

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

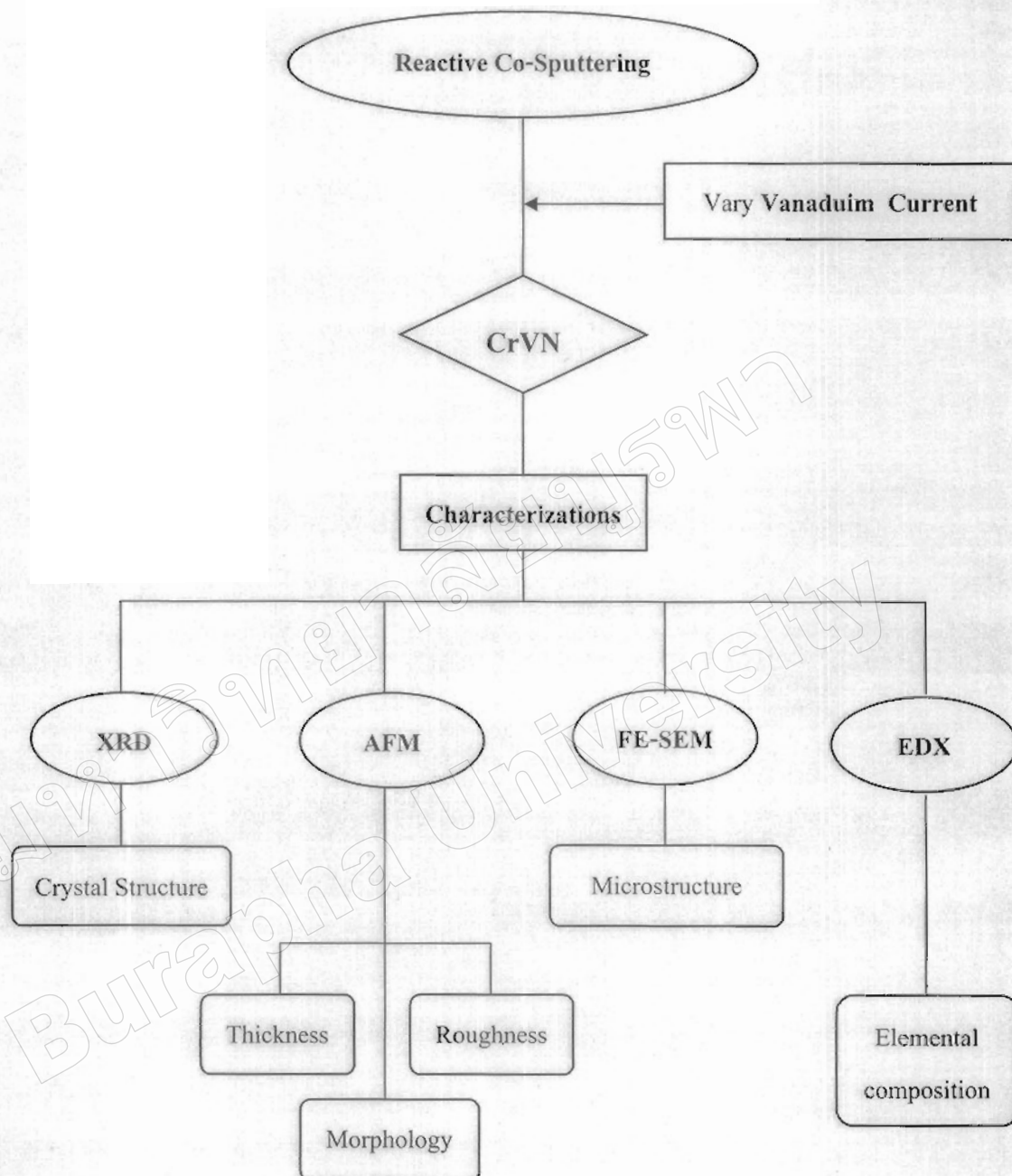
บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดจนถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบาง โครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบาง โครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ สรุปได้ดังนี้

การเตรียมฟิล์มบาง โครเมียมวานาเดียมไนไตรด์นั้น เริ่มจากศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบ ตัวแปรและขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิทยานิพนธ์นี้ใช้การเคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โดสปีดเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ โดยศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าหมาย คือ โครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้ ด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants) ใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว ใช้เทคนิค EDX เพื่อศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี และใช้เทคนิค FE-SEM เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของฟิล์มโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอร์ริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าโครเมียมและเป้าหมายวานาเดียม มีความบริสุทธิ์ 99.95 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระดาษโลหะใช้เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา
- แผ่นซิลิกอนใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ

องค์ประกอบธาตุและ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

Gas)

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น D8 โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) ของคณะพลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี (ภาพที่ 3-3)

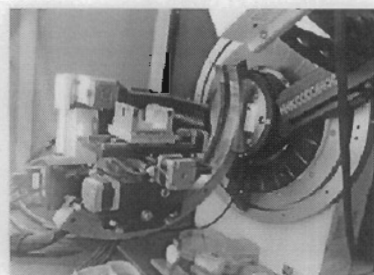
2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) ของศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ (NANOTEC) สำนักพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (ภาพที่ 3-4)

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)

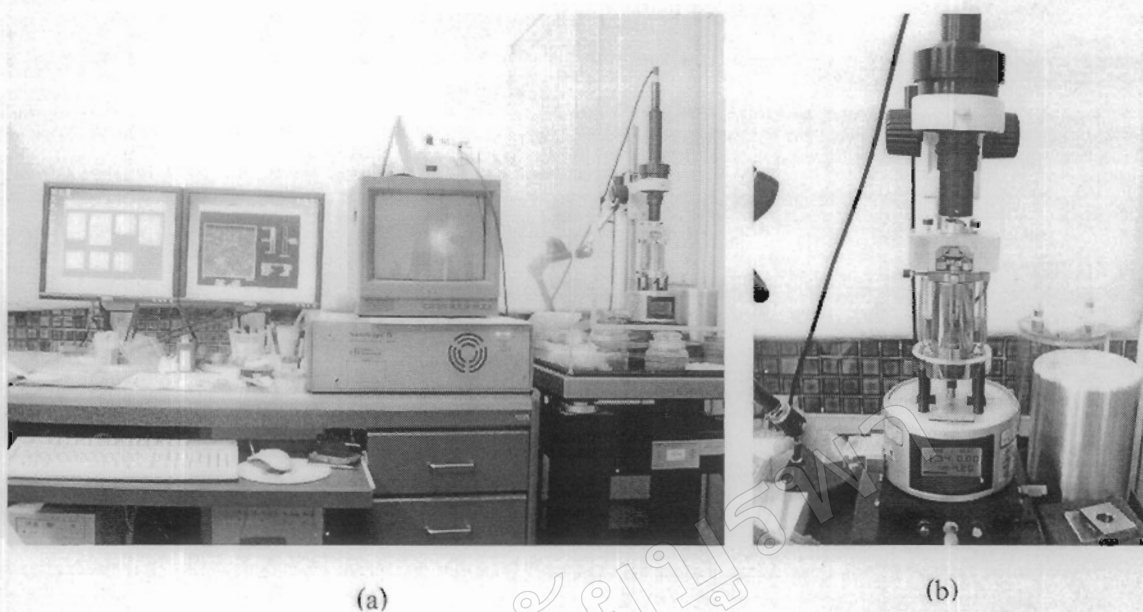
2.4 Energy Dispersive X-ray spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมี (ภาพที่ 3-6) (งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy รุ่น LEO1450VP ของ ศูนย์ปฏิบัติการกล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา



ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคทีฟ ดีซี โคสโตนเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



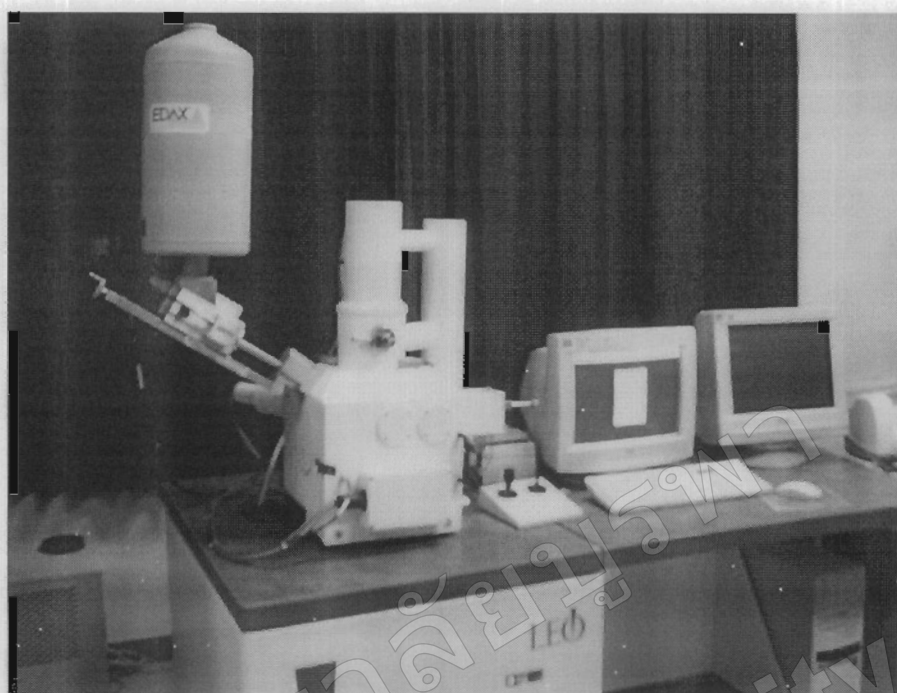
ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractometer Bruker (XRD)



ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)



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

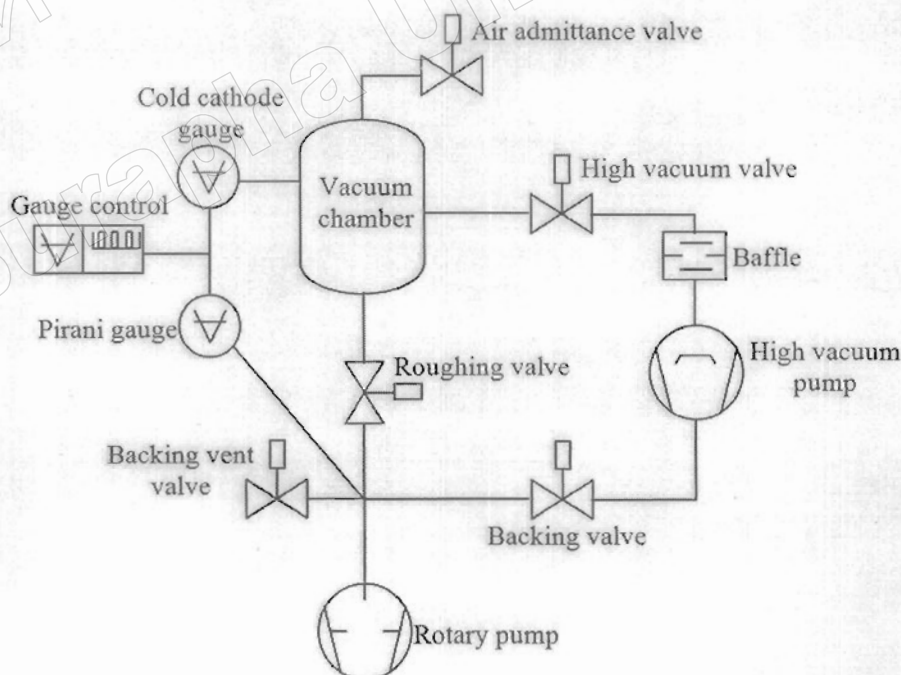


ภาพที่ 3-6 เครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

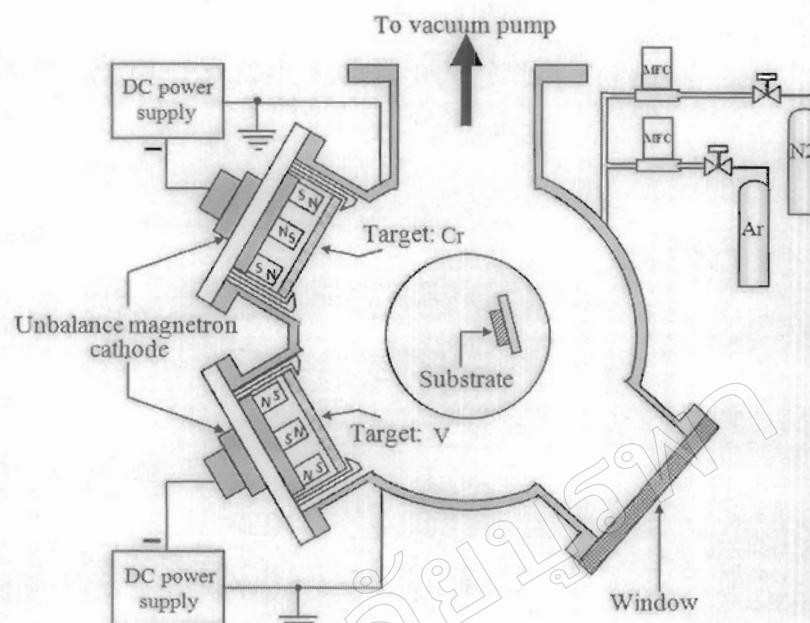
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

ฟิล์มบางโครเมียมวาเนเดียมไนไตรด์ ในงานวิทยานิพนธ์นี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบ ดีซี อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ด้วยเทคนิค รีแอกตีฟ โคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) รายละเอียดดังนี้

1. ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 310.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบางแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกัลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย 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 ภายในห้องเคลือบมีแท่นวางชิ้นงานที่กลางห้องเคลือบซึ่งสามารถปรับระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบได้

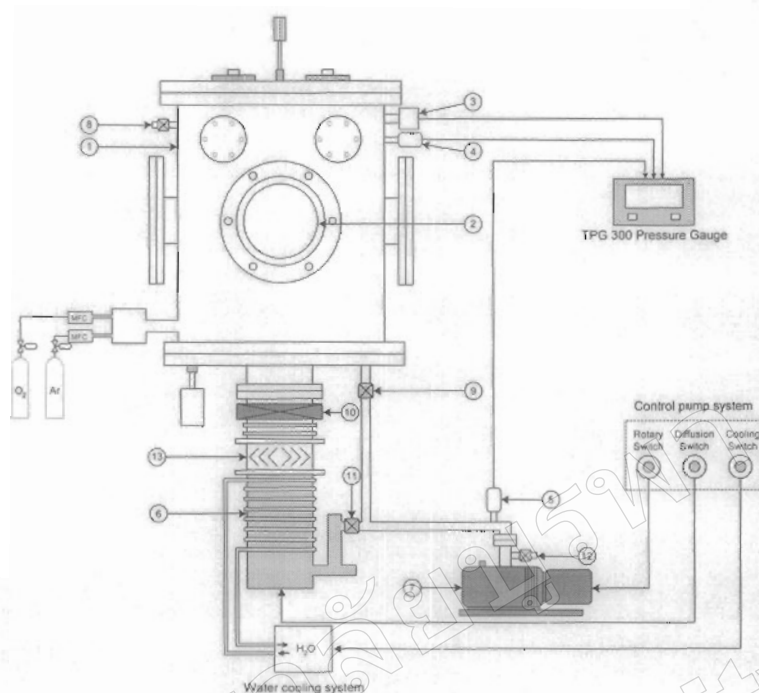
การสร้างสถานะสุญญากาศ

ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอริง ต้องทำความสะอาดในสถานะสุญญากาศให้อยู่ในสถานะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-5} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในสถานะสุญญากาศ (Residual Gas) การสร้างสถานะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับสถานะสุญญากาศด้วยท่อและมิวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-9) โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบลโรตารีเพื่อลดความดันในสถานะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ต่อมาจะ

ใช้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบเช็ควาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดัน และระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลำสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลำโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. เริ่มสูบลำอากาศจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบลำโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลำโรตารีสูบลำอากาศออกจากเครื่องสูบลำแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจสอบความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสถานะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้ลำอากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท
5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลำโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลำโรตารีสูบลำอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)
6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสูบลำอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar
7. จับเวลาและรอนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_0) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

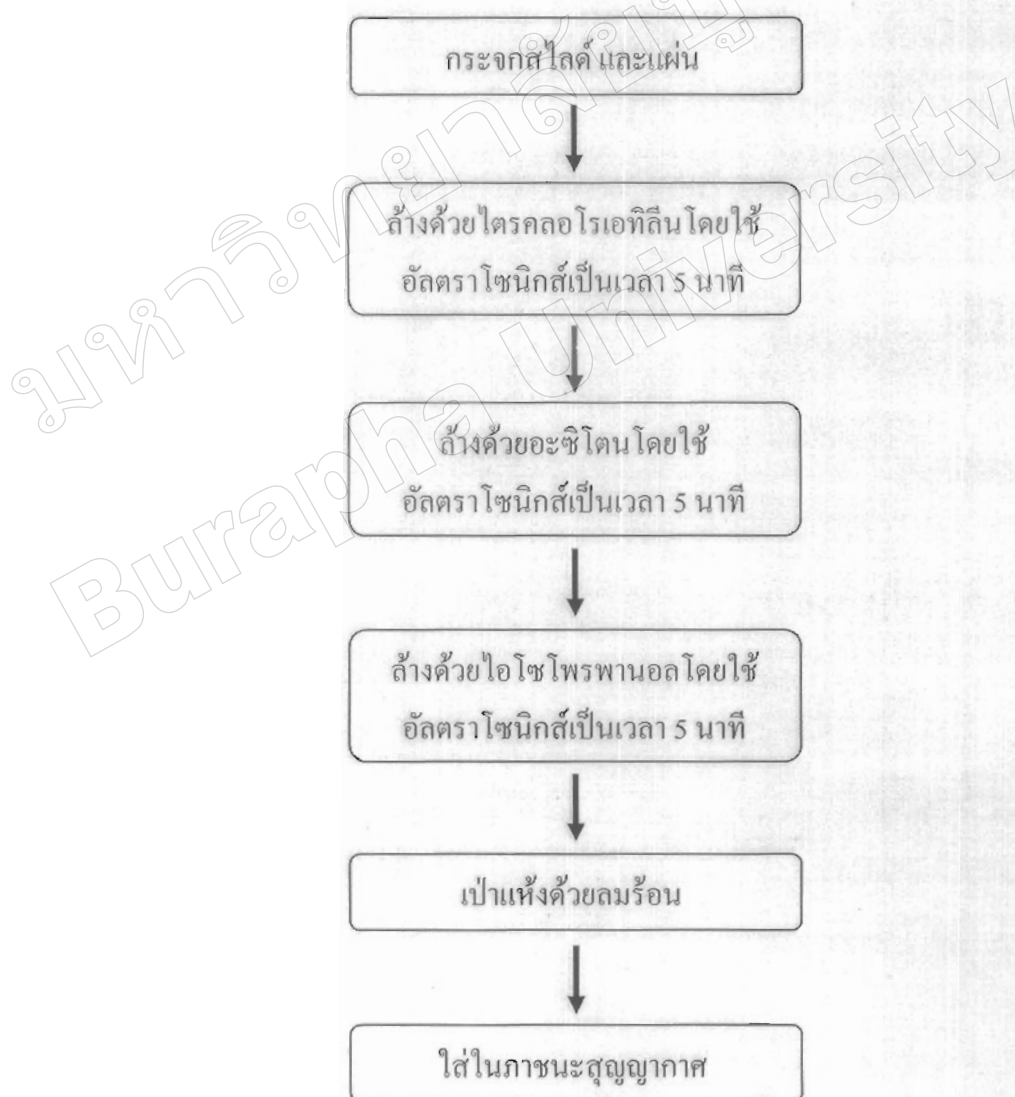


ภาพที่ 3-9 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบลูญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง

- | | |
|---|--|
| 1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber) | 2. หน้าต่าง (Window) |
| 3. มาตรวัดความดันเพนนิง (Penning Gauge) | 4. มาตรวัดความดันพิรานี (Pirani Gauge) |
| 5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge) | 6. เครื่องสูบบางแพร่ไอ (Diffusion Pump) |
| 7. เครื่องสูบกกลโรตารี (Rotary Pump) | 8. วาล์วปล่อย (Vent Valve) |
| 9. วาล์วหยาบ (Roughing Valve) | 10. วาล์วสุญญากาศสูง (High Vacuum Valve) |
| 11. วาล์วท้าย (Backing Valve) | 12. วาล์วปล่อย (Vent Valve) |
| 13. แบริล (Baffle) | |

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมคิปปิดด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-10



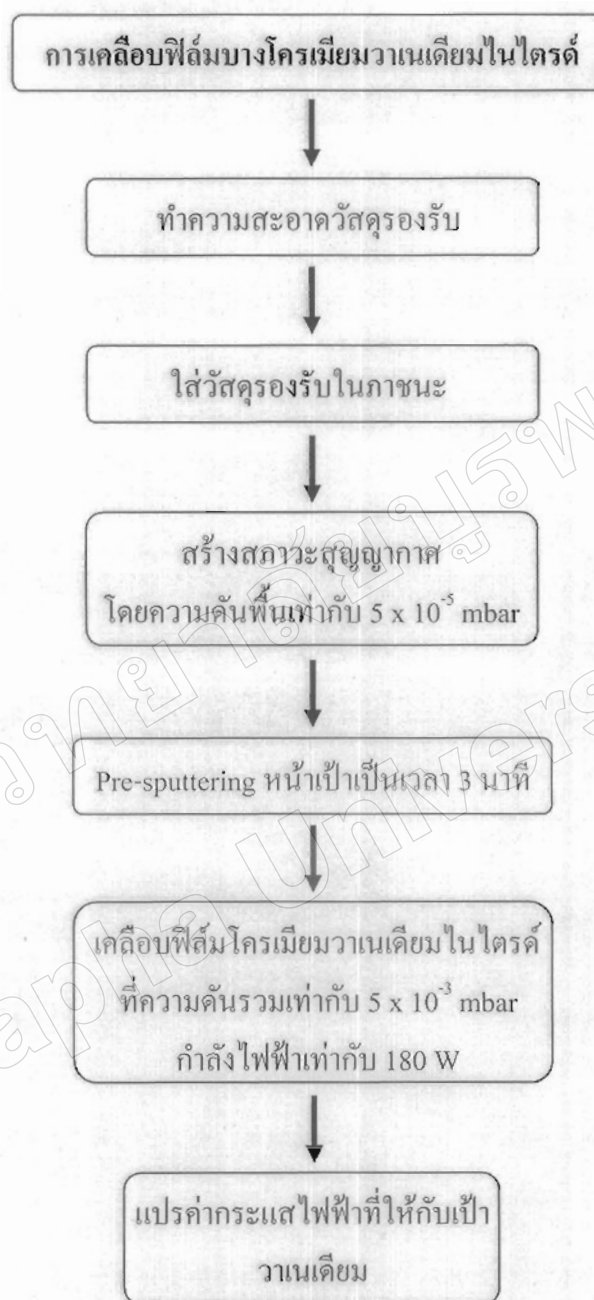
ภาพที่ 3-10 การล้างวัสดุรองรับ

การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

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

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์มีรายละเอียดดังนี้

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



ภาพที่ 3-11 การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

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

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึกขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ โดยมีรายละเอียดดังนี้

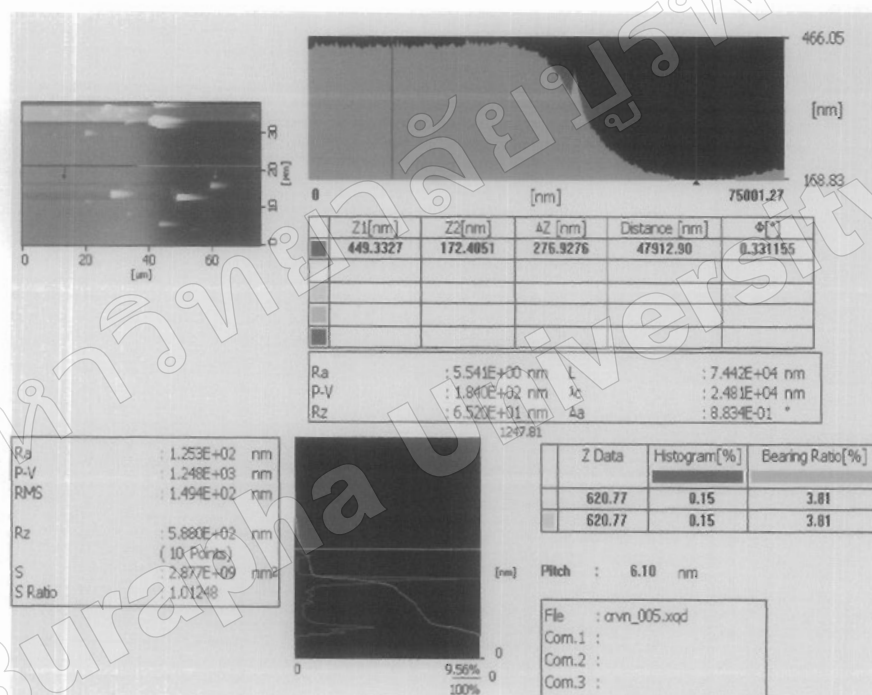
1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 90^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์สามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้ Scherrer Equation ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ สำหรับการหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์สามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล ในการคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมวานาเดียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

2. ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษา ลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 การหาความหนาฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวิเคราะห์ความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่มีการโค้งงอ บริเวณด้านบนจะมีแหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ และมีโฟโตดีเทคเตอร์สำหรับวัดการโค้งงอของคานายื่น แสดงผลดังภาพที่ 3-12



ภาพที่ 3-12 ตัวอย่างผลการตรวจวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอนในไดรค์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานมีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ แสดงผลดังภาพที่ 3-13 โดยใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (Root-Mean-Square Roughness, R_{rms}) ดังสมการ

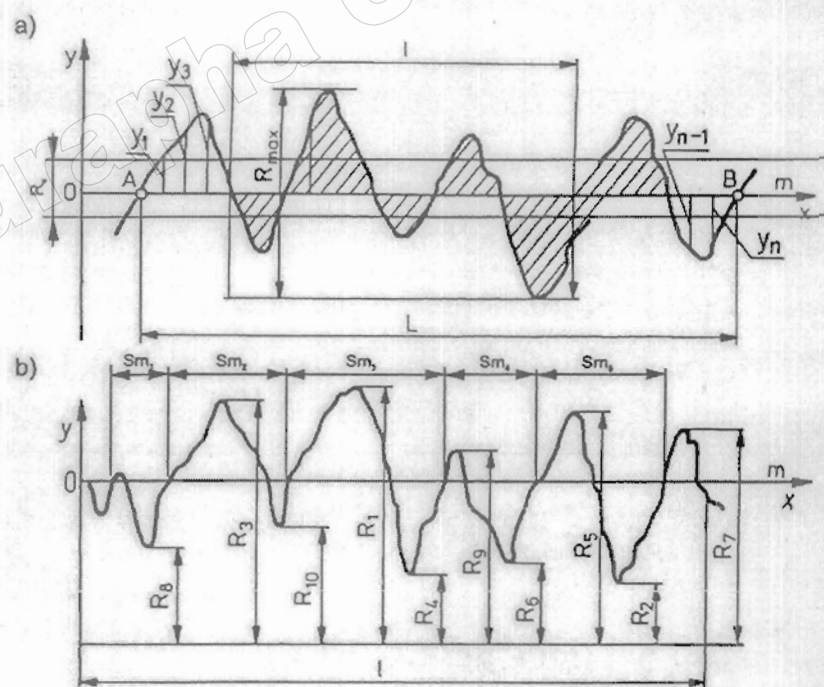
$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Z_i - \bar{Z})^2} \quad (3-4)$$

เมื่อ

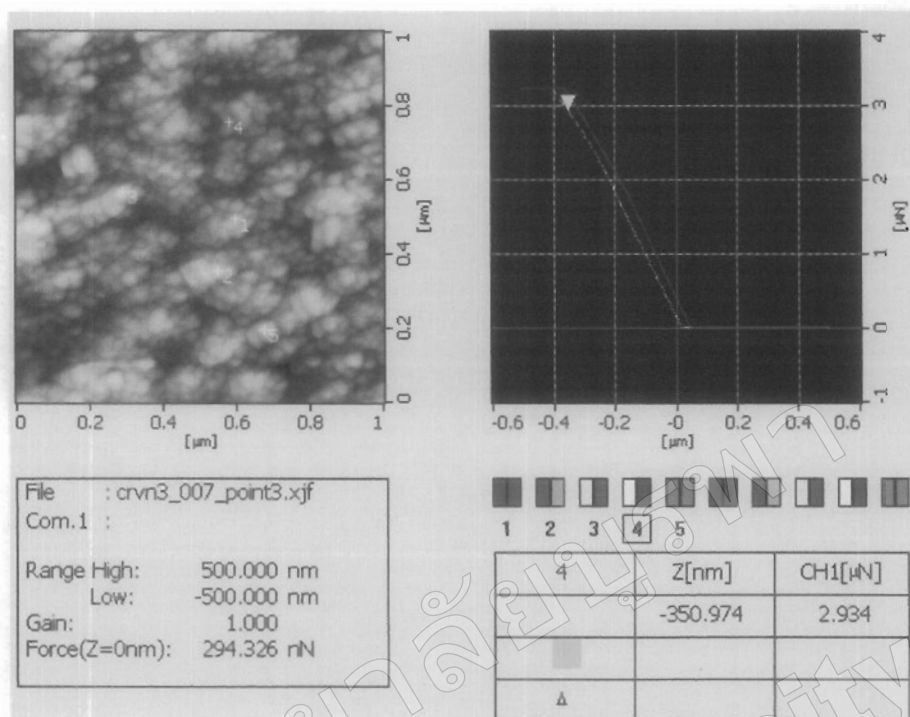
n คือ จำนวนตำแหน่งที่มีค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของบริเวณพื้นที่ผิวที่ทำการวัด

Z_i คือ ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของแต่ละตำแหน่งบนพื้นผิว

$\bar{Z}$ คือ ความสูงเฉลี่ย

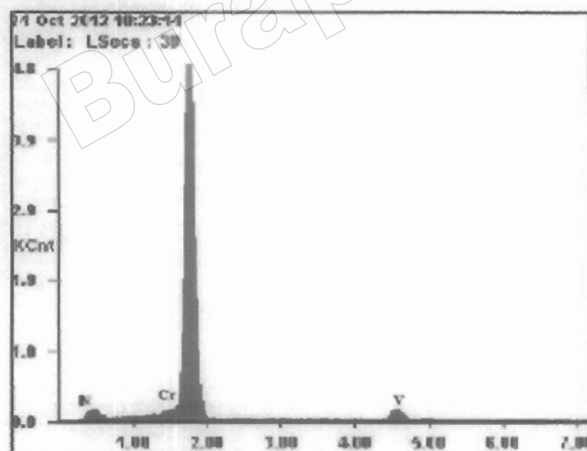


ภาพที่ 3-13 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย(หนึ่งจุดขั้ว แก้วไข, 2555)



ภาพที่ 3-14 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิวฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

3. องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็น การนำฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษา องค์ประกอบของธาตุทางเคมี ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) แสดงผล ดังภาพที่ 3-15



Element	Wt %	At %
Cr	57.95	48.49
V	21.73	14.26
N	20.32	37.26

ภาพที่ 3-15 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบธาตุของฟิล์มด้วยเทคนิค EDX

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มโครเมียมวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะ ดังนี้

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าวานเดียมต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้
วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าวานเดียมในการเคลือบ เพื่อหากระแสไฟฟ้าของเป้าวานเดียมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางโครเมียมวาเนเดียมไนไตรด์โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 3 sccm : 2 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าวานเดียมเท่ากับ 400 mA, 600 mA และ 800 mA ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 40 นาที (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าวานเดียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, วานเดียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	3
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2
กระแสไฟฟ้าวานเดียม (mA)	400, 600, 800
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	600
เวลาเคลือบ (min)	40