

บทที่ 4

ผลการวิจัย

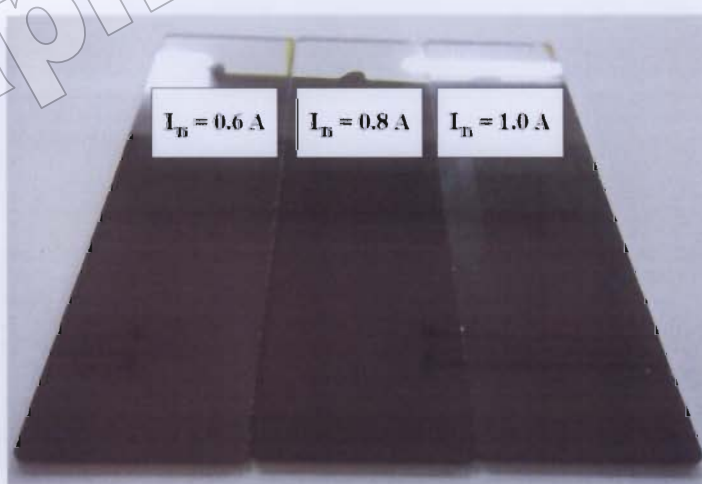
บทนี้เป็นถึงข้อมูลจากการทดลองตามแนวทางการศึกษาในบทที่ 3 ซึ่งแบ่งเป็นผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม และผลของเวลาในการเคลือบต่อ โครงสร้างฟิล์ม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีอิเล็กโตรไลซิส โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม 3 ค่า คือ 0.6 A, 0.8 A และ 1.0 A ตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่างๆในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี ฟิล์มมีสีดำเข้มขึ้น เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 4-1

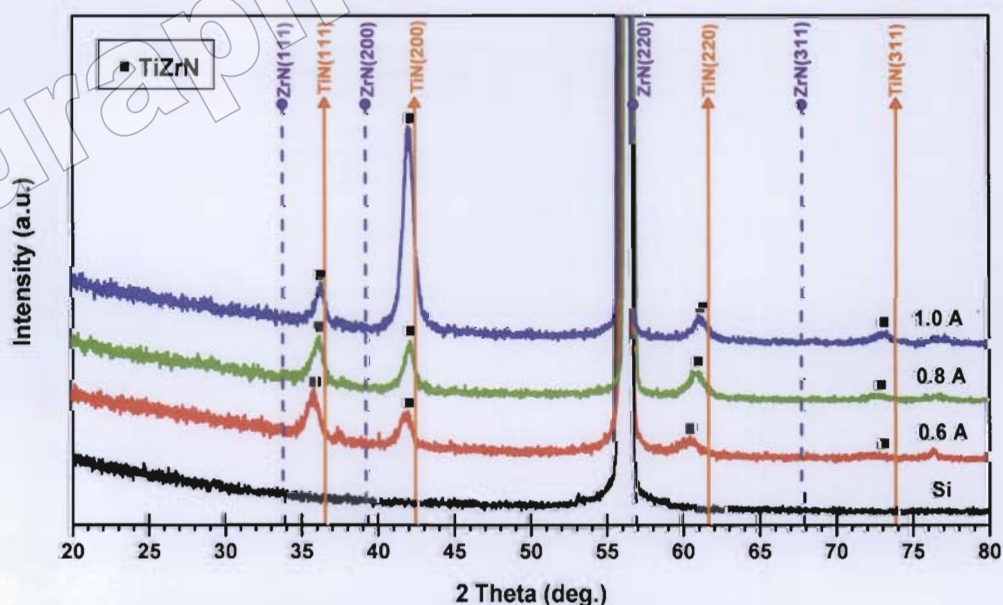


ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่างๆ

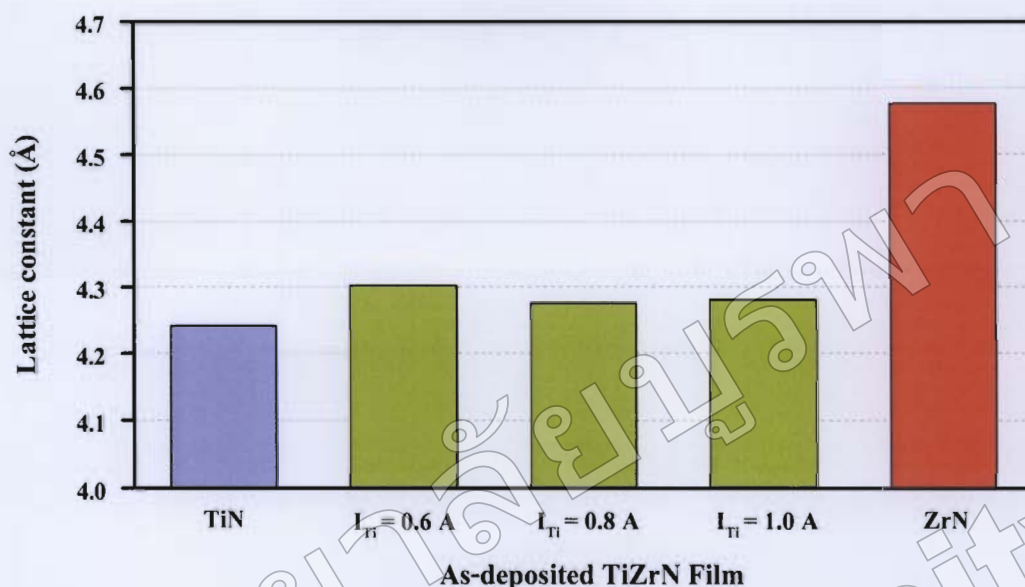
2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่เคลือบเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 0.6 A, 0.8 A และ 1.0 A พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เหมือนกันทุกเงื่อนไขการเคลือบ แตกต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่านั้น จากผล XRD ของฟิล์มที่ได้เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 0.6 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 35.92° , 41.96° , 60.70° และ 76.56° ขณะที่เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 0.8 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.22° , 42.22° และ 61.02° และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 1.0 A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.38° , 42.16° , 61.26° และ 73.34° สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 381420 และ 311493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางของไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามลำดับ โดยมีระนาบ (200) เป็น preferred orientation



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่างๆ



ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 381420 และ 311493 ตามลำดับ หาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ ไม่ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.27 Å - 4.30 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามมาตรฐาน JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์หาได้จาก Scherrer equation โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้น โดยมีค่าในช่วง 18.6 nm ถึง 24.7 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-2

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

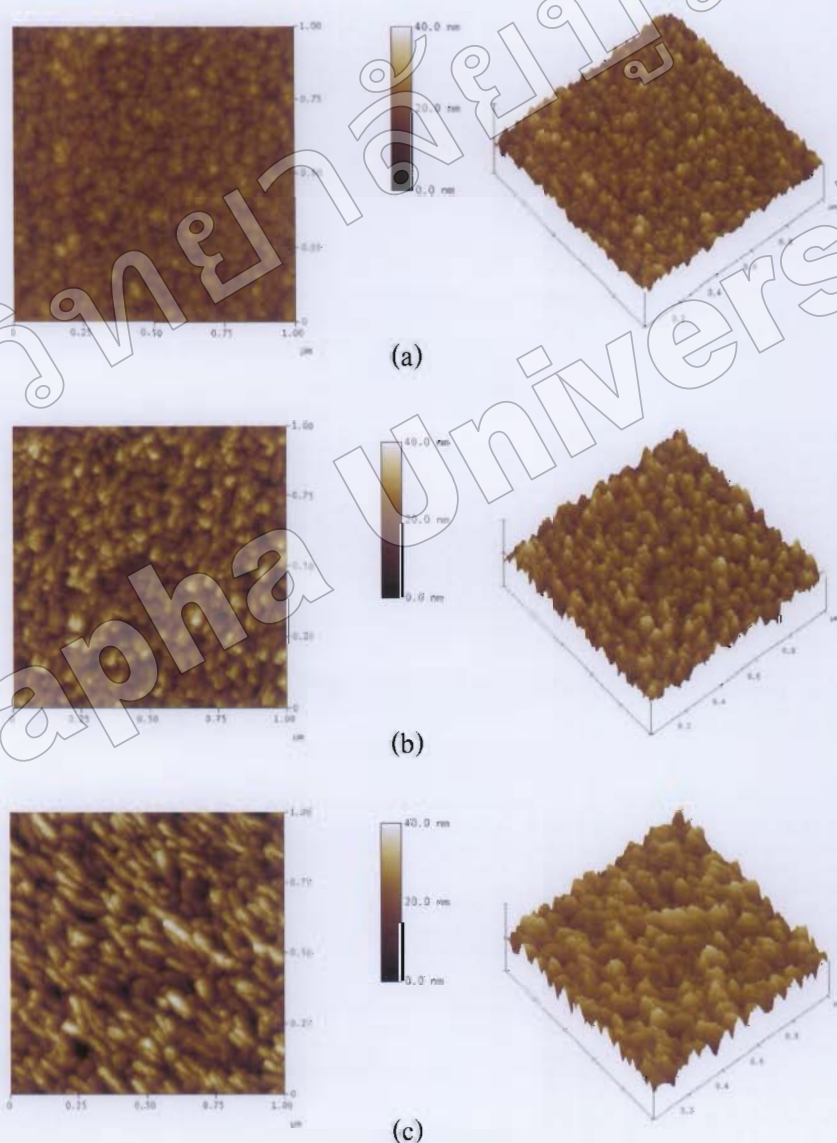
ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		กระแสไทเทเนียม (A)		
	TiN	ZrN	0.6	0.8	1.0
	JCPDS No. 381420	JCPDS No. 311493			
$a = b = c$ (Å)	4.241	4.574	4.303	4.278	4.283
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

กระแสไทเทเนียม (A)	ระนาบ (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
0.6 A	0.007	18.6
0.8 A	0.006	21.2
1.0 A	0.005	24.7

3. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-4 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่กระแสของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าที่ผิวหน้าของฟิล์มมีเกรนลักษณะเล็กแหลมขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกันกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อเพิ่มกระแสของเป้าไทเทเนียมจาก 0.6 A เป็น 1.0 A ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบผิวเพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4-3



ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

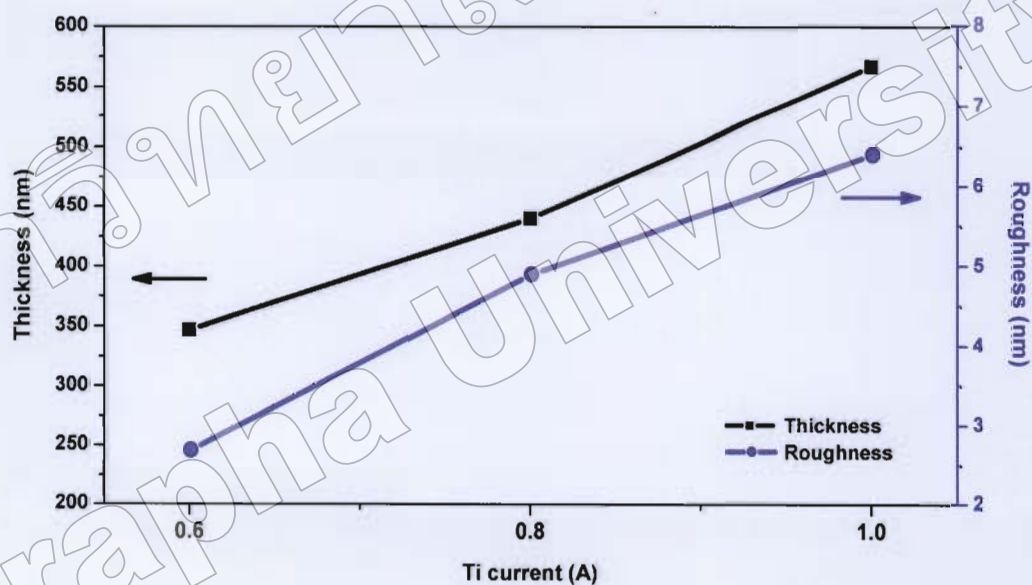
(a) 0.6 A

(b) 0.8 A

(c) 1.0 A

ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

กระแสไทเทเนียม (A)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
0.6	347	2.7
0.8	440	4.9
1.0	567	6.5

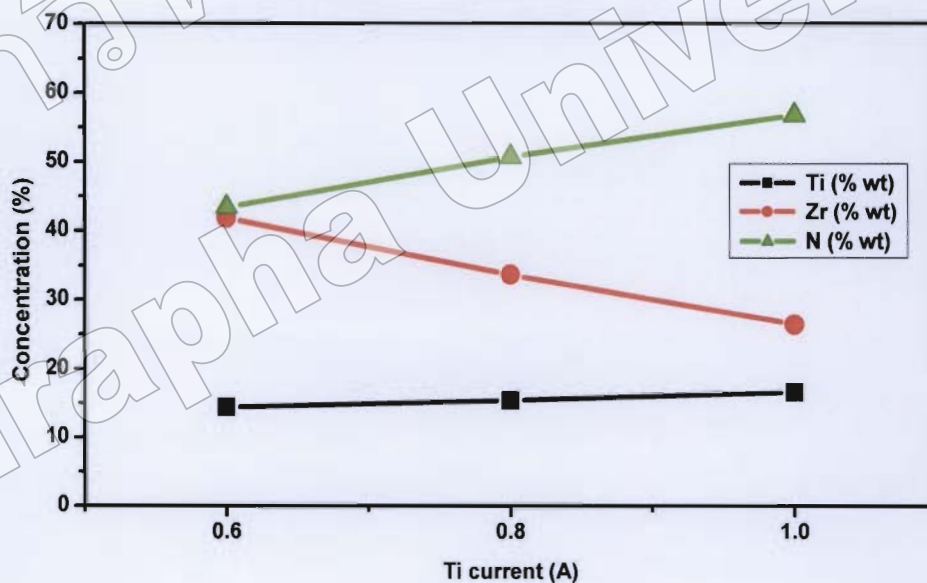


ภาพที่ 4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-6 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม (Ti) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.6 A เป็น 1.0 A องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ ไทเทเนียมและไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 14.4% เป็น 16.6% และ 43.4% เป็น 56.8% ตามลำดับ ขณะที่เซอร์โคเนียมลดลงจาก 41.8% เป็น 21.3 %

จากการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม พบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม มีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ดังนั้นจึงเลือกกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 1.0 A ไปใช้ในการทดลองต่อไป



ภาพที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

ผลของเวลาในการเคลือบ

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟโคสปีดเตอริง โดยแปรค่าเวลาในการเคลือบเท่ากับ 15, 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ ประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่เลดทิส ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยเวลาการเคลือบต่างๆในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าฟิล์มมีสีดำ ลักษณะเรียบเนียน ผิวหน้าฟิล์มที่เคลือบนาน 15 นาที มีการส่งผ่านแสงได้บางส่วน เมื่อเคลือบด้วยเวลานานขึ้นจนถึง 60 นาที พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ส่งผ่านแสงได้น้อยลงและมีสีดำทึบ ดังแสดงในภาพที่ 4-7



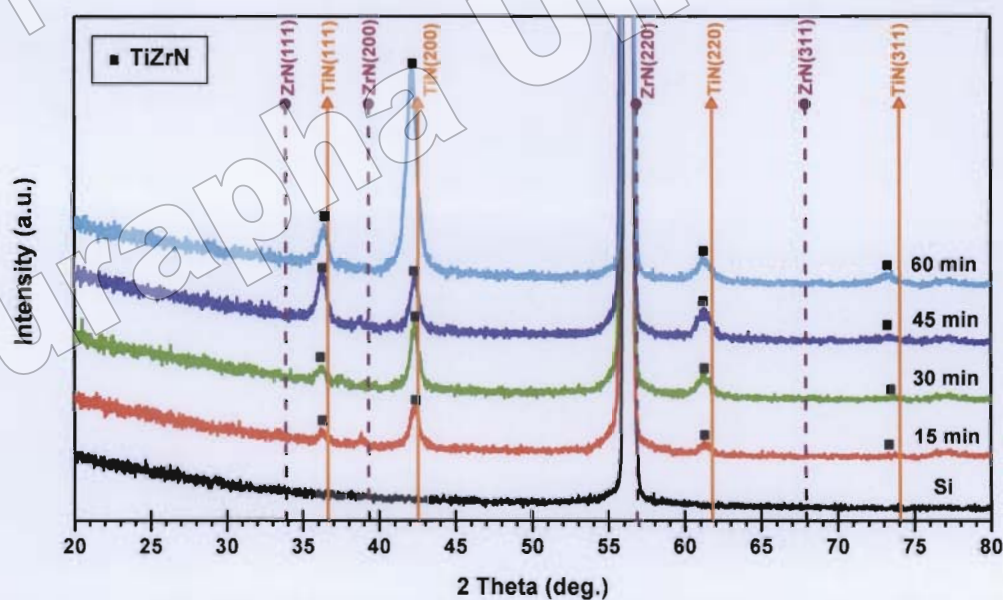
ภาพที่ 4-7 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยเวลาในการเคลือบต่าง ๆ

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบจาก 15 นาที ถึง 60 นาที พบว่าฟิล์มที่ได้ทั้งหมดแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เหมือนกันทุกเงื่อนไขการเคลือบ แตกต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่านั้น

จากผล XRD ของฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลา 15 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.26° , 42.38° และ 61.36° ขณะที่เมื่อเคลือบด้วยเวลา 30 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.22° , 42.36° และ 61.28° เมื่อเคลือบด้วยเวลา 45 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.28° , 42.38° และ 61.26° และเมื่อเคลือบด้วยเวลา 60 นาที พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.38° , 42.16° , 61.26° และ 73.34° สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 381420 และ 311493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางของไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามลำดับ โดยมีระนาบ (200) เป็น preferred orientation



ภาพที่ 4-8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์หาได้จาก Scherrer equation โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น ผลึกมีขนาดค่อนข้างคงที่ โดยมีค่าในช่วง 24.3 nm ถึง 24.7 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-5

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ

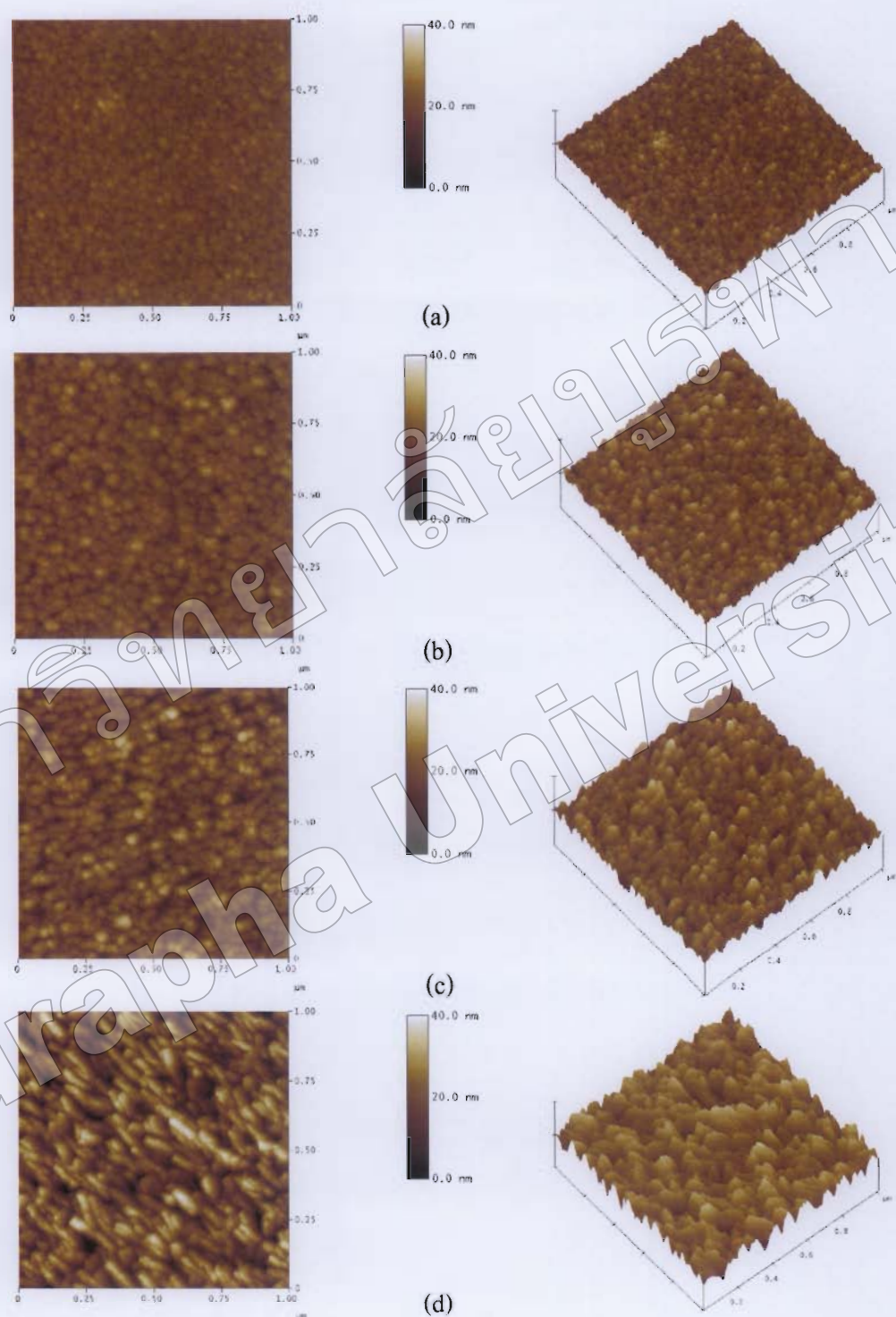
ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		เวลาในการเคลือบ (min)			
	TiN	ZrN	15	30	45	60
	JCPDS No. 381420	JCPDS No. 311493				
$a = b = c$ (Å)	4.241	4.574	4.262	4.264	4.262	4.283
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ

เวลาในการเคลือบ (min)	ระนาบ (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
15	0.005	24.7
30	0.005	24.7
45	0.005	24.3
60	0.005	24.7

3. ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-9 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าที่ผิวหน้าของฟิล์มมีเกรนลักษณะเล็กแหลมขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกันกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม สำหรับความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบจาก 15 นาที เป็น 60 นาที ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบผิวเพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4-6



ภาพที่ 4-9 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโพลิเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM โดยเคลือบที่เวลาต่าง ๆ

(a) 15 นาที

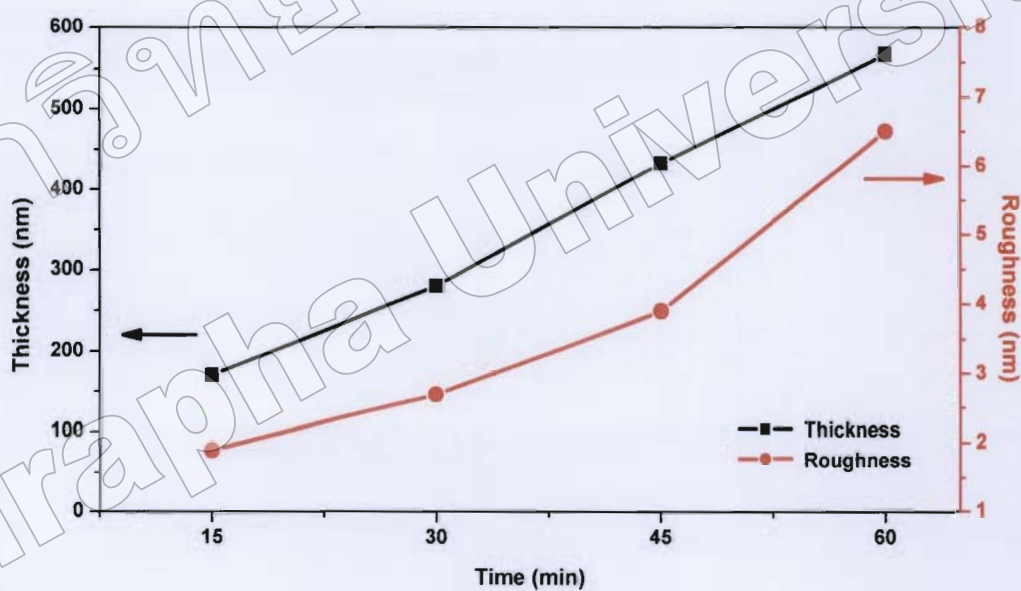
(b) 30 นาที

(c) 45 นาที

(d) 60 นาที

ตารางที่ 4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
เคลือบที่เวลาต่างๆ

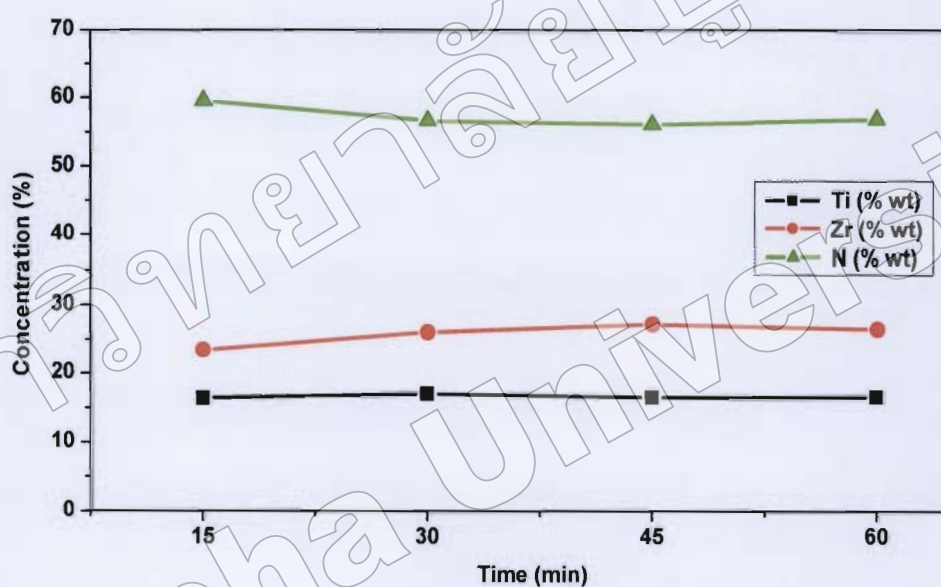
เวลาในการเคลือบ (min)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
15	170	1.9
30	280	2.7
45	432	3.9
60	567	6.5



ภาพที่ 4-10 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์
เคลือบที่เวลาต่างๆ

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-11 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม (Ti) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นจาก 15 นาที เป็น 60 นาที องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไม่มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยไทเทเนียม เซอร์โคเนียม และไนโตรเจนมีค่าประมาณ 16% 26% และ 58% ตามลำดับ



ภาพที่ 4-11 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาต่าง ๆ