

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

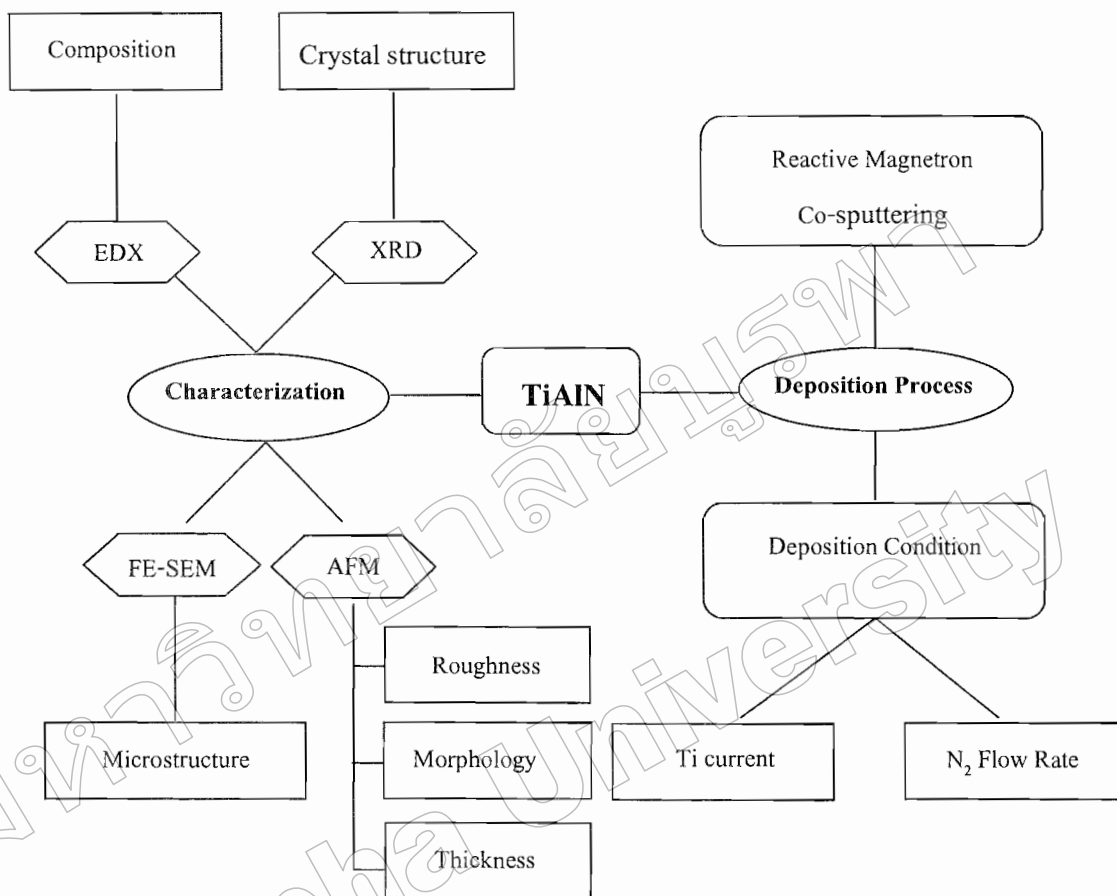
บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดจนถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ ตลอดจนการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิจัยนี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ สรุปได้ดังนี้

ในส่วนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์นั้น ขั้นแรกศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง ตัวแปรต่าง ๆ และขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิจัยนี้ ใช้การเคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสเปดเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ โดยศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม และอัตราไหลแก๊สในไตรเจน ที่มีต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์มบางที่เตรียมได้

ส่วนการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบได้ ผู้วิจัยนำไปหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก เทคนิคAFM เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา เทคนิค FE-SEM เพื่อศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค และเทคนิค EDX เพื่อศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคทีฟแมกนีตรอน โคสปีดเตอร์ ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) มี 2 ชนิดคือ

- ไทเทเนียม (Ti) ความบริสุทธิ์ 99.97%
- อลูมิเนียม (Al) ความบริสุทธิ์ 99.99 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระดาษลวด
- แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) มี 2 ชนิดคือ

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

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-ray Diffractometer Bruker รุ่น D8 โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) ของคณะพลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี (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 สำหรับศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น Hitachi S-4700 ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC) (ภาพที่ 3-5)

2.4 Energy Dispersive X-ray spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี
(ภาพที่ 3-6) งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy รุ่น LEO1450VP ของ
ศูนย์ปฏิบัติการกล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา



ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสูญญากาศระบบรีแอกตีฟแมกนีตรอน โทสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractometer Bruker (XRD)



ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)



ภาพที่ 3-5 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)

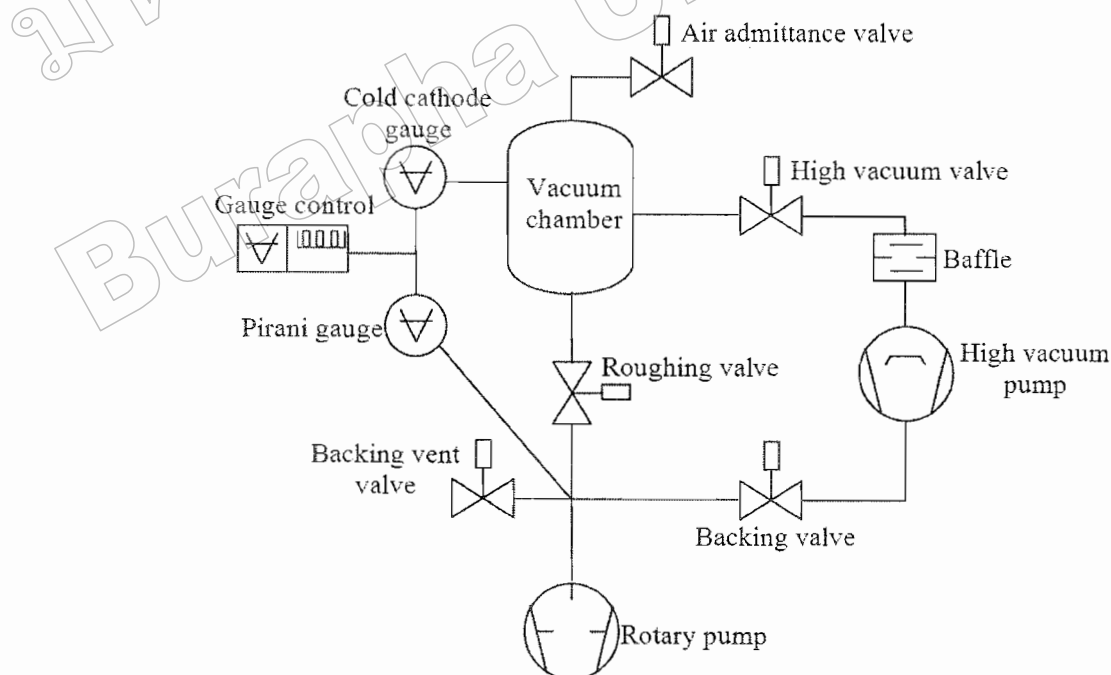


ภาพที่ 3-6 เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

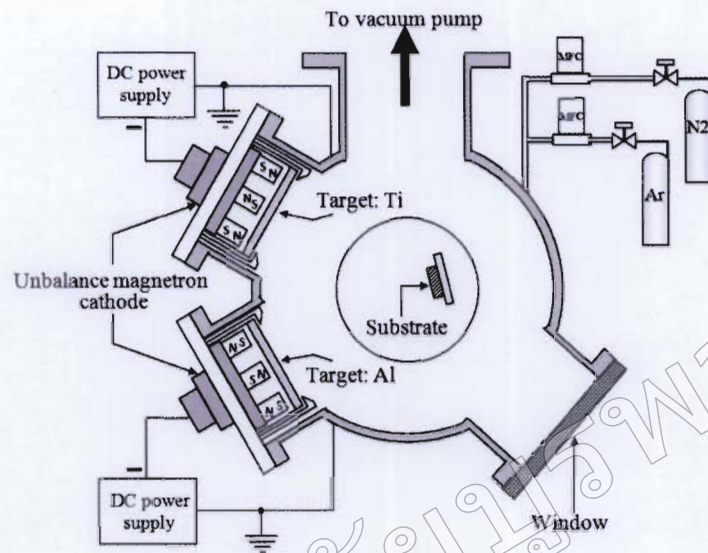
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ ต้องลดความดันพื้น (Base Pressure) ภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และระบบการเคลือบ (Coating System) มีรายละเอียดดังนี้

1. ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 310.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแฟร์โอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกัลโรตารีเป็นเครื่องสูบล่าย สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251 ภาพที่ 3-7 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ ส่วน ภาพที่ 3-8 เป็นไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

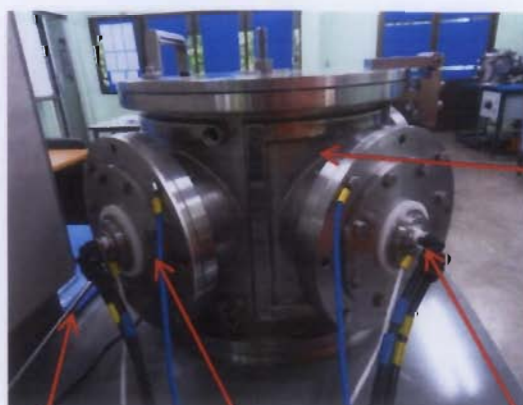


ภาพที่ 3-7 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-8 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยเมื่อมองจากด้านบน (Top View)

2. ระบบการเคลือบ (Coating System) เป็นส่วนเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 75.0 mm จำนวน 2 ชุด ติดตั้งด้านข้างของห้องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูง กระแสตรงขนาด 1000 V 3 A การจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน) ควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊ส (Mass Flow Controller) ของ MKS รุ่น type247D (ภาพที่ 3-9) ภายในห้องเคลือบมีแท่นวางชิ้นงานที่กลางห้องเคลือบซึ่งสามารถปรับระยะห่างจากหน้าปาดเคลือบได้



ช่องปล่อยแก๊ส

Al คาโทด

Ti คาโทด

ห้องเคลือบ

ภาพที่ 3-9 ลักษณะ/ตำแหน่งของคาโทดทั้งสองชุดที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ

การสร้างสถานะสุญญากาศ

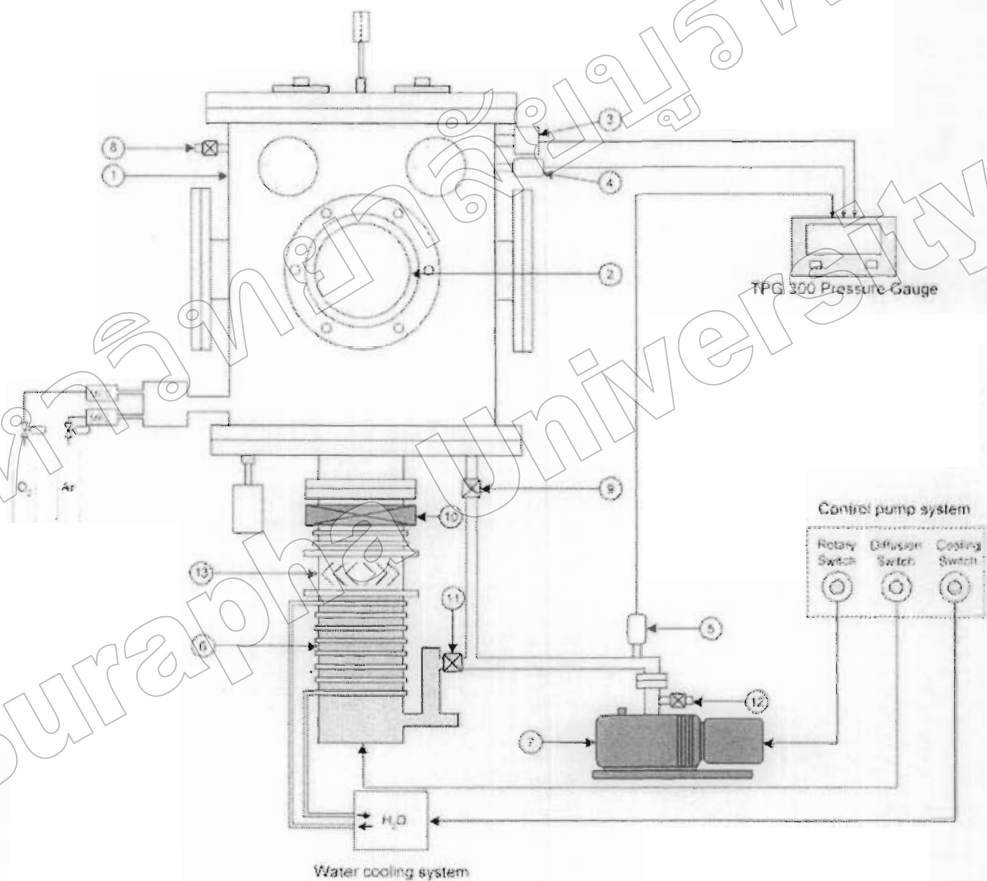
ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง ต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสถานะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ $10^{-3} - 10^{-5}$ mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) การสร้างสถานะสุญญากาศใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบางเพอร์ไอ หนุนหลังด้วยเครื่องสูบลโรตารี ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-10) โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ต่อมาจะใช้เครื่องสูบบางเพอร์ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบวาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดัน และระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. เริ่มสูบลอากาศจากเครื่องสูบบางเพอร์ไอ โดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากเครื่องสูบลบางเพอร์ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบางเพอร์ไอ เมื่ออ่านจากพิราณีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบางเพอร์ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบางเพอร์ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสถานะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท
5. สร้างสถานะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อคัมน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสถานะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูงเพื่อให้เครื่องสูบแบบแพร่ไอสูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสถานะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar

7. จับเวลาและรอนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_0) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมออกไซด์



ภาพที่ 3-10 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง

- | | |
|---|--|
| 1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber) | 2. หน้าต่าง (Window) |
| 3. มาตรวัดความดันเพนนิ่ง (Penning Gauge) | 4. มาตรวัดความดันพิรานี (Pirani Gauge) |
| 5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge) | 6. เครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) |
| 7. เครื่องสูบลโรตารี (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) | |

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 10 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีม คีบ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-11



ภาพที่ 3-11 ขั้นตอนการล้างวัสดุรองรับ

การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคทีฟแมกนีตรอน โสปีดเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อสัคย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อสัคย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าไทเทเนียมและเป้าออกไซด์ถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ได้ และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจน ที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_0) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_0 ที่อ่านได้
3. ขั้นตอนนี้เป็นกระบวนการเคลือบฟิล์ม โดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง
4. จ่ายสัคย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ เมื่อความต่างสัคย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง เริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างสัคย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_t) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด
5. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก



ภาพที่ 3-12 การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

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

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์ม ศึกษาโดยนำแผ่นซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับที่เคลือบแล้ว มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ตรวจวัดใน Mode Low Angle ด้วยมุมตกกระทบคงที่เท่ากับ 2° กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ปกติการระบุหรือยืนยันโครงสร้างผลึกของวัสดุใด ๆ สามารถทำได้โดยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุที่ต้องการทราบกับฐานข้อมูล JCPDS สำหรับในงานวิจัยนี้ วัสดุที่ศึกษาคือ ฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งเป็นสารประกอบชนิดใหม่ที่รวมตัวกันของธาตุ 3 ชนิดในลักษณะสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ทำให้ยังไม่มีข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ในการระบุหรือยืนยันโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ ในงานวิจัยนี้ ใช้การเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ และอลูมิเนียมไนไตรด์ โดยอาศัยแนวคิดที่ว่า การแทนที่ของอะตอมอลูมิเนียมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ จะทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบ (d) ของผลึกลดลง ทั้งนี้ อะตอมอลูมิเนียมมีขนาดเล็กกว่าอะตอมไทเทเนียม ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในโครงสร้างหลัก (TiN) มีค่าลดลง ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับไทเทเนียมไนไตรด์ (Liu, Duh, Chung, & Wang, 2005) ในทำนองเดียวกัน จากการแทนที่ของอะตอมไทเทเนียมในโครงสร้างอลูมิเนียมไนไตรด์นั้น อะตอมไทเทเนียมมีขนาดใหญ่กว่าอลูมิเนียม ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในโครงสร้างหลัก (AlN) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลง เมื่อเทียบกับอลูมิเนียมไนไตรด์ ดังนั้น มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ ต้องมีค่าอยู่ระหว่างมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ สอดคล้องกับสมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law) ดังสมการ

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

โดย λ คือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ n คือลำดับของการสะท้อน d_{hkl} คือระยะห่างระหว่างระนาบ ($h k l$) และ θ คือมุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่พิจารณา

1.2 ขนาดผลึกของฟิล์ม สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ หากจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยใช้ สมการของ Scherrer ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ ดังสมการ

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

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

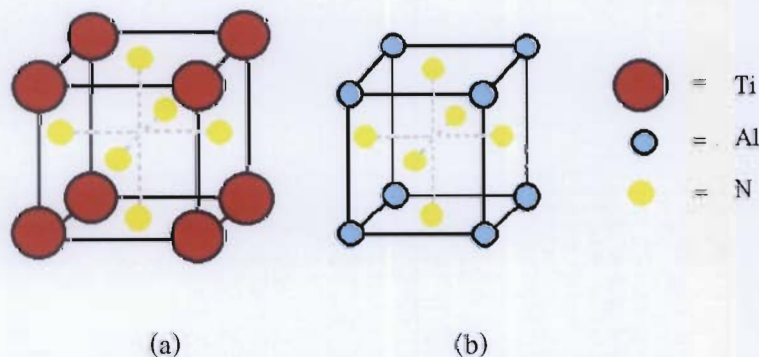
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$)

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

1.3 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์ม (a, b, c) หากจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ ซึ่ง Panghua et al. (2005) ได้ศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบาง (Ti,Al)N แล้วพบว่าโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (FCC) ดังภาพที่ 3-13 การแทนที่ของอะตอมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์หรืออลูมิเนียมไนไตรด์นั้น จึงส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ต้องมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์

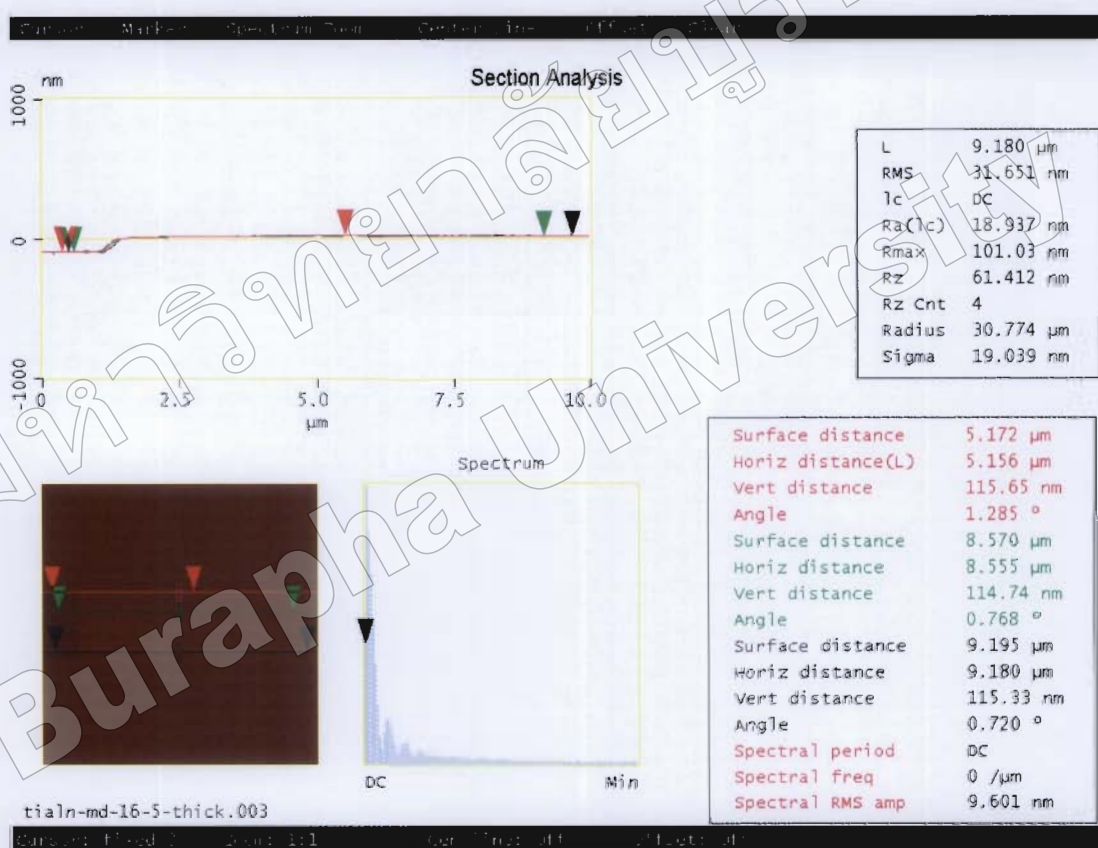
ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกแบบคิวบิก: $d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3-3)$



ภาพที่ 3-13 ระบบผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก (a) ไทเทเนียมไนไตรด์ (b) อลูมิเนียมไนไตรด์

2. ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษา ลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 การหาความหนาฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวิเคราะห์ความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่มีการ โกงงอ บริเวณด้านบนจะมีแหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ และมีโฟโตดีเทคเตอร์สำหรับวัดการ โกงงอของคานายื่น แสดงผลดังภาพที่ 3-14



ภาพที่ 3-14 ตัวอย่างผลการตรวจวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิว วัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ แสดงผลดังภาพที่ 3-16 โดยใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (Root-Mean-Square Roughness, R_{rms}) ดังสมการ

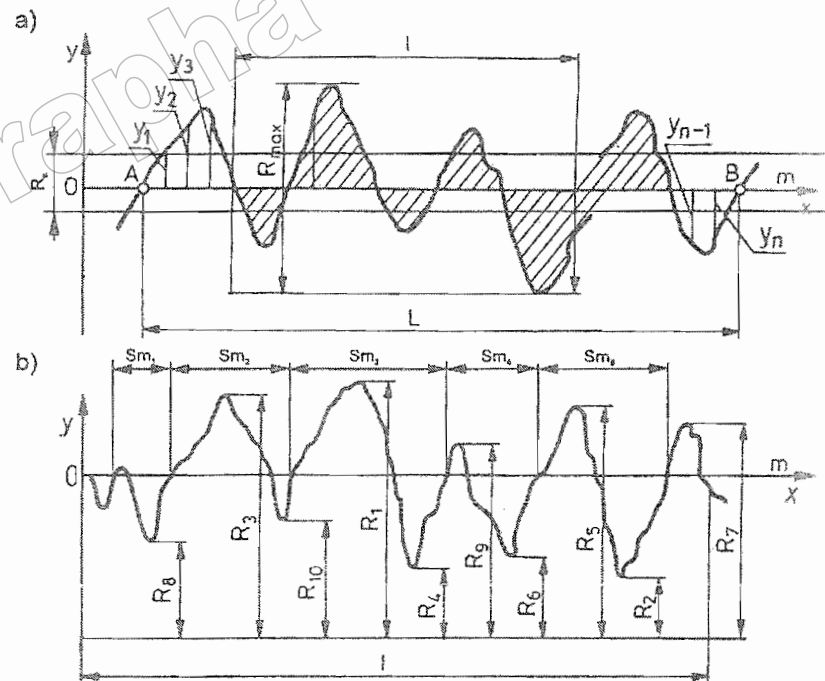
$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Z_i - \bar{Z})^2} \quad (3-4)$$

เมื่อ

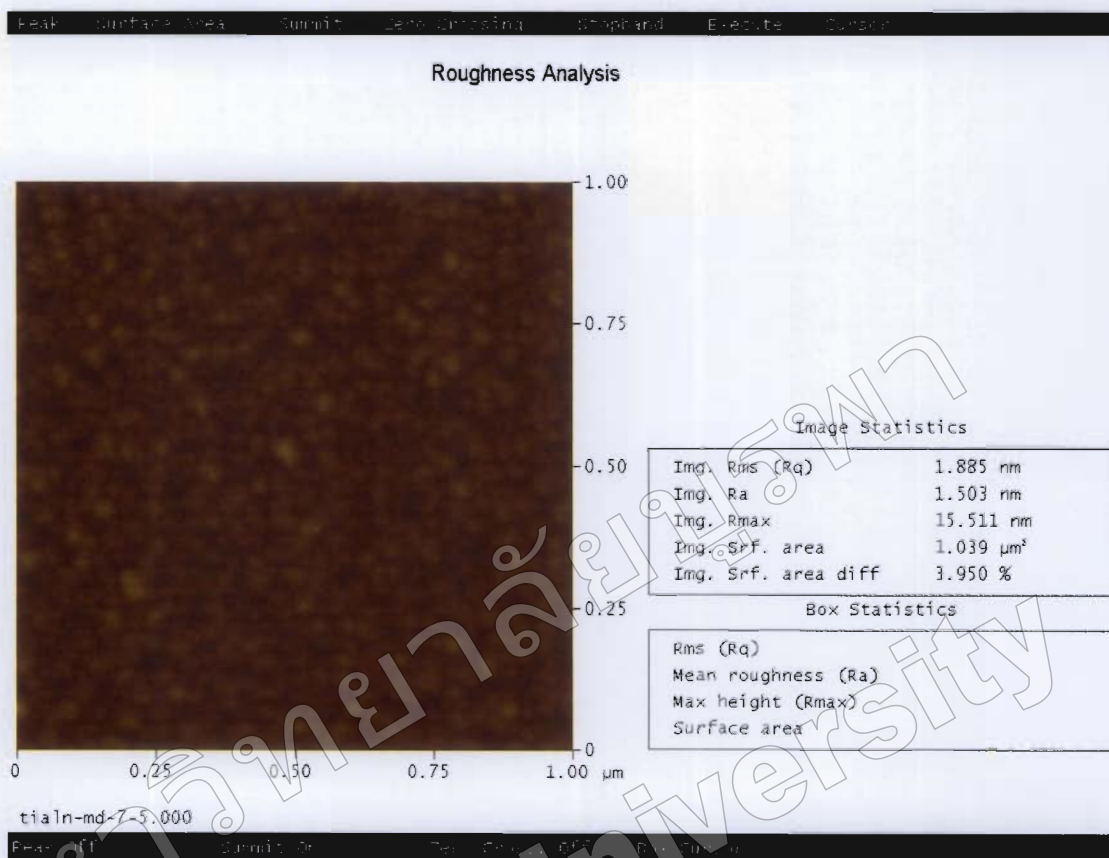
n คือ จำนวนตำแหน่งที่มีค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของบริเวณพื้นที่ผิวที่ทำการวัด

Z_i คือ ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของแต่ละตำแหน่งบนพื้นผิว

$\bar{Z}$ คือ ความสูงเฉลี่ย

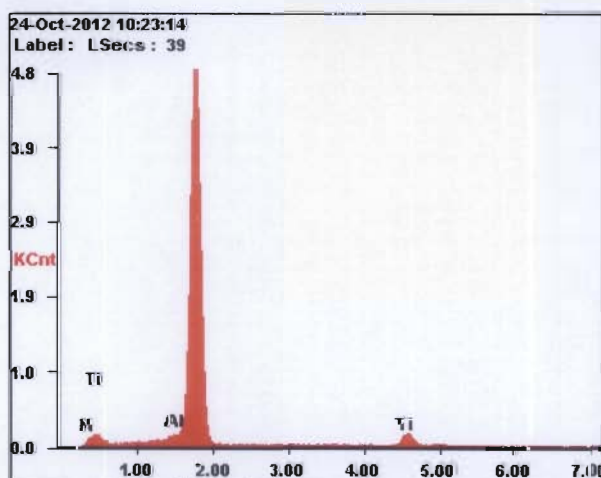


ภาพที่ 3-15 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย (หนังฤทัย แก้วไข, 2555)



ภาพที่ 3-16 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

3. องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมี ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) แสดงผลดังภาพที่ 3-17



Element	Wt%	At%
N	45.38	69.74
Al	16.41	13.09
Ti	38.21	17.17

ภาพที่ 3-17 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบธาตุของฟิล์มด้วยเทคนิค EDX

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะ แบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมในการเคลือบ เพื่อหากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 16 sccm : 8 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม, ออกไซด์
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	16
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	8
กระแสไฟฟ้าไทเทเนียม (mA)	300, 600, 900
กระแสไฟฟ้าออกไซด์ (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

การทดลองที่ 2 ผลของอัตราไหลแก๊สในโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สในโตรเจนต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สในโตรเจนในกระบวนการเคลือบค่าต่าง ๆ ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สในโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สในโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม, ออกไซด์
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	16
อัตราไหลแก๊สในโตรเจน (sccm)	4, 6, 8
กระแสไฟฟ้าไทเทเนียม (mA)	900
กระแสไฟฟ้าออกไซด์ (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60