

บทที่ 4

ผลการวิจัย

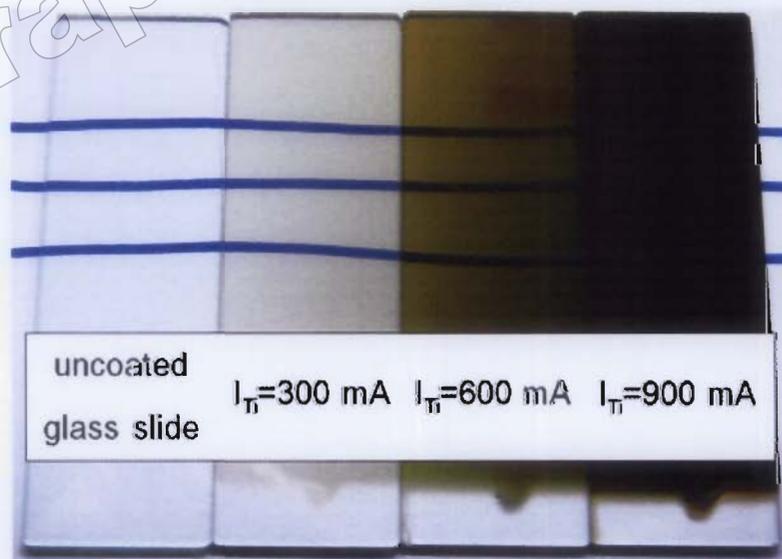
บทนี้เป็นข้อมูลจากการทดลองตามแนวทางการศึกษาในบทที่ 3 ซึ่งแบ่งเป็นผลของกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียม และผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบต่อโครงสร้างฟิล์ม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

ผลของกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียม

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟโคสปีดเตอริง โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียม 3 ค่า คือ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมต่างๆ ในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ส่องผ่านแสงได้บางส่วน ฟิล์มมีสีน้ำตาลอ่อน น้ำตาล และน้ำตาลเข้ม ตามลำดับ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 4-1

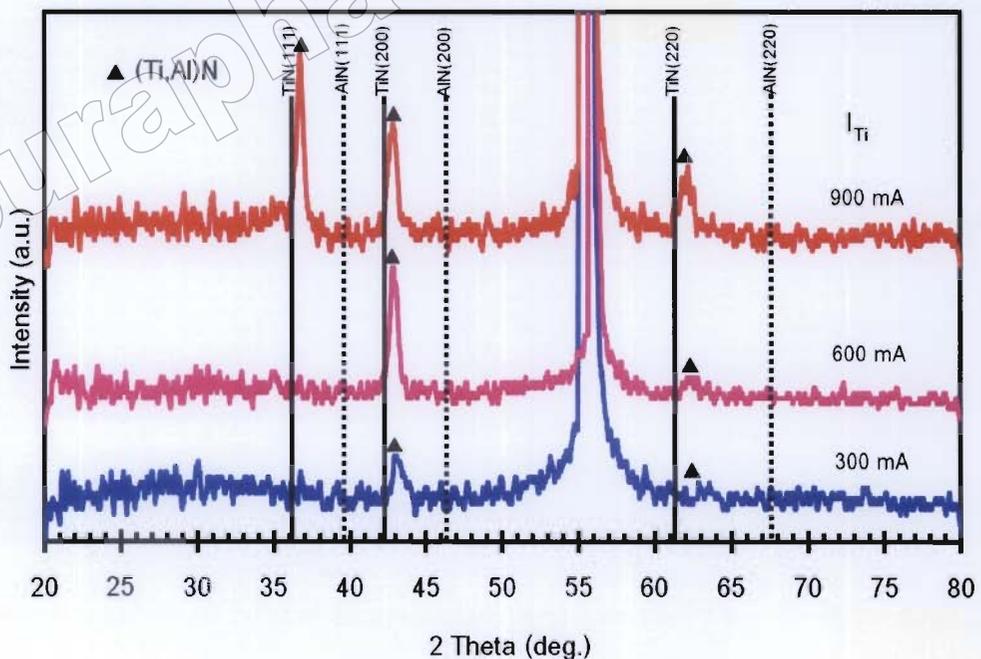


ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมต่างๆ

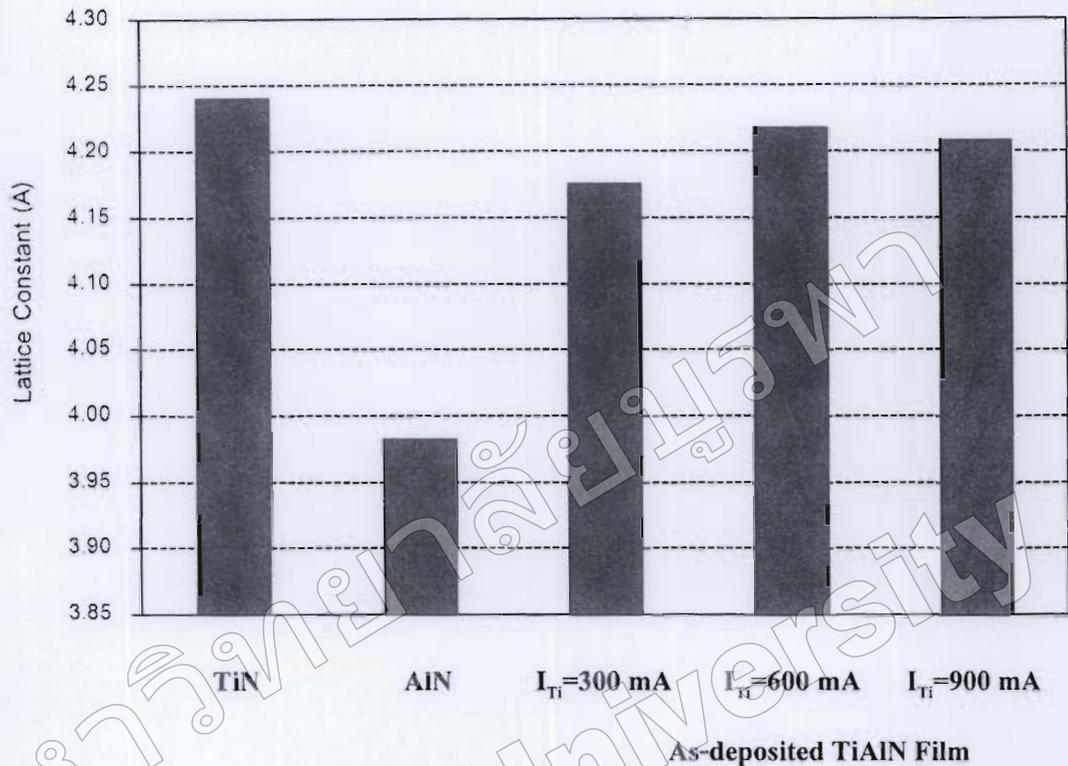
2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่เคลือบเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA, 600 mA และ 900 mA พบว่า เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 43.08° สอดคล้องกับไทเทเนียมออกไซด์ในโครงสร้าง (200) ขณะที่เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมเท่ากับ 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 42.88° และ 62.18° ซึ่งสอดคล้องกับไทเทเนียมออกไซด์ในโครงสร้าง (200) และ (220) และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมเท่ากับ 900 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.76° , 42.84° และ 62.18° สอดคล้องกับไทเทเนียมออกไซด์ในโครงสร้าง (111) (200) และ (220) สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และออกไซด์ในไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 และ 882250 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และออกไซด์ในไนไตรด์ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางของไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ ระบาย (111), (200) และ (220) ตามลำดับ



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ ที่กระแสไฟฟ้าของเป่าไทเทเนียมต่าง ๆ



ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (200) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 และ 882250 ความสำคัญ หาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (200) โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.1759 Å - 4.2186 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์หาได้จากสมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้น โดยมีค่าในช่วง 20.6 nm ถึง 29.9 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-2

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ (200) ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		กระแสไทเทเนียม (mA)		
	TiN	AIN	300	600	900
	JCPDS No. 381420	JCPDS No. 882250			
$a = b = c$ (Å)	4.241	3.938	4.1759	4.2186	4.2093
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ (200) ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

กระแสไทเทเนียม (mA)	ระนาบ (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
300	0.007	20.6
600	0.005	29.9
900	0.006	26.7

3. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-4 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์เคลือบที่กระแสของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าที่ผิวหน้าของฟิล์มมีเกรนลักษณะเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และเริ่มเกาะกลุ่มกันมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น สำหรับความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อเพิ่มกระแสของเป้าไทเทเนียมจาก 300 mA เป็น 900 mA ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบผิวเพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4-3



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

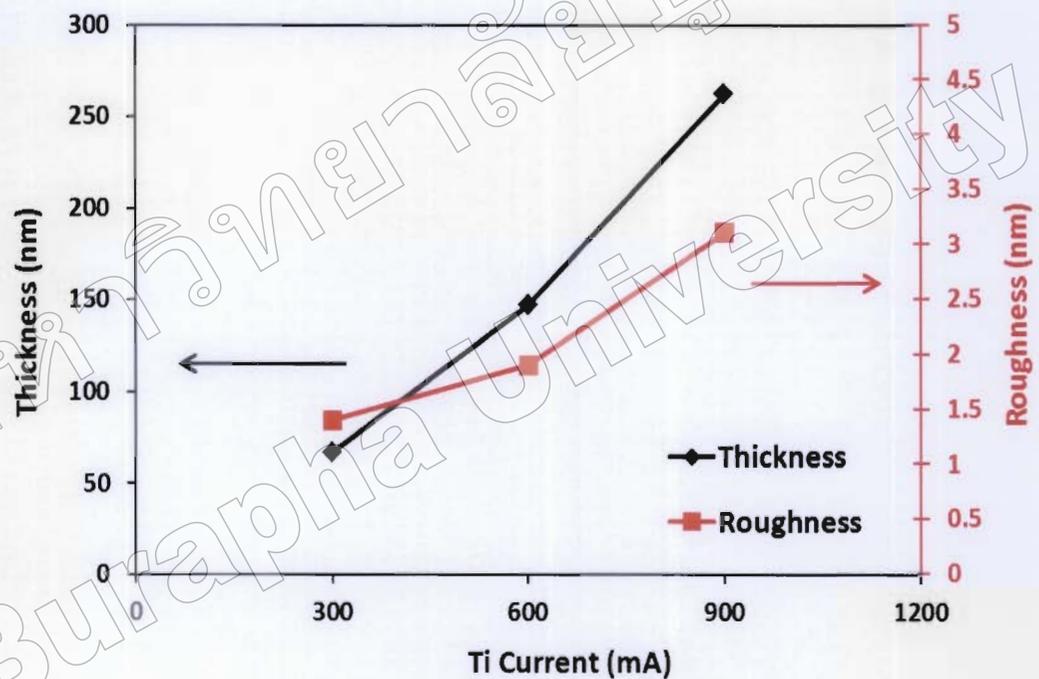
(a) 300 mA

(b) 600 mA

(c) 900 mA

ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

กระแสไทเทเนียม (mA)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
300	67	1.4
600	147	1.9
900	262	3.1

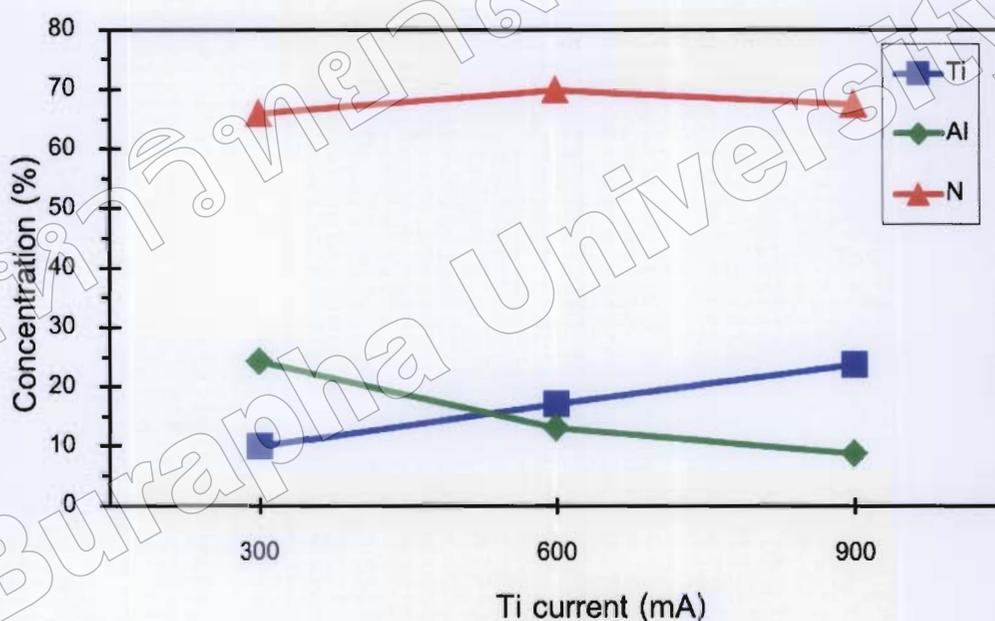


ภาพที่ 4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์
ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่าง ๆ

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-6 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA เป็น 900 mA องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ ไทเทเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 9.89% เป็น 23.82% ส่วนอลูมิเนียมลดลงจาก 24.20% เป็น 8.77% ในขณะที่ไนโตรเจนมีค่าคงที่ในช่วง 65.91% - 69.74%

จากการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม พบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียม มีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ ดังนั้นจึงเลือกกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 900 mA ไปใช้ในการทดลองต่อไป



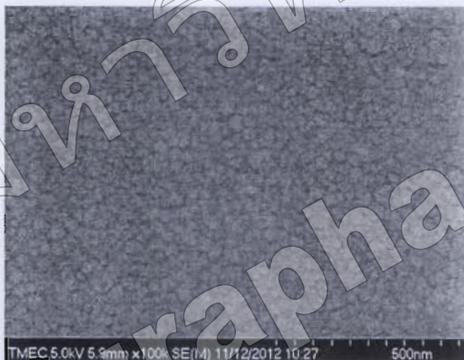
ภาพที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่กระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมค่าต่าง ๆ

5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

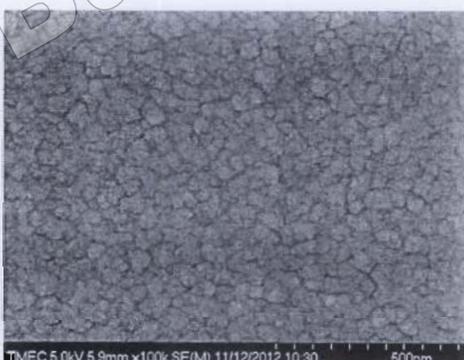
ภาพที่ 4-7 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM โดยลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์



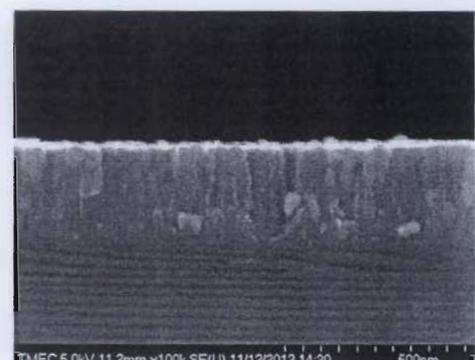
(a)



(b)



(c)



ภาพที่ 4-7 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมค่าต่าง ๆ

(a) 300 mA

(b) 600 mA

(c) 900 mA

ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนโตรเจนที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง โดยแปรอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4, 6 และ 8 sccm ตามลำดับ ประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ ในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน มีสีน้ำตาลเข้ม น้ำตาลและน้ำตาลเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 4 sccm ถึง 8 sccm ส่งผ่านแสงได้บางส่วน ดังแสดงในภาพที่ 4-7



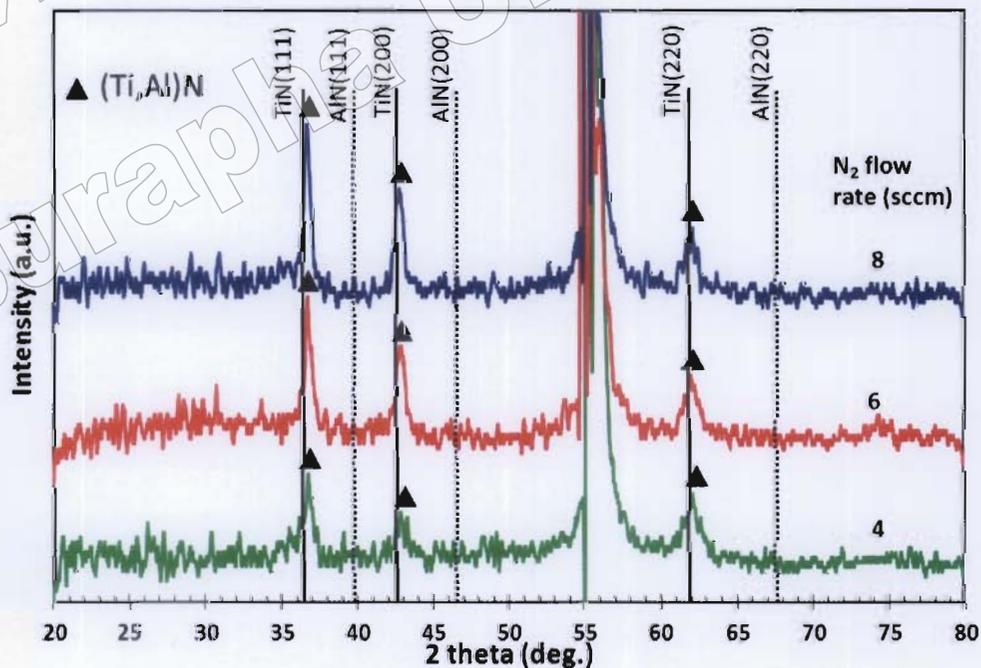
ภาพที่ 4-8 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์ด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่าง ๆ

2. โครงสร้างผลึก

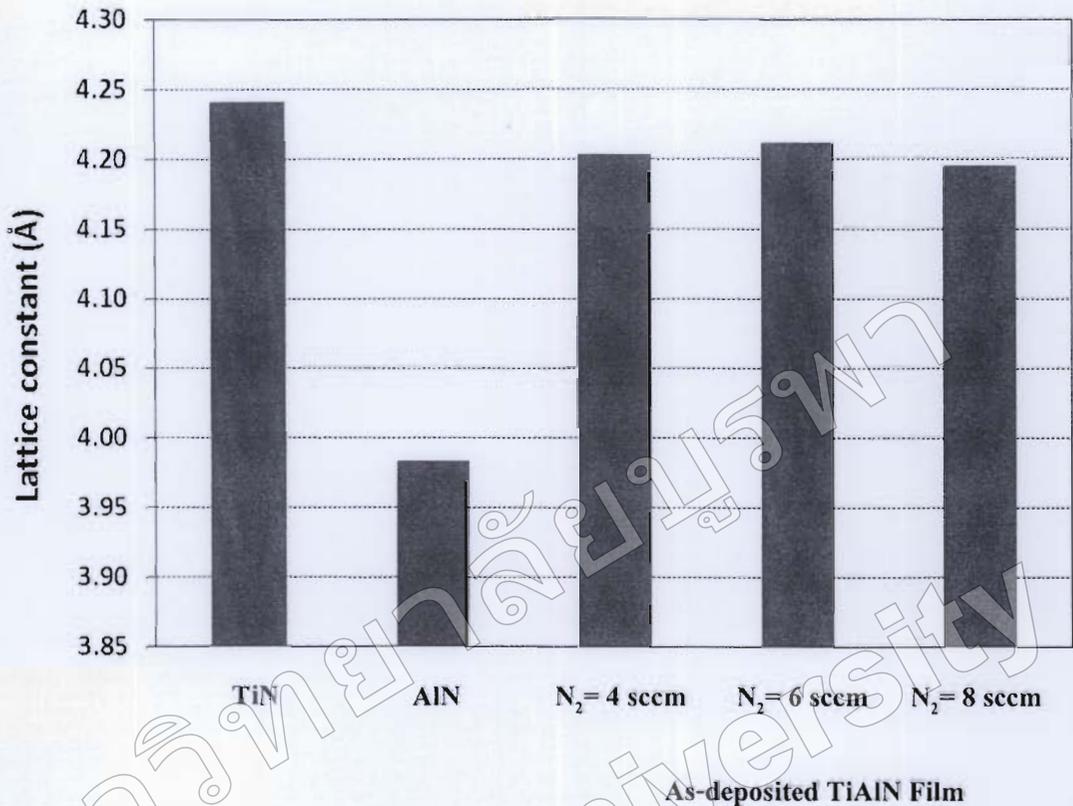
ภาพที่ 4-9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มเคลือบได้ เมื่อแปรอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มทั้งหมด แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เหมือนกัน ทุกเงื่อนไขการเคลือบ แตกต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่านั้น

จากผล XRD ของฟิล์มที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.8° , 42.86° และ 62.14° ขณะที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.74° , 42.92° และ 61.98° และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 8 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.76° , 42.84° และ 62.16° สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งของซัลฟิดอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 และ 882250 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางของไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ



ภาพที่ 4-9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่างๆ



ภาพที่ 4-10 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (200) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

ภาพที่ 4-10 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 และ 882250 ตามลำดับ หาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (200) โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.215 Å - 4.217 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไทเทเนียมไนไตรด์และอลูมิเนียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-4

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์หาได้จากสมการ Scherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ผลึกที่ระนาบ (200) มีค่าในช่วง 8.41 nm ถึง 23.08 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-5

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรคอร์นานา (200) ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่าง ๆ

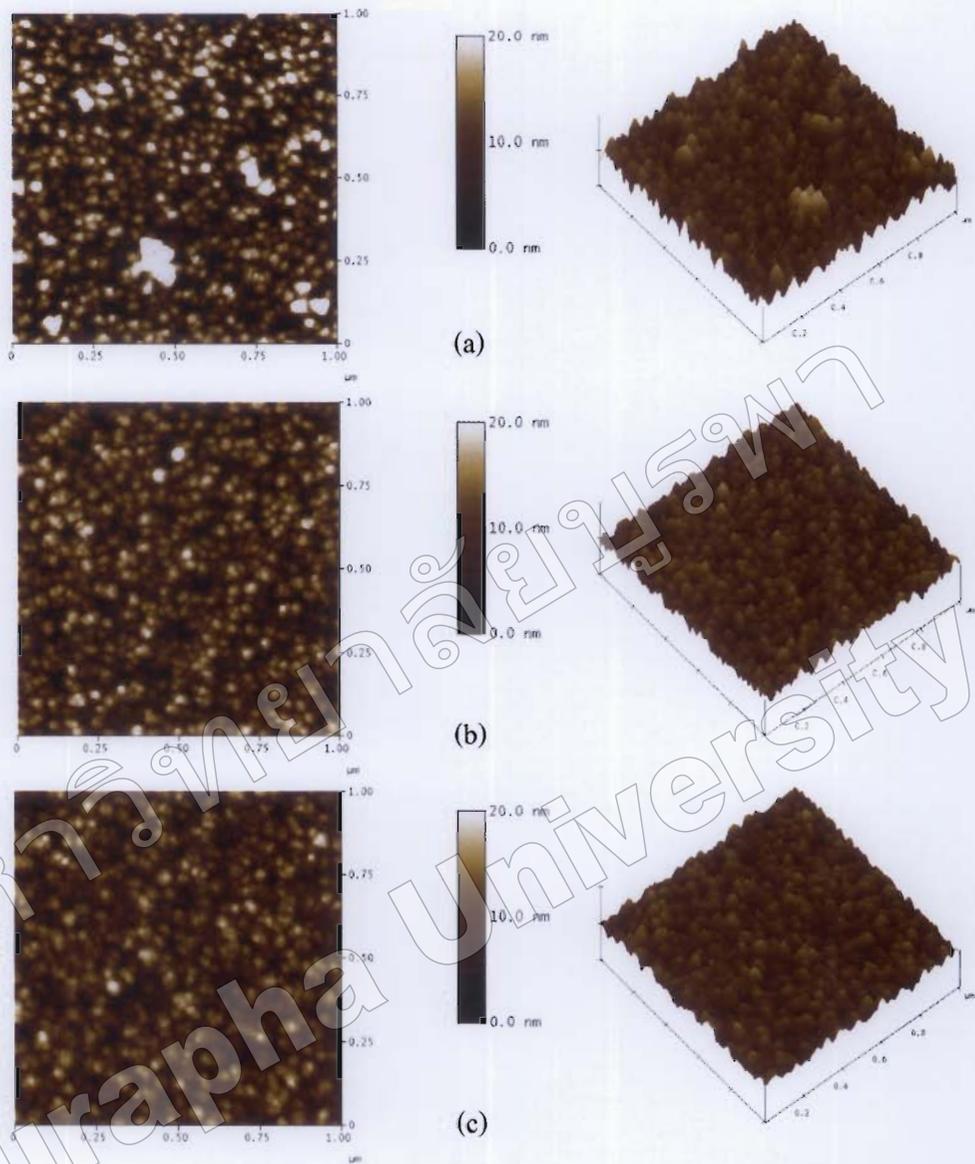
ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)		
	TiN JCPDS No. 381420	AlN JCPDS No. 882250	4	6	8
$a = b = c$ (Å)	4.241	3.938	4.215	4.216	4.217
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรคอร์นานา (200) ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ระนาบ (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
4	0.018	8.41
6	0.006	23.07
8	0.006	23.08

3. ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-11 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าผิวหน้าของฟิล์มมีเกรนลักษณะปลายแหลมสูงค้ำมีขนาดไม่เท่ากันกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และเกรนมีขนาดเล็กลง เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น สำหรับความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจาก 4 sccm เป็น 8 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาและความหยาบผิวลดลงจาก 329 nm เป็น 262 nm และ 5.8 nm เป็น 3.2 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-6



ภาพที่ 4-11 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM โดยเคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่าง ๆ

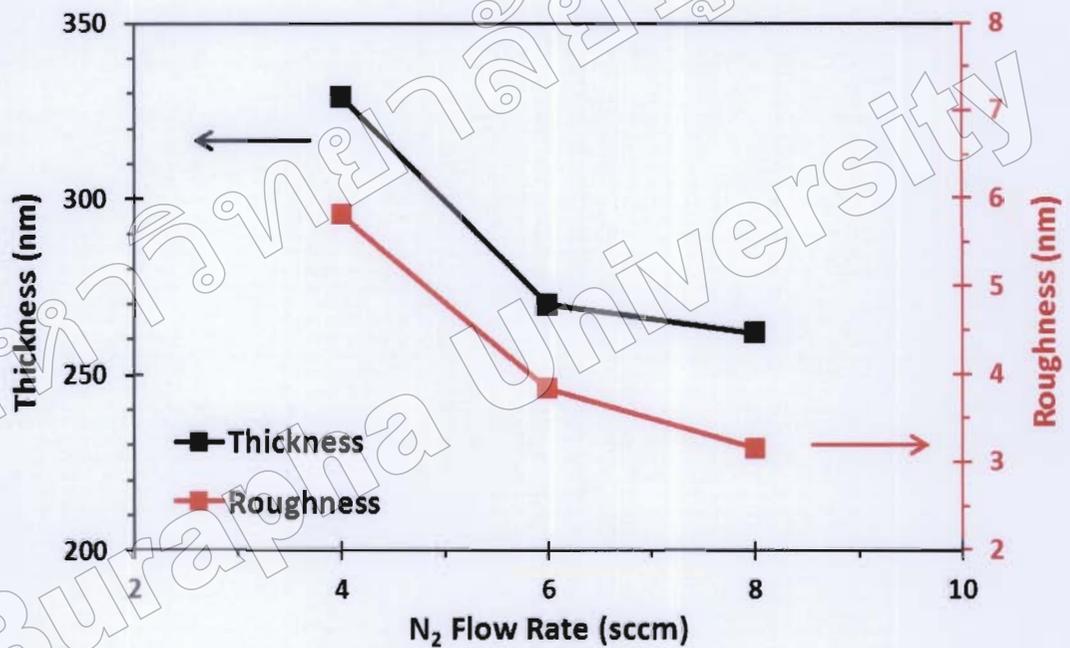
(a) 4 sccm

(b) 6 sccm

(c) 8 sccm

ตารางที่ 4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่าง ๆ

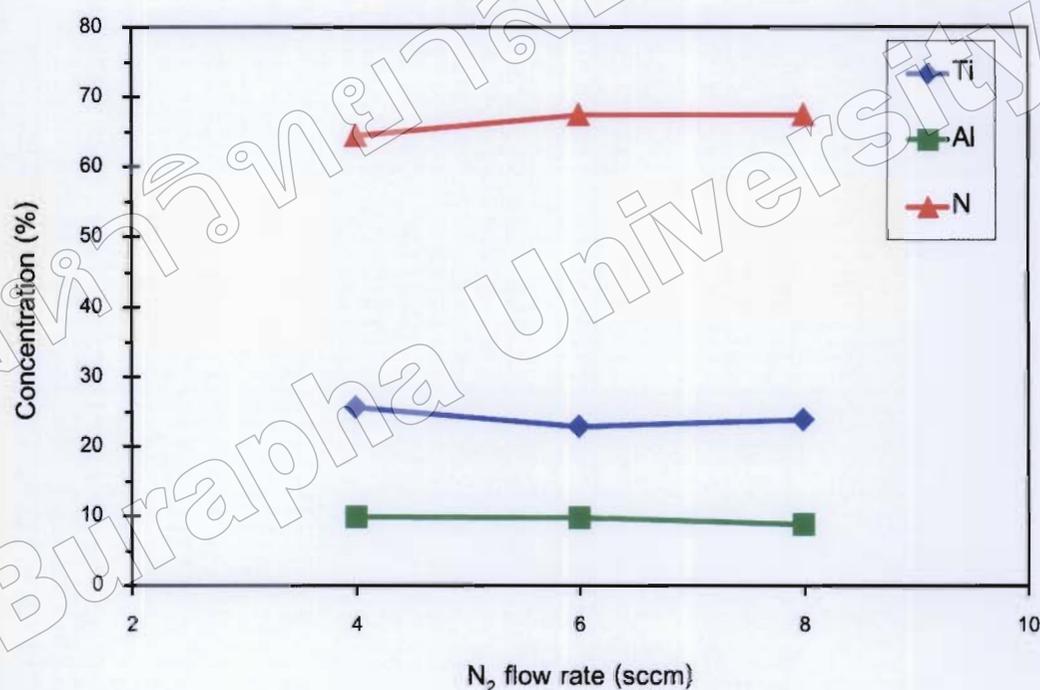
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
4	329	5.8
6	270	3.9
8	262	3.2



ภาพที่ 4-12 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่าง ๆ

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

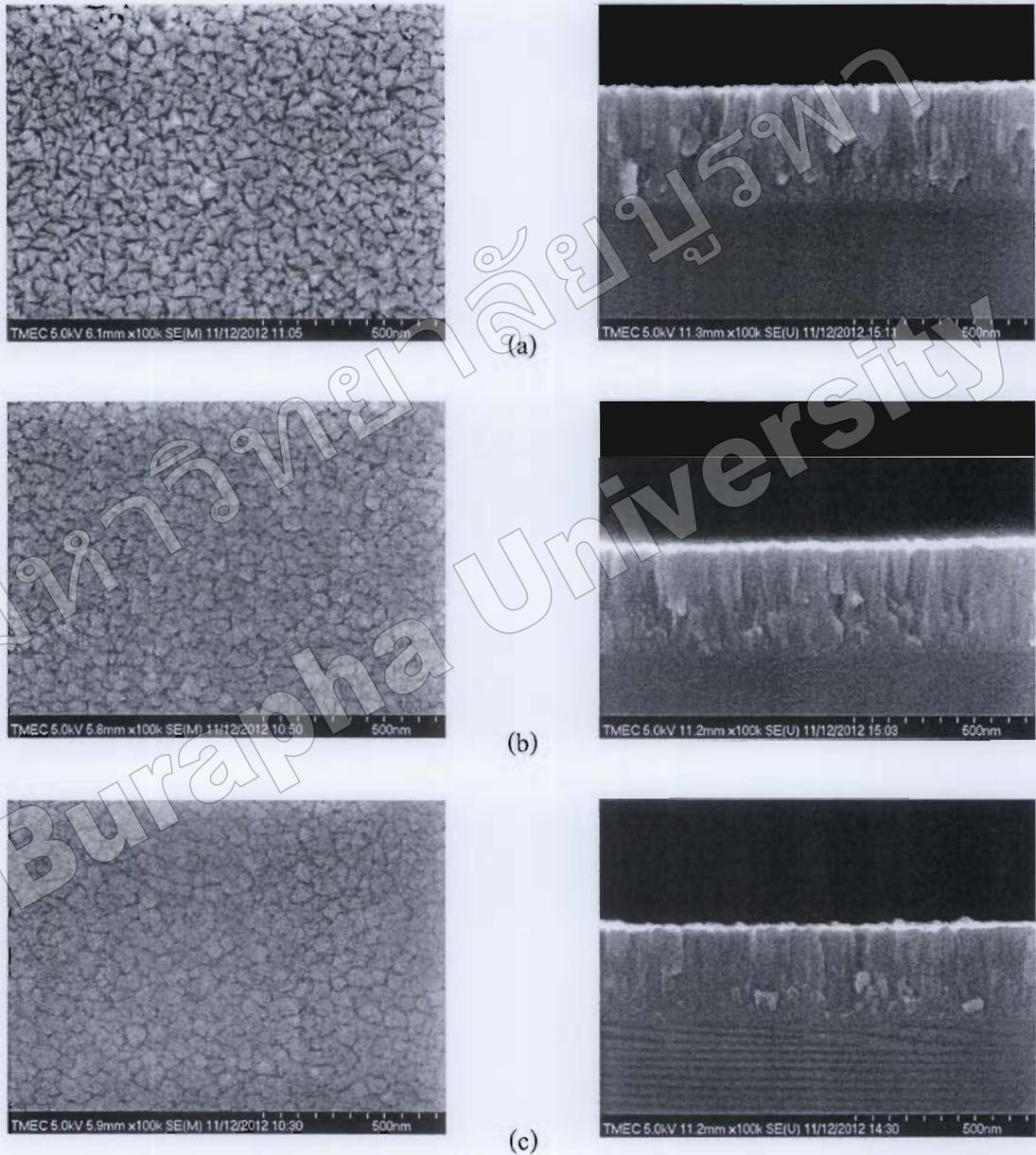
ภาพที่ 4-13 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ โดยพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm มีปริมาณไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 25.69% 9.88% และ 64.43% ตามลำดับ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6 sccm มีปริมาณไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 22.91% 9.73% และ 67.37% ตามลำดับ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 8 sccm ฟิล์มที่ได้มีปริมาณไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 23.82% 8.77% และ 67.41% ตามลำดับ



ภาพที่ 4-13 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่างๆ

5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

ภาพที่ 4-14 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM โดยลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์



ภาพที่ 4-14 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนค่าต่างๆ

(a) 4 sccm

(b) 6 sccm

(c) 8 sccm