บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดรวมถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตลอดจนการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

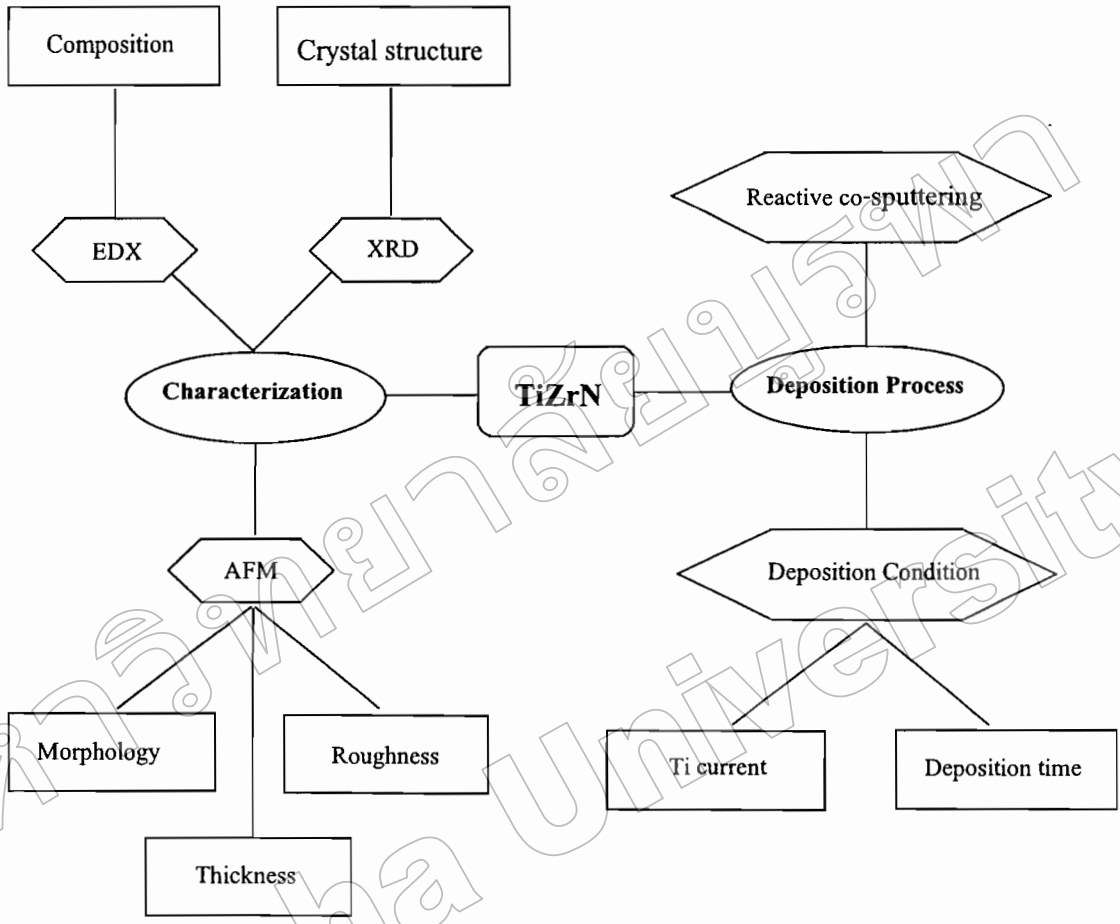
กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สรุปได้ดังนี้

ในส่วนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้น ขั้นแรกจะศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง ตัวแปรต่าง ๆ และขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิทยานิพนธ์นี้ใช้การเคลือบด้วยเทคนิครีแอคตีฟโคสปัตเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม และเวลาในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่มีต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์มบางที่เตรียมได้

ส่วนการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้ ผู้วิจัยจะนำไปหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก เทคนิค เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา และเทคนิค EDX เพื่อศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคตีฟโคสปัตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) มี 2 ชนิดคือ

- ไทเทเนียม ความบริสุทธิ์ 99.97%
- เซอร์โคเนียม ความบริสุทธิ์ 99.95 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระจกสไลด์
- แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) มี 2 ชนิดคือ

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

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractrometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractrometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation) ของภาควิชาโลหะการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (ภาพที่ 3-3)

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

2.3 Field Emission Scanning Electron Microscope และ Energy Dispersive X-ray spectroscopy (Hitashi s-4700) สำหรับศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี (ภาพที่ 3-5)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

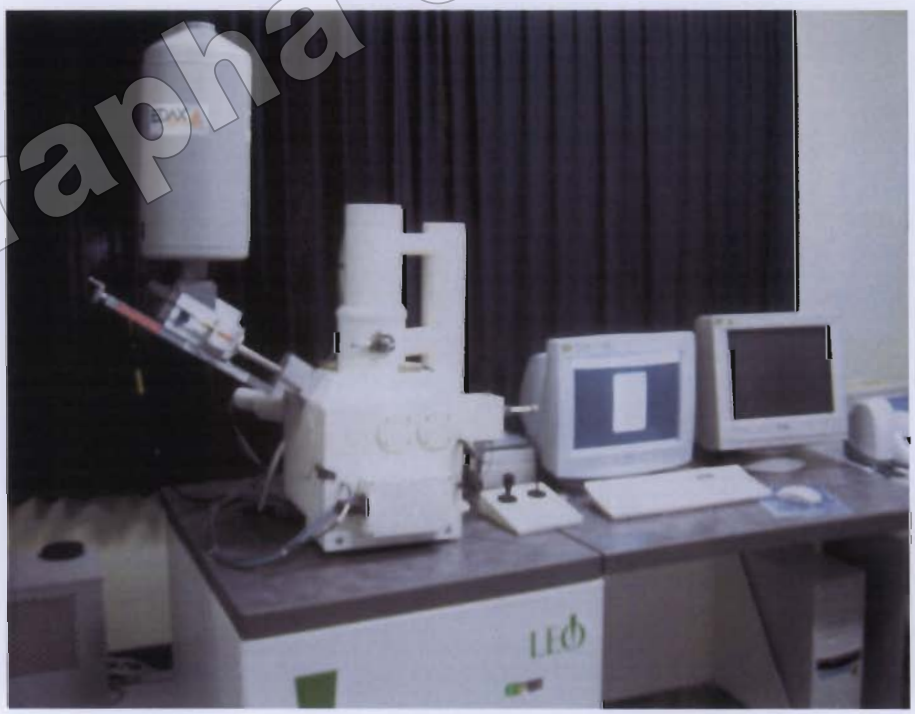
ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคตีฟโคสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractrometer

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

(a) (b)

ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) in a tapping mode,
by Digital Instruments, Nanoscope III
(a) AFM and display part
(b) AFM probe and sample stage



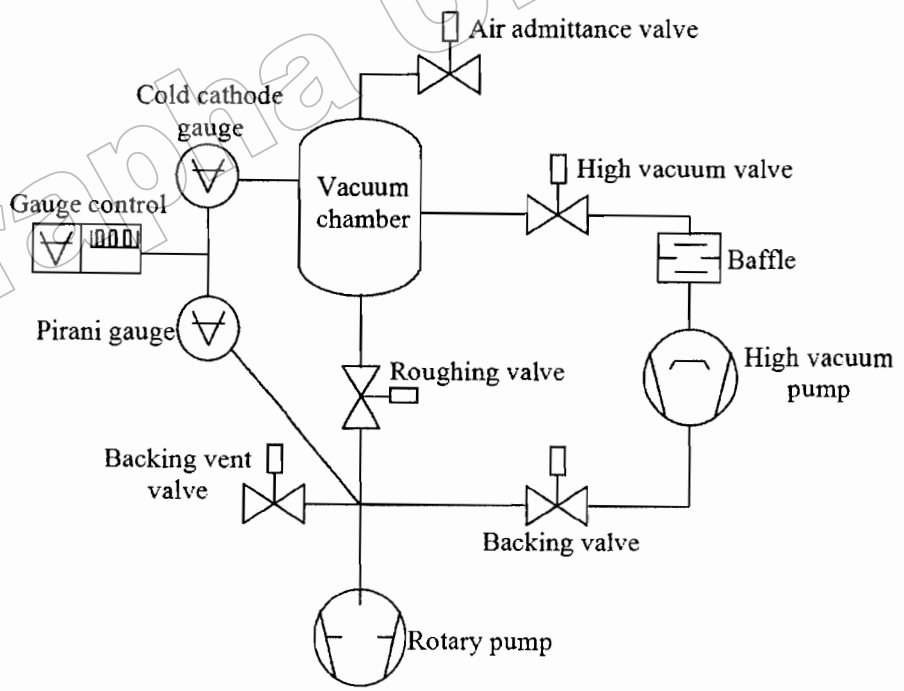
ภาพที่ 3-5 เครื่อง FE-SEM และ EDX

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

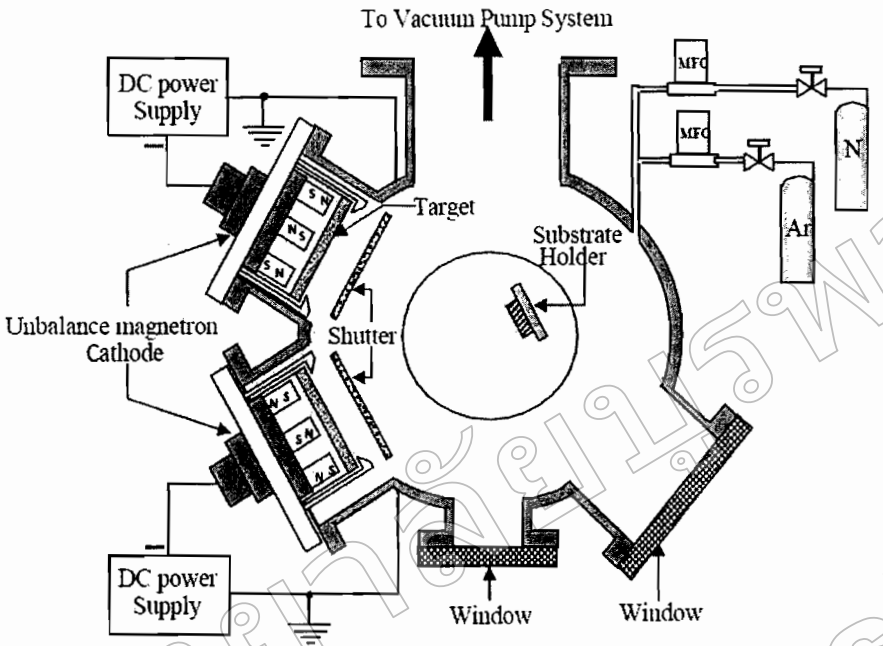
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคตีฟโคสปัตเตอริง

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (TiZrN) ในงานวิทยานิพนธ์นี้ใช้เทคนิครีแอคตีฟโคสปัตเตอริง (Reactive Co-Sputtering) ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Part System) และส่วนของระบบการเคลือบ (Coating Part System) มีรายละเอียดดังนี้

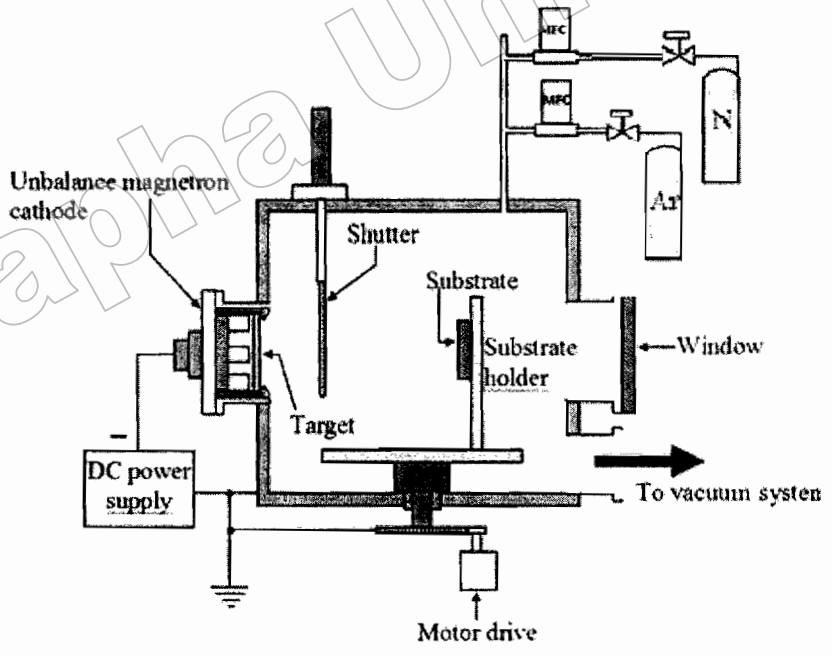
1. ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Part System) ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสเตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัด แบบพิรานี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่ง รุ่น IKR050 ภาพที่ 3-5 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ (สำหรับใช้ในการตรวจสอบระบบสุญญากาศ) ภาพที่ 3-6 และภาพที่ 3-7 เป็นไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



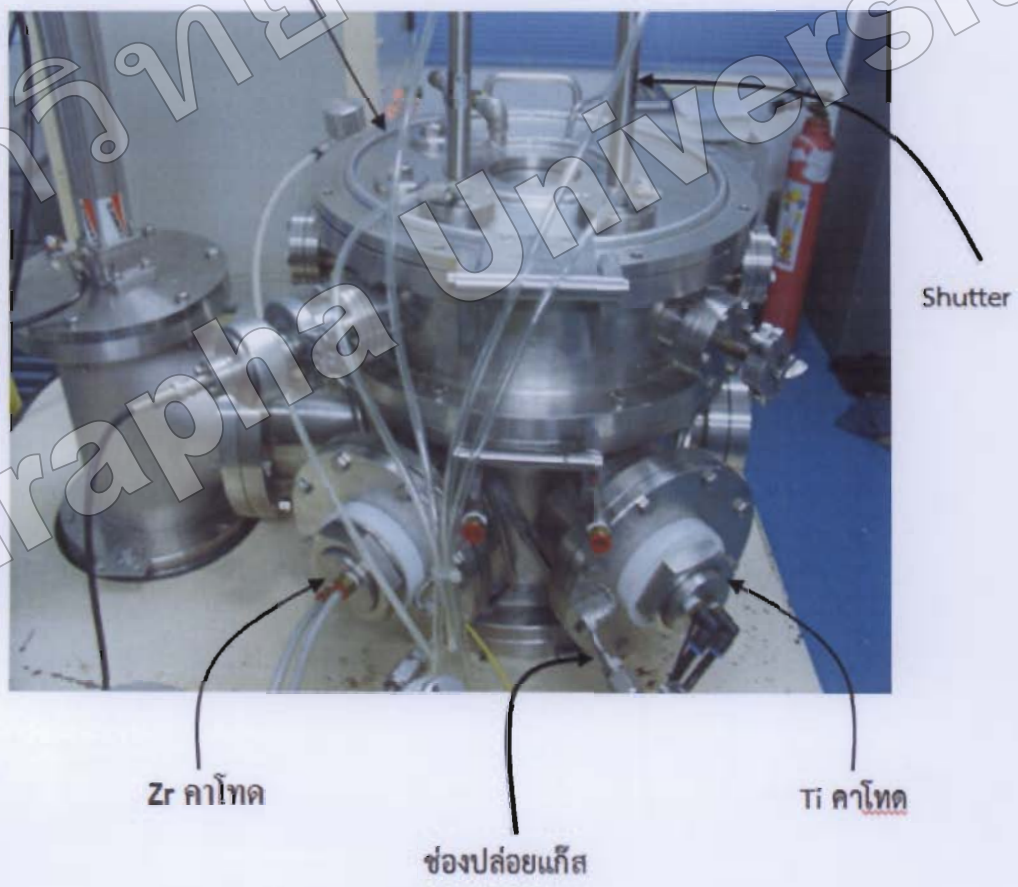
ภาพที่ 3-7 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านบน (Top View)



ภาพที่ 3-8 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านข้าง (Side View)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. ส่วนของระบบการเคลือบ (Coating Part System) เป็นส่วนสำหรับเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยการเคลือบบนวัสดุรองรับชนิดต่าง ๆ ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 75.0 mm จำนวน 2 ชุด ที่ติดตั้งด้านข้างของห้องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 1000 V 3 A สำหรับการจ่ายแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน) จะควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลของแก๊ส (Mass Flow Controller) (ภาพที่ 3-9) ภายในห้องเคลือบมีแท่นวางชิ้นงานที่กลางห้องเคลือบซึ่งสามารถหมุนและปรับระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบได้



ภาพที่ 3-9 ลักษณะ/ตำแหน่งของคาโทดทั้งสองชุดที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-10 ลักษณะภายในของห้องเคลือบและลักษณะพลาสมาขณะเคลือบ

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 3-11) 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 ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบสุญญากาศ 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

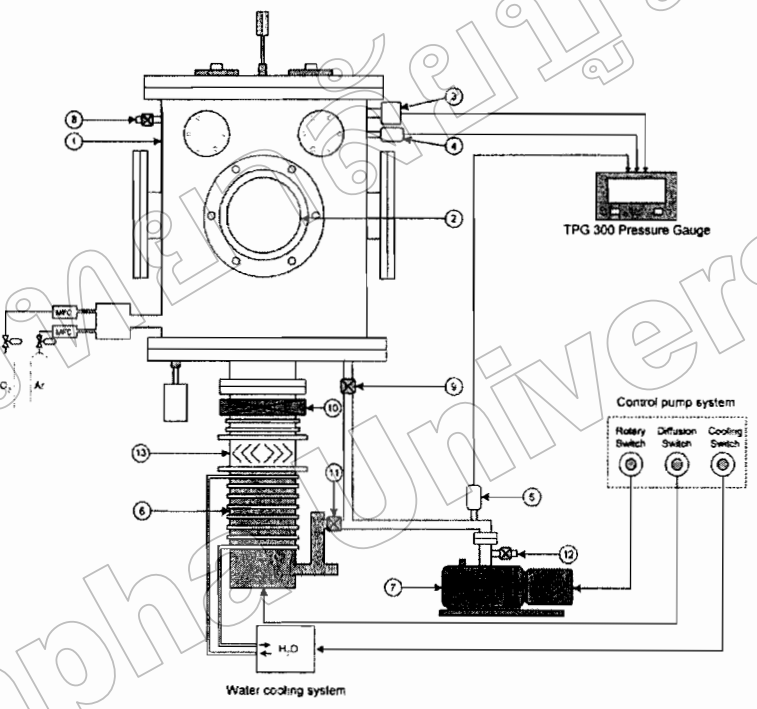
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก 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 หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบแบบแพร่ไอสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5 x 10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์



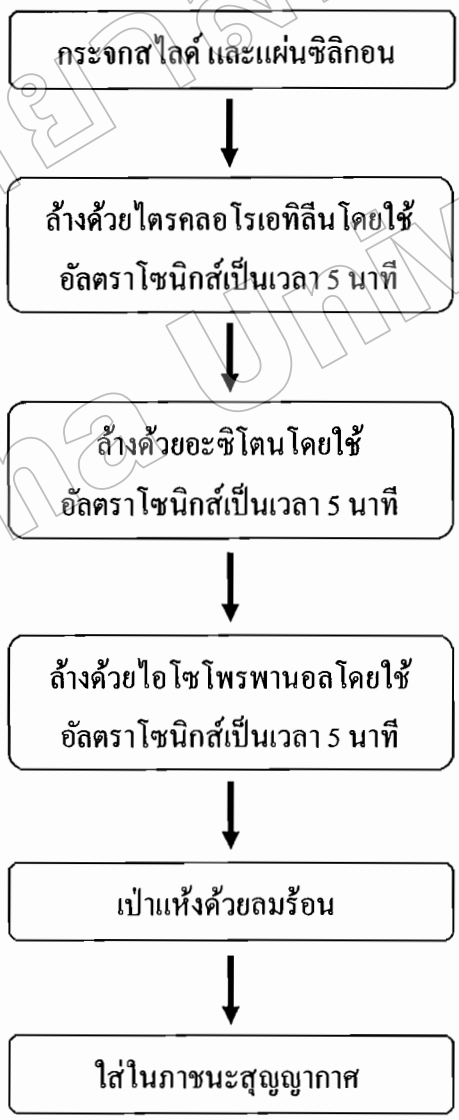
ภาพที่ 3-11 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอริง

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

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมันสารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับเริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตน โดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanal) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมคีบเป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-12



ภาพที่ 3-12 การล้างวัสดุรองรับ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าไทเทเนียมและเป้าเซอร์โคเนียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและออกซิเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดชัตเตอร์หน้าเป้าไทเทเนียมและเป้าเซอร์โคเนียม แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

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

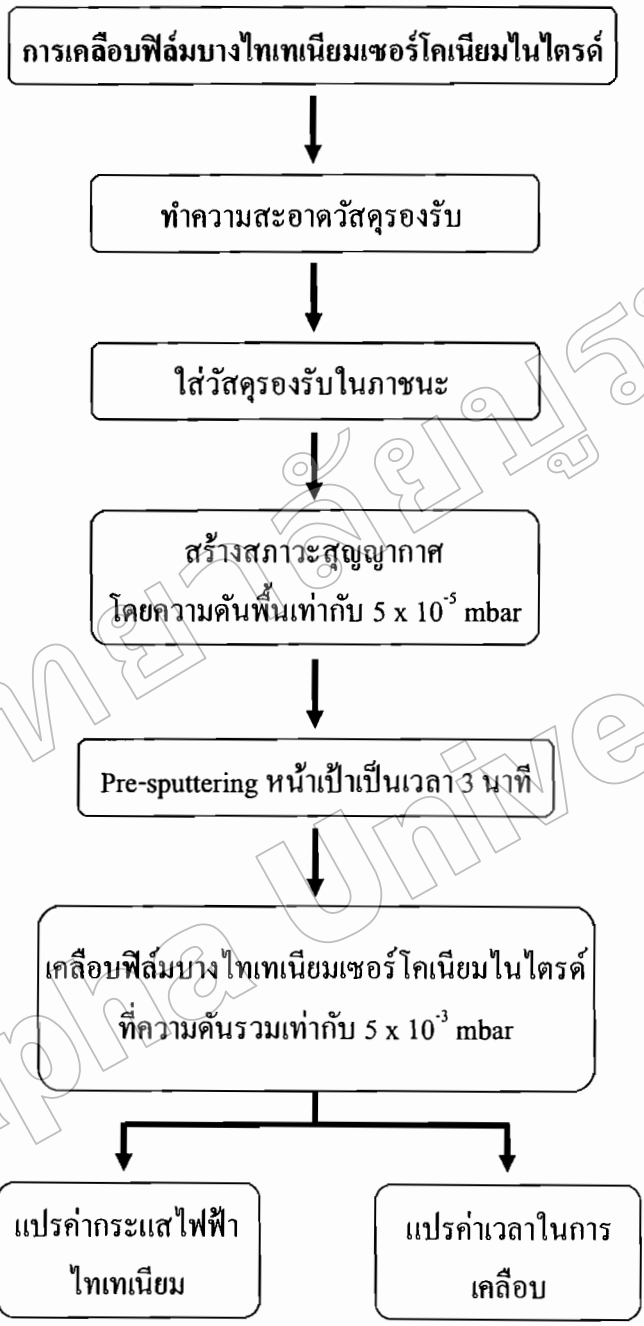
3. ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยกระบวนการ Pre-Sputtering เป็นเวลา 3 นาที

4. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง

5. จ่ายศักย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังคงปิดอยู่) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จะเริ่มการเคลือบฟิล์มบางโดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_i) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด

6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-13 การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

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

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์ม ศึกษาโดยนำแผ่นซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับที่เคลือบแล้วมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้ Cu-k_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ตรวจวัดใน Mode Low Angle ด้วยมุมตกกระทบคงที่เท่ากับ 3° กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 20° - 80° สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ปกติการระบุหรือยืนยันโครงสร้างผลึกของวัสดุใด ๆ สามารถทำได้โดยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุที่ต้องการทราบกับฐานข้อมูล JCPDS สำหรับในงานวิจัยนี้วัสดุที่ศึกษาคือ ฟิล์มไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีลักษณะเป็นสารประกอบชนิดใหม่ที่รวมตัวกันในลักษณะของสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ทำให้ยังไม่มีข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ดังนั้นการระบุหรือยืนยันโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ จึงไม่มีข้อมูลมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ จึงพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จากการแทนที่ของอะตอมเซอร์โคเนียมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ ซึ่งอะตอมเซอร์โคเนียมมีขนาดใหญ่กว่าอะตอมไทเทเนียม ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลง เมื่อเทียบกับไทเทเนียมไนไตรด์ (Hasegawa, Kimura, & Suzuki, 2000) หรือเกิดจากการแทนที่ของอะตอมไทเทเนียมในโครงสร้างของเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งอะตอมไทเทเนียมมีขนาดเล็กกว่าอะตอมเซอร์โคเนียม ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกลดลง จึงส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ดังนั้นมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งสอดคล้องกับสมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law) ดังสมการ

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

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

1.2 ขนาดผลึกของฟิล์ม สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้ Scherrer Equation ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ ดังสมการ

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

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

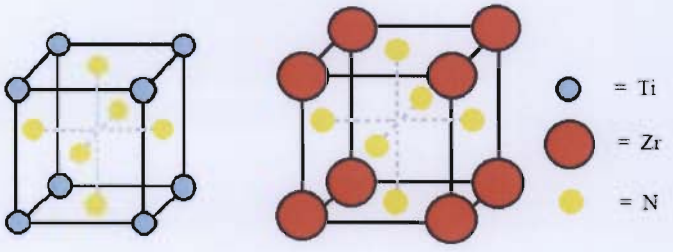
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (CuK_α = 1.5406)

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

1.3 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์ม (a, b, c) หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่ง Ramana et al. (2004) ได้ศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบาง (Ti,Zr)N แล้วพบว่ามีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (FCC) ดังภาพที่ 3-14 การแทนที่ของอะตอมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์หรือเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้น จึงส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์

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



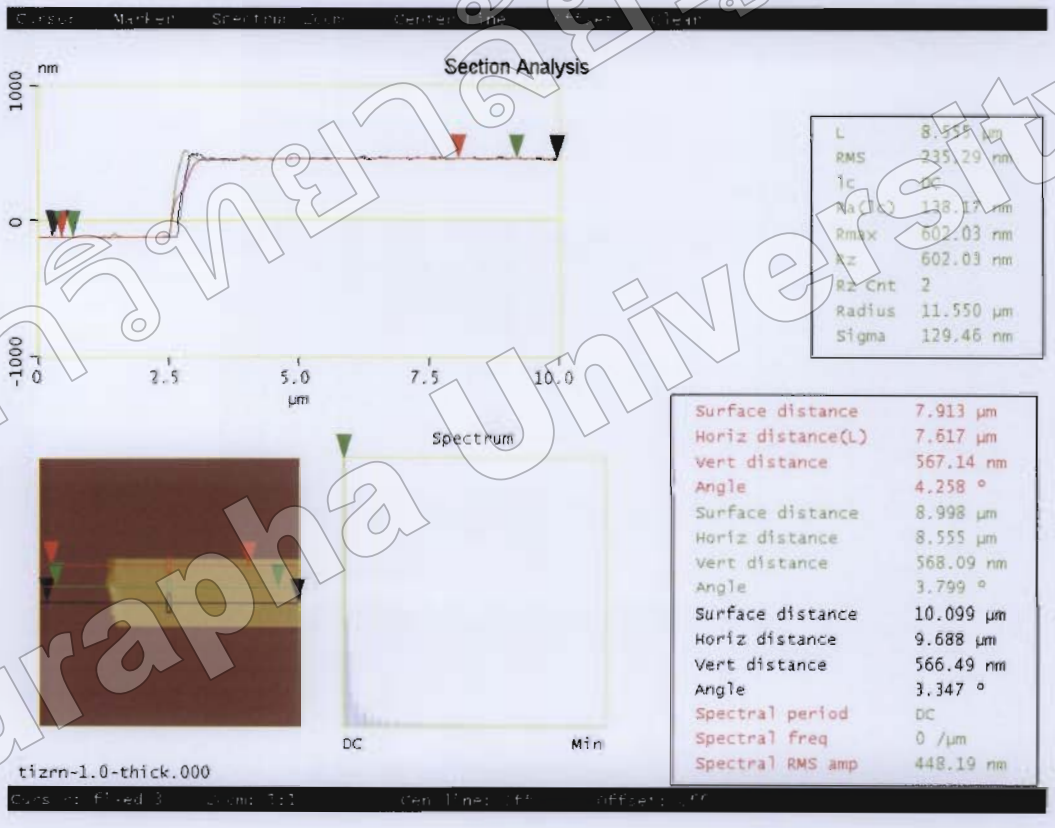
(a) (b)

ภาพที่ 3-14 ระบบผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (a) ไทเทเนียมไนไตรด์ (b) เซอร์โคเนียมไนไตรด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 การหาความหนาฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวิเคราะห์ความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไป โดยตัวคานมีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ บริเวณด้านบนจะมีแหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ และมีโฟโตดีเทคเตอร์สำหรับวัดการโค้งงอของคานยื่น แสดงผลดังภาพที่ 3-15



ภาพที่ 3-15 ตัวอย่างผลการตรวจวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

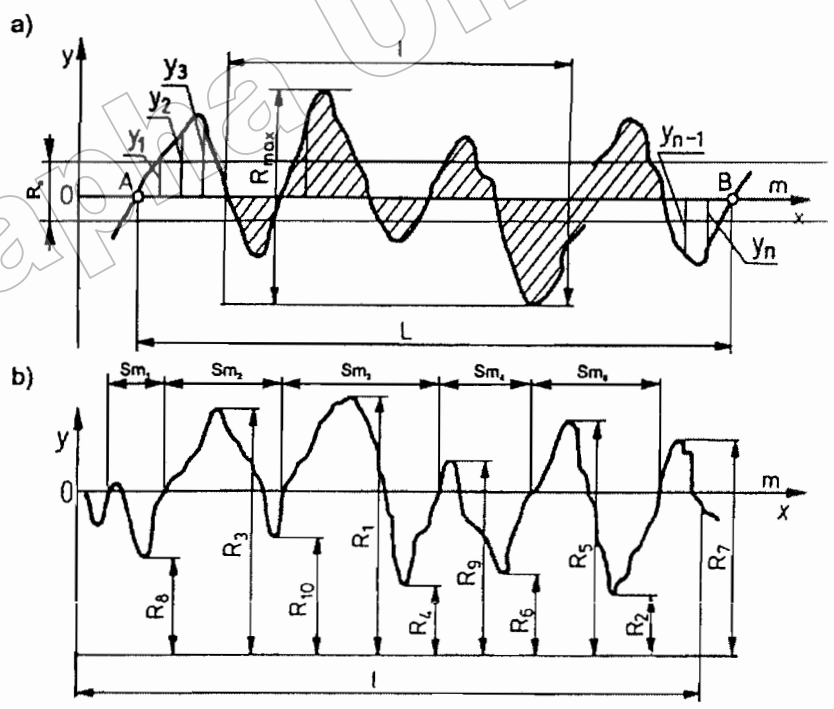
2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1 x 1 μm^2 พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิคอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานมีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์แสดงผลดังภาพที่ 3-17โดยใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (Root-Mean-Square Roughness, R_{rms}) ดังสมการ

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

เมื่อ n คือ จำนวนตำแหน่งที่มีค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของบริเวณพื้นที่ผิวที่ทำการวัด

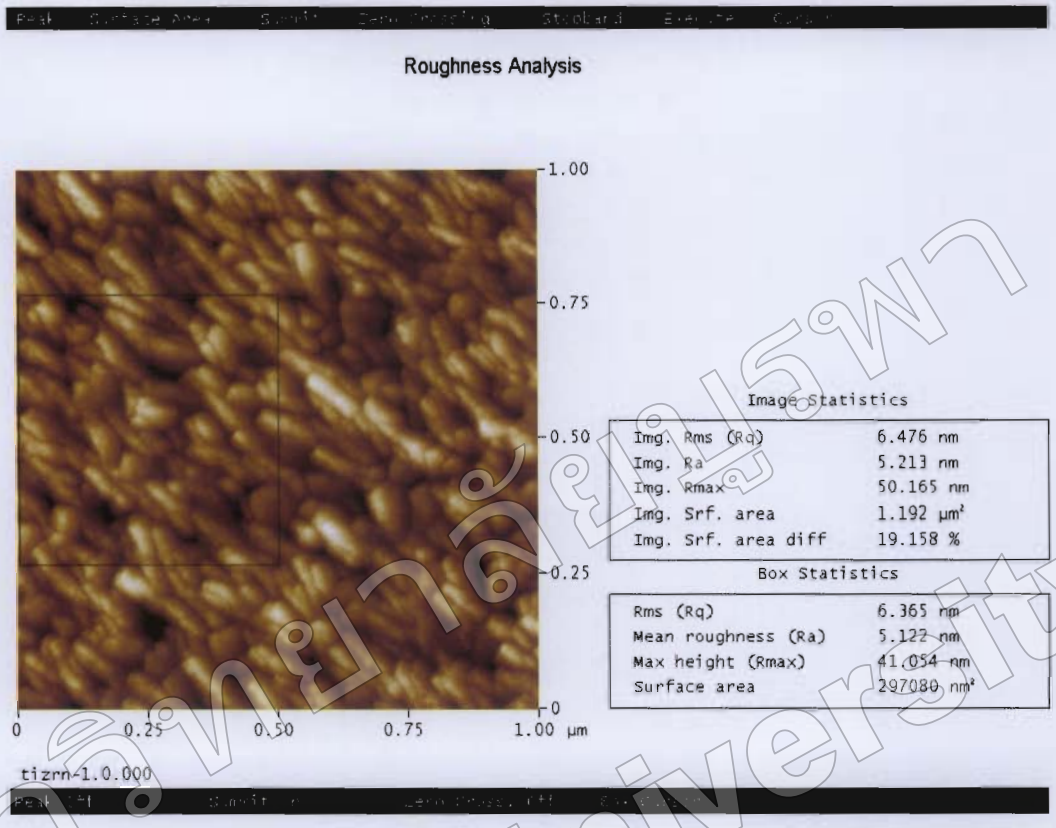
Z_i คือ ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของแต่ละตำแหน่งบนพื้นผิว

$\bar{Z}$ คือ ความสูงเฉลี่ย



ภาพที่ 3-16 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย (Burakowski, 1998)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-17 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

แนวทางการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพ ซึ่งผู้วิจัยได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 การทดลอง โดยแต่ละการทดลองมีขั้นตอนการทดลองสรุปได้ดังนี้

<u>การทดลองที่ 1</u> ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

<u>วัตถุประสงค์</u> เพื่อหากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

<u>วิธีการทดลอง</u>

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมในกระบวนการเคลือบ เพื่อหากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 13 cm แล้วสร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-1 โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 8 sccm : 6 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 0.6 A, 0.8 A และ 1.0 A ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	13
อัตราไหลแก๊สอาร์กอนต่อไนโตรเจน (sccm)	8 : 6
กระแสไฟฟ้าไทเทเนียม (A)	0.6, 0.8, 1.0
เวลาเคลือบ (min)	60

การทดลองที่ 2 ผลของเวลาในการเคลือบ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของเวลาในการเคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาในกระบวนการเคลือบต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าเวลาในกระบวนการเคลือบ เพื่อศึกษาผลของเวลาต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยการทดลองนี้แปรค่าเวลาในกระบวนการเคลือบ แล้วสร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-2 โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 8 sccm : 6 sccm และแปรค่าเวลาในการเคลือบเท่ากับ 15, 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar กระแสไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบคงที่ (การทดลองที่ 1)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมี

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาการเคลือบต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	13
อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจน (sccm)	8 : 6
เวลาเคลือบ (min)	15, 30, 45, 60

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University