

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก

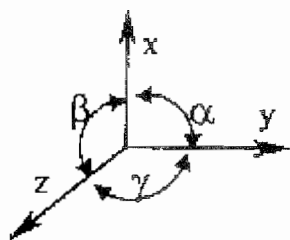
ภาคผนวก ก

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants) และขนาดผลึก (Crystallite Size)

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants)

โครงสร้างผลึก (Crystal Structure)

ในการศึกษาโครงสร้างผลึกที่เข้าใจง่ายขึ้นเราจะกำหนดแกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึกซึ่งมีอะตอมอยู่ตามเหลี่ยมมุมต่าง ๆ ในทิศทาง 3 มิติ (ภาพที่ ก-1 ประกอบ) โดยให้



a, b, c เป็นระยะห่างระหว่างอะตอม เรียกว่า สเตปแลตทิซ (Space lattice)

มีหน่วยเป็นแองสตรอม (Å) โดยที่ $1 \text{ Angstrom} = 10^{-10} \text{ m}$.

x, y, z เป็นแกนสมมุติอ้างอิงโดยมีจุดกำเนิด O (Origin) อยู่ตรงตำแหน่ง

อะตอมหนึ่ง ๆ ของหน่วยเซลล์หนึ่ง เรียกว่า แลตทิซเวกเตอร์ (Lattice vector)

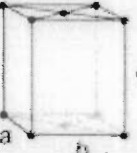
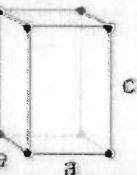
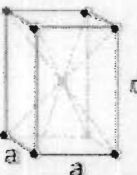
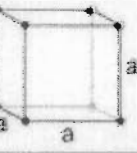
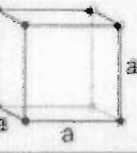
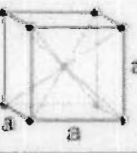
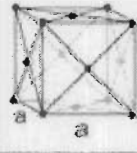
α, β, γ เป็นมุมที่เกิดขึ้นภายในผลึกอยู่ระหว่างแกน x, y, z

ภาพที่ ก-1 แกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึก

สเตปแลตทิซ (Space Lattice) มีอยู่ทั้งหมด 230 แบบด้วยกัน แต่จะสรุปลงเหลือเพียง 14 แบบ

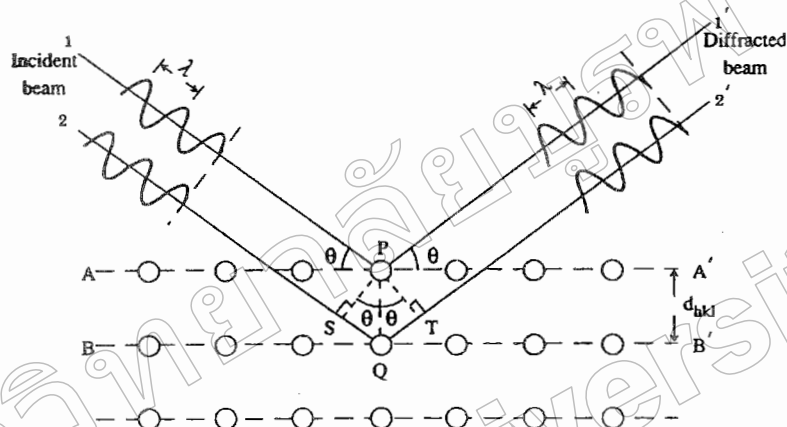
ใหญ่ ๆ ด้วยกันและมีรูปแบบที่สอดคล้องกับโครงสร้างระบบผลึก (Crystal structure) ได้ 7 ระบบด้วยกันคือ

1. ไตรคลินิก (Triclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แกนทั้ง 3 แกนทำมุมไม่เท่ากัน และไม่ตั้งฉากกัน
2. โมโนคลินิก (Monoclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน มีแกน 2 แกนที่จะทำมุมตั้งฉากกัน แต่แกนที่ 3 ไม่ตั้งฉาก
3. ออร์ทอโรห์มิก (Orthorhombic) หรือโอห์มบิก (Rhombic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แต่ทุกแกนจะทำมุมตั้งฉากกันและกัน
4. เตตระโกนอล (Tetragonal) มีแกน 2 แกนยาวเท่ากัน แต่อีกแกนหนึ่งจะสั้น หรือยาวกว่า แกนทั้ง 3 แกน ทำมุมตั้งฉากกันและกัน
5. โอห์โบฮีดรอล (Rhombohedral) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากัน แกนทั้ง 3 แกน ทำมุมเท่ากัน แต่ทั้ง 3 มุมไม่เป็น 90 องศา
6. เฮกซะโกนอล (Hexagonal) มีแกน 3 แกนอยู่ในแนวระนาบ (Plane) ทำมุมภายในเท่ากับ 120 องศา ต่อกัน แกนที่ 4 ทำมุม 90 องศา กับแนวระนาบ (Plane) แกน 3 แกนแรกจะเท่ากัน แต่จะไม่เท่ากับแกนที่ 4
7. คิวบิก (Cubic) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากันและตั้งฉากซึ่งกันและกัน

ระบบผลึก	แลตทิซ			
ไตรคลินิก (triclinic)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
โมโนคลินิก (monoclinic)	simple			
	centered			
ออร์โธโรมบิก (orthorhombic)	simple	base-centered	body-centered	face-centered
	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 
เฮกซาโกนอล (hexagonal)	$a \neq c$ 			
รอมโบฮีดรัล (rhombohedral) (trigonal)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
เตตระโกนอล (tetragonal)	simple	body-centered		
	$a \neq c$ 	$a \neq c$ 		
คิวบิก (isometric)	simple	body-centered	face-centered	
				

โดยปกติแล้วไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์บริสุทธิ์ มีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก
ในงานวิจัยนี้พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบด้วยระบบ รีแอคทีฟแมกนีตรอน
โคสปีดเตอริง มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก

กฎของแบรกก์ (Bragg's law)



ภาพที่ ก-2 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม

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

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

θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อน เมื่อวัดจากแนวระนาบ (ในหน่วย radians)

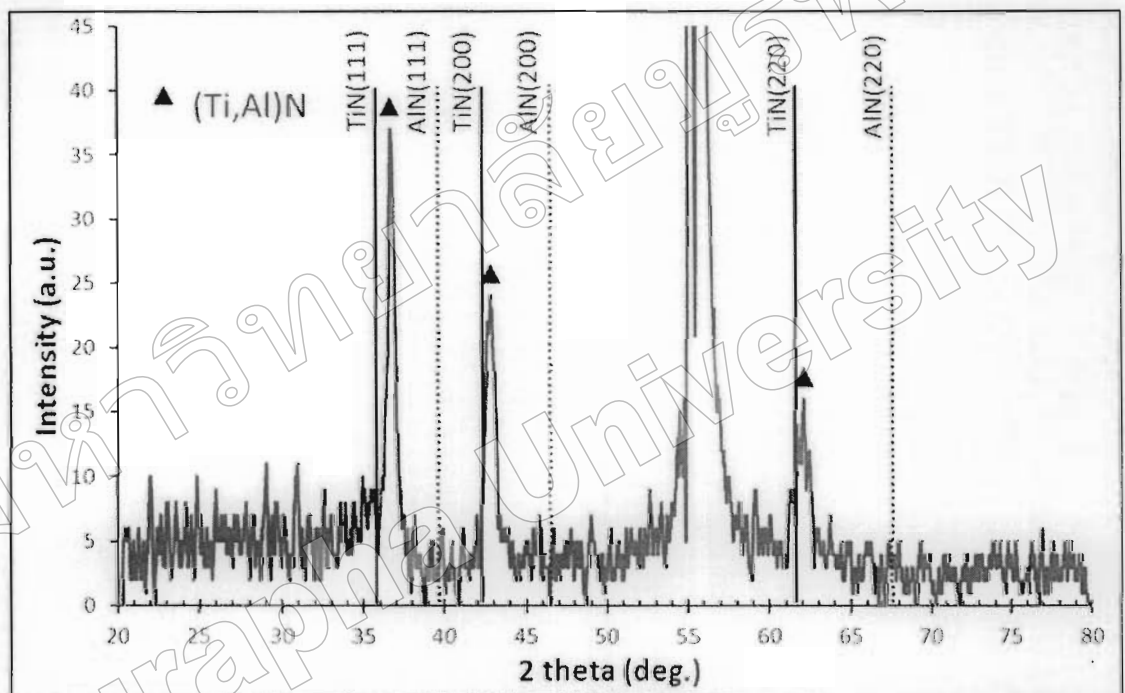
n ลำดับการสะท้อน

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

สูตรคำนวณระยะห่างระนาบในระบบผลึกแบบแบบคิวบิก

$$\text{cubic; } d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{ก-2})$$

ตัวอย่าง ก-1 การคำนวณหาระยะห่างระนาบผลึก (d -spacing) ที่ระนาบต่าง ๆ



ภาพที่ ก-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์

ตารางที่ ก-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์

No.	2 Theta	Intensity	h k l	d-spacing
1	36.72	37	1 1 1	2.44
2	43.07	24	2 0 0	2.11
3	62.26	16	2 2 0	1.49

1. หาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่ระนาบต่าง ๆ

กำหนด $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$; มุม θ หน่วยเป็น เรเดียน

แทนค่ามุม θ ในหน่วยเรเดียนในสมการที่ ก-1 จะได้ d -spacing ที่ระนาบต่าง ๆ ดังนี้

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

ที่ระนาบ (200);

$$d_{hkl} = 2.11$$

2. หาค่าคงที่ (Lattice Constant)

cubic;

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

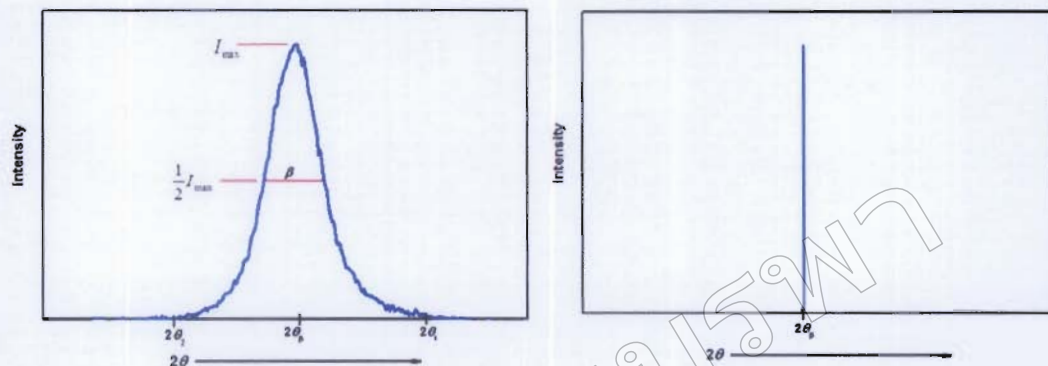
ที่ระนาบ (200);

$$2.11 = \frac{a}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}}$$

$$a = 2.11(2)$$

$$a = 4.2186$$

การคำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size)



ภาพที่ ก-4 Effect of crystallite size on diffraction curves (schematic)(Cullity, 1978)

Scherrer Equation
$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_\beta} \quad (\text{ก-3})$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มบางไทเทเนียมเซอโรโคเนียมไนไตรด์ หน่วย นาโนเมตร (nm)

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

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

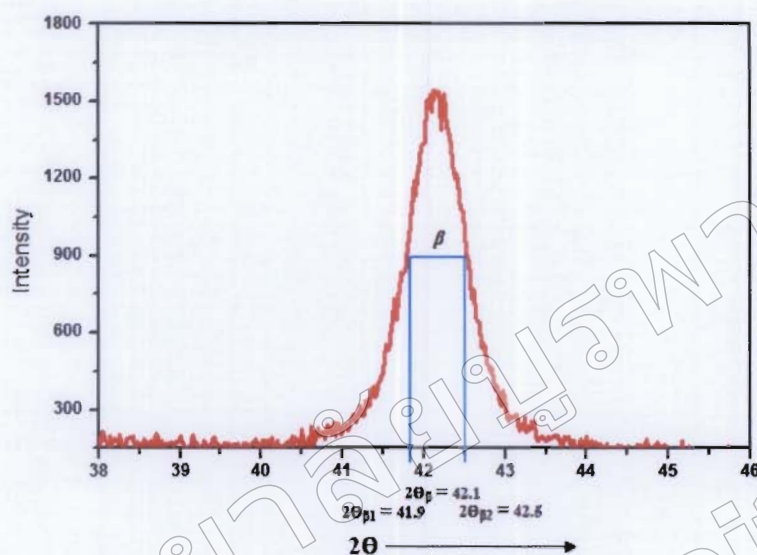
θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางฟิวด์ หน่วย เรเดียน

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของฟิวด์ที่มีค่าความเข้มสูงสุด

(Full Width at Half Maximum; FWHM) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ ก-4

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2} \quad (\text{ก-4})$$

ตัวอย่าง ก-2 การคำนวณขนาดผลึก



ภาพที่ ก-5 กราฟความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

วิธีคำนวณ หาค่า β จากสมการ ก-4

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

$$\beta = \frac{44.05 - 42.1}{2} = 0.376 \text{ ไร่เดียน}$$

นำค่า β แทนในสมการ ก-3 จะได้

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_{\beta}} ; \cos \theta_{\beta} = 0.930 \text{ ไร่เดียน}$$

$$L = \frac{(0.9)(0.15406 \text{ nm})}{(0.376)(0.930)} = 23.08 \text{ nm}$$

ดังนั้น ผลึกมีขนาดเท่ากับ 23.08 nm

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก ข
ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่



ที่ ศธ ๐๕๑๓.๒๐๑๐๓ (๓)/ ๒๕๔๔

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
วิทยาเขตกำแพงแสน
๑ ถนนพหลโยธิน อ.กำแพงแสน
จ.นครปฐม ๗๓๑๕๐

9/๙ ตุลาคม ๒๕๕๕

เรื่อง ตอบรับการร่วมประชุมวิชาการ

เรียน คุณอารีรัตน์ สมหวังสกุล

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 และประสบการณ์เชิงวิชาการที่นำไปสู่การใช้ประโยชน์นั้น

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 จินะวงศ์)

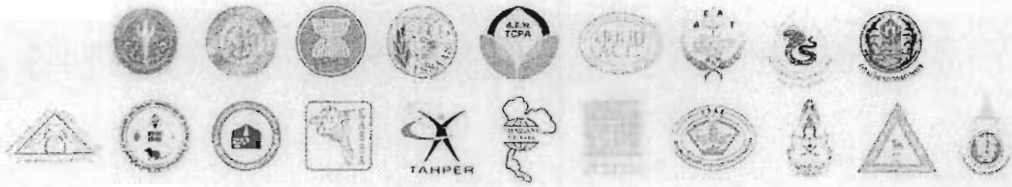
รองอธิการบดีวิทยาเขตกำแพงแสน

ปฏิบัติราชการแทนอธิการบดีมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

กองบริการการศึกษา (กำแพงแสน)

โทร. (๐๓๔) ๒๘๑๐๔๕-๖

โทรสาร. (๐๓๔) ๒๘๑๐๔๕ ต่อ ๑๓๒



ตามรอยพระยุคลบาท เกษตรศาสตร์ก้าวหน้าเพื่อแผ่นดิน



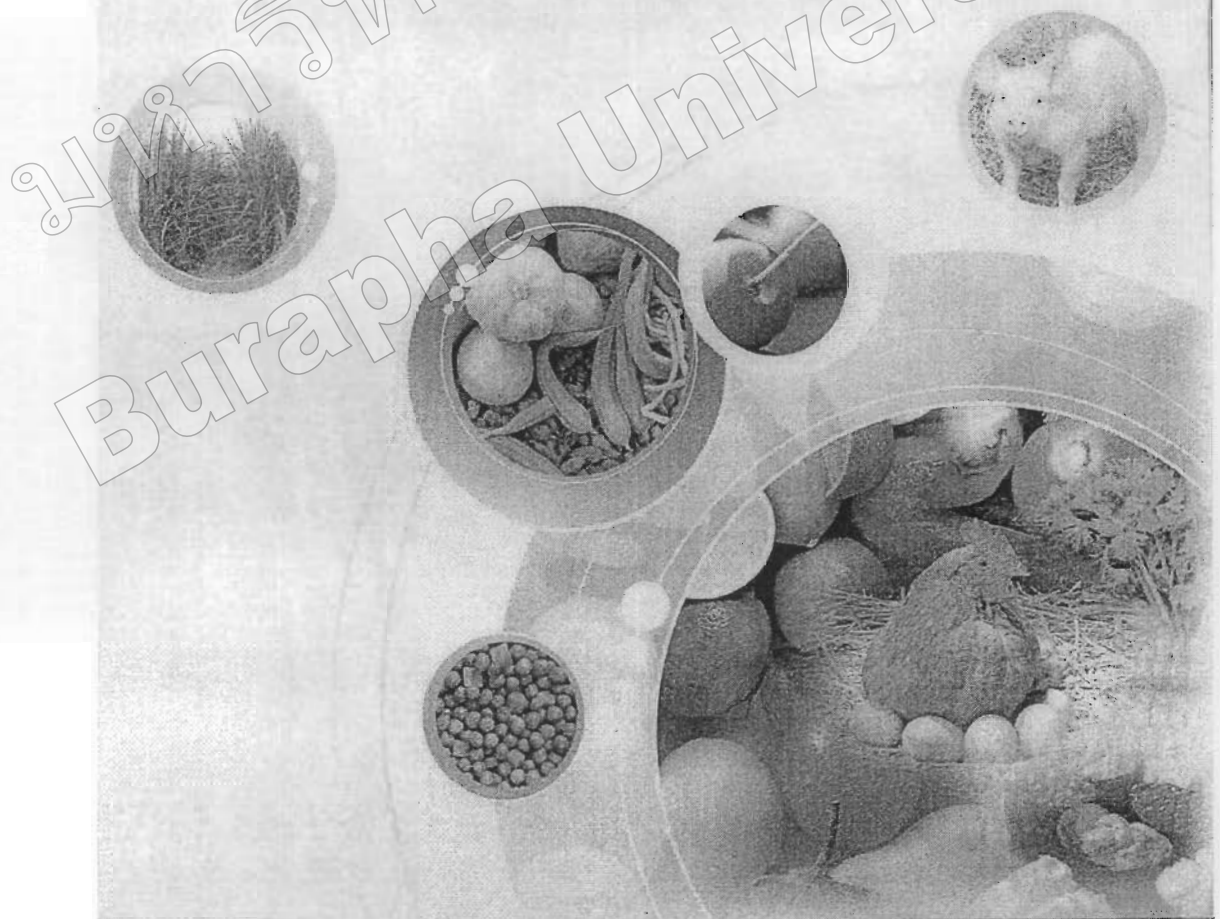
การประชุมวิชาการแห่งชาติ

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน

The 9th KU-KPS Conference

ครั้งที่ 9

6-7 ธันวาคม 2555



การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย
วิธีแอคทีฟดีซีโคอันบาลานซ์แมกนีตรอนสเปคโตร

Preparation and Characterization of Titanium Aluminium Nitride Thin Film Deposited by
Reactive DC Co-Unbalanced Magnetron Sputtering Method

อารีรัตน์ สมหวังสกุล^{1,2*} อติศร บุรณวงศ์^{1,2} นรินทร์ วิฑิตอนันต์^{1,2} และ สุรสิงห์ ไชยคุณ^{1,2}
Areerat Somwangsakul^{1,2*} Adisorn Buranawong^{1,2} Nirun Witit-anun^{1,2} and Surasing Chaiyakun^{1,2}

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ถูกเคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีโคอันบาลานซ์แมกนีตรอนสเปคโตริงบนกระจกใสและซิลิกอน เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรเป้าไทเทเนียม (I_t) ต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนา ในช่วง 300 - 900 มิลลิแอมป์ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนา ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction; XRD) และอะตอมมิกฟอซไมโครสโคป (Atomic Force Microscope; AFM) ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าค่ากระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรเป้าไทเทเนียมมีผลโดยตรงต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์ม โดยฟิล์มที่เคลือบได้แสดงโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111) (200) และ (220) ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้มีค่าในช่วง 147 - 252 นาโนเมตร และ 1.4 - 3.1 นาโนเมตร ตามลำดับ

Abstract

Titanium aluminium nitride (TiAlN) thin film was deposited by reactive DC Co-unbalanced magnetron sputtering method on glass slide and silicon. The effect of titanium sputtering current (I_t), in range of 300 - 900 mA, on the crystal structure, surface morphology and thickness were investigated. The crystal structure, surface morphology and thickness were characterized by X-ray Diffraction (XRD) and Atomic Force Microscope (AFM) techniques, respectively. The results show that the crystal structure, surface morphologies and thickness of the film are strongly depended on the titanium sputtering current. The as-deposited films were composed of TiAlN with (111), (200) and (220) planes. The roughness and thickness of the as-deposited films were in the range of 147 to 252 nm and 1.4 to 3.1 nm, respectively.

Key Words: Thin films, titanium aluminium nitride, sputtering, reactive co-sputtering.

E-mail: areerat_buu@hotmail.com

¹ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี

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

² ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (ThEP) สบว. สกอ.

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

บทนำ

การปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของวัสดุทำได้หลายวิธี แนวทางหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรมทั่วโลกคือการเคลือบด้วยสารที่มีสมบัติเหมาะสมในลักษณะฟิล์มบางด้วยการเคลือบในสุญญากาศ (vacuum coating) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเทคนิค PVD (Physical Vapor Deposition) ทั้งนี้ทั้งนั้นเคลือบหรือฟิล์มบางชนิดหนึ่งที่ได้รับการยอมรับมาอย่างต่อเนื่องว่าเหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมเคลือบแข็ง (hard coating) คือ ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เนื่องจากมีสมบัติเยี่ยมหลายประการ เช่น มีความแข็งแรงสูง มีเสถียรภาพทางเคมีและทนความร้อนสูงได้ดี สามารถทนการกัดกร่อนและมีสมบัติเชิงกลที่ดี (Liu *et al.*, 2005; Su *et al.*, 1993; Reiner *et al.*, 1992) นิยมใช้เคลือบเครื่องมืออุปกรณ์ตัดเฉาะและเครื่องจักรกลในภาคอุตสาหกรรม (Cunha *et al.*, 1999)

อย่างไรก็ดีฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์มีข้อจำกัดบางประการคือไม่สามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงเกิน 500 °C เป็นผลให้สมบัติด้านความแข็งแรงของฟิล์มลดลง (Singh *et al.*, 2005; Shum *et al.*, 2004) การแก้ปัญหาแนวทางหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจคือการเติมอะตอมอลูมิเนียม (Al) เข้าไปในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เพื่อฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ซึ่งไม่เพียงเพิ่มสมบัติต้านทานการกัดกร่อนเนื่องจากเกิดชั้นของออกไซด์บนผิวหน้าฟิล์มเท่านั้นแต่ยังช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้แก่ฟิล์มได้อีกด้วยเนื่องจากไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์เป็นสารละลายของแข็ง (solid solution) ที่มีความแข็งแรงมากกว่าไทเทเนียมไนไตรด์ (Lugscheider *et al.*, 1999)

สำหรับการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น ดีซีรีแอกทีฟสปัตเตอร์ริง (DC reactive sputtering) อาร์เอฟรีแอกทีฟสปัตเตอร์ริง (RF reactive sputtering) และการอาร์คในสุญญากาศ (vacuum arc deposition) (Ramana *et al.*, 2004) อย่างไรก็ตามการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ให้มีโครงสร้างระดับนาโนในส่วนใหญ่มักต้องใช้กระแสไฟฟ้าค่อนข้างสูง (Niu *et al.*, 2008; Uglov *et al.*, 2006) หรือ ต้องให้ความร้อนและความต่างศักย์ไบแอสแก่วัสดุรองรับ (Ramana *et al.*, 2004) การศึกษาเงื่อนไขการเคลือบที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์จึงมีค่อนข้างน้อยและจำกัด โดยเฉพาะอย่างยิ่งในประเด็นการควบคุมสัดส่วนองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้ ทั้งนี้วิธีการเคลือบที่สามารถควบคุมสัดส่วนขององค์ประกอบธาตุของฟิล์มได้สะดวกและไม่ยุ่งยากคือการเคลือบวิธีโคสปัตเตอร์ริง (co-sputtering) การเคลือบวิธีนี้ใช้เป้าสารเคลือบ 2 ชุด ทำให้สามารถควบคุมอัตราการผลิตสปัตเตอร์สารเคลือบของไทเทเนียม (Ti) หรือ อลูมิเนียม (Al) โดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่เป้าสารเคลือบเท่านั้น บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนโดยไม่ให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับด้วยวิธีรีแอกทีฟดีซีโคอันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าในการสปัตเตอร์เป้าสารเคลือบไทเทเนียม (I_p) ที่มีต่อโครงสร้างผลึก ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยต่อไป

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

ฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดที่เคลือบบนกระจกใสได้ทั้งหมดทุกเงื่อนไขพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียนสารเคลือบกระจายตัวสม่ำเสมอ ส่องผ่านแสงได้บางส่วน ฟิล์มที่เคลือบได้มีสีน้ำตาลอ่อน น้ำตาลและน้ำตาลเข้มแปรไปตามกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียมที่ใช้ในการเคลือบ (Figure 2) สำหรับอัตราเคลือบซึ่งหาจากค่าความหนาฟิล์มหารด้วยเวลาในการเคลือบ (Figure 3) พบว่าเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 มิลลิแอมป์ อัตราเคลือบเท่ากับ 2.5 นาโนเมตรต่อวินาที และเพิ่มขึ้นเป็น 4.2 นาโนเมตรต่อวินาที เมื่อกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเพิ่มเป็น 900 มิลลิแอมป์ เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียมออกมารวมตัวกับออกไซด์ในไตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางตกเคลือบบนวัสดุรองรับมีโอกาสสูงขึ้นทำให้อัตราเคลือบฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดสูงขึ้น

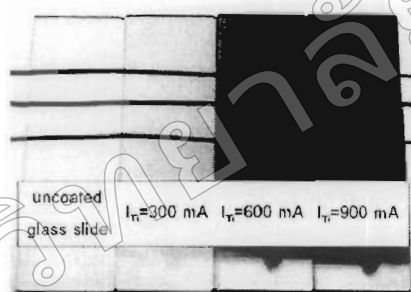


Figure 2 Surface characteristics and colors of TiAlN thin films deposited on glass slide under various sputtering current of Ti

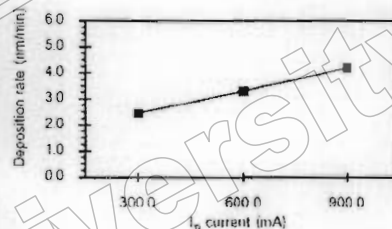


Figure 3 Deposition rates of TiAlN thin films deposited on Si under various sputtering current of Ti

ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดที่เคลือบได้ทั้งหมดด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังแสดงใน Figure 4 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียม โดยเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าต่ำกว่า 300 มิลลิแอมป์ พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 43.08° สอดคล้องกับไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดระนาบ (200) เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเป็น 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 42.88° และ 62.18° ซึ่งสอดคล้องกับไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดระนาบ (200) และ (220) สุดท้ายเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 900 มิลลิแอมป์ พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 36.76° , 42.84° และ 62.18° ซึ่งสอดคล้องกับไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดระนาบ (111) (200) และ (220) จากผลการทดลองพบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มมีการโตหรือมีการพัฒนาในระหว่างการฟอร์มตัว สัมพันธ์กับพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่เคลือบลงบนผิววัสดุรองรับที่เพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตรไฟฟ้าไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานมากพอในการฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิงจากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 ซึ่งมีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ 4.241 อังสตรอม เทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบได้ (Figure 4) พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เลื่อนไปทางขวาเมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐานของไทเทเนียมไนไตรด์ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Liu *et al.* (2005) ซึ่งอธิบายว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไตรด์ที่เคลือบได้มีขนาดเล็กกว่าของค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์เนื่องจากอะตอมของออกไซด์เข้ามาแทนที่อะตอมของไทเทเนียมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ ทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้มีค่าน้อยกว่าค่ามาตรฐานของไทเทเนียมไนไตรด์ เป็นผลให้ตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเลื่อนไปทางขวานั้นเอง

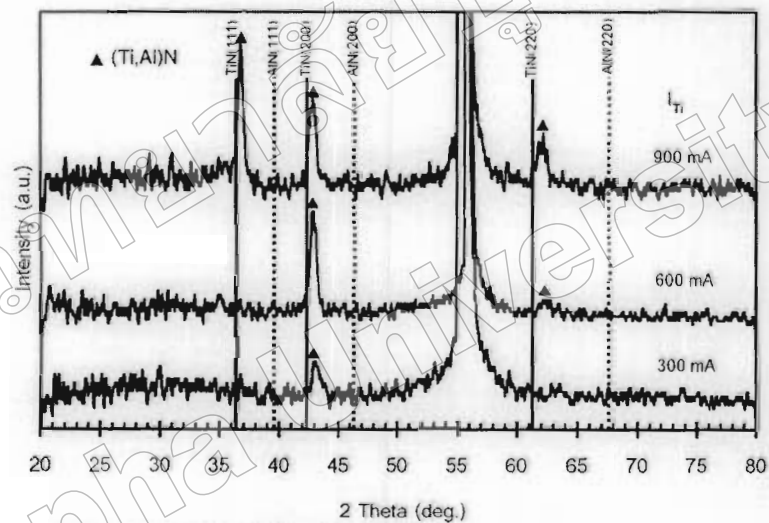


Figure 4 X-ray diffraction patterns of TiAlN thin films deposited on Si under various sputtering current of Ti

Table 1 Lattice constant, crystal size, thickness and roughness of as-deposited TiAlN thin film

Ti current (mA)	Lattice constant (Å)			Crystal size(nm)			Thickness (nm)	R _{ms} (nm)
	TiAlN(111)	TiAlN(200)	TiAlN(220)	TiAlN(111)	TiAlN(200)	TiAlN(220)		
300	-	4.1759	-	-	29.6	-	147	1.4
600	-	4.2186	4.2189	-	29.6	25.3	198	1.9
900	4.2306	4.2093	4.2348	36.4	28.7	19.7	252	3.1

Lattice constant of TiN = 4.241 Å, from JCPDS file No. 381420

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

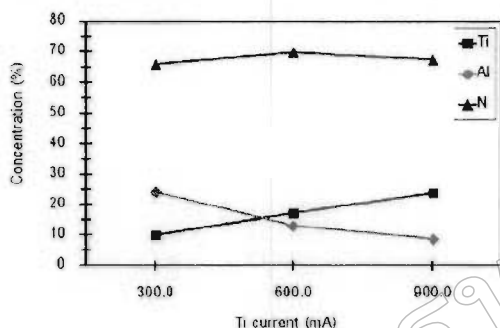


Figure 5 Element concentration (a%) of TiAlN thin films deposited on Si under various sputtering current of Ti

เมื่อนำฟิล์มที่เคลือบได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ซึ่งเปลี่ยนไปตามค่ากระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ ดังแสดงใน Figure 5 โดยพบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 300 มิลลิแอมป์ เป็น 900 มิลลิแอมป์ องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลง ดังนี้คือ ไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 9.89% เป็น 23.82% ขณะที่อลูมิเนียมลดลงจาก 24.20% เป็น 8.77% เนื่องจากไทเทเนียมถูกสเปกโตรออกจากเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมแล้วเข้าไปแทนที่อะตอมอลูมิเนียมในโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ ทำให้อลูมิเนียมในฟิล์มมีปริมาณลดลง ส่วนไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงโดยมีค่าอยู่ในช่วง 65.91% ถึง 69.74% แสดงว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิห้องได้สำเร็จ

Figure 6 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ในแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเท่ากับ 300 มิลลิแอมป์ ฟิล์มที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเท่ากับ 600 มิลลิแอมป์ สารเคลือบเริ่มเกาะกลุ่มกันมีขนาดใหญ่ขึ้น และฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเท่ากับ 900 มิลลิแอมป์ ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะแหลมสูงต่ำกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม โดยฟิล์มที่เคลือบได้ มีความหนาขยบผิว (R_{rms}) ในช่วง 1.4 – 3.1 นาโนเมตร เมื่อกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์มเพิ่มจาก 147 นาโนเมตร เป็น 252 นาโนเมตร ดังสรุปใน Table 1

จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิว ความขยบผิว ความหนา ตลอดจนขนาดของลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลง เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียม ซึ่งเป็นการเพิ่มพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ ทำให้สารเคลือบมีพลังงานมากพอในการเกาะกลุ่มรวมตัวกันจนมีขนาดใหญ่ขึ้นจนทำให้ความขยบเพิ่มขึ้นตามไปด้วย นอกจากนี้การเพิ่มกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรไฟฟ้าไทเทเนียมยังทำให้มีอะตอมสารเคลือบหลุดจากเป้าสารเคลือบออกมารวมตัวกับอลูมิเนียมและไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับมากขึ้นจนฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นตามลำดับ

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9



Figure 6 Surface morphology of TiAlN thin films deposited on Si under various sputtering current of Ti

สรุป

ฟิล์มบางไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีสเปกโตรอิเล็กโทรลิซิสโคออร์ดิเนชันแบบนิรอน สเปกโตรอิเล็กโทรลิซิสโคออร์ดิเนชันและแผ่นซิลิกอน ฟิล์มที่เคลือบบนกระจกใสมีลักษณะเรียบเนียนสีน้ำตาลอ่อน น้ำตาลและน้ำตาลเข้มส่งผ่านแสงได้บางส่วน ผลการศึกษาพบว่ากระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรอิเล็กโทรลิซิสไทเทเนียมมีผลต่อโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่ได้ เมื่อกระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรอิเล็กโทรลิซิสไทเทเนียมเพิ่มขึ้นพบว่าฟิล์มไทเทเนียมอลูมิเนียมไนไตรด์ที่ได้มีโครงสร้างผลึกระนาบ (111) (200) และ (220) ค่าคงที่แลตทิซอยู่ในช่วง $4.1759 - 4.2348$ อังสตรอม องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้มีไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ขึ้นกับค่ากระแสไฟฟ้าในการสเปกโตรอิเล็กโทรลิซิสไทเทเนียม ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 147 นาโนเมตร เป็น 252 นาโนเมตร และ 1.4 นาโนเมตร เป็น 3.1 นาโนเมตร ตามลำดับ

การประชุมวิชาการแห่งชาติ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ทุนสนับสนุนทุนการวิจัย ประเภท งบประมาณรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2555 เป็นอย่างสูง ซึ่งทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี และขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ในการทำวิจัย

เอกสารอ้างอิง

- Cunha, L., Andritschky, M., Rebouta, L. and Pischow, K. 1999. Corrosion of CrN and TiAlN coatings in chloride-containing atmospheres. *Surface and Coatings Technology*. 116-119: 1152-1160.
- Liu, G.T., Duha, J.G., Chung, K.H. and Wang, J.H. 2005. Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti,Al)N coatings on dental alloys. *Surface and Coatings Technology*. 200: 2100 – 2105
- Lugscheider, E., Knotek, O., Barimani, C., Leyendecker, T., Lemmer, O. and Wenke, R. 1999. PVD hard coated reamers in lubricant-free cutting. *Surface and Coatings Technology*. 112: 146-151.
- Niu, E.W., Li, G.H., Lv, H. Chen, W.R. Feng and S.Z. Yang. 2008. Characterization of Ti-Zr-N films deposited by cathodic vacuum arc with different substrate bias. *Applied Surface Science*. 254: 3909-3914.
- Ramana, J.V., Kumar, S., David, C. and Saiju, V.S. 2004. Structure, composition and microhardness of (Ti,Al)N and (Ti,Al)N coatings prepared by DC magnetron sputtering. *Materials Letters*. 58: 2553-2558.
- Reiner, H., Hantche, H., Jehn, H.A., Kopacz, U. and Rack, A. 1992. Decorative properties and chemical composition of hard coatings. *Surface and Coatings Technology*. 54-55: 273-278.
- Shum, P.W., Tam, W.C., Li, K.Y., Zhou, Z.F. and Shen, Y.G. 2004. Mechanical and tribological properties of titanium-aluminium-nitride films deposited by reactive close-field unbalance magnetron sputtering. *Wear*. 257: 1030-1040.
- Singh, K., Limaye, P.K., Soni, N.L., Grover, A.K., Agrawal, R.G. and Suri, A.K. 2005. Wear studies of (Ti-Al)N coatings deposited by reactive magnetron sputtering. *Wear*. 258: 1813-1824.
- Su, Y.L., Lin, J.S., Shiau, L.I. and Wu, J.D. 1993. A tribological investigation of physical vapour deposition TiN coatings paired with surface treated steels for machine element applications. *Wear*. 167: 73-83.
- Uglov, V.V., Anishchik, V.M., Zlotski, S.V. and Abadías, G. 2006. The phase composition and stress development in ternary Ti-Zr-N coatings grown by vacuum arc with combining of plasma flow. *Surface and Coatings Technology*. 200: 6389-6394.