บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดรวมถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ศึกษาผลของตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อสมบัติของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์และศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

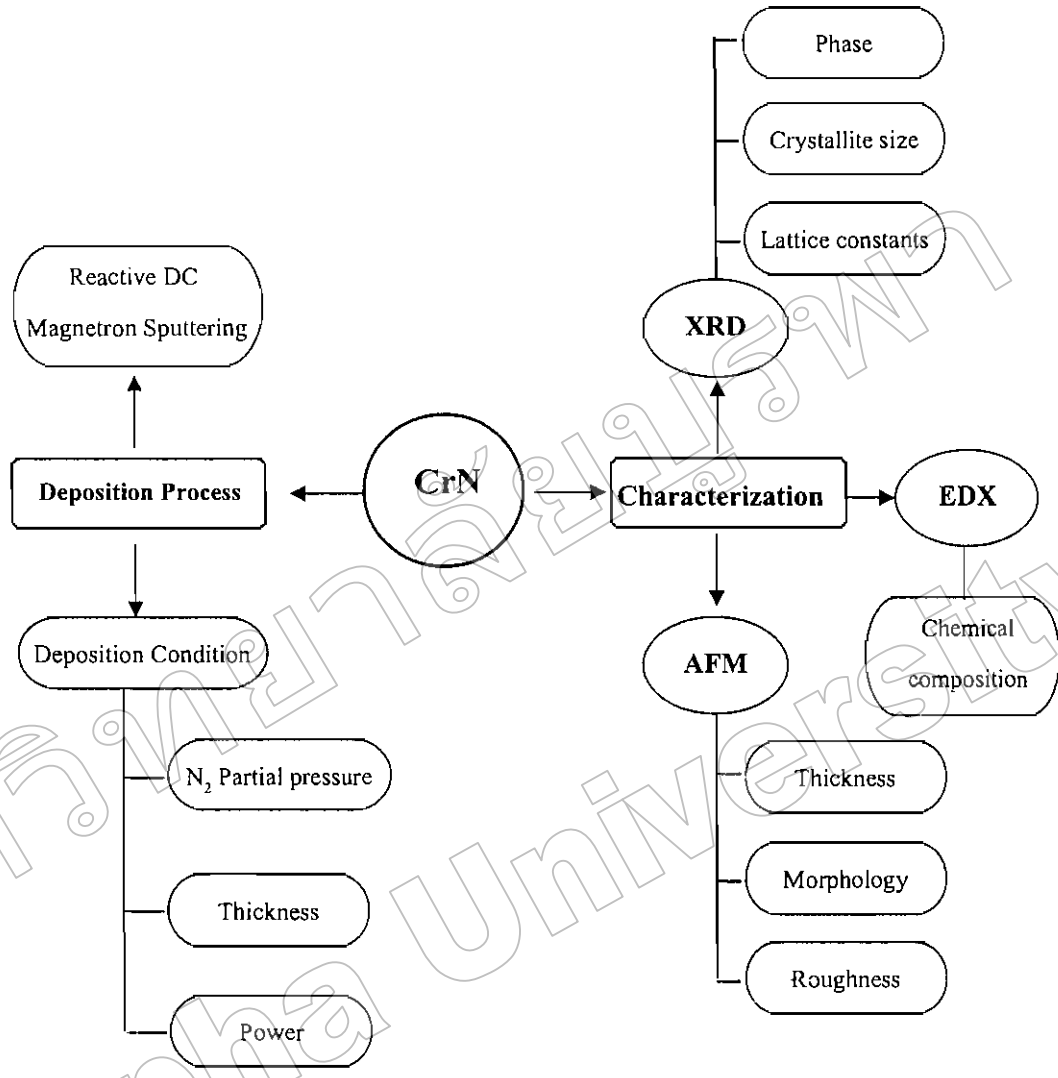
กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ และ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ สรุปได้ดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ เริ่มจากศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบ ตัวแปรและขั้นตอนการเคลือบ ในวิทยานิพนธ์นี้ใช้การเคลือบด้วยวิธี รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้ คือ ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ความหนาและกำลังไฟฟ้า

2. การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก (Crystallite size) ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice constants) ใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิวและ เทคนิค EDX เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมี

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ และซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าโครเมียม มีความบริสุทธิ์ 99.97%

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 1 ชนิดคือ

- แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปัตเตอร์
- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995% เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractrometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractrometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation) ของภาควิชาโลหะการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO1450VP ของศูนย์ปฏิบัติการกล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)

ภาพที่ 3-5 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

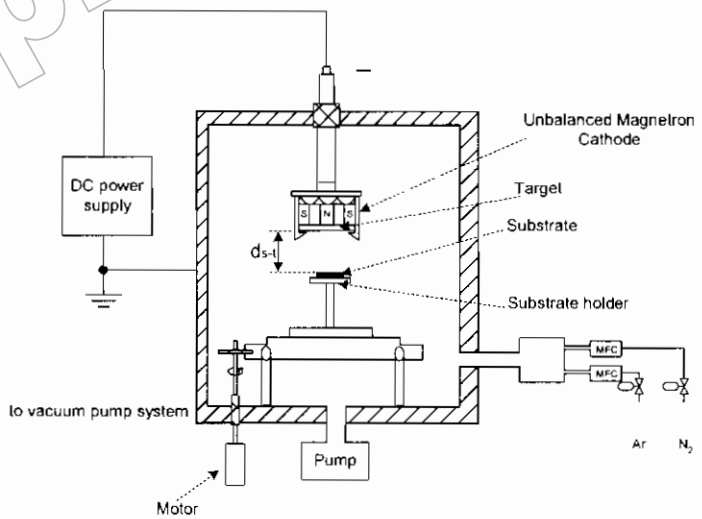
มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอคตีฟ ดีซี สปัตเตอริง

ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในงานวิทยานิพนธ์นี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบ ดีซี อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง (ภาพที่ 3-6) ด้วยเทคนิค รีแอคตีฟ สปัตเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) รายละเอียดดังนี้

1. ส่วนระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจาก สเตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 225.0 mm สูง 235.0 mm ระบบเครื่องสูบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย การวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานีรุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050

2. ส่วนของระบบเคลือบเป็นส่วนเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด 1 หัว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 54.0 mm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าโคเมียม (99.97%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ใช้แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-6 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การสร้างสภาวะสุญญากาศ

ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอริง ต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสภาวะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-5} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) การสร้างสภาวะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบกลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-7) โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบกลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ต่อมาจะใช้เครื่องสูบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจเช็ควาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด

2. เปิดสวิทซ์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดัน และระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิทซ์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน

3. เริ่มสูบอากาศจากเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบกลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้ายเพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารีสูบอากาศออกจากเครื่องสูบกลแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบแบบแพร่ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิทซ์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที

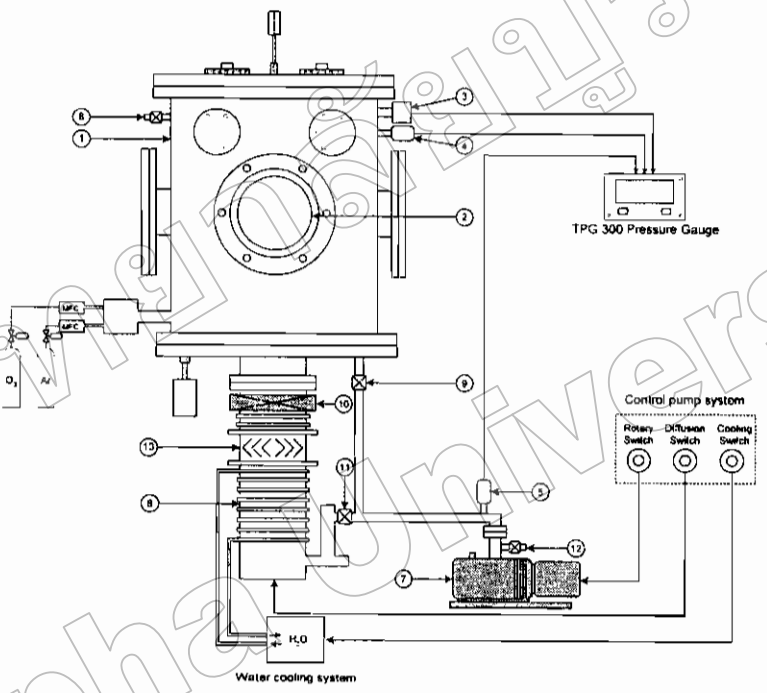
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูงเพื่อให้เครื่องสูบแบบแพร่ไอสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5 x 10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_0) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์



ภาพที่ 3-7 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอริง

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบาง

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมันสารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับเริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมคีบเป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-8

ภาพที่ 3-8 การล้างวัสดุรองรับ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าโครเมียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_b) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_b ที่อ่านได้

3. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง

5. จ่ายศักย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จะเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_T) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด

6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ คือ โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ รายละเอียดมีดังนี้

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractrometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ Cu-k_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้ Seherrer Equation ดังสมการที่ (1) ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \qquad (1)$$

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ สามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบคิวบิค ดังสมการที่ (2) ในการคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \qquad (2)$$

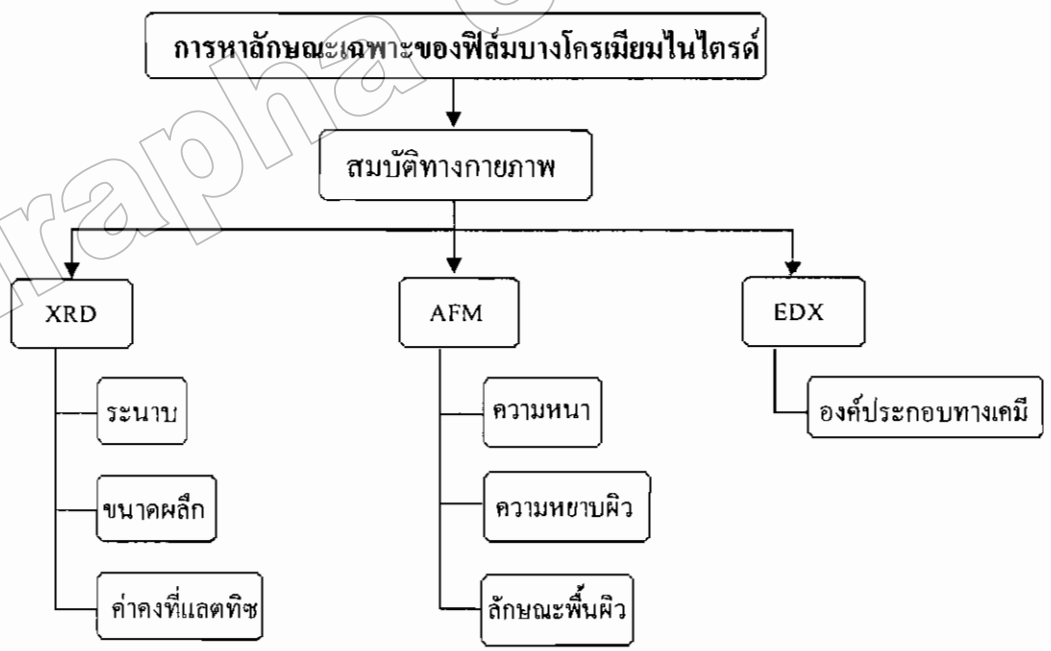
มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 การหาความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิคอนไนไตรด์เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา

2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1x1 μm^2 พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิดขึ้น ซึ่งพิจารณาฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนชิ้นงานได้จากอัตราส่วนของ Cr : N ที่แสดงออกมา ถ้ามีฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เกิดบนชิ้นงานนั้นจะมีค่าอัตราส่วนของ Cr : N ใกล้เคียง 1 : 1 หรือเท่ากับ



ภาพที่ 3-9 การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

แนวทางการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปหาลักษณะเฉพาะ ผู้วิจัยแบ่งการทดลองเป็น 3 การทดลอง ดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ โดยแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ มีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ ให้ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 15 cm แล้วสร้างสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ $5x10^{-5}$ mbar เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-1 ให้กระแสไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 800 mA และใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที การทดลองนี้แปรความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบเท่ากับ 25%, 50% และ 75% และควบคุมความดันรวมขณะเคลือบเท่ากับ $4x10^{-3}$ mbar

2 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบของธาตุทางเคมี

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน
ระยะเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	15
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	4.0×10^{-3}
ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (%)	25, 50, 75
เวลาเคลือบ (min)	90

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การทดลองที่ 2 การศึกษาผลของความหนาของฟิล์ม

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ โดยแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบ เพื่อศึกษาความหนาต่อโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 15 cm เสร็จแล้วก็สร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ $5x10^{-5}$ mbar แล้วเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-2 โดยกำหนดให้ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ $3x10^{-3}$ mbar (75% ของความดันรวม) แปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบเท่ากับ 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที ตามลำดับ และควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ $4x10^{-3}$ mbar กระแสไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 800 mA

2 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบของธาตุทางเคมี

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน
ระยะเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	15
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	4.0×10^{-3}
ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (%)	75
เวลาเคลือบ (min)	60, 90, 120, 150, 180

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การทดลองที่ 3 การศึกษาผลของกำลังไฟฟ้า

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยกำลังไฟฟ้าต่าง ๆ โดยแปรค่ากำลังไฟฟ้า เพื่อศึกษากำลังไฟฟ้าต่อโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-3

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 15 cm เสร็จแล้วก็สร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ $5x10^{-5}$ mbar แล้วเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-3 โดยกำหนดให้ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ $3x10^{-3}$ mbar (75% ของความดันรวม) แปรค่ากำลังไฟฟ้าเท่ากับ 160 W, 260 W และ 360 W ตามลำดับ และควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ $4x10^{-3}$ mbar

2 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบของธาตุทางเคมี

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยกำลังไฟฟ้าต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน
ระยะเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	15
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	4.0×10^{-3}
ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (%)	75
กำลังไฟฟ้า (W)	160, 260, 360
เวลาเคลือบ (min)	90

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University