

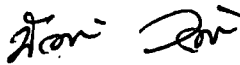
ผลของพารามิเตอร์การเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟโคสปีดเตอริง

ทศพล ศรีเจริญ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ธันวาคม 2559
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณา
วิทยานิพนธ์ของ ทศพล ศรีเจริญ ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์

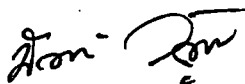


..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์)

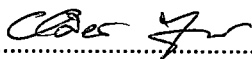
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธาน
(ดร.ภ.พິงบุญ ปานศิลา)



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

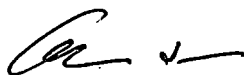


..... กรรมการ
(ดร.อดิศร บุรณวงศ์)



..... กรรมการ
(ดร.ศรัณย์ ภิบาลขนม)

คณะวิทยาศาสตร์อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพา



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

วันที่ 23 เดือน ธันวาคม พ.ศ. 2559

การวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือคุยฎินิพนธ์
จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ปีงบประมาณ 2558

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยความช่วยเหลือ และความกรุณาจาก ผู้เกี่ยวข้องหลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ที่กรุณาได้รับเป็น อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และขอขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่กรุณา สละเวลามาเป็นกรรมการสอบและให้คำแนะนำที่มีคุณค่ายิ่งแก่ผู้วิจัยเพื่อความสำเร็จของ วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ได้แก่ ดร.ภ.พึงบุญ ปานศิลา ดร.อดิสร บูรณวงศ์ และ ดร.ดร.ศรัณย์ ภิบาลชนม์ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง

ผู้วิจัยขอขอบคุณแหล่งทุนที่ให้การสนับสนุนงานวิจัย วิทยานิพนธ์นี้ได้รับทุนสนับสนุน บางส่วนจาก ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือคุณิพนธ์ จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ปีงบประมาณ 2558

ขอขอบคุณบุคลากรของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง (VTTF) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว (PSS) ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (TheEP) สำหรับให้ความอนุเคราะห์และช่วยเหลือในการทำวิจัยด้วยดี คุณอริญญา สหายา สำหรับการประสานงานต่าง ๆ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณ พ่อ แม่ ที่ให้ความช่วยเหลือเป็นกำลังใจ ทั้งทางด้านร่างกาย และ จิตใจ กับข้าพเจ้าตลอด รวมถึง พี่ น้อง และเพื่อนทุกคน รวมถึงผู้ที่ให้ความอนุเคราะห์ท่านอื่น ๆ ที่ มิได้เอ่ยนามในที่นี้ ที่เป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือ ซึ่งมีส่วนทำให้การทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ สำเร็จได้ด้วยดี

ทศพล ศรีเจริญ

55910149: สาขาวิชา: ฟิสิกส์; วท.ม. (ฟิสิกส์)

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง/โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์/รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

ทศพล ศรีเจริญ: ผลของพารามิเตอร์การเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟโคสปีดเตอริง (EFFECT OF DEPOSITION PARAMETERS ON CHARACTERISTIC OF CrZrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE CO-SPUTTERING METHOD) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: นรินทร์ วิทิตอนันต์, Ph.D. 90 หน้า. ปี พ.ศ. 2560.

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) เคลือบบนสแตนเลสและซิลิกอน ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2 sccm ถึง 6 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมในช่วง 300 mA ถึง 900 mA ฟิล์มที่เคลือบได้ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่า โครงสร้างของฟิล์มเปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมโดย (1) กรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่า ค่าคงที่แลตทิซมีค่าอยู่ในช่วง 4.4063 Å - 4.4151 Å ขณะที่ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 14.4 nm เป็น 16.7 nm ส่วนความหนาแน่นมีค่าลดลงจาก 1043 nm เป็น 496 nm โดยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ (2) กรณีแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแปรค่าตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ทั้งนี้เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นพบว่า ค่าคงที่แลตทิซมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 4.2262 Å เป็น 4.3678 Å ขณะที่ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 25.1 nm เป็น 23.6 nm ส่วนความหนาแน่นของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 456 nm เป็น 631 nm โดยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแปรค่าตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

55910149: MAJOR: PHYSICS; M.Sc. (PHYSICS)

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

THODSAPHON SRICHAROEN: EFFECT OF DEPOSITION PARAMETERS
ON CHARACTERISTIC OF CrZrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE CO-
SPUTTERING METHOD. ADVISORY COMMITTEE: NIRUN WITIT-ANUN, Ph.D.
90 P. 2017.

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited on stainless and Si by the reactive dc magnetron co-sputtering method with different N₂ gas flow rates ranging from 2 sccm to 6 sccm, and zirconium sputtering current ranging from 300 mA to 900 mA. The as-deposited films were characterized by XRD, AFM, EDS and FE-SEM. The results showed that the structure of the as-deposited films varied with the N₂ gas flow rates and zirconium sputtering current; as followed (1) in case of varied N₂ gas flow rates, the as-deposited films were composed of chromium zirconium nitride with (111) and (200) planes. When the N₂ gas flow rates was increased, it found that the lattice constant was in range of 4.4063 Å - 4.4151 Å, while the crystal size increased from 14.4 nm to 16.7 nm, while the film's thickness decreased from 1043 nm to 496 nm. The chemical composition of the as-deposited films varied with the N₂ flow rates. (2) In case of varied zirconium sputtering current, the as-deposited films were composed of chromium zirconium nitride with (111) and (200) planes. The films structure and elemental composition varied with the Zr current. When the Zr sputtering current increased, it was found that the lattice constant increased from 4.2262 Å to 4.3678 Å, while the crystal size decreased from 25.1 nm to 23.6 nm, while the film's thickness increased from 453 nm to 631 nm. The chemical composition of the as-deposited films varied with the Zr sputtering current.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ฅ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
ขอบเขตของการวิจัย.....	4
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
ความแข็งและชั้นเคลือบแข็ง	5
ฟิล์มบางและกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	13
การก่อเกิดฟิล์มบาง	15
กระบวนการ โกลว์ดีสชาร์จ	16
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง	22
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีรีแอคทีฟสปีดเทอริง	24
ระบบเคลือบฟิล์มบางแบบดีซีสปีดเทอริง	27
ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปีดเทอริง.....	29
การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง.....	30
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	43
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	47
อุปกรณ์และเครื่องมือ	47
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอน โคสปีดเทอริง.....	49
ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง	53

สารบัญ (ต่อ)

บทที่		
	การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง	54
	แนวทางการทดลอง	58
4	ผลและอภิปรายผลการวิจัย	60
	ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	60
	ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	67
5	สรุปผลการทดลอง	73
บรรณานุกรม		75
ภาคผนวก		80
ประวัติย่อของผู้วิจัย		90

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน.....	58
3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	59
4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ระนาบ (111) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน	63
4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ระนาบ (111) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน	63
4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน	64
4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	69
4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	69
4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	70

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 ลักษณะของชั้นเคลือบแข็งที่พบในปัจจุบัน	8
2-2 ความสัมพันธ์ของความแข็งกับขนาดเกรน	9
2-3 โครงสร้างนาโนของชั้นเคลือบแบบนาโนคอมโพสิตที่ช่วยเพิ่มความแข็ง.....	9
2-4 ช่วงการเปลี่ยนแปลง โครงสร้างของสารประกอบ.....	10
2-5 กราฟของแรงกดที่เป็นฟังก์ชันของระยะความลึกในการกด	11
2-6 การก่อเกิดฟิล์มบาง	16
2-7 ความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกระแสและแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรด ของกระบวนการเกิดดีซี โกลว์ดีสชาร์จในหลอดสุญญากาศบรรจุแก๊สไนออน	18
2-8 ความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าทะเลาะและผลคูณระหว่างความดัน (P) และระยะระหว่างอิเล็กโตรด (d).....	19
2-9 โกลว์ดีสชาร์จของหลอดไนออนยาว 50 cm ที่ความดัน 1.33 mbar.....	20
2-10 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ.....	22
2-11 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์.....	23
2-12 ระบบการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์.....	24
2-13 การเกิดสารประกอบไนไตรด์ระหว่างอะตอมสารเคลือบกับแก๊สไนโตรเจน.....	26
2-14 ระบบสปัตเตอร์แบบดีซีสปัตเตอร์	27
2-15 ผลของความดันที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ ของนิเกิลที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	28
2-16 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	29
2-17 อันตรกิริยาของอนุภาคกับวัสดุ	31
2-18 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก	32
2-19 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope.....	34
2-20 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง	36
2-21 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่าง ที่ระดับชั้นความลึกต่างๆ	37
2-22 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ โดยใช้ลำอิเล็กตรอน	38

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
2-23 การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ระดับพลังงานของชั้น โครจรต่าง ๆ	39
2-24 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDS)	40
2-25 ตัวอย่างการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเทคนิค EDS	40
2-26 องค์ประกอบหลักของเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)	42
2-27 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างต่าง ๆ	42
3-1 เครื่องเคลื่อนสุญญากาศระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอน โคสปีดเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย	48
3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)	49
3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)	49
3-4 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)	49
3-5 เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDS)	49
3-6 ใต้อะแกรมของเครื่องเคลื่อนที่ใช้ในงานวิจัย	50
3-7 ลักษณะและตำแหน่งการติดตั้งคาโทดทั้งสองชุดของเครื่องเคลื่อน	50
3-8 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลื่อนที่ใช้ในงานวิจัย	51
3-9 ลักษณะการติดตั้งคาโทดและแท่นวางชิ้นงานของเครื่องเคลื่อน	52
3-10 ระบบผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก	55
3-11 ตัวอย่างการหาความหนาพิวเจเลีย	56
3-12 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS	57
3-13 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนาของฟิล์ม ด้วยเทคนิค FE-SEM	57
4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ บนสแตนเลสเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	60
4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบ ได้บนแผ่นสแตนเลสเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	61
4-3 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	65

สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-4 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	66
4-5 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนสแตนเลส เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	67
4-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	68
4-7 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	71
4-8 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	72

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การปรับปรุงผิววัสดุโดยการเคลือบด้วยสารที่เหมาะสมในลักษณะฟิล์มบาง (Thin Film) เพื่อให้ผิวของวัสดุมีสมบัติตามที่ต้องการ กำลังได้รับความสนใจจากนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรม โดยมีการนำการเคลือบผิววัสดุในลักษณะฟิล์มบางไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมายเช่น การเคลือบเชิงแสง (Optical Coating) การเคลือบสวยงาม (Decorative Coating) หรือการเคลือบแข็ง (Hard Coating) เป็นต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบแข็งด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) ซึ่งเป็นวิธีหนึ่งของการเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition ; PVD) การเคลือบวิธีนี้นอกจากให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงแล้ว การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงยังเป็นการกระบวนการเคลือบที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (Environmental Friendly) เพราะไม่ใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบ อีกทั้งยังสามารถควบคุมการเกิดฟิล์มบางได้อย่างแม่นยำทั้งในด้านความหนาและองค์ประกอบทางเคมี ฟิล์มที่ได้มีการยึดติดวัสดุรองรับดี สามารถเคลือบผิววัสดุได้หลายประเภท ทั้งโลหะ อโลหะ หรือของผสม มีความปลอดภัยสูง และมีการสูญเสียในกระบวนการเคลือบน้อยมาก (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

การยืดอายุการใช้งานชิ้นส่วนเครื่องจักร อุปกรณ์หรือเครื่องมือช่างโดยการเคลือบผิวด้วยฟิล์มบางแข็งเป็นแนวทางการปรับปรุงผิววัสดุวิธีหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ในช่วงแรกฟิล์มบางแข็งที่นิยมใช้คือ ฟิล์มบางของสารประกอบไนไตรด์ของโลหะทรานซิชัน (Transition Metal Nitride) ซึ่งส่วนใหญ่เป็นชั้นเคลือบของสารประกอบของธาตุสองชนิด (Binary Coating) เช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) หรือโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เนื่องจากฟิล์มบางในกลุ่มนี้มีค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำ มีค่าความแข็งสูง ทนการกัดกร่อนดี ทั้งนี้ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ เป็นฟิล์มบางแข็งชนิดหนึ่งที่มีความสนใจ เนื่องจากมีความแข็งสูง (ประมาณ 20-25 GPa) ด้านทานการขีดขีด ขัดสีและกัดกร่อนของสารเคมีได้ดี ช่วยยืดอายุการใช้งานชิ้นส่วน อุปกรณ์และเครื่องมือที่มีการเคลือบ (Chen, Li, & Meng, 2009) แต่ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีข้อจำกัดคือฟิล์มเสื่อมสภาพเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูงกว่า 700 °C เนื่องจากออกซิเจนในบรรยากาศจะเข้าไปรวมตัวกับโครเมียมทำให้เกิดชั้นของออกไซด์แล้วทำให้ฟิล์มหลุดลอกออกจากชิ้นงานที่เคลือบไว้ (Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun, & Limsuwan, 2012)

แนวทางหนึ่งในการแก้ไขปัญหาข้างต้น คือ การเติมอะตอมโลหะของธาตุบางชนิด เช่น อะลูมิเนียม (Al) โครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในโครงสร้างหลักของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งทำให้เป็นชั้นเคลือบของสารประกอบของธาตุสามชนิดที่เรียกว่า Ternary Coating โดยฟิล์มชนิดนี้มีสมบัติและประสิทธิภาพที่ดีมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งแรงและการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง ปัจจุบันฟิล์มหรือชั้นเคลือบในกลุ่ม Ternary Coating ที่มีโครเมียมไนไตรด์เป็นองค์ประกอบหลัก (CrN Based) ที่กำลังได้รับความสนใจจากกลุ่มวิจัยมีด้วยกันหลายชนิด เช่น CrTiN (Hones et al., 1998), CrAlN (Uchida et al., 2004), CrSiN (Martinez et al., 2004) และ CrZrN (Aouadi et al., 2006) เป็นต้น อย่างไรก็ตาม ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ก็เป็นฟิล์มบางแข็งอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจากเป็นฟิล์มที่มีความแข็งแรงมาก มีค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำ สามารถต้านทานการสึกหรอและการเกิดออกซิเดชันได้ที่อุณหภูมิสูง (Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun, & Limsuwan, 2012)

การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสเปดเตอริงแบ่งเป็น 4 กลุ่ม คือ (1) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก (Mosaic Target) วิธีนี้ทำได้โดยนำสารเคลือบหลักมาเจาะ แล้วใช้สารเคลือบอีกชนิดหนึ่งอัดฝังเข้าไปทำเป็นเป้าสารเคลือบชิ้นเดียว (Fanghua, Nan, Lun, & Geyang, 2005) ข้อดีคือใช้เป้าสารเคลือบและภาคจ่ายไฟเพียงชุดเดียว ทำให้สะดวกในการแปรค่าอัตราส่วนของสารเคลือบ แต่มีความยุ่งยากในการทำเป้าสารเคลือบที่มีลักษณะเป็นชิ้น ๆ นำมาอัดเป็นเป้าสารเคลือบชิ้นเดียว หรือ (2) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบเซกเมนต์ (Segment Target) วิธีนี้ทำได้โดยใช้สารเคลือบมาตัดให้มีขนาดต่าง ๆ แล้วนำมาวางยึดติดกันบนแผ่นรองรับรวมกันเป็นเป้าสารเคลือบชิ้นเดียว (Kim, Kim, & Lee, 2011) วิธีนี้มีข้อดี-ข้อเสียคล้ายการเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก หรือ (3) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบอัลลอยด์ (Alloy Target) เป้าสารเคลือบของวิธีนี้ทำได้โดยผสมสารเคลือบตามอัตราส่วนที่ต้องการแล้วนำไปขึ้นรูปเป็นเป้าสารเคลือบชิ้นเดียว (Liu, Duh, Chung, & Wang, 2005) วิธีนี้ค่อนข้างสะดวกเนื่องจากใช้เป้าสารเคลือบและภาคจ่ายไฟชุดเดียว แต่มีข้อจำกัดในการแปรค่าอัตราส่วนของเป้าสารเคลือบ เพราะต้องทำเป้าสารเคลือบใหม่ทุกครั้งหากต้องการเปลี่ยนอัตราส่วนของเป้าสารเคลือบ และ (4) การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม (Co-Target) วิธีนี้ใช้เป้าสารเคลือบสองชนิดแยกกัน มีข้อดีคือการแปรค่าอัตราส่วนของสารเคลือบทั้งสองชนิดในฟิล์มที่ได้ตามที่ต้องการ โดยการควบคุมไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบแต่ละชุด (Wuhrer & Yeung, 2003) วิธีนี้มีข้อเสียที่ต้องใช้เป้าสารเคลือบและภาคจ่ายไฟหลายชุด อย่างไรก็ตาม การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม เป็นวิธีที่น่าสนใจมากกว่า เนื่องจากสามารถควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่ต้องการได้ง่ายกว่า โดยการควบคุมกำลังไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบเท่านั้น

ทั้งนี้โดยทั่วไปสมบัติของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากวิธีสปีดเทอริงจะเปลี่ยนแปลงไปตามโครงสร้างของฟิล์ม โดยในประเด็นความแข็งของฟิล์มบางนั้น Musil (2012) ได้อธิบายว่าความแข็งของฟิล์มจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเกรน (Grain) ของฟิล์มมีขนาดเล็กลง เนื่องจากเกรนของสารเคลือบในฟิล์มที่มีขนาดเล็กซึ่งอยู่ล้อมรอบสารเคลือบที่มีเกรนขนาดใหญ่จะเป็นตัวช่วยหยุดยั้งการเลื่อนไถลของระนาบผลึกซึ่งป้องกันไม่ให้เกิดการแตกของฟิล์มที่เกิดขึ้นเมื่อถูกแรงภายนอกกระทำมีการขยายตัว จึงกล่าวได้ว่าสมบัติความแข็งของฟิล์มบางนั้นขึ้นกับโครงสร้างเป็นสำคัญ ซึ่งปกติโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่ได้มักขึ้นกับเทคนิค พารามิเตอร์และเงื่อนไขที่ใช้ในการเคลือบ เช่น ความดัน อัตราไหลแก๊ส เวลาในการเคลือบ และกำลังไฟฟ้า ฯลฯ ทำให้การศึกษาผลเทคนิคและพารามิเตอร์การเคลือบที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางยังมีความสำคัญและจำเป็นต้องศึกษาต่อไป

ในช่วงที่ผ่านมา มีนักวิจัยหลายกลุ่มให้ความสนใจศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เช่น Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun and Limsuwan (2012) ได้ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเทอริง โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมในช่วง 0.2-0.8 A พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ปริมาณของธาตุเซอร์โคเนียมในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 6.0 เป็น 31.2 at% ค่าแลตทิซพารามิเตอร์เพิ่มจาก 0.4207 nm เป็น 0.4357 nm เกรนมีขนาดลดลงจาก 11.27 nm เป็น 7.41 nm หรืองานวิจัยของ Aouadi, Maeruf, Twesten, Mihut, and Rohde (2006) ซึ่งเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเทอริง โดยแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียมในช่วง 0-13 W พบว่าปริมาณธาตุโครเมียมในฟิล์มเพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียม ขนาดผลึกและค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้ามีค่าลดลง หรือ Thunyaphum, Buranawong, Witit-anun, and Chaiyakun (2014) ซึ่งพบว่าความหนาและขนาดผลึกของฟิล์มที่ได้มีค่าลดลง ตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น จาก 569 nm เป็น 363 nm และ 17.8 nm เป็น 13.4 nm ตามลำดับ ส่วนค่าคงที่แลตทิซเพิ่มขึ้นจาก 4.327 Å ถึง 4.425 Å

วิทยานิพนธ์นี้เป็นการรายงานผลการศึกษาเทคนิคขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเทอริง เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบได้แก่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่มีผลต่อโครงสร้างของฟิล์ม โดยโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, FE-SEM และ EDS เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยและพัฒนาต่อไป

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอน โคสปีดเตอริง
2. เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

ทำให้ทราบขั้นตอนและกระบวนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอน โคสปีดเตอริง และทราบลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, AFM, FE-SEM และ EDS เพื่อนำมาสรุปหาความสัมพันธ์ของตัวแปรที่ใช้ในเงื่อนไขการเตรียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการวิจัยต่อไป

ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเทคนิคขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอน โคสปีดเตอริง โดยเงื่อนไขที่ใช้ในการศึกษาคือ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ในส่วนของการวิเคราะห์ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่ศึกษา ได้แก่ โครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิค XRD, AFM, FE-SEM และ EDS ตามลำดับ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้เป็นบททบทวนและกล่าวถึงทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย ความแข็งและชั้นเคลือบแข็ง ฟิล์มบางและกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง การก่อเกิดฟิล์มบาง กระบวนการโกลด์คิซซาร์จ การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีรีแอคทีฟสปีดเทอริง ระบบเคลือบฟิล์มบางแบบดีซีสปีดเทอริง ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปีดเทอริง การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ความแข็งและชั้นเคลือบแข็ง

สมบัติเชิงกลที่สำคัญอย่างหนึ่งของวัสดุ คือ ความแข็ง (Hardness) ซึ่ง หมายถึง ความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนรูปร่างถาวรของวัสดุเมื่อได้รับแรงกดหรือมีการขีดข่วน (Callister & Rethwisch, 2014) เดิมการวัดความแข็งใช้การเปรียบเทียบอ้างอิงกับแร่ในธรรมชาติ โดยใช้หลักการที่ว่าวัสดุใดแข็งกว่าก็จะสามารถขีดข่วนให้วัสดุที่อ่อนกว่าเกิดรอยขีดข่วนได้ และกำหนดเป็นหน่วยการวัดความแข็งแบบมอส์สเกล (Mohs scale) ซึ่งเป็นการทดสอบเชิงคุณภาพ (Qualitative) โดยกำหนดให้ความแข็งต่ำสุดเป็น 1 สำหรับทาลค์ (Talc) และความแข็งสูงสุดเป็น 10 สำหรับเพชรซึ่งเป็นวัสดุที่แข็งที่สุด ส่วนการวัดความแข็งเชิงปริมาณ (Quantitative) สำหรับบอกระดับความแข็งเป็นตัวเลขได้ถูกพัฒนาภายหลัง โดยใช้หัวกด (Indenter) แบบต่าง ๆ กดบนผิวของชิ้นงานภายใต้เงื่อนไขที่ควบคุม คือ แรงที่ใช้กดและความเร็วของการกด โดยค่าความแข็งคำนวณจากขนาดและความลึกของรอยกด ทั้งนี้หากรอยกดมีขนาดใหญ่และลึก หมายความว่าวัสดุนั้นอ่อน และมีค่าความแข็งต่ำ ทั้งนี้การวัดความแข็งเชิงปริมาณมีหลายวิธีขึ้นกับลักษณะของวัสดุ เช่น กรณีโลหะหรือวัสดุทั่วไป อาจใช้การวัดแบบร็อกเวลล์ (Rockwell) หรือ การวัดแบบบริเนลล์ (Brinell) กลุ่มนี้ใช้หัวกดที่มีขนาดใหญ่ แต่สำหรับกรณีชั้นเคลือบหรือฟิล์มบาง หัวกดจะมีขนาดเล็ก เช่น การวัดแบบวิกเกอร์ส (Vickers) การวัดแบบนูป (Knoop) หรือการวัดแบบเบิร์กโควิช (Berkowich) อย่างไรก็ตามค่าความแข็งของวัสดุที่วัดได้นี้ ยังเป็นเพียงปริมาณสัมพัทธ์เท่านั้น ไม่ใช่ปริมาณสัมบูรณ์ และหากต้องการเปรียบเทียบค่าความแข็งของวัสดุแล้ว ค่าความแข็งต้องเป็นตัวเลขที่ได้จากการวัดความแข็งด้วยวิธีเดียวกันเท่านั้น ไม่ควรใช้เปรียบเทียบค่าความแข็งของวัสดุที่ได้จากวิธีต่างกัน (Boxman, Veprek, Zhitomirsky, & Raveh, 2007; Callister & Rethwisch, 2014)

ดังที่กล่าวข้างต้นความแข็งเป็นสมบัติสำคัญที่ใช้ในการกำหนดความสามารถในการต้านการสึกหรอ (Wear) ของวัสดุ ที่เกิดขึ้นเมื่อถูกขัดสีจากความฝืดและแรงเสียดทานระหว่างใช้งาน แต่วัสดุที่มีความแข็งส่วนใหญ่มักเปราะ (Brittle) มีราคาสูง ทั้งยังนำมาขึ้นรูปได้ยาก แนวทางหนึ่งในการออกแบบและผลิตชิ้นงานที่มีสมบัติแข็งแรงทนทาน ราคาไม่สูงมาก และสามารถขึ้นรูปเป็นชิ้นงานตามต้องการได้ไม่ยากแต่ยังคงความสามารถในการต้านทานการสึกหรอจากการขูดขีดได้ดีคือ นำวัสดุทั่วไปมาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานตามรูปทรงที่ต้องการ แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปเคลือบผิวด้วยสารเคลือบที่มีสมบัติเหมาะสม เพื่อให้ผิวของวัสดุหรือชิ้นงานนั้นมีความแข็งมากขึ้น รวมถึงยังคงมีสมบัติการต้านทานการสึกหรอจากการขูดขีดตามต้องการ (Boxman, Veprek, Zhitomirsky, & Raveh, 2007)

ทั้งนี้ตั้งแต่ช่วงปี ค.ศ.1970 นักวิจัยในสถาบันการศึกษาและภาคอุตสาหกรรมประสบความสำเร็จในการวิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับชั้นเคลือบแข็ง (Hard Coating) ครอบคลุมทั้งในด้านการกระบวนการเคลือบ (Deposition Processes) และชนิดของชั้นเคลือบแข็ง (Type of Hard Coating) สำหรับเคลือบผิวอุปกรณ์และเครื่องมือช่าง เพื่อให้ชิ้นงานมีความแข็งทนทานและยืดอายุการใช้งาน โดยชั้นเคลือบแข็งแบ่งได้เป็น 3 กลุ่มตามค่าความแข็ง คือ (1) กลุ่มชั้นเคลือบแข็ง (Hard Coating) เป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็ง < 40 GPa (2) กลุ่มชั้นเคลือบแข็งมาก (Superhard Coating) เป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็งในช่วง ~ 40 ถึง ~ 80 GPa และ (3) กลุ่มชั้นเคลือบแข็งยิ่งยวด (Ultrahard Coating) เป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็ง > 80 GPa (Musil, 2012)

โดยพื้นฐานแล้วชั้นเคลือบแข็งอาจแบ่งได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ (Chung & Sproul, 2003) คือ

1. ชั้นเคลือบแข็งอินทรินสิค (Intrinsic Hard Coating) เป็นชั้นของสารเคลือบที่มีความแข็งในตัวตามธรรมชาติอยู่แล้วตั้งแต่ต้น เช่น ชั้นเคลือบคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร (Diamond Like Carbon; DLC), cubic BN, B₄N ฯลฯ
2. ชั้นเคลือบแข็งวิศวกรรม (Engineered Hard Coating) เป็นชั้นเคลือบแข็งของสารที่มีสมบัติและโครงสร้างเฉพาะตัว ซึ่งผ่านกระบวนการเฉพาะทางในการเตรียมและปรับปรุงโครงสร้าง เช่น การระดมยิงชั้นเคลือบด้วยไอออน (Ion Bombardment) หรือ การเจือสารเคลือบด้วยธาตุบางชนิด (Alloying) หรือ การเตรียมชั้นเคลือบที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร (Nano-Layer) หรือการเตรียมชั้นเคลือบที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร (Nano-Structure) โดยชั้นเคลือบแข็งในกลุ่มนี้ ยังแบ่งได้เป็นอีก 4 กลุ่มย่อย (Boxman, Veprek, Zhitomirsky, & Raveh, 2007) ดังนี้คือ
 - 2.1 ชั้นเคลือบแข็งในลักษณะฟิล์มบาง (Thin Film Hard Coating) ความแข็งของชั้นเคลือบในกลุ่มนี้เกิดจากโครงสร้างที่ซับซ้อนซึ่งเป็นผลจากการระดมยิงของไอออนจากพลาสมาที่เกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการเคลือบ จากกระบวนการ Plasma Enhanced Chemical Vapor

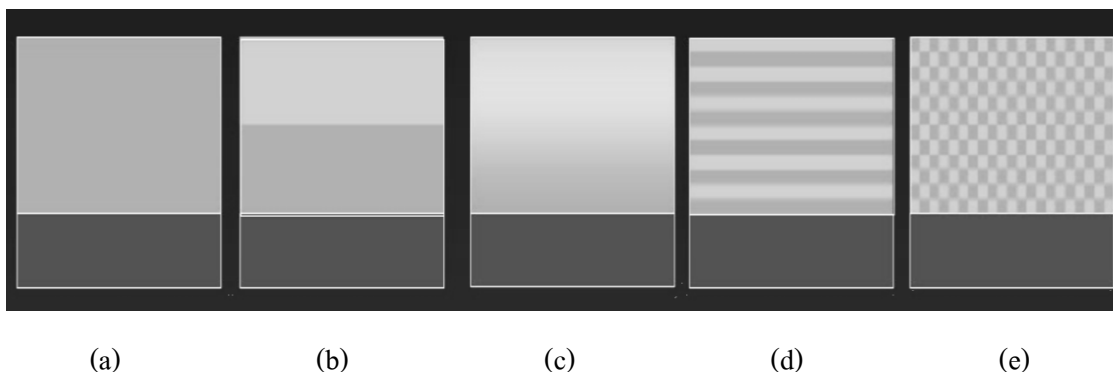
Deposition (PECVD) หรือกระบวนการ Physical Vapor Deposition (PVD) ซึ่งทำให้ชั้นเคลือบแข็ง มีเกรนขนาดนาโน (Nano-Grain) มีความหนาแน่นมากขึ้น (Densification) เกิดข้อบกพร่องแบบจุด (Point Defects) และมีความเครียดอัดที่สูงมาก (High Compressive Stresses) สิ่งเหล่านี้ล้วนเป็น ปัจจัยที่ทำให้โครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของชั้นเคลือบเปลี่ยนไป ตลอดจนเป็นตัวที่ช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้แก่ชั้นเคลือบ

2.2 ชั้นเคลือบแข็งของสารประกอบกลุ่มไนไตรด์ คาร์ไบด์ และโบไรด์ (Multi-Component Nitride, Carbide, Boride Hard Coating) ตัวอย่างเช่น TiN, CrN, ZrN, DLC, c-BN ชั้นเคลือบของสารประกอบชนิดที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฟสเดียว (Single-Phase Crystalline) ซึ่งมีความแข็งแรงมากกว่าสารที่มีธาตุเดี่ยว ความแข็งของชั้นเคลือบกลุ่มนี้เกิดจากการผสมรวมกันของ องค์ประกอบของธาตุในชั้นเคลือบในลักษณะของสารละลายของแข็ง (Solid Solution Hardening) (Hollek, 1986)

2.3 ชั้นเคลือบแข็งกลุ่มนาโนคอมโพสิต (Nano Composite Hard Coating) เป็นชั้นเคลือบของสารเคลือบกลุ่มไนไตรด์ของโลหะทรานซิชันที่มีเกรนขนาดเล็ก (≤ 10 nm) และประกอบด้วยผลึกระดับนาโนเมตรหรือ ออสัณฐานตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป (Musil, 2012)

2.4 ชั้นเคลือบแข็งแบบหลายชั้นที่มีโครงสร้างแบบซูเปอร์แลตทิซ (Multilayer Superlattice Hard Coating) เป็นชั้นเคลือบของสารประกอบกลุ่มไนไตรด์ คาร์ไบด์ และโบไรด์ (เช่น TiN/NbN, TiN/TaN, TiN/CrN หรือ TiC/TiB₂) ที่มีการเคลือบซ้อนทับกันหลายร้อยชั้น โดยชั้นเคลือบแข็งแต่ละชั้นที่เคลือบซ้อนทับกันมีความหนาในระดับนาโนเมตร ขณะที่ความหนารวมของชั้นเคลือบทั้งหมดอยู่ในระดับไมโครเมตร

อย่างไรก็ดีลักษณะของชั้นเคลือบแข็งที่สามารถพบทั่วไปในปัจจุบันมีหลายแบบ ดังนี้ คือ ชั้นเคลือบแบบชั้นเดียว (Single Layer Coatings) ชั้นเคลือบแบบแซนด์วิช (Sandwich Coatings) ชั้นเคลือบแบบเกรเดียนต์ (Gradient Coatings) ชั้นเคลือบแบบหลายชั้น (Multilayer Coatings) และชั้นเคลือบแบบคอมโพสิต (Composite Coatings) (ภาพที่ 2-1) โดยชั้นเคลือบแข็งที่ดีควรมีสสมบัติหลักดังนี้คือ ยึดติดชิ้นงานดี มีความแข็งและความเหนียวสูง มีความทนทานต่อสารเคมี มีโครงสร้างผลึกขนาดเล็ก มีความเครียดคงค้าง ผิวหน้ามีความเรียบและไม่แตก มีสัมประสิทธิ์การส่งผ่านความร้อนต่ำ (Boxman, Veprek, Zhitomirsky, & Raveh, 2007)

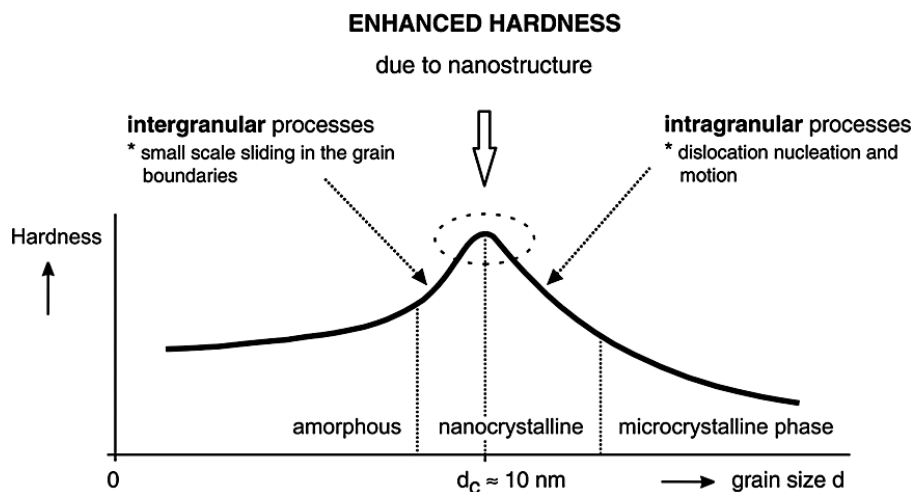


ภาพที่ 2-1 ลักษณะของชั้นเคลือบแข็งที่พบในปัจจุบัน

- (a) ชั้นเคลือบแบบชั้นเดียว (Single Layer Coatings)
- (b) ชั้นเคลือบแบบแซนด์วิช (Sandwich Coatings)
- (c) ชั้นเคลือบแบบเกรเดียนต์ (Gradient Coatings)
- (d) ชั้นเคลือบแบบหลายชั้น (Multilayer Coatings)
- (e) ชั้นเคลือบแบบคอมโพสิต (Composite Coatings)

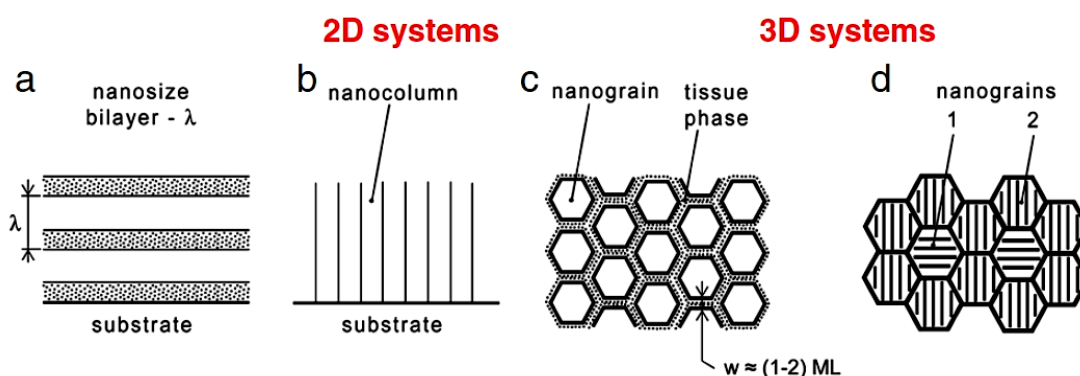
สำหรับกลไกที่เกี่ยวข้องกับการเพิ่มความแข็งแรงแก่ชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางนั้น Musil (2012) สรุปว่ามี 3 กลไกหลักดังนี้คือ (1) ดิสโลเคชัน (Dislocation) ที่เหนี่ยวนำให้เกิดการเปลี่ยนรูปแบบพลาสติก (2) โครงสร้างระดับนาโนของวัสดุ (Nanostructure) และ (3) แรงเชื่อมแน่นระหว่างอะตอม (Cohesive Force) ทั้งนี้การเปลี่ยนรูปแบบพลาสติกอย่างถาวรในวัสดุจากดิสโลเคชันจะเกิดขึ้นเป็นหลักสำหรับวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ $d > 10 \text{ nm}$ ตรงข้ามวัสดุที่มีโครงสร้างนาโนซึ่งประกอบด้วยเกรนที่มีขนาดเล็ก $d \leq 10 \text{ nm}$ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าความแข็งแรงของวัสดุจะขึ้นกับขนาดเกรนและดิสโลเคชันเป็นสำคัญ

ภาพที่ 2-2 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของค่าความแข็งแรง (H) กับขนาดของเกรน (d) พบว่าความแข็งแรงของชั้นเคลือบหรือฟิล์มจะมีค่าสูงสุด เมื่อเกรนมีขนาดประมาณ 10 nm ซึ่งเป็นค่าวิกฤตของขนาดเกรน ($d_c \approx 10 \text{ nm}$) ส่วนค่าความแข็งแรงของฟิล์มที่มีขนาดของเกรนใกล้เคียงค่าวิกฤตนั้นอธิบายได้ที่เกิดจากกลไกและกระบวนการบริเวณขอบเกรนในฟิล์ม โดยที่ $d > d_c$ กลไกหลักที่ทำให้เกิดความแข็งแรงขึ้นคือดิสโลเคชันของขอบเกรน ซึ่งอธิบายได้ด้วยกฎของ Hall-Petch ($H \sim d^{-1/2}$) ส่วนที่ $d < d_c$ กลไกหลักในการทำให้เกิดความแข็งแรงคืออันตรกิริยาระหว่างอะตอมที่อยู่รอบเกรนและการไหลเล็กน้อยของขอบเกรน ทั้งนี้ในวัสดุที่มีขนาดของเกรนอยู่ในช่วง $d \leq d_c$ นั้นพบว่า (1) ไม่เกิดดิสโลเคชัน เนื่องจากเกรนมีขนาดเล็กกว่าความยาวของดิสโลเคชัน และ (2) กระบวนการที่เกิดขึ้นบริเวณขอบของเกรนมีบทบาทสำคัญกว่าภายในเกรน



ภาพที่ 2-2 ความสัมพันธ์ของความแข็งกับขนาดเกรน (Musil, 2012)

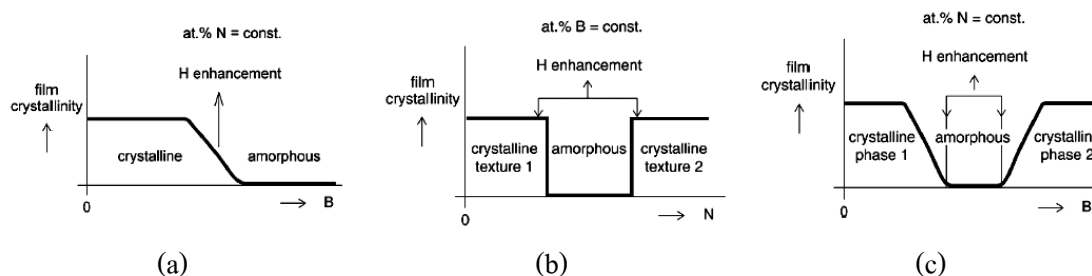
จากรายละเอียดข้างต้นพบว่าโครงสร้างนาโนที่ช่วยในการเพิ่มความแข็งแรงแก่ชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตแบ่งได้เป็น 4 แบบ (ภาพที่ 2-3) คือ (1) โครงสร้างแบบชั้นเคลือบคู่ที่มีความหนาระดับนาโน (λ) (2) โครงสร้างแบบคอลัมน์ระดับนาโน (3) เกรนระดับนาโนที่ล้อมรอบด้วยชั้นบาง ๆ ของสารเคลือบเพียง 1-2 ชั้น และ (4) โครงสร้างแบบผสมของเกรนระดับนาโนที่มีเฟสแตกต่างกันหรือมีการเรียงตัวของผลึกต่างกัน (ภาพที่ 2-3) (Musil, 2012)



ภาพที่ 2-3 โครงสร้างนาโนของชั้นเคลือบแบบนาโนคอมโพสิตที่ช่วยเพิ่มความแข็งแรง (Musil, 2012)

- (a) โครงสร้างแบบชั้นเคลือบคู่ที่มีความหนาระดับนาโน
- (b) โครงสร้างแบบคอลัมน์ระดับนาโน
- (c) เกรนระดับนาโนที่ล้อมรอบด้วยชั้นบาง ๆ ของสารเคลือบ
- (d) โครงสร้างแบบผสมของเกรนระดับนาโนที่มีเฟสหรือการเรียงตัวของผลึกต่างกัน

ทั้งนี้ชั้นเคลือบที่มีโครงสร้างนาโนแต่ละแบบดังกล่าวสามารถเตรียมได้จากเงื่อนไขและกระบวนการที่แตกต่างกัน ทั้งโดยการเตรียมแบบชั้นเดียวเหมือนกรณีโครงสร้างแบบชั้นเคลือบคู่ที่มีความหนาในระดับนาโน (ภาพที่ 2-3 (a)) หรือในลักษณะของช่วงที่มีการเปลี่ยนแปลง (Transition Regions) ซึ่งโครงสร้างผลึกของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่องจากผลึกไปเป็นผลึกนาโนจนเป็นอสัณฐาน โดยแบ่งการเปลี่ยนแปลงได้เป็น 3 ช่วง คือ (1) การเปลี่ยนจากผลึกไปเป็นอสัณฐาน (2) การเปลี่ยน Crystallographic Orientations ของวัสดุชนิดเดียวกัน และ (3) การเปลี่ยนเฟสของวัสดุต่างชนิด ดังแสดงในภาพที่ 2-4 ซึ่งจะเห็นว่าในทุกช่วงการเปลี่ยนแปลงจะสอดคล้องกับองค์ประกอบธาตุที่เหมาะสมซึ่งอาจฟอร์มตัวชั้นเคลือบแบบนาโนคอมโพสิตที่มีโครงสร้างเป็นแบบ nc-/a- หรือ nc-/nc- ทั้งนี้การเพิ่มธาตุที่เหมาะสมหนึ่งหรือหลายชนิดเข้าไปในโครงสร้างหลักชั้นเคลือบ ตัวอย่างเช่น การเพิ่มซิลิกอน (Si) เข้าไปในชั้นเคลือบไนไตรด์ของโลหะทรานซิชัน (Transition Metal Nitride; TM) เช่น Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta เป็นต้น วิธีนี้เป็นการเพิ่มความแข็งให้แก่ชั้นเคลือบแบบนาโนคอมโพสิตได้อย่างมีประสิทธิภาพ ทั้งนี้โดยสรุปแนวทางการเพิ่มความแข็งให้แก่ชั้นเคลือบนาโนคอมโพสิตสามารถทำได้ 2 วิธี คือ (1) การเพิ่มอะตอมของธาตุที่เหมาะสมเข้าไปในโครงสร้างของวัสดุหลัก และ (2) การทำให้เกิดผลึกระดับนาโนจากโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Musil, 2012)

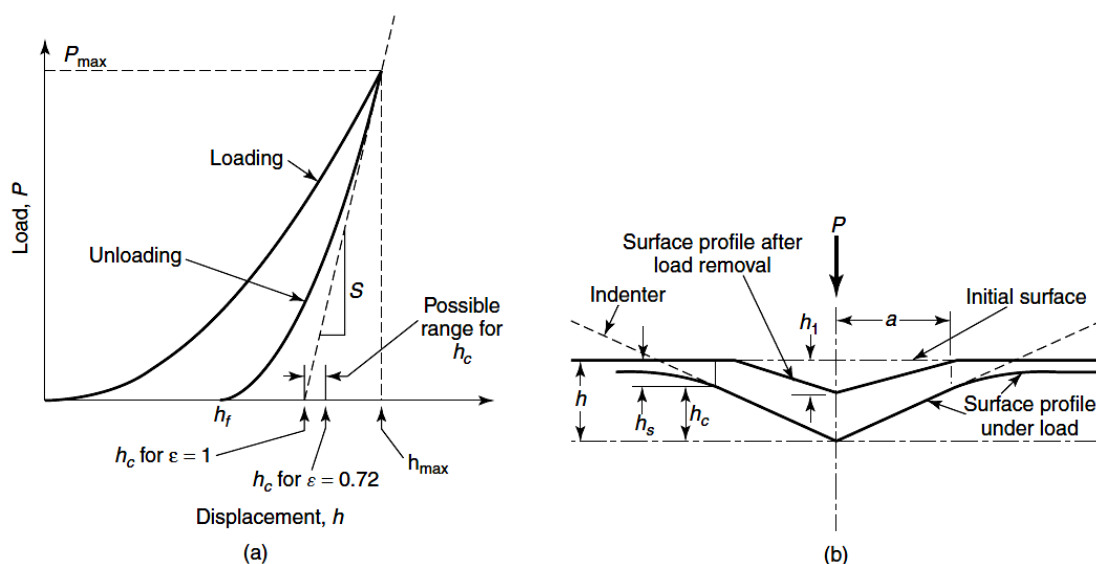


ภาพที่ 2-4 ช่วงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารประกอบ (Musil, 2012)

- (a) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากผลึกเป็นอสัณฐาน
- (b) การเปลี่ยน Crystallographic Orientations ของวัสดุชนิดเดียวกัน
- (c) การเปลี่ยนเฟสของผลึก ของวัสดุต่างชนิด

สำหรับการวัดความหนาของชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรนั้น วิลาลินี สุทร (2541) อธิบายว่า การวัดความแข็งด้วยวิธีทดสอบแบบวัดรอยกด (Indentation Testing) ที่ใช้อยู่ทั่วไป คือ การวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ส (Vickers Hardness Test) หรือ การวัดความแข็งแบบบริเนลล์ (Brinell Hardness Test) ซึ่งเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการวัดความแข็งของวัสดุทั่วไป แต่การวัดความแข็งของฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนต้องใช้เทคนิคการกดระดับนาโนเมตร (Nanoindentation Technique) เทคนิคนี้เป็นการวัดความแข็งของฟิล์มบางจากรอยกดที่ไม่ลึก อยู่ในระดับนาโนเมตรเท่านั้น เทคนิคนี้ได้รับความนิยมในงานระดับนาโน เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีกำลังในการแยกเชิงระยะสูง (High Spatial Resolution) คือ น้อยกว่า 1 ตารางไมครอน ง่ายต่อการใช้ศึกษาสมบัติทางกลของฟิล์มภายใต้สภาวะการรับแรงแบบแรงอัด

การวัดความแข็งเริ่มจากการกดผิวหน้าของฟิล์มบางด้วยหัวกดเพชร โดยขณะที่มีการกด หัวกดจะค่อย ๆ เลื่อนกดเข้าไปในเนื้อฟิล์มทีละน้อย ช่วงแรกฟิล์มจะเกิดการเปลี่ยนรูปแบบยืดหยุ่น (Elastic Deformation) หลังจากนั้นฟิล์มจึงจะมีการเปลี่ยนรูปแบบถาวร (Plastic Deformation) หัวกดจะถูกกดด้วยแรงและระยะความลึกของการกดที่กำหนดและจะค้างหัวกดไว้ชั่วขณะ จากนั้นจึงถอยหัวกดออกจากฟิล์ม ซึ่งเป็นช่วงที่เลิกหรือลดการให้แรงกด (Unload) ทั้งนี้การเปลี่ยนรูปแบบยืดหยุ่นจะกลับคืนรูปเดิม (Recovery) (ภาพที่ 2-5)



ภาพที่ 2-5 กราฟของแรงกดที่เป็นฟังก์ชันของระยะความลึกในการกด (Michell, 2004)

การให้แรงกด (Load) แก่หัวกดของเครื่องวัดความแข็งระดับนาโนเมตร โดยควบคุมผ่านชุดควบคุมด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า แรงที่ใช้กดวัดจากค่ากระแสไฟฟ้าที่ผ่านอุปกรณ์เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric Device) ที่มีโพลีเอทิลีนดีดติดตั้งอยู่ ชุดควบคุมนี้มีความละเอียด สูงกว่า 0.01 μm ส่วนการวัดระยะการเคลื่อนที่ของหัวกดทำได้โดยใช้ เซนเซอร์ซึ่งให้กำลังการแยกสูงประมาณ 0.1 nm โดยหัวกดที่ใช้ คือ หัวกดเพชรแบบเบิร์กโควิช มีรูปร่างเป็น ปริามิดรูปสามเหลี่ยม (Triangular Pyramid) มีค่าความสัมพันธ์ของความลึกต่อพื้นที่ (Depth - to - Area Relation) เท่ากับหัวกดมาตรฐานประเภทวิกเกอร์ซึ่งมีรูปร่างเป็นปริามิดฐานสี่เหลี่ยม

กราฟระหว่างแรงกดหรือภาระ (Load) กับระยะที่หัวกดเคลื่อนที่เข้าไปในเนื้อฟิล์ม (Displacement) จะให้ข้อมูลของความแข็ง สมบัติการยืดหยุ่นและการคืบ (Elastic and Creep Properties) ของฟิล์มบาง ถ้าเปรียบเทียบกับ การวัดความแข็งแบบธรรมดา จะเห็นว่าเทคนิคการกดระดับนาโนเมตรให้ข้อมูลที่มีความต่อเนื่องของแรงกดและความลึกของการกดระหว่างที่มีการให้แรงกดและลดหรือเลิกให้แรงกด

ทั้งนี้จากนิยาม การวัดความแข็งหมายถึงการวัดความต้านทานการเปลี่ยนรูปเฉพาะที่ (Local Deformation) ซึ่งนิยาม ได้เป็น

$$H = P_{\max} / A \quad (2-1)$$

เมื่อ P_{\max} คือ แรงกดหรือภาระสูงสุดที่ใช้การกด และ A คือ พื้นที่ภาพฉาย (Projected Area) ของรอยกดที่เกิดขึ้นในฟิล์มหลังการกด ซึ่งหาได้จากฟังก์ชันพื้นที่ $F(h)$ ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ภาคตัดขวางของหัวกับความลึก h ตำแหน่งที่มีการกด (Appropriate Depth; h) ที่วัดจากปลายของหัวกดเข้ามา ตัวอย่างเช่น หัวกดแบบเบิร์กโควิช ที่มีปลายแหลม ซึ่งในทางอุดมคติมีฟังก์ชันพื้นที่เป็น $F(h) = 24.5 h^2$ แต่ในความเป็นจริงปลายของหัวกดไม่ได้แหลมอย่างที่คิด ฟังก์ชันพื้นที่จึงซับซ้อนขึ้น ดังนั้นการหาค่าความลึก h ตำแหน่งที่มีการกดที่ค่าแรงกดสูงสุด (ภาระสูงสุด) สามารถหาได้จากสมการ (2-2) คือ

$$h_c = h_{\max} - [\epsilon P_{\max} / (dP / dh)] \quad (2-2)$$

ทั้งนี้ค่าของแต่ละเทอมแสดงไว้ในภาพที่ 2-5 ค่าของ ϵ คือค่าคงที่ขึ้นอยู่กับรูปร่างทางเรขาคณิตของหัวกดสำหรับหัวกดแบบเบิร์กโควิช ค่า ϵ มีค่าเท่ากับ 0.75 เมื่อได้ค่า h_c ก็สามารถคำนวณหาพื้นที่ของหัวกดจากฟังก์ชันพื้นที่ $A = F(h_c)$ ค่าพื้นที่ที่ได้จะนำไปคำนวณหาความแข็งในสมการที่ (2-1)

ความลึกของรอยกดบนฟิล์ม มีผลโดยตรงต่อการวัดค่าความแข็ง ทั้งนี้แรงกด หรือ ภาระที่ใช้มีผลเพียงเล็กน้อยต่อการวัด แต่ให้ข้อมูลของพื้นที่ภาพฉายที่ใช้ในการหาค่าความแข็งของฟิล์ม เมื่อวัดความแข็งของฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุ บริเวณที่เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปแบบถาวรของรอยกด อาจกินพื้นที่ลงไปจนถึงเนื้อวัสดุรองรับ ความแข็งจะกลายเป็นฟังก์ชันของอัตราส่วนของความลึกกับความหนาของฟิล์ม และจากกฎ ‘A Rule of Thumb’ ซึ่งกล่าวว่า ความลึกของการกดมีค่าเท่ากับ 1 ใน 10 ของความหนา ทำให้ค่าที่วัดได้ไม่ใช่ค่าที่แท้จริงของฟิล์ม ดังนั้นเพื่อลดอิทธิพลของความแข็งของวัสดุรองรับต่อฟิล์ม การวัดความแข็งของฟิล์มที่ความลึกระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิคการกดระดับนาโนจึงได้ผลการวัดที่ถูกต้องกว่า

ฟิล์มบางและกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

ฟิล์มบาง หมายถึง กลุ่มของอะตอมที่จับตัวรวมกันมีลักษณะเป็นชั้นบาง ๆ วางตัวอยู่บนแผ่นรองรับ ทั้งนี้การระบุว่า ฟิล์มใดเป็น “ฟิล์มบาง” อาจพิจารณาได้จากลักษณะการใช้งานที่ใช้สมบัติด้านใดของฟิล์ม โดยถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) เรียกฟิล์ม ชนิดนั้นว่า “ฟิล์มบาง” แต่ถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) เรียกฟิล์มนั้นว่า “ฟิล์มหนา” จะเห็นว่า ฟิล์มเดียวกันอาจเป็น “ฟิล์มบาง” หรือ “ฟิล์มหนา” ก็ได้ขึ้นกับลักษณะการใช้งานเป็นหลัก (Bunshah, 1994)

สำหรับกระบวนการเคลือบฟิล์มบางนั้น Bunshah (1994) ได้ให้ความหมายไว้ดังนี้ การเคลือบฟิล์มบาง หมายถึง การเรียงตัวโดยการสะสมพอกพูน (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนผิวหน้าของวัสดุรองรับจนเกิดเป็นชั้นของสารเคลือบในลักษณะฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร ปัจจุบันมีนำฟิล์มบางไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมาย เช่น อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เช่น สารกึ่งตัวนำ ตัวนำและตัวต้านทาน หรือ อุปกรณ์ทางแสง เช่น กระจกเลเซอร์ กระจกสะท้อนแสง กระจกกรองแสงเฉพาะความถี่ เป็นต้น การเคลือบฟิล์มบางอาจทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ ทั้งนี้โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

1. การสร้างสารเคลือบ สารเคลือบที่สร้างขึ้นอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะเคลือบจะอยู่ในรูปของไอระเหย ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น
2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ ในภาวะสุญญากาศ ไอระเหยของสารเคลือบอาจเคลื่อนที่เป็นเส้นตรงไปยังวัสดุรองรับ

3. การสะสมพอกพูน ชั้นนี้เป็นการควบแน่นของสารเคลือบบนผิวของวัสดุรองรับ จากสถานะไอเป็นของแข็ง และสะสมพอกพูนและโตขึ้นเป็นชั้นฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ คุณภาพของชั้นฟิล์มบางจะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศแบ่งเป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) ได้แก่ (1) การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ และ (2) การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวด้วยความร้อน หรือการถ่ายเทโมเมนตัมจากการชนแล้วพุ่งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ

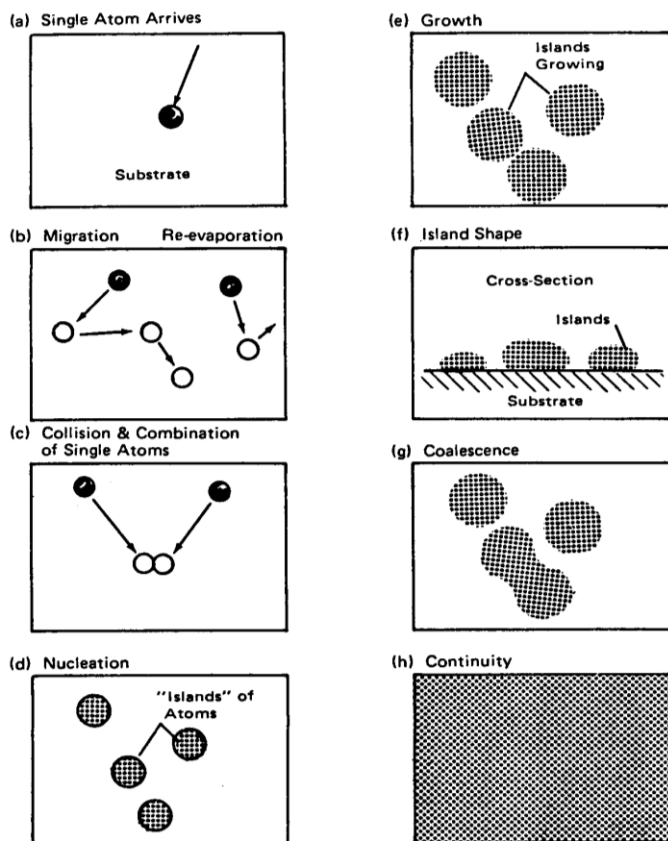
การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ แบ่งได้เป็น 2 วิธีหลัก ๆ (พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนปริมาณมากพอจนทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ซึ่งจะพุ่งกระจายไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่ที่นิยมคือการให้ความร้อนด้วยวิธีทางไฟฟ้าจากหลอดต้านทาน สำหรับข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

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

การก่อเกิดฟิล์มบาง

Chapman (1980) ได้อธิบายการก่อเกิดฟิล์มบาง (Growth of Thin Film) จากการเคลือบในสุญญากาศไว้ดังนี้ คือ เมื่อสารเคลือบจากแหล่งกำเนิดสารเคลือบเคลื่อนมาถึงวัสดุรองรับ สารเคลือบส่วนใหญ่ที่กระทบผิวของวัสดุรองรับอยู่ในรูปของอะตอมหรือโมเลกุล (ภาพที่ 2-6 (a)) โดยพลังงานพันธะ (Bonding Energy) ระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับวัสดุรองรับและอุณหภูมิของวัสดุรองรับ จะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ (Diffusion) ของสารเคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ ทั้งนี้อะตอมของสารเคลือบจะกระทบผิววัสดุรองรับในตำแหน่งที่เรียกว่าตำแหน่งการดูดซับ (Adsorption Site) ทำให้เกิดการเกาะติด และถ้ามีพลังงานมากพอก็อาจข้ามกำแพงพลังงานไปยังบริเวณที่อยู่ติดกันหรือหลุดจากตำแหน่งนั้นไป (ภาพที่ 2-6 (b)) ในช่วงเวลาหนึ่ง อะตอมสารเคลือบอาจเกิดการระเหยกลับและเกิดการรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ด้วยกัน เมื่ออะตอมของสารเคลือบรวมตัวกันอาจเกิดเป็นอะตอมคู่ (ภาพที่ 2-6 (c)) ซึ่งมีความเสถียรมากกว่าอะตอมเดี่ยว (Single Atom) การรวมตัวกันของอะตอมขึ้นกับความหนาแน่นของอะตอมเดี่ยวและอัตราเคลือบ (Deposition Rate) อะตอมคู่อาจรวมตัวกับอะตอมเดี่ยวอื่นแล้วกลายเป็นสามอะตอม (Triplets) หรือสี่อะตอม (Quadruplets) หรืออื่น ๆ ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า สถานะการเกิดนิวเคลียส (ภาพที่ 2-6 (d)) ทำให้ได้กลุ่มอะตอมกึ่งเสถียร (Quasi-Stable Islands) จากนั้นกลุ่มอะตอมจะเริ่มโตขึ้นซึ่งเรียกว่า การโตเป็นกลุ่มก้อน หรือการโตในลักษณะคล้ายเกาะ (Island Growth) ช่วงนี้ขนาดของกลุ่มอะตอมจะมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยมีจำนวนอะตอมเท่าเดิม หรือเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย (ภาพที่ 2-6 (e) และ 2-6 (f)) การโตของกลุ่มอะตอมนี้เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องไปเรื่อย ๆ จนกระทั่งขอบของแต่ละกลุ่มอะตอมเคลื่อนมาชนและเริ่มรวมตัวกัน เรียกว่า การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอม (Agglomeration หรือ Coalescence) (ภาพที่ 2-6 (g)) จากการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM) พบว่าขณะที่กลุ่มอะตอมรวมกันเป็นก้อน อะตอมจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid-Like Behavior) การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอมลักษณะนี้จะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งเชื่อมต่อกัน (ภาพที่ 2-6 (h)) แต่ในบางกรณี การเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่องจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์เมื่อฟิล์มมีความหนาประมาณ $0.04 - 0.05 \mu\text{m}$ โดยลักษณะผิวของฟิล์มบางขณะเกิดการรวมกลุ่มอะตอมจะดูคล้ายเนินเขาและหุบเขา



ภาพที่ 2-6 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

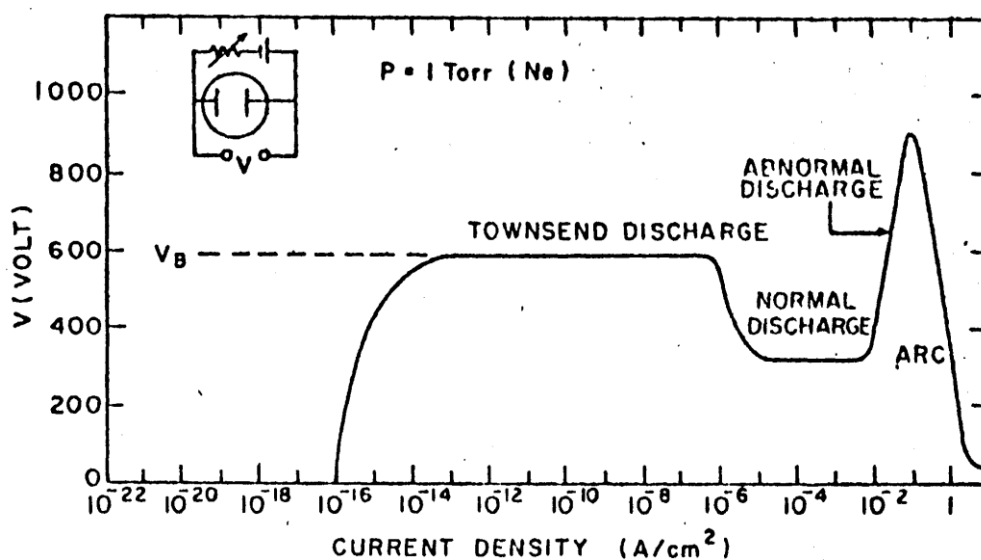
กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ

พิเชษฐ ลีเมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ (2547) อธิบายกระบวนการ โกลว์ดิสชาร์จไว้ดังนี้ เมื่อป้อนแรงดันไฟฟ้ากระแสตรงให้กับขั้วอิเล็กโตรด 2 ขั้ว ที่วางห่างกันเป็นระยะ d ที่ความดันประมาณ 1.33 mbar ของแก๊สไนออน พบว่าช่วงแรก que เพิ่มแรงดันไฟฟ้า มีกระแสในวงจรมีน้อยมาก กระแสไฟฟ้าส่วนนี้เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไอออนของแก๊สที่เกิดขึ้นตลอดเวลาในบรรยากาศเนื่องจากการชนของรังสีคอสมิกและถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้า กระแสไฟฟ้านี้มีค่าค่อนข้างคงที่เพราะอัตราการเกิดประจุนขึ้นอยู่กับความเข้มของรังสี เมื่อศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นใกล้ค่าแรงดันไฟฟ้าทะลาย (Breakdown Voltage: VB) พลังงานของประจุที่ถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าจะมีค่าสูงขึ้นจนสามารถชนโมเลกุลของแก๊สทำให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวกและอิเล็กตรอนซึ่งถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าให้มีการชนและเกิดการไอออไนซ์เพิ่มขึ้น ส่วนของไอออนบวกจะถูกเร่งเข้าชนคาโทด จนเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) เรียกกระบวนการช่วงนี้ว่า ทาวนด์เซนต์ดิสชาร์จ (Townsend Discharge)

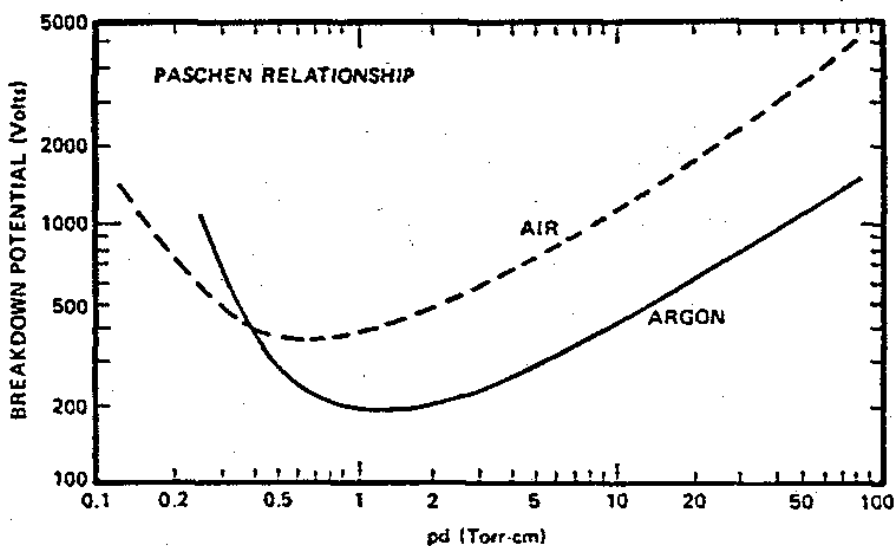
เมื่อแรงดันไฟฟ้าเพิ่มขึ้นถึงแรงดันไฟฟ้าที่ละลายจะเกิดกระบวนการถล่ม (Avalanche) ทำให้ปริมาณไอออนบวกวิ่งเข้าชนคาโทดมากขึ้นและมีการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิมากขึ้น ซึ่งจะถูกร่งให้วิ่งเข้าหาอโนดขณะเดียวกันอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้ก็จะมีการชนกับโมเลกุลของแก๊ส ทำให้เกิดไอออนมากขึ้น สุดท้ายไอออนบวกที่เพิ่มขึ้นมากขึ้นนี้จะเข้าชนคาโทดแล้วปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิเพิ่มขึ้น และชนโมเลกุลแก๊สทำให้เกิดผลิตไอออนเพิ่มขึ้นทำให้กระแสเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนมีปริมาณไอออนมากเพียงพอที่จะผลิตอิเล็กตรอนได้ในจำนวนคงที่ ช่วงนี้ระบบสามารถรักษาสภาพดิสชาร์จได้ด้วยตนเองโดยไม่ต้องอาศัยแหล่งกำเนิดจากรังสีภายนอกในการผลิตไอออน ช่วงนี้แก๊สภายในระบบจะเกิดการเรืองแสงขึ้น แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดลดลงและกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเรียก การเรืองแสงปกติ หรือ นอร์มอล โกลว์ (Normal Glow) ภาวะนี้อัตราการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิต่ออัตราการชนของไอออนมีค่าค่อนข้างต่ำคือประมาณ 0.1 สำหรับคาโทดที่ทำจากวัสดุทั่วไป โดยในช่วงเริ่มต้นของการเรืองแสงหรือ โกลว์ การชนของไอออนบนคาโทดจะปรับตัวเองให้เกิดขึ้นในบางบริเวณ แนวการเรืองแสงอาจเลื่อนไปมาได้และการชนของไอออนบนคาโทด ไม่มีความสม่ำเสมอโดยความเข้มของบริเวณการเรืองแสงตามแนวขอบหรือมุมของคาโทดที่มีสนามไฟฟ้าสูงเพื่อรักษาสภาพการ โกลว์ (Self-Sustaining) บางบริเวณไว้ เมื่อกระแสไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นตามแนวการชนของไอออนจะขยายตัว เพิ่มพื้นที่จนครอบคลุมตลอดผิวคาโทด จนกระทั่งมีค่าความหนาแน่นกระแสเท่ากันตลอด โดยมีค่าแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดคงที่

หลังจากการชนของไอออนครอบคลุมพื้นที่ทั้งหมดของคาโทดแล้ว การเพิ่มกำลังไฟฟ้าเข้าสู่ระบบจะทำให้ทั้งแรงดันไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้น เรียกว่า ช่วงการเรืองแสงผิดปกติ หรือ แอบนอร์มอล โกลว์ (Abnormal Glow) เปล่งแสงจ้าขึ้น เป็นช่วงที่ใช้กับระบบสเปคโตริง และอีกหลาย ๆ ระบบของกระบวนการเกี่ยวข้องกับ โกลว์ดิสชาร์จ ช่วงนี้ถ้าไม่ระบายความร้อนให้กับคาโทด เมื่อความหนาแน่นของกระแสของคาโทดเพิ่มขึ้นสูงประมาณ 0.1 A/cm^2 ความร้อนที่เกิดจากการชนของไอออนบนผิวคาโทดมีมากขึ้น จนเกิดการปล่อยอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (Thermionic Electron Emission) เสริมกับการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิและติดตามด้วยกระบวนการถล่มอีกครั้ง ทำให้ความนำไฟฟ้าของแก๊สในระบบสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว แรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดตกลงมากขณะที่กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นและเปล่งประกายจ้าของการอาร์ค (Arc Discharge) ภาพที่ 2-7

ค่าแรงดันไฟฟ้าที่ละลายในกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จจะมีค่าเปลี่ยนไปตามระยะ d ระหว่างอิเล็กโทรดและระยะปลอดการชนระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และ โมเลกุลของแก๊ส (ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะแปรผกผันกับความดัน และมีค่ามากกว่าระยะปลอดการชนของการชนกันเองระหว่างโมเลกุลแก๊ส) ปกติอิเล็กตรอนทุติยภูมิแต่ละตัวมีความสามารถในการผลิตไอออนบวกได้ระหว่าง 10 ถึง 20 ตัว เพื่อให้เกิดกระบวนการถล่มในช่วงของนอร์มอลโกลว์ ถ้าความดันต่ำเกินไป (ระยะปลอดการชนยาวขึ้น) หรือระยะทาง d มีค่าน้อยเกินไป อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะไม่สามารถผลิตไอออนได้มากพอก่อนการชนกับอะโนด ถ้าความดันสูงเกินไป (ระยะปลอดการชนสั้นลง) หรือระยะ d มากเกินไป อิเล็กตรอนทุติยภูมิไม่สามารถเพิ่มพลังงานให้กับตัวเองในสนามไฟฟ้าได้มากพอสำหรับใช้ในการไอออไนซ์ เมื่อเกิดการชนพลังงานจะถูกถ่ายทอดให้โมเลกุลแก๊สในรูปการกระตุ้น (Excite) ขึ้นไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้นทำให้ไม่สามารถผลิตไอออนบวกได้มากเพียงพอเช่นกัน ดังนั้นทั้งสองกรณีจะต้องใช้แรงดันทางไฟฟ้าที่ละลายก่อนข้างสูง โดยมีจุดหนึ่งระหว่างนี้ที่ใช้ค่าแรงดันไฟฟ้าที่ละลายต่ำสุดตามกฎของปาส์เชน (Pachen's law) ซึ่งแสดงให้เห็นความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าที่ละลายและผลคูณระหว่างความดันแก๊ส (P) และระยะระหว่างอิเล็กโทรด (d) (ภาพที่ 2-8)



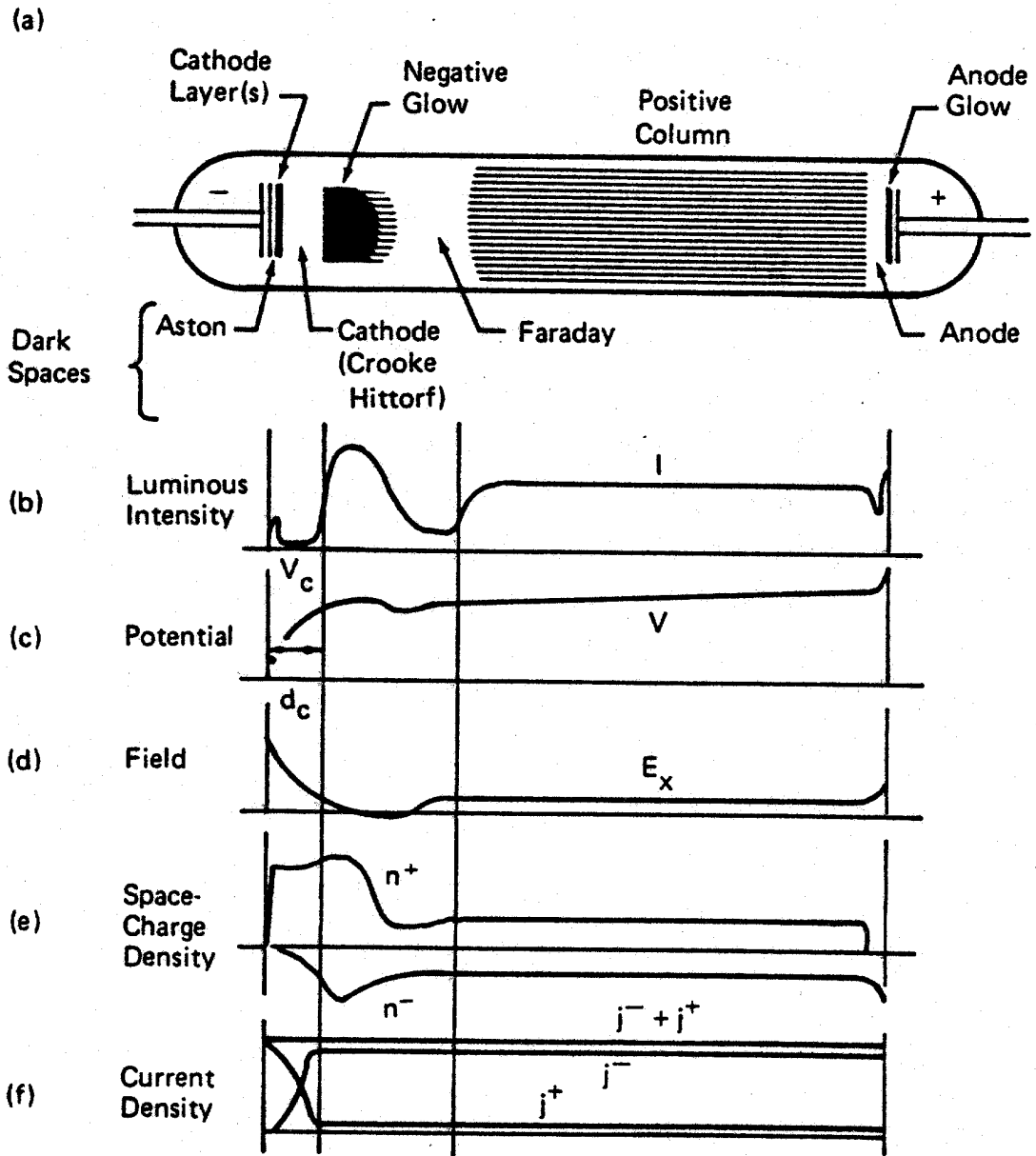
ภาพที่ 2-7 ความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกระแสและแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดของกระบวนการเกิดดีซีโกลว์ดีสชาร์จในหลอดสุญญากาศบรรจุแก๊สนีออน (Vossen & Kerns, 1978)



ภาพที่ 2-8 ความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าทะลุและผลคูณระหว่างความดัน (P) และระยะระหว่างอิเล็กโทรด (d) (Bunshah, 1994)

โกลว์ดิซซาร์จในระบบสวิตเตอร์ิ่งทั่วไปเกิดขึ้นในช่วงที่ผลคูณของความดันกับระยะห่างระหว่างอิเล็กโทรด ($P \times d$) ซึ่งมีค่าต่ำกว่าจุดต่ำสุดของกราฟ (เนื่องจากการเคลือบฟิล์มที่ความดันต่ำทำให้ฟิล์มที่ได้มีคุณภาพดี การแทรกตัวของแก๊สในเนื้อฟิล์มน้อยและลดปริมาณสารปลอมปนในฟิล์ม) จึงต้องการแรงดันไฟฟ้าเริ่มต้นค่อนข้างสูง บางครั้งจึงมีความจำเป็นต้องใช้การเพิ่มความดันชั่วขณะเพื่อให้เริ่มการดิซซาร์จได้ที่แรงดันไฟฟ้าต่ำ

ส่วนต่าง ๆ ของโกลว์ดิซซาร์จ (ภาพที่ 2-9) อธิบายได้ดังนี้ ช่วงแรกคือช่วงมืดแอสตัน (Aston Dark Space) เป็นบริเวณที่อิเล็กตรอนถูกปล่อยจากคาโทดด้วยพลังงานต่ำประมาณ 1 eV ซึ่งไม่สามารถไอออไนซ์โมเลกุลแก๊สได้ ทำให้เกิดเป็นช่วงมืด ถัดจากผิวคาโทดบริเวณที่มีการเปล่งแสงออกมาด้วยความเข้มสูงมากเรียกว่า คาโทดโกลว์ (Cathode Glow) เป็นบริเวณที่ไอออนของแก๊สจากการดิซซาร์จ และไอออนของอะตอมสารเคลือบซึ่งถูกผลิตขึ้นบริเวณคาโทดมีการรวมตัวเป็นกลางกับอิเล็กตรอนใกล้ผิวคาโทดด้วยกระบวนการต่าง ๆ ทำให้เกิดแสงซึ่งเป็นการเปล่งแสงของสารที่คาโทดและของแก๊สที่ใช้ เช่นถ้าคาโทดเป็นทองแดงจะมีสีเขียว ทองคำมีสีส้มแดง แก๊สอาร์กอนมีสีน้ำเงินฟ้า และแก๊สไนโตรเจนมีสีม่วง เป็นต้น



ภาพที่ 2-9 โกลว์ดีสชาร์จของหลอดนีออนยาว 50 cm ที่ความดัน 1.33 mbar (Chapman, 1980)

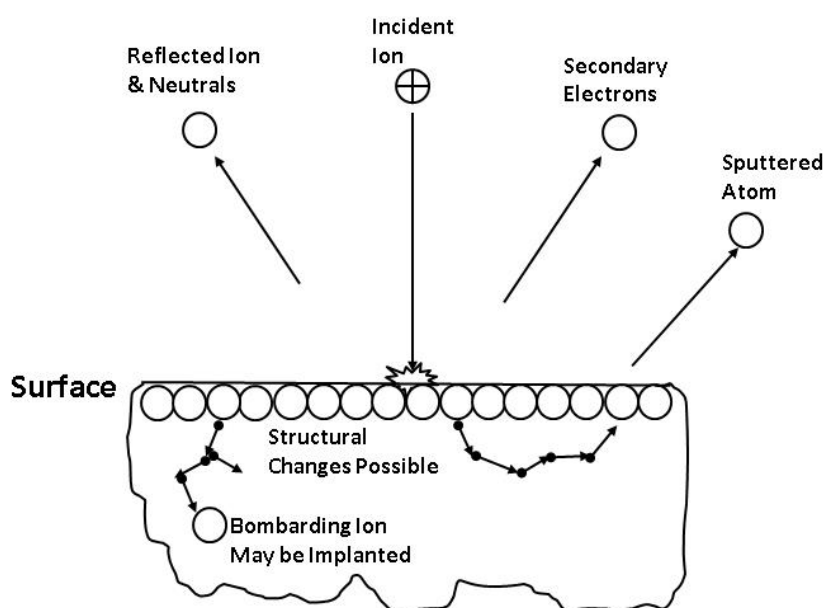
ถัดจากคาโทด โกลว์เรียกว่าช่วงมืดครุคหรือช่วงมืดคาโทด (Crook or Cathode Dark Space) พลังงานของอิเล็กตรอนมีค่าสูงกว่าพลังงานในการไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊สเมื่อถูกเร่งผ่านสนามไฟฟ้าในระยะปลอดการชนออกมา ทำให้บริเวณปลอดการชนนั้นไม่มีการกระตุ้นหรือไอออไนซ์เกิดขึ้น การปลดปล่อยแสงจึงไม่เกิดในช่วงนี้ ถัดจากระยะปลอดการชนออกไป อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะสูญเสียพลังงานโดยการไอออไนซ์แก๊ส ไอออนบวกที่เกิดขึ้นเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าอิเล็กตรอนมาก ทำให้ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนมีการสะสมของไอออนบวกอยู่มาก (Positive Space Charge) ศักย์ไฟฟ้าเกือบทั้งหมดตกคร่อมบริเวณคาโทดคาร์คสเปซ ทำให้สนามไฟฟ้าบริเวณนี้สูงขึ้นเกินพอในการเร่งอิเล็กตรอนชนและไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊สในเวลาถัดมาทำให้หลังการเกิดออร์มอล โกลว์ แรงดันไฟฟ้าที่ตกคร่อมขั้วอิเล็กโตรดมีค่าลดลงตามกราฟภาพที่ 2-7 ส่วนอิเล็กตรอนเมื่อเลยจากบริเวณที่ผลิตไอออนของคาร์คสเปซแล้วจะมีพลังงานลดพลังงานที่เหลือจึงเพียงใช้ในการกระตุ้นโมเลกุลแก๊ส เมื่ออิเล็กตรอนจะเป็นอนุภาคที่เคลื่อนที่ได้เร็ว แต่พลังงานที่เหลือน้อยมากรวมทั้งประจุบวกและประจุสะสมของไอออนในบริเวณคาร์คสเปซทำให้อิเล็กตรอนใช้เวลาในการเคลื่อนที่ผ่านช่วงเรืองแสงนี้นานขึ้นและเกิดการสะสมประจุลบบริเวณนี้จึงเรียกว่า เนกาทีฟ โกลว์ (Negative Glow)

จากนั้นพลังงานของอิเล็กตรอนจะลดลงจนไม่สามารถกระตุ้นโมเลกุลแก๊สให้อยู่ในระดับพลังงานสูง ทำให้เกิดบริเวณมืดเรียกว่า ช่วงมืดฟาราเดย์ (Faraday Dark Space) ถัดจากช่วงนี้ กระบวนการที่เกิดขึ้นคล้ายกับการดิซชาร์จของทาวน์เซนดซึ่งมีปริมาณอิเล็กตรอนค่อนข้างคงที่ถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าค่าต่ำ ๆ อิเล็กตรอนจะถูกเร่งเข้าสู่แอโนด และมีพลังงานสูงพอสำหรับกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สหรือไอออไนซ์และเกิดการเรืองแสงขึ้นที่บริเวณนี้ อิเล็กตรอนซึ่งเคลื่อนที่เร็วจะถูกกวาดเข้าสู่แอโนดอย่างรวดเร็วทำให้พลาสมาบริเวณนี้มีประจุบวกสูงกว่าจึงเรียกว่า ลำเรืองแสง ศักย์ไฟฟ้าบวก (Positive Glow Column) การรักษาภาวะ โกลว์ดิซชาร์จขึ้นกับปริมาณของอิเล็กตรอนที่ถูกผลิตขึ้นบริเวณคาโทดจากการชนของไอออนที่ถูกผลิตบริเวณเนกาทีฟ โกลว์ การเปลี่ยนตำแหน่งแอโนดเพียงเล็กน้อยจะไม่มีผลต่อกระบวนการ โกลว์ดิซชาร์จ เมื่อเลื่อนแอโนดเข้าหาคาโทด จนพ้นช่วงมืดฟาราเดย์ เข้าสู่เนกาทีฟ โกลว์จนถึงช่วงคาโทดคาร์คสเปซ ทำให้ปริมาณไอออนที่ถูกผลิตจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิมีปริมาณน้อยลง การรักษาสภาพ โกลว์ดิซชาร์จไว้ต้องใช้แรงดันไฟฟ้าที่สูงขึ้นทำให้ปริมาณ ไอออนสูงขึ้นด้วย การ โกลว์ในนี้เรียกว่า ออบสตรัคต์ โกลว์ (Obstructed Glow) เมื่อเลื่อนแอโนดเข้าใกล้คาโทดจนพ้นขอบของ คาโทด คาร์คสเปซ ซึ่งมีระยะสั้นกว่าระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะไม่มีการผลิต ไอออนเกิดขึ้นและกระบวนการดิซชาร์จไว้ได้ ถ้าหากมีสิ่งสกปรกบริเวณคาโทด การอาร์คอาจเกิดขึ้นโดยไม่เกิดการ โกลว์ดิซชาร์จก็ได้

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นกระบวนการสะสมพอกพูนและโตเป็นชั้นของฟิล์มบนวัสดุรองรับของสารเคลือบจากการสปัตเตอริง (อำพล ฑีฆบุตร, 2559; Chapman, 1980) ส่วนการสปัตเตอริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงจนทำให้มีเกิดแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุ ทั้งนี้เมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพที่ 2-10 ดังนี้คือ (อำพล ฑีฆบุตร, 2559; Maissel & Gland, 1970)

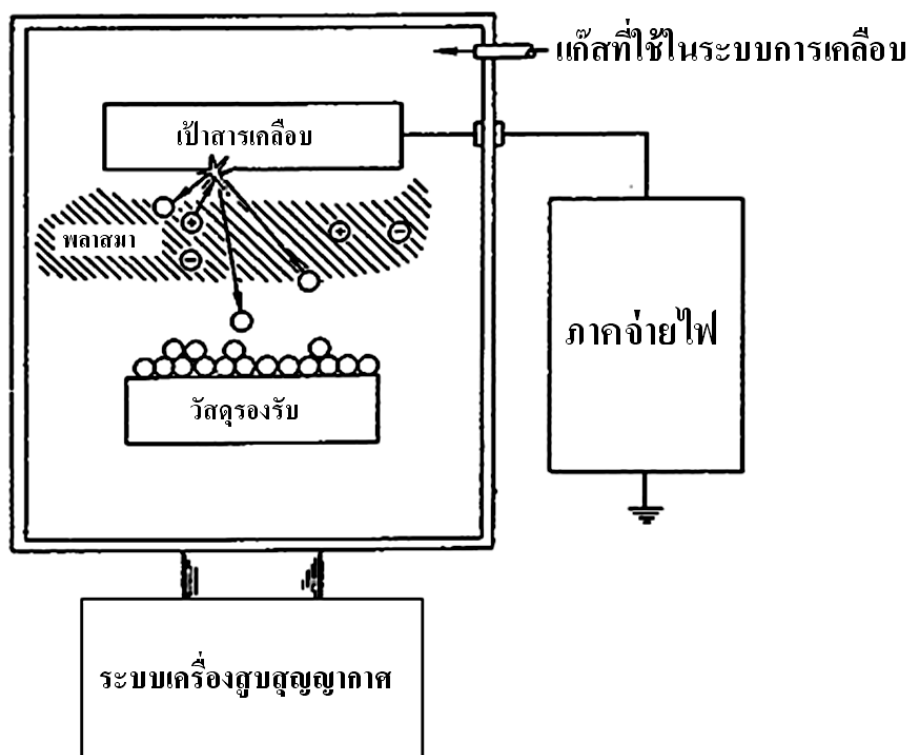
1. การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน ไอออนอาจสะท้อนจากผิวหน้าในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ
2. การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าถ้าไอออนมีพลังงานสูงพอ
3. การฝังตัวของไอออน ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบโดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน
4. การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดความบกพร่องของผลึก และ เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่
5. การสปัตเตอริง การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกัน แบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมออกมาซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-10 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

สำหรับองค์ประกอบพื้นฐานของเครื่องเคลือบฟิล์มบางวิธีสปีดเตอริงแสดงดังภาพที่ 2-11 ซึ่งจำเป็นต้องมีองค์ประกอบพื้นฐานอย่างน้อย 3 ส่วน ได้แก่

1. สารเคลือบ ซึ่งทำหน้าที่เป็นเป้า ให้ไอออนพลังงานสูงวิ่งเข้าชน จนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ
2. อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบแล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ซึ่งนิยมใช้การเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ
3. การผลิตอนุภาคพลังงานสูงอย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปีดเตอริงจะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ฟิล์มที่มีความหนาตามต้องการ ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออน ที่มีปริมาณการผลิตไอออน ในอัตราสูง หรือผลิตจากกระบวนการ โกลว์ดีสชาร์จ แต่ในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการ โกลว์ดีสชาร์จ ในการผลิตอนุภาคพลังงานสูงมากกว่า

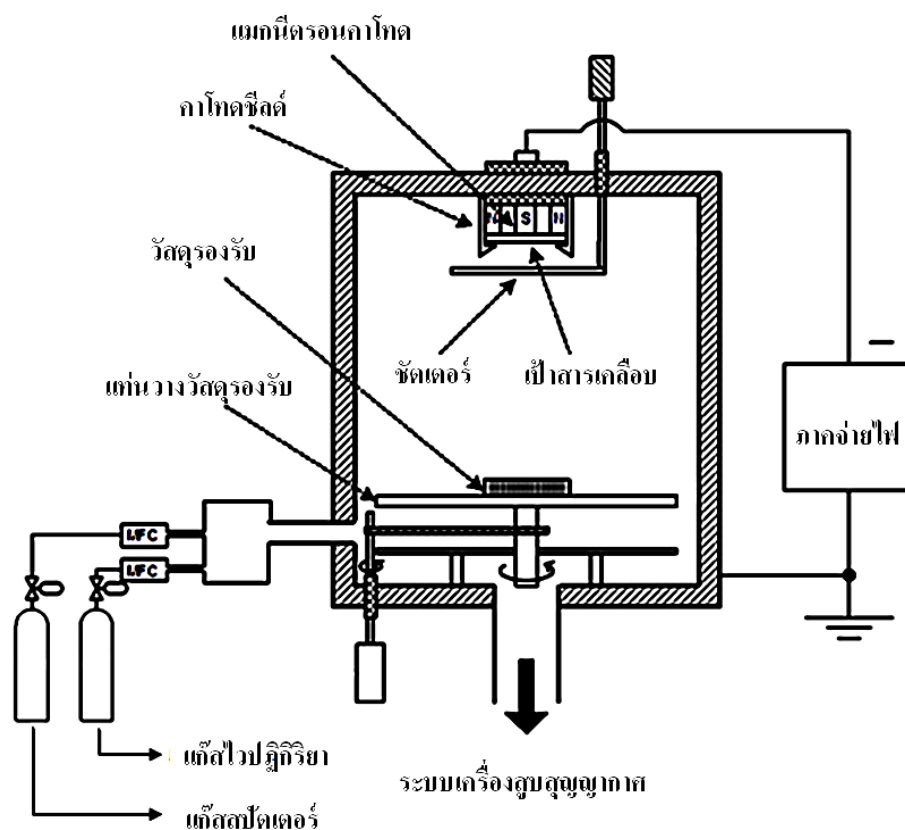


ภาพที่ 2-11 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบด้วยวิธีสปีดเตอริง (อำพล ทัศนบุตร, 2559)

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์

การเคลือบฟิล์มบางในงานวิจัยนี้ใช้วิธีแอคทีฟสปัตเตอร์ (Reactive Sputtering) โดยการเคลือบด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์ คือ กระบวนการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอร์ที่มีการเพิ่มแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เข้าไปในกระบวนการเคลือบ เพื่อให้แก๊สไวปฏิกิริยาทำปฏิกิริยากับสารเคลือบเกิดเป็นสารประกอบของฟิล์มบางที่ต้องการ เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ ทั้งนี้การเคลือบด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์ ใช้หลักการพื้นฐานเหมือนวิธีสปัตเตอร์ แต่เพิ่มแก๊สไวปฏิกิริยาเข้าไปในกระบวนการเคลือบ (ภาพที่ 2-12) แก๊สที่ใช้ในระบบนี้มี 2 ชนิดคือ

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



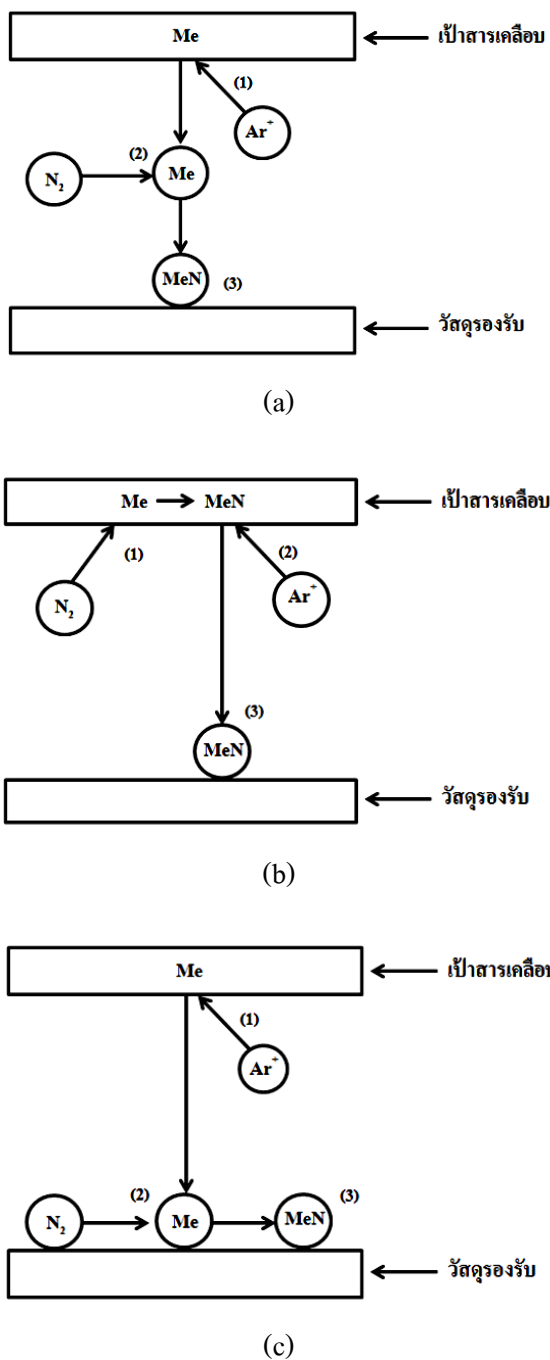
ภาพที่ 2-12 ระบบการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์ (อำพล ทัศนบุตร, 2559)

การเคลือบฟิล์มของสารประกอบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปีดเตอริง ทำได้โดยใช้เป้าสารเคลือบที่เป็นโลหะบริสุทธิ์ (Metal; Me) (เหมือนในระบบสปีดเตอริง) และมีการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยาที่ต้องการเข้าไปในระบบ เช่น แก๊สไนโตรเจน (N_2) เพื่อให้ได้ฟิล์มของสารประกอบโลหะไนไตรด์ หรือ แก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2) เพื่อให้ได้ฟิล์มของสารประกอบโลหะคาร์ไบด์ เป็นต้น สำหรับการเกิดฟิล์มบางของสารประกอบ (ไนไตรด์ หรือ คาร์ไบด์) (อำพล ทัศนบุตร, 2559) ทั้งนี้การทำปฏิกิริยาของแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมของเป้าสารเคลือบนั้น อาจเกิดได้ใน 3 ลักษณะคือ

1. การเกิดสารประกอบระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ กรณีนี้จะตอมสารเคลือบถูกสปีดเตอริงออกจากหน้าเป้าสารเคลือบ จากนั้นแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจนจะทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบระหว่างทางที่วิ่งสู่แผ่นวัสดุรองรับแล้วตกเคลือบบนวัสดุรองรับ (ภาพที่ 2-13(a)) กระบวนการนี้ในทางทฤษฎีถือว่าการเกิดน้อยมากเนื่องจากสถานะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัม แต่เป็นไปได้ที่การรวมตัวของสารประกอบจะเกิดในช่วงนี้

2. การเกิดสารประกอบที่ผิวหน้าเป้าสารเคลือบ กรณีนี้เกิดขึ้นเมื่อแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบที่ผิวหน้าเป้าสารเคลือบเป็นสารประกอบไนไตรด์ จากนั้นจึงถูกสปีดเตอริงให้หลุดออกจากหน้าเป้าสารเคลือบด้วยไอออนพลังงานสูงของแก๊สอาร์กอนออกมาเป็นอะตอมสารเคลือบของสารประกอบไนไตรด์ แล้วตกเคลือบลงบนแผ่นวัสดุรองรับ (ภาพที่ 2-13(b)) ปฏิกิริยานี้มีโอกาสเกิดขึ้นได้มาก เมื่อความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาในระบบมีค่าสูง

3. การเกิดสารประกอบที่ผิวหน้าวัสดุรองรับ กรณีนี้เกิดขึ้นเมื่อไอออนพลังงานสูงของแก๊สอาร์กอนสปีดเตอริงอะตอมสารเคลือบให้หลุดออกจากหน้าเป้าสารเคลือบ แล้วตกลงบนวัสดุรองรับ จากนั้นแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจน เข้ามาทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบ เกิดเป็นสารประกอบไนไตรด์ที่ผิวหน้าวัสดุรองรับ (ภาพที่ 2-13(c))



ภาพที่ 2-13 การเกิดสารประกอบไนไตรด์ระหว่างอะตอมสารเคลือบกับแก๊สไนโตรเจน

(อำพล ธีฆบุตร, 2559)

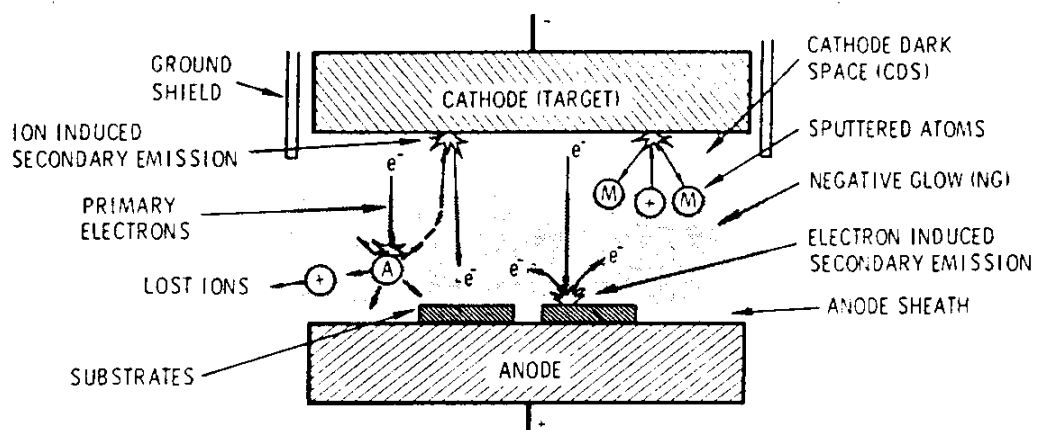
(a) ระหว่างเป่าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ

(b) ที่ผิวหน้าเป่าสารเคลือบ

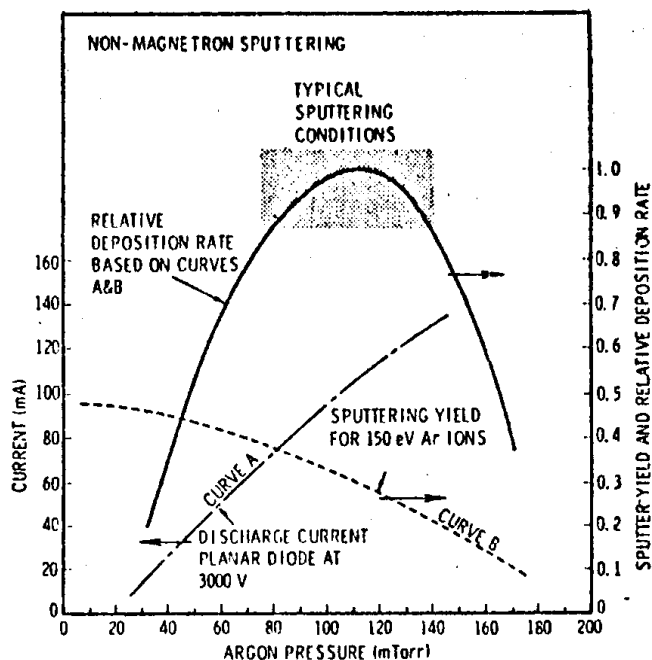
(c) ที่ผิวหน้าวัสดุรองรับ

ระบบเคลือบฟิล์มบางแบบดีซีสเป็คเตอริง

ระบบเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ที่เป็นพื้นฐานที่สุดคือระบบเคลือบแบบดีซีสเป็คเตอริง (ภาพที่ 2-14) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ เป้าสารเคลือบ และอโนดใช้เป็นทิวางวัสดุรองรับ ปกติคาโทดและวัสดุรองรับ ห่างกันประมาณ 4.0-10.0 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปชมีค่าประมาณ 1.0-4.0 cm โดยอโนดอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลว์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานอยู่ในช่วงแอนนอร์มอลโกลว์ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบขณะเกิดโกลว์ดีสชาร์จ กระบวนการไอออนไนซ์จะทำให้สภาพโกลว์ดีสชาร์จยังคงอยู่ตลอด และเมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปชขยายตัวออก และแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสไฟฟ้าจะลดลงและอะตอมที่ถูกสเป็คเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปชจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรดและกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสเป็คเตอริงอีก (พิเศษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิษฐา รัตนะ, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995)



ภาพที่ 2-14 ระบบสเป็คเตอริงแบบดีซีสเป็คเตอริง (Bunshah, 1994)

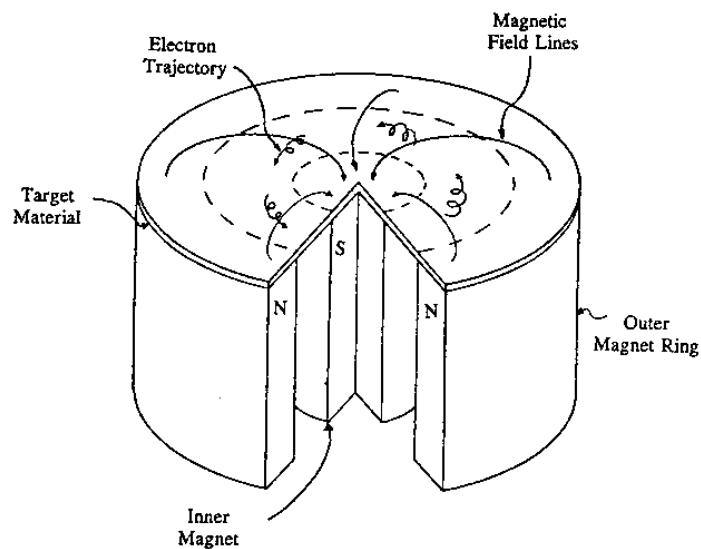


ภาพที่ 2-15 ผลของความดันที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณที่ผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังภาพที่ 2-15 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศ ทำให้ค่าของyield จากการสปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-15 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างyield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่ง ทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอร์ริงนิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับการสปัตเตอร์ริงคือบริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-15 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$ ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

สำหรับระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอริง อัตราการเกิดสปัตเตอริงขึ้นกับผลคูณของยิลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอริงนอกจากการเพิ่มยิลด์แล้ว ยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ โดยเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ต่อมามีการพัฒนาระบบใหม่เป็น ระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ระบบนี้มีการเพิ่มสนามแม่เหล็กให้กับคาโทด โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบ และมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้า ซึ่งช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-16) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย



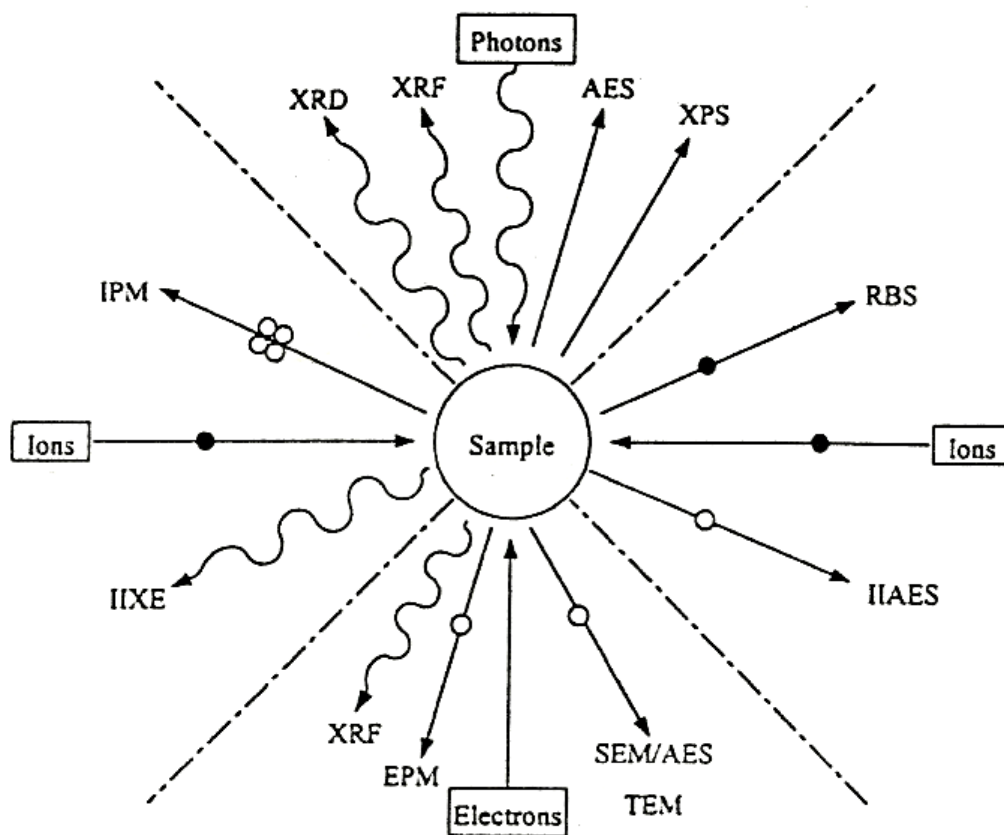
ภาพที่ 2-16 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Rickerby & Matthews, 1991)

การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

สมบัติต่าง ๆ ของวัสดุมักเปลี่ยนแปลงไปตามลักษณะเฉพาะของสิ่งนั้น ๆ ฟิล์มบางจัดเป็นวัสดุก้าวหน้าสมัยใหม่ที่มีลักษณะเฉพาะแตกต่างจากวัสดุปกติทั่วไปที่มีมิติและขนาดใหญ่ การศึกษาหรือหาลักษณะเฉพาะของวัสดุหรือฟิล์มบางจึงเป็นสิ่งสำคัญ ทั้งนี้ การหาลักษณะเฉพาะ (Characterization) หมายถึงการอธิบายถึงองค์ประกอบของวัสดุ (Constitution) ในเชิงคุณภาพ โดยเน้นถึงลักษณะเด่นที่เกี่ยวกับส่วนผสมทางเคมี (Chemical Composition) โครงสร้าง (Structure) และข้อบกพร่อง (Defect) (วิลาสินี สุทร, 2541)

สำหรับหลักการพื้นฐานในการหาลักษณะเฉพาะวัสดุ คือ การใช้โพรบ (Probe) ซึ่งอาจเป็นอนุภาค (ไอออน หรือ อิเล็กตรอน) หรือ พลังงาน (โฟตอน หรือ รังสีต่าง ๆ) จากแหล่งกำเนิดชนิดต่างๆ ยิง หรือ ฉาย ไปที่วัสดุเพื่อให้โพรบมีอันตรกิริยา (Interaction) กับวัสดุที่ต้องการวิเคราะห์ เกิดเป็นสัญญาณที่มีระดับพลังงานแตกต่างกันส่งออกมา ดังภาพที่ 2-17

ทั้งนี้ วิลาสินี สุทร (2541) ได้อธิบายแนวคิดเกี่ยวกับโพรบ อันตรกิริยาและสัญญาณที่เกิดขึ้นในการวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของวัสดุไว้ดังนี้ การหาลักษณะเฉพาะของวัสดุ ถ้าเลือกใช้โพรบในการวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน อันตรกิริยาที่เกิดขึ้นก็ต่างกันและให้สัญญาณเฉพาะตัวออกมา เช่น ถ้าใช้รังสีเอกซ์เป็นโพรบ โดยฉายรังสีเอกซ์ไปที่วัสดุ รังสีเอกซ์จะไปกระทบกับอิเล็กตรอนระดับแกน (Core Level) ของอะตอมที่อยู่ในวัสดุที่ต้องการวิเคราะห์ และเกิดการถ่ายเทพลังงานให้กับอิเล็กตรอน จนทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอม เรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาชุดนี้ว่า โฟโตอิเล็กตรอน (Photoelectron) แต่ถ้าใช้อิเล็กตรอนเป็นโพรบ ยิงไปที่วัสดุจะเกิดอันตรกิริยาในลักษณะเดียวกับการใช้รังสีเอกซ์เป็นโพรบ แต่อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากอะตอมจะเรียกว่า ไอออนไนซิ่งอิเล็กตรอน (Ionizing Electron) เป็นต้น นอกจากนี้ถ้าอิเล็กตรอนวงในของอะตอมหลุดออกมาแล้วเกิดที่ว่าง อิเล็กตรอนจากระดับพลังงานชั้นถัดไปจะเข้ามาแทนที่ โดยปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมา ซึ่งพลังงานนี้มีค่าอยู่ในช่วงของรังสีเอกซ์ ซึ่งจะทำได้สัญญาณที่เป็นรังสีเอกซ์ออกมา ทั้งนี้ถ้ารังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นนี้ไปทำให้อิเล็กตรอนในระดับพลังงานที่ต่ำกว่าหลุดออกจากอะตอมของวัสดุ อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาชุดนี้เรียกว่า โอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger Electron) ทั้งนี้จะเห็นว่าสัญญาณที่ได้ออกมาจากการวิเคราะห์นั้น ขึ้นกับโพรบที่ใช้และอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นว่าเป็นแบบหรือลักษณะใด โดยสัญญาณต่าง ๆ ที่ได้ออกมา นั้นจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุ อย่างไรก็ตามการศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุนั้นไม่สามารถทำได้ด้วยเทคนิคใดเทคนิคหนึ่งเท่านั้น แต่ควรใช้หลาย ๆ เทคนิคร่วมกันเพื่อให้ได้ข้อมูลที่ครอบคลุมทั้งหมดในการอธิบาย



ภาพที่ 2-17 อันตรกิริยาของอนุภาคกับวัสดุ (วิลาสินี สุทร, 2541)

AES : Auger Electron Spectroscopy XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy

RBS : Rutherford Backscattering XRD : X-ray Diffraction

SEM : Scanning Electron microscopy TEM : Transmission Electron microscopy

EPM : Electron Probe Microscopy XRF : X-ray Fluorescence Analysis

IIXE : Ion Induced X-ray Emission IPM : Ion Probe Microscopy

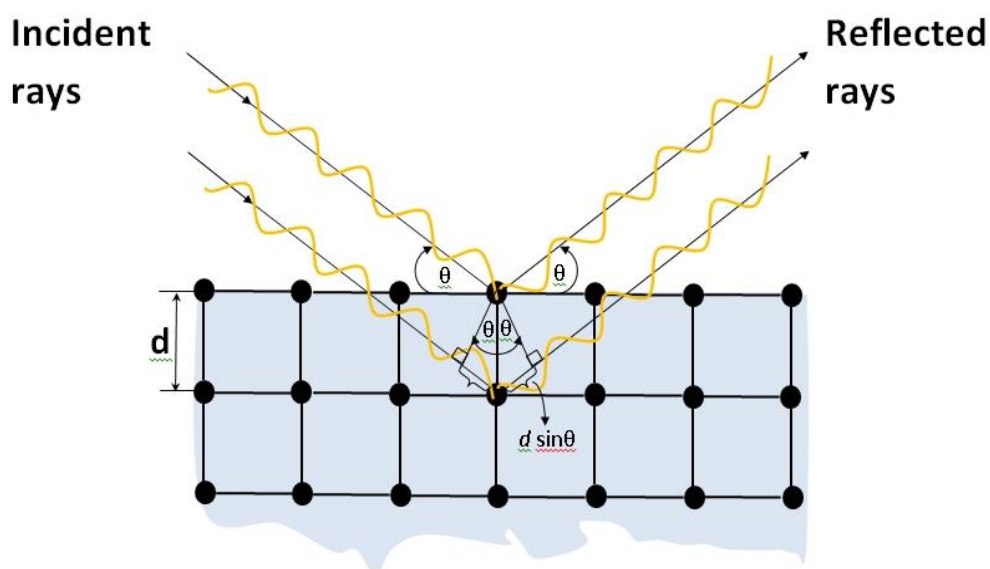
IIAES : Ion Induced Auger Electron Spectroscopy

สำหรับลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางในงานวิจัยนี้ ศึกษาด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

1. เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction; XRD) ลักษณะเฉพาะสำคัญของฟิล์มบาง คือ โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) ซึ่ง ประเสริฐศักดิ์ เกษมอนันต์กุล (2549) ได้อธิบายหลักการของเทคนิค XRD ไว้ดังนี้ การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคสำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากผลึก โดยใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของคลื่น ทั้งนี้พบว่ารังสีเอกซ์เลี้ยวเบนได้เมื่อให้ตกกระทบผลึก ซึ่ง Bragg ได้เสนอแนวคิดว่า โครงสร้างผลึกหรือผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือ ระนาบ (Plane) ของอะตอม ซึ่งสามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยมุมที่ตกกระทบจะเท่ากับมุมสะท้อน และแสดงออกมาในรูปของพีค เป็นไปตามสมการที่ 2-3 ซึ่งเรียกว่าสมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law) และภาพที่ 2-18

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

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



ภาพที่ 2-18 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก

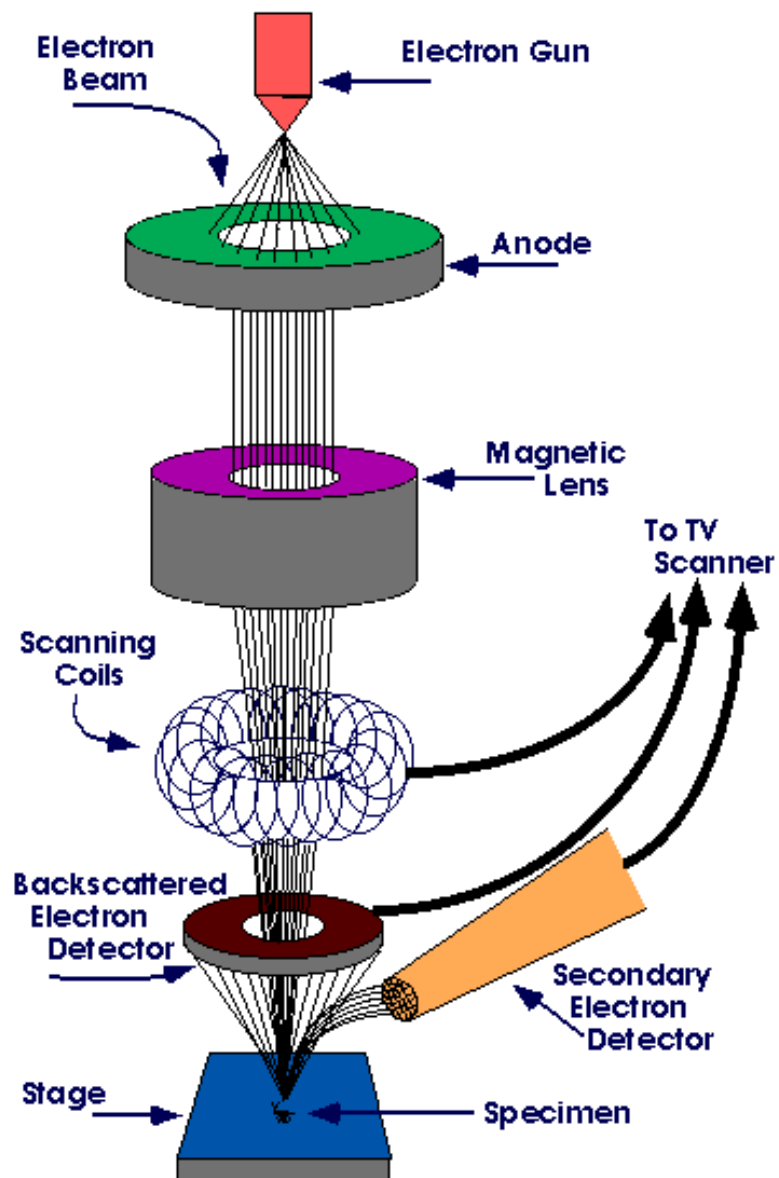
โดยตำแหน่งของพีคที่มีค่ามากที่สุด สามารถบอกขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ได้ ขณะที่ความกว้างให้หาค่าขนาด การจัดเรียงตัว (Orientation) และความเครียด (Strain) ภายในเกรน ของวัสดุหลายผลึก ทั้งนี้ขนาดผลึกของฟิล์มสามารถหาได้จากสมการของ Scherrer (สมการที่ 2-4)

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-4)$$

- เมื่อ L คือ ขนาดผลึก
 k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$)
 β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด
 θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมของพีค

2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง ซึ่ง วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบาย หลักการทำงานของเครื่องดังนี้ ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เกิดจาก สัญญาณภาพที่ได้การใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Detector; SE Detector) จับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron Detector; BSE Detector) จับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้นดังภาพที่ 2-19

อิเล็กตรอนทุติยภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นถูกดึงลงด้านล่างโดยแผ่นอานอนภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} torr และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ทำหน้าที่เพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอนโดยการปรับลำอิเล็กตรอน ให้มีขนาดเล็กลง จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี ลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิวตัวอย่างมีขนาดในช่วง 5 - 200 nm โดยมีชุดลวดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ควบคุมทิศทางเคลื่อนที่ของ ลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวตัวอย่าง



ภาพที่ 2-19 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Electron Microscope
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

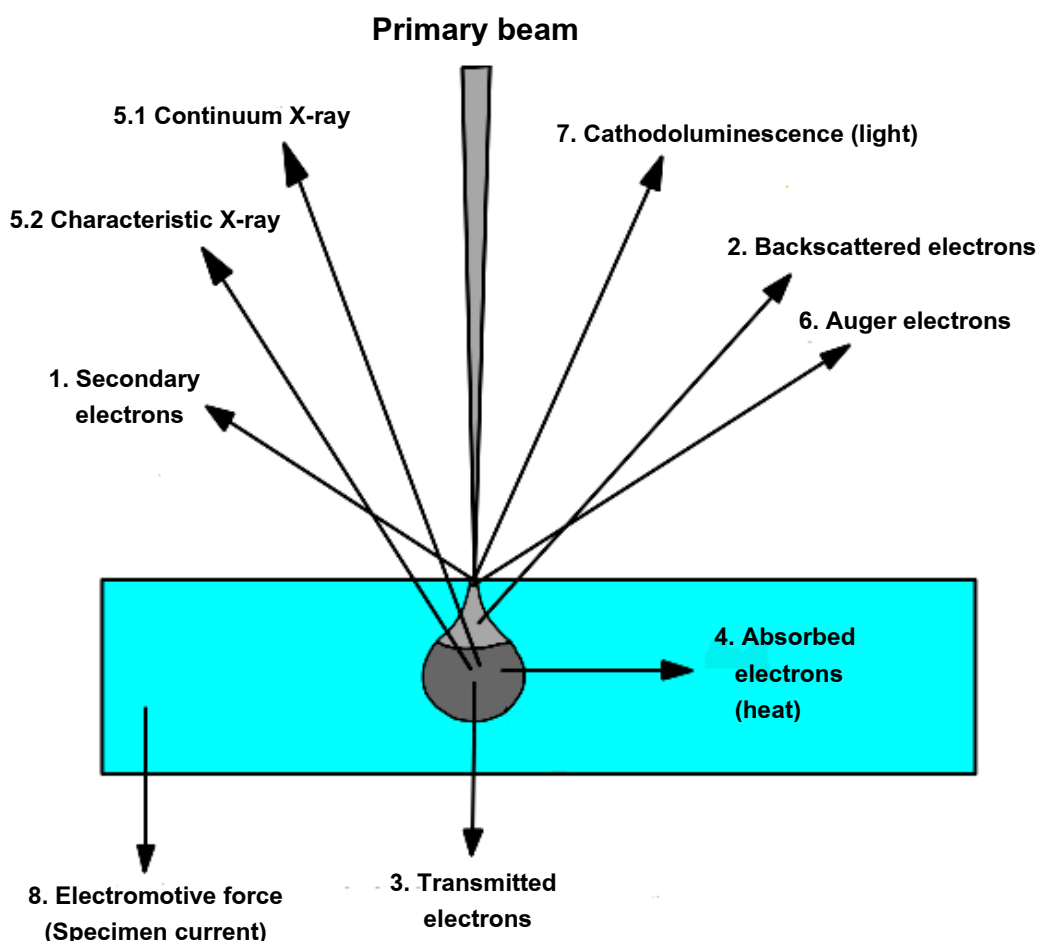
ทั้งนี้ลำอิเล็กตรอนที่กระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุในตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (Electron Signal) ชนิดต่าง ๆ ออกมา (ภาพที่ 2-20) (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543) ซึ่งสามารถนำไปใช้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคและวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่าง โดยสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด มีดังนี้

1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) เป็นส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรของอะตอม หลังจากดูดกลืนพลังงานจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิ มีพลังงานต่ำและจะเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมค่อนข้างต่ำ
2. อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electrons) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานไปเพียงบางส่วนให้กับอะตอมและกระเจิงกลับออกมา มีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง
3. อิเล็กตรอนทะลุผ่าน (Transmitted Electron) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่เหลือจากการดูดกลืนพลังงานของชิ้นตัวอย่าง ปริมาณของอิเล็กตรอนจะขึ้นอยู่กับความหนา ความหนาแน่น และภาคตัดขวางการดูดกลืนพลังงานของธาตุนั้นประกอบในชิ้นตัวอย่าง
4. อิเล็กตรอนที่ถูกดูดกลืน (Absorbed Electrons) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นตัวอย่างหมด และพลังงานที่สูญเสียจะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนซึ่งมีผลให้ตัวอย่างไหม้เกรียมได้
5. รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาหลังการทำอันตรกิริยาระหว่างอะตอมบนชิ้นตัวอย่างกับอิเล็กตรอนพลังงานสูง แบ่งเป็น 2 ชนิด
 - 5.1 รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuum X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นกระจายในช่วงกว้าง (Broad Spectrum) เกิดจากการที่อิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่บริเวณสนามไฟฟ้าที่มีความหนาแน่นสูงระหว่างนิวเคลียสกับวงโคจรชั้นในของอะตอม มีผลจึงทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงสูญเสียพลังงานและปลดปล่อยพลังงานในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทันที
 - 5.2 รังสีเอกซ์เรืองเฉพาะธาตุ (Characteristic X-rays) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นเฉพาะอะตอมของธาตุที่ถูกกระตุ้น เกิดจากการที่อิเล็กตรอนพลังงานสูงชนกับอิเล็กตรอนในชั้นโคจร K L หรือ M แล้วอิเล็กตรอนของชั้นโคจรใดโคจรหนึ่งหลุดออก อะตอมของธาตุนั้นจะรักษาความสมดุลของโครงสร้างด้วยการรับอิเล็กตรอนชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ เนื่องจากพลังงานของอิเล็กตรอนในชั้นถัดออกไปมีพลังงานสูงกว่าชั้นโคจรที่ถูกเหนี่ยวนำให้หลุดออกไป ดังนั้นก่อนที่อิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะเข้ามาแทนที่จึงต้องลดพลังงานด้วยการปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าออกมาให้ตัวอิเล็กตรอนมีระดับพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่จะแทนที่ คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปล่อยออกมาจึงมีความยาวคลื่นเฉพาะระดับพลังงานของอะตอมของธาตุนั้น ๆ สามารถใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุในเชิงปริมาณและคุณภาพได้

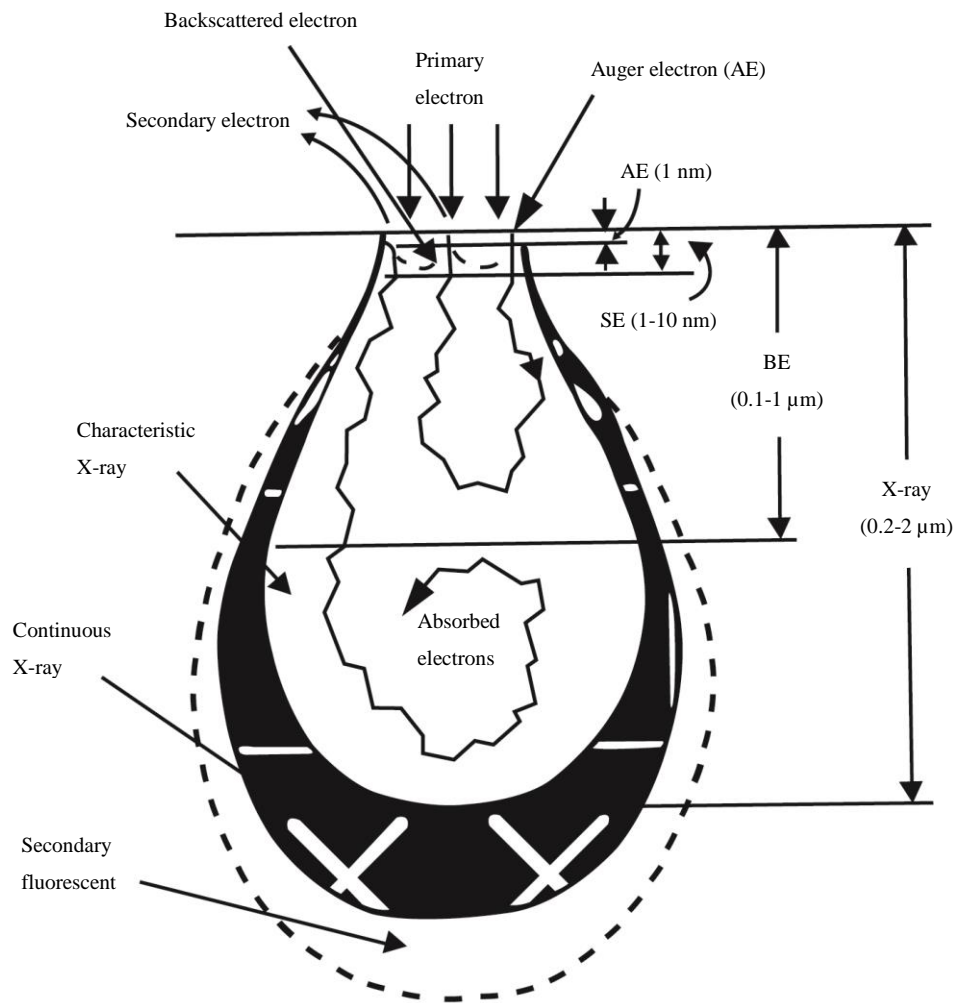
6. โอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger Electrons) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรจากการกระตุ้นของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากชั้นตัวอย่าง ให้ประโยชน์มากในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเบา

7. แสงเรืองจากชั้นตัวอย่าง (Cathodoluminescence) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วงตามองเห็น เกิดจากอะตอมของชั้นตัวอย่างได้รับพลังงานจากลำอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกเลื่อนเข้าสู่สถานะถูกกระตุ้น (Excited State) และกลับเข้าสู่สภาวะปกติ (Ground State) พร้อมทั้งปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

8. แรงเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive Force) เป็นปริมาณของไฟฟ้าที่เกิดจากความแตกต่างของประจุระหว่างด้านหน้าและหลังของชั้นตัวอย่าง

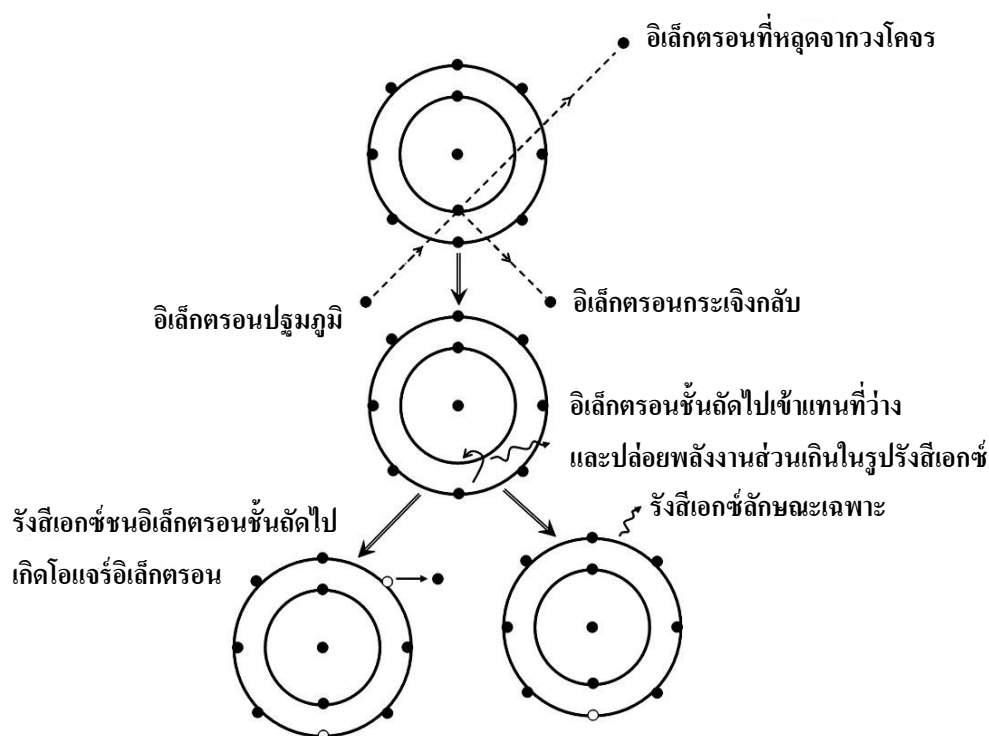


ภาพที่ 2-20 การเกิดอัตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง

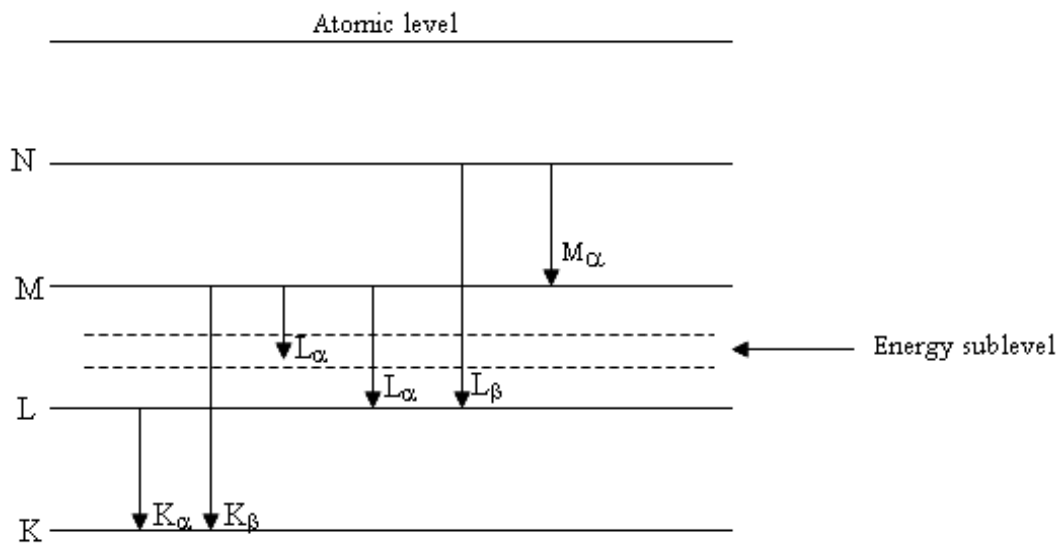


ภาพที่ 2-21 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

3. เทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy; EDS) ใช้สำหรับศึกษาองค์ประกอบทางเคมีฟิล์ม ซึ่ง วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานของเทคนิค EDS ไว้ดังนี้ เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ ชั้น L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสถานะกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น (10^{-15} วินาที) โดยอิเล็กตรอนของวงจรชั้นถัดออกไปลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน และเฉพาะของธาตุนั้น ๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เรียกรังสีชนิดนี้ว่า “รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ” ดังแสดงในภาพที่ 2-22 และภาพที่ 2-23

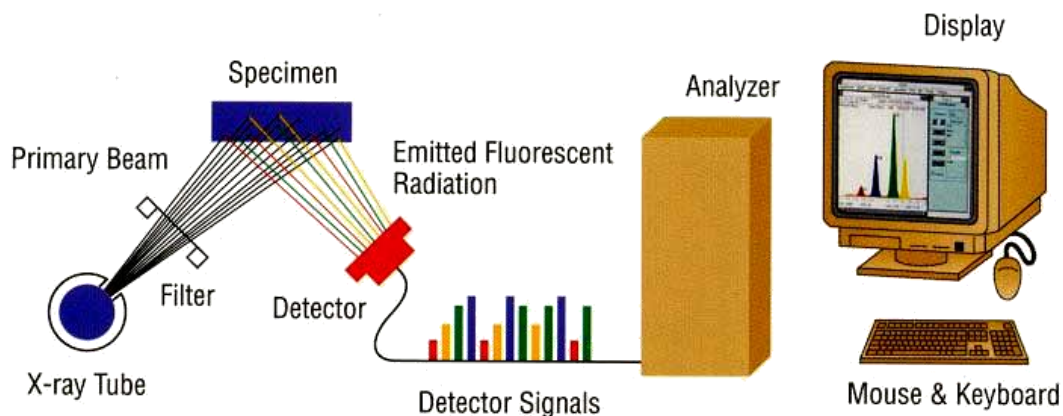


ภาพที่ 2-22 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ โดยใช้ลำอิเล็กตรอน
(วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

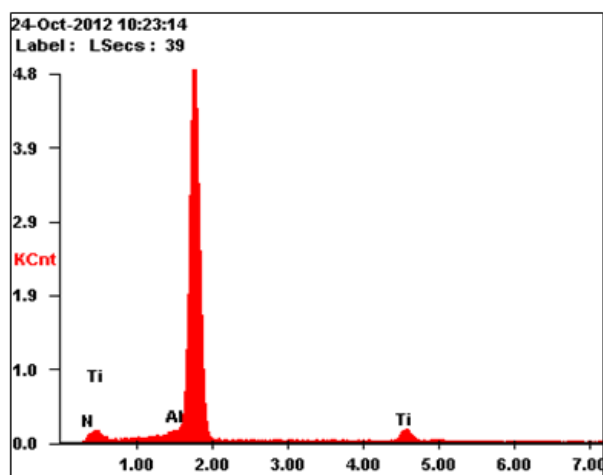


ภาพที่ 2-23 การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ระดับพลังงานของชั้น โคจรต่าง ๆ
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

ระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS นิยมใช้หัววัดรังสีแบบ Si (Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่มีพลังงานในช่วง 1 - 30 keV หรือ หัววัดชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium; HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้ช่วงกว้าง คือ 3 - 200 keV โดยหัววัดรังสีเอกซ์ทั้ง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ได้จะแปรผันตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดียวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลวิเคราะห์บนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพโดยโปรแกรมสำเร็จรูปดังภาพที่ 2-24 และภาพที่ 2-25



ภาพที่ 2-24 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDS)
(อมรัตน์ คำบุญ, 2551)



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>N</i>	45.38	69.74
<i>Al</i>	16.41	13.09
<i>Ti</i>	38.21	17.17

ภาพที่ 2-25 ตัวอย่างผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบของทางเคมีด้วยเทคนิค EDS
(อารีรัตน์ สมหวังสกุล, 2556)

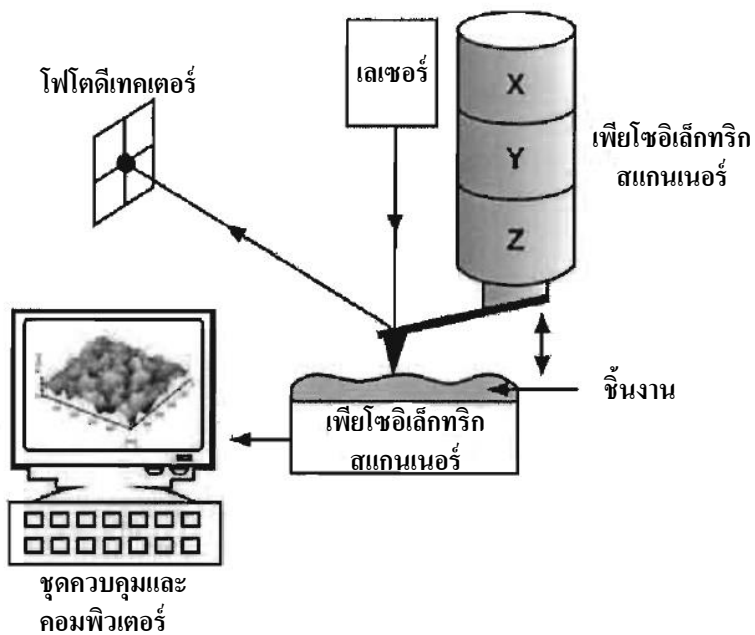
4. กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy ; AFM) เทคนิค AFM เป็นการสร้างภาพของพื้นผิวของวัสดุจากแรงกระทำระหว่างผิวของวัสดุกับตัวตรวจวัดที่ทำจากเข็มขนาดเล็ก ซึ่ง จตุพร วุฒิกนกกาญจน์ (2542) อธิบายว่าการวิเคราะห์พื้นผิววัสดุด้วยเทคนิค AFM ทำได้โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กเคลื่อนที่กราด (Scan) ไปบนผิวของวัสดุ โดยมีตัวเพียโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (Piezoelectric Scanner) เป็นตัวควบคุมสภาพผิวที่ต่างกันแล้วทำให้เข็มตรวจวัดซึ่งติดอยู่กับคานมีการโค้งงอต่างกันไป ซึ่งตรวจวัดได้ด้วยโฟโตดีเทคเตอร์ (Photo Detector) (ภาพที่ 2-26) ภาพที่ได้จะสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณที่ตรวจสอบ สิ่งที่ทำให้คานที่มีเข็มติดอยู่โค้งงอคือ แรงกระทำระหว่างอะตอมซึ่งอาจจะเป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นกับระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับพื้นผิว (ภาพที่ 2-27) การทำงานเทคนิค AFM มี 4 แบบ (Mode) ดังนี้

1. แบบสัมผัส (Contact Mode) เป็นการศึกษาผิวโดยการขยับให้เข็มไถล (Slide) ไปบนผิวชิ้นงาน ทำให้มีแรงผลักรุนแรงขึ้นเนื่องจากสัมผัสกับผิวงานที่อยู่ใกล้กันมาก โดยแรงผลักรุนแรงนี้เปลี่ยนไปตามสภาพผิวทำให้มีการโค้งงอของคานที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลาย

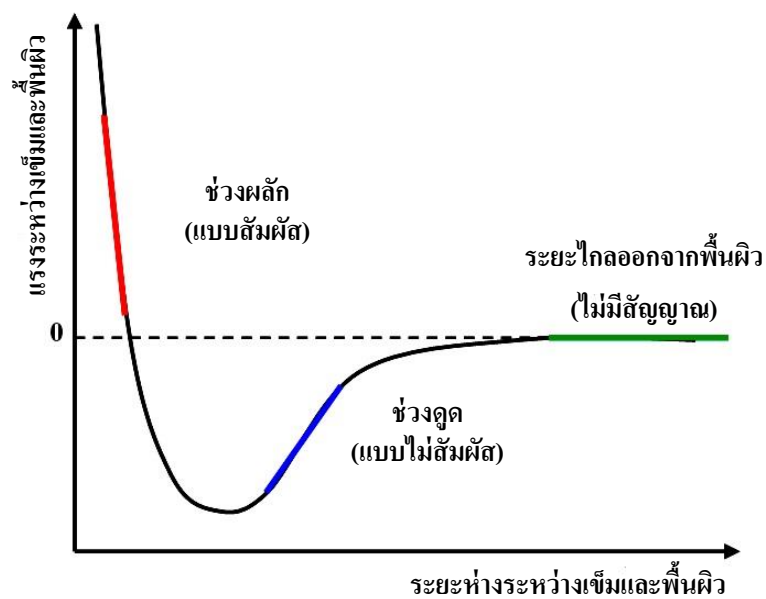
2. แบบไม่สัมผัส (Non-Contact Mode) เทคนิคนี้ทำได้ยกตัวเข็มปลายแหลมให้ห่างจากผิวงานสูง คือประมาณ 10 - 100 Å จึงไม่มีปัญหาการทำลายโครงสร้างผิวงาน กรณีนี้แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงานจะเป็นลักษณะแรงดึงดูด ซึ่งเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิวงานเช่นเดียวกัน

3. แบบแตะปริง (Tapping Mode) เป็นเทคนิคที่รวมลักษณะของการวัดแบบสัมผัสและแบบไม่สัมผัสเข้าด้วยกัน คือ ยังคงมีการสัมผัสระหว่างเข็มกับผิวงานในระยะที่ใกล้มาก เหมือนกรณีแบบสัมผัส เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ขณะเดียวกันก็มีการสั่นหรือขยับเข็มให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกนไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้นจึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลเข็มปลายแหลม ซึ่งทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้ เหมือนในแบบสัมผัส

4. แบบโมดูเลชัน (Modulation Mode) เทคนิคนี้เป็นการวัดและสร้างภาพพื้นผิวชิ้นงานที่มีความแข็งแรงแรง (Stiffness) แตกต่างกันในแต่ละเฟสสูง วิธีนี้เหมาะสำหรับพื้นผิววัสดุที่มีหลายเฟส กรณีนี้ตัวเข็มสแกนไปในลักษณะที่มีการสั่นในแนวตั้งฉากกับผิววัสดุด้วยแอมพลิจูดเล็กน้อย แต่มีความเร็วในการสั่นที่สูงกว่าการเคลื่อนที่สแกนของเข็ม และเมื่อตัวเข็มถูกนำเข้ามาแตะสัมผัสกับผิววัสดุจะเกิดแรงต้านจากผิวของวัสดุที่เกิดจากการสั่นและทำให้ตัวคานงอ ถ้าให้แรงที่ทำให้ตัวคานสั่นลงที่ พื้นผิวบริเวณที่แข็งกว่าจะทำให้เกิดการต้านต่อการสั่นในแนวตั้งของตัวคานมากกว่า และจึงทำให้ตัวคานงอมากกว่า ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดที่เกิดจากการโค้งงอของตัวคานจึงนำมาใช้วัดเปรียบเทียบคานแข็งที่บริเวณต่าง ๆ ของผิวงาน



ภาพที่ 2-26 องค์ประกอบหลักของเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)



ภาพที่ 2-27 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างต่าง ๆ (อดิศร บูรณวงศ์, 2551)

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Kim, Kim, Lee, and Hahn (2005) ศึกษาฟิล์มบาง $\text{Cr}_{1-x}\text{Zr}_x\text{N}$ เมื่อแปรค่าปริมาณของ เซอร์โคเนียม ในช่วง $0 \leq x \leq 0.34$ ด้วยวิธีอเนกบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอร์แบบสนามปิด (CFUBMS) ฟิล์มที่ได้นำมาศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและสมบัติเชิงกล ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Atomic Force Microscopy (AFM), Nanoindentation และ ทดสอบการสึกหรอ ผลการศึกษาพบว่า โครงสร้างผลึกและสมบัติเชิงกลของฟิล์มบางขึ้นกับปริมาณของเซอร์โคเนียม เมื่อปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นฟิล์มแน่นมากขึ้นทำให้โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางอัดตัวกันอย่างหนาแน่น ความหยาบผิวของฟิล์มบางมีค่าลดลงโดยมีค่าความแข็งสูงสุดเท่ากับ 34 GPa และสมบัติด้านการสึกหรอมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งเป็นผลมาจากกระบวนการเพิ่มความแข็งแกร่งทำให้เป็นสารละลายของแข็ง (Solid Solution Hardening)

Aouadi, Maeruf, Twesten, Mihut, and Rohde (2006) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ เชิงกล และไดรฟ์ โพลีของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟสปัตเตอร์บนซิลิกอนจากเป้าสารเคลือบโครเมียม (Cr) และเซอร์โคเนียม (Zr) ด้วยกำลังไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 70 W อัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1.5 sccm โดยแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียม องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มศึกษาด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบนาโนคอมโพสิต เมื่อให้กำลังไฟฟ้ากับเป้าโครเมียมเกิน 3 W โครงสร้างนาโนคอมโพสิตที่ได้ประกอบด้วยผลึกระดับนาโนของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ขนาด 5-7 nm ในโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Amorphous Matrix) ค่าคงที่ทางแสงวัดจากเทคนิค Ellipsometry แล้วนำมาจำลองด้วยแบบจำลองของ Drude-Lorentz พบว่าความหนาแน่นอิเล็กตรอนอิสระเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียม ขณะที่ความต้านทานลดลงเพราะว่ามีการกระจายตัวขอบเขตของเกรนเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดโครงสร้างนาโนคอมโพสิต ค่าความแข็งกับโมดูลัสยืดหยุ่นวัดด้วยเทคนิค Nanoindentation พบความสัมพันธ์กับโครงสร้างระดับจุลภาคของฟิล์มบางและรอยสึกหรอระดับจุลภาค (Microwear) วัดจากการให้แรงกดแบบตั้งฉากและรอยสึกหรอจะถูกถ่ายภาพและประมวลผลโดยโปรแกรม Pro Scan Image Processing Software และยังคงค่าความลึกที่ยังคงค้างอยู่จากหัวกดปลายแหลมและปริมาณรอยสึกหรอที่องค์ประกอบของฟิล์มบางต่าง ๆ อีกด้วย

Kim, Kim, Kim, Lee, and Lee (2008) ศึกษาฟิล์ม $\text{Cr}_{1-x}\text{Zr}_x\text{N}$ พบว่ามีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลที่ดี แต่มีค่าความหยาบผิวที่น้อยมากเมื่อเพิ่มปริมาณของเซอร์โคเนียม เข้าไปในเนื้อฟิล์มบางงานวิจัยนี้ได้ศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่อุณหภูมิสูง ในปริมาณของธาตุเซอร์โคเนียมต่าง ๆ หลังการอบอ่อนที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในอากาศและศึกษาการเปลี่ยนแปลงความหยาบผิว รอยขีดข่วนที่อุณหภูมิสูงและความแข็ง ผลของค่าความแข็งของฟิล์มบางที่ได้หลังการอบอ่อนที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ขึ้นอยู่กับปริมาณเซอร์โคเนียม ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียมความหยาบผิวของฟิล์มบางหลังจากอบอ่อนที่ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะมีค่ามากขึ้น แต่กลับตรงกันข้ามกับที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากเกิดการออกซิเดชันที่พื้นผิว ค่าของสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานเฉลี่ยของฟิล์ม $\text{Cr}_{1-x}\text{Zr}_x\text{N}$ ($x = 0.34$) ที่อุณหภูมิห้อง $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่วัดได้มีค่าโดยประมาณเท่ากับ 0.17, 0.65 และ 0.9 ตามลำดับ ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญกับอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบ เมื่อนำฟิล์มบางที่อบอ่อนด้วยอุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ไปทำการทดสอบการกระแทกพบว่าเกิดการเสียหายเฉพาะจุด (Localized Failure) ที่พื้นผิว แสดงว่าการเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียมเข้าไปในฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (CrN) จะทำให้ความทนทานต่อแรงกระแทกของฟิล์มลดลง

Kim, Kim, Kim, and Lee (2009) เตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีอเนกประสงค์แบบสปีดเทอริงแบบสนามปิด ซึ่งทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้นนอกจากนี้ยังทำให้ค่าความหยาบผิวต่ำลงอีกด้วย และได้ศึกษาสมบัติไตรโบโลยีภายใต้ความชื้นสัมพัทธ์ที่ค่าต่าง ๆ และการเปรียบเทียบระหว่างฟิล์ม $\text{Cr}_{1-x}\text{Zr}_x\text{N}$ ที่ $x = 0.34$ กับฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร (DLC) โดยค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานภายใต้สภาพแวดล้อมความชื้นสัมพัทธ์ที่ 90% ที่เงื่อนไขเดียวกัน นอกจากนี้ ได้ทดสอบค่าสภาพการกัดกร่อนของฟิล์มด้วยเทคนิค Potentiodynamic Polarization ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ที่ 3.5 wt.% ที่อุณหภูมิ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ และเปรียบเทียบผลที่ได้จากฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ความชื้นสัมพัทธ์ในอากาศไม่ทำให้สมบัติไตรโบโลยีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ได้รับผลกระทบใด ๆ ที่ความชื้นสัมพัทธ์เท่ากับ 90% ค่าเฉลี่ยสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของฟิล์มบาง $\text{Cr}_{1-x}\text{Zr}_x\text{N}$ กับ ลูกเหล็กมีค่าประมาณ 0.17 โดยค่า $x = 0.34$ ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่ได้ต่ำกว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (0.49) และ ฟิล์มบางคาร์บอนคล้ายเพชร (0.2) ผลจากการทดสอบสภาพต้านทานการกัดกร่อนด้วยเทคนิค Potentiodynamic Polarization พบว่าค่าสภาพต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีการปรับปรุงสมบัติให้ดียิ่งขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และค่าความหนาแน่นของกระแสในการกัดกร่อน (icorr) และ อัตราการกัดกร่อนลดลงเมื่อปริมาณของเซอร์โคเนียม (ค่า x) เพิ่มขึ้น

Homhuan, Chaiyakun, Thonggoom, Panich, and Tungasmita (2010) ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ในระดับโครงสร้างนาโนเมตรบนซิลิกอน (Si) โดยใช้แก๊สอาร์กอน (Ar) และแก๊สไนโตรเจน (N₂) ในการทำให้เกิดพลาสมา โดยแปรค่าความดันแก๊สไนโตรเจนและควบคุมอัตราส่วนต่าง ๆ ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ทั้งหมดแสดงโครงสร้างระดับนาโนโดยมีค่าเฉลี่ยขนาดเกรนน้อยกว่า 10 nm โดยใช้เทคนิค X-ray Diffractogram หาความเป็นสารละลายของแข็ง (Solid Solution) เมื่อปริมาณของแก๊สไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบางเพิ่มขึ้น จะทำให้โครงสร้างผลึกเกิดการเปลี่ยนแปลง ที่ความดันแก๊สไนโตรเจน 20% พบว่าค่าเฉลี่ยความหยาบผิวสูงสุดที่ 7.87 nm และมีแนวโน้มว่าค่าความหยาบผิวกับขนาดของเกรนมีค่าลดลง จากเทคนิค Nano-Indentation แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้ความดันแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 20% และในทำการอบอ่อนที่ 700 °C พบว่าค่าโมดูลัสลดลงและค่าความแข็งที่ 349.2 และ 35.1 ตามลำดับ สมบัติเชิงกลของฟิล์มบางอาจจะปรับปรุงให้ดีขึ้นโดยใช้วิธีการอบอ่อนโดยรักษาระดับความร้อน ในส่วนของสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบางที่เกี่ยวข้อง เช่น สภาพต้านทานไฟฟ้าแผ่น (Sheet Resistance) ซึ่งเกี่ยวข้องกับระดับความบกพร่องของฟิล์มบาง เมื่อทำการเพิ่มแก๊สไนโตรเจน

Lee et al. (2010) ศึกษาฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N ที่ปริมาณของธาตุเซอร์โคเนียม (Zr) ต่าง ๆ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบพัลส์ดีซีแบบไม่สมมาตร โดยเคลือบฟิล์มบาง (Cr-Zr-N) แบบไม่เติมซิลิกอน (Si) เพื่อใช้ในการอ้างอิง เพื่อศึกษาผลของธาตุเซอร์โคเนียมที่มีต่อส่วนประกอบทางโครงสร้างจุลภาค สมบัติเชิงกล สมบัติไดร โบ โลจี และสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N สำหรับการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางศึกษาโดยเครื่อง Glancing Angle X-ray Diffractometer (GA-XRD) ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ตามลำดับ สำหรับการทดสอบความแข็งระดับจุลภาคด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบ Vickers และ Pin-On-Disk เพื่อวัดความแข็ง ความเหนียว และสมบัติไดร โบ โลจีของฟิล์มบางตามลำดับ สมบัติทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มบางจะถูกนำมาทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ที่ความเข้มข้น 3.5 wt.% ในส่วนของฟิล์ม Cr-Zr-Si-N ในปริมาณของธาตุซิลิกอนมีค่าคงที่ประมาณ 6-8 at.% และแปรค่าปริมาณของธาตุเซอร์โคเนียมตั้งแต่ช่วง 0.5 ถึง 13.6 at.% โดยมีการแปรค่าความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบของธาตุเซอร์โคเนียม ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มบาง Cr-Zr-N กับฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N เมื่อเติมธาตุซิลิกอนเข้าไปในเนื้อฟิล์มบาง ที่ปริมาณ 7.0 at.% มีผลทำให้โครงสร้างคอลลัมน์เกิดการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบและทำให้มีสมบัติเชิงกลเพิ่มมากขึ้น และมีสมบัติด้านการกัดกร่อน ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของธาตุเซอร์โคเนียม

เพิ่มขึ้น มีการพบโครงสร้างระดับนาโนของฟิล์มบางซึ่งขนาดของเกรนอยู่ที่ประมาณ 5-10 nm ที่มีองค์ประกอบธาตุต่าง ๆ ดังนี้ โครเมียม (Cr) เท่ากับ 13.6 at.% เซอร์โคเนียม (Zr) เท่ากับ 6.8 at.% Si-N สำหรับฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N นั้นพบว่ามีความแข็ง มีความต้านทานการเปลี่ยนรูปร่างอย่างถาวร และความต้านทานการกัดกร่อนเพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมในฟิล์มเพิ่มขึ้น ฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N ที่ประกอบด้วยเซอร์โคเนียม 13.6% แสดงให้เห็นว่ามีความแข็งที่สูงขึ้น มีสมบัติเชิงกลที่ดี แสดงสมบัติไทรโบโลยีที่พอเหมาะและความต้านทานการกัดกร่อนที่ดี

Chantharangsi, Denchitcharoen, Chaiyakun, and Limsuwan (2012) เตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอนบนแผ่นซิลิกอนที่ระนาบ (100) และกระจกสไลด์ โดยไม่ให้ความร้อนและศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนและไนโตรเจน ที่อัตราไหลคงที่ 3.0 sccm และ 6.0 sccm แปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าเซอร์โคเนียมที่ 0.2 A ถึง 0.8 A ค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับ เป้าโครเมียมคงที่เป็น 0.8 A เพื่อศึกษาผลของกระแสที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุ ฟิล์มบางที่เคลือบได้จะนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD), Atomic Force Microscopy (AFM), Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM), และ Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าเมื่อเพิ่มค่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป้าเซอร์โคเนียม อัตราการเคลือบและปริมาณของธาตุเซอร์โคเนียมในฟิล์มเพิ่มขึ้นจาก 6.0 ถึง 31.2 at % ฟิล์มบางเกิดที่ได้ โครงสร้างแบบ solid solution เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียมเข้าไปแทนที่อะตอมของโครเมียมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) โดยทำให้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 0.4207 nm ถึง 0.4357 nm ในขณะที่ขนาดของเกรนมีค่าลดลงจาก 11.27 nm ถึง 7.412 nm นอกจากนี้มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกทั้งระนาบ (111) และ (200) เมื่อให้กระแสไฟฟ้าเกิน 0.2 A ผลที่ได้จากเทคนิค AFM ลักษณะพื้นผิวที่ได้มีความสม่ำเสมอ ค่าความหยาบผิวลดลงจาก 9.471 nm เป็น 2.437 nm เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ นอกจากนี้ยังทำให้โครงสร้างจุลภาคเกิดการเปลี่ยนแปลงเนื่องมาจากการจัดเรียงตัวของเกรนเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์และเครื่องมือ

อุปกรณ์และเครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็น เครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบรีแอคทีฟดีซี แมกนีตรอน โสปัดเตอร์ริง ที่สร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-1)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) มี 2 ชนิดคือ

- โครเมียม (Cr) ความบริสุทธิ์ 99.97%
- เซอร์โคเนียม (Zr) ความบริสุทธิ์ 99.999 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- แผ่นสแตนเลส
- แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) มี 2 ชนิดคือ

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

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

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

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

2.3 Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) สำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น Hitachi S-4700 ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (TMEC) (ภาพที่ 3-4)

2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ของ EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น 1450VP ของศูนย์ปฏิบัติการกล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-5)



ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอน โคอัสต์เตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



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



ภาพที่ 3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope
(AFM)



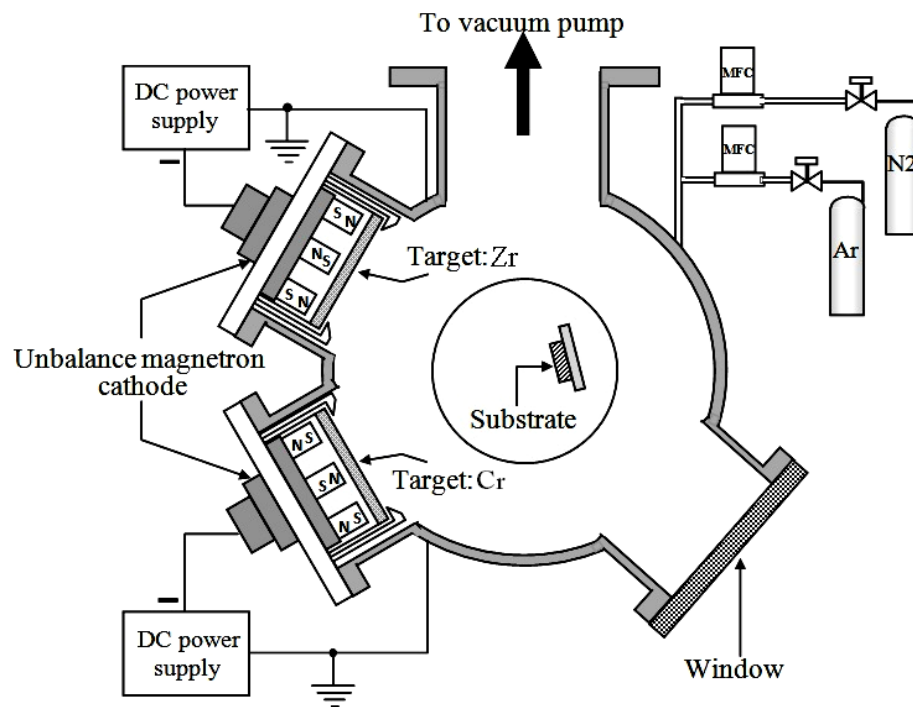
ภาพที่ 3-4 เครื่อง Field Emission Scanning
Electron Microscope (FE-SEM)



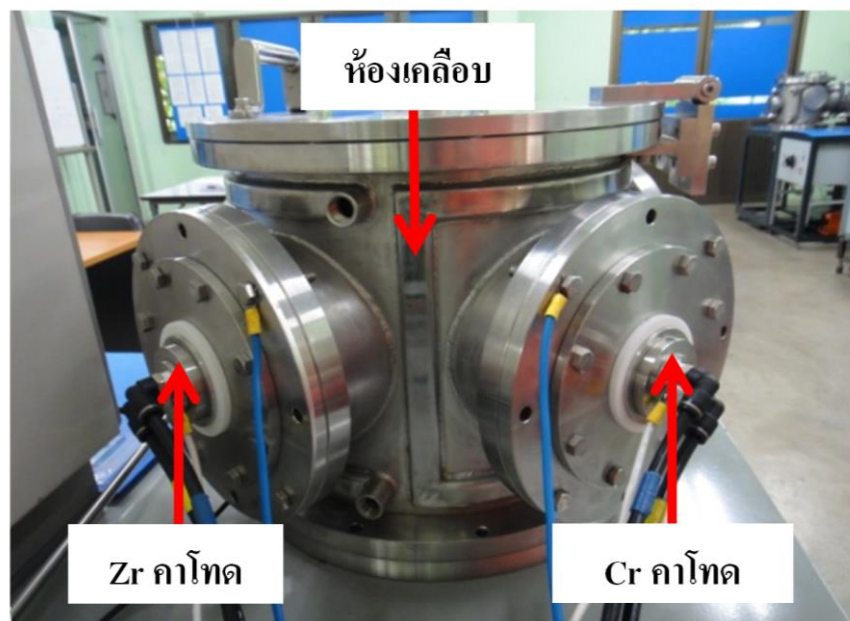
ภาพที่ 3-5 เครื่อง Energy Dispersive X-ray
spectroscopy (EDS)

เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิครีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ ต้องลดความดันพื้น (Base Pressure; P_b) ภายในห้องเคลือบให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ซึ่งเพียงพอสำหรับการเคลือบฟิล์มบางในงานวิจัยนี้ ภาพที่ 3-6 และ 3-7 แสดงไดอะแกรมของเครื่องเคลือบระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ตำแหน่งคาโทดและแท่นวางชิ้นงาน



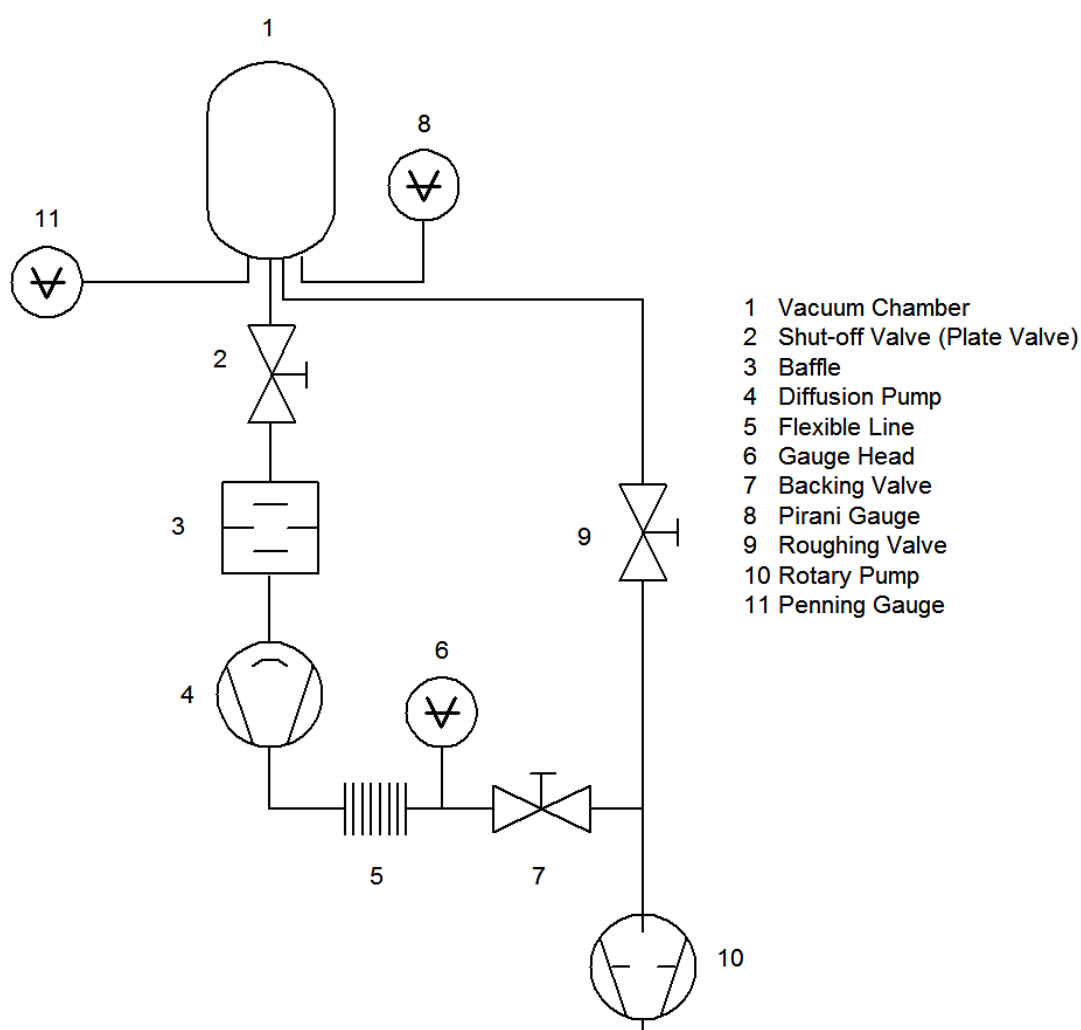
ภาพที่ 3-6 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-7 ลักษณะและตำแหน่งการติดตั้งคาโทดทั้งสองชุดของเครื่องเคลือบ

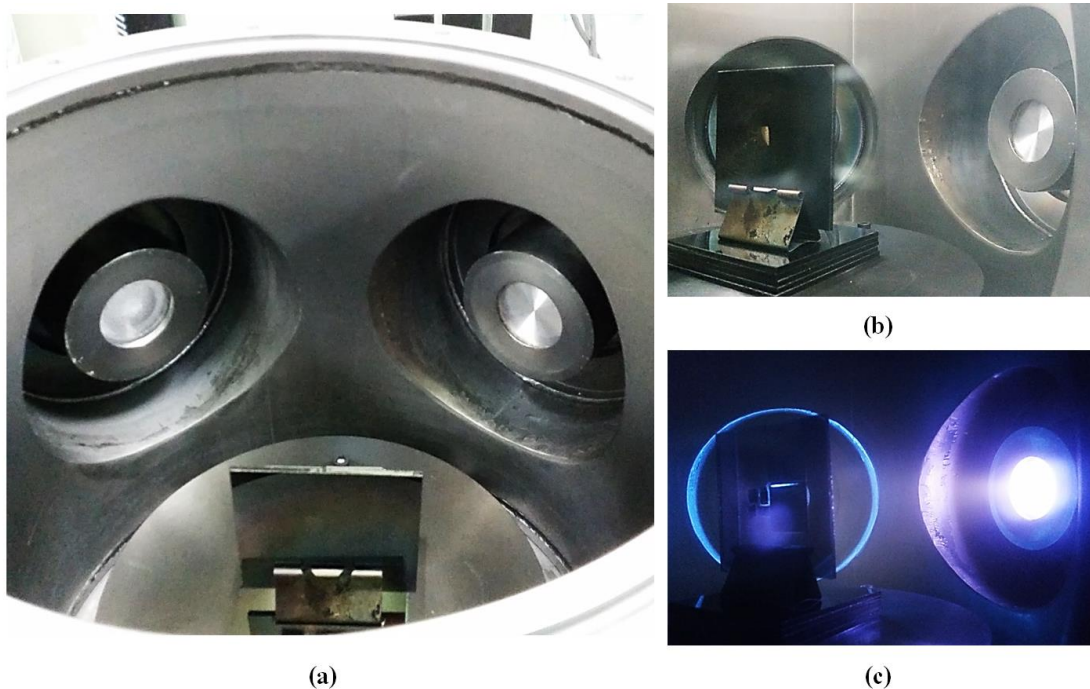
ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนดังนี้คือ

1. ส่วนของสุญญากาศ (Vacuum Part) ทำหน้าที่สร้างภาวะสุญญากาศ ซึ่งประกอบด้วยห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 310.0 mm มีความสูงเท่ากับ 310.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอระเหยความร้อนด้วยน้ำ ใช้เครื่องสูบลกลโรตารีเป็นเครื่องสูบลท้าย การวัดความดันในห้องเคลือบใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251 ภาพที่ 3-8 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ



ภาพที่ 3-8 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

2. ส่วนของการเคลือบ (Coating Part) ทำหน้าที่สร้างอะตอมสารเคลือบ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทดแบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50.0 mm จำนวน 2 ชุด ติดด้านข้างของห้องเคลือบ (พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 1000 V 3 A สำหรับ การจ่ายแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบฟิล์มควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊ส (Mass Flow Controller) ของ MKS รุ่น type247D ภายในห้องเคลือบมีแท่นวางชิ้นงานซึ่งสามารถปรับ ระยะเวลาได้ (ภาพที่ 3-9)



ภาพที่ 3-9 ลักษณะการติดตั้งคาโทดและแท่นวางชิ้นงานของเครื่องเคลือบ

- (a) คาโทดจำนวน 2 ชุด พร้อมแท่นวางชิ้นงาน
- (b) ตำแหน่งการวางคาโทดและแท่นวางชิ้นงาน
- (c) ลักษณะของพลาสมาขณะทำการเคลือบฟิล์ม

ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง มีขั้นตอนโดยสรุป ดังนี้ ติดตั้งแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อสวิตช์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทด และต่อสวิตช์ไฟฟ้าบวกกับภาชนะสุญญากาศ ระบบเคลือบนี้ใช้เป้าสารเคลือบ 2 ชนิด ได้แก่ เป้าโครเมียมและเป้าเซอร์โคเนียมถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยมีช่องต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็น เพื่อระบายความร้อนที่เกิดจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ได้ และชุดควบคุมการทำงาน of เครื่อง (Control Unit) ที่เชื่อมต่อกับ เครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊ส เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน ที่เข้าสู่ห้องเคลือบ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สมีหน่วยเป็น ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (Standard Cubic Centimeter per Minute at STP, sccm)

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์ม มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับวางบนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดห้องเคลือบ
2. ลดความดันภายในห้องเคลือบให้เท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_0) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_0 ที่อ่านได้
3. ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์ม โดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง
4. จ่ายสวิตช์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดีสชาร์จ เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง เริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_0) ที่เกิดขึ้น ขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด
5. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออกจากห้องเคลือบ

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

งานวิจัยนี้ แบ่งการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเป็น 3 ส่วน คือ (1) โครงสร้างผลึก (2) ความหนาผิว (3) ลักษณะพื้นผิวและความหนา และ (4) องค์ประกอบทางเคมี ดังนี้

1. โครงสร้างผลึก ศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ ดังนี้

1.1 โครงสร้างผลึก ศึกษาจากฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ด้วยเครื่อง XRD โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ตรวจวัดใน Mode Low Angle ด้วยมุมตกกระทบคงที่เท่ากับ 2° กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ปกติการระบุโครงสร้างผลึกของวัสดุทำได้โดยเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้กับฐานข้อมูล JCPDS ในงานวิจัยนี้ฟิล์มที่ศึกษาเป็นฟิล์มสารประกอบของธาตุสามชนิดซึ่งอยู่ในลักษณะของสารละลายของแข็ง (Aouadi et al., 2006) จึงไม่มีข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงใช้วิธีเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์สำหรับอ้างอิงในการระบุโครงสร้างผลึก และคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d) จากสมการของแบร็ก (Bragg's Law) (Cullity, 1978) ดังสมการ

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

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

n คือ ลำดับของการสะท้อน

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

θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่พิจารณา

การแทนที่ของเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบ (d) ผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไป โดยเซอร์โคเนียม (รัศมีของ $Zr = 0.161 \text{ nm}$) มีขนาดใหญ่กว่าโครเมียม (รัศมีของ $Cr = 0.136 \text{ nm}$) ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์มีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลง เมื่อเทียบกับโครเมียมไนไตรด์ (Chantharangsi et al., 2012) ทำนองเดียวกันจากการแทนที่ของโครเมียมไนไตรด์ของเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้น โครเมียมมีขนาดเล็กกว่าเซอร์โคเนียม ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในโครงสร้างของเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีค่าลดลง ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ดังนั้นมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ต้องมีค่าอยู่ระหว่างมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์

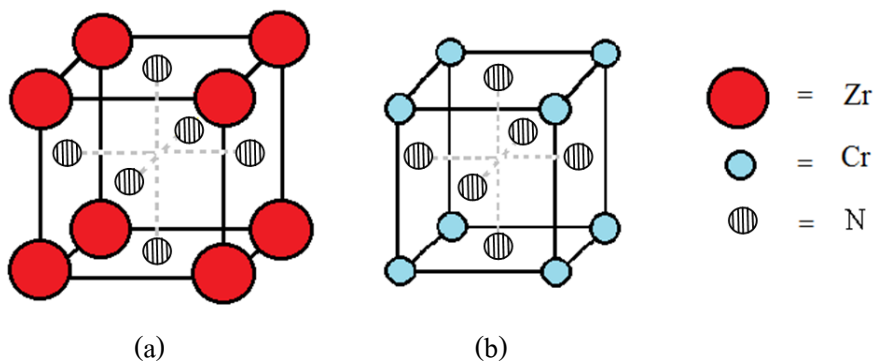
1.2 ขนาดผลึก คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ จากสมการของ Scherrer ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางที่ได้หลังการเคลือบ ดังนี้ (Cullity, 1978)

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

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

1.3 ค่าคงที่แลตทิซ คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยใช้สมการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่ง Chantharangsi et al. (2012) ได้ศึกษาโครงสร้างของฟิล์ม (Cr,Zr)N พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบเฟสเซ็นเตอร์คิวบิก (FCC) ดังภาพที่ 3-10 ดังนั้นการแทนที่ของอะตอมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์หรือเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จึงทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์

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



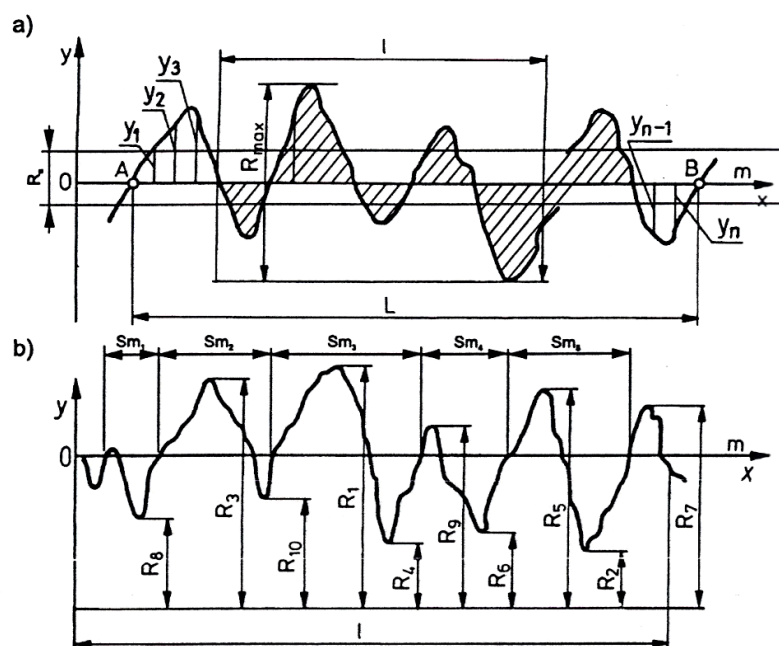
ภาพที่ 3-10 ระบบผลึกแบบเฟสเซ็นเตอร์คิวบิก

(a) เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (b) โครเมียมไนไตรด์

2. ความหยาบผิว ขั้นตอนนี้เป็น การนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาความหยาบผิว ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวกานมีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้ โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์แสดงผลดังภาพที่ 3-11 โดยใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (Root-Mean-Square Roughness, R_{rms}) ดังสมการ

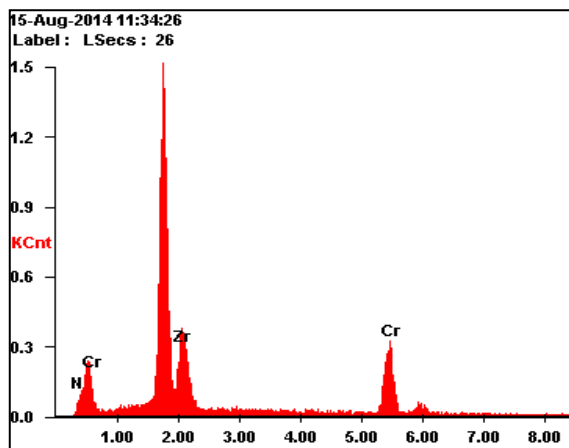
$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Z_i - \bar{Z})^2} \quad (3-4)$$

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



ภาพที่ 3-11 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย (หนึ่งฤทัย แก้วใจ, 2555)

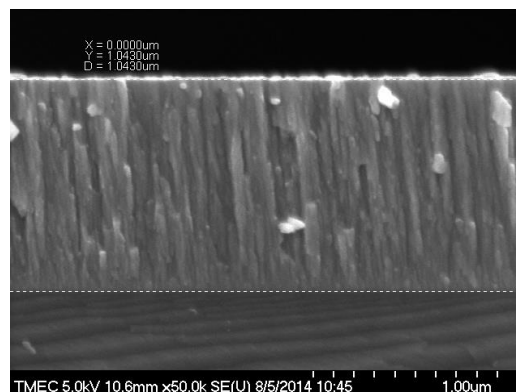
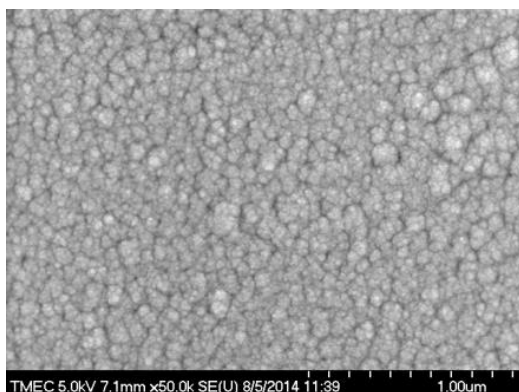
3. องค์ประกอบทางเคมี เป็นการนำฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษาองค์ประกอบของธาตุ ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-12



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>N</i>	30.41	66.57
<i>Zr</i>	30.03	10.10
<i>Cr</i>	39.56	23.33

ภาพที่ 3-12 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS

4. ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา เป็นการนำฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา ด้วยเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-13



ภาพที่ 3-13 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนาของฟิล์ม ด้วยเทคนิค FE-SEM

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้เตรียมฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ บนแผ่นสแตนเลสและแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ แล้วนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะ แบ่งเป็น 2 ตอนดังนี้

1. การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อ โครงสร้างและลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ ซึ่งมีแนวทางการศึกษาดังนี้คือ

1.1 การเตรียมฟิล์มขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ บนแผ่นสแตนเลสและแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สำหรับพารามิเตอร์และรายละเอียดของเงื่อนไขการเคลือบสรุปดังตารางที่ 3-1

1.2 นำฟิล์มที่เตรียมได้ไปศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมี

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	แผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2, 4, 6
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
กระแสไฟฟ้าเซอร์โคเนียม (mA)	900
เวลาเคลือบ (min)	60

2. การศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างและลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ ซึ่งมีแนวทางการศึกษาดังนี้คือ

2.1 การเตรียมฟิล์มชั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ บนแผ่นสแตนเลสและแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สำหรับพารามิเตอร์และรายละเอียดของเงื่อนไขการเคลือบสรุปดังตารางที่ 3-2

2.2 นำฟิล์มที่เตรียมได้ไปศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมี

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	แผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	4
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
กระแสไฟฟ้าเซอร์โคเนียม (mA)	300, 600, 900
เวลาเคลือบ (min)	60

บทที่ 4

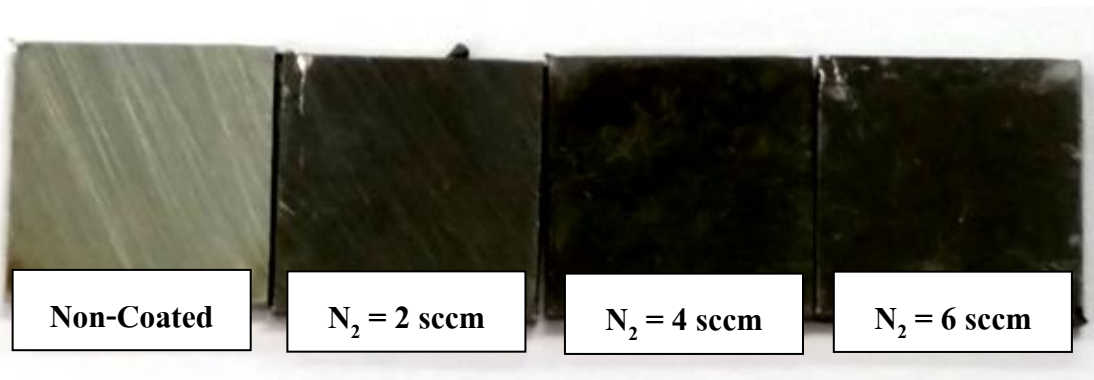
ผลและอภิปรายผลการวิจัย

ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2 - 6 sccm ผลการศึกษาประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ดังนี้

1. ลักษณะทางกายภาพ

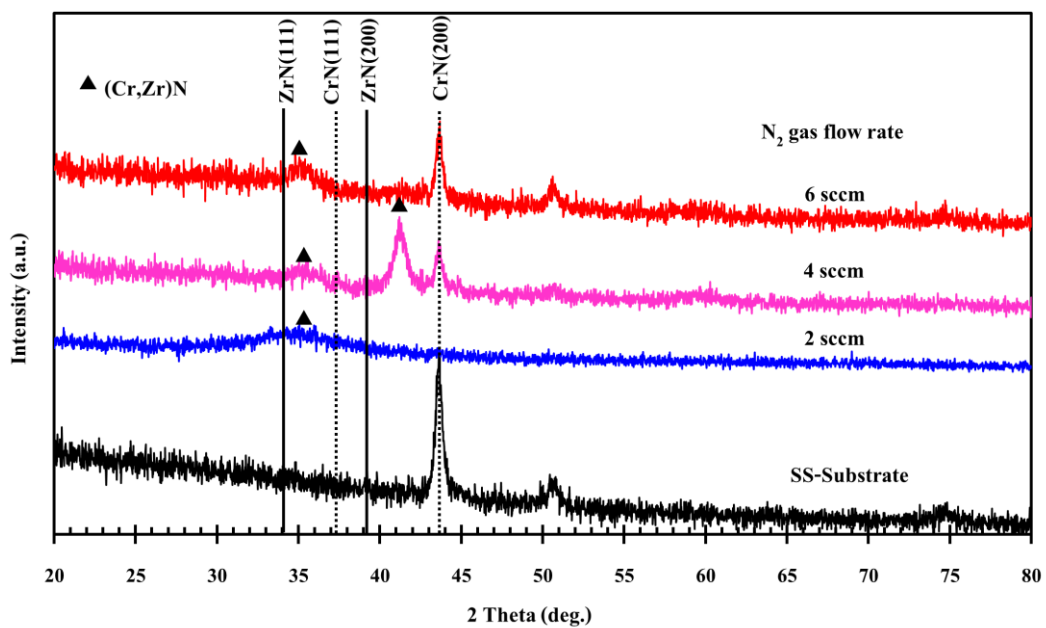
ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนสแตนเลส เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มมีสีเทาดำสม่ำเสมอ ผิวหน้าของแผ่นสแตนเลสเมื่อเคลือบฟิล์มแล้วยังคงรอยขีดข่วนเป็นเหมือนกับผิวก่อนเคลือบ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบมีความหนาในระดับนาโนเมตร ทำให้ชั้นเคลือบหรือฟิล์มที่เคลือบไม่สามารถปิดผิวหรือร่องรอยการขีดข่วนได้ ลักษณะของผิวของชิ้นงานยังคงลักษณะเหมือนชิ้นงานก่อนเคลือบ ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 4-1



ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้บนสแตนเลส เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบบนสแตนเลสที่ใช้เป็นวัสดุรองรับจากเทคนิค XRD พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เฉพาะที่มุมประมาณ 35.22° ซึ่งมีลักษณะเป็นโดมฐานกว้าง เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเป็น 4 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ 35.20° มีลักษณะเป็นโดมฐานกว้างและที่มุม 41.14° ซึ่งเป็นพีกเด่นชัดเจน สุดท้ายเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเป็น 6 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 41.14° หายไป คงเหลือเพียงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ 35.08° ที่มีลักษณะเป็นโดมเล็ก ๆ เท่านั้น จากผลการศึกษาค้างนี้แสดงให้เห็นว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มุม 43.64° และ 50.60° เป็นตำแหน่งสแตนเลสที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้บนแผ่นสแตนเลสเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่ามุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้อยู่ระหว่างมุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางซ้ายเมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ที่ใช้อ้างอิง สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi et al. (2012) ซึ่งได้ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีอีพิตักษิแมกนีตรอนสปัตเตอริง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปซ้าย (Left Shift) เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียม (รัศมีอะตอมเท่ากับ 0.161 nm) ซึ่งมีขนาดใหญ่เข้าไปแทนที่อะตอมของโครเมียม (รัศมีอะตอมเท่ากับ 0.136 nm) ในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ ทำให้ระนาบผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีขนาดใหญ่ขึ้น เป็นผลให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเลื่อนไปทางซ้ายของโครเมียมไนไตรด์

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ระนาบ (111) เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่โครงสร้างผลึกที่ระนาบ (111) และ (200) เนื่องจากอะตอมของสารเคลือบที่ตกลงมามีพลังงานที่เหมาะสมจึงทำให้เกิดระนาบที่ (200) สูดท้ายเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่โครงสร้างผลึกที่ระนาบ (200) หายไป คงเหลือเพียงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่โครงสร้างผลึกที่ระนาบ (111) เนื่องจากแก๊สไนโตรเจนภายในระบบมีมากทำให้ระยะปลอดการชนน้อยลง ทำให้อะตอมของสารเคลือบที่ตกลงมามีพลังงานต่ำ จึงทำให้ระนาบที่ (200) หายไป จากผลการศึกษาค้างนี้แสดงให้เห็นว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้

ตารางที่ 4-1 แสดงค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบหาจากสมการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (111) มีค่าอยู่ในช่วง 4.4063 Å – 4.4151 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111)
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน		
	CrN	ZrN	(sccm)		
	JCPDS No. 770047	JCPDS No. 311493	2	4	6
$a = b = c$ (Å)	4.148	4.574	-	4.4063	4.4151
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้คำนวณจากสมการ Scherrer พบว่า ผลึกที่ระนาบ (111) ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มมีความเป็นผลึกไม่ดีทำให้ไม่สามารถคำนวณหาขนาดผลึกได้ เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเป็น 4 sccm ขนาดผลึกมีค่าเท่ากับ 14.1 nm และขนาดผลึกเพิ่มขึ้นเป็น 16.7 nm เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm (ตารางที่ 4-2) สอดคล้องกับกับงานวิจัยของ Wang et al. (2012) ซึ่งรายงานว่ปริมาณแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อขนาดผลึกของฟิล์ม โดยพบว่าผลึกมีขนาดเล็กลงเมื่อความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น เพราะที่ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนน้อยจะเกิดช่องว่างในฟิล์มจากไนโตรเจน (N Vacancies) ซึ่งมีผลโดยตรงต่อการโตอย่างต่อเนื่องของแลตทิซ ทำให้เกรนของฟิล์มไม่สามารถโตต่อไปได้อีก เนื่องจากมีช่องว่าง เป็นผลให้ฟิล์มที่ได้มีผลึกขนาดเล็กเมื่อเคลือบที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่ำ และในทำนองเดียวกันเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น (ปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น) ช่องว่างในฟิล์มจากไนโตรเจนจะลดลงและขนาดของเกรนจะมีขนาดใหญ่ขึ้น

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111)
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	ระนาบ (111)	
	(sccm)	FWHM (rad)
2	-	-
4	0.0101270	14.4
6	0.0087302	16.7

3. ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา

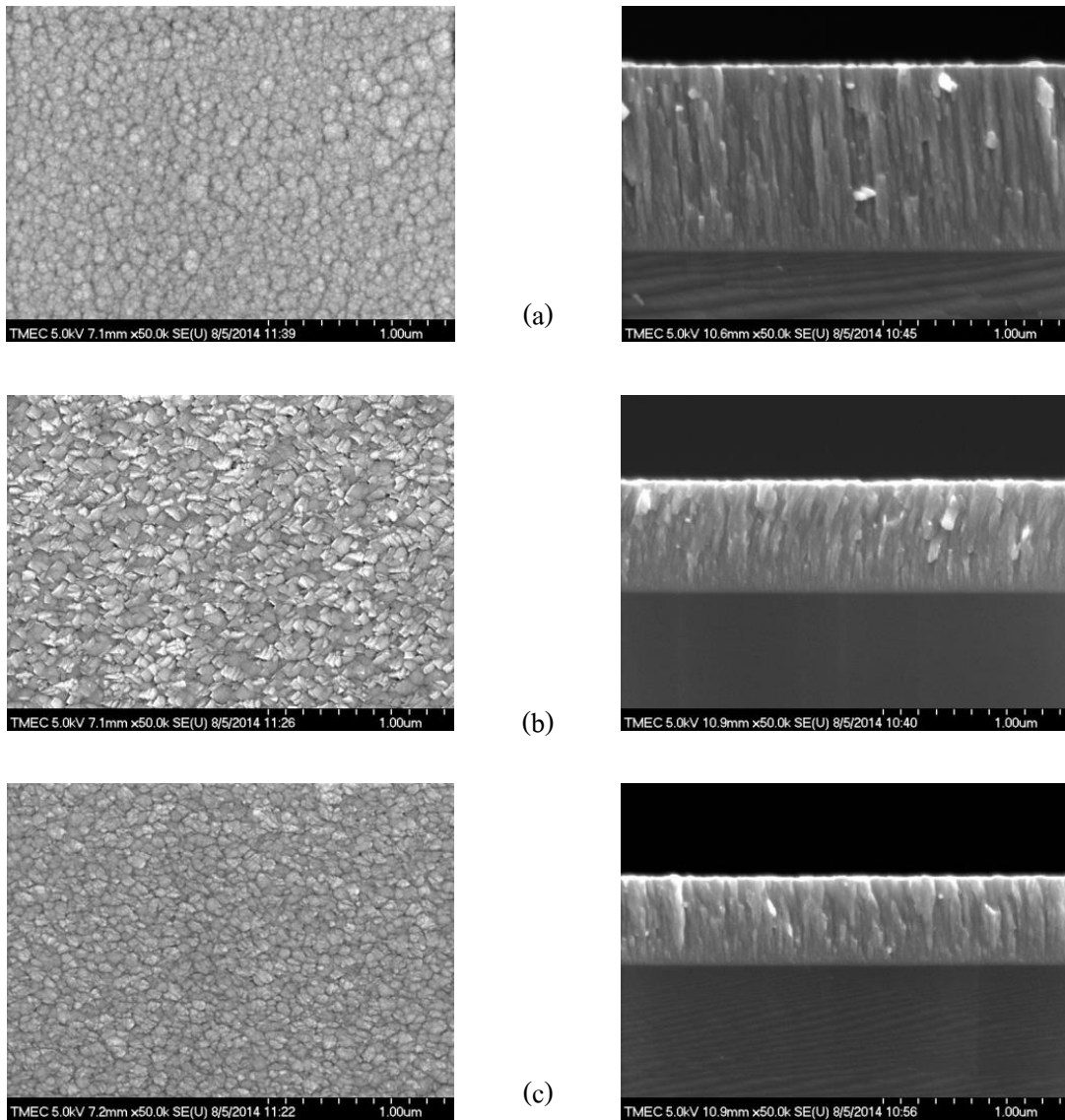
ภาพที่ 4-3 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่างๆ จากการศึกษาด้วยเทคนิคFE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวและขนาดเกรนของฟิล์มเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm เกรนมีลักษณะเป็นก้อนกลมมน กระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์มและเปลี่ยนเป็นเกร็ดเหลี่ยมขนาดใหญ่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm สุดท้ายเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm พบว่าเกรนของฟิล์มมีลักษณะเล็กแน่นมากขึ้น ทั้งนี้จากภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่ามีโครงสร้างแบบคอลัมน์ และมีความหนาแน่นขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น

ในส่วนของความหนาของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ทำให้ความหนาของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 1043 nm เป็น 496 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-3 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Han et al. (2003) ซึ่งพบว่าเมื่อเพิ่มความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนความหนาของฟิล์มจึงมีค่าลดลง เนื่องจากแก๊สไนโตรเจนบางส่วนไปทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบ จึงเกิดเป็นชั้นของสารประกอบไนไตรด์ที่ผิวหน้าเป้าสารเคลือบ เรียกว่า Target Poisoning ส่งผลให้ค่าสปีดเตอร์ยิลด์ (Sputter Yield) ของเป้าสารเคลือบมีค่าต่ำลง ทำให้เป้าสารเคลือบถูกสปีดเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้น้อยลง ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาลดลง

สำหรับความหยาบผิวของฟิล์มบาง ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจาก 2 sccm เป็น 4 sccm พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความหยาบผิวเพิ่มขึ้นจาก 1.7 nm เป็น 2.3 nm เมื่อนำผลที่ได้จากการวิเคราะห์ XRD มาใช้ประกอบในการพิจารณา พบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ 4 sccm มีโครงสร้างผลึกสองระนาบ จึงทำให้ความหยาบที่ได้มีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจาก 4 sccm เป็น 6 sccm ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 2.3 nm เป็น 1.5 nm สรุปได้ดังตารางที่ 4-3

ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
2	1043	1.7
4	631	2.3
6	496	1.5



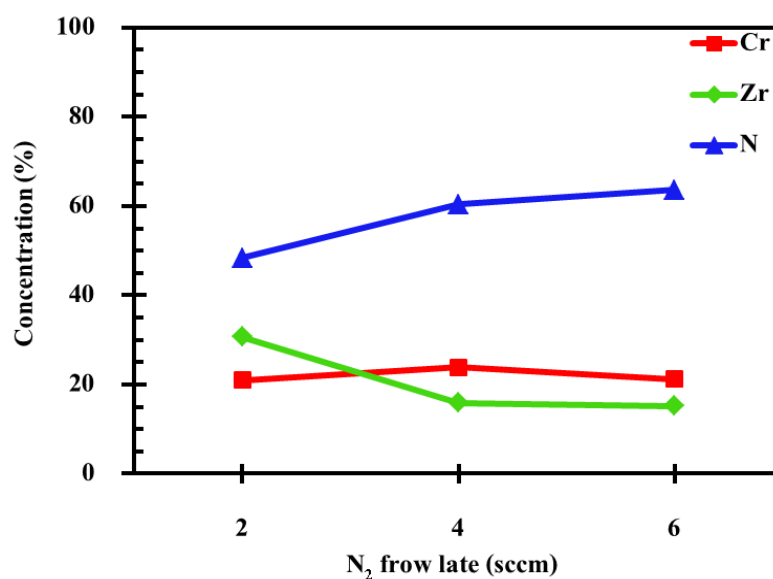
ภาพที่ 4-3 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

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

4. องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม

ภาพที่ 4-4 แสดงผลองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm มีปริมาณโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน เท่ากับ 20.99% 30.65% และ 48.36% ตามลำดับ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm มีปริมาณโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน เท่ากับ 23.84% 15.84% และ 60.32% ตามลำดับ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm ฟิล์มที่ได้มีปริมาณโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน เท่ากับ 21.19% 15.19% และ 63.62% ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ พบว่าปริมาณธาตุในฟิล์มมีค่าต่างกันเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าปริมาณโครเมียมในฟิล์มมีค่าค่อนข้างคงที่ ส่วนปริมาณเซอร์โคเนียมมีค่าลดลง เนื่องจากแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นไปทำปฏิกิริยากับเซอร์โคเนียมเกิดเป็นชั้นของสารประกอบไนไตรด์ เรียกว่า Target Poisoning ซึ่งมีสปีดเตอร์ซีลด์ ต่ำกว่าโลหะ (Han, Tian, Lai, Yu, & Li, 2003) ทำให้เซอร์โคเนียมถูกสปีดเตอร์ออกจากเป้าหมายลง เป็นผลให้ปริมาณเซอร์โคเนียมที่จะรวมตัวเป็นฟิล์มลดลงส่งผลให้ปริมาณเซอร์โคเนียมในฟิล์มมีค่าลดลง ส่วนปริมาณไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นนั้น เป็นผลจากการแปรเพิ่มค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ทำให้ปริมาณไนโตรเจนในห้องเคลือบมีมากขึ้น จึงทำให้ปริมาณไนโตรเจนในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มากขึ้น



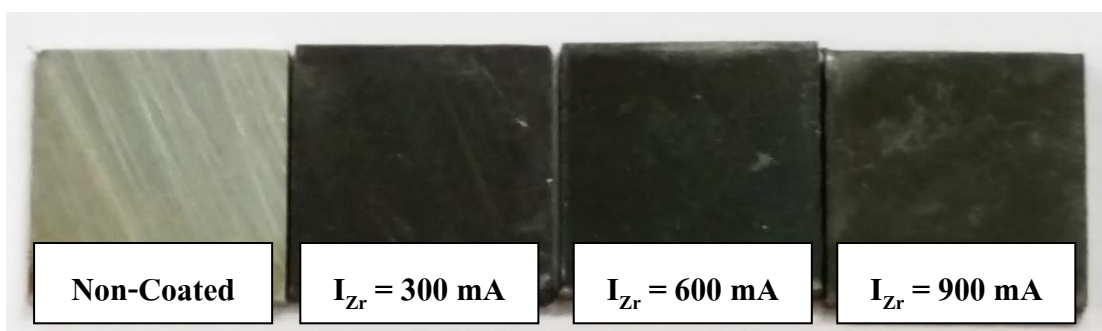
ภาพที่ 4-4 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม 3 ค่า ในช่วง 300 - 900 mA ในงานวิจัยนี้มีผลและการอภิปรายผลซึ่งมีข้อมูลที่ประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ดังนี้

1. ลักษณะทางกายภาพ

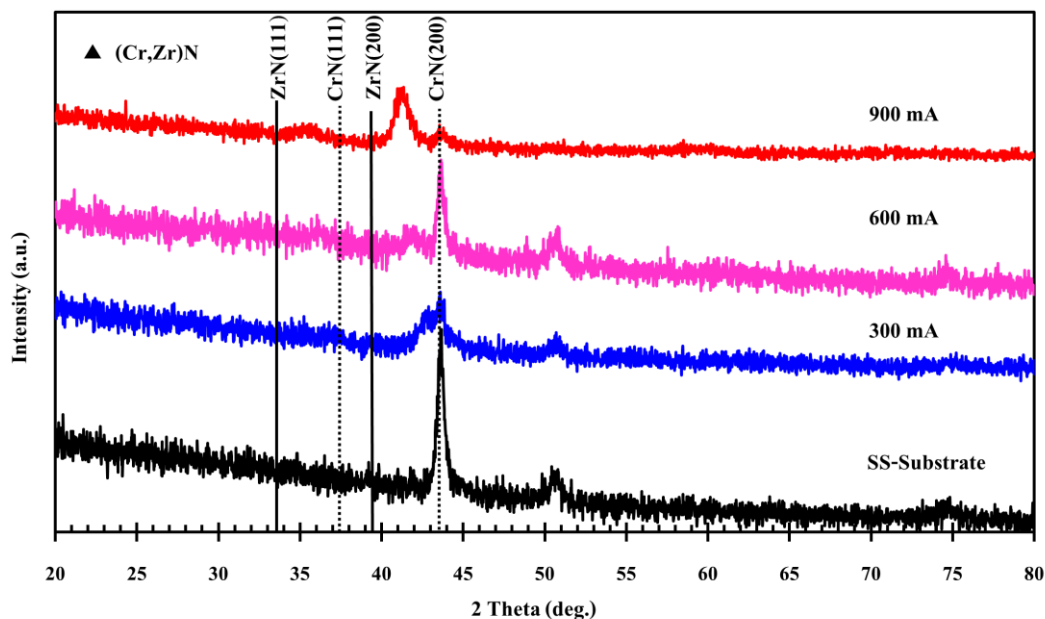
ฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้บนสแตนเลสเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม พบว่าฟิล์มมีลักษณะเป็นสีเทาดำ ผิวหน้าของแผ่นสแตนเลสเมื่อเคลือบฟิล์มแล้วยังคงรอยขีดเป็นเหมือนกับผิวก่อนเคลือบ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบมีความหนาในระดับนาโนเมตร ทำให้ชั้นเคลือบหรือฟิล์มที่เคลือบไม่สามารถปิดผิวหรือร่องรอยการขีดขูดได้ ลักษณะผิวของชิ้นงานยังคงลักษณะเหมือนชิ้นงานก่อนเคลือบ ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 4-5



ภาพที่ 4-5 ลักษณะและสีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมในไตรด์ที่เคลือบบนสแตนเลสเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA, 600 mA และ 900 mA พบว่า เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 42.74° เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าเป็น 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 41.99° และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าเป็น 900 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ 33.5° ถึง 37.5° ซึ่งมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนเป็นโดมฐานกว้าง ขณะที่มุม 41.29° ซึ่งเป็นพีกเด่นชัดเจน จากผลการศึกษาี้แสดงให้เห็นว่าค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มุม 43.64° และ 50.60° เป็นตำแหน่งของวัสดุรองรับ



ภาพที่ 4-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางซ้าย เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ที่ใช้ในการอ้างอิงสอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi et al. (2012) ซึ่งได้ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปซ้าย (Left Shift) เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียม (รัศมีอะตอมเท่ากับ 0.161 nm) ซึ่งมีขนาดใหญ่ เข้าไปแทนที่อะตอมของโครเมียม (รัศมีอะตอมเท่ากับ 0.136 nm) ในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งทำให้ระนาบผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีขนาดใหญ่ขึ้น เป็นผลให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเลื่อนไปทางซ้ายของโครเมียมไนไตรด์

แสดงในตารางที่ 4-4 แสดงค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระบาย (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมโดยค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มหาได้จาก สูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (200) มีค่าอยู่ในช่วง 4.2262 Å - 4.3678 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในการทดลองนี้หาได้จาก สมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้า ของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 25.1 nm เป็น 21.5 nm (ตารางที่ 4-5) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi et al. (2015) ซึ่งได้ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียม เซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีอิมัลชันซีดีซีแมกนีตรอน โคสปีดเตอริง เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า ของเป้าเซอร์โคเนียม ซึ่งพบว่าขนาดผลึกมีค่าลดลงตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		กระแสเซอร์โคเนียม (mA)		
	CrN	ZrN	300	600	900
	JCPDS No. 770047	JCPDS No. 311493			
a = b = c (Å)	4.148	4.574	4.2262	4.2981	4.3678
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

กระแสเซอร์โคเนียม (mA)	ระบาย (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
300	0.0059365	25.1
600	0.0068968	21.5
900	0.0062857	23.6

3. ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา

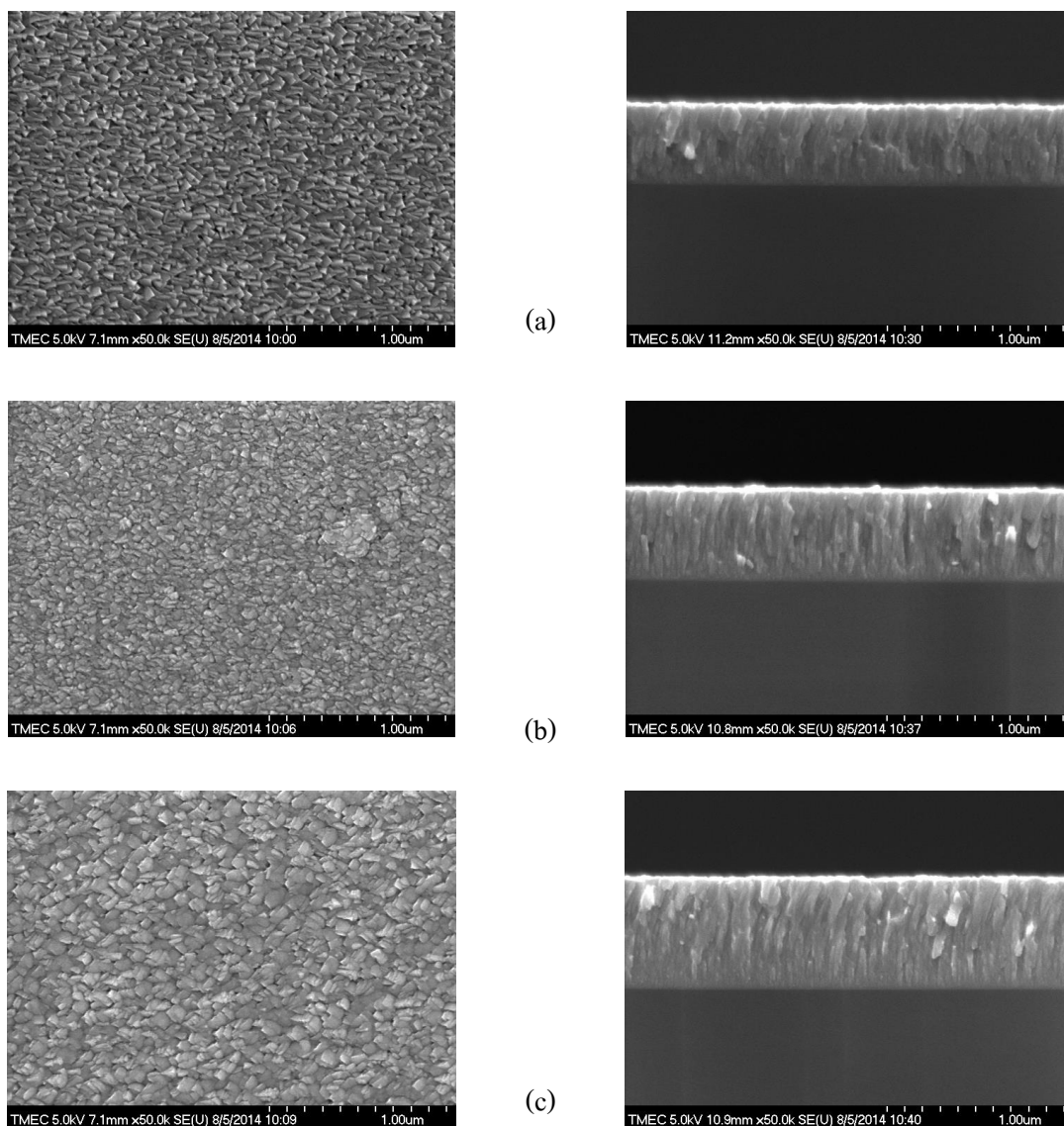
ภาพที่ 4-7 แสดง โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โครเมียมเซอร์โคเนียม ไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่างๆ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวและขนาดเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น เมื่อกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าเซอร์โคเนียม เท่ากับ 300 mA เกรนมีลักษณะเป็นเกร็ดเหลี่ยม กระจายทั่วผิวน้ำของฟิล์มและมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ทั้งนี้จากภาคตัดขวางของฟิล์มที่ได้พบว่ามีโครงสร้างแบบคอลัมน์และแน่นขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น

ในส่วนของความหนาของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียม ไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ทำให้ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 456 nm เป็น 631 nm เนื่องจากกระแสไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้ห่อหุ้มของสารเคลือบหลุดออกมาจากเป้าสารเคลือบมากขึ้น ส่งผลให้สารเคลือบตกเคลือบบนวัสดุรองรับได้มาก ฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีความหนาเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4-6

สำหรับความหยาบผิวของฟิล์ม พบว่าเมื่อเพิ่มกระแสของเป้าเซอร์โคเนียมจาก 300 mA เป็น 600 mA ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 2.4 nm เป็น 1.1 nm ขณะที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 600 mA เป็น 900 mA ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.1 nm เป็น 2.3 nm ต่างกับงานวิจัยของ Chantharangsi et al. (2012) ซึ่งพบว่าความหยาบผิวมีค่าลดลงตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น สรุปได้ว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น มีผลต่อความหยาบผิว สรุปดังตารางที่ 4-6

ตารางที่ 4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

กระแสโคเมียม (mA)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
300	456	2.4
600	516	1.1
900	631	2.3

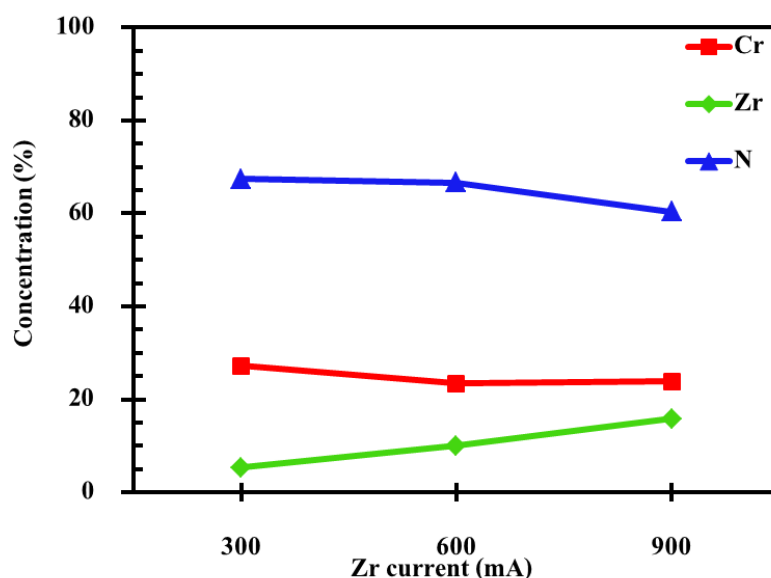


ภาพที่ 4-7 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
 เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม
 (a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA

4. องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม

ภาพที่ 4-8 แสดงผลองค์ประกอบทางเคมีจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม พบว่าฟิล์มที่ได้ทั้งหมดมีโครเมียม เซอร์โคเนียมและไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่า 300 mA ปริมาณโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน มีค่าเท่ากับ 5.38% 27.24% และ 67.38% ตามลำดับ เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่า 600 mA ปริมาณโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน มีค่าเท่ากับ 23.37% 10.01% และ 66.61% ตามลำดับ และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่า 900 mA ปริมาณโครเมียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจน มีค่าเท่ากับ 23.84% 15.84% และ 60.32% ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์พบว่าธาตุในฟิล์มมีปริมาณแตกต่างกัน เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม โดยปริมาณของเซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียมถูกสปีดเตอร์ออกมามากขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของเซอร์โคเนียมมีโอกาสรวมตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มากขึ้น ส่งผลให้ปริมาณเซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง



ภาพที่ 4-8 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ผลของอัตราไหลแก๊สในโตรเจน

1. फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีลักษณะสีเทาเข้ม สม่่าเสมอ ตามลักษณะของผิวสเดนเลส เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สในโตรเจนเท่ากับ 2 sccm แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สในโตรเจนเป็น 4 sccm และ 6 sccm फिल्मที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม
2. फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111) และ(200) โดยพบว่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
3. อัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่ออัตราไหลแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้น พบว่าความหนามีค่าลดลงจาก 1043 nm เป็น 496 nm
4. อัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่ออัตราไหลแก๊สในโตรเจนจาก 2 sccm เป็น 4 sccm ความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.7 nm เป็น 2.3 nm และที่อัตราไหลแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 4 sccm เป็น 6 sccm ค่าความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 2.3 nm เป็น 1.5 nm
5. องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม พบว่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยในโตรเจนเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลของแก๊สในโตรเจน ในขณะที่โครเมียมและเซอร์โคเนียมมีค่าลดลง
6. โครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สในโตรเจนเพิ่มขึ้น फिल्मที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์

ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

1. फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีลักษณะเป็นสีเทาเข้ม สม่่าเสมอ ตามลักษณะของผิวสเดนเลสและเปลี่ยนเป็นสีเทาเข้ม เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น
2. फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111) และ (200) โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

3. กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น พบว่าความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 456 nm เป็น 631 nm
4. กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมจาก 300 mA เป็น 600 mA ความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 2.4 nm เป็น 1.1 nm และที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 600 mA เป็น 900 mA ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.1 nm เป็น 2.3 nm
5. องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม พบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ส่วนโครเมียมเพิ่มขึ้นเล็กน้อยและไนโตรเจนมีค่าลดลง
6. โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์

บรรณานุกรม

- จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. (2542). การศึกษาสภาพพื้นผิวของโพลีเมอร์ โดยใช้เทคนิค Atomic Force Microscopy. วารสารเทคโนโลยีวัสดุ, (15), 46-50.
- ประเสริฐศักดิ์ เกษมอนันต์กุล. (2549). การเกิดไฮดรอกซีเอปาทาบนฟิล์มบางของไททานเนียม ไดออกไซด์ที่เคลือบบนผิวของสเตนเลส สตีลเกรด 316L ด้วยเครื่องอเนกประสงค์ แมกนีตรอนสปัตเตอร์. ปรินญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปัตเตอร์อิงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2. รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ. (2551). เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ. กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- มดี ห่อประทุม. (2548). การศึกษาฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์โดยการเตรียมด้วยวิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอร์อิง. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา. (2543). เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ ทฤษฎี และหลักการดำเนินงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- วิลาสินี สุทร. (2541). การวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ซึ่งเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิม. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ, คณะพลังงานและวัสดุ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- สุรศักดิ์ สุรินทร์พงษ์. (2544). การชุบเคลือบผิวระบบ PVD สำหรับงานชุบเคลือบผิวเครื่องมือ (2) (จบ). เทคนิค, 122-125.
- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณะ และจักรพันธ์ ถาวรธิดา. (2540). การพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์อิง. รายงานการวิจัยประจำปี 2540. ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยบูรพา. ชลบุรี : มหาวิทยาลัยบูรพา.

- หนึ่งฤทัย แก้วไข่ม. (2555). *โครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเป็คเตอรिंग*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์-มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อดิศร บุรณวงศ์. (2551). *สภาพชอบน้ำของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี สเป็คเตอรिंग*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อมรรัตน์ คำบุญ. (2551). *ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ สเป็คเตอรिंग ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อารีรัตน์ สมหวังสกุล. (2556) *การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอน โคสเป็คเตอรिंग*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อำพล ชิมบุตร. (2559) *การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอน โคสเป็คเตอรिंग*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, 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. *Surface and Coatings Technology*, 200, 3411-3417.
- Boxman, R. L., Veprek, S., Zhitomirsky, V., & Raveh, A. (2007). Superhard Coatings. *SVC Bulletin*, 24-26.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2nd ed.). New Jersey: Noyes.
- Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2014). *Materials Science and Engineering; An Introduction* (9th ed.). New Jersey: John Wiley & Sons.
- Chantharangsi, C., Denchitcharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Structure and Surface Morphology of Cr-Zr-N Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 868-874.

- Chantharangsi, C., Denchitcharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2015). Structures, morphologies, and chemical states of sputter – deposited CrZrN thin films various Zr contents. *Thin Solid Films*, 589, 613 – 619.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- Chen, L., Chang, K. K., Yong, D., Li, J. R., & Wu, M. J. (2011). A comparative research on magnetron sputtering and arc evaporation deposition of Ti–Al–N coatings. *Thin Solid Films*, 519, 3762–3767.
- Chen, Z., Li, Z., & Meng, X. (2009). Structure, hardness and corrosion behavior of a gradient CrN_x thick coating applied to turbine blades. *Applied Surface Science*, 255, 7408-7413.
- Chung, Y.W., & Sproul, W.D. (2003). Superhard Coatings Materials. *MRS Bulletin*, 28(2), 164-165.
- Cullity, B.D. (1978). *Elements of x-ray diffraction* (2nd ed.). Sydney: Addison-Wesley.
- Fanghua, M., Nan, S., Lun, W., & Geyang, Li. (2005). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters*, 59, 2210-2213.
- Han, Z., Tian, J., Lai, Q., Yu, X., & Li, G. (2003). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered CrN_x films. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189–193.
- Hollek, H. (1986). Material Selection for Hard Coatings. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 4, 2661-2669.
- Homhuan, P., Chaiyakun, S., Thonggoom, R., Panich, N., & Tungasmita, S. (2010). Growth and Structural Characterizations of Nanostructured Chromium-Zirconium-Nitride Thin Films for Tribological Applications. *Materials Transactions*, 51, 1651-1655.
- Hones, P., Sanjinés, R., & Lévy, F. (1998). Sputter deposited chromium nitride based ternary compounds for hard coatings. *Thin Solid Films*, 332, 240-246.
- 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, Y. S., Kim, S. M., & Lee, S. Y. (2009). Tribological and Corrosion Properties of Cr-Zr-N Coatings. *Journal of the Korean Physical Society*, 54 , 1569-1573.
- Kim, S. M., Kim, B. S., Kim, G. S., Lee, S. Y., & Lee, B. Y. (2008). Evaluation of the high temperature characteristics of the CrZrN coatings. *Surface & Coating Technology*, 202, 5521-5525.
- Kim, Y. S., Kim, G. S., & Lee, S. Y. (2011). Influence of the N₂ Partial Pressure on the Characteristics of CrZrN Coatings Synthesized Using a Segment CrZr Target. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 11, 8792-8797.
- Lee, J. W., Chang, S. T., Chen, T. S., Chien, C. H., Duh, J. G., & Wang, C. J. (2010). Microstructure, mechanical and electrochemical properties evaluation of pulsed DC reactive magnetron sputtered nanostructured Cr–Zr–N and Cr–Zr–Si–N thin film. *Surface & Coatings Technology*, 205, 1331–1338.
- Liu, G.T., Duh, J.G., Chung, K.H., & Wang, J.H. (2005). Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti,Al)N coatings on dental alloys. *Surface and Coatings Technology*, 200, 2100-2105.
- Maissel, L. I., & Glang, R. (1970) *Handbook of Thin Film Technology*. New York: Mc Graw-Hill Book.
- Martinez, E., Sanjinés, R., Karimi, A., Esteve, J., & Lévy, F. (2004). Mechanical properties of nanocomposite and multilayered Cr–Si–N sputtered thin films. *Surface and Coatings Technology*, 180-181, 570-574.
- Mitchell, B. S. (2004). *An Introduction to Materials Engineering and Science for Chemical and Materials Engineers*. New Jersey: John Wiley & Sons.
- Musil, J. (2012). Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness. *Surface and Coatings Technology*, 207, 50-65.
- Rickerby, D. S., & Matthews, I. (1991). *Advanced Surface Coating: a Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-Film Deposition : Principle And Practice*. New York: McGraw-Hill.

- Thunyaphum, P., Buranawong, A., Witit-anun, N., & Chaikyakun, S. (2014). Growth and characterization of CrZrN thin film deposited by DC reactive magnetron co-sputtering. In *Burapha University International Conference 2014* (pp. 528-535). Bangkok : Dusit Thani Pattaya Thailand.
- Uchida, M., Nihira, N., Mitsuo, A., Toyoda, K., Kubota, K., & Aizawa, T. (2004). Friction and wear properties of CrAlN and CrVN films deposited by cathodic arc ion plating method. *Surface and Coatings Technology*, 177-178, 627-630.
- Vossen, J. L., & Kerns, W. (1978). *Thin Film Processes*. New York: Academic Press.
- Wang, X. C., Chen, B. X., & Yang, B. H. (2012). Influence of nitrogen partial pressure on morphology, structure and transport properties of reactive sputtered polycrystalline TiN films. *Solid State Sciences*, 14, 435 – 439.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles technology and applications*. New Jersey: Noyes.
- Wuhrer, R., & Yeung, W.Y. (2003). Effect of target–substrate working distance on magnetron sputter deposition of nanostructured titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, 49, 199-205.

ภาคผนวก
ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่




บทความฉบับเต็ม

โครงการประชุมวิชาการ การนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ครั้งที่ 6

“45 ปี มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต สร้างสรรค์การศึกษา
พัฒนางานวิจัย ใช้นวัตกรรมนำสังคม”

45th Anniversary of PKRU Educating, Developing Culture, Social Innovation

ระหว่างวันที่ 16-17 กุมภาพันธ์ 2559

ณ ศูนย์ประชุมมหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต

การนำเสนอ
ผลงานวิจัย

ขอบช่วยการนำเสนอ

1. สาขาสังคมศาสตร์และบริหารธุรกิจ
2. สาขาการศึกษา
3. สาขาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

<http://seminarresearch.pkru.ac.th/>



ผลของกระแสสปัตเตอร์ริงเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียม ไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอร์ริง

Effect of Zr Sputtering Current on Structure of Chromium Zirconium Nitride Thin Film Prepared by DC Reactive Magnetron Co-Sputtering Method

ทศพล ศรีเจริญ¹ นรินทร์ วิทอนันต์² อติสร บุรณวงศ์³

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. tsricharoen@gmail.com

²ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. nirun@buu.ac.th

³ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. adisomb@buu.ac.th

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) เคลือบบนสแตนเลสและซิลิกอนด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอร์ริง เพื่อศึกษาผลของกระแสจากการสปัตเตอร์เป่าเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างฟิล์ม โดยโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM และ EDS ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้แปรตามค่ากระแสจากการสปัตเตอร์เป่าเซอร์โคเนียม ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 61.95 – 57.75 nm และ 4.22 – 4.36 Å ตามลำดับ ความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 456 nm เป็น 631 nm เมื่อกระแสจากการสปัตเตอร์เซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น จากการวิเคราะห์ภาคตัดขวางพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์าร์ องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแปรค่าตามกระแสจากการสปัตเตอร์เป่าเซอร์โคเนียม

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ กระแสเซอร์โคเนียม รีแอคทีฟโคสปัตเตอร์ริง

Abstract

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited on stainless steel and Si by reactive DC magnetron co-sputtering method. The effect of zirconium sputtering current on the structure of the films was investigated. The crystal structure, thickness, morphology microstructure and elemental composition were characterized by XRD, FE-SEM and EDS technique, respectively. The results showed that the crystal structure of the as-deposited films varied with the zirconium sputtering current. The crystal size and lattice constant were 61.95 – 57.75 nm and 4.22 – 4.36 Å, respectively. The thickness increased from 456 nm to 631 nm with increasing of the zirconium sputtering current. The columnar structure was investigated from the cross-section analysis. The elemental composition of the as-deposited films varied with the zirconium sputtering current.

Keyword: thin film, CrZrN, zirconium current, reactive co-sputtering



1. บทนำ

การเคลือบผิวเป็นการปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของวัสดุเพื่อให้มีสมบัติตามที่ต้องการกำลังได้รับความสนใจจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรม โดยเฉพาะการเคลือบแข็ง (hard coating) เพื่อให้ผิวของวัสดุมีความแข็งทนต่อการขีดข่วน ขีดสี ด้านทานการกัดกร่อน ทนความร้อน หรือ มีสีที่สวยงาม ฯลฯ ซึ่งทำได้โดยการเคลือบสารที่มีสมบัติเหมาะสมบนผิววัสดุในลักษณะของฟิล์มบาง (thin films) ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (sputtering) เนื่องจากเป็นการเคลือบที่ให้ฟิล์มคุณภาพสูงและยังเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมเพราะไม่ใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบ เดิมช่วงแรกนิยมใช้ฟิล์มของสารประกอบไนไตรด์ของธาตุ 2 ชนิด (binary coating) เช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) หรือ โครเมียมไนไตรด์ (CrN) เพราะมีความแข็งสูงมาก (ประมาณ 20-25 GPa) ด้านทานการขีดข่วน ขีดสีและกัดกร่อนของสารเคลือบได้ดี ช่วยยืดอายุการใช้งานชิ้นส่วน อุปกรณ์ และ เครื่องมือที่มีการเคลือบ (Chen, Li, & Meng, 2009)

อย่างไรก็ดีฟิล์มบางกลุ่ม binary coating ยังมีข้อจำกัด คือ การหลุดลอกเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูงเนื่องจากเกิดออกซิเดชัน ทั้งนี้แนวทางหนึ่งในการแก้ไขปัญหาข้างต้น คือ การเพิ่มอะตอมของธาตุโลหะบางชนิด เช่น อะลูมิเนียม (Al) หรือ โครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) ในโครงสร้างหลักของฟิล์มบางซึ่งฟอร์มตัวเป็นฟิล์มของธาตุ 3 ชนิด (ternary coating) ทั้งนี้ฟิล์มชนิดหนึ่งที่ได้รับวามสนใจ คือ ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ซึ่งพัฒนาต่อจากฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN) โดยเพิ่มอะตอมเซอร์โคเนียมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งช่วยเพิ่มความแข็งและสมบัติด้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง (Aouadi et al., 2006) ทำให้ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ได้รับความสนใจอย่างกว้างขวาง

ทั้งนี้การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงอาจแบ่งได้เป็น 3 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ (1) การใช้เป้าแบบโมเสก (mosaic target) (Fanghua, Nan, Lun, & Geyang, 2005) (2) การใช้เป้าอัลลอยด์ (alloy target) (GwangSeok, SangYul & JunHee, 2005) และ (3) การใช้เป้าแบบร่วม (co-target) (Wuhrer & Yeung, 2003) แต่การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วมได้รับความสนใจมากกว่าเนื่องจากสามารถควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มได้ง่ายกว่า โดยทั่วไปโครงสร้างของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากวิธีสปัตเตอร์ริงอาจแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับเงื่อนไขการเคลือบ เช่น ความดัน กำลังไฟฟ้า อัตราไหลแก๊ส ฯลฯ ทำให้การศึกษามวลของเงื่อนไขการเคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์มยังสำคัญและจำเป็นต่อการวิจัยด้านเทคโนโลยีฟิล์มบางต่อไป

การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนส่วนใหญ่ใช้กระแสไฟฟ้าสูงหรือให้ความร้อน ความต่างศักย์ไบแอสแกว้สตรูกรับ (Ramana, Kumar, David, & Saju, 2004) ดังนั้นหากสามารถเตรียมฟิล์มโดยไม่ต้องให้ความร้อนหรือความต่างศักย์ไบแอสได้ ก็จะช่วยลดขั้นตอนและค่าใช้จ่ายในการเคลือบฟิล์มอีกด้วย บทความวิจัยนี้เป็นรายงานการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่มีโครงสร้างระดับนาโนบนสแตนเลสและซิลิกอน โดยไม่ให้ความร้อนหรือความต่างศักย์ไบแอสแกว้สตรูกรับด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง เพื่อศึกษามวลของกระแสสปัตเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมหรือกระแสเซอร์โคเนียมที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค ความหนาและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม

2. วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษามวลของกระแสสปัตเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม ต่อโครงสร้างผลึก ความหนา องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ที่เคลือบบนสแตนเลสและซิลิกอนที่เตรียมด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง



3. วิธีดำเนินการวิจัย

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีดีซีอีพแมกนีตรอนโคสปีดเตอร์ริงจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศ (ภาพที่ 1) ห้องเคลือบทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm ติดตั้งเป้าสารเคลือบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm จำนวน 2 ชุด ได้แก่ โครเมียม และ เซอร์โคเนียม พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงจำนวน 2 ชุด การเคลือบใช้แก๊ส 2 ชนิด ได้แก่ แก๊สอาร์กอน (Ar) (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และ แก๊สไนโตรเจน (N_2) (99.995%) เป็นแก๊สไอพิกิริยา โดยควบคุมการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D ระบบเครื่องสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบางแปรโอ ใช้เครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย ความดันในห้องเคลือบด้วยมาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

ทั้งนี้ก่อนการเคลือบต้องลดความดันในห้องเคลือบให้เท่ากับ 5.0×10^{-5} mbar จากนั้นปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน เข้าห้องเคลือบกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 10.0 sccm และอัตราแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm โดยควบคุมความดันรวมขณะเคลือบคงที่เท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar สำหรับการเคลือบกำหนดให้กระแสไฟฟ้าในการสปัตเตอร์เป้าโครเมียมเท่ากับ 300 mA และแปรค่ากระแสไฟฟ้าในการสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียม 3 ค่า คือ 300, 600, 900 mA ฟิล์มแต่ละชุดใช้เวลาการเคลือบนาน 60 นาที โดยเคลือบบนวัสดุรองรับ 2 ชนิด คือแผ่นสแตนเลสและซิลิกอน

สำหรับการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางทั้งหมดที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้ (1) โครงสร้างผลึกศึกษาด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ของ Bruker รุ่น D8 ตรวจวัดแบบ 2 θ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (grazing incident angle) เท่ากับ 2° โดยสแกนมุม 2θ จาก 20° ถึง 80° (2) ขนาดผลึก (crystal size) คำนวณด้วยสมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ตรวจวัดได้ (3) ลักษณะพื้นผิว ความหนา และโครงสร้างจุลภาค ศึกษาด้วยเครื่อง Field Emission SEM (FE-SEM) ของ Hitachi รุ่น s4700 และ (4) องค์ประกอบทางเคมีศึกษาด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ของ EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น1450VP



ภาพที่ 1 ลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศและพลาสมาขณะเคลือบ

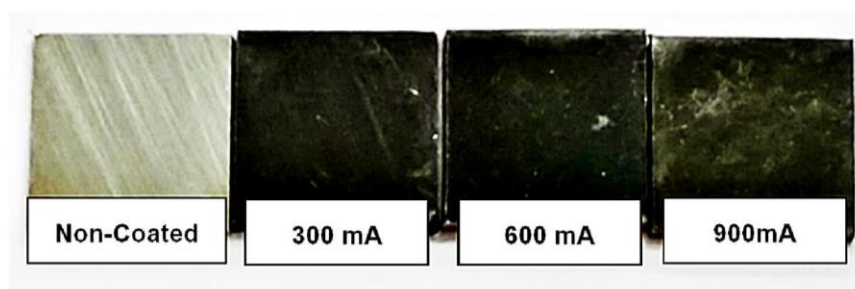


ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

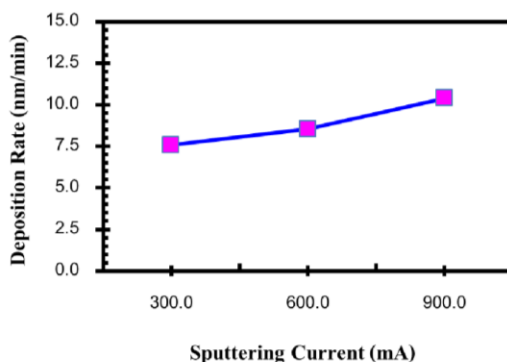
ตัวแปร	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม และ เซอร์โคเนียม
ความดันพื้น	5.0×10^{-5} mbar
ความดันรวมขณะเคลือบ	5.0×10^{-3} mbar
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน	10 sccm
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	4 sccm
กระแสจากการสปัตเตอร์เป้าโครเมียม	300 mA
กระแสจากการสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียม	300, 600, 900 mA
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ	13 cm
เวลาเคลือบ	60 min

4. ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสทั้งหมดเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปัตเตอร์ เป้าเซอร์โคเนียมพบว่าฟิล์มมีสีเทาดำ (ภาพที่ 2) สำหรับอัตราเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (คำนวณจากค่าความหนาฟิล์มหารด้วยเวลาในการเคลือบ) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าพบว่าเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าจากการสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA อัตราเคลือบเท่ากับ 7.5 nm/min และมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 10.3 nm/min เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นเป็น 900 mA (ภาพที่ 3) เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าจากการสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมออกมา รวมตัวกับโครเมียมและไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางตกเคลือบบนวัสดุรองรับมีโอกาสสูงขึ้น ทำให้อัตราเคลือบของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์สูงขึ้น

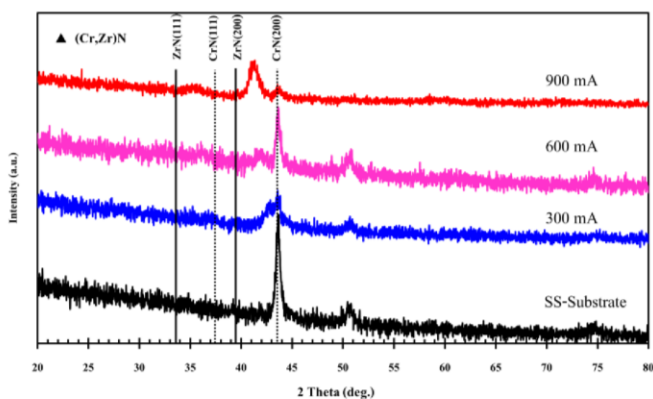


ภาพที่ 2 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปัตเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม



ภาพที่ 3 อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม

ภาพที่ 4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลส ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม โดยที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เฉพาะที่มุม 42.74° เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมเป็น 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 41.99° และพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ 33.5° ถึง 37.5° เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มเป็น 900 mA ซึ่งมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนเป็นโดมฐานกว้าง ขณะที่มุม 41.29° ปรากฏเป็นพีคเด่นชัดเจน จากผลการศึกษาชี้ให้เห็นว่าค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่ได้ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มุม 43.64° และ 50.60° ตรงกันกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสแตนเลสที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ ส่วนของขนาดผลึกซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer มีค่าในช่วง 61.95 – 57.75 nm สำหรับค่าคงที่แลตทิซที่คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีค่าอยู่ระหว่าง 4.22 – 4.36 Å ตามลำดับ



ภาพที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม



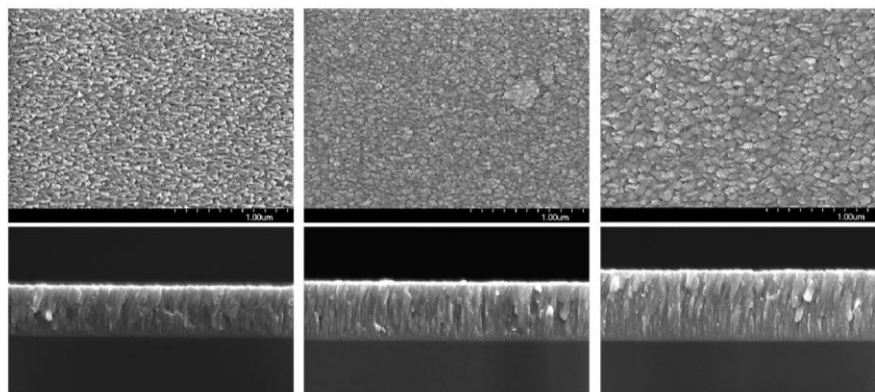
เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ (ภาพที่ 4) มีแนวโน้มจะเลื่อนไปทางซ้ายมือ เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ที่ใช้อ้างอิง สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi et al., (2012) ซึ่งพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปซ้ายมือเนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียม (รัศมีอะตอมเท่ากับ 0.161 nm) ซึ่งมีขนาดใหญ่เข้าไปแทนที่อะตอมของโครเมียม (รัศมีอะตอมเท่ากับ 0.136 nm) ในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ทำให้ระนาบผลึกของฟิล์มใหญ่ขึ้น ทำให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มมีการเลื่อนไปทางซ้ายของโครเมียมไนไตรด์ ขึ้นนี้สรุปได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 900 mA คือฟิล์มบางของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ตารางที่ 2 ค่าความหนา ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม

กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม (mA)	ความหนา (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	องค์ประกอบทางเคมี (%A)		
				Cr	Zr	N
300	456	61.95	4.22	27.24	5.38	67.38
600	516	49.51	4.30	23.37	10.01	66.61
900	631	57.75	4.36	23.84	15.84	60.32

ภาพที่ 5 แสดงโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าพื้นผิวและเกรนของฟิล์มเปลี่ยนไปตามค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียม โดยที่กระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA เกรนมีลักษณะเป็นเกร็ดเหลี่ยม กระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์มและมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ จากภาคตัดขวางพบว่าโครงสร้างแบบคอลัมน์และลักษณะค่อนข้างแน่นขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นโดยความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 456 nm เป็น 631 nm เนื่องจากเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าสารเคลือบจะทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกเพื่อฟอร์มตัวเป็นฟิล์มเคลือบบนวัสดุรองรับมากขึ้น ฟิล์มที่ได้จึงมีความหนาเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าสารเคลือบที่เพิ่ม

สำหรับองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้จากเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มที่ได้ทั้งหมดมี โครเมียม เซอร์โคเนียม และ ไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ แปรตามค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้ในการเคลือบ โดยพบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA เป็น 900 mA พบว่าโครเมียมมีค่าลดลงจาก 27.24% เป็น 23.84% ส่วนเซอร์โคเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 5.38 % เป็น 15.84 % ขณะที่ไนโตรเจนมีค่าลดลงจาก 67.387% เป็น 60.32% (ตารางที่ 2) จากผลการทดลองจะเห็นว่าโครเมียมและไนโตรเจนลดลงแต่เซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นเนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียมที่ฟอร์มตัวกับอะตอมของสารเคลือบเพิ่มมากขึ้นตามกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้ทำให้มีปริมาณธาตุเซอร์โคเนียมในฟิล์มบางที่เคลือบได้มีปริมาณเพิ่มมากขึ้นในที่สุด (Chantharangsi et al., 2012)



(a)

(b)

(c)

ภาพที่ 5 โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม

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

5. สรุปและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนแผ่นสแตนเลสและซิลิกอนด้วยวิธีดีซีอีอาร์ทีที่แผ่นโคสปีดเตอร์ได้ ที่อุณหภูมิห้อง ฟิล์มที่ได้มีสีเทาดำ เมื่อกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นพบว่าอัตราเคลือบฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 7.5 nm/min เป็น 10.3 nm/min โดยฟิล์มบางที่เคลือบได้แสดงโครงสร้างผลึกของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ระนาบ (200) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีแนวโน้มจะเลื่อนไปทางซ้ายเมื่อกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 61.95 – 57.75 nm และ 4.22 – 4.36 Å ตามลำดับ โดยฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีอะตอมของธาตุโครเมียม เซอร์โคเนียม และ ไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ แปรตามกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม นอกจากนี้พบว่าความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 456 nm เป็น 631 nm ส่วนโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางพบว่ามีการสร้างแบบคอลลิมาร์และมีลักษณะค่อนข้างแน่นขึ้น อีกทั้งเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นตามกระแสไฟฟ้าจากการสปีดเตอร์ของเป้าเซอร์โคเนียม

ผลการศึกษางานวิจัยนี้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับใช้ในงานวิจัยและพัฒนาในด้านฟิล์มบางในกลุ่ม Ternary Hard Coating อย่างไรก็ตามผลการศึกษานี้ยังอยู่ในระดับห้องปฏิบัติการวิจัย ควรศึกษาในเชิงลึกเกี่ยวกับผลของเงื่อนไขการเคลือบที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์ม สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ ซึ่งผลจากการศึกษาในระดับห้องปฏิบัติการวิจัยครั้งนี้สามารถนำไปใช้เป็นแนวทางในนำฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ไปใช้เคลือบผิววัสดุอุปกรณ์เครื่องมือช่างในกลุ่ม เจาะ ตัด กัด กิ่ง ของภาคอุตสาหกรรมเพื่อช่วยเพิ่มความสามารถในการต้านทานการขีดหรือกัดกร่อนรวมถึงช่วยยืดอายุการใช้งานอุปกรณ์และเครื่องมือต่าง ๆ



6. บรรณานุกรม

- Aouadi, S.M., Maeruf, T., Twesten, R.D., Mihut, D.M., & Rohde, S.L. (2006). Physical and mechanical properties of chromium zirconium nitride thin films. *Surface and Coatings Technology*, 200(11), 3411-3417.
- Chen, L., Chang, K.K., Yong, D., Li, J.R. & Wu, M.J. (2011). A comparative research on magnetron sputtering and arc evaporation deposition of Ti-Al-N coatings. *Thin Solid Films*, 519, 3762-3767.
- Chantharangsi, C., Denchitcharoen, S., Chaiyakun, & Limsuwan, P. (2012). Structure and surface morphology of Cr-Zr-N thin films deposited by reactive DC magnetron sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 868-874.
- Chu, K., Shum, P.W., & Shen, Y.G. (2006). Substrate bias effects on mechanical & tribological properties of substitutional solid solution (Ti, Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering. *Materials Science & Engineering B*, 131, 62-71.
- Deelear, T., Buranawong, A., Choeysupaket, A., Witit-anun, N., Chaiyakun, S & Limsuwan, P. 2012. Structure and composition of TiVN thin films deposited by reactive DC magnetron co-sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 1000-1005.
- Fanghua, M., Nan, S., Lun, W. & Geyang, L. (2005). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters*, 59, 2210-2213.
- GwangSeok, K., SangYul, L. & JunHee, H. (2005). Properties of TiAlN coatings synthesized by closed-field unbalanced magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology*, 193, 213-218.
- Lin, Y.W., Huang, J.H. & Yu, G.P. (2010). Effect of nitrogen flow rate on properties of nanostructured TiZrN thin films produced by radio frequency magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 518, 7308-7311.
- Ramana, J.V., Kumar, S., David, C. & Saju, V.S. (2004). Structure, composition and microhardness of (Ti,Al)N and (Ti,Al)N coatings prepared by DC magnetron sputtering. *Materials Letters*, 58, 2553-2558.
- Shum, P.W., Li, K.Y., & Shen, Y.G. (2004). Improvement of high-speed turning performance of Ti-Al-N coatings by using a pretreatment of high-energy ion implantation. *Surface and Coatings Technology*, 198(1-3), 414-419.
- Wuhrer, R. & Yeung, W.Y. (2003). Effect of target-substrate working distance on magnetron sputter deposition of nanostructured titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, 49(3), 199-205.