การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคตีฟโคสปัตเตอริง

หนึ่งฤทัย แก้วไข่

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
กรกฎาคม 2555
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณาวิทยานิพนธ์ของ หนึ่งฤทัย แก้วไข่ ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์

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

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธาน
(ดร.วิเชียร ศิริพรม)

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

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์)

..... กรรมการ
(ดร.อดิศร บูรณวงศ์)

คณะวิทยาศาสตร์อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพา

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อุษาวดี ตันติวรานุรักษ์)
วันที่ 31 เดือน ก.ค. พ.ศ. 2555

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์/ดุษฎีนิพนธ์
จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ประจำปีงบประมาณ 2554
และ
ทุนผู้ช่วยวิจัยจากศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์
สำนักพัฒนาบัณฑิตศึกษาและวิจัยด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สบว.)
สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) กระทรวงศึกษาธิการ (ศธ.)

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ประกาศคุณูปการ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงด้วยความกรุณาจาก รองศาสตราจารย์ ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ อาจารย์ที่ปรึกษา ขอขอบคุณ ดร.วิเชียร ศิริพรม ที่ให้ความกรุณามาเป็นประธานกรรมการสอบ ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ที่ให้ความกรุณามาเป็นกรรมการสอบ และ ดร.อดิศร บูรณวงศ์ ตัวแทนฝ่ายวิจัยและบัณฑิตศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นกรรมการสอบ รวมถึง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ด้วยความละเอียดถี่ถ้วน และเอาใจใส่ด้วยดีเสมอมา ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง จึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ณ โอกาสนี้

ผู้วิจัยขอขอบคุณแหล่งทุนที่ให้การสนับสนุนงานวิจัยนี้ ได้แก่ ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์/ดุษฎีนิพนธ์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ประจำปีงบประมาณ 2554 และทุนผู้ช่วยวิจัยจากศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (ThEP) ภายใต้การกำกับของโครงการพัฒนาบัณฑิตศึกษาและวิจัยด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สบว.) (PERDO) สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) กระทรวงศึกษาธิการ (ศธ.)

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่และบุคลากรของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง (VTTF) และห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว (PSS) ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์และช่วยเหลือในการทำวิจัยด้วยดี ดร.อดิศร บูรณวงศ์ ที่ให้ความช่วยเหลือเกี่ยวกับการวิเคราะห์ตัวอย่างในวิทยานิพนธ์นี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณ พ่อ แม่ พี่สาว ญาติพี่น้อง ที่คอยเป็นห่วง ให้คำแนะนำที่ดี และให้ความช่วยเหลือ ทั้งทางด้านร่างกาย และจิตใจ กับข้าพเจ้ามาโดยตลอด รวมถึง พี่ น้อง และเพื่อน ๆ ทุกคน รวมทั้งท่านอื่น ๆ ที่มิได้เอ่ยนามในที่นี้ ที่คอยให้กำลังใจและให้ความช่วยเหลือ ซึ่งมีส่วนทำให้การทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดี

หนึ่งฤทัย แก้วไข่

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

53910206: สาขาวิชา: ฟิสิกส์; วท.ม. (ฟิสิกส์)
คำสำคัญ: ฟิล์มบาง/ ไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์/รีแอคตีฟโคสปัตเตอริง

หนึ่งฤทัย แก้วไข่: การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคตีฟโคสปัตเตอริง (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TiZrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE CO-SPUTTERING) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: สุรสิงห์ ไชยคุณ, Ph.D. 107 หน้า. ปี พ.ศ. 2555.

ฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิดไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (TiZrN) เคลือบด้วยเทคนิครีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม (I_{Ti}) ในช่วง 0.6 A ถึง 1.0 A และแปรค่าเวลาในการเคลือบในช่วง 15 นาที ถึง 60 นาที ฟิล์มที่เคลือบได้นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscope (AFM) และ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ผลจากการศึกษาพบว่า โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมและเวลาในการเคลือบ โดยฟิล์มไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้ มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111) (200) และ (220) โดยมีระนาบ (200) เป็น preferred orientation ความเป็นผลึกของฟิล์ม เปลี่ยนไปตามเงื่อนไขการเคลือบ ผลการวิเคราะห์ด้วย AFM พบว่าความหยาบและการรวมกลุ่มเกรนของฟิล์มไม่เพียงแต่เพิ่มค่าความหยาบผิวเท่านั้น แต่ยังเพิ่มความหนาเฉลี่ยของฟิล์มอีกด้วย และผลจากการวิเคราะห์ด้วย EDX พบว่าองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม แต่ไม่ขึ้นกับความหนาของฟิล์มไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

53910206: MAJOR: PHYSICS; M.Sc. (PHYSICS)

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

NUANGRUTHAI KAEWKHAI: PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TiZrN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE CO-SPUTTERING. ADVISORY COMMITTEE: SURASINGH CHAIYACOUN, Ph. D. 107 P. 2012.

The ternary nitride titanium zirconium nitride (TiZrN) thin films were deposited by reactive DC magnetron co-sputtering technique with different titanium sputtering current (I_{Ti}) ranging from 0.6 A to 1.0 A, and deposition time ranging from 15 min to 60. The deposited films was investigated by X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscope (AFM) and Dispersive X-ray spectroscopy (EDX). It was found that the crystal structure, surface morphologies and composition of the films are strongly dependent on the titanium sputtering current (I_{Ti}) and deposition time. All the films are composed of TiZrN crystal structure (111), (200) and (220) planes with preferred orientation of (200) plane. The crystallinity of the films changed as a function of deposition parameters. The AFM measurement indicated that the coarse and congregate grain with not only enhanced roughness but also, continuous increases in average thickness. The EDX measurement indicated that the composition of the film are strongly dependent on the titanium sputtering current (I_{Ti}) but independent on deposition time.

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ซ
สารบัญภาพ	ฌ
บทที่	
1 บทนำ	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
ขอบเขตของการวิจัย	4
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	5
การก่อเกิดฟิล์มบาง	8
การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการสปัตเตอริง	10
การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการรีแอคตีฟสปัตเตอริง	13
เครื่องเคลือบฟิล์มบางแบบ ดีซี สปัตเตอริง	15
เครื่องเคลือบฟิล์มบางแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง	17
เครื่องเคลือบฟิล์มบางแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง	21
การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง	24
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	39

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญ (ต่อ)

บทที่

3 วิธีดำเนินการวิจัย 42
กรอบแนวคิดของงานวิจัย 42
เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง 44
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคตีฟโคสปัตเตอริง 47
การสร้างสภาวะสุญญากาศ 51
การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม 53
การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ 54
การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง 56
แนวทางการทดลอง 61
4 ผลการวิจัย 64
ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม 64
ผลของเวลาในการเคลือบ 71
5 อภิปรายและสรุปผล 77
อภิปราย 77
สรุปผล 81
บรรณานุกรม 82
ภาคผนวก 85
ภาคผนวก ก การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซและขนาดผลึก 86
ภาคผนวก ข ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ 94
ประวัติย่อของผู้วิจัย 107

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญตาราง

ตารางที่ หน้า

3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 62

3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาการเคลือบต่าง ๆ 63

4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 67

4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 67

4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 69

4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ 73

4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ 73

4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ 75

ก-1 โครงสร้างระบบผลึก 88

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญภาพ

ภาพที่ หน้า

2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ 6

2-2 การก่อเกิดฟิล์มบาง 9

2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ 11

2-4 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง 12

2-5 การเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นสารประกอบระหว่างแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าสารเคลือบในบริเวณต่าง ๆ 14

2-6 ระบบสปัตเตอริงแบบ ดีซี สปัตเตอริง 15

2-7 ผลของความดันที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายีลด์และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอริงของนิเกิลที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm 16

2-8 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก 18

2-9 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่าง ๆ โดยที่ a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียวส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่าง ๆ 18

2-10 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกัดกร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลานาร์แมกนีตรอน สปัตเตอริง 20

2-11 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง 22

2-12 ลักษณะพลาสมาของระบบสปัตเตอริง 23

2-13 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม 25

2-14 ความเข้มของพีคที่แสดงถึงระนาบผลึกของวัสดุในตำแหน่งที่มีการสะท้อนรังสี 27

2-15 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope 28

2-16 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ 29

2-17 เครื่อง AFM แบบ Multimode 30

2-18 ลักษณะการสั่นของคานที่มีเข็มติด 31

2-19 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Electron Microscope 33

2-20 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง 35

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่ หน้า

2-21 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ 35

2-22 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน 37

2-23 การเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ 37

2-24 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) 38

2-25 ตัวอย่างการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเทคนิค EDX 38

3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย 43

3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคตีฟโคสปัตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย 45

3-3 เครื่อง X-Ray Diffractrometer 45

3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope 46

3-5 เครื่อง FE-SEM และ EDX 46

3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย 47

3-7 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านบน (Top View) 48

3-8 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านข้าง (Side View) 48

3-9 ลักษณะ/ตำแหน่งของคาโทดทั้งสองชุดที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ 49

3-10 ลักษณะภายในของห้องเคลือบและลักษณะพลาสมาขณะเคลือบ 50

3-11 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอริง 52

3-12 การล้างวัสดุรองรับ 53

3-13 การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ 55

3-14 ระบบผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก 57

3-15 ตัวอย่างผลการตรวจวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค AFM 58

3-16 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย 59

3-17 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค AFM 60

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่ หน้า

4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 64

4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 65

4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน 66

4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 68

4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 69

4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ 70

4-7 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ ด้วยเวลาในการเคลือบต่าง ๆ 71

4-8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ 72

4-9 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM โดยเคลือบที่เวลาต่าง ๆ 74

4-10 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ 75

4-11 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ 76

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University