

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก ก

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants) และขนาดผลึก (Crystallite Size)

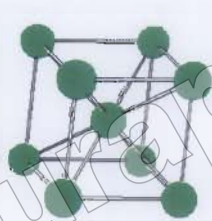
การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants)

แลตทิซ ผลึก และหน่วยเซลล์

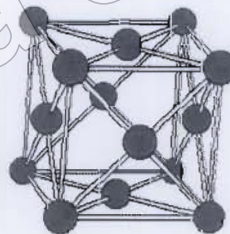
วัสดุต่าง ๆ มีโครงสร้างภายในแตกต่างกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับรูปแบบการจัดอะตอมหรือไอออนในโครงสร้าง ถ้าอะตอมหรือไอออนในโครงสร้าง ถ้าอะตอมไอออนมีรูปแบบเฉพาะของการจัดตัว และซ้ำรูปแบบนั้นอย่างสม่ำเสมอทั้ง 3 มิติ ก็จะได้ โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) วัสดุที่มีโครงสร้างผลึก ได้แก่ เซรามิกส์ โลหะ และโลหะผสมชนิดต่าง ๆ ในสภาพของแข็ง เป็นต้น ความหมายของผลึกอธิบายโดยง่าย

ผลึก (Crystal) = แลตทิซ (Lattice) + อะตอมมูลฐาน (Basic Atom)

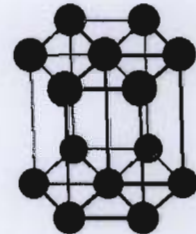
แลตทิซ คือ โครงข่าย 3 มิติ จุดตัดของโครงข่ายเรียกว่า จุดแลตทิซ (Lattice Point) สิ่งที่อยู่รอบจุดแลตทิซทุกจุดจะเหมือนกัน ตำแหน่งที่เป็นจุดแลตทิซ 1 จุด แทนอะตอม 1 อะตอม และเรียกอะตอมทั้งหมดที่อยู่ใน โครงข่ายว่าอะตอมมูลฐาน ดังนั้น ผลึก คือแลตทิซ ที่มีอะตอมเข้าไปอยู่อย่างสม่ำเสมอในรูปแบบใดรูปแบบหนึ่ง การซ้ำกันภายในหน่วยแลตทิซทำให้สามารถแบ่งแลตทิซออกเป็นหน่วยย่อยได้ หน่วยย่อยที่เล็กที่สุดที่ยังคงมีรูปแบบและสมบัติเช่นเดียวกันกับผลึก เรียกว่า หน่วยเซลล์ (Unit Cell) สำหรับค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constant) ของหน่วยเซลล์ บอกถึงขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์นั้น



Body Centered Cubic; BCC

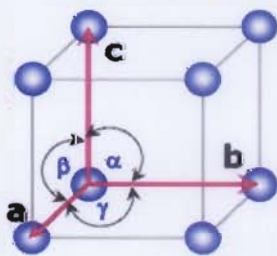


Face Centered Cubic; FCC



Hexagonal Close Packed; HCP

ภาพที่ ก-1 หน่วยเซลล์แบบต่าง ๆ



$a, b,$ และ c เป็นเวกเตอร์ของหน่วยเซลล์

มีหน่วยเป็น อังสตรอม (Å) โดยที่ 1 Angstrom = 10^{-10} m

α, β, γ เป็นมุมระหว่างเวกเตอร์

ภาพที่ ก-2 ค่าคงที่แลตทิซของหน่วยเซลล์

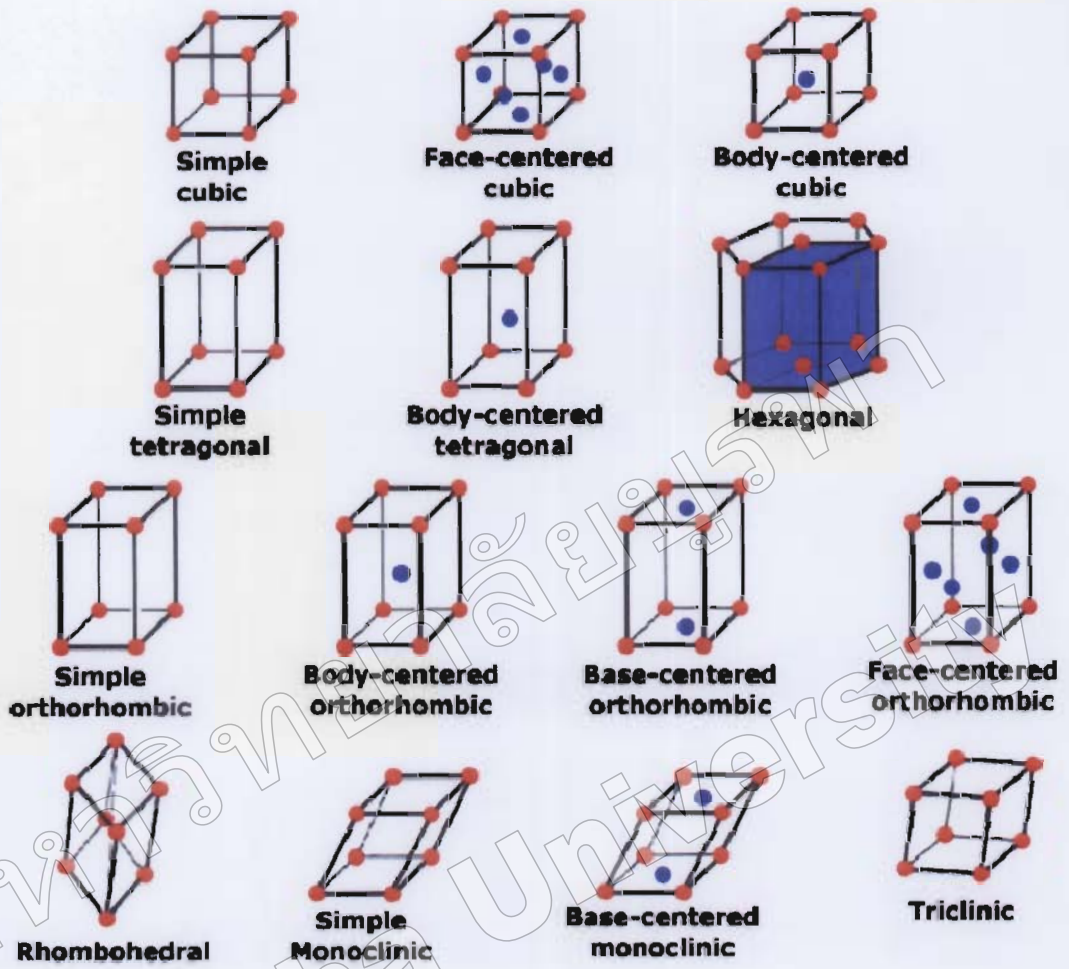
ระบบผลึกและแลตทิซบราวส์

หน่วยเซลล์ของผลึกต่างชนิดกันมีค่าคงที่แลตทิซคนละชุดกัน จากค่าที่เป็นไปได้ทั้งหมดของค่าคงที่แลตทิซ ทำให้จัดระบบผลึกได้ 7 ระบบ (ตารางที่ ก-1)

ตารางที่ ก-1 ระบบผลึกและค่าคงที่แลตทิซ

ระบบผลึก	แกน	มุมระหว่างแกน
คิวบิก	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
เตตระโกนอล	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
ออร์โธโรมบิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
โมโนคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ, \beta \neq 90^\circ$
ไตรคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
เฮกซะโกนอล	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
รอมโบฮีดรัล	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$

ที่มา: Van Vlack, L.H., 1980, หน้า 73



ภาพที่ ก-3 หน่วยเซลล์ 14 แบบในแลตทิซบราวเอร์ลี่

สูตรคำนวณระยะห่างระนาบในระบผลึก (d-spacing) ต่าง ๆ

$$\text{คิวบิก (Cubic) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (\text{ก-1})$$

$$\text{เตตระโกนอล (Tetragonal) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{ก-2})$$

$$\text{ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{ก-3})$$

$$\text{เฮกซะโกนอล (Hexagonal) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{ก-4})$$

$$\text{รอมโบฮีดรัล (Rhombohedral) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha)} \quad (\text{ก-5})$$

$$\text{โมนอคลินิก (Monoclinic) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right) \quad (\text{ก-6})$$

$$\text{ไตรคลินิก (Triclinic) :} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl) \quad (\text{ก-7})$$

สำหรับสมการของระบบไตรคลิก ตัวแปรต่าง ๆ มีความสัมพันธ์กับแลตทิซพารามิเตอร์ ดังนี้

$$V = abc\sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma} \quad (\text{ปริมาตรของหน่วยเซลล์})$$

$$S_{11} = b^2 c^2 \sin^2 \alpha$$

$$S_{22} = a^2 c^2 \sin^2 \beta$$

$$S_{33} = a^2 b^2 \sin^2 \gamma$$

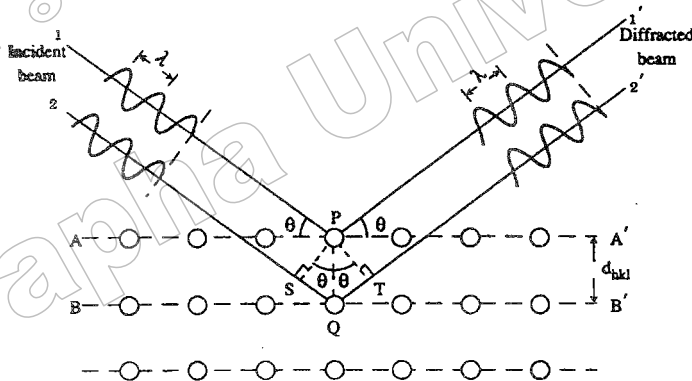
$$S_{12} = abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)$$

$$S_{23} = a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$S_{13} = ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$$

เอกสารอ้างอิง: [Cullity, หน้า 501-502]

กฎของแบรกก์ (Bragg's law)



ภาพที่ ก-4 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{ก-8})$$

เมื่อ d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ($h k l$) (d-spacing)

θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อน เมื่อวัดจากแนวระนาบ (ในหน่วย radians)

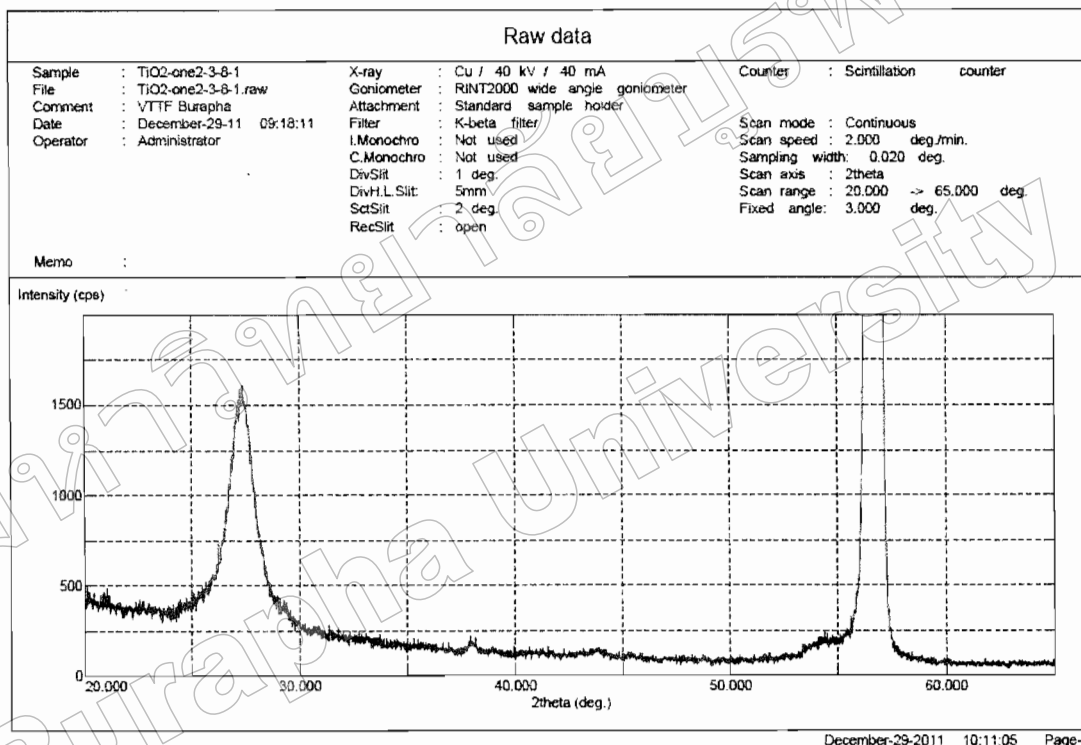
n ลำดับการสะท้อน

λ ความยาวคลื่น ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)

การคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบผลึกแบบเตตระโกนอล และค่าคงที่แลตทิซ

จากสมการ (ก-2) เตตระโกนอล (Tetragonal) : $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$

ตัวอย่าง ก-1 การคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบผลึก และค่าคงที่แลตทิซ
ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์



ภาพที่ ก-5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์

หมายเหตุ การแปลงมุมองศาเป็นเรเดียน $1^\circ = \frac{\pi}{180} \text{ radian}$

วิธีการคำนวณระยะห่างระนาบผลึก

วิธีทำ จากสมการที่ (ก-8) จะได้ $d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2\sin\theta}$

ที่ระนาบ (110) $d_{110} = \frac{1.5406 \text{ \AA}}{2\sin(0.236)} ; \theta = 13.67^\circ = 0.236 \text{ rad}$

$$d_{110} = 3.259 \text{ \AA}$$

ที่ระนาบ (101) $d_{101} = \frac{1.5406 \text{ \AA}}{2\sin(0.316)} ; \theta = 18.11^\circ = 0.316 \text{ rad}$

$$d_{101} = 2.478 \text{ \AA}$$

วิธีการคำนวณค่าคงที่แลตทิซ

นำระยะห่างระนาบผลึกจากตอนที่ 1 และ hkl ไปแทนในสมการที่ (ก-2)

วิธีทำ จากสมการที่ (ก-2) $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$

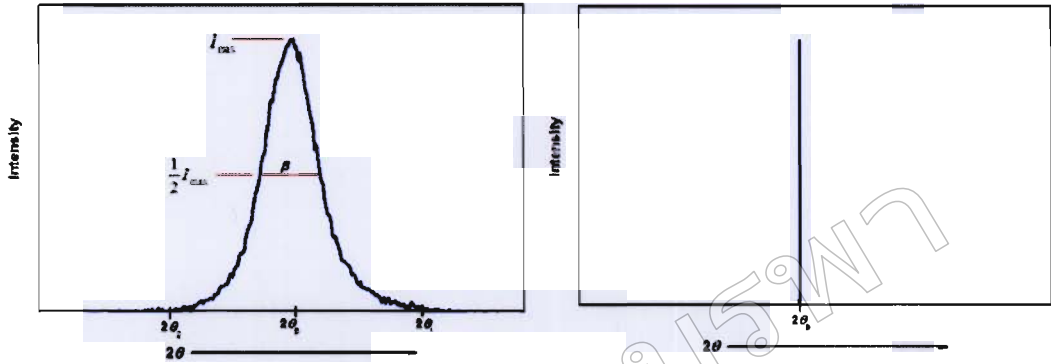
ที่ระนาบ (110); $\frac{1}{(3.259)^2} = \left(\frac{1}{a^2}\right)$

ดังนั้น $a = 4.609 \text{ \AA}$

$$\frac{1}{(3.259)^2} = \frac{1}{(4.610)^2} + \left(\frac{1}{c^2}\right)$$

ดังนั้น $c = 2.939 \text{ \AA}$

การคำนวณขนาดผลึก (Crystallite Size)



ภาพที่ ก-6 Effect of crystallite size on diffraction curves (Schematic) (Cullity, 1978)

Seherrer Equation
$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_{\beta}} \quad (\text{ก-9})$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มบางไทเทเนียม ไดออกไซด์ หน่วย นาโนเมตร (nm)

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$)

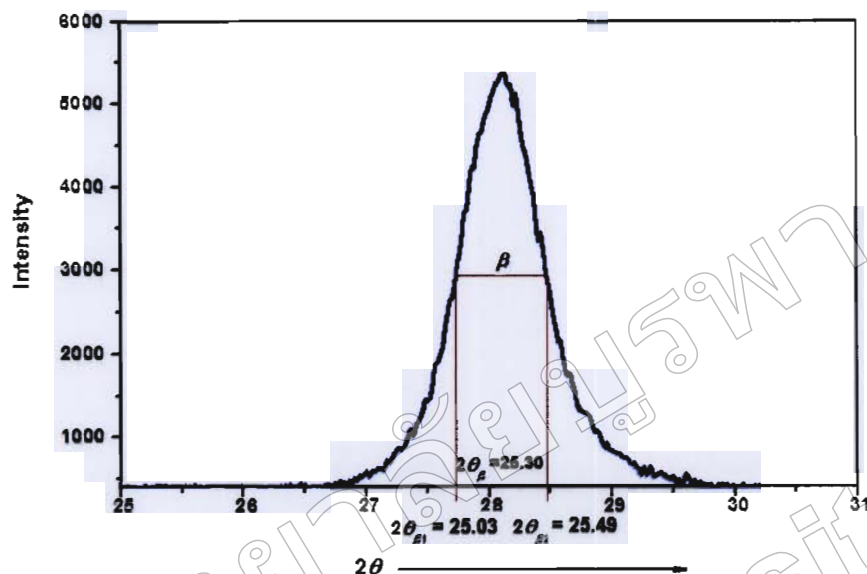
θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีก หน่วย เรเดียน

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีกที่มีค่าความเข้มสูงสุด

(Full width at half maximum; FWHM) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ ก-10

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2} \quad (\text{ก-10})$$

ตัวอย่าง ก-2 การคำนวณขนาดผลึก



ภาพที่ ก-7 การหาความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

แสดงวิธีคำนวณขนาดผลึก

หาค่า β จากสมการ ก-10 จะได้ว่า

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2}$$

$$\beta = \frac{25.49 - 25.03}{2} = 0.0042 \text{ 弧度}$$

แทนค่า β ลงในสมการ ก-9 จะได้ว่า

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_{\beta}} ; \cos \theta_{\beta} = 0.976 \text{ 弧度}$$

$$L = \frac{(0.9)(0.15406 \text{ nm})}{(0.0042)(0.976)} = 33.92 \text{ nm}$$

ดังนั้น ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ 33.92 nm

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก ข

ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

ที่ ศธ ๐๕๑๓.๒๐๑๐๓ (๓) / ๒๕๕๔



มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
วิทยาเขตกำแพงแสน
๑ ถนนกำแพงแสน อ.กำแพงแสน
จ.นครปฐม ๗๓๑๔๐

๑๕ ตุลาคม ๒๕๕๕

เรื่อง ตอบรับการร่วมประชุมวิชาการ

เรียน คุณดลลักษณ์ มานพ

ด้วยมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ได้จัดสัมมนาวิชาการและประชุมวิชาการ ครั้งที่ ๙ ระหว่างวันที่ ๖-๗ ธันวาคม พ.ศ. ๒๕๕๕ ในงานเกษตรกำแพงแสน ประจำปี ๒๕๕๕ ภายใต้คำขวัญ "ตามรอยพระยุคลบาท เกษตรศาสตร์กำแพงแสน" เพื่อให้อาจารย์ นักวิจัย นิสิต นักศึกษา ในระดับอุดมศึกษา ตลอดจนภาคเอกชนได้มีโอกาสเผยแพร่ผลงานทางวิชาการสู่สาธารณะและทำให้เกิดการกระตุ้นการสร้างผลงานวิจัย การแลกเปลี่ยนความคิดเห็น และประสบการณ์เชิงวิชาการที่นำไปสู่การใช้ประโยชน์

ตามที่ท่านได้เสนอผลงานเข้าร่วมประชุมวิชาการครั้งที่ ๙ ระหว่างวันที่ ๖-๗ ธันวาคม ๒๕๕๕ ณ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน จ.นครปฐม นั้น บัดนี้ คณะกรรมการฝ่ายสัมมนาวิชาการ และจัดประชุมวิชาการ ขอแจ้งให้ทราบว่า ผลงานของท่านได้ผ่านการพิจารณาและตอบรับการเข้าร่วมประชุมวิชาการดังกล่าว โดยท่านสามารถตรวจสอบกำหนดการ และสถานที่ในการนำเสนอผลงานทางวิชาการได้ที่ เว็บไซต์ <http://researchconference.kps.ku.ac.th/> ภายในวันศุกร์ที่ ๒๓ พฤศจิกายน ๒๕๕๕

จึงเรียนมาเพื่อโปรดทราบ

ขอแสดงความนับถือ

(รองศาสตราจารย์สมบัติ ชินวงษ์)

รองอธิการบดีวิทยาเขตกำแพงแสน

ปฏิบัติราชการแทนอธิการบดีมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

กองบริการการศึกษา (กำแพงแสน)

โทร. (๐๓๔) ๒๘๑๐๕๕-๖

โทรสาร. (๐๓๔) ๒๘๑๐๕๕ ต่อ ๑๑๖



ตามรอยพระยุคลบาท เกษตรศาสตร์ก้าวหน้า



การประชุมวิชาการแห่งชาติ

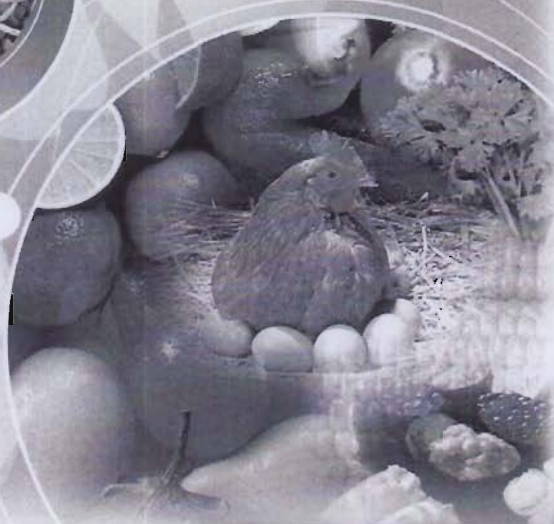
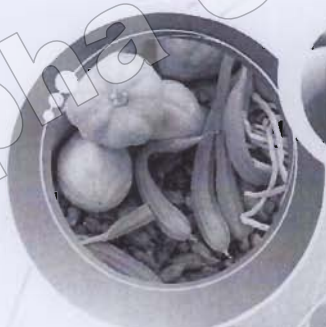
มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน

The 9th KU-KPS Conference

ครั้งที่ 9

6-7 ธันวาคม 2555

มหาวิทยาลัยกำแพงแสน
Burapha University



การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ที่เคลือบด้วย
วิธีดีซีรีแอคทีฟแมกเนตรอนสเปคโตร

Preparation and Characterization of Titanium Oxide Thin Film Deposited by
DC Reactive Unbalanced Magnetron Sputtering Method

ดลลักษณ์ มานพ^{1,3} สุรีย์ ทองวานิชนิยม² วิเชียร ศิริพรหม^{2,3} อติคร บुरนางวงศ์^{1,3}

สุรสิงห์ ไชยคุณ^{1,3} และ นิรันดร์ วิทิตอนันต์^{1,3}

Dholluck Manop^{1,3} Suree Tongwanichnyom² Wichian Siriprom^{2,3} Adisorn Buranawong^{1,3}

Surasing Chaiyakun^{1,3} and Nirun Witit-anun^{1,3}

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) เคลือบบนกระจกใสและซิลิกอนด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกเนตรอนสเปคโตรเพื่อศึกษาลักษณะของระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสเปคโตร (d_s) ต่อโครงสร้าง ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม โดยแปรระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสเปคโตร ในช่วง 10 ถึง 18 เซนติเมตร สำหรับโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนา ศึกษาจากเทคนิค XRD และ AFM ผลการศึกษาพบว่า โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนจากรูทีลเป็นอนาเทสและอสัณฐานเมื่อระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสเปคโตรเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ ลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิวและความหนาฟิล์มพบว่ามีค่าเปลี่ยนแปลงไปตามระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสเปคโตร

Abstract

Titanium oxide (TiO_2) thin films were deposited on glass slides and silicon by DC reactive unbalanced magnetron sputtering method to study the effect of the substrate-target distance (d_s) on the structure, surface morphology and film's thickness with varied of the substrate-target distance in range of 10 to 18 cm. The crystal structure, surface morphology and film's thickness were investigated by XRD and AFM techniques. It was found that, the crystal structure of the as-deposited films were changed from the rutile to anatase and amorphous when the substrate-target distance increases. The surface morphology, roughness and thickness were changed with the substrate-target distance.

Key Words: Thin films, titanium oxide, sputtering, reactive sputtering.

E-mail: cat514508@hotmail.com

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี

Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri 20131.

²คณะวิทยาศาสตร์ ศรีราชา มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตศรีราชา ชลบุรี 20230

Faculty of Science at Si Racha, Kasetsart University Si Racha Campus, Chon Buri 20230.

³ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (ThEP) สบว. สกอ.

Plasma for Surface Sciences Laboratory, Thailand Center of Excellence in Physics (ThEP), PERDO, CHE.

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

บทนำ

การปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของวัสดุโดยการเคลือบด้วยสารที่มีสมบัติเหมาะสมในลักษณะฟิล์มบางด้วยการเคลือบในสุญญากาศ (vacuum coating) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเทคนิค PVD (Physical Vapor Deposition) กำลังได้รับความสนใจจากกลุ่มวิจัยและภาคอุตสาหกรรมทั่วโลก โดยฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์เป็นฟิล์มบางอีกชนิดหนึ่งที่มีความสนใจอย่างกว้างขวาง เนื่องจากมีสมบัติเด่นหลายประการ เช่น มีค่าการส่งผ่านแสงสูงในช่วงตามองเห็น ทนการกัดกร่อนและขีดสัตี (Ritter, 1975; Pulker, 1984) มีค่าดัชนีหักเหสูง ($n = 2.5$ สำหรับอนาเทส และ $n = 2.7$ สำหรับรูไทล์) มีช่องแถบพลังงานกว้าง (3.18 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับอนาเทส และ 3.03 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับรูไทล์) (Li *et al.*, 2000) ทำให้มีการนำไปใช้งานในหลายด้าน เช่น การเคลือบกันสะท้อนแสง (antireflection coating) การเคลือบสะท้อนแสงสูง (high-reflectance coating) ฟิล์มบางเลือกรังสี (wavelength-selective thin film) (Fan, 1981) การเคลือบผิวปกป้อง (protective coating) และการเคลือบผิวให้มีสมบัติทำความสะอาดตัวเอง (self-cleaning coating) (Yamakishi *et al.*, 2003) ที่สำคัญฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ยังมีความสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (photocatalysis) (Babelon *et al.*, 1998) ทำให้เริ่มมีการนำไปประยุกต์ใช้เป็นชั้นเคลือบที่มีสมบัติในการฆ่าหรือยับยั้งการเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย

ปกติไทเทเนียมออกไซด์ที่พบในธรรมชาติมี 3 เฟส คือ อนาเทส (anatase) รูไทล์ (rutile) และ บรูไกท์ (brookite) ทั้งนี้โครงสร้างของไทเทเนียมออกไซด์แต่ละเฟสมีสมบัติและการใช้งานที่แตกต่างกัน โดยเฟสอนาเทสนิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ส่วนเฟสรูไทล์เหมาะสำหรับงานด้านทัศนศาสตร์และใช้เป็นชั้นเคลือบปกป้อง ทั้งนี้ปกติแล้วไม่พบเฟสบรูไกท์แต่พบเพียงโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานเท่านั้น (Löbl *et al.*, 1994) การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ทำได้หลายวิธี เช่น โซลเจล ระเหยสาร หรือ สเปคโตรริง อย่างไรก็ตามเทคนิคสเปคโตรริงมีข้อได้เปรียบที่สามารถควบคุมอัตราเคลือบและสมบัติของฟิล์มได้ง่าย (Zhao *et al.*, 2005 ; Chiu *et al.*, 2007) ฟิล์มที่ได้มีคุณภาพและการยึดเกาะดี (Wu *et al.*, 2006) อีกทั้งยังสามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ระดับอุตสาหกรรมได้ง่ายอีกด้วย ทั้งนี้สมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้ล้วนมีความสัมพันธ์กับลักษณะเฉพาะของฟิล์มซึ่งขึ้นกับวิธีและเงื่อนไขการเคลือบ ดังนั้นการวิจัยและพัฒนาเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเตรียมฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ให้มีผลสำหรับใช้งานต่างๆ ตามต้องการยังคงมีความจำต้องไปบทความวิจัยเป็นการรายงานผลการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ด้วยวิธีสเปคโตรริงคัลดิฟฟิเคชันบนแผ่นนิตรอนสเปคโตรริงเพื่อศึกษาผลของระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับงานวิจัยต่อไป

อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

ฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง (Figure 1) ห้องเคลือบทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 31.0 เซนติเมตร ความสูง 37.0 เซนติเมตร ติดตั้งเป้าไทเทเนียม (99.97%) เส้นผ่านศูนย์กลาง 5.4 เซนติเมตร ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงใช้แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสเปคโตรริง และใช้แก๊สออกซิเจน (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา เครื่องสุบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแฟร์ไอมีเครื่องสูบลูกโรตารีเป็นเครื่องสูบลำท้าย การวัดความดันในห้องเคลือบใช้มาตรวัดความดันของ balzers รุ่น TPG300 ใช้หัววัดแบบพีรานีรุ่น TPR010 และ หัววัดแบบเพนนิงรุ่น IKR050 การจ่ายแก๊สในการเคลือบควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊ส ของ MKS type247D

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

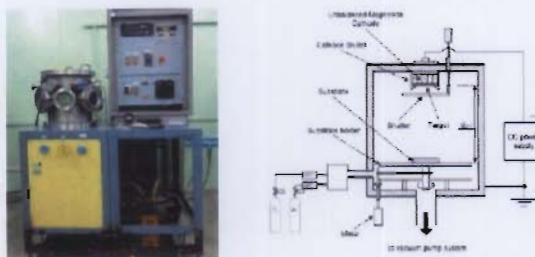


Figure 1 Feature and diagram of the DC unbalanced magnetron sputtering system

วัสดุรองรับสำหรับใช้เคลือบฟิล์มในงานวิจัยนี้มี 2 ชนิด ได้แก่ กระดาษกอลด์ ขนาด 2.5x7.5 เซนติเมตร และ ซิลิกอน ขนาด 1.0x1.0 เซนติเมตร ซึ่งทำความสะอาดโดยล้างในเครื่องล้างความถี่สูง (ultrasonic cleaner) ด้วย ไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) ตามด้วยอะซิโตนและ ไอโซโพรพานอล (Isopropanol) อย่างละ 5 นาที การเคลือบฟิล์มเริ่มจากนำวัสดุรองรับเข้าห้องเคลือบโดยวางห่างจากเป้าสารเคลือบเท่ากับ 10, 12, 14, 16 และ 18 เซนติเมตร จากนั้นลดความดันในห้องเคลือบจนได้ความดันพื้น เท่ากับ 5.0×10^{-6} มิลลิบาร์ แล้วปล่อยแก๊ส อาร์กอนและแก๊สออกซิเจนในอัตราส่วน 1:6 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (Standard Cubic Centimeters per Minute; sccm) และใช้กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 220 วัตต์ คงที่ตลอดการเคลือบ ฟิล์มแต่ละชุดเคลือบนาน 60 นาที

ฟิล์มที่ได้ทั้งหมดนำไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ของ Rigaku รุ่น Rint 2000 โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.54056$ อังสตรอม) ที่ 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมป์ ตรวจวัดมุม 2 θ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (grazing incident angle) เท่ากับ 3° สแกน 2 θ จาก 20° ถึง 80° สำหรับขนาดผลึก (crystal size) ของฟิล์มคำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตามสมการของ Scherrer คือ $L = k\lambda/\beta \cos \theta$ เมื่อ L คือขนาดผลึก, k คือค่าคงที่เท่ากับ 0.94, λ คือความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1.54056 อังสตรอม, β คือความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM) และ θ คือมุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ส่วนลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มศึกษาด้วยเครื่องอะตอมมิคฟอร์ซไมโครสโคป (Atomic Force Microscope; AFM) ของ Veeco Instruments Inc. รุ่น Nanoscope IV

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

ฟิล์มที่เคลือบได้บนกระดาษกอลด์เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่ามีลักษณะใส ส่องผ่านแสงได้ดี มีสีม่วง หรือ เขียวอ่อน ๆ เปลี่ยนไปตามระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ (d_p) (Figure 2) สำหรับอัตราเคลือบฟิล์ม ที่ระยะ d_p ต่าง ๆ หากจากค่าความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาในการเคลือบ พบว่าที่ระยะ d_p เท่ากับ 10 เซนติเมตร อัตราเคลือบมีค่าสูงประมาณ 3.7 นาโนเมตรต่อนาที และมีค่าลดลงเท่ากับ 1.1 นาโนเมตรต่อนาที เมื่อระยะ d_p เพิ่มเป็น 18 เซนติเมตร (Figure 3) เนื่องจากเมื่อระยะ d_p เพิ่มขึ้นทำให้อะตอมสารเคลือบใช้เวลา ตกเคลือบไปบนผิววัสดุรองรับนานขึ้น อีกทั้งอะตอมสารเคลือบยังสูญเสียพลังงานจากการชนกับไอออนใน พลาสมาที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบทำให้อะตอมสารเคลือบมาถึงวัสดุรองรับน้อยลง เป็นผลให้เมื่อระยะ d_p เพิ่มขึ้นความหนาและอัตราเคลือบฟิล์มมีค่าลดลงในที่สุด

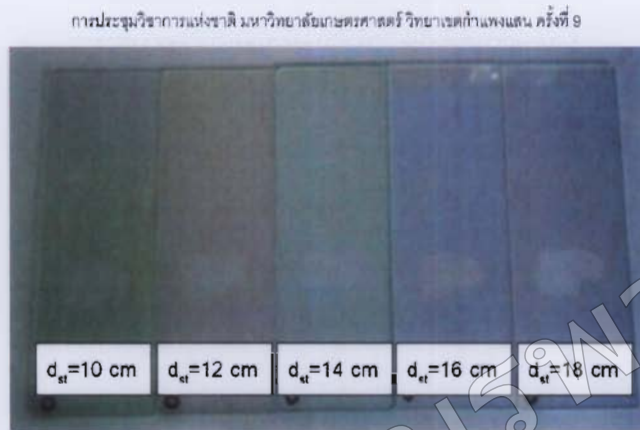


Figure 2 Surface characteristics and colors of TiO_2 thin films deposited on glass slides at different d_{st}

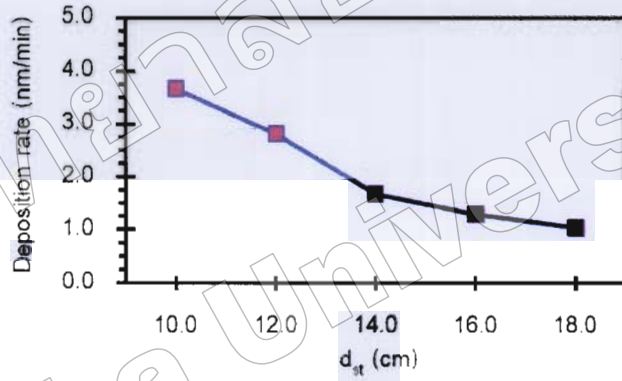


Figure 3 Deposition rates of TiO_2 thin films deposited at different d_{st}

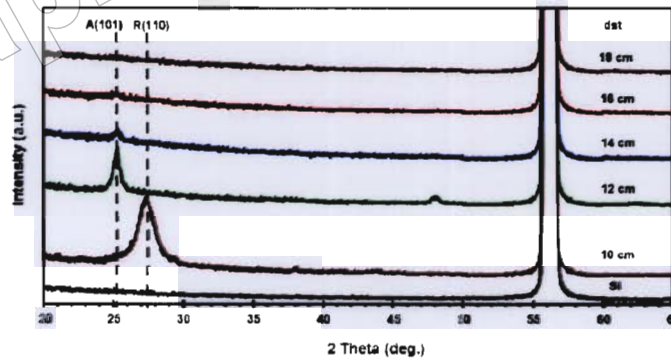


Figure 4 X-ray diffraction patterns of TiO_2 thin films deposited at different d_{st}

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

Figure 4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์เคลือบที่ระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบต่าง ๆ จากเทคนิค XRD พบว่าเมื่อระยะ d_{sub} เท่ากับ 10 เซนติเมตร มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เกิดขึ้นที่มุม 2θ ซึ่งตรงกับไทเทเนียมออกไซด์เฟสรูไทล์ระนาบ (110) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4920 เมื่อระยะ d_{sub} เพิ่มเป็น 12 เซนติเมตร และ 14 เซนติเมตร พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ ตรงกับไทเทเนียมออกไซด์เฟสอานาเทส (101) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4921 และเมื่อระยะ d_{sub} เพิ่มเป็น 16 เซนติเมตร และ 18 เซนติเมตร ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงว่าฟิล์มที่ได้เป็นมีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ogawa *et al.* (2008) ซึ่งพบว่าเมื่อระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ หรือ ตำแหน่งของวัสดุรองรับเพิ่มขึ้นพลังงานของสารเคลือบมีค่าลดลงทำให้โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่ได้เปลี่ยนจากรูไทล์เป็นอานาเทส ขนาดผลึกคำนวณจากสมการของ Scherrer พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 27.24 นาโนเมตร เป็น 59.20 นาโนเมตร เมื่อระยะ d_{sub} เพิ่มขึ้น ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้มีค่า a อยู่ระหว่าง 3.082-4.609 นาโนเมตร และ b อยู่ระหว่าง 2.939-9.522 นาโนเมตร ดังแสดงใน Table 1

สำหรับลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว และความหนาฟิล์มที่เคลือบได้จากเทคนิค AFM พบว่า ที่ระยะ d_{sub} เท่ากับ 10 เซนติเมตร ฟิล์มที่เกิดขึ้นมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มขนาดเล็กกลมมนกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าฟิล์ม (Figure 5 (a)) สำหรับที่ระยะ d_{sub} เท่ากับ 12 เซนติเมตร และ 14 เซนติเมตร พื้นผิวฟิล์มมีความขรุขระมากขึ้นโดยฟิล์มที่ได้มีลักษณะปลายแหลมกระจายอย่างสม่ำเสมอทั่วผิวหน้าฟิล์ม (Figure 5 (b) และ Figure 5 (c)) ขณะที่ระยะ d_{sub} เท่ากับ 16 เซนติเมตร ฟิล์มรวมตัวกันมีลักษณะเป็นแท่งขนาดเล็กปลายแหลมบางบริเวณสูงบางบริเวณต่ำกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม (Figure 5 (d)) และสุดท้ายที่ระยะ d_{sub} เท่ากับ 18 เซนติเมตร พบว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่มีลักษณะกลมมนกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มและมีบางบริเวณฟิล์มที่เกิดขึ้นมีลักษณะแหลมสูงผสมอยู่ทั่วไป (Figure 5 (e)) สำหรับความหนาฟิล์มที่ได้พบว่าเมื่อระยะ d_{sub} มีค่าเพิ่มขึ้น ความหนาฟิล์มมีค่าลดลงจาก 220 นาโนเมตร เป็น 63 นาโนเมตร ขณะที่ความหยาบผิวมีค่าในช่วง 1.8 – 4.3 นาโนเมตร (Table 1) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ogawa *et al.* (2008) ที่พบว่าเมื่อระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวมีค่าเปลี่ยนแปลงไป เนื่องจากเมื่อระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมสารเคลือบมีการสูญเสียพลังงานเนื่องจากการชนกับไอออนในพลาสมาที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบทำให้ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มได้มีการเปลี่ยนแปลงไปด้วย

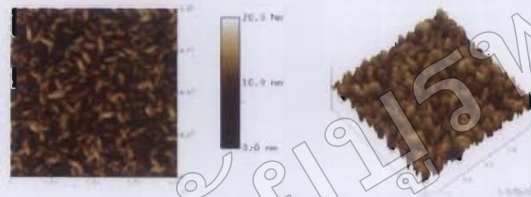
Table 1. Lattice constant, crystal size, thickness and roughness of TiO₂ thin film deposited at different d_{sub}

d_{sub} (cm)	Lattice constant (Å)		Crystal size (nm)	Thickness (nm)	Roughness (nm)
	a	c			
10	4.609	2.939	13.62	220	3.3
12	3.786	9.671	29.60	169	4.3
14	3.789	9.522	33.92	101	3.9
16	-	-	-	78	2.9
18	-	-	-	63	1.8

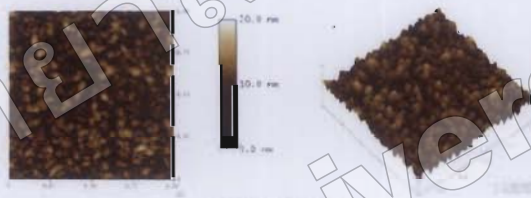
การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9



(a) $d_s = 10$ cm



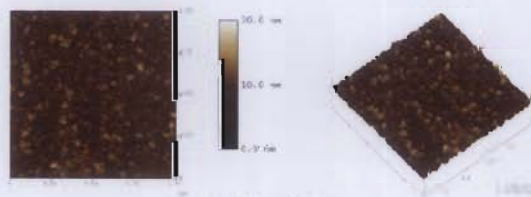
(b) $d_s = 12$ cm



(c) $d_s = 14$ cm



(d) $d_s = 16$ cm



(e) $d_s = 18$ cm

Figure 5 Surface morphology of TiO_2 thin films deposited at different d_s by AFM technique