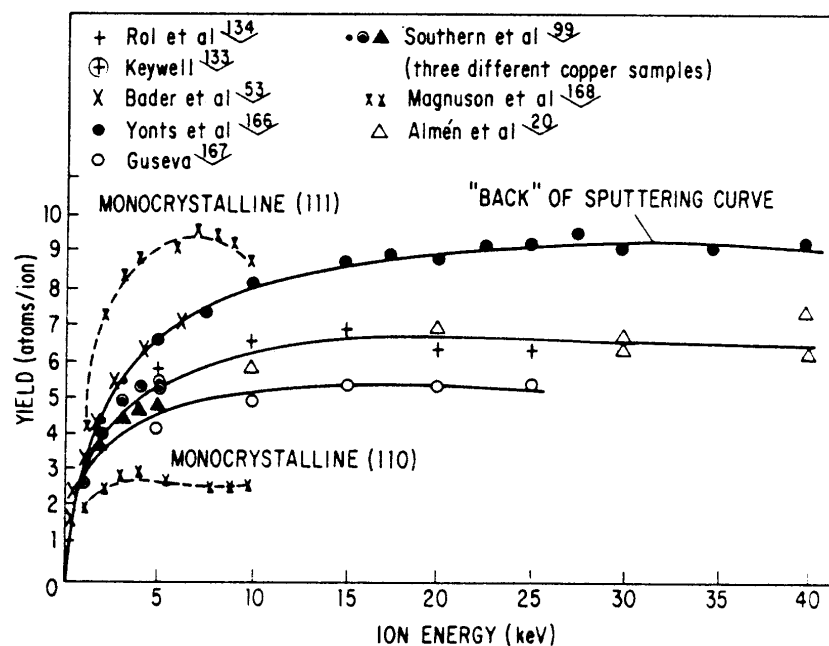
เมื่อพลังงานไอออนมีค่าต่ำมากค่ายึดจากกระบวนการสปีดเตอริง จะมีค่าเป็นศูนย์ เนื่องจากไม่สามารถเอาชนะแรงยึดเกาะระหว่างอะตอมบนเป้าสารเคลือบได้ เมื่อไอออนมีพลังงานสูงขึ้นเกินกว่า 4 H (H คือค่าพลังงานเฉลี่ยที่ใช้ในการระเหิด 1 อะตอม จากผิวสารเคลือบ) ถ้าพลังงานไอออนสูงมากพอในการทำให้เกิดกระบวนการชนอย่างต่อเนื่องระหว่างอะตอมสารเคลือบและเริ่มมีการปลดปล่อยอะตอมสารเคลือบ เรียกพลังงานค่านี้ว่า พลังงานขีดเริ่ม (Threshold Energies) ซึ่งเปลี่ยนแปลงไประหว่างคู่การชนของอนุภาค (ตารางที่ 2-1)

เมื่อไอออนชนมีพลังงานสูงขึ้นยึดจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วแบบเอ็กซ์โพเนนเชียล ในช่วงแรกและเปลี่ยนเป็นการเพิ่มแบบเชิงเส้นจากนั้นจึงมีการอิ่มตัว (Saturation) ของค่ายึด เมื่อพลังงานไอออนมีค่าสูงมาก ทั้งนี้เนื่องจากไอออนพลังงานสูงมีโอกาสในการฝังตัวบนผิวเป้าสารเคลือบสูงขึ้นทำให้ยึดของสารเคลือบมีค่าคงที่ จากนั้นจะมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเพิ่มพลังงานไอออนให้สูงมากขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 2-5

ตาราง 2-1 พลังงานขีดเริ่มของเป้าสารเคลือบชนิดต่าง ๆ (Maissel & Gland, 1970)

	Ne	Ar	Kr	Xe	Hg		Ne	Ar	Kr	Xe	Hg
Be	12	15	15	15	-	Mo	24	24	28	27	32
Al	13	13	15	18	18	Rh	25	24	25	25	-
Ti	22	20	17	18	25	Pd	20	20	20	15	20
C	21	23	25	28	25	Ag	12	15	15	17	-
Cr	22	22	18	20	23	Ta	25	26	30	30	30
Fe	22	20	25	23	25	W	35	33	30	30	30
Co	20	25	22	22	-	Re	35	35	25	30	35
Ni	23	21	25	20	-	Pt	27	25	22	22	25
Cu	17	17	16	15	20	Au	20	20	20	18	-
Ge	223	25	22	18	25	Th	20	24	25	25	-
Zr	23	22	18	25	30	U	20	23	25	22	27
Nb	27	25	26	32	-						

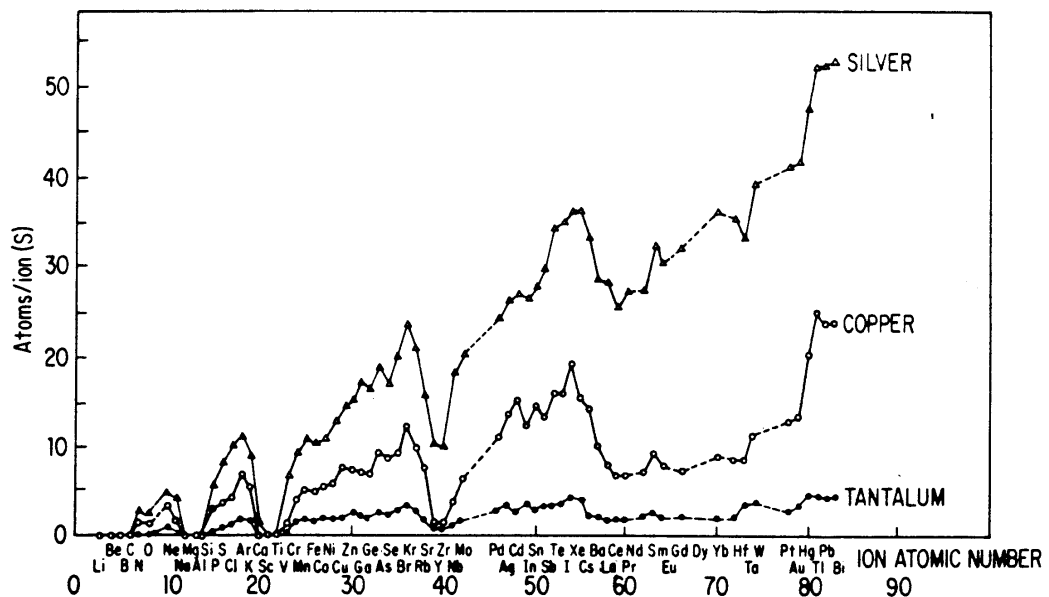
Boldface values are those for which the energy-transfer factor $4m_1m_2/(m_1+m_2)^2$ is 0.9 or higher



ภาพที่ 2-5 ยี่ดัดของทองแดงที่ถูกชนด้วยไอออนจากแก๊สอาร์กอนที่พลังงานต่าง ๆ (Maissel & Gland, 1970)

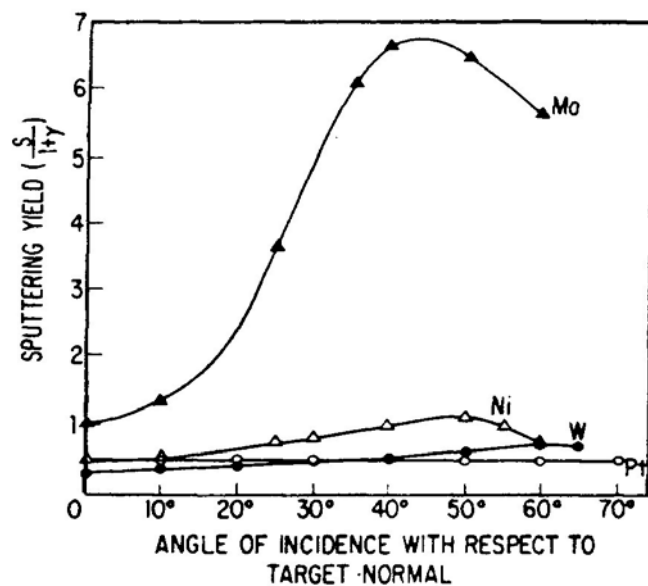
3.2 เปลี่ยนแปลงตามระนาบผลึกของผิวเป้าสารเคลือบ จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้เป้าสารเคลือบที่เป็นผลึกเดี่ยวค่าyieldจะมีความมากที่สุดเมื่อไอออนชนเป้าในแนวระนาบที่มีอะตอมหนาแน่นที่สุด และมีค่าต่ำในระนาบที่มีอะตอมเบาบาง ในทองแดงซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ FCC (Face Centered Cubic) พบว่าการชนบนระนาบ (111) ซึ่งมีความหนาแน่นอะตอมสูงสุด yield จะมีความค่าสูงสุดเมื่อใช้ค่าพลังงานไอออนในการชนค่าเดียวกัน ส่วนระนาบที่มีความหนาแน่นอะตอมต่ำ ไอออนมีแนวโน้มวิ่งฝังตัวในเป้าสารเคลือบมากขึ้น

3.3 เปลี่ยนแปลงตามชนิดของไอออนที่ชนเป้าสารเคลือบ ค่าyield จากเป้าสารเคลือบชนิดเดียวกัน เมื่อใช้ไอออนต่างชนิดกันวิ่งชนจะมีความแตกต่างกันออกไป แม้สมการที่ 1 แสดงให้เห็นว่าการถ่ายเทพลังงานระหว่าง 2 อนุภาคที่ชนกันจะมีความสูงที่สุดเมื่อมวลของอะตอมทั้งสองมีค่าเท่ากัน แต่อะตอมบนเป้าสารเคลือบยึดเกาะกับอะตอมข้างเคียงจึงทำตัวเสมือนมีมวลยังผลสูงกว่ามวลของอะตอมเดี่ยวจึงพบว่าyield มีความสูงขึ้นเมื่อใช้ไอออนที่มีมวลสูงกว่ามวลของอะตอมเป้าสารเคลือบ ภาพที่ 2-6 แสดงการเปลี่ยนแปลงของค่าyield พบว่ามีค่าสูงสุดเป็นช่วง ๆ ณ ตำแหน่งที่ใช้ไอออนจากแก๊สเฉื่อย คือแก๊ส Ne, Ar, Kr, และ Xe ซึ่งเป็นอะตอมที่มีอิเล็กตรอนครบ 8 ในวงนอกสุด สาเหตุของการเกิดจุดสูงสุดของค่าyield เป็นช่วง ๆ นี้ยังไม่มีคำอธิบายที่ชัดเจน



ภาพที่ 2-6 การเปลี่ยนแปลงค่าyield ของเป้าทองแดง (Cu) , เงิน (Ag) และแทนทาลัม (Ta) เมื่อใช้ไอออนพลังงาน 45 keV จากธาตุที่มีเลขอะตอมค่าต่าง ๆ (Maissel & Gland, 1970)

3.4 เปลี่ยนแปลงตามมุมตกกระทบของไอออนบนเป้าสารเคลือบ จากการทดลองของ Maissel and Glang พบว่า เมื่อเพิ่มมุมเอียงของการชนจากไอออนบนเป้าหมายขึ้นยิลด์จะมีค่าสูงขึ้นตามมุมที่เอียง เนื่องจากอะตอมสารเคลือบที่หลุดออกมาเปลี่ยนจากการกระเจิงกลับ (Back Scattering) เป็นการกระเจิงไปข้างหน้า (Forward Scattering) ซึ่งเป็นกระบวนการที่ต้องการจำนวนครั้งของการชนระหว่างอะตอมน้อยกว่าทำให้ยิลด์สูงขึ้นจนถึงจุดหนึ่งซึ่งมีค่าสูงสุดที่องศาการเอียงมากกว่า 45° จากนั้นยิลด์จะมีค่าลดลงเมื่อมุมสูงขึ้น และเป็นศูนย์เมื่อมุมเอียงมีค่า 90° โดยขณะนั้นพื้นที่การชนเมื่อมองจากไอออนมีค่าเป็นศูนย์ ภาพที่ 2-7



ภาพที่ 2-7 การเปลี่ยนแปลงของยิลด์เมื่อใช้ไอออนของปรอทพลังงาน 200 eV ชนเป้านิกเกิล (Ni), โมลิบดีนัม (Mo), ทังสเตน (W) และทองคำขาว (Pt) ที่มุมการตกกระทบค่าต่าง ๆ (วัดเทียบกับแนวชนตั้งฉากบนเป้า) (Maissel & Gland, 1970)

4. ความเร็วและพลังงานของอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์หลุดออกจากผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ด้วยวิธีการสปัตเตอร์มีพลังงานจลน์ค่อนข้างสูงและมากกว่าพลังงานของอะตอมที่หลุดออกด้วยวิธีการระเหยสารประมาณ 50 - 100 เท่า อะตอมมีการกระจายพลังงานแบบ Maxwellian โดยที่พลังงานส่วนใหญ่มีค่าต่ำกว่า 10 eV และอีกส่วนหนึ่งมีพลังงานระหว่าง 10 - 40 eV ถ้าไอออนที่มีพลังงานสูงขึ้น พลังงานเฉลี่ยของอะตอมจากสปัตเตอร์จึงจะมีค่าสูงขึ้นจนเมื่อไอออนที่วิ่งชนมีพลังงานเกิน 1 keV พลังงานเฉลี่ยของอะตอมจากการสปัตเตอร์จะไม่เพิ่มขึ้นและเป้าที่มีค่ายิลด์สูงมีแนวโน้มทำให้พลังงานเฉลี่ยของอะตอมที่หลุดออกมามีค่าต่ำ เนื่องจากไอออนที่วิ่งชนเมื่อเฉลี่ย

พลังงานให้กับอะตอมที่หลุดออกมาจำนวนมาก อะตอมแต่ละตัวจะรับพลังงานเฉลี่ยจากไอออนได้น้อยลง

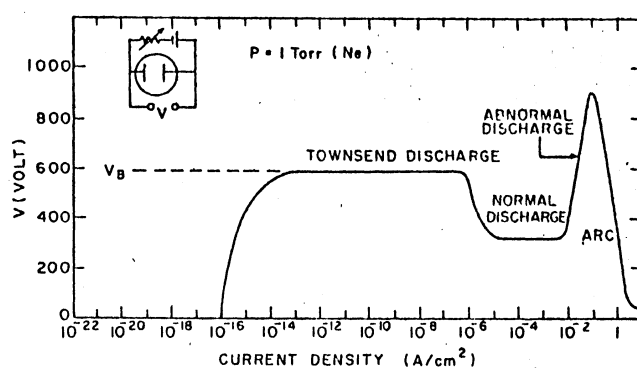
กระบวนการโกลว์ดิซชาร์จ

กระบวนการโกลว์ดิซชาร์จมีหลักการทั่วไป คือ ให้แรงดันกระแสตรงกับขั้วอิเล็กโทรด 2 ขั้ว ที่วางห่างกันเป็นระยะ d ภายใต้ความดันประมาณ 1.33 mbar ของแก๊สไนออน พบว่าช่วงแรกทีเพิ่มแรงดันทางไฟฟ้าจะมีกระแสไหลในวงจรน้อยมาก กระแสส่วนนี้เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไอออนของแก๊สที่เกิดขึ้นตลอดเวลาในบรรยากาศเนื่องจากการชนของรังสีคอสมิกและถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้า กระแสนี้จะมีค่าค่อนข้างคงที่เพราะอัตราการเกิดประจุขึ้นอยู่กับความเข้มของรังสี เมื่อศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นใกล้ค่าแรงดันไฟฟ้าทะลาย (Breakdown Voltage: VB) พลังงานของประจุที่ถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าจะมีค่าสูงขึ้นจนสามารถชนโมเลกุลของแก๊สทำให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวกและอิเล็กตรอนซึ่งจะถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าให้มีการชนและเกิดการไอออไนซ์เพิ่มขึ้น ส่วนของไอออนบวกจะถูกเร่งเข้าชนขั้วคาโทด ทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) เรียกกระบวนการช่วงนี้ว่า ทาวนด์เซนต์ดิซชาร์จ (Townsend Discharge) อธิบายโดย พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิษฐา รัตนะ (2547)

เมื่อแรงดันไฟฟ้าเพิ่มขึ้นถึงแรงดันไฟฟ้าทะลายจะเกิดกระบวนการถล่ม (Avalanche) ทำให้ปริมาณไอออนบวกวิ่งเข้าชนคาโทดมากขึ้นและมีการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิมากขึ้น ซึ่งจะถูกร่งให้วิ่งเข้าหาขั้วแอโนดขณะเดียวกันอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้ก็จะมีการชนกับโมเลกุลของแก๊สทำให้เกิดไอออนมากขึ้น สุดท้ายไอออนบวกที่เพิ่มขึ้นมากขึ้นนี้จะวิ่งเข้าชนคาโทดแล้วเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิเพิ่มขึ้นตามมาด้วย และชนโมเลกุลแก๊สทำให้เกิดผลิตไอออนเพิ่มขึ้นทำให้กระแสเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนมีปริมาณไอออนมากเพียงพอที่จะผลิตอิเล็กตรอนได้ในจำนวนคงที่ ช่วงนี้ระบบสามารถรักษาสภาพดิซชาร์จได้เองโดยไม่ต้องอาศัยแหล่งกำเนิดจากรังสีภายนอกในการผลิตไอออน ช่วงนี้แก๊สภายในระบบจะเกิดการเรืองแสงขึ้น แรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดลดค่าลงและกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเรียก การเรืองแสงปกติ หรือ นอร์มอลโกลว์ (Normal Glow) สถานะนี้อัตราการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิต่ออัตราการชนของไอออนมีค่าค่อนข้างต่ำ คือประมาณ 0.1 สำหรับเป้าคาโทดที่ทำจากวัสดุทั่วไป โดยในช่วงเริ่มต้นของการเรืองแสงหรือโกลว์ การชนของไอออนบนคาโทดจะปรับตัวเองให้เกิดขึ้นในบางบริเวณ แนวการเรืองแสงอาจเลื่อนไปมาได้และการชนของไอออนบนคาโทด ไม่มีความสม่ำเสมอโดยจะมีความเข้มของบริเวณการเรืองแสงตามแนวขอบหรือมุมของคาโทดที่มีสนามไฟฟ้าสูงเพื่อรักษาสภาพการโกลว์ (Self-Sustaining) บางบริเวณไว้ เมื่อกระแสไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นตามแนวการชนของไอออนจะ

ค่อย ๆ ขยายตัว เพิ่มพื้นที่จนครอบคลุมตลอดผิวคาโทด จนกระทั่งมีค่าความหนาแน่นกระแส เท่ากันตลอดโดยมีค่าแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดคงที่

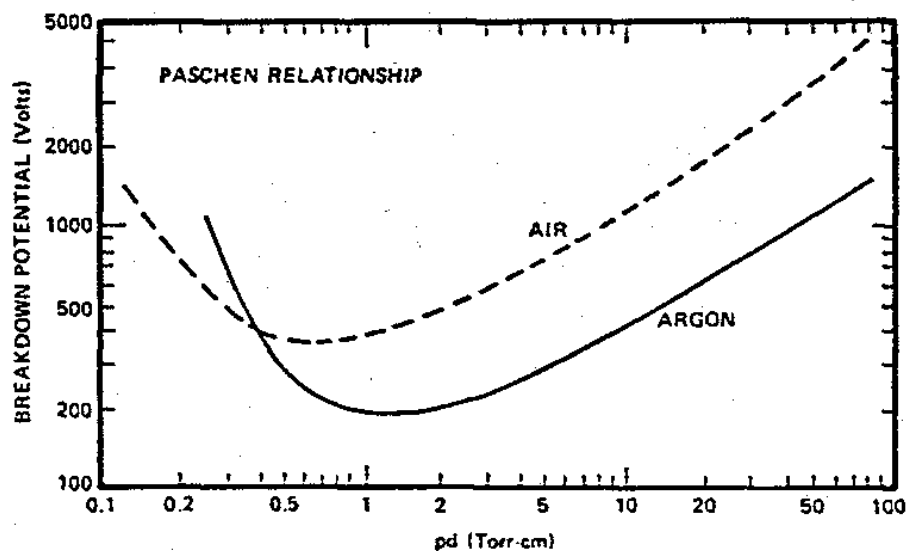
หลังจากการชนของไอออนครอบคลุมพื้นที่ทั้งหมดของคาโทดแล้ว การเพิ่มกำลังไฟฟ้าเข้าสู่ระบบจะทำให้ทั้งแรงดันไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้ามียิ่งเพิ่มขึ้น เรียกว่า ช่วงการเรืองแสงผิดปกติ เปล่งแสงจ้าขึ้น หรือ แอบนอร์มอลโกลว์ (Abnormal Glow) เป็นช่วงที่ใช้กับระบบสปัตเตอร์ และอีกหลาย ๆ ระบบของกระบวนการเกี่ยวข้องกับโกลว์ดีสชาร์จ ช่วงนี้ถ้าไม่ระบายความร้อนให้กับคาโทด เมื่อความหนาแน่นของกระแสของคาโทดเพิ่มขึ้นสูงประมาณ 0.1 A/cm^2 ความร้อนที่เกิดจากการชนของไอออนบวกบนผิวคาโทดมีมากขึ้น จนเกิดการปล่อยอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (Thermionic Electron Emission) เสริมกับการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิและติดตามด้วยกระบวนการถล่มอีกครั้งหนึ่ง ทำให้ความนำไฟฟ้าของแก๊สในระบบสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว แรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดตกลงมากขณะที่กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นและเปล่งประกายจ้าของการอาร์ค (Arc Discharge) ภาพที่ 2-8



ภาพที่ 2-8 ความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกระแสและแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดของกระบวนการเกิด ดีซี โกลว์ดีสชาร์จ ในหลอดสุญญากาศบรรจุแก๊สนีออน (Vossen & Kerns, 1978)

ค่าแรงดันไฟฟ้าที่ละลายในกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จจะมีค่าเปลี่ยนแปลงไปกับระยะทาง d ระหว่างอิเล็กโทรดและระยะปลดการชนระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และโมเลกุลของแก๊ส (ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะแปรผกผันกับความดัน และมีค่ามากกว่าระยะปลดการชนของการชนกันเองระหว่างโมเลกุลแก๊ส) ปกติอิเล็กตรอนทุติยภูมิแต่ละตัวมีความสามารถในการผลิตไอออนบวกได้ระหว่าง 10 ถึง 20 ตัว เพื่อให้เกิดกระบวนการถล่มในช่วงของแอบนอร์มอลโกลว์ ถ้าความดันต่ำเกินไป (ระยะปลดการชนยาวขึ้น) หรือระยะทาง d มีค่าน้อยเกินไป

อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะไม่สามารถผลิตไอออนได้มากพอก่อนการชนกับไอออน ถ้าความดันสูงเกินไป (ระยะปลอดการชนสั้นลง) หรือระยะ d มากเกินไป อิเล็กตรอนทุติยภูมิไม่สามารถเพิ่มพลังงานให้กับตัวเองในสนามไฟฟ้าได้มากพอสำหรับการไอออไนซ์ เมื่อเกิดการชนพลังงานจะถูกถ่ายเทคให้โมเลกุลแก๊สในรูปการกระตุ้น (Excite) ขึ้นไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้นทำให้ไม่สามารถผลิตไอออนบวกได้มากเพียงพอเช่นกัน ดังนั้นทั้งสองกรณีจะต้องใช้แรงดันทางไฟฟ้าทะลายน้อยลงโดยมีจุดหนึ่งระหว่างนี้ที่ใช้ค่าแรงดันไฟฟ้าทะลายน้อยที่สุดตามกฎของปาส์เชน (Paschen's law) ซึ่งแสดงให้เห็นความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าทะลายและผลคูณระหว่างความดันแก๊ส (P) และระยะระหว่างอิเล็กโทรด (d) (ภาพที่ 2-9)

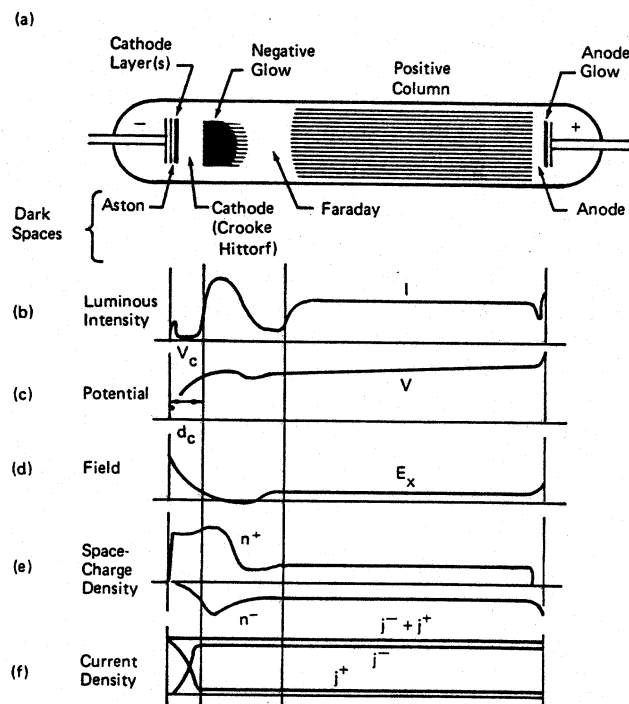


ภาพที่ 2-9 ความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าทะลายและผลคูณระหว่างความดัน (P) และระยะระหว่างอิเล็กโทรด (d) (Bunshah, 1994)

ในระบบสวิตเตอริงทั่วไปสภาวะของการเกิด โกลว์ดิสชาร์จจะกระทำในช่วงที่ผลคูณของความดันกับระยะห่างระหว่างอิเล็กโทรด ($P \times d$) ซึ่งมีค่าต่ำกว่าจุดต่ำสุดของกราฟมาก (เนื่องจากการเคลือบฟิล์มที่ความดันต่ำทำให้ฟิล์มที่ได้มีคุณภาพดี การแทรกตัวของแก๊สในเนื้อฟิล์มน้อยและลดปริมาณสารปลอมปนในฟิล์ม) จึงต้องการแรงดันไฟฟ้าเริ่มต้นก่อนข้างสูง บางครั้งจึงมีความจำเป็นต้องใช้การเพิ่มความดันชั่วขณะเพื่อให้เริ่มการดิสชาร์จได้ที่แรงดันไฟฟ้าต่ำ

ส่วนต่าง ๆ ของกระบวนการ โกลว์ดิสชาร์จ แสดงได้ดังภาพที่ 2-10 แต่ละส่วนอธิบาย

ได้ดังนี้ ช่วงแรกคือช่วงมืดแอสตัน (Aston Dark Space) เป็นบริเวณที่อิเล็กตรอนถูกปล่อยจากคาโทดด้วยพลังงานต่ำประมาณ 1 eV ซึ่งไม่สามารถไอออไนซ์โมเลกุลแก๊สได้ ทำให้เกิดเป็นช่วงมืด ถัดจากผิวคาโทดบริเวณที่มีการเปล่งแสงออกมาด้วยความเข้มสูงมากเรียกว่า คาโทดโกลว์ (Cathode Glow) เป็นบริเวณที่ไอออนของแก๊สจากการดิสชาร์จ และไอออนของอะตอมสารเคลือบซึ่งถูกผลิตขึ้นบริเวณคาโทดมีการรวมตัวเป็นกลางกับอิเล็กตรอนใกล้ผิวคาโทดด้วยกระบวนการต่างๆ ทำให้เกิดแสงซึ่งเป็นความถี่เฉพาะของสารที่ทำคาโทดและของแก๊สที่ใช้ เช่น ถ้าคาโทดเป็นทองแดงจะมีสีเขียว ทองคำมีสีส้มแดง แก๊สอาร์กอนมีสีน้ำเงินฟ้า และแก๊สไนโตรเจนมีสีม่วง เป็นต้น



ภาพที่ 2-10 โกลว์ดิสชาร์จของหลอดนีออนยาว 50 cm ที่ความดัน 1.33 mbar (Chapman, 1980)

ถัดจากคาโทดโกลว์เรียกว่าช่วงมืดครุกหรือช่วงมืดคาโทด (Crook or Cathode Dark Space) พลังงานของอิเล็กตรอนมีค่าสูงกว่าพลังงานในการไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊สเมื่อถูกเร่งผ่านสนามไฟฟ้าในระยะปลอดการชนออกมา ทำให้บริเวณปลอดการชนนั้นไม่มีกระบวนการกระตุ้นหรือไอออไนซ์เกิดขึ้น การปลดปล่อยแสงจึงไม่เกิดในช่วงนี้และกลายเป็นบริเวณมืด ถัดจากระยะปลอดการชนออกไปอิเล็กตรอนทุกตัวจะสูญเสียพลังงานส่วนใหญ่โดยการไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊ส ไอออนบวกที่เกิดขึ้นเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าอิเล็กตรอนมาก ทำให้ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนมีการสะสมของไอออนบวกอยู่มาก (Positive Space Charge)

ศักย์ไฟฟ้าเกือบทั้งหมดตกคร่อมบริเวณคาโทดคาร์คสเปซนี้ ทำให้สนามไฟฟ้าบริเวณนี้สูงขึ้นมาก และมากเกินพอในการเร่งอิเล็กตรอนชนและไอออนโมเลกุลของแก๊สในเวลาถัดมาจึงทำให้ ภายหลังการเกิดนอร์มอลโกลว์ แรงดันไฟฟ้าที่ตกคร่อมขั้วอิเล็กโตรดมีค่าลดลงตามกราฟ ดังภาพที่ 2-8 ส่วนอิเล็กตรอนเมื่อเลยจากบริเวณที่ผลิตไอออนของคาร์คสเปซแล้วจะมีพลังงานลดต่ำลงมาก ดังนั้นพลังงานที่เหลือจึงเพียงใช้ในการกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สและเกิดการเรืองแสงขึ้น แม้อิเล็กตรอนจะเป็นอนุภาคที่เคลื่อนที่ได้เร็วแต่พลังงานที่เหลือน้อยมากรวมทั้งประจุบวกและประจุสะสมของไอออนทางด้านขั้วขั้วมือในบริเวณคาร์คสเปซทำให้อิเล็กตรอนใช้เวลาในการเคลื่อนที่ผ่านช่วงเรืองแสงนี้นานขึ้นและเกิดการสะสมประจุลบบริเวณนี้จึงเรียกว่า เนกาทีฟ โกลว์ (Negative Glow)

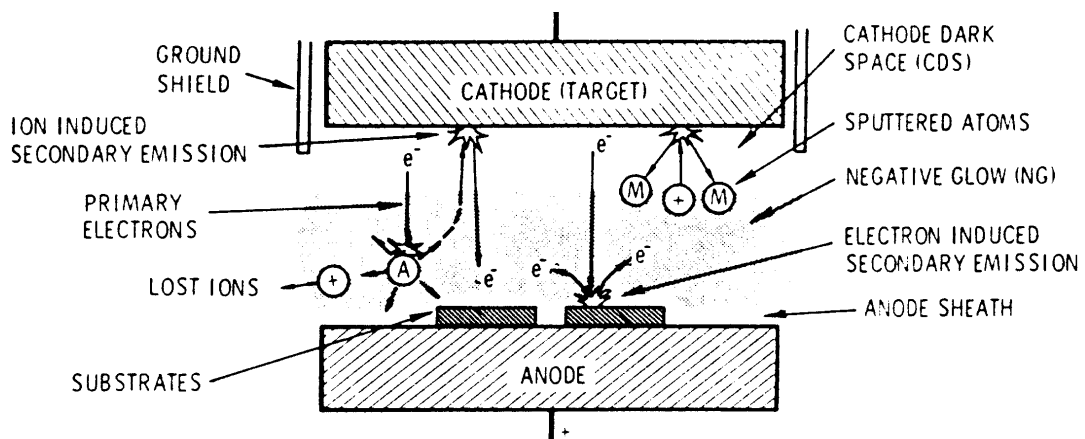
จากนั้นอิเล็กตรอนจะมีพลังงานลดลงจนไม่สามารถกระตุ้นโมเลกุลแก๊สให้เปลี่ยนไป อยู่ในระดับพลังงานสูงได้ ทำให้เกิดบริเวณมืดอีกช่วงหนึ่งเรียกว่า ช่วงมืดฟาราเดย์ (Faraday Dark Space) ถัดจากช่วงนี้กระบวนการที่เกิดขึ้นคล้ายกับการดิซชาร์จของทาวนด์ซึ่งมีปริมาณอิเล็กตรอนค่อนข้างคงที่ถูกรังภายใต้สนามไฟฟ้าค่าต่ำ ๆ ทำให้อิเล็กตรอนถูกรังเข้าสู่อาโนด และมีพลังงานสูงพอสำหรับการกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สหรือไอออนและเกิดการเรืองแสงขึ้นที่บริเวณนี้อีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนซึ่งเคลื่อนที่เร็วจะถูกกวาดเข้าสู่อาโนดอย่างรวดเร็วทำให้พลาสมาบริเวณนี้มีประจุบวกสูงกว่าจึงเรียกว่า ลำเรืองแสงศักย์ไฟฟ้าบวก (Positive Glow Column)

เนื่องจากการรักษาสภาพะ โกลว์ดิซชาร์จขึ้นกับปริมาณของอิเล็กตรอนที่ถูกผลิตขึ้น บริเวณคาโทดจากการชนของไอออนที่ถูกผลิตบริเวณเนกาทีฟโกลว์ จึงพบว่าการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งอาโนดเพียงเล็กน้อยจะไม่มีผลต่อกระบวนการโกลว์ดิซชาร์จ เมื่อเลื่อนอาโนดเข้าหาคาโทด จนพ้นช่วงมืดฟาราเดย์ เข้าสู่เนกาทีฟโกลว์จนถึงช่วงคาโทดคาร์คสเปซ ทำให้ปริมาณไอออนที่ถูกผลิตจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิมีปริมาณน้อยลง การรักษาสภาพะ โกลว์ดิซชาร์จไว้จำเป็นต้องใช้แรงดันไฟฟ้าที่สูงขึ้นซึ่งจะส่งผลถึงปริมาณไอออนที่ถูกผลิตสูงขึ้นด้วย การโกลว์ในลักษณะนี้จะเรียกว่า ออปสตรัค โกลว์ (Obstructed Glow) และเมื่อเลื่อนอาโนดเข้าใกล้คาโทดต่อมาจนพ้นขอบของ คาโทด คาร์คสเปซ ซึ่งมีระยะสั้นกว่าระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอน จะไม่มีการผลิตไอออนเกิดขึ้นและกระบวนการดิซชาร์จไว้ได้ และถ้าหากมีสิ่งสกปรกบริเวณคาโทดการอาร์ค อาจเกิดขึ้นได้โดยไม่เกิดการ โกลว์ดิซชาร์จก็ได้

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สเป็คเตอรिंग

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สเป็คเตอรिंग อย่างง่าย (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสธา รัตนะ, 2547; Bunshah, 1982; Smith, 1995) แสดงดังภาพที่ 2-11 ซึ่งจะประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้า

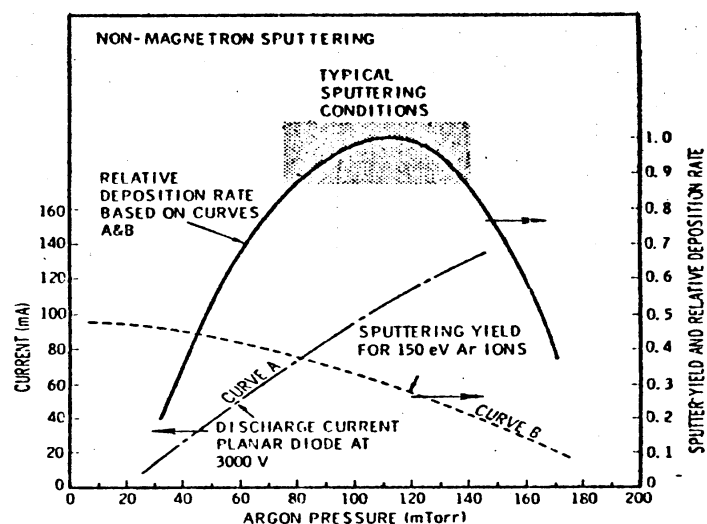
สารเคลือบและไอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทด และวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของ ภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 - 4 cm โดยไอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟ โกลด์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอนนอร์มอล โกลด์ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ ยิลด์สูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลด์ดิสชาร์จที่ความดัน ค่าหนึ่ง กระบวนการไอออนในเซชันจะรักษาสภาพโกลด์ดิสชาร์จไว้ตราบที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่า ระยะระหว่างคาโทดและไอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิต ไอออนในระบบมีปริมาณน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณ ของไอออน และกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะ ระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มี อะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2-11 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง (Bunshah, 1994)

ความดันในระบบมีผลต่ออัตราการเคลือบดังภาพที่ 2-12 โดยการเพิ่มความดันจะทำให้ ระยะคาร์คสเปซหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาณสูงขึ้นกระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจร เพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ซึ่งจะสังเกตเห็นว่าเส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอม สารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับ โมเลกุลของ แก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของยิลด์จากการ สปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้นและเส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างยิลด์และกระแสไอออน

จะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งซึ่งนี้พบว่าการสปัตเตอร์นิ่งเกิดเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณ ที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอร์นิ่งคือ บริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$ ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสถา รัตน์, 2547)



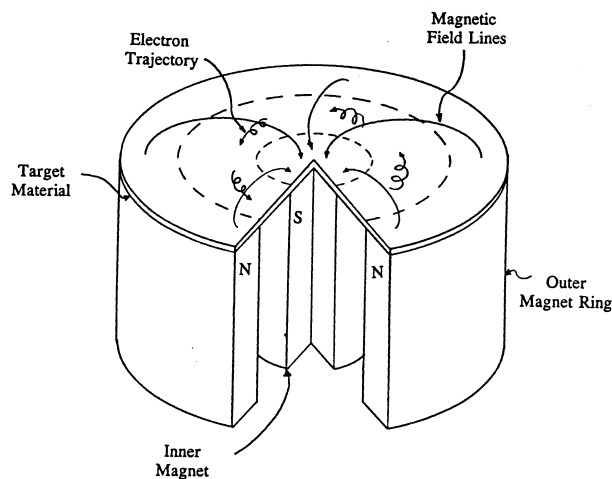
ภาพที่ 2-12 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์นิ่งของนิกเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์นิ่ง

อัตราการเกิดสปัตเตอร์นิ่งจะขึ้นกับผลคูณระหว่างyield และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอร์นิ่งนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มyield แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปัตเตอร์นิ่ง ปกติ นั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ 1.33×10^{-5} mbar นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปัตเตอร์นิ่ง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยัง

มีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาระบบใหม่เรียกว่า ระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-13) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเนื้อเยื่อมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปีดเตอร์สูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-13 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Rickerby & Matthews, 1991)

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (ภาพที่ 2-14 (a)) ด้วยรัศมีดังสมการที่ 2.2

$$r = \frac{3.37(W)^{\frac{1}{2}}}{B} \quad (2.2)$$

เมื่อ W คือพลังงานของอิเล็กตรอนในหน่วย eV

B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss หมุนด้วยความถี่ไซโคลตรอน

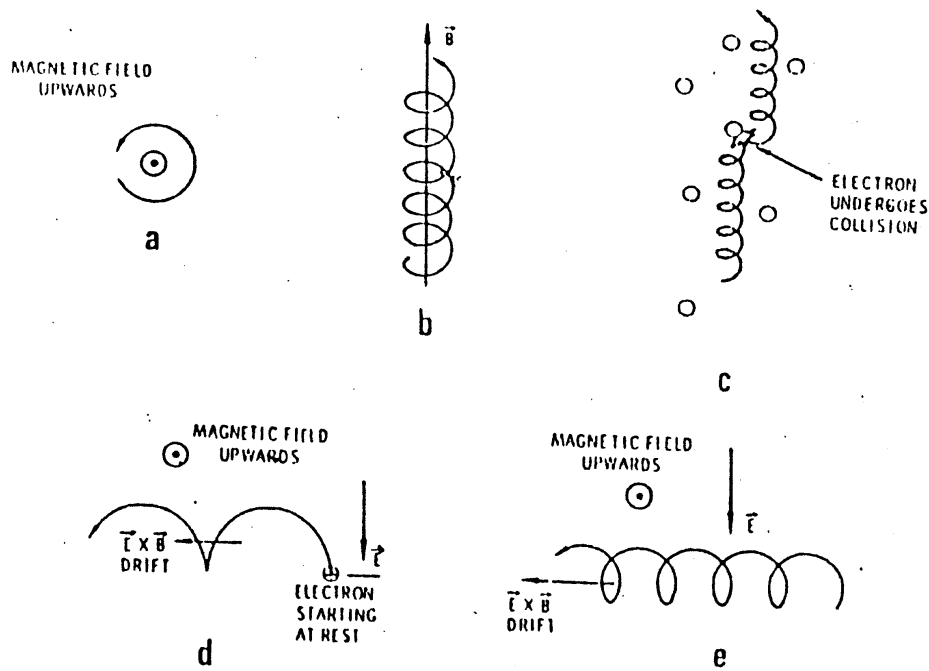
$$\nu = 2.8 \times 10^6 \text{ Hz}$$

ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ 2.8×10^8 Hz ภาพที่ 2-14 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็ก อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส ภาพที่ 2-14 (c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าเรียกว่าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (Drift motion) มีค่าเท่ากับ

$$V_E = \frac{10^8 E}{B} \quad (2.3)$$

เมื่อ E คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/cm

B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย Gauss

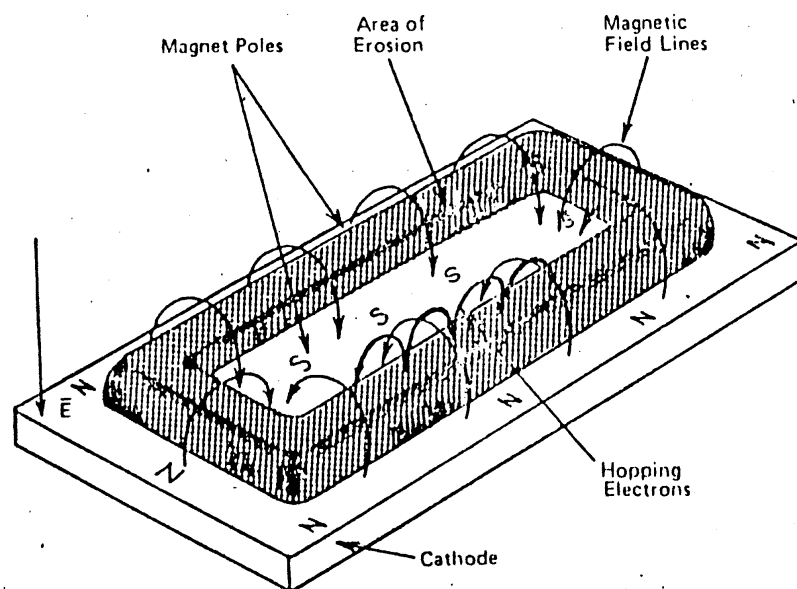


ภาพที่ 2-14 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่าง ๆ โดยที่ a, b, c เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาค ประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุ ในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่าง ๆ (Bunshah, 1994)

กรณีสนามไฟฟ้าบริเวณคาร์คสเปซมีค่าประมาณ $1,000 \text{ V/cm}$ และสนามแม่เหล็ก มีค่าประมาณ 100 Gauss จะให้ค่าความเร็วลอยเลื่อน (Drift Velocity) เท่ากับ 107 m/s ซึ่งเป็น ค่าที่ค่อนข้างสูงกรณีพลังงานเริ่มต้นของอิเล็กตรอนมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับพลังงานที่ได้รับจาก สนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเป็นรูป Cycloid ดังภาพที่ 2-14 (d) ถ้าอิเล็กตรอน มีพลังงานเริ่มต้นสูงกว่าพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน จะอยู่ในแนว วงกลมซ้อนกันดังแสดงในภาพที่ 2-14 (e) พฤติกรรมที่ปรากฏต่ออิเล็กตรอนนี้จะเด่นชัดมาก ถึงแม้จะใช้สนามแม่เหล็กมีค่าน้อย ๆ ระหว่าง $50 - 500 \text{ Gauss}$ แต่จะมีผลในการเบี่ยงเบนแนวทาง เติงของไอออน (ซึ่งมีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก) อย่างไม่เด่นชัด

ระบบสเปคโตริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณ ไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็ก มีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าจะเรียกว่า สนามตามยาว (Longitudinal Field) จะทำให้ประสิทธิภาพ การเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโค้วดิซซาร์จเปลี่ยนแปลงไปและยังสามารถรักษา ความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวาง (Transverse Field) โดยกระบวนการเพิ่มปริมาณ ไอออนเกิดขึ้นดังนี้ หลังจากที่

ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมา อิเล็กตรอนชุดที่สองจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกับภาพที่ 2-14 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักอยู่ในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้คาโทด และเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน ตามแนวผิวหน้าของคาโทด (ภาพที่ 2-15) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนตัวใดที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนชุดที่สองมากขึ้นเป็นผลทำให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงมากและเกิดใกล้ผิวคาโทด ทำให้เกิดสปเรซาร์จากไอออนบวกสูงที่ผิวคาโทด ซึ่งอาจสั้นกว่าระยะปลดปล่อยการชน ใน ดิซี สปัดเตอริงที่ความดันใช้งานมาก แรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณคาร์คสเปซใน ดิซี สปัดเตอริง ขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบแมกนีตรอนสปัดเตอริง ลดลงทั่วไปมีค่าประมาณ 300 - 800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนีตรอนทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอนสปัดเตอริงทรงกระบอก (Cylindrical Magnetron Sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบดิซี สปัดเตอริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า พลานาร์แมกนีตรอนสปัดเตอริง (Planar Magnetron Sputtering)



ภาพที่ 2-15 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตัวของเป้าสารเคลือบในระบบพลานาร์แมกนีตรอน สปัดเตอริง (Chapman, 1980)

ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนที่สูงมากในระบบแมกนีตรอนและพลาสมาที่เกิดขึ้นจะเพิ่มมากบริเวณเป้าสารเคลือบทำให้อัตราการสputtering ของระบบนี้มีค่าสูง ขณะที่ความดันในระบบจะมีค่าต่ำแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ที่ทุกค่าของอัตราการสputtering แมกนีตรอนสputtering ทรงกระบอกทั่วไปมีอัตราการสputtering สูงกว่า $1.0 \mu\text{m}/\text{min}$ และมีอัตราเคลือบสูงกว่า $0.2 \mu\text{m}/\text{min}$ ความหนาแน่นกระแสที่ผิวคาโทด ประมาณ $20.0 \text{ mA}/\text{cm}^2$ แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าระหว่าง $300 - 800 \text{ V}$ ที่ความดันประมาณ $5.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ ประสิทธิภาพการเคลือบสูงเกินกว่า 10 เท่าตัว นอกจากนี้ยังสามารถขยายสเกลใช้กับระบบสputtering ขนาดใหญ่ได้ง่ายเมื่อออกแบบใช้งานร่วมกับไตรโอดสputtering ระบบสามารถเคลือบได้ที่ความดันต่ำถึง 10^{-5} mbar

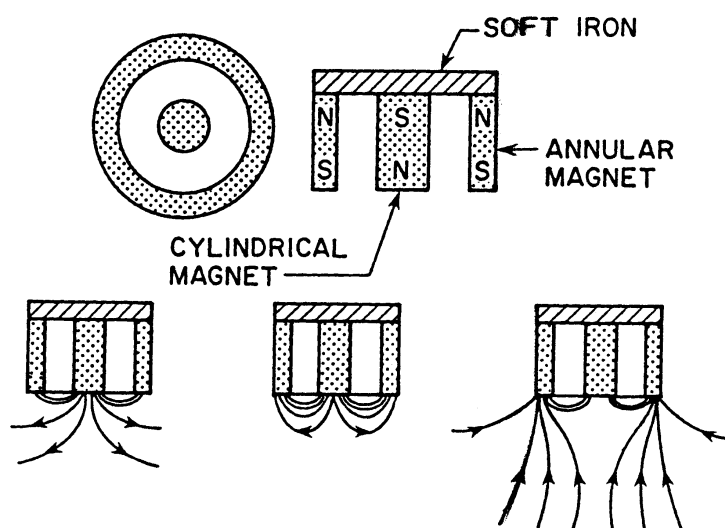
ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สputtering

ในการเคลือบฟิล์มพบว่าถ้าระดมยิงไอออนระหว่างการเกิดฟิล์มจะเป็นการเปลี่ยนแปลงฟิล์มหลายอย่าง เช่น พฤติกรรมการเกิดนิวเคลียส (Nucleation Behaviour) ลัทธิฐานวิทยา (Morphology) องค์ประกอบ (Composition) ทิศทางการจัดเรียงตัว และสมบัติเชิงกล เป็นต้น ในกรณีแมกนีตรอน สputtering ไอออนที่ใช้ในการระดมยิงวัสดุรองรับจะมาจากประจุไฟฟ้าที่อยู่รอบวัสดุรองรับ ซึ่งทำได้โดยการจ่ายศักย์ลบประมาณ $1 - 500 \text{ V}$ ให้กับวัสดุรองรับ อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสที่ฟิล์มหรือผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับ ระบบดีซี แมกนีตรอน ปกติจะมีค่าต่ำประมาณ $0.05 - 0.10$ ไอออน/อะตอมสารเคลือบ แต่การใช้งานจริงต้องมีค่าสูงกว่านี้ (Rohde & Munz, 1991)

สำหรับการเคลือบแข็ง (Hard coating) ฟิล์มบางที่ต้องการนั้นจะต้องมีช่องว่าง (Voids) ในเนื้อฟิล์มน้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion) และทนต่อการขัดสี (Wear Resistance) มากยิ่งขึ้น โดยการลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้สามารถทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอสให้กับวัสดุรองรับ แต่ก็จะทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (Defects) ภายในเกรน (Grain) ของฟิล์มมากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับลดลง ปัญหานี้สามารถแก้ไขได้โดยการเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออน (อัตราส่วนของไอออน/อะตอมสารเคลือบ) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สputtering (Unbalanced Magnetron Sputtering) (Rohde & Munz, 1991; Sproul, 1992)

ระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่า การติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทดของระบบสปีดเตอริงปกติ นั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าหรือน้อยกว่าอีกด้านหนึ่งแล้วสนามแม่เหล็กที่คาโทดจะมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับนั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์ม โดยตรงการจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-16 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-16 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-16 (b))

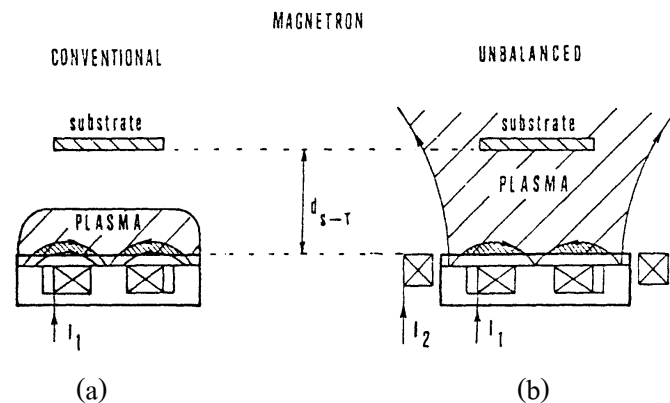
ถ้าจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-16 (a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วน ไอออน/ อะตอมสารเคลือบประมาณ 0.25:1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-16 (c) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราส่วน ไอออน/ อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้น คือประมาณ 2:1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบเอสต่ำ) ปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่นำแนวคิดนี้ไปประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย ซึ่งมีทั้งที่ใช้แม่เหล็กแบบถาวรและแม่เหล็กไฟฟ้า จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ที่ระบบเคลือบใช้อับบาลานซ์ฟลันาร์แมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบไททานเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับประมาณ 200.0 mm โดยใช้ความต่างศักย์ไบเอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าสามารถทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสสูงถึง 6.0 mA/cm^2 ซึ่งสูงมากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม (Munz, 1991)



ภาพที่ 2-16 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

(Rickerby & Matthews, 1991)

หากพิจารณาเปรียบเทียบระบบสปัตเตอร์ทั้ง 3 ระบบจะพบว่าในกรณีระบบสปัตเตอร์
 ปกตินั้นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการไอออไนซ์จะวิ่งไปจับที่แอโนดโดยไม่เกี่ยวข้องกับกระบวนการ
 สปัตเตอร์เลย ดังนั้นเพื่อให้ระบบสปัตเตอร์มีประสิทธิภาพมากขึ้นจึงมีแนวคิดที่จะนำอิเล็กตรอน
 เหล่านี้เข้ามาช่วยในกระบวนการสปัตเตอร์ซึ่งทำได้โดยการใช้สนามแม่เหล็กช่วยจึงเกิดระบบ
 แมกนีตรอน สปัตเตอร์ ซึ่งเป็นที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยทำให้เกิดอิเล็กตรอนบริเวณหน้าคาโทด
 เพิ่มขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะมีส่วนช่วยทำให้กระบวนการสปัตเตอร์คงอยู่อย่างต่อเนื่อง
 จากอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งทำให้เกิดการไอออนไนซ์
 อะตอมแก๊สเฉื่อยสูงขึ้น นอกจากนี้สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้การเคลื่อนที่ของ
 อิเล็กตรอนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบมีลักษณะเป็นการชนแบบซ้ำ ๆ ต่อเนื่องกันทำให้เกิด
 อิเล็กตรอนชุดที่สองออกมาในปริมาณมากขึ้นซึ่งทำให้เกิดการสปัตเตอร์มากตามไปด้วย แต่ก็ยังมี
 อิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงซึ่งสามารถจะหลุดออกจากอำนาจของสนามแม่เหล็กนี้ได้
 ซึ่งจะวิ่งเข้าหาขั้วแอโนดโดยทันที สำหรับในระบบอัมบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ นั้น
 อิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดออกจากสนามแม่เหล็กจะถูกยึดไว้ด้วยเส้นแรงแม่เหล็กส่วนเกินของ
 ระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นทางโค้งไปตามเส้นแรงแม่เหล็กเข้าชนกับอะตอมของแก๊สเฉื่อยและเกิดการ
 ไอออไนซ์เป็นพลาสมาชุดที่สองบริเวณผิวหน้าของวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่นกระแสที่วัสดุ
 รองรับมีค่าสูงมากกว่าในระบบแมกนีตรอน สปัตเตอร์ ปกติมาก (ประมาณ $5.0 - 10.0 \text{ mA/cm}^2$
 ปกติมีค่าน้อยกว่า 1.0 mA/cm^2) โดยพลาสมาที่เกิดขึ้นนี้จะมีส่วนช่วยในการเคลือบฟิล์มที่เรียกว่า
 Ion-Assisted Deposition ซึ่งจะให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความหนาแน่นสูงและมีการยึดติดดีมาก
 (Munz, 1991) โดยลักษณะพลาสมาของระบบสปัตเตอร์แสดงดังภาพที่ 2-17

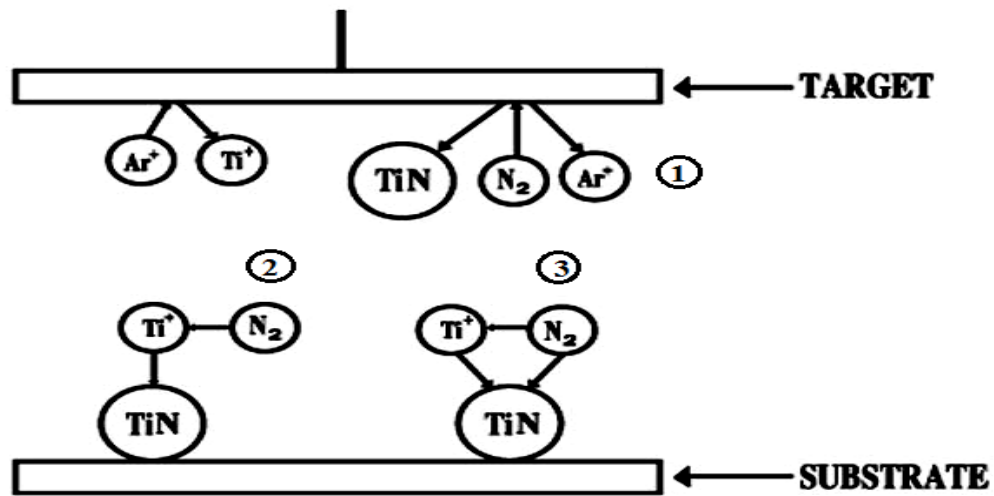


ภาพที่ 2-17 ลักษณะพลาสมาของระบบสปัตเตอริง (Munz, 1991)

- (a) ระบบบาลานซ์แมกนีตรอน สปัตเตอริง
 (b) ระบบอับบาลานซ์แมกนีตรอน สปัตเตอริง

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีรีแอคทีฟ สปัตเตอริง

สำหรับกระบวนการรีแอคทีฟ สปัตเตอริง (Reactive Sputtering) มติ ห่อประชุม (2548) ได้อธิบายไว้ว่า เป็นกระบวนการสปัตเตอริงที่มีการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เข้าสู่ระบบ เพื่อให้เกิดสารประกอบของฟิล์มตกเคลือบบนชิ้นงานหรือวัสดุรองรับ การสปัตเตอริงที่มีเป่าสารเคลือบเป็นโลหะบริสุทธิ์ โดยการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา จะทำให้เกิดสารประกอบต่าง ๆ ของโลหะได้ เช่น การป้อนแก๊สไนโตรเจนอาจทำให้เกิดโลหะไนไตร์ ถ้าป้อนแก๊สอะเซททิลีน (C_2H_2) หรือ มีเทน (CH_4) อาจเกิดเป็นสารประกอบของโลหะคาร์ไบด์ เป็นต้น โดยปกติความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่ใช้ค่อนข้างต่ำจนไม่เพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาในสภาวะปกติ อย่างไรก็ตามคาดกันว่า อิเล็กตรอนในพลาสมาที่มีส่วนในการกระตุ้นหรือไอออไนซ์แก๊สไวปฏิกิริยาให้มีความสามารถในการทำปฏิกิริยากับโลหะได้สูงกว่าสภาวะปกติ โดยแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจน (N_2) อาจรวมตัวกันกับโลหะ เช่น ไททาเนียม (Ti) แล้วเกิดเป็นสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) ตามภาพที่ 2-18 ได้เป็น 3 ลักษณะ ดังนี้



ภาพที่ 2-18 การเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นสารประกอบระหว่างแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าสารเคลือบในบริเวณต่าง ๆ (มติ ห่อประชุม, 2548)

1. แก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจนที่แตกตัวทำปฏิกิริยากับอะตอมไททาเนียมที่ผิวหน้าเป้าของสารเคลือบกลายเป็นสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์แล้วถูกสปัตเตอร์ให้หลุดออกแล้วตกเคลือบลงบนแผ่นวัสดุรองรับ ปฏิกิริยาส่วนนี้เกิดขึ้นสูงเมื่อความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาในระบบมีค่าสูง พบว่า ในการเคลือบไททาเนียมไนไตรด์บนฟิล์มเคลือบที่เป้าสารเคลือบ ส่วนที่มีอัตราการสปัตเตอร์ต่ำจะปรากฏฟิล์มของสีทองที่ไททาเนียมบริเวณนั้น ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า Target Poisoning มีผลทำให้อัตราการเคลือบลดลง

2. แก๊สไวปฏิกิริยา เช่น ไนโตรเจนรวมตัวกับอะตอมไททาเนียมที่ถูกสปัตเตอร์ในระหว่างทางวิ่งสู่แผ่นวัสดุรองรับแล้วตกเคลือบลงบนแผ่นวัสดุรองรับ กระบวนการนี้ในทางทฤษฎีถือว่าเกิดได้น้อยมากเนื่องจากสถานะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัม แต่เป็นไปได้ที่การรวมตัวของสารประกอบจะเกิดในช่วงนี้

3. แก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับไททาเนียมบนผิววัสดุรองรับหรือชิ้นงาน การทำรีแอคทีฟ สปัตเตอร์ โดยทั่วไปความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่เหมาะสมต่อการเกิดสารประกอบที่ต้องการมีค่าต่ำกว่าช่วงที่เกิดขบวนการโกลว์ดีสชาร์จ ในกระบวนการจึงใช้แก๊สไวปฏิกิริยากับแก๊สเฉื่อยทำให้รักษาสภาวะโกลว์ดีสชาร์จไว้ได้ ในเวลาเดียวกันช่วยให้อัตราเคลือบสูงขึ้น ในการทำรีแอคทีฟ สปัตเตอร์ ยังมีสิ่งที่จะต้องคำนึงถึงคือความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาต้องมีค่าพอเหมาะกับการเกิดฟิล์มสารประกอบที่ต้องการ เช่น การเคลือบสารประกอบ Ferroferric Oxide (Fe_3O_4) ความดันแก๊สออกซิเจนที่ใช้ไนรีแอคทีฟ สปัตเตอร์ ถูกจำกัดในช่วงความดันแคบ

มาก ถ้าความดันย่อยของแก๊สออกซิเจนมากไปจะเกิดสารประกอบของ Ferric Oxide (Fe_2O_3) ถ้าน้อยเกินไปจะเกิดสารประกอบ Ferrous Oxide (FeO) หรือฟิล์มของเหล็ก (Fe)

การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ลักษณะเฉพาะหรือสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางสามารถวิเคราะห์หรือหาได้จากเทคนิคต่าง ๆ หลายเทคนิค ในงานวิจัยนี้จะศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางต่อไปนี้ โครงสร้างผลึก เฟส ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบของธาตุทางเคมี ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD)

ลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือการศึกษาโครงสร้างผลึก หรือ เฟส ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (Diffraction Analysis) กมล เอี่ยมพานิกิจ (2547) อธิบายหลักการของเทคนิคนี้ไว้ดังนี้ การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับการแยกแยะโครงสร้างของสารที่ใช้ในการเคลือบ โดยการวิเคราะห์อาศัยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนกับมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ของสารนั้น ดังนั้นเทคนิค XRD เป็นเทคนิคสำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากผลึก ใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของคลื่น โดยพบว่ารังสีเอกซ์เลี้ยวเบนได้เมื่อให้ตกกระทบผลึก ซึ่ง Bragg ได้เสนอแนวคิดที่เราสามารถมองผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือ ระนาบ (Plane) ของอะตอมซึ่งสามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยมุมที่ตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ทั้งนี้คลื่นที่สะท้อนออกไปจากระนาบต่าง ๆ ดังกล่าวจะมีความเข้มสูง ถ้ารังสีเอกซ์ 1 และ 2 ตกกระทบทำมุม θ กับระนาบของผลึก A และ B สนามไฟฟ้าของรังสีเอกซ์จะก่อให้เกิดแรงकुलอมป์กระทำบนอิเล็กตรอนที่ P กับ Q ให้สั้นด้วยความถี่เดียวกับรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ และอิเล็กตรอนนั้นแผ่คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นรังสีเอกซ์ออกไปทุกทิศทางแต่ในทิศทาง $1'$ และ $2'$ ซึ่งเสมือนรังสีเอกซ์สะท้อนออกจากระนาบของผลึกจะไปแทรกสอดแบบเสริมกัน (In Phase) แม้ว่าแบบจำลองที่กล่าวมาจะไม่ถูกต้องในทางกายภาพ เนื่องจากแท้จริงแล้วระนาบของอะตอมไม่ได้สะท้อนคลื่นแต่วิธีนี้ก็ใช้ได้ทางเรขาคณิต โดยพิจารณาจากภาพที่ 2-19 ดังนี้

$$\delta = n\lambda \quad (2.4)$$

เมื่อ δ คือ ความแตกต่างของระยะที่คลื่นเดินทาง

λ คือ ความยาวคลื่น

n คือ จำนวนเต็มใด ๆ

$$\delta = SQ + QT = 2SQ \quad (2.5)$$

จากรูปตรีโกณมิติพื้นฐาน

$$\delta = 2PQ \sin \theta \quad (2.6)$$

โดย PQ คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ d_{hkl}

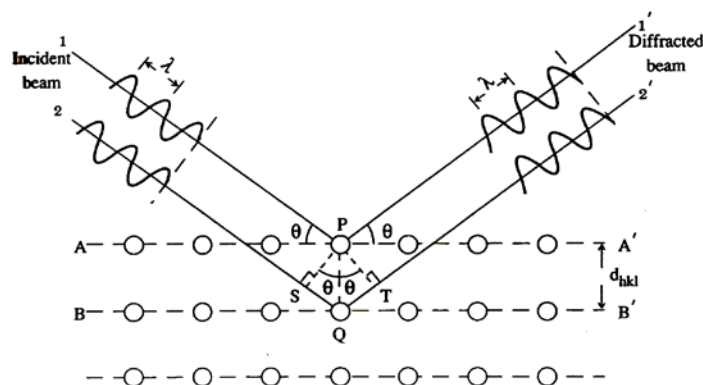
$$\delta = 2d \sin \theta \quad (2.7)$$

จากสมการ (2.4) เท่ากับ (2.7) จะได้

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.8)$$

เรียกสมการที่ (2.8) นี้ว่า สมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's law) โดยที่ λ เป็นความยาวคลื่น n เป็นลำดับของการสะท้อน d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบ (hkl) และ θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา

ในภาพที่ 2-19 เป็นแบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์ อะตอมเรียงตัวเป็นระเบียบโดยมีระยะห่างระหว่างอะตอมใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\sim 10^{-10}$ m) จะทำหน้าที่เป็นเสมือน เกรตติงเลี้ยวเบนแต่จะเป็นเกรตติงเลี้ยวเบนแบบ 3 มิติ



ภาพที่ 2-19 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม (กมล เอี่ยมพนากิจ, 2547)

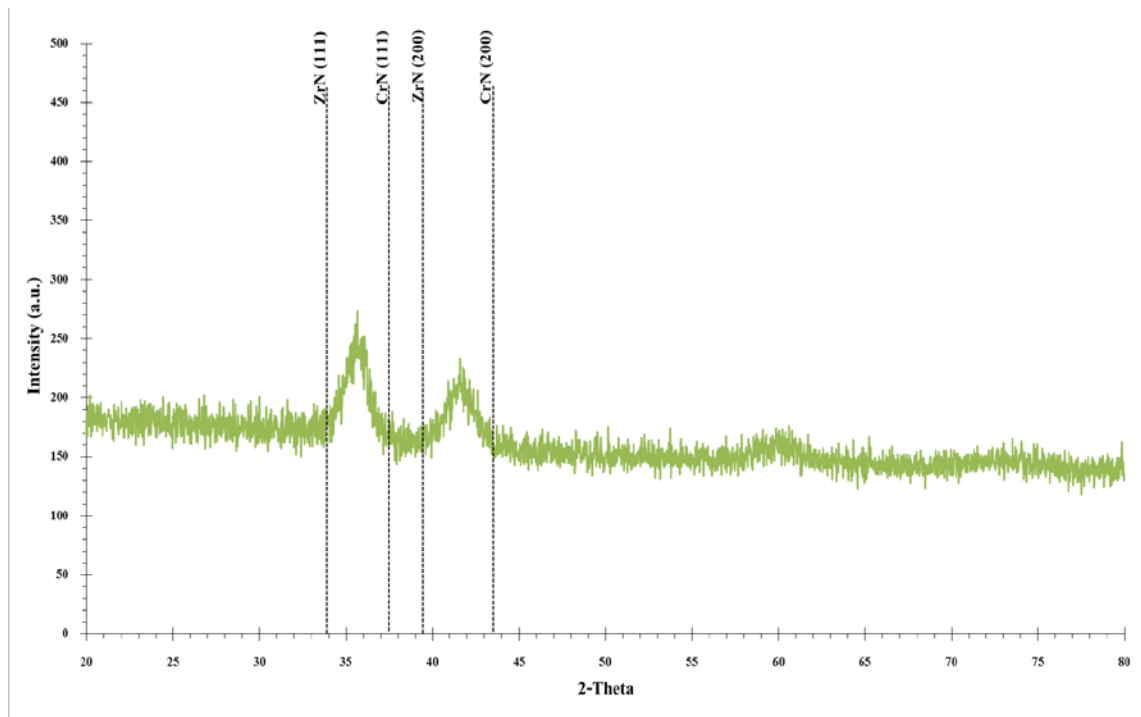
สัญญาณที่ตรวจจับได้จะแสดงออกมาในรูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสี (Diffraction Pattern) ความเข้มของสัญญาณขึ้นอยู่กับหลายปัจจัยด้วยกันเช่น โครงสร้างของวัสดุ ปริมาตรของวัสดุที่แผ่รังสี (Volume of Irradiated Material) รูปทรงของการหักเห (Diffraction Geometry) และการวางชิ้นงาน (Sample Alignments) เป็นต้น

ตำแหน่งของพีค ที่มีค่ามากที่สุดสามารถบอกถึงขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ได้ในขณะที่ความกว้างให้หาค่าขนาด การจัดเรียงตัว (Orientation) และความเครียด (Strain) ภายในเกรนของวัสดุหลายผลึก กรณีของการศึกษาขนาดของผลึกจากรายงานการวิจัยของ Kim, Hahn, Oh, and Kim (2002) ได้ทำการศึกษานขนาดของผลึกไททานเนียมไดออกไซด์ที่อบฟิล์มบางด้วยอุณหภูมิต่าง ๆ โดยอาศัย Scherrer equation ดังสมการที่ (2.9)

$$L = \frac{l\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.9)$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์
 k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406$)
 β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด
 θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

บางครั้งตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่วัดได้อาจจะเลื่อนไปด้วยค่ามุมที่สูงขึ้นเนื่องจากผลของความเค้นหลงเหลือ (Residual Stress) ในผิวสารเคลือบนั่นเอง ส่วนความเข้มของสัญญาณที่ได้ อาจไม่เป็นไปตามค่ามาตรฐาน JCPDS เพราะเกิดการจัดเรียงตัวในทิศทางที่ชอบ (Preferred Orientation) ของอะตอมในฟิล์ม นอกจากนี้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ยังสามารถให้ข้อมูลที่บอกถึงส่วนผสมทางเคมีของเฟส (Phase Composition) และค่าพารามิเตอร์ของแลตทิซ (Lattice Parameter) โดยจากภาพที่ 2-20 แสดงตัวอย่าง XRD Spectrum ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งอ้างอิงโดยกฎของแบรกก์

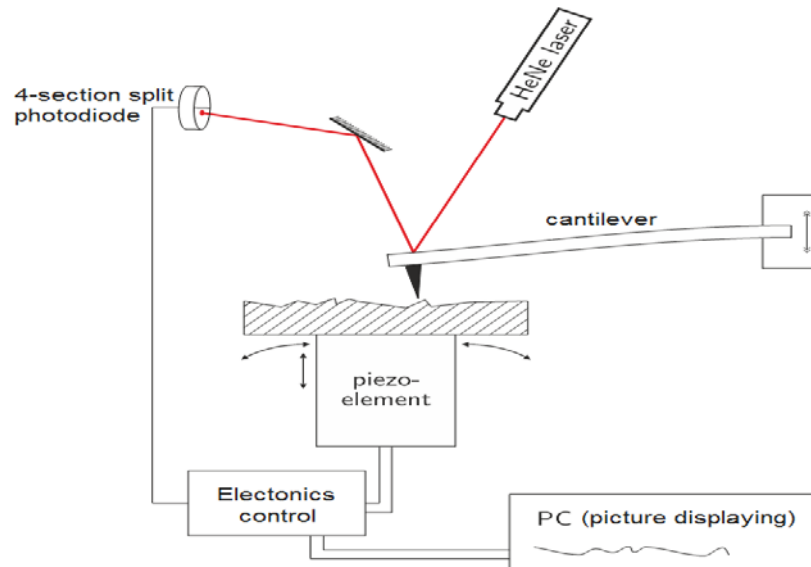


ภาพที่ 2-20 ตัวอย่าง XRD Spectrum ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

2. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)

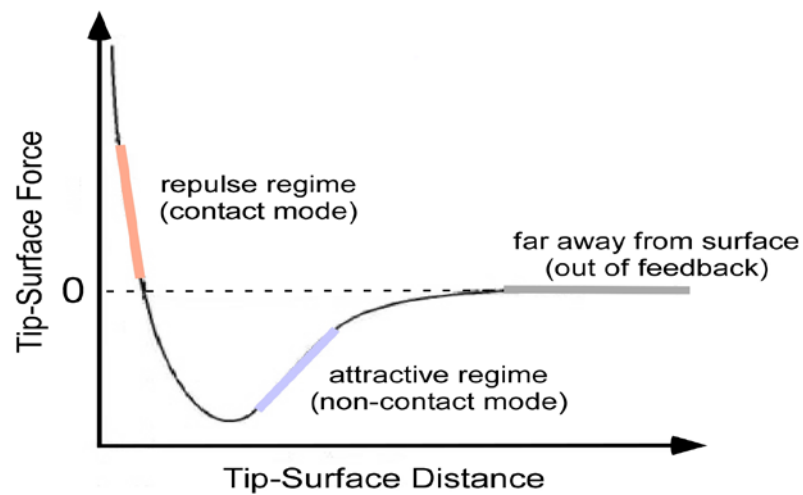
ลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือการศึกษาลักษณะพื้นผิว และความหนา เทคนิคที่นิยมใช้ในการศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน คือ Atomic Force Microscopy (AFM) ซึ่ง จตุพร วุฒิกนกกาญจน์ (2542) ได้อธิบายหลักการทำงานของเครื่อง AFM ไว้ดังนี้ เทคนิค Atomic Force Microscopy เป็นการสร้างภาพของผิววัสดุจากแรงกระทำระหว่างผิววัสดุกับหัวตรวจวัดที่ทำจากเข็มขนาดเล็ก (Probe Tip) และเป็นเทคนิคหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy (SPM) ซึ่งเป็นกลุ่มเทคนิคที่สามารถใช้ในการศึกษาสภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่าง ๆ ได้ หลักการพื้นฐานคือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอนไนไตรด์ (Silicon Nitride, Si_3N_4) เคลื่อนที่กราด (Scan) ทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ โดยมีตัวเพียโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (Piezoelectric Scanner) เป็นตัวควบคุม สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ (Bending) ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ (Photo Detector) ดังภาพที่ 2-21 ภาพที่ได้จากเทคนิคนี้จะสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณที่ตรวจสอบ ในเทคนิค AFM นี้ สิ่งที่ทำให้คานามีเข็มเกาะติดอยู่เกิดการโค้งงอขึ้นก็คือ แรงกระทำระหว่างอะตอม

ซึ่งอาจจะเป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มปลายแหลมกับพื้นผิว
 ดังแสดงในภาพที่ 2-22



ภาพที่ 2-21 การทำงานของเครื่อง Atomic Force Microscope

(เข้าถึงได้จาก <http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/povrchy/method/afm>)



ภาพที่ 2-22 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ

(เข้าถึงได้จาก www.science.siu.edu/chemistry/zang/afm.html)

เทคนิค AFM สามารถแบ่งได้หลายวิธีตามลักษณะการเก็บข้อมูล อย่างไรก็ตามไม่ว่าจะเป็นการใช้ AFM วิธีใด แรงกระทำที่เกิดขึ้นจะมีการเปลี่ยนแปลงไปตามสภาพพื้นผิว (Topography) ภาพที่ 2-23 แสดงตัวอย่างการทำงานของ AFM ซึ่งสามารถแบ่งลักษณะการเก็บข้อมูลด้วยเทคนิค AFM ในการเก็บข้อมูลได้ 4 ลักษณะที่สำคัญดังนี้คือ

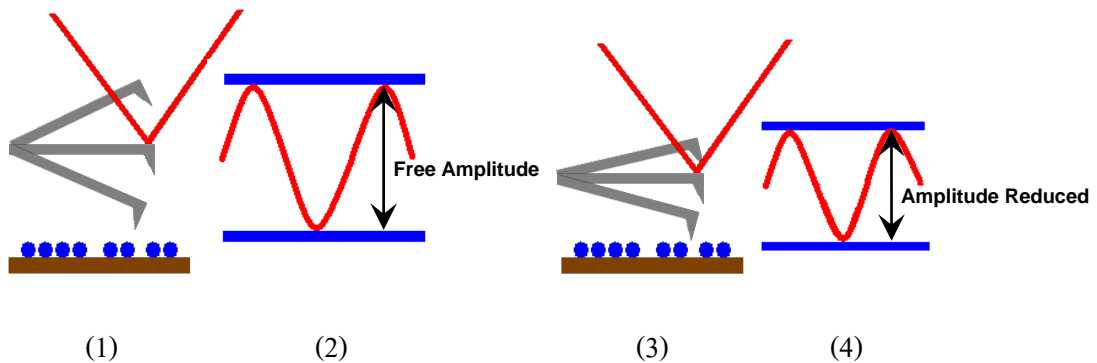
1. Contact mode เป็นการศึกษาสภาพผิวชิ้นงาน โดยการขยับให้เข็มไถล (Slide) ไปบนผิวงานซึ่งจะทำให้มีแรงผลักระหว่างเข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมาก แรงผลักระหว่างเข็มกับผิวงานจะเปลี่ยนแปลงไปตามสภาพผิว ซึ่งจะทำการโก่งงอ (Deflection) ของคานยื่น (Cantilever) ที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลาย โดยปริมาณการโก่งงอจะเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะของผิวงาน อย่างไรก็ตาม เทคนิคแบบ Contact mode นี้มีข้อเสีย คือ การลากให้เข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไถลข้ามไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน อาจจะทำให้พื้นผิววัสดุที่กำลังศึกษาต่างไปจากสภาพเดิมที่แท้จริง หรืออาจเกิดความเสียหายขึ้นแก่ผิวงานได้ ตัวอย่าง เช่น ภายใต้อากาศบรรจุอากาศปกติซึ่งมีอากาศและความชื้นในอากาศ อาจจะทำให้เกิดหยดน้ำหรือสิ่งสกปรกบนผิวงาน ซึ่งเมื่อเข็มวัดเคลื่อนที่ไปสัมผัสกับผิวที่มีชั้นบาง ๆ ของหยดน้ำและสิ่งสกปรกดังกล่าว จะทำให้มีแรงดึงไฟฟ้าสถิตและแรงดึงผิวดึงให้ตัวคานที่มีเข็มยึดอยู่ที่ปลายเคลื่อนที่ลงมาสัมผัสกับชั้นดังกล่าว ทำให้แรงระหว่างเข็มกับผิวงานที่เกิดขึ้นโดยรวมเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้ ยังอาจทำให้ผิวงานถูกทำลาย เช่น เกิดการฉีกขาดจากการลากเข็มไปบนผิวงาน

2. Non-contact mode เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาดังกล่าวข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคแบบ Non-contact mode ขึ้นมา โดยในที่นี้ ตัวเข็มปลายแหลมจะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้น คือประมาณ $10 - 100 \text{ \AA}$ จึงไม่มีปัญหาเรื่องการทำลายโครงสร้างผิวงานโดยในกรณีนี้ แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงานจะเป็นลักษณะแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิวงานเช่นเดียวกัน

วิธีนี้มีข้อจำกัดเกี่ยวกับความละเอียดของภาพที่เกิดขึ้น นั่นคือ แรงดึงดูดประเภทแวนเดอร์วาลส์ (Van Der Waals) ที่เกิดขึ้นในกรณีนี้จะเป็นแรงที่อ่อนกว่าเมื่อเทียบกับแรงผลักระหว่างเข็มกับผิวงานที่เกิดขึ้นในกรณีของ Contact mode ดังนั้นการตรวจสอบอาจไว (Sensitive) ต่อสิ่งแปลกปลอมที่อยู่บนผิวงาน เช่น หยดน้ำที่เกาะอยู่บนผิว

3. Tapping mode เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดทั้งในแบบของ Contact mode และ Non-contact mode เข้าด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มกับผิวงานในระยะเวลาที่ใกล้กันมาก เหมือนกับกรณีของ Contact mode เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะที่เดียวกัน ก็ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกนไปยังบริเวณ

ต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้นจึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลซึ่งจะทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้ เหมือนใน Contact mode



ภาพที่ 2-23 ลักษณะการสั่นของคานที่มีเข็มติด

(เข้าถึงได้จาก <http://www.nanocraft.de/kompetenz/tapping/tapping.html>)

การสั่นของคานในสภาวะอิสระหรือตอนเริ่มต้นที่ยังไม่เกิดการสัมผัสและขยับเคลื่อนที่ไปบนผิวงาน จะเห็นได้ว่าแอมพลิจูดจะยังสูงอยู่เมื่อเทียบกับแอมพลิจูดที่เกิดจากการสั่นของคานเมื่อมีการแตะสัมผัส (Tapping) ลงบนผิวงาน เนื่องจากในการสัมผัสกันนั้นจะมีการสูญเสียพลังงานของการสั่น ทำให้แอมพลิจูดของการสั่น (Oscillation Amplitude) ลดลงซึ่งค่าที่ลดลงนี้จะใช้เป็นตัววัดและบอกถึงลักษณะของสภาพพื้นผิวที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไปตัวอย่างเช่น เมื่อเข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ผ่านบริเวณผิวงานที่มีความนูนสูงขึ้นมา ตัวคานก็จะมีพื้นที่หรือแอมพลิจูดในการสั่นลดลง ในทางตรงข้าม เมื่อเข็มปลายแหลมเคลื่อนที่ผ่านบริเวณผิวที่มีการขยุบตัวหรือมีความลึกลงไป ตัวคานก็จะมีพื้นที่ในการสั่นเพิ่มขึ้น และมีแอมพลิจูดสูงขึ้น (เข้าใจว่าแอมพลิจูดสูงสุดในสภาวะที่ยังไม่มีการทำการสแกน) แอมพลิจูดของการสั่นที่เปลี่ยนแปลงไปก็จะถูกวัดโดยแอมพลิจูดดีเทคเตอร์ (Amplitude Detector) แล้วส่งผลเข้าไปยังตัวควบคุม ซึ่งจะทำการวัดสัญญาณพร้อมทั้งปรับระยะระหว่างเข็มกับผิวงาน เพื่อรักษาให้ค่าแอมพลิจูดของการสั่นให้คงที่ต่อไป จนกว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดของการสั่นตามสภาพพื้นผิวในบริเวณถัดไป

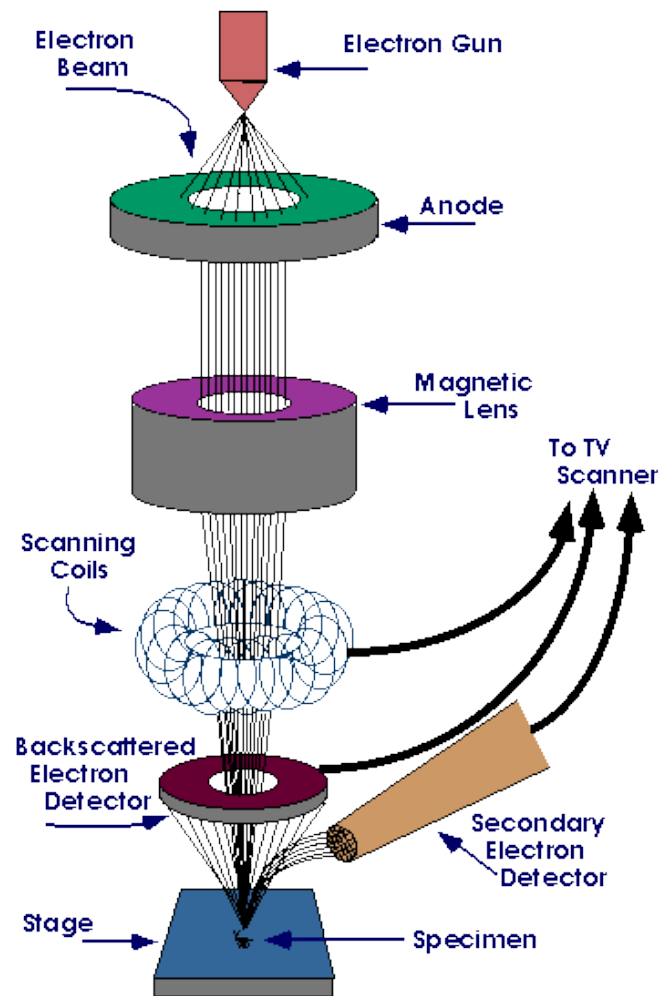
4. Force modulation mode สำหรับพื้นผิวของวัสดุที่มีองค์ประกอบหลายเฟส พบว่าเทคนิค AFM ในวิธีแบบ Force modulation mode จะเป็นที่นิยมใช้มาก โดยเทคนิคนี้จะเป็นการวัดและสร้างภาพของพื้นผิวชิ้นงานที่มีความแตกต่างของความแข็งแรง (Stiffness) ในแต่ละเฟสสูง โดยในกรณีนี้ตัวเข็มจะสแกนไปในลักษณะที่มีการสั่นในแนวตั้งฉากกับผิววัสดุด้วยแอมพลิจูดเล็กน้อย แต่จะมีความเร็วในการสั่นที่สูงกว่าการเคลื่อนที่สแกนของเข็ม และเมื่อตัวเข็มถูกนำเข้ามา

แต่สัมผัสกับผิววัสดุก็จะเกิดแรงต่อต้านจากผิวของวัสดุที่เกิดจากการสั่นและทำให้ตัวคานงอ และถ้าหากว่าเราให้แรงที่ทำให้ตัวคานสั่นลงที่พื้นผิวบริเวณที่แข็งกว่าจะทำให้เกิดการต่อต้านต่อการสั่นในแนวตั้งของตัวคานมากกว่า และจึงทำให้ตัวคานงอมากกว่า ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดที่เกิดจากการ โกงงอของตัวคานจึงนำมาใช้วัดเปรียบเทียบความแข็งที่บริเวณต่างๆ ของผิวงาน

หลักการของวิธี Tapping mode กับ Force modulation mode คล้ายกันที่มีการสั่นของเข็มในแนวตั้งพร้อมกับการสแกนไปบนผิวชิ้นงาน อย่างไรก็ตามทั้ง 2 เทคนิค จะมีความแตกต่างกัน คือ ในกรณี Force modulation mode จะสั่นด้วยความเร็วสูงกว่า (สูงกว่าความเร็วในการสแกน) และการวัดแอมพลิจูดที่เกิดจากการบิดงอของคาน เป็นการวัดเนื่องจากผลของแรงต้านการสั่น เมื่อมีการสัมผัสของเข็มกับผิวงาน ในขณะที่ Tapping Mode จะเป็นการวัดการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูดของการสั่นของคานที่เปลี่ยนแปลงไป (ลดลง) เนื่องจากมีการสูญเสียพลังงานไปเมื่อมีการสัมผัสผิวงานที่มีระดับความสูงต่ำแตกต่างกัน

3. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

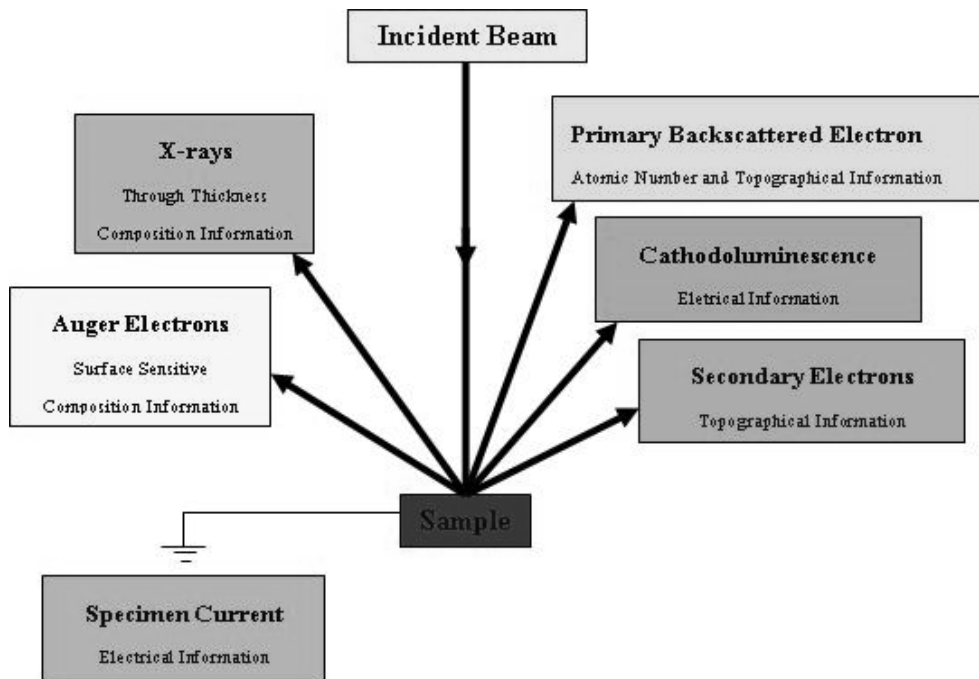
เทคนิคที่นิยมใช้ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง คือ Scanning Electron Microscope (SEM) ซึ่ง วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานของเครื่อง ไว้ดังนี้ เทคนิค Scanning Electron Microscope สัญญาณภาพที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron detector; SE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron detector; BSE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้นดังแสดงในภาพที่ 2-24



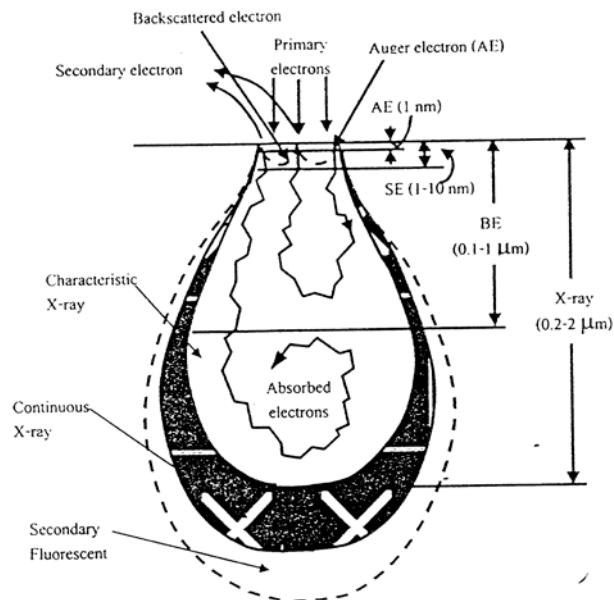
ภาพที่ 2-24 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Electron Microscope
(เข้าถึงได้จาก www.purdue.edu/REM/rs/graphics/sem2.gif)

อิเล็กตรอนทุติยภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื่องล่างโดยแผ่นอานโนดภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} torr และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื่องล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 nm โดยมีชุดลวดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวตัวอย่าง ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ออกมา (ภาพที่ 2-25 และภาพที่ 2-26) สัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image; SEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3 ถึง 5 eV เกิดที่พื้นผิวระดับไมลิก โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ
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 2-25 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง (วีระศักดิ์ อุคมกิจเดชา และคณะ, 2543)

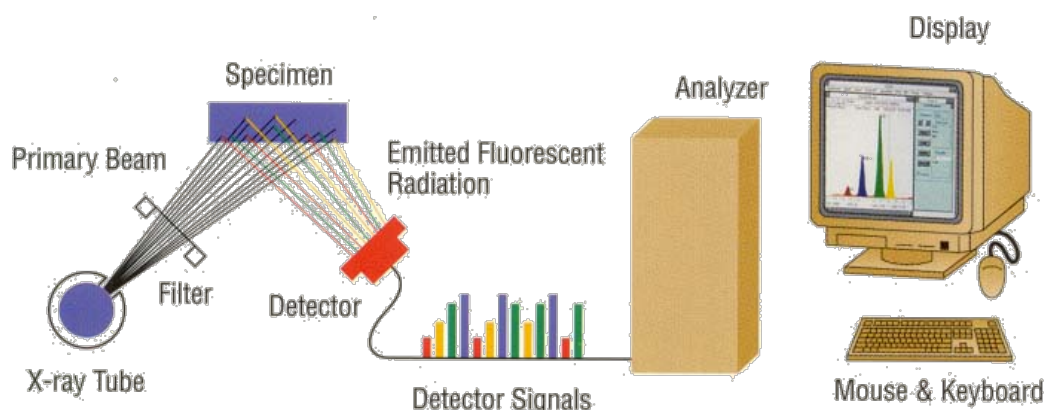


ภาพที่ 2-26 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ (วีระศักดิ์ อุคมกิจเดชา และคณะ, 2543)

4. การศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

ลักษณะเฉพาะสำคัญอีกประการหนึ่งของฟิล์มบางคือ องค์ประกอบของธาตุทางเคมี เทคนิคที่นิยมใช้ศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบาง คือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy ซึ่ง วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานของเครื่องไว้ 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 2-25 และภาพที่ 2-26

ในระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDX หัววัดรังสีที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือ หัววัดรังสีแบบ Si (Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 keV หรือหัววัดชนิดเจอร์มานเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium; HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวได้ช่วงกว้าง คือ 3 ถึง 200 keV โดยหัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสอง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดี่ยวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลวิเคราะห์บนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพ โดยโปรแกรมสำเร็จรูปดังภาพที่ 2-27



ภาพที่ 2-27 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)
(เข้าถึงได้จาก <http://pirun.ku.ac.th/~fscipww/instrutech.doc>)

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เป็นฟิล์มบางหรือชั้นเคลือบแข็งในกลุ่มชั้นเคลือบของสารประกอบสามชนิด ที่เหมาะสำหรับงานด้านการเคลือบแข็งบน Tooling หรือ High speed machining มากกว่ากลุ่มชั้นเคลือบของสารประกอบสองชนิด ซึ่งทำได้โดยการผสมเซอร์โคเนียมเข้าไป (Zr) ในระหว่างกระบวนการเตรียมฟิล์มบาง ทำให้ได้ฟิล์มที่มีความแข็งแรงสูงสามารถทำงานได้ดีในช่วงอุณหภูมิที่สูงกว่า 700 °C ด้านทานการเกิดออกซิเดชัน การกัดกร่อน การสึกหรอได้ดีเยี่ยม ทนต่อการขันสี และมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่ต่ำ (Kim, Kim, Lee, & Hahns, 2005) จึงช่วยยืดอายุการใช้งานของชิ้นส่วนอุปกรณ์หรือชิ้นงานที่นำมาเคลือบให้มีอายุการใช้งานที่นานขึ้น ทำให้มีการศึกษาวิจัยและพัฒนาเทคนิคและกระบวนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีต่าง ๆ ซึ่งการเคลือบด้วยวิธี รีแอกตีฟ ดีซี แมกนีตรอน โครสปัดเตอร์ริง มีข้อได้เปรียบหลายประการเช่น ใช้อุณหภูมิในการเคลือบชิ้นงานต่ำ สามารถควบคุมสัดส่วนขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มได้สะดวกและไม่ยุ่งยากเพียงแค่แปรค่ากระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่เป้าสารเคลือบเท่านั้น และสามารถประยุกต์ใช้กับงานเคลือบขนาดใหญ่ได้ในช่วงที่ผ่านมามีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องโดยสรุปได้ดังนี้

Kim, Kim, Lee, and Hahns (2005) ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติการสึกหรอของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์และนำมาเปรียบเทียบกับฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์เป็นฟิล์มโลหะทรานซิชันไนไตรด์ที่ประกอบด้วยธาตุสองชนิด ซึ่งทำหน้าที่เป็นชั้นเคลือบแข็งเพื่อป้องกันผิวและด้านทานสึกหรอ ซึ่งใช้ในงานทางด้านอุตสาหกรรม

ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์และไทเทเนียมไนไตรด์นิยมใช้ในอุตสาหกรรมมากที่สุด และได้มีการศึกษา มากที่สุดเนื่องจากมีคุณสมบัติในการทนต่อความร้อนสูง ทนต่อการสึกหรอได้ดี ตลอดจนทนต่อ การกัดกร่อนที่ดีกว่าการเคลือบด้วยฟิล์มอื่น ๆ แต่ทั้ง ๆ ที่มีคุณสมบัติที่ดีแล้ว แต่ โครเมียมไนไตรด์ ยังมีคุณสมบัติที่ยังไม่เหมาะสมกับการใช้งานบางอย่าง เช่น ใช้กับเครื่องจักรกลที่มีความเร็วสูง และ งานที่มีอุณหภูมิที่สูงกว่า $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ด้วยเหตุผลดังกล่าวสิ่งที่เกิดขึ้นนี้เป็นข้อจำกัดของระบบฟิล์มแบบ ธาตุสองชนิด (binary) ดังนั้นเพื่อจะแก้ปัญหาเหล่านี้ เราจึงคิดฟิล์มที่ประกอบไปด้วยธาตุสามชนิด (ternary) โดยการเพิ่มธาตุอีกหนึ่งชนิดเข้าไปในระบบฟิล์มแบบธาตุสองชนิด ทั้งนี้เป็นที่ทราบกันดี ว่าในระบบการเคลือบที่ประกอบด้วยธาตุสามชนิด จะแสดงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางเคมีได้ ดีกว่าฟิล์มที่ประกอบด้วยธาตุสองชนิด ในงานวิจัยนี้ได้นำเสนอการเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับฟิล์ม โครเมียมไนไตรด์ โดยการเพิ่มธาตุเซอร์โคเนียมเข้าไปในฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ จะได้เป็นฟิล์มที่ ประกอบด้วยธาตุสามชนิด คือ ฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งคาดหวังว่าการเพิ่ม เซอร์โคเนียมเข้าไปนั้นจะไปเพิ่มสมบัติเชิงกลและสมบัติไตรโบโลจิกอล (Tribological) ของฟิล์ม โดยฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ถูกเคลือบด้วยวิธี อันทาลานซ์ แมกนีตรอน สเปดเตอริง แบบสนามปิด (CFUBMS) โดยอาศัยแหล่งกำเนิดสนามแม่เหล็กในแนวตั้ง นำฟิล์มบาง ที่เคลือบได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และสมบัติเชิงกลที่ขึ้นอยู่กับปริมาณ เซอร์โคเนียม (Zr) ที่อยู่ในฟิล์มที่ค่าต่าง ๆ ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และ เทคนิควัดความแข็งและวัดการสึกหรอ ผลจากการวิเคราะห์พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ของฟิล์ม CrZrN เมื่อ Zr มีปริมาณค่าต่าง ๆ พบว่าฟิล์มทั้งหมดมีโครงสร้างแบบ Face-centered cubic (FCC) และเมื่อเพิ่มปริมาณ Zr เข้าไปในฟิล์ม ฟิล์มทั้งหมดจะค่อย ๆ เลื่อนตำแหน่งไปยังมุม เลี้ยวเบนที่ต่ำกว่า จากผลที่ได้สามารถระบุได้ว่า โครงสร้างแลตทิซ (Lattice) ของฟิล์ม CrZrN ใน งานวิจัยนี้เกิดเป็น Solid solution โดยมาจากการที่อะตอมของโครเมียม (Cr) ถูกแทนที่ด้วยอะตอม เซอร์โคเนียม (Zr) และเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียม (Zr) มากขึ้นทำให้ความเข้มพิกมีค่าสูงขึ้น นั่น หมายความว่าฟิล์มมีความเป็นผลึกมากขึ้น ส่วนค่าแลตทิซของฟิล์มก็จะมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อมี ปริมาณเซอร์โคเนียม (Zr) เพิ่มขึ้น อธิบายได้ว่าค่าแลตทิซที่เพิ่มขึ้นของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียม ไนไตรด์ (CrZrN) มีผลมาจากการแทนที่ของอะตอม Cr กับ Zr ในแลตทิซโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียม (Zr) มีขนาดใหญ่กว่า โครเมียม (Cr) ส่วนลักษณะพื้นผิวของ ฟิล์มที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มโครเมียมไนไตรด์กับฟิล์มโครเมียม เซอร์โคเนียมไนไตรด์จะพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียมฟิล์มจะมีลักษณะเรียบขึ้นทำให้ความ ขรุขระมีค่าลดลง เมื่อทดสอบค่าความแข็งและรอยสึกหรอของฟิล์มด้วยเครื่องนาโนอินเด้นเตอร์

(Nanoindenter) พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียมเข้าไปทำให้ฟิล์มมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น โดยมีค่าความแข็งสูงสุดประมาณ 34 GPa ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มโครเมียมไนไตรด์แล้วมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นประมาณ 1.5 เท่า (ความแข็งของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์มีค่า 22 GPa) ซึ่งการเพิ่มขึ้นของความแข็งนี้น่าจะมาจากการกระบวนการ Solid solution hardening และเมื่อทำการทดสอบการสึกหรอด้วย Ball on disc พบว่าค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานมีค่าลดลงอย่างมากเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้น ทำให้ฟิล์มมีคุณสมบัติในการต้านทานการสึกหรอได้ดีขึ้น สรุปได้ว่าการเพิ่มเซอร์โคเนียมลงไปในฟิล์มโครเมียมไนไตรด์เป็นการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางไตรโบโลจิคอลของฟิล์มให้มีค่าดีขึ้น

Aouadi, Maeruf, Twesten, Mihut, and Rohde (2008) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางเคมี สมบัติเชิงกลและสมบัติทางไตรโบโลจิคอล (Tribological) ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ที่เคลือบด้วยวิธี อิมบัลานซ์ แมกนีตรอน ดีซี สเปคเตอริง และนำฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้นำมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) วิเคราะห์ความแข็งด้วยเทคนิค นาโนอินเด้นเทชัน (Nanoindentation) จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าฟิคของการเลี้ยวเบนจะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เมื่อเพิ่มกำลังวัตต์ของโครเมียม (Cr) เข้าไปแต่ความสูงของฟิคจะมีค่าลดลงและลักษณะของฟิคของการเลี้ยวเบนจะเคลื่อนไปทางขวาเนื่องจากมีการแทนที่ของอะตอมโครเมียมกับเซอร์โคเนียม ซึ่งอะตอมของโครเมียมมีขนาดน้อยกว่าอะตอมของโครเมียมส่งผลทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) มีค่าลดลง จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ด้วยเทคนิค XPS พบว่าฟิคของธาตุโครเมียม (Cr) ตรงกับชั้น $2p_{3/2}$, $2p_{1/2}$ และมีความเข้มของฟิคเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณโครเมียมมากขึ้น ในส่วนของสมบัติเชิงกลของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมในงานวิจัยนี้ได้กล่าวไว้ว่า ฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์จะมีความแข็งเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เมื่อฟิล์มมีปริมาณโครเมียมเพิ่มมากขึ้น และมีค่าความแข็งสูงสุดอยู่ที่ 27 GPa. ถึงแม้ฟิล์มจะมีความแข็งที่สูงมากแต่ค่าความยืดหยุ่นของฟิล์มกลับมีค่าลดลง ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM แสดงให้เห็นการรวมตัวหยาบ ๆ ของเมล็ดเกรน เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่เป้าโครเมียมเพิ่มขึ้น พื้นผิวของฟิล์มจะมีความหยาบลดน้อยลง และเมื่อทดสอบการสึกหรอของพื้นผิวพบว่าพื้นผิวที่ไม่มีโครเมียมผสมอยู่ มีความสึกหรอมากกว่าพื้นผิวที่มีปริมาณเซอร์โคเนียมอยู่ด้วย และเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียมเข้าไปมากขึ้นมีผลให้พื้นผิวมีความหยาบลดน้อยลง

Kim, Kim, Lee, and Hahns (2008) ศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ที่อุณหภูมิสูง จากการศึกษาพบว่าฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีความสามารถในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลได้ดีและพื้นผิวยังมีความขรุขระน้อยมากเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียม (Zr) ในงานนี้ทำการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่มีอุณหภูมิสูง โดยมีปริมาณเซอร์โคเนียมที่ค่าต่างๆ หลังจากอบอ่อนด้วยอุณหภูมิ 500 °C และศึกษาการเปลี่ยนแปลงลักษณะความขรุขระของพื้นผิว รอยขีดข่วนที่อุณหภูมิสูงและลักษณะการกระแทก เปรียบเทียบกับอุณหภูมิห้องปกติ ผลจากการทดสอบพบว่า ค่าความแข็งของฟิล์มหลังจากอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 °C และขึ้นอยู่กับปริมาณของเซอร์โคเนียม (Zr) ค่าความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียม (Zr) เพิ่มขึ้น ส่วนความขรุขระของพื้นผิวหลังจากที่อบอ่อนด้วยอุณหภูมิ 500 °C มีค่าความขรุขระมากกว่าพื้นผิวที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากเกิดการออกซิเดชัน (Oxidation) ที่พื้นผิว ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน (Friction coefficients, μ) ของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ($\text{Cr}_{1-x}\text{Zr}_x\text{N}$; $x=0.34$) ที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิ 300 °C และอุณหภูมิ 500 °C ที่วัดได้มีค่าประมาณ 0.17, 0.65 และ 0.9 ตามลำดับ ซึ่งจากค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานนี้บอกได้ว่าค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานจะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญกับอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบ เมื่อนำฟิล์มที่อบอ่อนด้วยอุณหภูมิ 500 °C ไปทำการทดสอบการกระแทกพบว่าเกิด localized failure ที่พื้นผิวซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ส่งผลทำให้ความต้านทานต่อการกระแทกของฟิล์มลดลง

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

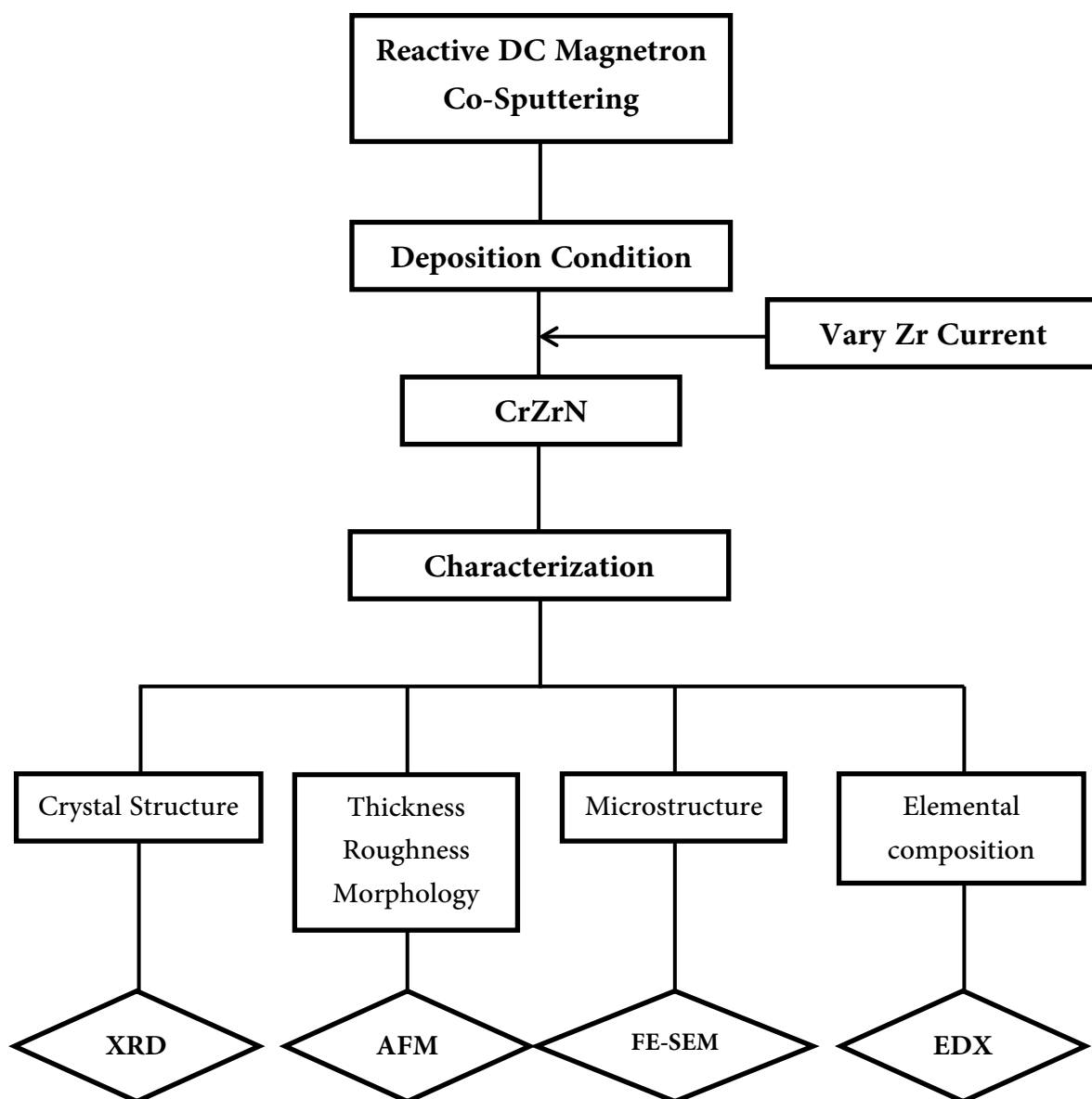
บทนี้กล่าวถึงขอบเขตงานวิจัย อุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดจนถึง ขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ศึกษาผลของ ตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อสมบัติของฟิล์ม โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์และศึกษาลักษณะเฉพาะของ ฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียม ไนไตรด์ สรุปได้ดังนี้

ในส่วนการเตรียมฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้น ขั้นแรกจะศึกษาอุปกรณ์ที่ เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง ตัวแปรต่าง ๆ และขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิทยานิพนธ์นี้ใช้ การเคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มโครเมียม เซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมและเวลาในการเคลือบ ที่มีต่อโครงสร้างและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ส่วนการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้ ด้วย เทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก (Crystallite size) ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice constants) ใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว ใช้เทคนิค EDX เพื่อศึกษา องค์ประกอบธาตุทางเคมี และใช้เทคนิค FE-SEM เพื่อศึกษาลักษณะ โครงสร้างระดับจุลภาคและ ความหนาของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) ส่วนที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอกตีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอร์ริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) มี 2 ชนิดคือ

- โครเมียม ความบริสุทธิ์ 99.95%
- เซอร์โคเนียม ความบริสุทธิ์ 99.95 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระดาษสไลด์ใช้เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา
- แผ่นซิลิกอนใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ องค์ประกอบธาตุ และโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.2.3 แก๊ส (Gas) มี 2 ชนิดคือ

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

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

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

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Digital Instruments) ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (ภาพที่ 3-4)

2.3 Field Emission Scanning Electron Microscope สำหรับศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคและความหนา งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น Hitachi S-4700 ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC) (ภาพที่ 3-5) และ Energy Dispersive X-ray spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี

งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy รุ่น EDXRF SYSTEMS 550i Analyzer ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC)



ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบปริแอกตีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



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



(a)

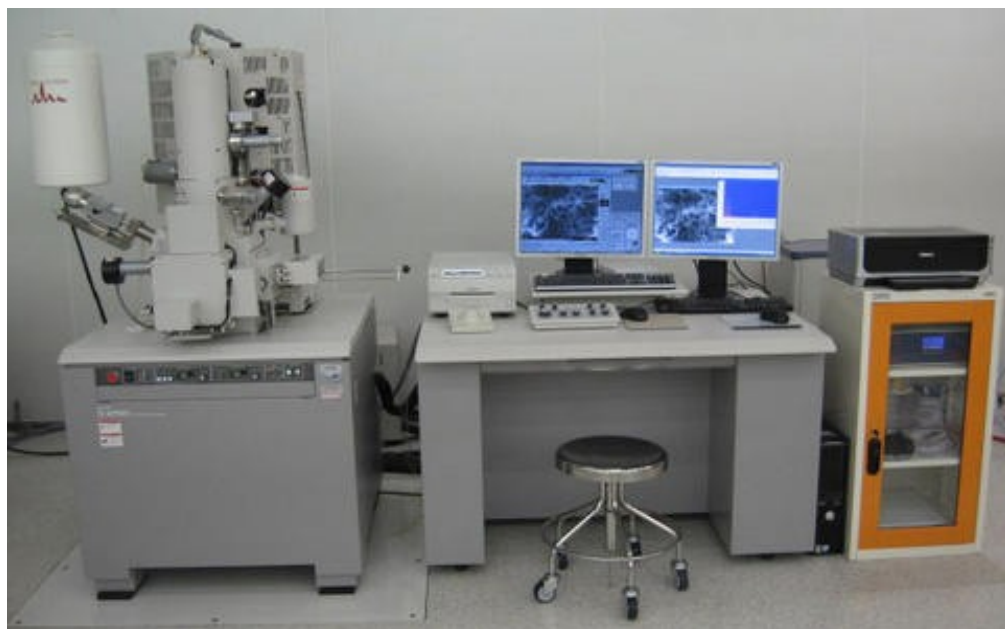


(b)

ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) in a tapping mode,
by Digital Instruments, Nanoscope III

(a) AFM and display part

(b) AFM probe and sample stage

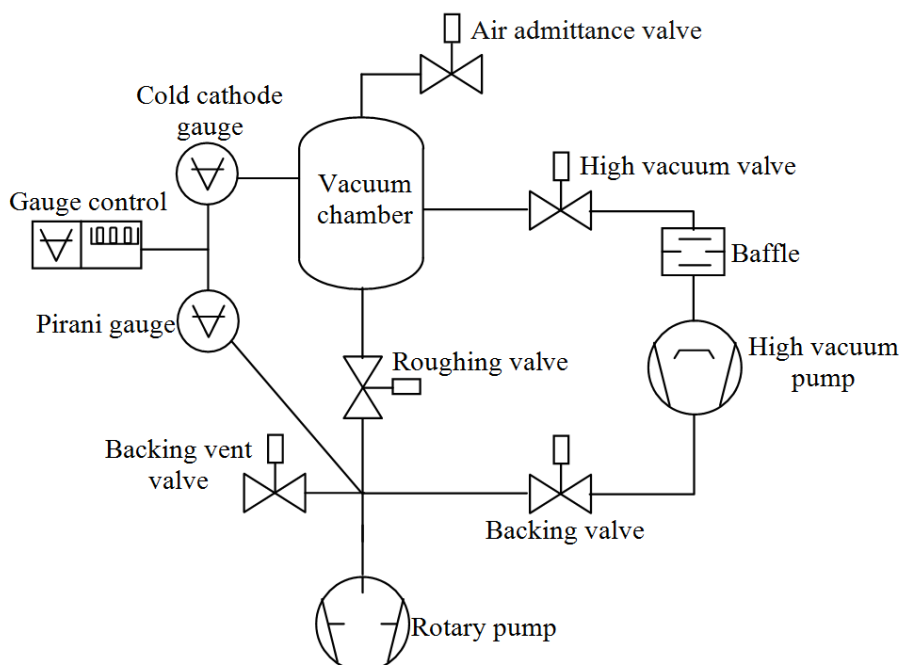


ภาพที่ 3-5 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) และเครื่อง
Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

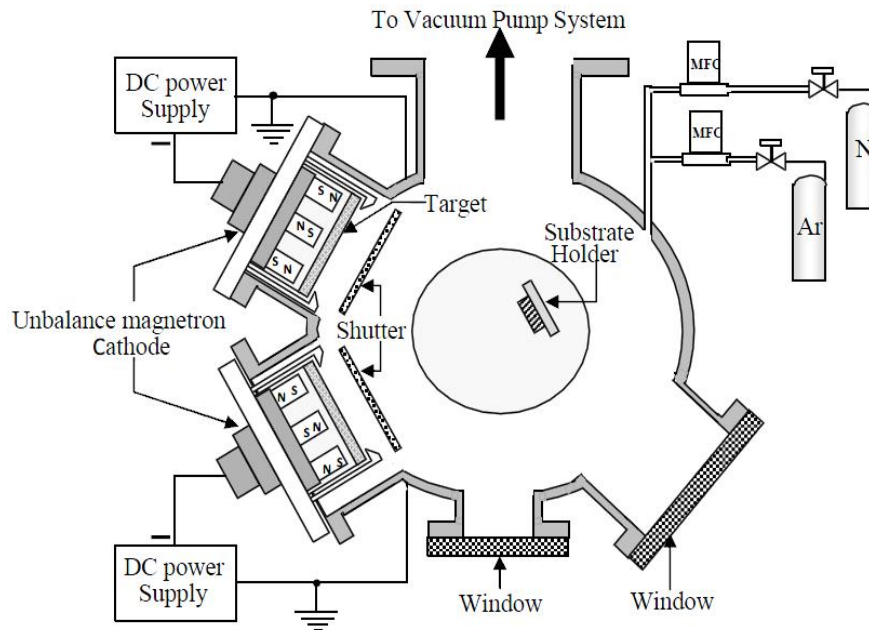
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง

การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ในงานวิทยานิพนธ์นี้ ใช้เทคนิค รีแอกทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง (Reactive DC Magnetron Co-Sputtering) ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และส่วน of ระบบการเคลือบ (Coating System) มีรายละเอียดดังนี้

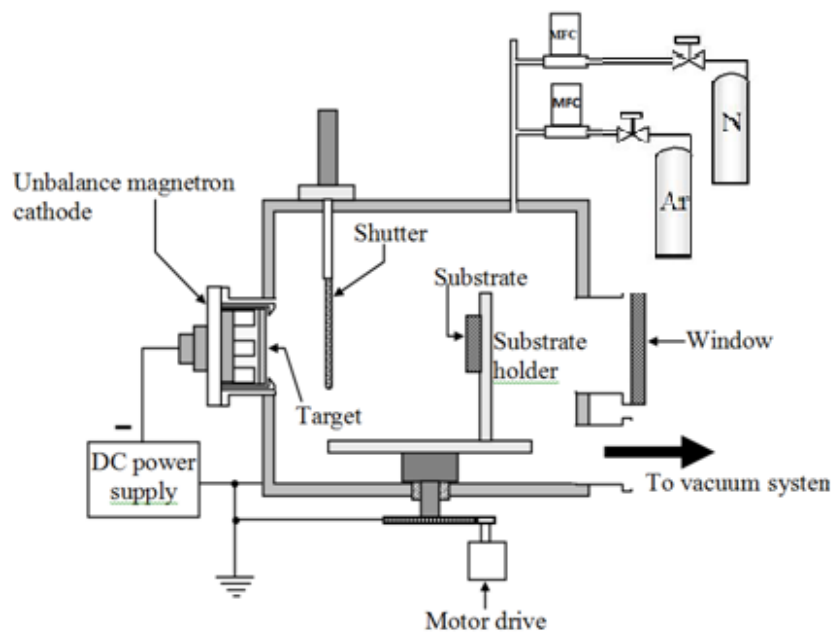
1. ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบลท้าย สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 ภาพที่ 3-6 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ (สำหรับใช้ในการตรวจสอบระบบสุญญากาศ) ภาพที่ 3-7 และภาพที่ 3-8 เป็นไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-7 แผนภาพจำลองของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านบน (Top View)



ภาพที่ 3-8 แผนภาพจำลองของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านข้าง (Side View)

2. ระบบการเคลือบ (Coating System) เป็นส่วนเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยการเคลือบบนวัสดุรองรับชนิดต่าง ๆ ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 75.0 mm จำนวน 2 ชุด ที่ติดตั้งด้านข้างของห้องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 1000 V 3 A สำหรับการจ่ายแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน) จะควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลของแก๊ส (Mass Flow Controller) ของ Edwards รุ่น Controller 1605 ซึ่งภายในห้องเคลือบจะมีแท่นวางชิ้นงานที่กลางห้องเคลือบซึ่งสามารถปรับระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบได้

การสร้างสถานะสุญญากาศ

ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสเปตเตอริง ต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสถานะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-5} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) แผนภาพระบบเครื่องเคลือบสุญญากาศแสดงดังรูปที่ 3-9 การสร้างสถานะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบลกลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-9) โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบลกลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ต่อมาจะใช้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

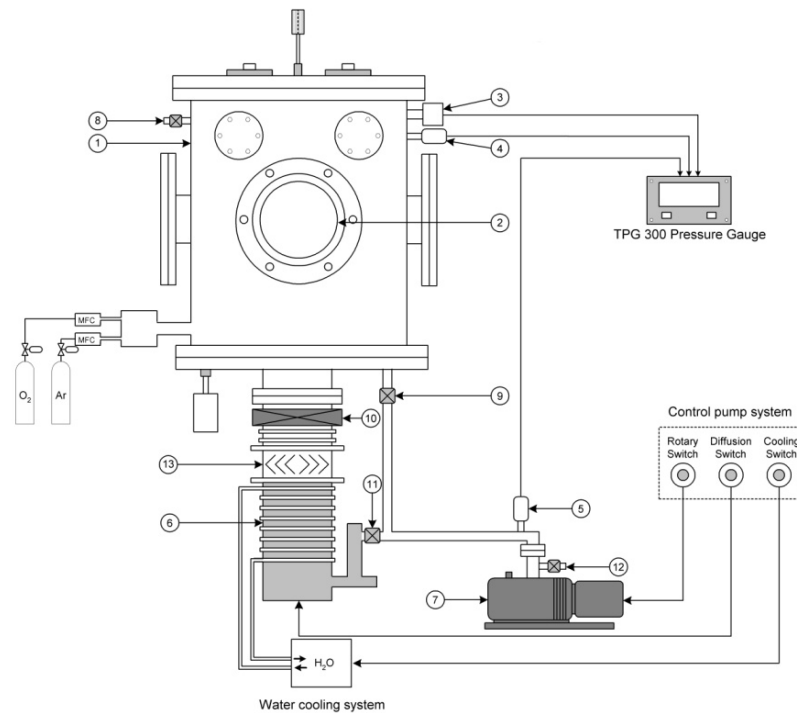
1. ตรวจสอบวาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดัน และระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลกลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. เริ่มสูบลอากาศจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบลกลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลกลโรตารีสูบลอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที

4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสถานะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

5. สร้างสถานะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลมโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลมโรตารีสูบลมออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสถานะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสูบลมออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสถานะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์



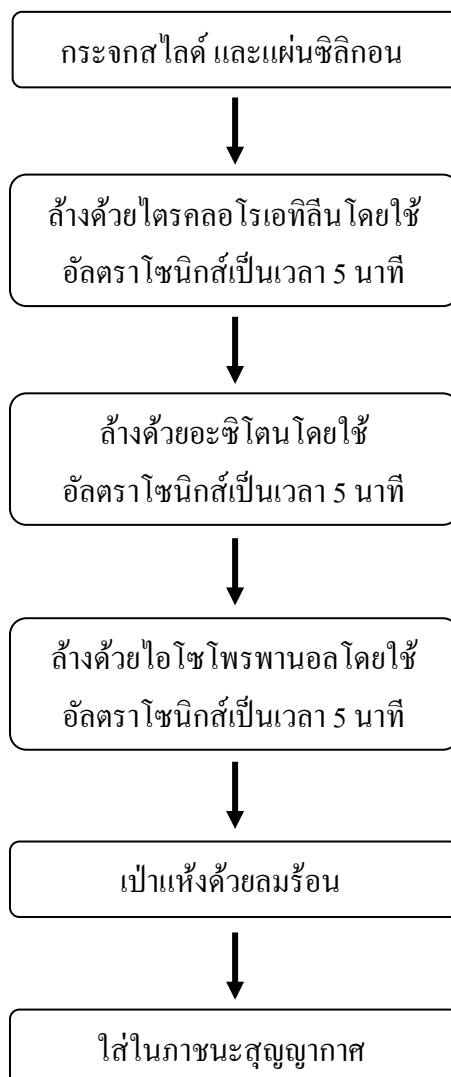
ภาพที่ 3-9 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบลู่วสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง

- | | |
|-------------------------------------------|------------------------------------------|
| 1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber) | 2. หน้าต่าง (Window) |
| 3. มาตรวัดความดันเพนนิ่ง (Penning Gauge) | 4. มาตรวัดความดันพิรานี (Pirani Gauge) |
| 5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge) | 6. เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) |
| 7. เครื่องสูบลูกโรตารี (Rotary Pump) | 8. วาล์วปล่อย (Vent Valve) |
| 9. วาล์วหยาบ (Roughing Valve) | 10. วาล์วสุญญากาศสูง (High Vacuum Valve) |
| 11. วาล์วท้าย (Backing Valve) | 12. วาล์วปล่อย (Vent Valve) |
| 13. แบริล (Baffle) | |

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก จำพวก คราบฝุ่น ไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ ออก เพื่อให้ผิววัสดุรองรับสะอาด ซึ่งจะช่วยให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ การทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิคส์เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตน โดยใช้อัลตราโซนิคส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิคส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมคีบ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ

ดังแสดงในภาพที่ 3-10



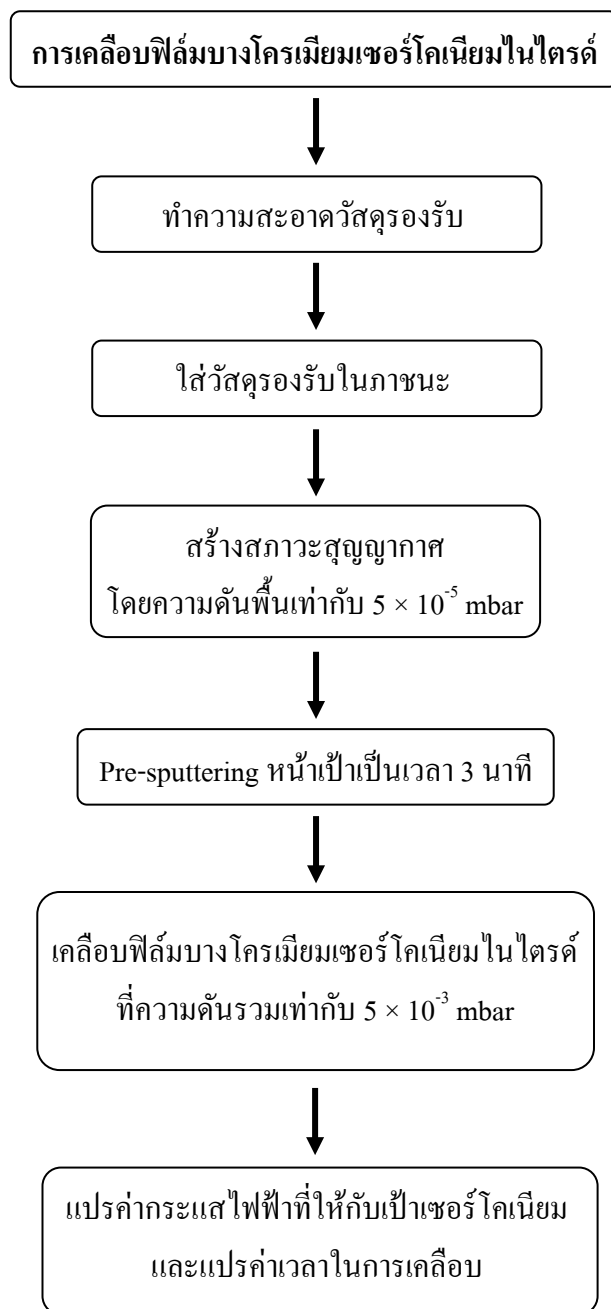
ภาพที่ 3-10 การล้างวัสดุรองรับ

การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธีรีแอกทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปคเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อสัคย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อสัคย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าโครเมียมและเป้าเซอร์โคเนียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสเปคเตอริงของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและออกซิเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดชัตเตอร์หน้าเป้าโครเมียมและเป้าเซอร์โคเนียม แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_0) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_0 ที่อ่านได้
3. ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยกระบวนการ Pre-Sputtering เป็นเวลา 3 นาที
4. ขั้นตอนนี้เป็นเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง
5. จ่ายสัคย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิด โกลว์ดีสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังคงปิดอยู่) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จะเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด
6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก



ภาพที่ 3-11 การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

งานวิจัยนี้ แบ่งการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ออกเป็น 3 ส่วน คือ (1) โครงสร้างผลึกของฟิล์ม (2) ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม (3) องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึกขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ศึกษาได้โดยนำแผ่นซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับที่เคลือบแล้ว มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยจะใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ตรวจวัดด้วยมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของ JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้

ปกติการระบุหรือยืนยันโครงสร้างผลึกของวัสดุใด ๆ สามารถทำได้โดยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุที่ต้องการทราบกับฐานข้อมูล JCPDS สำหรับในงานวิจัยนี้ วัสดุที่ศึกษาคือ ฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีลักษณะเป็นสารประกอบชนิดใหม่ที่รวมตัวกันในลักษณะของสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ทำให้ยังไม่มีข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ดังนั้นการระบุหรือยืนยันโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ จึงไม่มีข้อมูลมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ จึงพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ดังนั้นมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งสอดคล้องกับสมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law) ดังสมการ

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

โดยที่ λ คือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ n คือลำดับของการสะท้อน d_{hkl} คือระยะห่างระหว่างระนาบ ($h k l$) และ θ คือมุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา

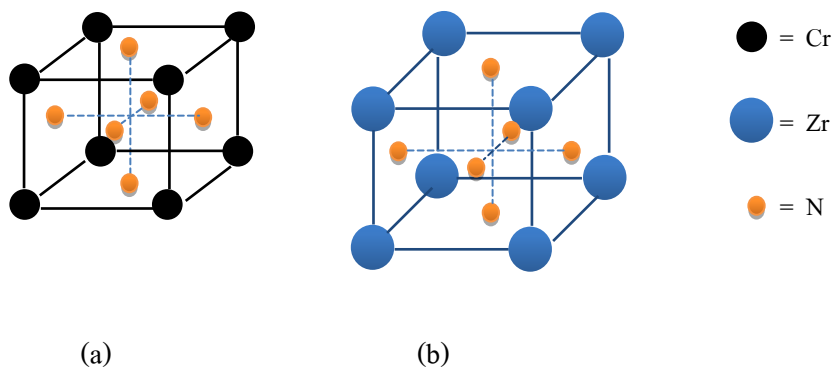
1.2 ขนาดผลึกของฟิล์ม สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ หากจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้ Scherrer Equation ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ ดังสมการ

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

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
 k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406$)
 β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีกที่มีค่าความเข้มสูงสุด
 θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีก

1.3 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์ม (a, b, c) หากจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งโดยทั่วไปโครงสร้างผลึกของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ พบว่ามีโครงสร้างแบบ เฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (Face-centered cubic; FCC) ดังภาพที่ 3-12 การแทนที่ของอะตอมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์หรือเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้น ส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์

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



ภาพที่ 3-12 ระบบผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (a) โครเมียมไนไตรด์ (b) เซอร์โคเนียมไนไตรด์

2. ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษา ลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 การหาความหนาฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวิเคราะห์ความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ บริเวณด้านบนจะมีแหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ และมีโฟโตดีเทคเตอร์สำหรับวัดการโค้งงอของคานายื่น

2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ และใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (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 จำนวนตำแหน่งที่มีค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของบริเวณพื้นที่ผิวที่ทำกรวัด
 Z_i คือ ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของแต่ละตำแหน่งบนพื้นผิว
 \bar{Z} คือ ความสูงเฉลี่ย

3. องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษา องค์ประกอบของธาตุทางเคมี ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

เงื่อนไขการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพ ซึ่งผู้วิจัยได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 การทดลอง โดยแต่ละการทดลองมีขั้นตอนการทดลองสรุปได้ดังนี้

การทดลองที่ 1 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่ค่าต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมในกระบวนการเคลือบ เพื่อหากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอนต่อไนโตรเจน (sccm)	3.4 : 10
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (A)	0.6
กระแสไฟฟ้าเซอร์โคเนียม (A)	0.5, 1.0, 1.5, 2.0
เวลาเคลือบ (min)	30

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป่าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm แล้วสร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป่าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-1 โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 3.4 sccm : 10 sccm และแปร ค่ากระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.5 A, 1.0 A, 1.5 A และ 2.0 A ตามลำดับ ควบคุม ความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 30 นาที

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ นำฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

การทดลองที่ 2 ผลของเวลาในการเคลือบ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของเวลาในการเคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่าเวลาในการเคลือบ เพื่อศึกษาผลของเวลาต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอนต่อไนโตรเจน (sccm)	3.4 : 10
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (A)	0.6
กระแสไฟฟ้าเซอร์โคเนียม (A)	1.0
เวลาเคลือบ (min)	20, 30, 40

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm แล้วสร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-1 โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 3.4 sccm : 10 sccm ใช้กระแสไฟฟ้าที่เป้าโครเมียมเท่ากับ 0.6 A และกระแสไฟฟ้าที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.0 A แปรค่าเวลาในการเคลือบเท่ากับ 20, 30 และ 40 นาที ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมี

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

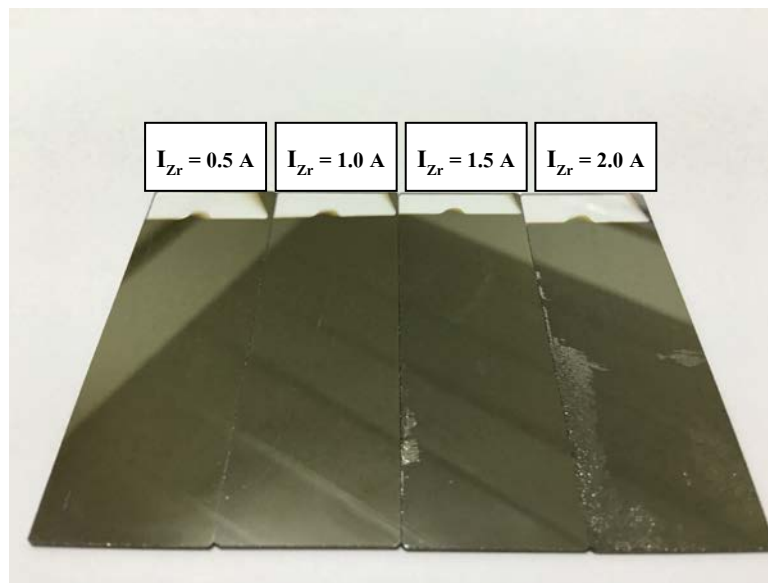
บทนี้เป็นข้อมูลจากการทดลองตามแนวทางการศึกษาในบทที่ 3 ซึ่งเป็นผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้ในการเคลือบต่อโครงสร้างฟิล์ม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีอิเล็กโทรลิซิส แมกนีตรอน โครสปัตเตอร์ โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม 4 ค่า คือ 0.5 A, 1.0 A, 1.5 A และ 2.0 A ตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ ในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีสีเทาดำ ลักษณะเรียบเนียนมีการสะท้อนแสงดี แต่มีการล่อนเล็กน้อยเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมสีของฟิล์มบางไม่แตกต่างกันมากนัก ดังแสดงในภาพที่ 4-1



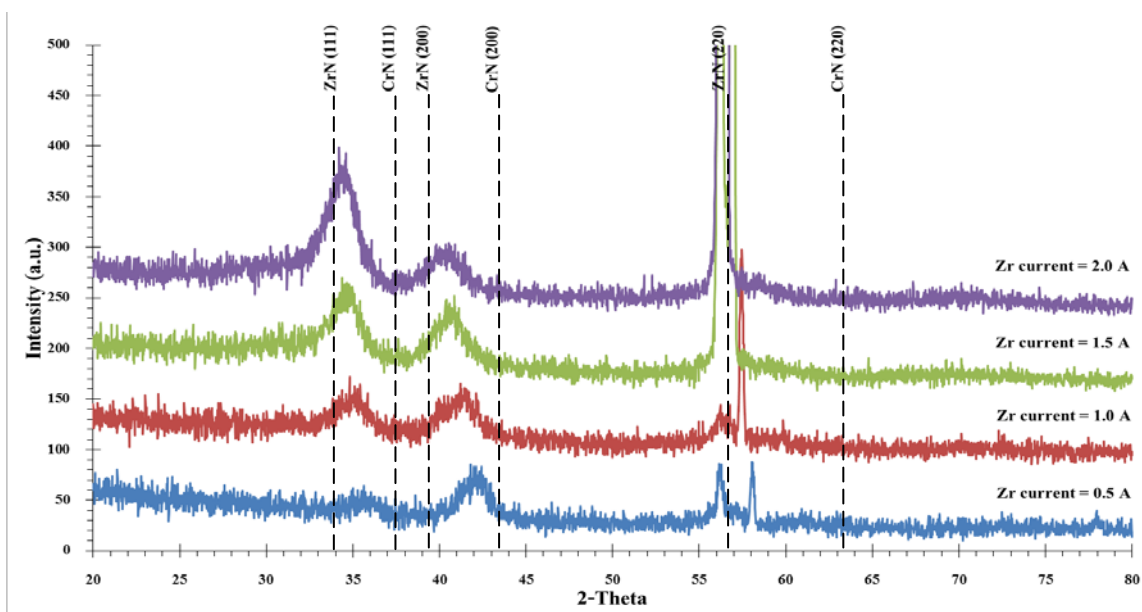
ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

2. โครงสร้างผลึก

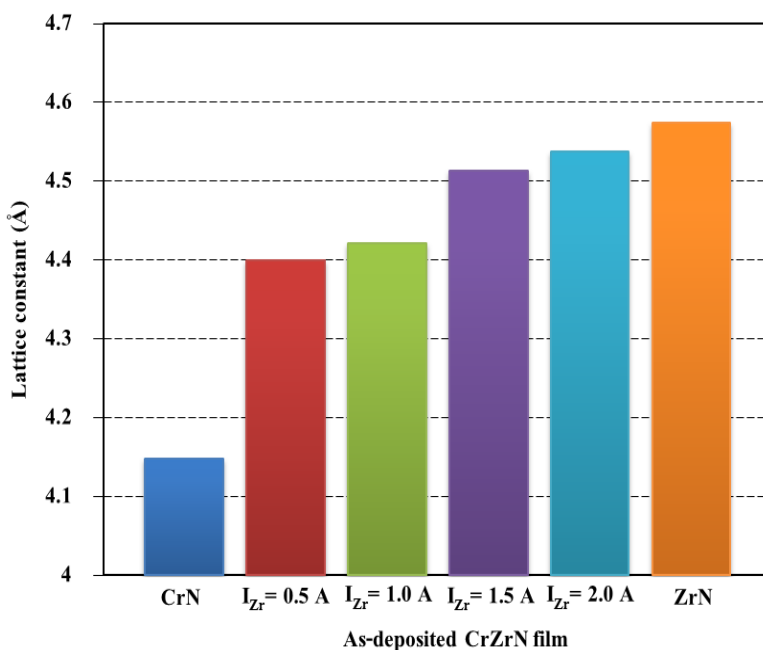
ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.5 A, 1.0 A, 1.5 A และ 2.0 A พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์คล้ายกันทุกเงื่อนไขการเคลือบ แตกต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่านั้น จากผล XRD ของฟิล์มที่ได้ เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.5 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 35.3° และ 41.8° และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.0 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 35.12° และ 41.58° และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.5 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 34.38° และ 40.98° และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเป็น 2.0 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 34.2° และ 40.02° สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 77-0047 และ 31-1493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือ ฟิล์มบางของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ โดยมีระนาบ (111) เป็น preferred orientation

จากผลการทดลองนี้พบว่า เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ระนาบ (111) มีความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด สอดคล้องกับงานวิจัยของ Kim et al. (2005) ซึ่งพบว่าฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีอัลบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริงแบบสนามปิด โดยอาศัยแหล่งกำเนิดสนามแม่เหล็กในแนวตั้ง พบว่าที่ระนาบ (111) มีความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด แต่ต้องให้พลังงานขณะเคลือบแก้ววัสดุรองรับ 150°C อย่างไรก็ดีงานวิจัยนี้พบว่า สามารถเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่มีความเป็นผลึกได้ โดยไม่ต้องเพิ่มพลังงานให้แก้ววัสดุรองรับ เนื่องจากในงานวิจัยนี้ เคลือบด้วยระบบโคสปีดเตอริง ซึ่งสามารถควบคุมกำลังไฟฟ้าและพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่หลุดออกมาได้ เมื่ออะตอมสารเคลือบมีพลังงานสูงพอ จึงเกิดฟอร์มตัวเป็นฟิล์มที่มีความเป็นผลึกสูงได้ โดยไม่ต้องให้พลังงานเพิ่ม



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่าง ๆ



ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 77-0047 และ 31-1493 ตามลำดับ ซึ่งค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบหาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่าง

ระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ ขึ้นอยู่กับกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.400 Å - 4.538 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามมาตรฐาน JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์หาได้จาก Scherrer equation โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีขนาดลดลง โดยมีค่าในช่วง 8.743 nm. ถึง 15.183 nm. ดังแสดงในตาราง ที่ 4-2

จากผลของ XRD พบว่าฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก เมื่อนำมาคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซพบว่าโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีค่าคงที่แลตทิซเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับโครเมียมไนไตรด์ตามมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 770047 (4.148 Å) แต่ลดลงเมื่อเทียบกับเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 311493 (4.574 Å) เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 A เป็น 2.0 A แล้ว ค่าคงที่แลตทิซ ($a = b = c$) ของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 4.400 Å เป็น 4.538 Å สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun and Limsuwan (2012) ที่พบว่าค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีค่าอยู่ในช่วง 4.207 Å ถึง 4.357 Å เนื่องจาก เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น อะตอมเซอร์โคเนียมเข้าไปแทนที่อะตอมโครเมียมได้มากขึ้น ค่าคงที่แลตทิซจึงเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		กระแสเซอร์โคเนียม (A)			
	CrN JCPDS No. 770047	ZrN JCPDS No. 311493	0.5	1.0	1.5	2.0
$a = b = c$ (Å)	4.148	4.574	4.400	4.422	4.514	4.538
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

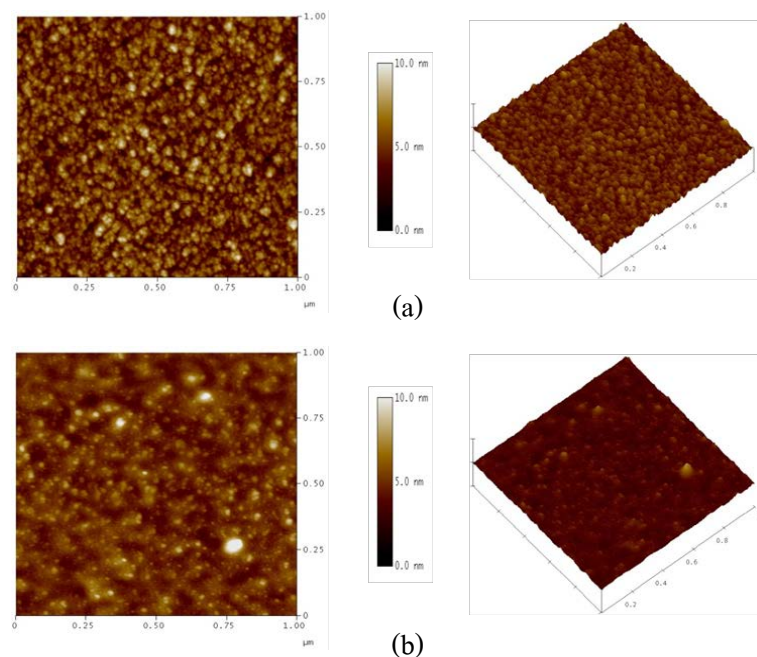
กระแสไฟฟ้า เป้าเซอร์โคเนียม (A)	ระนาบ (111)	
	FWHM (องศา)	ขนาดผลึก (nm)
0.5	0.55	15.183
1.0	0.75	11.101
1.5	0.90	9.236
2.0	0.95	8.743

3. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-4 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกระแสของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสเปคเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมมีผลทำให้ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบผิวตลอดจนขนาดของลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงเพราะการเพิ่มกระแสไฟฟ้าเป็นการเพิ่มพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ ทำให้สารเคลือบมีพลังงานในการเคลื่อนที่มากพอในการเคลื่อนย้ายมาที่ผิวหน้าและเกิดการเกาะกลุ่มรวมตัวกันจนมีความหนาแน่นสูงขึ้น สอดคล้องกับการมีจำนวนผลึกมากขึ้นที่วิเคราะห์โดย XRD ทำให้ความหยาบมีค่าเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม การเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่เป้าเซอร์โคเนียม ส่งผลให้มีอัตราการเคลือบสูงขึ้นทำให้เกิดความหยาบเชิงสถิติ (Statistical roughness) จากภาพที่ 4-4 สังเกตได้ว่าพื้นผิวหน้าของฟิล์มบางมีเกรนลักษณะเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และเริ่มเกาะกลุ่มกันมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม สำหรับความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อเพิ่มกระแสของเป้าเซอร์โคเนียมจาก 0.5 A เป็น 2.0 A ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบผิวเพิ่มขึ้นดังแสดงในภาพที่ 4-5

จากเทคนิค AFM พบว่าความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเปลี่ยนไปตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น ฟิล์มบางที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสเปคเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.5 A ฟิล์มบางที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นเม็ดเล็ก ๆ กระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสเปคเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.0 A สารเคลือบเริ่มเกาะกลุ่มกันเป็นเม็ดกลม ๆ ที่มีขนาดเล็กและใหญ่ผสมกันและเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสเปคเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.5 A ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีลักษณะ

เป็นเม็ดขนาดกลมใหญ่ขึ้นกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ที่เป่าเซอร์โคเนียมเป็น 2.0 A ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มสารเคลือบจะมีขนาดเม็ดกลมใหญ่และมีลักษณะแหลมและสูงชัน สำหรับความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 A เป็น 2.0 A ฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าความหนาและความหยาบผิวเพิ่มขึ้นจาก 324 nm เป็น 669 nm และ 0.888 μm เป็น 1.959 μm ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun and Limsuwan (2012) ที่พบว่า ความหนาของฟิล์มขึ้นอยู่กับความหนาแน่นพลาสมาของโครเมียมและเซอร์โคเนียม จึงสามารถสรุปได้ว่า กระแสไฟฟ้าของเป่าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกมามากขึ้น จึงส่งผลให้ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น แต่ในทางกลับกัน ระยะทางการเคลื่อนที่ของสารเคลือบที่วิ่งลงมาบนวัสดุรองรับลดลง จึงส่งผลให้ mobility ของอะตอมสารเคลือบลดลง จึงเกิดการทับถมในลักษณะสามเหลี่ยมและมีความหยาบผิวมากขึ้น



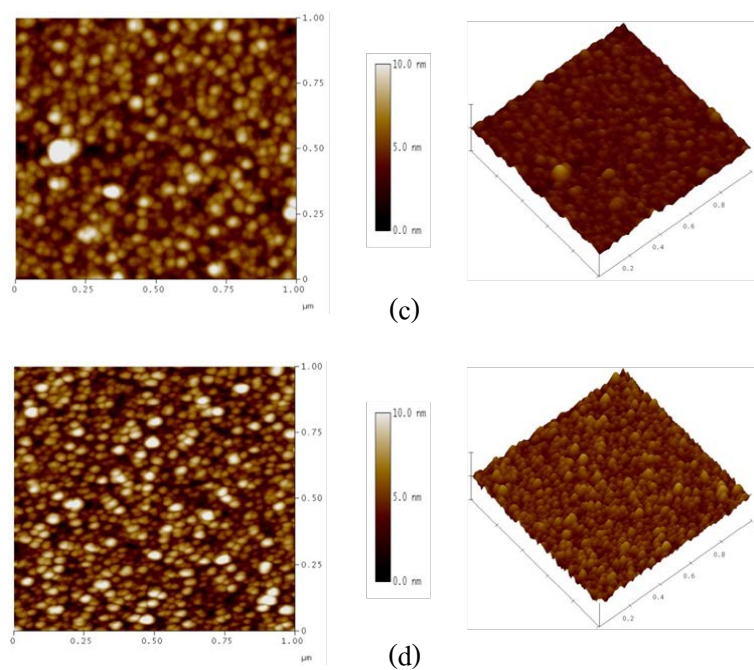
ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่กระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

(a) 0.5 A

(b) 1.0 A

(c) 1.5 A

(d) 2.0 A



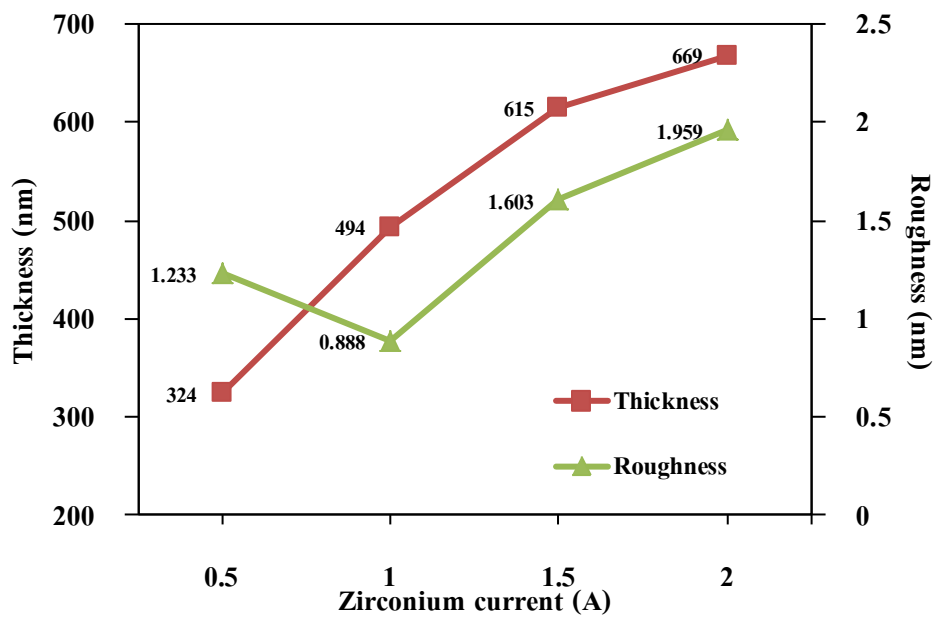
ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ (ต่อ)

(a) 0.5 A

(b) 1.0 A

(c) 1.5 A

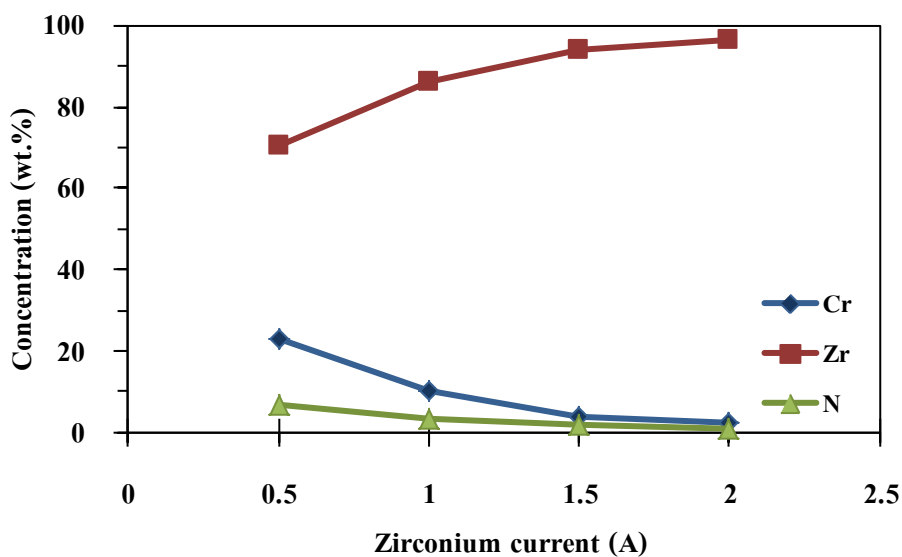
(d) 2.0 A



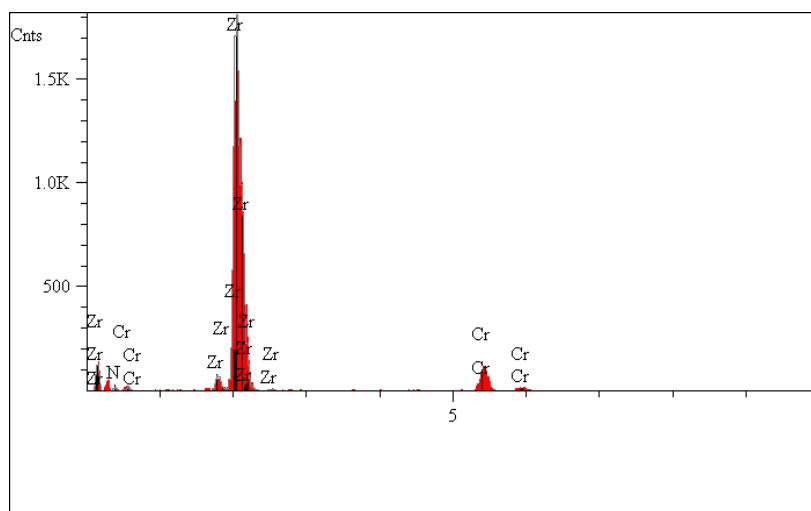
ภาพที่ 4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 A เป็น 2.0 A องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ เซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 70.361% เป็น 96.689% ส่วนโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลงจาก 23.057% เป็น 2.445% และ 6.582% เป็น 0.865% ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun and Limsuwan (2012) ที่พบว่า องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม ขึ้นอยู่กับความหนาแน่น พลาสมาของโครเมียมและเซอร์โคเนียม จึงสามารถสรุปได้ว่า สัดส่วนขององค์ประกอบของฟิล์ม ขึ้นอยู่กับกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ



ภาพที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

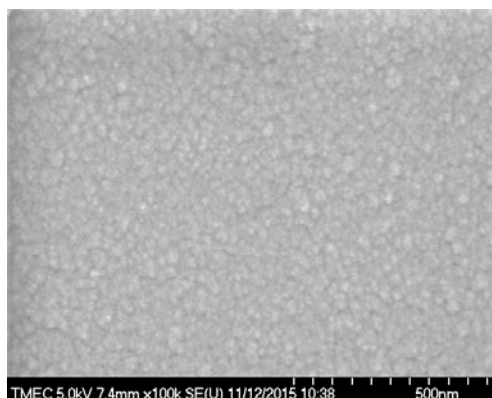


Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
N	Ka	4.14	0.743	0.865	wt.%	
Cr	La	4.97	0.814	2.445	wt.%	
Zr	La	524.80	8.364	96.689	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

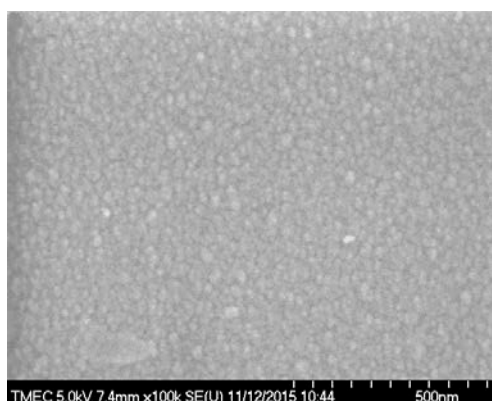
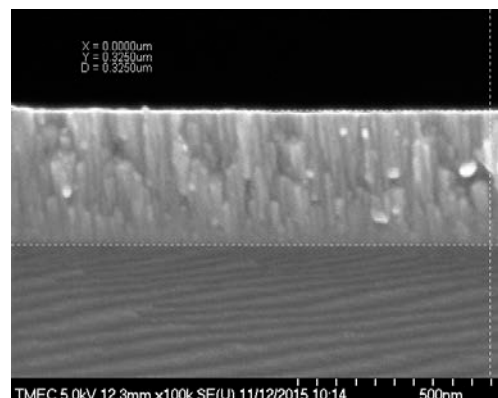
ภาพที่ 4-7 ตัวอย่าง EDX Spectrum ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม 2.0 A

5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

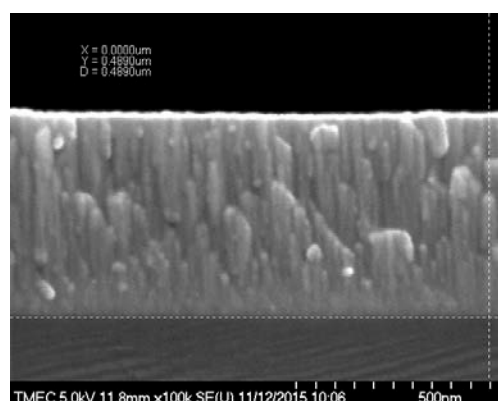
ภาพที่ 4-8 แสดงภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าโครงสร้างของชั้นฟิล์มมีการจัดเรียงตัวกันแบบคอลัมน์นาร์ในลักษณะโครงสร้างแบบ Z2 ในช่วงกระแส 0.5 – 1.0 A แต่เมื่อกระแสสูงขึ้นจาก 1.0 – 2.0 A สังเกตได้ว่าโครงสร้างแบ่งเป็นฟิล์ม 2 ชั้น โดยชั้นล่างมีลักษณะเป็นเนื้อห่อหุ้ม ซึ่งเกิดจากมีความร้อนสูงจนทำให้ฟิล์มมีลักษณะเข้าใกล้โครงสร้าง Z3 แต่อย่างไรก็ตาม ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ยังคงมีโครงสร้างคอลัมน์นาร์แบบ Z2 เช่นเดิม นอกจากนี้พบว่า เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ลักษณะของฟิล์มที่เคลือบจะมีความหนาและความหยาบผิวมากขึ้น เนื่องจากกระแสไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกมามากขึ้น จึงส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น และทำให้อะตอมของสารเคลือบตกเคลือบไปบนผิววัสดุอย่างรวดเร็ว จึงส่งผลให้ mobility ของอะตอมสารเคลือบลดลง จึงเกิดการเคลือบในลักษณะสามเหลี่ยม และมีความหยาบผิวมากขึ้น

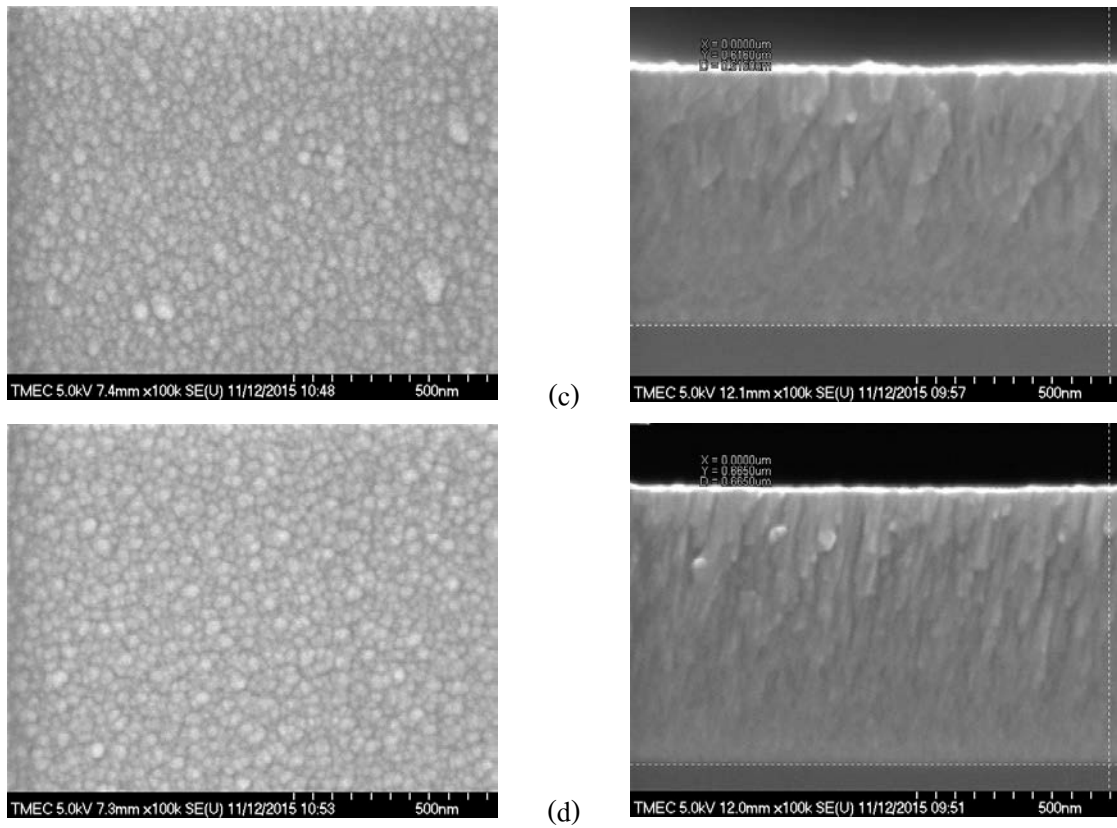


(a)



(b)





ภาพที่ 4-8 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ (ต่อ)

(a) 0.5 A

(b) 1.0 A

(c) 1.5 A

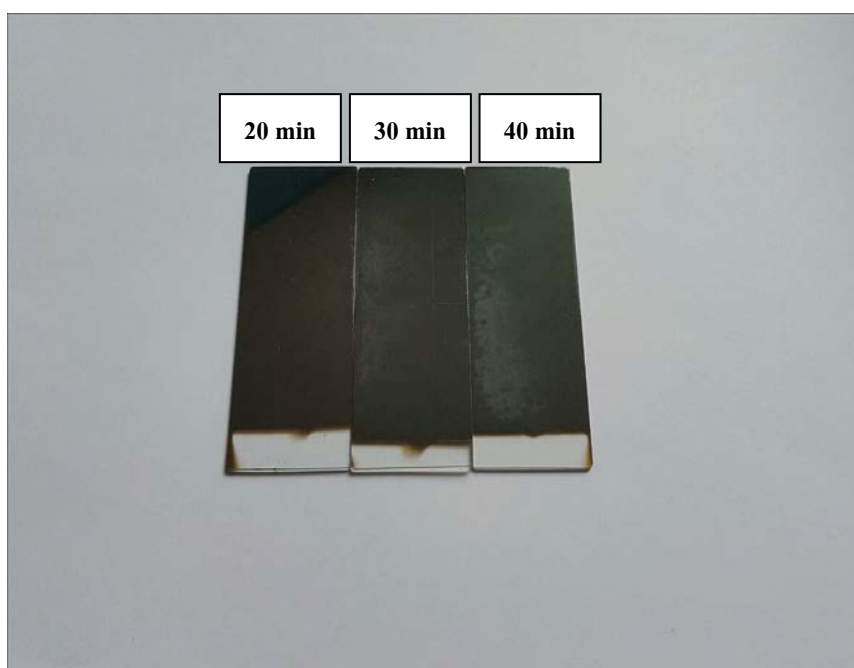
(d) 2.0 A

ผลของเวลาในการเคลือบ

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โดสปิตเตอริง โดยแปรค่าเวลาในการเคลือบเท่ากับ 20, 30 และ 40 นาที ตามลำดับ ประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ความหนา และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่เวลาในการเคลือบต่างๆในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าฟิล์มมีสีดำ ลักษณะเรียบเนียน ผิวหน้าฟิล์มที่เคลือบนาน 20 นาที จนถึง 60 นาที พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ส่งผ่านแสงไม่ได้เลยและมีสีดำทึบ ดังแสดงในภาพที่ 4-9



ภาพที่ 4-9 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยเวลาในการเคลือบต่าง ๆ

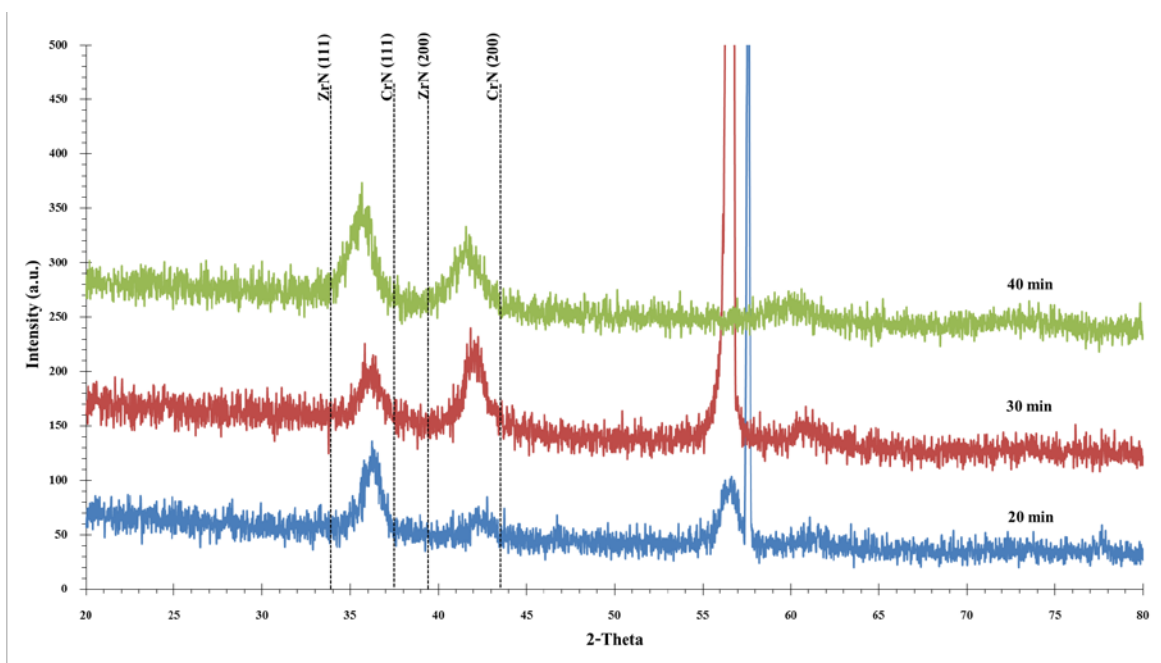
2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-10 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบจาก 20 นาที ถึง 40 นาที พบว่าฟิล์มที่ได้

ทั้งหมด แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์คล้ายกันทุกเงื่อนไขการเคลือบ แตกต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

จากผล XRD ของฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลา 20 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.34° และ 42.12° ขณะที่เมื่อเคลือบด้วยเวลา 30 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์อยู่ที่มุม 36.24° และ 42.04° และเมื่อเคลือบด้วยเวลา 40 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 35.66° และ 41.76° สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

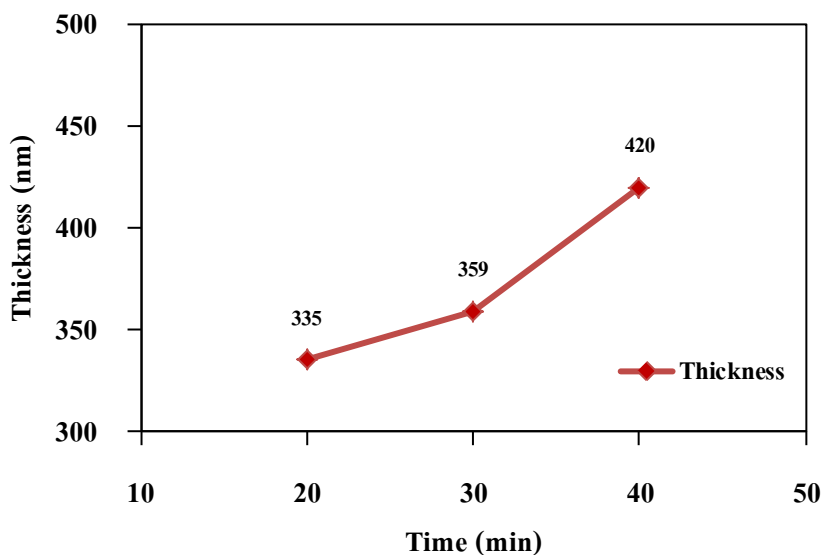
หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 77-0047 และ 31-1493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สามารถกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่ระนาบ (111) และ (200) ตามลำดับ



ภาพที่ 4-10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ

3. ความหนา และลักษณะพื้นผิว

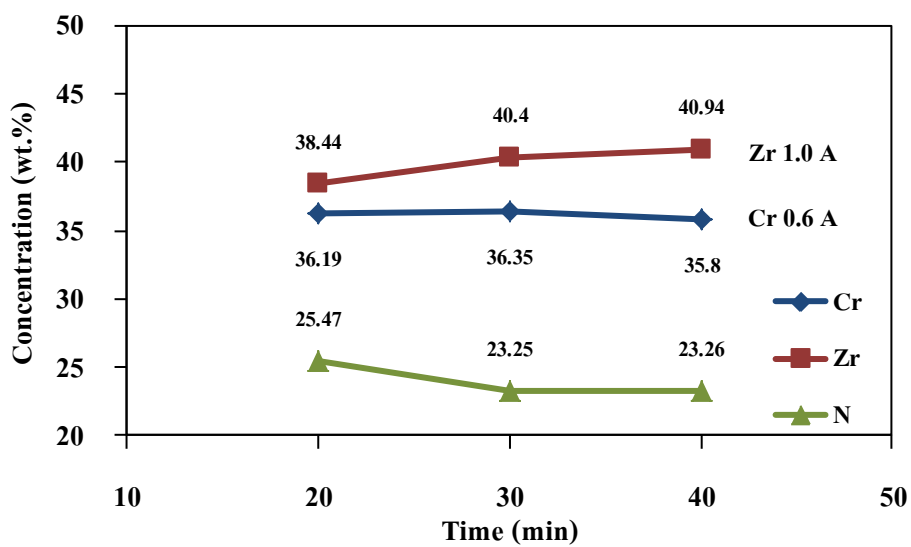
จากเทคนิค SEM พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบ จาก 20 นาที เป็น 40 นาที ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นดังแสดงในภาพที่ 4-11



ภาพที่ 4-11 ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-12 แสดงองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นจาก 20 นาที เป็น 40 นาที องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจนมีค่าประมาณ 36.11%, 39.93% และ 23.99% ตามลำดับ



ภาพที่ 4-12 แสดงองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่เวลาในการเคลือบค่าต่าง ๆ

บทที่ 5

สรุปผล

บทนี้เป็นการอภิปรายและสรุปผลการศึกษางานวิจัยประกอบด้วย ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมและเวลาในการเคลือบ ที่มีผลต่อโครงสร้างและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียม

ฟิล์มบางโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์ชุดนี้เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง โดยกำหนดให้กระแสไฟฟ้าของเป้าโครเมียมคงที่เท่ากับ 0.6 A และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมเท่ากับ 0.5 A, 1.0 A, 1.5 A และ 2.0 A ตามลำดับ ผลการศึกษาโดยสรุปพบว่า เกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ส่วนนี้เป็นสรุปผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมต่อโครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์

สรุปผล

1. ฟิล์มโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมค่าต่าง ๆ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์
2. ความหนาและความหยาบผิวฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมเพิ่มขึ้น โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมมีผลต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์
3. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่าเซอรัโคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมและโครเมียมกับไนโตรเจนมีค่าลดลง ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอรัโคเนียมมีผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์
4. โครงสร้างของชั้นฟิล์มโครเมียมเซอรัโคเนียมไนไตรด์มีการจัดเรียงตัวแบบคอลลัมน์และมิชั้นฟิล์มเป็นเนื้อผสมสองชั้น

ผลของเวลาในการเคลื่อน

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ชุดนี้เคลื่อนบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ด้วยเทคนิค ริแอกตีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง โดยแปรค่าเวลาในการเคลื่อนเท่ากับ 20, 30 และ 40 นาที ตามลำดับ ผลการศึกษาโดยสรุปพบว่า เกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ทุกเงื่อนไขการเคลื่อน ส่วนนี้เป็นการสรุปผลของเวลาที่มีต่อ โครงสร้างผลึก ความหนา และ องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

สรุปผล

1. ฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลื่อนด้วยเวลาในการเคลื่อนต่าง ๆ มี โครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก มีความเป็นผลึกทุกเงื่อนไขการเคลื่อน โดยพบว่าเวลาในการเคลื่อนมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
2. ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการเคลื่อนมากขึ้น โดยพบว่าเวลาในการเคลื่อน มีผลต่อความหนาของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
3. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลื่อนมากขึ้นองค์ประกอบธาตุ ของฟิล์มมีค่าเปลี่ยนแปลงตามเงื่อนไขของเวลาเล็กน้อย ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า เวลาในการเคลื่อนมี ผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

บรรณานุกรม

- กมล เอี่ยมพนากิจ. (2547). การศึกษาการเคลือบฟิล์มบางหลายชั้นที่ให้ค่าการปลดปล่อยรังสีต่ำ. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- ชีวารัตน์ ม่วงพัฒน์. (2544). การสร้างและศึกษาลักษณะของอิลคโตรดประเภทฟิล์มบางโปร่งแสง. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาเทคโนโลยีและวัสดุ, คณะพลังงานและวัสดุ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- พิเชษฐ ลีสมบูรณ์ และชนัสตา รัตน์ะ. (2547). *การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธี สเป็คโตริงตามแผนปรับ โครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 รายงานการวิจัยประจำปี 2547 ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม.* กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- มดี ห่อประทุม. (2548). การศึกษาฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยการเตรียมด้วยวิธี ดีซี รีแอค ดีฟ แมกนีตรอน สเป็คโตริง. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา. (2543). *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการเบื้องต้น (Materials science research instruments: theories and basic principles).* กรุงเทพฯ: สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ถาวรธิดา. (2540). *การพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสเป็คโตริง รายงานการวิจัยประจำปี 2540.* ชลบุรี: มหาวิทยาลัยบูรพา.
- 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. *Surf Coat Technol*, 200, 3411-3417.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2nd ed). New Jersey: Noyes Publications.
- Chantharangsi, C., Denchitharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Structure and Surface Morphology of Cr-Zr-N Thin Film Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 868-874.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.

- Fornies, E., Escobar, R., Sanchez, O., & Albella, J. M. (2006). Growth of CrN_x films by DC reactive magnetron sputtering at constant N₂/Ar flow. *Surf Coat Technol*, 200, (20-21), 6047-6053.
- Kim, G. S., Kim, B. S., Lee, S. Y., & Hahn, J. H. (2005). Structure and mechanical properties of Cr-Zr-N films synthesized by closed field unbalanced magnetron sputtering with vertical magnetron sources. *Surface & Coatings Technology*, 200, 1669-1675.
- Kim, G. S., Kim, B. S., Lee, S. Y., & Hahn, J. H. (2008). Evaluation of the high temperature characteristics of the CrZrN coatings. *Surface & Coatings Technology*, 202, 5521–5525.
- Maissel, L. I. & Gland, R. (1970). *Handbook of Thin Film Technology*, New York: McGraw-Hill.
- Nose, M., Zhou, M., Honbo, E., Yokota, M., & Saji, S. (2001). Colorimetric properties of ZrN and TiN coatings prepared by DC reactive sputtering. *Surface & Coatings Technology*, 211–217
- Munz, W. D. (1991). The Unbalanced Magnetron : Current Status of Development. *Surface & Coatings Technology*, 48, 81-94.
- Rickerby, D. S. & Matthews, A. (1991). *Advanced Surface Coatings : 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* (pp. 103-105). New York: Chapman and Hall.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-film deposition: principle and practice*. New York: McGraw-Hill.
- Vossen, J. L. & Kerns, W. (1978). *Thin Film Processes*. New York: Academic Press.
- Zenghu, H., Jiawan, T., Qianxi, L., Xiaojiang, Y., & Geyang, L. (2003). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189-193.

ภาคผนวก

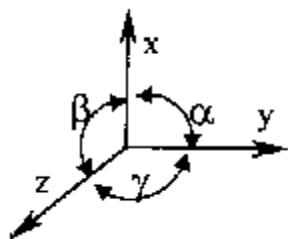
ภาคผนวก ก

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants) และขนาดผลึก (Crystallite Size)

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants)

โครงสร้างผลึก (Crystal Structure)

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



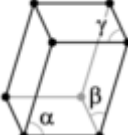
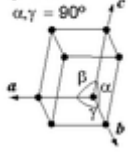
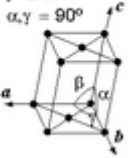
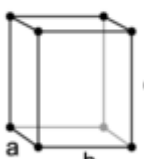
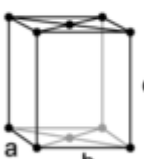
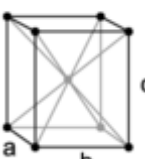
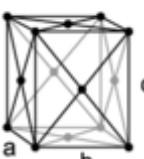

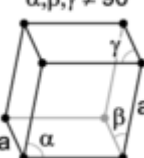
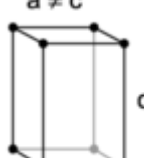
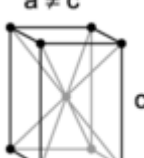
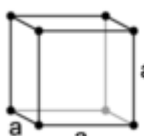
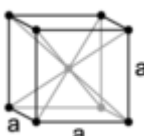
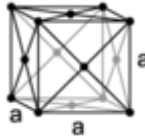
- a, b, c เป็นระยะห่างระหว่างอะตอม เรียกว่า สเปซแลตทิซ (Space lattice) มีหน่วยเป็นแองสตรอม (Å) โดยที่ 1 Angstrom = 10^{-10} m.
 x, y, z เป็นแกนสมมุติอ้างอิง โดยมีจุดกำเนิด O (Origin) อยู่ตรงตำแหน่งอะตอมหนึ่ง ๆ ของหน่วยเซลล์หนึ่ง เรียกว่า แลตทิซเวกเตอร์ (Lattice vector)
 α, β, γ เป็นมุมที่เกิดขึ้นภายในผลึกอยู่ระหว่างแกน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

ภาพที่ ก-1 แกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึก

สเปซแลตทิซ (Space Lattice) มีอยู่ทั้งหมด 230 แบบด้วยกัน แต่จะสรุปลงเหลือเพียง 14 แบบใหญ่ ๆ ด้วยกันและมีรูปแบบที่สอดคล้องกับโครงสร้างระบบผลึก (Crystal structure) ได้ 7 ระบบด้วยกันคือ

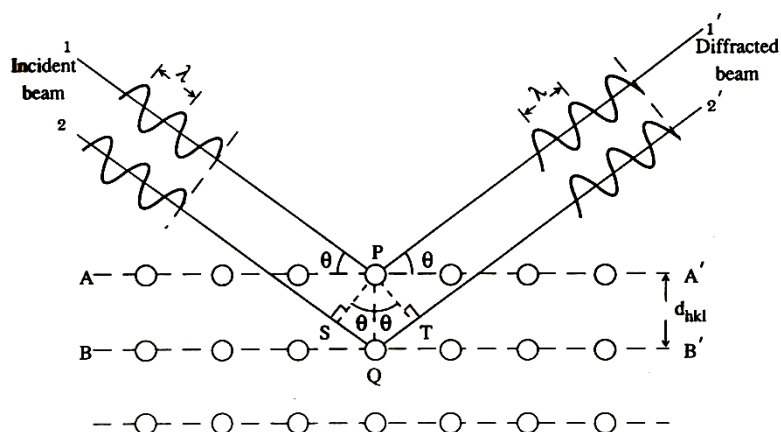
1. ไตรคลินิก (Triclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แกนทั้ง 3 แกนทำมุมไม่เท่ากันและไม่ตั้งฉากกัน
2. โมโนคลินิก (Monoclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน มีแกน 2 แกนที่จะทำมุมตั้งฉากกัน แต่แกนที่ 3 ไม่ตั้งฉาก
3. ออร์โธรอมบิก (Orthorhombic) หรือ โอห์มบิก (Rhombic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แต่ทุกแกนจะทำมุมตั้งฉากกันและกัน
4. เตตระโกนอล (Tetragonal) มีแกน 2 แกนยาวเท่ากันแต่อีกแกนหนึ่งจะสั้น หรือบางกว่า แกนทั้ง 3 แกน ทำมุมตั้งฉากกันและกัน
5. โอห์บอฮีดรอล (Rhombohedral) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากัน แกนทั้ง 3 แกนทำมุมเท่ากัน แต่ทั้ง 3 มุมไม่เป็น 90 องศา
6. เฮกซะโกนอล (Hexagonal) มีแกน 3 แกนอยู่ในแนวระนาบ (Plane) ทำมุมภายในเท่ากับ 120 องศา ต่อกัน แกนที่ 4 ทำมุม 90 องศา กับแนวระนาบ (Plane) แกน 3 แกนแรกจะเท่ากัน แต่จะไม่เท่ากับแกนที่ 4
7. ซีเหลี่ยมจัตุรัส (Cubic) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากันและตั้งฉากซึ่งกันและกัน

ตารางที่ ก-1 โครงสร้างระบบผลึก

ระบบผลึก	แลตทิซ				
<u>ไตรคลินิก</u> (triclinic)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 				
<u>โมโนคลินิก</u> (monoclinic)	simple	centered			
	$\beta \geq 90^\circ$ $\alpha, \gamma = 90^\circ$ 	$\beta \geq 90^\circ$ $\alpha, \gamma = 90^\circ$ 			
<u>ออร์ทอโรห์มิก</u> (orthorhombic)	simple	base-centered	body-centered	face-centered	
	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	
<u>เฮกซะโกนอล</u> (hexagonal)	$a \neq c$ 	<u>โอบีอูฮีดรอล</u> (rhombohedral) (trigonal)		$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 	
	<u>เตตระโกนอล</u> (tetragonal)	simple	body-centered		
$a \neq c$ 	$a \neq c$ 				
<u>คิวบิก</u> (isometric)	simple	body-centered	face-centered		
					

โดยปกติแล้วโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บริสุทธิ์ มีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก ในงานวิจัยนี้พบว่าฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยระบบปรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก

กฎของแบรกก์ (Bragg's law)



ภาพที่ ก-2 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม

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

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

θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อน เมื่อวัดจากแนวระนาบ (ในหน่วย radians)

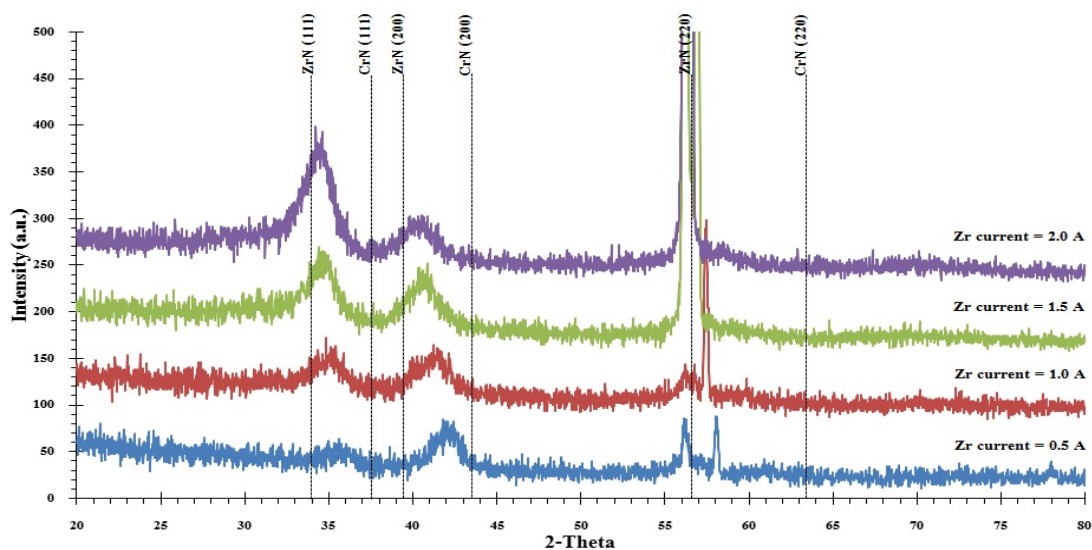
n ลำดับการสะท้อน

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

สูตรคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบในระบบผลึกแบบคิวบิก

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

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



ภาพที่ ก-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ตารางที่ ก-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

No.	2 Theta	Intensity	h k l	d-spacing
1	34.20	305	111	2.6197
2	40.02	225	200	2.2511
3	34.38	220	111	2.6064
4	40.98	202	200	2.2006

1. หาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่ระนาบต่าง ๆ

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

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

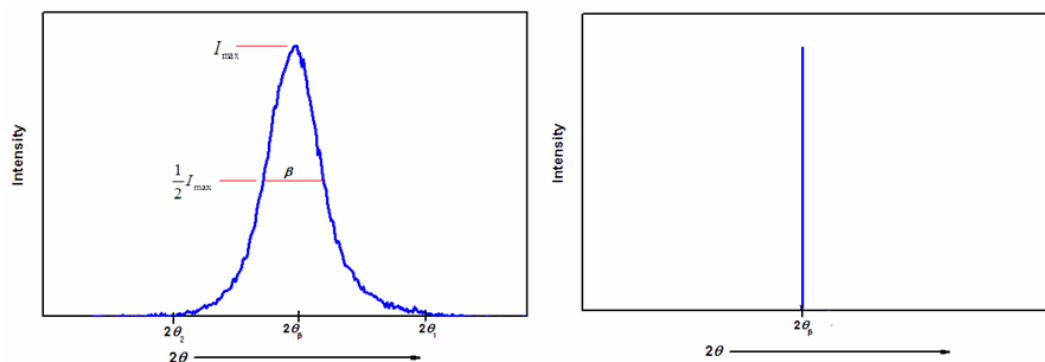
ที่ระนาบ (111); $d_{hkl} = 2.6197$

2. หาค่าคงที่ (Lattice Constant)

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

ที่ระนาบ (111); $2.6197 = \frac{a}{\sqrt{1^2 + 1^2 + 1^2}}$
 $a = 2.6197 (\sqrt{3})$
 $a = 4.538$

การคำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size)



ภาพที่ ก-4 Effect of crystallite size on diffraction curves (schematic)(Cullity, 1978)

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

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ หน่วย นาโนเมตร (nm)

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

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

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพิก หน่วย เรเดียน

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีกที่มีค่าความเข้มสูงสุด

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

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

ภาคผนวก ข

ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่



มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง

ขอขอบเกียรติบัตรฉบับนี้ไว้เพื่อแสดงว่า

นางสาวสุพัตรา แก้ววงษา รองศาสตราจารย์ ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ

ได้นำเสนอผลงานวิจัยภาคบรรยาย การประชุมวิชาการระดับชาติราชภัฏหมู่บ้านจอมบึงวิจัย ครั้งที่ ๔

เรื่อง การเตรียมและศึกษากิจกรรมเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซออร์โคเนียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง

วันที่ ๑ มีนาคม พ.ศ.๒๕๕๙

ณ อาคารศูนย์ภาษาและศูนย์คอมพิวเตอร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ภาพร โพธิ์สุวรรณ)
ผู้อำนวยการสถาบันวิจัยและพัฒนา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชัยฤทธิ์ ศิลาเดช)
อธิการบดีมหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง



รายงานสืบเนื่องจาก
การประชุมวิชาการ

ระดับชาติ

ราชภัฏหมู่บ้านจอมบึงวิจัย ครั้งที่ 4

วันที่ 1 มีนาคม 2559
ณ อาคารศูนย์ภาษาและคอมพิวเตอร์
มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง

“สร้างองค์ความรู้ สู่การพัฒนา นำพาสังคม”

สถาบันวิจัยและพัฒนา
มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง และเครือข่ายเจ้าภาพร่วม

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการระดับชาติราชภัฏหมู่บ้านจอมบึงวิจัย ครั้งที่ 4 “สร้างองค์ความรู้ สู่การพัฒนา นำพาสังคม”

อัตลักษณ์ ของมหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง

“โพธิ์ ไผ่สุ สู่ธานี”

เอกลักษณ์ ของมหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง

“เป็นแหล่งเรียนรู้ภูมิปัญญาตะวันออก
บนพื้นที่ภาคตะวันตก”



มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง
46 หมู่ 3 ต.จอมบึง อ.จอมบึง จ.ราชบุรี 70150
โทรศัพท์: 032-261790 โทรสาร: 032-261078
<http://www.mern.ac.th>



มหาวิทยาลัยราชภัฏบ้านจอมบึง
"สร้างองค์ความรู้ สู่การพัฒนา นำพาสังคม"

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการระดับชาติ
ราชภัฏบ้านจอมบึงวิจัย ครั้งที่ 4 วันที่ 1 มีนาคม 2559



การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่
เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปัตเตอร์ริง

Preparation and Characterization of CrZrN Thin Films Deposited by
Reactive DC Magnetron Co-sputtering

สุพัตรา แก้ววงษา¹, สุรสิงห์ ไชยคุณ²

^{1,2}ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปัตเตอร์ริง บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าในการสปัตเตอร์ของเป่าเซอร์โคเนียม (I_{Zr}) ในช่วง 0.5 A ถึง 2.0 A ที่มีต่อโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม ด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscope (AFM), Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) และ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ตามลำดับ ผลจากการศึกษาพบว่า โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียม โดยฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้มีโครงสร้างผลึก ระนาบ (111), (200) และ (220) ขนาดผลึกลดลงเมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าอยู่ระหว่าง 0.888 - 1.959 นาโนเมตร ขณะที่ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 324 ถึง 669 นาโนเมตร

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ รีแอคทีฟ โคลสปัตเตอร์ริง

ABSTRACT

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited by reactive DC magnetron co-sputtering method on glass slides and silicon wafers. The effect of zirconium sputtering current (I_{Zr}) was ranging from 0.5 A to 2.0 A on the crystal structure, crystallite size, surface morphology, thickness. The composition of the films were characterized by X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX), respectively. The results showed that the crystal structure, crystallite size, surface morphology, thickness and composition of the films are strongly dependent on the zirconium sputtering current (I_{Zr}). All the films are composed of the CrZrN crystal structure (111), (200) and (220) planes. The crystallite sizes decreased with increasing Zr current. The surface roughnesses of the films were in the range of 0.888 to 1.959 nm, whereas thickness increased from 324 to 669 nm.

Keywords: Thin films, chromium zirconium nitride, reactive, co-sputtering



บทนำ

การปรับปรุงผิววัสดุทำได้หลายวิธี แต่ที่กำลังได้รับความนิยมคือ การเคลือบผิววัสดุในลักษณะฟิล์มบาง (Thin Film) ซึ่งทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีนั้น จำเป็นต้องใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลัก ซึ่งหลังการเคลือบมักมีสารละลายเคมีที่เหลือใช้จำนวนมากซึ่งยากต่อการกำจัด อีกทั้งยังก่อให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย แต่สำหรับการเคลือบด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้ว ยังให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพสูงกว่ากระบวนการทางเคมีอีกด้วย

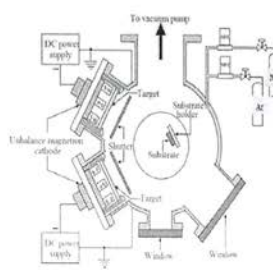
ปัญหาอีกอย่างหนึ่งของการใช้งานของเครื่องจักรและอุปกรณ์ต่างๆ ในโรงงานอุตสาหกรรมคือ ชิ้นส่วนของเครื่องจักรและอุปกรณ์ต่างๆ มีอายุการใช้งานที่จำกัด ทำให้ต้องหยุดการทำงานเพื่อเปลี่ยนชิ้นส่วนที่มีปัญหา ส่งผลให้เสียเวลาในการทำงานและทำให้ต้นทุนในการผลิตสูงขึ้น แนวทางหนึ่งในการแก้ปัญหาดังกล่าวคือ การปรับปรุงพื้นผิวชิ้นงานด้วยการเคลือบ โดยเฉพาะการเคลือบแข็ง (Hard coating) ด้วยชั้นเคลือบหรือสารเคลือบที่เหมาะสม เพื่อยืดอายุการใช้งานของชิ้นส่วนต่างๆ ของเครื่องจักรฟิล์มบางที่นิยมใช้ในการเคลือบแข็งมักอยู่ในรูปของสารประกอบไนไตรด์ หรือ คาร์ไบน์ของธาตุทรานซิชัน ตัวอย่างหนึ่งของฟิล์มบางที่น่าสนใจคือโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ซึ่งเป็นโลหะทรานซิชันที่มีความแข็งแรงสูง (Bertrand, Savall, & Meunier, 1997) ทนต่อการขีดสีและการกัดกร่อน (Sue & Chang, 1995) ทนต่ออุณหภูมิสูง และต้านการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง อีกทั้งยังมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ (Zenghu et al., 2003) โดยฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เป็นชั้นเคลือบของสารประกอบของธาตุสองชนิด (Binary Coating) ซึ่งชั้นเคลือบของสารประกอบสองชนิดนั้นมีข้อจำกัดบางประการตามสมบัติเฉพาะตัวของชั้นเคลือบหรือฟิล์มนั้นๆ ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาชั้นเคลือบชนิดใหม่ที่ประกอบด้วยธาตุสามชนิดเรียกว่า ชั้นเคลือบของสารประกอบสามชนิด (Ternary Coating) โดยการเพิ่มอะตอมเซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เพื่อพอร์มตัวเกิดเป็นฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN)

ทั้งนี้ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เป็นสารเคลือบแข็งที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอุปกรณ์เครื่องจักรต่างๆ เป็นอย่างมากเนื่องจากมีคุณสมบัติเชิงกล และสมบัติโครโบโลยีที่ดี อีกทั้งโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ยังเป็นโลหะทรานซิชันประเภทหนึ่งที่มีความสนใจเพราะมีค่าความแข็งแรงสูงและมีคุณสมบัติในการต้านทานการกัดกร่อนและต้านทานการสึกหรอที่ดีกว่าโครเมียมไนไตรด์ (GwangSeok, BomSok, SangYul, & JunHee, 2005) จากสมบัติดังกล่าวจึงทำให้มีการวิจัยและพัฒนาฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์อย่างต่อเนื่องและกว้างขวางในงานด้านต่างๆ เช่น การป้องกันการกัดกร่อนและการขีดสีในวัสดุรองรับที่บอบบาง เช่น พลาสติก (Bienk, Reitz, & Mikkelsen, 1995) แมทซ์พอกโลหะ ชิ้นส่วนยานยนต์และเครื่องประดับ เป็นต้น

สำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น ดีซี รีแอคทีฟ สเปคโตรริง (DC reactive sputtering) อาร์เอฟ รีแอคทีฟ สเปคโตรริง (RF reactive sputtering) การเคลือบวิธีหนึ่งที่สามารถควบคุมสัดส่วนขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มได้สะดวกและไม่ยุ่งยากคือการเคลือบโดย วิธี โคลสปีดเตอริง (co-sputtering) การเคลือบวิธีนี้จะใช้เป้าสารเคลือบสองชุดทำให้สามารถควบคุมอัตราสเปคโตรริงของสารเคลือบโครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) ได้ โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบนั้น บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรริงของเป้าสารเคลือบเซอร์โคเนียม (I_p) ที่มีต่อโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยต่อไป

อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคลปิดเตอริง จากเครื่องเคลือบสุญญากาศ ระบบ ดีซี อันบาลานซ์ แมกนีตรอน โคลปิดเตอริง รูปที่ 1 ภายในระบบสุญญากาศ ประกอบด้วยภาชนะห้องเคลือบเป็นทรงกระบอก มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ติดตั้งเป้าโครเมียม ที่มีความบริสุทธิ์ (99.95%) และเป้าเซอร์โคเนียม ที่มีความบริสุทธิ์ (99.95%) ซึ่งเป้าทั้งสองมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 75.0 mm ในการเคลือบจะใช้แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปีดเตอริงและใช้แก๊สไนโตรเจน (99.999%) เป็นแก๊สไอพิกิริยา สำหรับเครื่องสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบลมโรตารีเป็นเครื่องสูบลมสนับสนุนเครื่องสูบลมเพรื่อ ในส่วนของการวัดความดันใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพีรามี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่ง รุ่น IKR050 แก๊สที่ใช้ในการเคลือบควบคุมการปล่อยเข้าห้องเคลือบด้วยเครื่องควบคุมการไหลมวลแก๊สของ Edwards รุ่น Controller 1605



รูปที่ 1 ลักษณะเครื่องเคลือบและโคอ์แกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัยนี้

สำหรับการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เริ่มจากนำวัสดุรองรับซึ่งประกอบด้วยแผ่นซิลิกอน (100) และกระจกสไลด์ที่ทำความสะอาดแล้วเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศโดยจัดให้อยู่ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบเท่ากับ 10 cm ลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5.0×10^{-5} mbar จากนั้นปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊ส ไนโตรเจนในอัตราส่วน 3.4 sccm : 10 sccm และให้กระแสไฟฟ้ากับเป้าโครเมียม (I_c) คงที่ 0.6 A ส่วนกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าเซอร์โคเนียม (I_z) มีค่าเท่ากับ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 A โดยฟิล์มบางแต่ละชุดการผลิตใช้เวลาในการเคลือบทั้งหมด 30 นาที ก่อนที่จะทำการเคลือบฟิล์มบางทุกครั้งจะต้องทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบโดยการสปัตเตอร์หน้าเป้าสารเคลือบ (pre-sputtering) ในบรรยากาศด้วยแก๊สอาร์กอน 2 นาที โดยปิดแผ่นกัน (shutter) ที่ติดตั้งระหว่างเป้าสารเคลือบกับแหวนวางวัสดุรองรับ จากนั้นจึงทำการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ตามเงื่อนไขที่กำหนดไว้

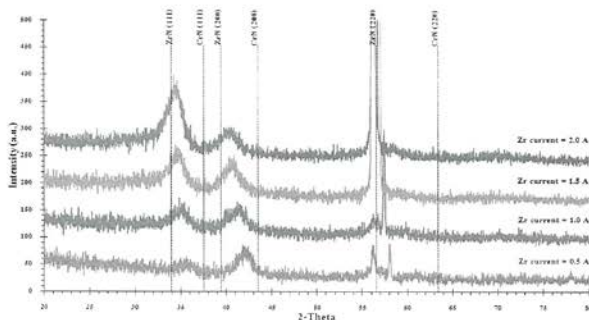
ฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดจะนำไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer ; XRD) รุ่น D8 Discover โดยใช้ Cu-K α ($\lambda = 1.540600 \text{ \AA}$) ที่ 40 kV และ 40 mA ตรวจวัดแบบ 2 θ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (Grazing incident angle) คงที่เท่ากับ 3 $^\circ$ สแกน 2 θ จาก 20 $^\circ$ ถึง 80 $^\circ$ และศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิว (R_{ms}) ขนาดเกรนและความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope ; AFM) ของ Digital instruments รุ่น Nanoscope IVตรวจวัดแบบ tapping mode บนผิวหน้าของฟิล์มบางในพื้นที่ขนาด $1 \times 1 \mu\text{m}^2$



ผลและอภิปราย

โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

จากผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่างๆ ด้วยเทคนิค XRD ได้ดังรูปที่ 2 พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ ที่กระแสของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.5 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 35.3° และ 41.8° และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.0 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 35.12° และ 41.58° และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.5 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 34.38° และ 40.98° และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเป็น 2.0 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 34.2° และ 40.02° ซึ่งเมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิงจากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 77-0047 และ 31-1493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111) และ (200) ตามลำดับ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือ ฟิล์มบางของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่ระนาบเดียวกัน



รูปที่ 2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสในการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 A ตามลำดับ

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ทำได้จาก Scherrer equation โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีขนาดลดลง โดยมีค่าในช่วง 8.743 nm, ถึง 15.183 nm, ดังแสดงในตาราง

ตารางที่ 1 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่าง ๆ

กระแสไฟฟ้า เป้าเซอร์โคเนียม (A)	ระนาบ (111)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
0.5	0.55	15.183
1.0	0.75	11.101
1.5	0.90	9.236
2.0	0.95	8.743



องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

เมื่อนำฟิล์มที่เคลือบได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ที่มีค่าเปลี่ยนไปตามค่ากระแสไฟฟ้าสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้ ดังตารางที่ 1 สังเกตได้ว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 A เป็น 2.0 A องค์ประกอบธาตุของฟิล์มแปรเปลี่ยนโดยธาตุ เซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 70.361% เป็น 96.689% ส่วนโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง จาก 23.057% เป็น 2.445% และ 6.582% เป็น 0.865% ตามลำดับ สำหรับองค์ประกอบธาตุของเซอร์โคเนียม ที่มีค่าเพิ่มขึ้น มาจากการที่เซอร์โคเนียมถูกสปีดเตอร์ออกจากเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์และเข้าไปแทนที่อะตอมโครเมียมในโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ทำให้โครเมียมในฟิล์มบางนั้นมีปริมาณลดลง กล่าวได้ว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ได้

ตารางที่ 2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมมีค่าต่างๆ

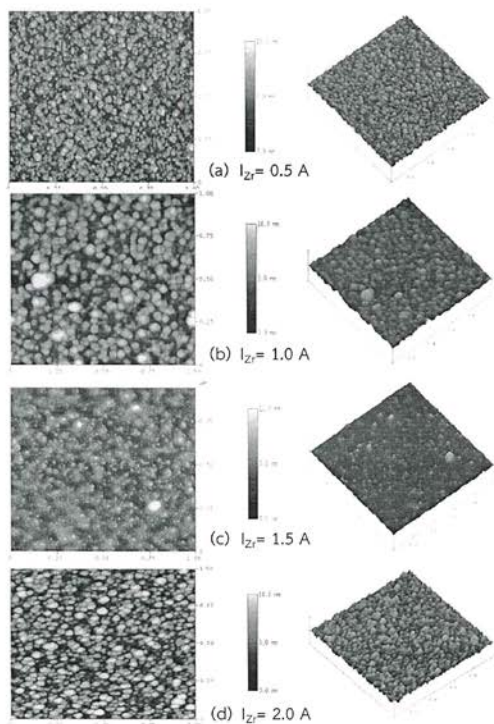
Element Wt%	($I_z = 0.5$ A)	($I_z = 1.0$ A)	($I_z = 1.5$ A)	($I_z = 2.0$ A)
Cr	23.057	10.276	4.000	2.445
Zr	70.361	86.422	94.127	96.689
N	6.582	3.302	1.873	0.865

ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

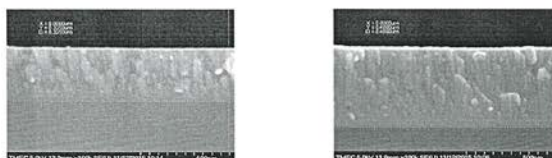
รูปที่ 3 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ในแบบ 2 มิติและ 3 มิติ พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.5 A ฟิล์มบางที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.0 A สารเคลือบเริ่มเกาะกลุ่มกันเป็นเม็ดกลมๆที่มีขนาดเล็กและใหญ่ผสมกันและเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 1.5 A ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีลักษณะเป็นเม็ดขนาดกลมใหญ่ขึ้นกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเป็น 2.0 A ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มสารเคลือบจะมีขนาดเม็ดกลมใหญ่และมีลักษณะแหลมและสูงชัน และเมื่อกระแสไฟฟ้าการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นฟิล์มบาง มีค่าความหยาบผิว (R_{ms}) เพิ่มขึ้นจาก 0.888 ถึง 1.959 นาโนเมตร เมื่อกระแสไฟฟ้าการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นจาก 324 นาโนเมตร เป็น 669 นาโนเมตร ดังแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ความหนาและความหยาบผิวที่กระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมมีค่าต่างๆ

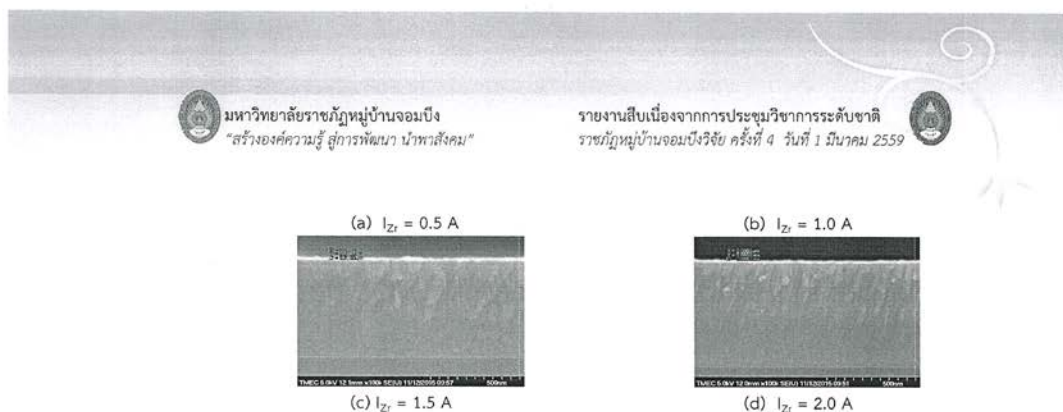
กระแสเซอร์โคเนียม (A)	ความหยาบผิว (nm)	ความหนา (nm)
0.5	1.233	324
1.0	0.888	494
1.5	1.603	615
2.0	1.959	669



รูปที่ 3 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์จากเทคนิค AFM ที่กระแสในการสัปดาห์เตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมค่าต่างๆ



จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสัปดาห์เตอร์ที่เป้าเซอร์โคเนียมมีผลทำให้ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบผิวตลอดจนขนาดของลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงเพราะการเพิ่มกระแสไฟฟ้าเป็นการเพิ่มพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ ทำให้สารเคลือบมีพลังงานในการเคลื่อนที่มากพอในการเคลื่อนย้ายที่ผิวหน้าและเกิดการเกาะกลุ่มรวมตัวกันจนมีความหนาแน่นสูงขึ้นสอดคล้องกับการมีจำนวนผลึกมากขึ้นที่วิเคราะห์โดย XRD ทำให้ความหยาบมีค่าเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม การเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่เป้าเซอร์โคเนียมมากขึ้นส่งผลให้อัตราการเคลือบสูงขึ้นทำให้เกิดความหยาบเชิงสถิติ (Statistical roughness) และมีความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นด้วย



รูปที่ 4 ภาควัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์จากเทคนิค FE-SEM ที่กระแสในการสปีดเตอร์ของ เป้าเซอร์โคเนียมค่าต่างๆ

จากรูปที่ 4 แสดงภาควัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าโครงสร้างของชั้นฟิล์มมีการจัดเรียงตัวกันแบบคอลัมน์ในลักษณะโครงสร้างแบบ Z2 ในช่วงกระแส 0.5 – 1.0 A แต่เมื่อกระแสสูงขึ้นจาก 1.0 – 2.0 A สังเกตได้ว่าโครงสร้างแบ่งเป็นฟิล์ม 2 ชั้น โดยชั้นล่างมีลักษณะเป็นเนื้อหลอหลอม ซึ่งเกิดจากความร้อนสูงจนทำให้ฟิล์มมีลักษณะเข้าใกล้โครงสร้าง Z3 อย่างไรก็ตาม ฟิล์มบางยังคงเป็นโครงสร้างคอลัมน์แบบ Z2 เช่นเดิมและเมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าเซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.5 A เป็น 2.0 A พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นจาก 325 nm เป็น 665 nm

บทสรุป

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีอีวีซีอีแอคทีฟ ดีซี แมกเนตรอน โคสปีดเตอร์ บนกระแสจกสโตนและแผ่นซิลิกอน ผลการศึกษาพบว่ากระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างผลึก ขนาดผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม เมื่อกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นพบว่าฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้มีโครงสร้างผลึกระนาบ (111), (200) และ (220) ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์หาได้จาก Scherrer equation โดยขนาดผลึกมีขนาดลดลง มีค่าอยู่ในช่วง 8.743 นาโนเมตร ถึง 15.183 นาโนเมตร องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้มี โครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในส่วนต่างๆ ขึ้นอยู่กับกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม ความหนาของฟิล์มมีค่าอยู่ระหว่าง 0.888 - 1.959 นาโนเมตร ขณะที่ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 324 ถึง 669 นาโนเมตร

เอกสารอ้างอิง

- ทิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ. (2551). เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ. (หน้า 4-17). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- ทิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิตดา รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปัตเตอร์ตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม. (หน้า 163-166). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ธารศิริรา. (2540). การพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์. รายงานการวิจัยประจำปี 2540. ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยบูรพา.
- Bertrand, G., Savall, C., & Meunier, C. (1997). Properties of reactively RF magnetron sputtered chromium nitride coatings. *Surface & Coatings Technology*, 96, 323-329.



มหาวิทยาลัยราชภัฏหมู่บ้านจอมบึง
"สร้างองค์ความรู้ สู่การพัฒนา นำพาสังคม"

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการระดับชาติ
ราชภัฏหมู่บ้านจอมบึงวิจัย ครั้งที่ 4 วันที่ 1 มีนาคม 2559



- Sue, J. A., & Chang, T. P. (1995). Friction and wear behavior of titanium nitride, Zirconium nitride and chromium nitride coatings at elevated temperatures. *Surface and Coatings Technology*, 76-77, 61-69.
- Zenghu, Han, Jiawan, Tian, Qianxi, Lai, Xiaojiang, Yu, & Geyang Li. (2003). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189-193.
- Kim GS, Kim BS, Lee SY, Hahn JH. (2005). Structure and mechanical properties of Cr-Zr-N films synthesized by closed field unbalanced magnetron sputtering with vertical magnetron sources. *Surface and Coatings Technology*, 200, 1669-1675.
- Bienk, Reitz, & Mikkelsen. (1995). Wear and friction properties of hard PVD coatings. *Surface and Coatings Technology*, 76-77, 475-480.