

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ เป็นการเรียงตัว (Fabricated) โดยการควบแน่นสะสมพอกพูน (Deposited) ของสารเคลือบในลักษณะ โมเลกุลหรืออะตอมบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของสารเคลือบในลักษณะฟิล์มที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตร ซึ่ง Bunshah (1994) ให้ความหมายของฟิล์มบางไว้ดังนี้คือ “ฟิล์มบาง หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ”

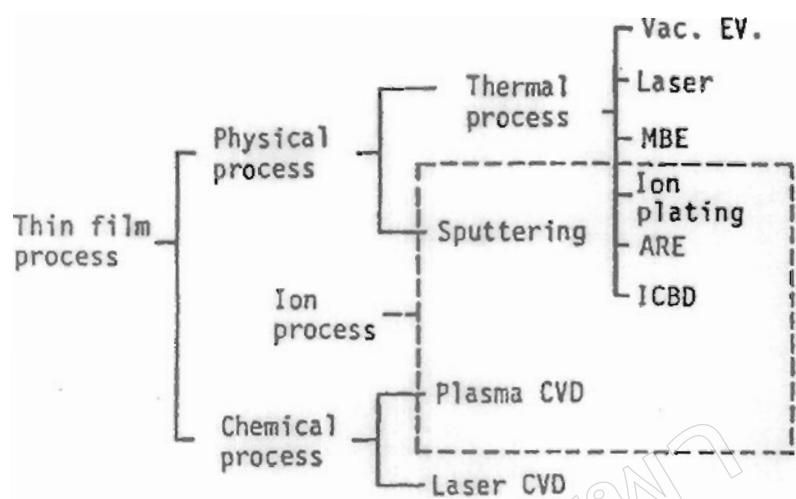
ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางมาใช้ในด้านต่าง ๆ มากมาย เช่น งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ มีการนำฟิล์มบางมาใช้ทำเป็น ฟิล์มของสารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำ และฟิล์มตัวต้านทาน หรือใช้ในงานด้านทัศนศาสตร์ มีการนำฟิล์มบางมาใช้เคลือบกันสะท้อนสำหรับกระจกและเลนส์ กระจกสะท้อนแสง กระจกสะท้อนความร้อนหรือ หรือใช้ในงานด้านการเคลือบแข็ง โดยเคลือบฟิล์มบางในกลุ่มไนไตรด์บนดอกสว่าน มีดกลึง สำหรับใช้ในงาน เจาะ ตัด กัด กลึง หรือ ใช้ในการเคลือบสวาม สำหรับอัญมณีหรือเครื่องประดับ ให้มีสีสนสวงามตามต้องการ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้การเคลือบในสุญญากาศเป็นวิธีการสำหรับเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการใช้การศึกษาสมบัติทางกายภาพของวัสดุในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางอย่างไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน (Bulk) อีกด้วย

กระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศมี 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) โดยทั่วไปแล้วสารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส ก็ได้ แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอระเหยเท่านั้น ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อน หรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศ ไอของสารเคลือบอาจมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจเคลื่อนที่ในลักษณะของไหล ซึ่งทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการสะสมพอกพูนของสารเคลือบและโคขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ซึ่งขึ้นกับเงื่อนไขต่าง ๆ ในกระบวนการ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ



ภาพที่ 2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ (Wasa & Hayakawa, 1992)

ทั้งนี้ Wasa and Hayakawa (1992) ได้แบ่งการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ เป็น 2 กลุ่ม (ภาพที่ 2-1) ดังนี้

1. การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีเป็นสารใหม่ (New Species) เคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธีพลาสมาซีวีดี (Plasma CVD) และ วิธีเลเซอร์ซีวีดี (Laser CVD) เป็นต้น

2. การเคลือบด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นต้น

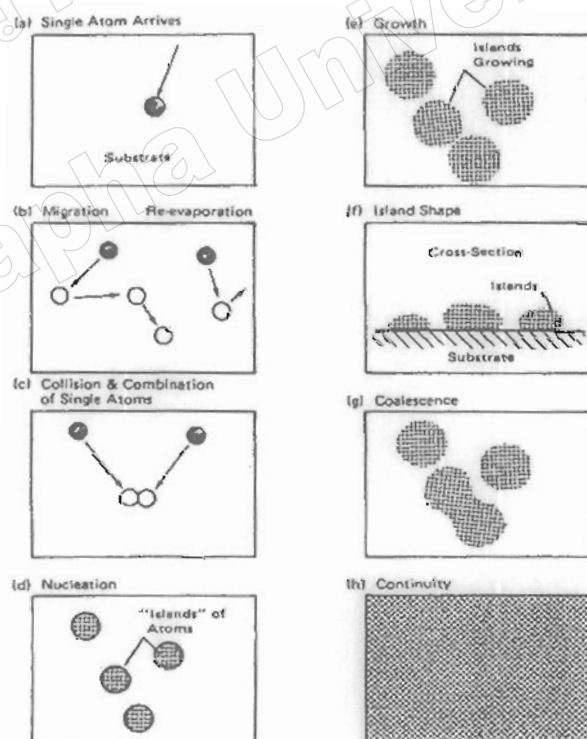
สำหรับการเคลือบในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวของสารเคลือบ แล้วฟุ้งกระจายไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ แล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธีหลัก ๆ (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสดา รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบาง ของสารเคลือบที่ถูกระเหยในสุญญากาศ โดยการให้ความร้อนที่มากพอทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ แล้วฟุ้งกระจายไปกระทบกับวัสดุรองรับจนเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนได้เป็นชั้นของฟิล์มบาง การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบที่นิยมคือการให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) ข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับไม่สูงนัก ฟิล์มบางที่ได้อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบ

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ ไอออนจากการสปัตเตอริงมีพลังงานสูงกว่าวิธีระเหยสารมาก ทำให้แรงยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่าการเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร

กลไกการเกิดฟิล์มบาง

การเกิดฟิล์มบางในสุญญากาศนั้นสารเคลือบที่ตกกระทบบนวัสดุรองรับส่วนใหญ่อยู่ในรูปของอะตอมหรือ โมเลกุล และเกิดการฟอร์มตัวจนพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มบาง ซึ่งขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น พลังงานจลน์ของอะตอมสารเคลือบ พลังงานพื้นระระหว่างอะตอมสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และอะตอมสารเคลือบด้วยกัน อุณหภูมิของวัสดุรองรับ และตำแหน่งของสารเคลือบที่ตกกระทบบน



ภาพที่ 2-2 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

ทั้งนี้ Chapman (1980) อธิบายการก่อเกิดฟิล์มบางจากการเคลือบฟิล์มในสุญญากาศไว้ ดังนี้ เมื่อสารเคลือบมาถึงวัสดุรองรับ ส่วนใหญ่อยู่ในรูปอะตอมหรือโมเลกุล (ภาพที่ 2-2 (a)) โดยพลังงานพันธะ (Bonding Energy) ระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และอุณหภูมิของวัสดุรองรับเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ (Diffusion) ของสารเคลือบบนผิววัสดุรองรับ โดยอะตอมของสารเคลือบจะกระทบผิววัสดุรองรับในตำแหน่งการดูดซับ (Adsorption Site) ทำให้เกิดการเกาะติด ถ้ามีพลังงานมากพออาจเข้าไปยังบริเวณที่อยู่ติดกันหรือหลุดจากตำแหน่งนั้นไป (ภาพที่ 2-2 (b)) ทั้งนี้อะตอมสารเคลือบอาจเกิดการระเหยกลับและรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ด้วยกัน ทำให้อาจเกิดเป็นอะตอมคู่ (ภาพที่ 2-2 (c)) ซึ่งเสถียรมากกว่าอะตอมเดี่ยว (Single Atom) ทั้งนี้การรวมตัวกันของอะตอมขึ้นกับความหนาแน่นของอะตอมเดี่ยวและอัตราเคลือบ (Deposition Rate) ทั้งนี้อะตอมคู่อาจรวมตัวกับอะตอมเดี่ยวกลายเป็นสามอะตอม (Triplets) หรือสี่อะตอม (Quadruplets) ขึ้นนี้เรียกว่า การเกิดนิวเคลียส (Nucleation Growth) (ภาพที่ 2-2 (d)) ทำให้ได้กลุ่มอะตอมกึ่งเสถียร (Quasi-Stable Islands) ซึ่งจะโตขึ้นเป็นกลุ่มก้อนมีลักษณะคล้ายเกาะ (Island Growth) ขนาดใหญ่ (ภาพที่ 2-2 (e) และ 2-2 (f)) โดยกระบวนการนี้เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนขอบของแต่ละกลุ่มอะตอมชนกันรวมเป็นก้อนของกลุ่มอะตอม (Agglomeration หรือ Coalescence) (ภาพที่ 2-2 (g)) ในขั้นนี้กลุ่มอะตอมอาจมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid-Like Behavior) และมีการจัดเรียงทิศทางเชิงผลึกวิทยา (Crystallographic Orientation) การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอมจะเกิดขึ้นจนกระทั่งเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่อง (ภาพที่ 2-2 (h)) ลักษณะผิวของฟิล์มบางขณะเกิดการรวมกลุ่มอะตอมคล้ายเนินเขาและหุบเขา

เมื่อพิจารณาการเกิดฟิล์มในสภาวะที่เป็นกลุ่มอะตอมที่มีลักษณะคล้ายเกาะ พบว่าอาจเป็นกลุ่มของผลึกเดี่ยวหรือกลุ่มของผลึกคู่หรือมากกว่านั้น ซึ่งกลุ่มอะตอมเหล่านี้จะเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นวัสดุหลายผลึก ทิศทางการจัดเรียงตัว (Orientation) ของแต่ละกลุ่มอะตอมอาจเป็นแบบสุ่ม (Random) ทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีโครงสร้างเป็นหลายผลึกด้วย

ถ้าอะตอมที่ผิวของวัสดุรองรับมีพลังงานเพียงพอ อะตอมเหล่านั้นจะเคลื่อนที่เพื่อเลือกเข้าไปอยู่ในตำแหน่งที่มีพลังงานต่ำกว่าเสมอ ทั้งนี้ความสามารถในการเคลื่อนที่ (Mobility) ของอะตอมจะเพิ่มขึ้น ถ้าอุณหภูมิที่ผิววัสดุรองรับสูงขึ้น นอกจากนี้การลดอัตราเคลือบยังสามารถช่วยให้การโตของผลึกเกิดได้ดียิ่งขึ้น เพราะอะตอมมีเวลาในการโตมากพอ ดังนั้นถ้าอุณหภูมิของวัสดุรองรับสูงและมีอัตราเคลือบต่ำจะได้ฟิล์มที่มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้น มีข้อบกพร่องในเกรนน้อยลง และได้ฟิล์มที่มีความหนาเหมาะสำหรับการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์ ในทางกลับกันถ้าอุณหภูมิวัสดุรองรับต่ำแต่อัตราเคลือบสูงก็จะให้ผลลักษณะเดียวกัน

ลักษณะโครงสร้างของฟิล์มบาง

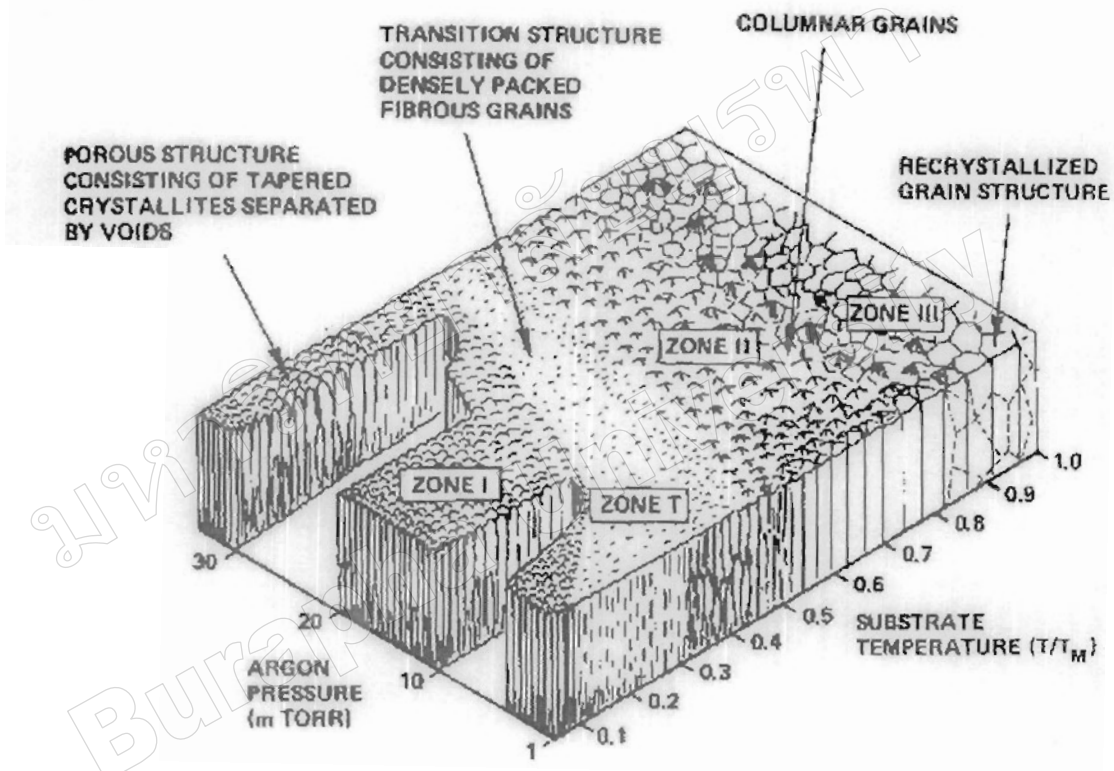
โครงสร้างของฟิล์มบางที่เคลือบได้ขึ้นกับอัตราส่วนระหว่างอุณหภูมิของชั้นเคลือบกับอุณหภูมิหลอมเหลวของสารเคลือบ (T/T_m) ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 ส่วน ตามลักษณะ โครงสร้างและสมบัติทางกายภาพ (อมรรัตน์ คำบุญ, 2551) ดังภาพที่ 2-3

1. บริเวณ I (Zone I) เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิของชั้นเคลือบต่ำ และความดันขณะเคลือบมีค่าสูง อะตอมที่อยู่บนผิววัสดุรองรับมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำ ทำให้เกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มเล็ก ๆ กระจายอยู่เป็น โครงสร้างผลึกที่มีลักษณะเรียบง่ายเหมือนจากนิวเคลียสที่มีปริมาณจำกัด ทำให้เกิดความหนาแน่นของโครงสร้างต่ำ มีช่องว่างขนาดความกว้างในระดับ 100 Å เมื่อค่า T/T_m อยู่ในช่วง 0 - 0.1 ที่ความดัน 1 mtorr ถ้าความดันสูง บริเวณนี้จะขยายกว้างสู่บริเวณที่มีอุณหภูมิสูงขึ้น และทำให้ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้น ถ้าค่า T/T_m เพิ่มขึ้น เนื่องจากที่ความดันสูงความหนาแน่นของแก๊สในภาชนะสุญญากาศมีมากขึ้น อนุภาคของสารเคลือบจะเคลื่อนที่ตกลงมาได้ยากขึ้น ทำให้อนุภาคของสารเคลือบตกลงมาได้ช้าลง และอาจรวมกับอนุภาคอื่นทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ และมีเวลาในการเคลื่อนที่เพื่อฟอร์มตัวเป็นนิวเคลียสมากขึ้น จึงทำให้ช่องว่างระหว่างเกรนมีขนาดใหญ่ เกิดขึ้น ลักษณะของฟิล์มบางที่รูขุมมักจะเกิดจากความไม่สม่ำเสมอของการไต่ของนิวเคลียส โดยอุณหภูมิที่มีผลต่อการไต่ของฟิล์มมักจะมาจากไอออนที่ระดมยิงเป็นส่วนใหญ่

2. บริเวณ T (Zone T) เป็นบริเวณสำหรับการเคลือบฟิล์มด้วยระบบสปัตเตอริงโดยที่ค่า T/T_m อยู่ในช่วง 0.1 - 0.5 ที่ความดันขณะเคลือบประมาณ 1 mtorr เกิดระหว่างบริเวณ 1 และบริเวณ 2 อะตอมบนผิววัสดุรองรับมีปริมาณมากขึ้น และได้รับพลังงานจากการชนของอนุภาคสารเคลือบ ทำให้อุณหภูมิของวัสดุรองรับเพิ่มขึ้น ค่า Surface Mobility เพิ่มขึ้น และ โครงสร้างในบริเวณ 1 เข้าสู่บริเวณ T ซึ่งเริ่มมีเกรนยาว เต็มพื้นที่ และขอบเกรนมีความหนาแน่นสูงขึ้นจึงมีการแพร่ของอะตอมผ่านขอบเกรนที่ไม่แข็งแรงนั้นเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน จนกลายเป็นคอลัมน์ (Columnar) ต่อไป โดยปราศจากช่องว่างบริเวณที่ขอบ

3. บริเวณ 2 (Zone II) ที่บริเวณ 2 มีค่า T/T_m ระหว่าง 0.5 - 0.8 ที่ความดันขณะเคลือบประมาณ 1 mtorr จะเกิดการแพร่ที่รอยต่อระหว่างขอบเกรน จนเกิดเป็น โครงสร้างแบบคอลัมน์ที่ เกิดจากการอยู่กันอย่างหนาแน่นของผลึก ขนาดของเกรนและความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิในการเคลือบและอัตราการเคลือบเพิ่ม (มีผลต่อ Surface Mobility ของอะตอม) และขนาดของคอลัมน์เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เนื่องจากการแพร่ที่บริเวณรอยต่อระหว่างขอบคอลัมน์

4. บริเวณ 3 (Zone III) บริเวณนี้อุณหภูมิสูงสุดและค่า T/T_m อยู่ระหว่าง 0.8 - 1.0 ที่ความดันเคลือบประมาณ 1 mtorr การแพร่จะมีค่าสูง และส่งผลต่อโครงสร้างสุดท้าย โครงสร้างที่ได้จะเป็นเกรนที่มีด้านเท่ากันหมด ขนาดของ คอลัมน์าร์ จะมีขนาดใหญ่ และความหนาแน่นเพิ่มขึ้นอย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิสูงอาจจะทำให้เกิดการจัดเรียงผลึกใหม่ (Recrystallization) เนื่องจากพลังงานสะสมของความเครียด (Stored Strain Energy) ที่เกิดขึ้นตั้งแต่ตอนเคลือบ เกรนที่เกิดขึ้นในขั้นตอนนี้จะเปลี่ยนจาก คอลัมน์าร์ เป็นผลึกเดี่ยว



ภาพที่ 2-3 โครงสร้างของการเกิดฟิล์มในรูปแบบต่าง ๆ (อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

กระบวนการสปัตเตอริงและการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง คือกระบวนการพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง ซึ่งเกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและพอกพูน โดเป็นฟิล์มบางในที่สุด ทั้งนี้ไอออนจากกระบวนการสปัตเตอริงมีพลังงานสูงมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบกระทบวัสดุรองรับจะฝังตัวในเนื้อของวัสดุรองรับ ทำให้การยึดเกาะดีมาก (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ และธณัฎฐา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อไอออนวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

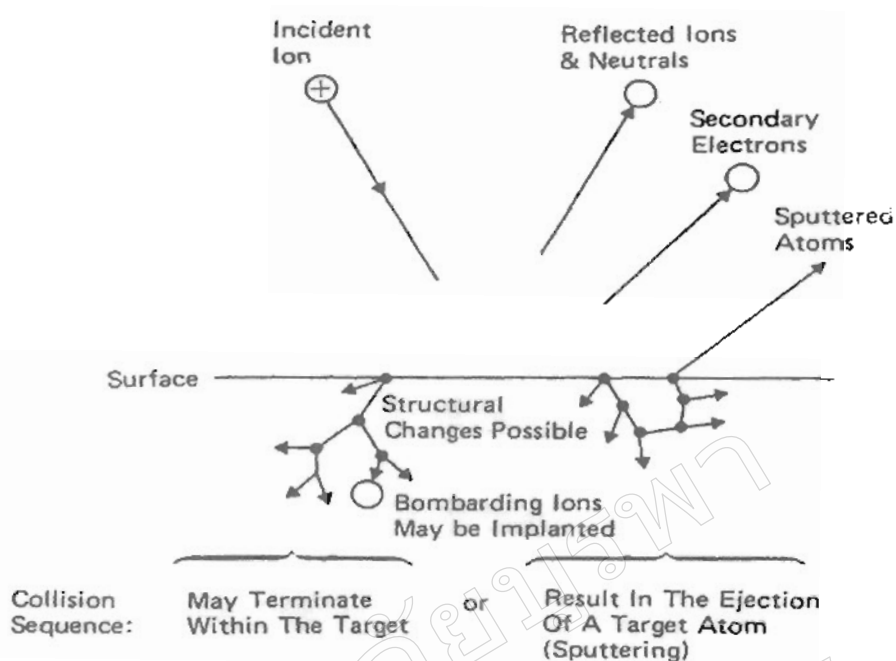
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/ พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

1.4 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผิวสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวนี้นี้ว่า Altered Surface Layer

1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-4 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ วิธีหนึ่งที่นิยมคือการเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมพลังงานได้ตามต้องการ ในทางปฏิบัตินิยมใช้ไอออนของแก๊สเฉื่อยเป็นอนุภาคพลังงานสูง

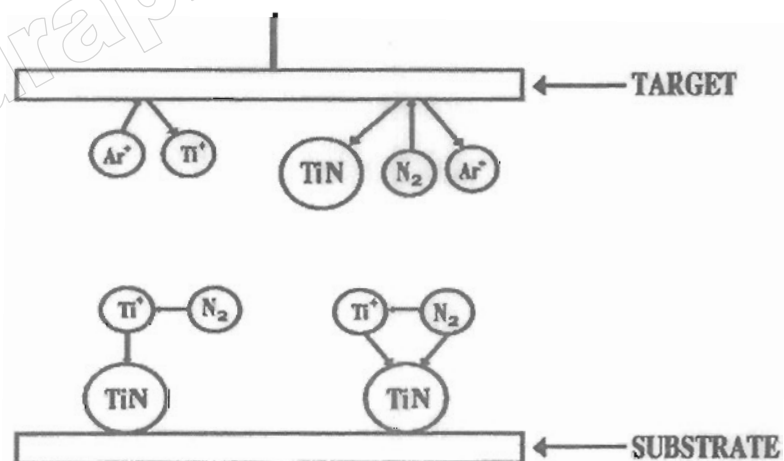
2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้ต้องถูกผลิตอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้เกิดกระบวนการเคลือบอย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี แต่ที่ง่ายและนิยมใช้คือกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จของแก๊สเฉื่อย

3. ค่ายิลด์ของสปัตเตอริง (Sputtering Yield: S) คือ ค่าเฉลี่ยของอะตอมเป้าสารเคลือบที่หลุดออกมาต่อปริมาณการชนของไอออน 1 อนุภาค โดยค่ายิลด์ของกระบวนการสปัตเตอริงจะเปลี่ยนแปลงไปตาม ระดับพลังงานของไอออน ระบายผลึกของผิวเป้าสารเคลือบ ชนิดของไอออน ที่ชนเป้าสารเคลือบ มุมตกกระทบของไอออนบนเป้าสารเคลือบ

การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสเปคเตอริง

การเคลือบฟิล์มของสารประกอบแนวทางหนึ่งทำได้โดยการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เข้าสู่ระบบ เพื่อให้ทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบแล้วเกิดเป็นสารประกอบของฟิล์มที่ต้องการเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น การเตรียมสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) ซึ่ง มติ ห่อประทุม (2548) ได้อธิบายว่า แก๊สไนโตรเจน (N_2) อาจรวมตัวกับอะตอมไทเทเนียม (Ti) แล้วเกิดเป็นสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) ได้เป็น 3 ลักษณะ (ภาพที่ 2-5) ดังนี้

1. แก๊สไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับอะตอมไทเทเนียมที่ผิวหน้าเป้าของสารเคลือบเป็นสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์แล้วถูกสปัตเตอร์หลุดออกเคลือบบนวัสดุรองรับ ปฏิกิริยาส่วนนี้เกิดขึ้นเมื่อความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยามีค่าสูง
2. แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับอะตอมไทเทเนียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาจากเป้าสารเคลือบระหว่างทางสู่วัสดุรองรับแล้วเคลือบบนวัสดุรองรับ กระบวนการนี้ในทางทฤษฎีถือว่าเกิดได้น้อยมากเนื่องจากภาวะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษพลังงานและโมเมนตัม
3. แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับไทเทเนียมบนผิววัสดุรองรับ การทำรีแอคทีฟสเปคเตอริงโดยทั่วไปความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่เหมาะสมต่อการเกิดสารประกอบที่ต้องการมีค่าต่ำกว่าช่วงที่เกิดการไอออไนซ์สาร จึงนิยมใช้แก๊สไวปฏิกิริยากับแก๊สเฉื่อยเพื่อรักษาภาวะไอออไนซ์สาร ซึ่งขณะเดียวกันช่วยให้อัตราเคลือบสูงขึ้น สิ่งที่ต้องระวังคือความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาต้องมีค่าพอเหมาะกับการเกิดฟิล์มสารประกอบที่ต้องการ



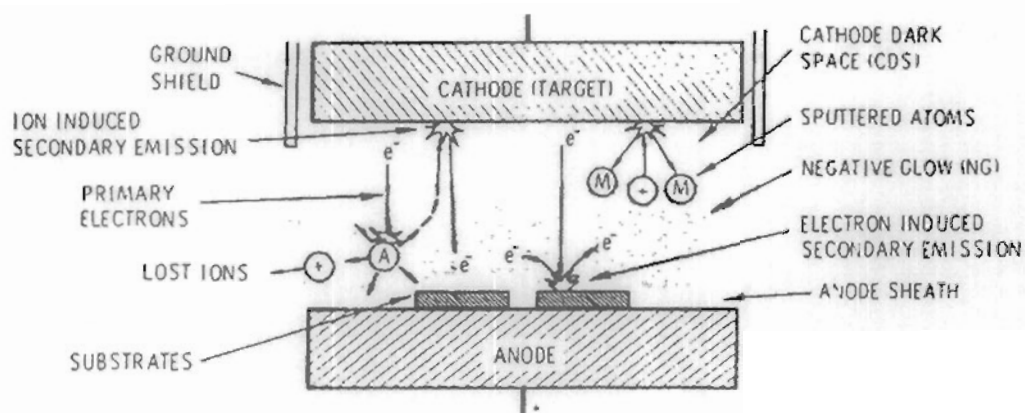
ภาพที่ 2-5 การเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นสารประกอบระหว่างแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าสารเคลือบในบริเวณต่าง ๆ (มติ ห่อประทุม, 2548)

เครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริง

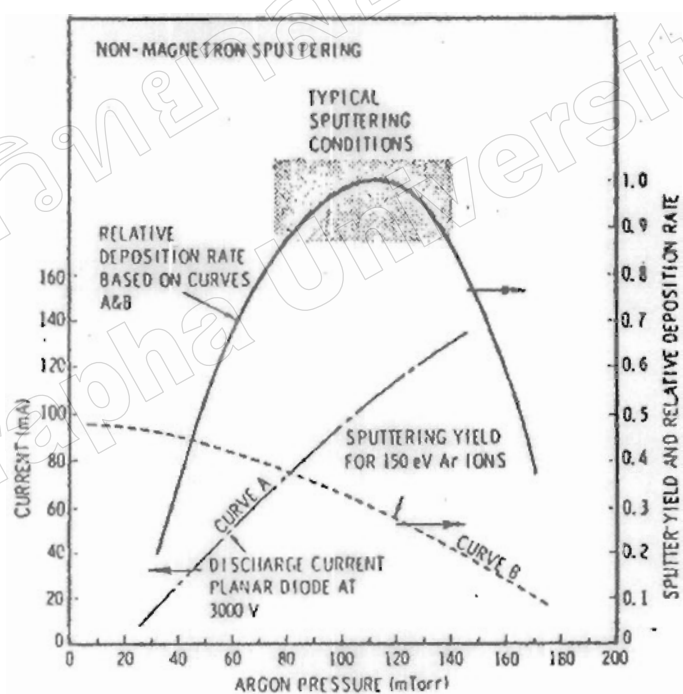
การเคลือบฟิล์มบางทำได้หลายวิธีจากเครื่องเคลือบแบบต่าง ๆ สำหรับเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงสามารถแบ่งได้เป็นแบบต่าง ๆ ดังนี้

1. ระบบเคลือบแบบดีซีสปีดเตอริง ภาพที่ 2-6 แสดงระบบเคลือบแบบดีซีสปีดเตอริงอย่างง่าย ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบ และ อนโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซอยู่ระหว่าง 1 - 4 cm อนโนดอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลว์ อุปกรณ์ทำงานอยู่ในช่วงแอนนอร์มอลโกลว์ ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดิสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออนในเซชั่นจะรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้ที่ระดับที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและอนโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปีดเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปีดเตอริงอีก (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และชนัสสา รัตนะ, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซหดสั้นลง บริเวณผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปีดเตอริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังภาพที่ 2-7 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าไปเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยาก เนื่องจากชนกับโมเลกุลของแก๊สทำให้สปีดเตอริงยึดมีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น เส้นกราฟ B เป็นผลรวมระหว่างยึดและกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่ง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และชนัสสา รัตนะ, 2547)

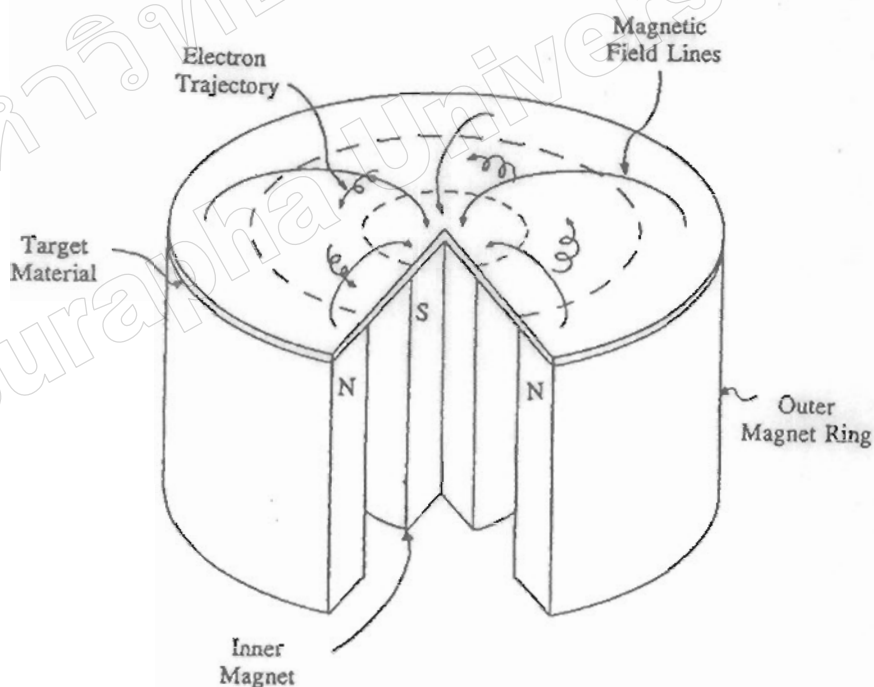


ภาพที่ 2-6 ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอริง (Bunshah, 1994)



ภาพที่ 2-7 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

2. ระบบเคลือบแบบคิซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง เนื่องจากอัตราการเกิดสปีดเตอริงขึ้นกับ ผลคูณระหว่างอัตราเพิ่มอัตราและปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปีดเตอริง นอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มอัตราแล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณ ไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ในระบบคิซีสปีดเตอริง ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งมี ขีดจำกัดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ คิซี สปีดเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่เกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อย กว่า 1% เมื่อความดันสูงขึ้นปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงขึ้นด้วย ต่อมามีการพัฒนา ระบบใหม่เรียกว่า ระบบคิซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่าย สนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งช่วยเพิ่ม ระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-8) ทำให้การไอออไนซ์จากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สมีค่าสูงขึ้นซึ่งทำให้อัตราการสปีดเตอริงสูงขึ้นด้วย (พิเชษฐ ถัมสุวรรณ และธนัสถา รัตน์ะ, 2547)



ภาพที่ 2-8 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Rickerby & Matthews, 1991)

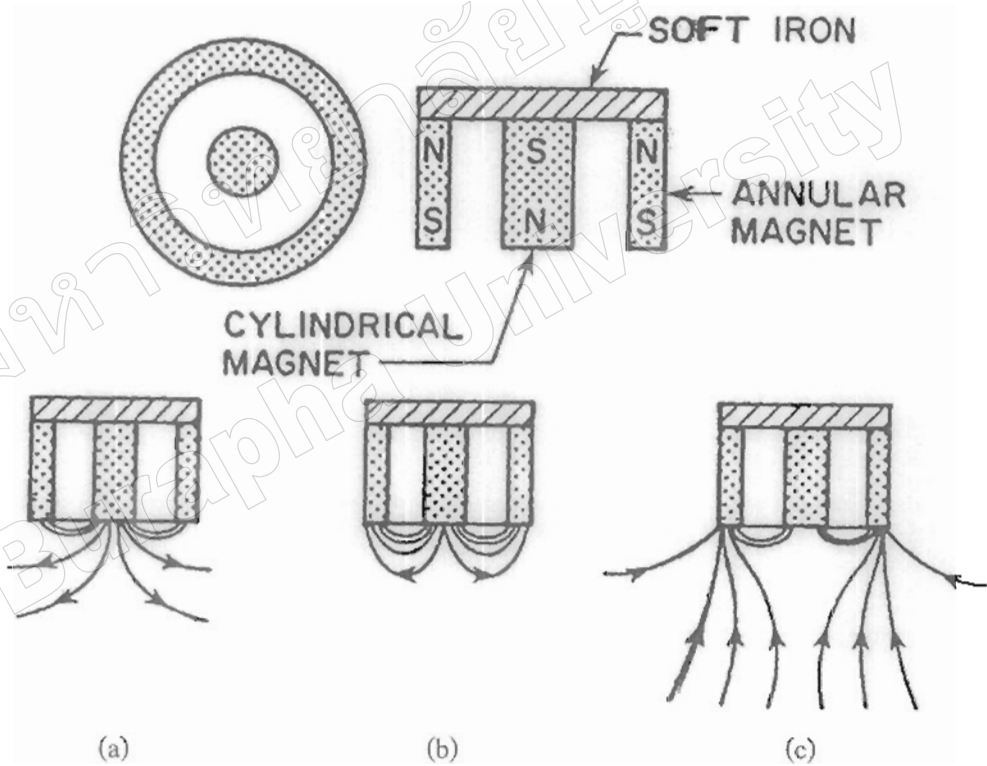
การเพิ่มไอออนในระบบแมกนีตรอนและพลาสมาที่เกิดขึ้นจะเข้มข้นมากบริเวณเป้าสารเคลือบทำให้อัตราการสปีดเตอร์ของระบบนี้มีค่าสูง ขณะที่ความดันในระบบมีค่าต่ำแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ที่ทุกค่าของอัตราการสปีดเตอร์ แมกนีตรอน สปีดเตอร์จึงทรงระบอบทั่วไไม่มีอัตราการสปีดเตอร์สูงกว่า $1.0 \mu\text{m}/\text{min}$ และมีอัตราเคลือบสูงกว่า $0.2 \mu\text{m}/\text{min}$ ความหนาแน่นกระแสที่ผิวคาโทด ประมาณ $20.0 \text{ mA}/\text{cm}^2$ แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าระหว่าง 300 - 800 V ที่ความดันประมาณ $5.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ ทำให้ประสิทธิภาพการเคลือบสูง

3. ระบบเคลือบแบบอานบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ การเคลือบฟิล์มพบว่าถ้าระดมยิงไอออนระหว่างการเกิดฟิล์มจะเป็นการเปลี่ยนแปลงฟิล์มในด้านต่าง ๆ เช่น พฤติกรรมการเกิดนิวเคลียส (Nucleation Behaviour) สัณฐานวิทยา (Morphology) องค์ประกอบ (Composition) ทิศทางการจัดเรียงตัว และสมบัติเชิงกล เป็นต้น ในกรณีแมกนีตรอนสปีดเตอร์ ไอออนที่ใช้ในการระดมยิงวัสดุรองรับจะมาจากประจุไฟฟ้าที่อยู่รอบวัสดุรองรับ ซึ่งทำได้โดยการจ่ายศักย์ลบประมาณ 1 - 500 V ให้กับวัสดุรองรับ อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสที่ฟิล์มหรือผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับ ระบบดีซีแมกนีตรอน ปกติจะมีค่าต่ำประมาณ 0.05 - 0.10 ไอออน/อะตอมสารเคลือบ แต่การใช้งานจริงต้องมีค่าสูงกว่านี้ (Rohde & Münz, 1991)

สำหรับการเคลือบแข็ง (Hard Coating) ฟิล์มบางที่ต้องการนั้นจะต้องมีช่องว่าง (Voids) ในเนื้อฟิล์มน้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion) และทนต่อการขัดสี (Wear Resistance) มากยิ่งขึ้น โดยการลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้สามารถทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอสให้กับวัสดุรองรับ แต่ก็จะทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (Defects) ภายในเกรน (Grain) ของฟิล์มมากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับลดลง ปัญหานี้สามารถแก้ไขได้โดยเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออน (อัตราส่วนของไอออน/อะตอมสารเคลือบ) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอานบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ (Unbalanced Magnetron Sputtering) (Rohde & Münz, 1991; Sproul, 1992)

การติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทดของระบบสปีดเตอร์ปกตินั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าอีกด้านหนึ่งแล้วสนามแม่เหล็กที่คาโทดมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับนั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรง เรียกว่า ระบบอานบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ การจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-9 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-9 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-9 (b))

ถ้าจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-9 (a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วน ไอออน/ อะตอมสารเคลือบประมาณ 0.25: 1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-9 (c) ไอออนที่ ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราส่วน ไอออน/ อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้นคือ ประมาณ 2: 1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบแอสต่ำ) ปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่นำแนวคิดนี้ไป ประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย ซึ่งมีทั้งที่ใช้แม่เหล็กแบบถาวรและแม่เหล็กไฟฟ้า จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ที่ระบบเคลือบใช้อันบาลานซ์ฟลักานาร์แมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวด แม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับประมาณ 200.0 mm โดยใช้ความต่างศักย์ไบแอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าสามารถทำให้ได้ความหนาแน่น กระแสสูงถึง 6.0 mA/cm^2 ซึ่งสูงมากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม (Münz, 1991)



ภาพที่ 2-9 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอันบาลานซ์แมกนีตรอนสเป็คตริง

(Rickerby & Matthews, 1991)

การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

ลักษณะเฉพาะหรือสมบัติของฟิล์มบางสามารถวิเคราะห์ได้จากเทคนิคต่าง ๆ งานวิจัยนี้
ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่ศึกษาได้แก่ โครงสร้างผลึก เฟส ลักษณะพื้นผิว และความหนา โดย
ใช้เทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึก ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ลักษณะเฉพาะ
สำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือการศึกษาโครงสร้างผลึก หรือ เฟส ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วย
เทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (Diffraction Analysis) ซึ่งอมรรัตน์ คำบุญ (2551) ได้
อธิบายหลักการของเทคนิคนี้ไว้ดังนี้ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับการแยกแยะ
โครงสร้างของสาร โดยการวิเคราะห์อาศัยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนกับมาตรฐาน
JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ของสารนั้น ซึ่ง เทคนิค XRD เป็น
เทคนิคสำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากผลึก ใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของ
คลื่น โดยพบว่ารังสีเอกซ์เลี้ยวเบนได้เมื่อให้ตกกระทบผลึก ซึ่ง Bragg ได้เสนอแนวคิดที่เราสามารถ
มองผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือ ระนาบ (Plane) ของอะตอมซึ่งสามารถสะท้อนคลื่นที่ตก
กระทบ โดยมุมที่ตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ทั้งนี้คลื่นที่สะท้อนออกไปจากระนาบต่าง ๆ
ดังกล่าวจะมีความเข้มสูง ลำรังสีเอกซ์ 1 และ 2 ตกกระทบทำมุม θ กับระนาบของผลึก A และ B
สนามไฟฟ้าของรังสีเอกซ์จะก่อให้เกิดแรงกระตุ้นปฏิกิริยาบนอิเล็กตรอนที่ P กับ Q ให้สั่นด้วย
ความถี่เดียวกับรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ และอิเล็กตรอนนั้นแผ่คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นรังสีเอกซ์
ออกไปทุกทิศทางแต่ในทิศทาง 1' และ 2' ซึ่งเสมือนรังสีเอกซ์สะท้อนออกจากระนาบของผลึกจะ
ไปแทรกสอดแบบเสริมกัน (In Phase) แม้ว่าแบบจำลองที่กล่าวมาจะไม่ถูกต้องในทางกายภาพ
เนื่องจากแท้จริงแล้วระนาบของอะตอมไม่ได้สะท้อนคลื่นแต่วิธีนี้ก็ใช้ได้ในทางเรขาคณิต พิจารณา

$$\delta = n\lambda \quad (2-1)$$

เมื่อ δ คือ ความแตกต่างของระยะที่คลื่นเดินทาง
 λ คือ ความยาวคลื่น
 n คือ จำนวนเต็มใด ๆ

จากภาพที่ 2-10

$$\delta = SQ + QT = 2SQ \quad (2-2)$$

จากรูปตรีโกณมิติพื้นฐาน

$$\delta = 2PQ \sin \theta \quad (2-3)$$

โดย PQ คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ d_{hkl}

$$\delta = 2d \sin \theta \quad (2-4)$$

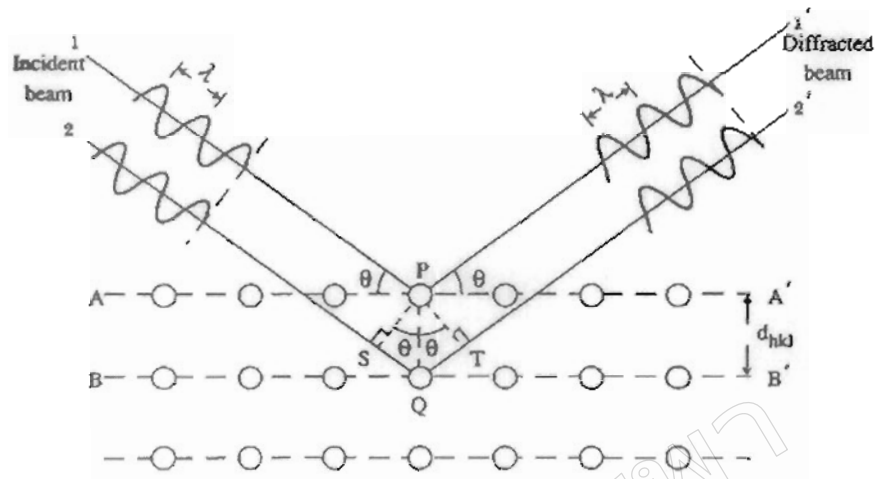
จากสมการ (2-1) เท่ากับ (2-4) จะได้

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2-5)$$

เรียกสมการที่ (2-5) นี้ว่า สมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law)

โดยที่ λ เป็นความยาวคลื่น n เป็นลำดับของการสะท้อน d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบ ($h k l$) และ θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา

ในภาพที่ 2-10 เป็นแบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์ อะตอมเรียงตัวเป็นระเบียบโดยมีระยะห่างระหว่างอะตอมใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\sim 10^{-10}$ m) จะทำหน้าที่เป็นเสมือน เกรตติงเลี้ยวเบนแต่จะเป็นเกรตติงเลี้ยวเบนแบบ 3 มิติ



ภาพที่ 2-10 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม (อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

สัญญาณที่ตรวจจับได้จะแสดงออกมาในรูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสี (Diffraction Pattern) ความเข้มของสัญญาณขึ้นอยู่กับหลายปัจจัยด้วยกันเช่น โครงสร้างของวัสดุ ปริมาตรของวัสดุที่แผ่รังสี (Volume of Irradiated Material) รูปทรงของการหักเห (Diffraction Geometry) และการวางชิ้นงาน (Sample Alignments) เป็นต้น

ตำแหน่งของพีค สามารถบอกขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ได้ โดยความกว้างให้หาค่าขนาด การจัดเรียงตัว (Orientation) และความเครียด (Strain) ภายในเกรนของวัสดุหลายผลึก ทั้งนี้ขนาดผลึกของฟิล์มสามารถหาได้จากสมการของ Scherrer (ดังสมการที่ 2-6)

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-6)$$

เมื่อ L คือ ขนาดผลึก

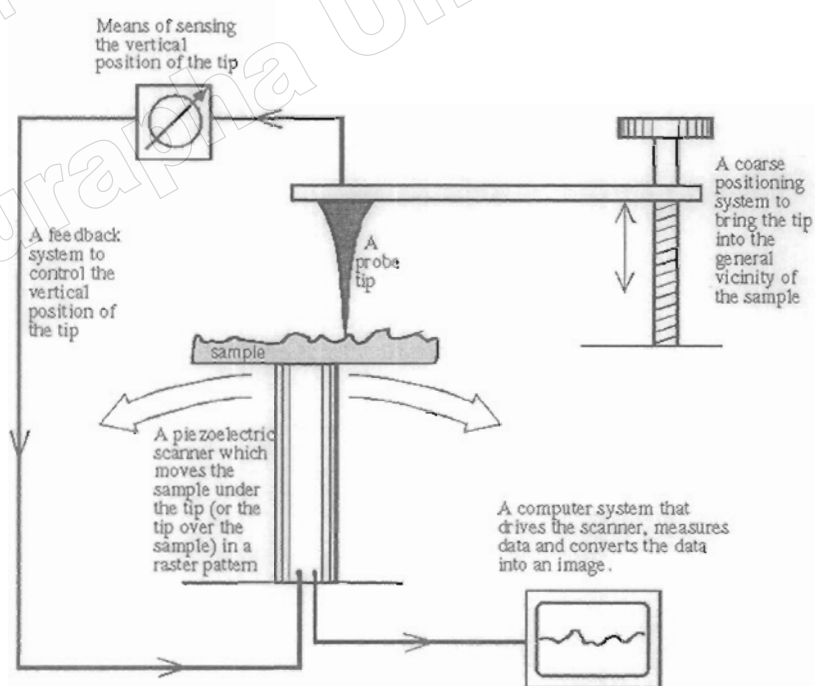
k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

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

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM)

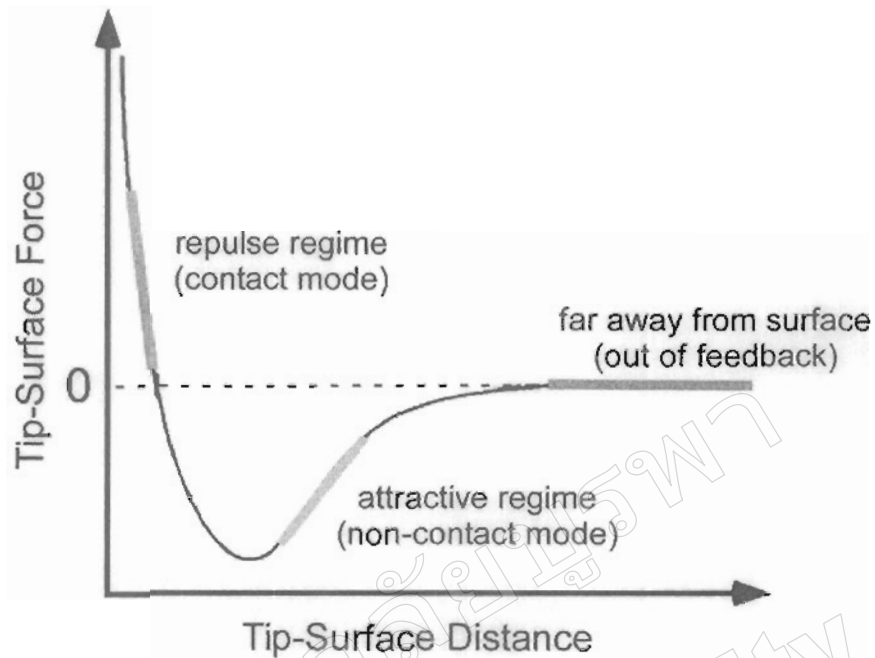
θ คือ มุมพีคของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

2. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM) ลักษณะเฉพาะสำคัญอีกอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือการศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาเทคนิคที่นิยมใช้ในการศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน คือ Atomic Force Microscopy (AFM) ซึ่ง จตุพร วุฒิกนกกาญจน์ (2542) ได้อธิบายหลักการทำงานของเทคนิค Atomic Force Microscopy ว่าเป็นการสร้างภาพของผิววัสดุจากแรงกระทำระหว่างผิววัสดุกับหัวตรวจวัดที่ทำจากเข็มขนาดเล็ก (Probe Tip) และเป็นเทคนิคหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy (SPM) ซึ่งเป็นกลุ่มเทคนิคที่สามารถใช้ในการศึกษาสภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่าง ๆ ได้ หลักการพื้นฐานคือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิคอนไนไตรด์ (Silicon Nitride; Si_3N_4) เคลื่อนที่กราด (Scan) ไปบนบริเวณที่ต้องการตรวจวัด ด้วยเพียโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (Piezoelectric Scanner) สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่โค้งงอ (Bending) ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทกเตอร์ (Photo Detector) ดังภาพที่ 2-11 ภาพที่ได้จากเทคนิคนี้จะสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณที่ตรวจสอบ โดยสิ่งที่ทำให้คานามีเข็มเกาะอยู่เกิดการโค้งงอขึ้นก็คือ แรงกระทำระหว่างอะตอม ซึ่งอาจเป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มปลายแหลมกับพื้นผิวดังแสดงในภาพที่ 2-12



ภาพที่ 2-11 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope

(อดิสร บุรณวงศ์, 2551)



ภาพที่ 2-12 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ
(อดิสร นูรณวงศ์, 2551)

การเก็บข้อมูลด้วยเทคนิค AFM สามารถเก็บข้อมูลได้ 4 แบบ (Mode) ดังนี้

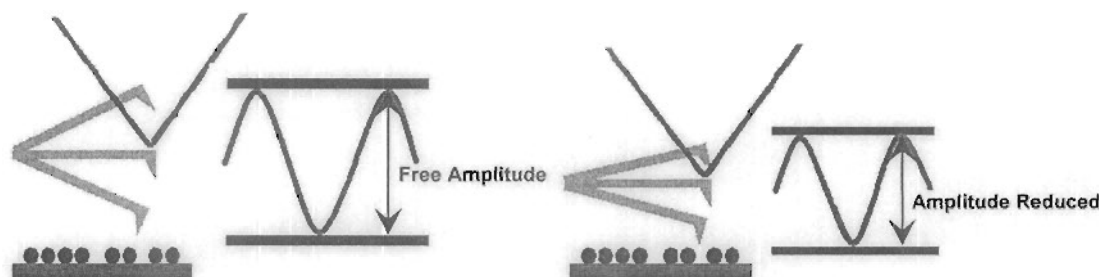
1. แบบสัมผัส (Contact Mode) เป็นการศึกษาผิวชิ้นงาน โดยการขยับให้เข็มไถล (Slide) ไปบนผิวงานซึ่งจะทำให้มีแรงผลักระหว่างเข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมาก แรงผลักระหว่างเข็มกับผิวงานจะเปลี่ยนไปตามสภาพผิวซึ่งจะทำให้มีการโก่งงอ (Deflection) ของคานยื่น (Cantilever) ที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลาย โดยปริมาณการโก่งงอจะเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะของผิวงาน อย่างไรก็ตาม เทคนิคแบบ สัมผัสนี้มีข้อเสียคือ การลากให้เข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไถลข้ามไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน อาจจะทำให้พื้นผิววัสดุที่กำลังศึกษาต่างไปจากสภาพเดิมที่แท้จริง หรืออาจเกิดความเสียหายขึ้นแก่ผิวงานได้ ยกตัวอย่างเช่น ภายใต้อากาศหรือความชื้นในอากาศ อาจจะทำให้เกิดหยดน้ำหรือสิ่งสกปรกบนผิวงาน ซึ่งเมื่อเข็มวัดเคลื่อนที่ไปสัมผัสกับผิวที่มีชั้นบาง ๆ ของหยดน้ำและสิ่งสกปรกดังกล่าว จะทำให้มีแรงดึงดูดไฟฟ้าสถิตและแรงดึงดูดให้ตัวคานที่มีเข็มยึดเกาะที่ปลายเคลื่อนที่ลงมาสัมผัสกับชั้นดังกล่าว ทำให้แรงระหว่างเข็มกับผิวงานที่เกิดขึ้นโดยรวมเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้ ยังอาจทำให้ผิวงานถูกทำลาย เช่น เกิดการฉีกขาดจากการลากเข็มไปบนผิวงาน

2. แบบไม่สัมผัส (Non-Contact Mode) เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาดังกล่าวข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคแบบแบบไม่สัมผัส ขึ้นมา โดยในที่นี้ ตัวเข็มปลายแหลมจะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้น คือประมาณ 10 - 100 Å จึงไม่มีปัญหาเรื่องการทำลายโครงสร้างผิวงาน โดยในกรณีนี้ แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงานจะเป็นลักษณะแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิวงานเช่นเดียวกัน

วิธีนี้มีข้อจำกัดเกี่ยวกับความละเอียดของภาพที่เกิดขึ้น นั่นคือ แรงดึงดูดประเภทแวนเดอร์วาลส์ (Van Der Waals) ที่เกิดขึ้นในกรณีนี้จะเป็นแรงที่อ่อนกว่าเมื่อเทียบกับแรงผลักที่เกิดขึ้นในกรณีของ Contact Mode ดังนั้นการตรวจสอบอาจไว (Sensitive) ต่อสิ่งแปลกปลอมบนผิวงาน เช่น หยดน้ำที่เกาะอยู่บนผิว

3. แบบแตะปึง (Tapping Mode) เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดทั้งในแบบของแบบสัมผัส และแบบไม่สัมผัส เข้าด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มกับผิวงาน ในระยะที่ใกล้กันมาก เหมือนกับกรณีของแบบสัมผัส เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะเดียวกัน ก็ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกนไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้นจึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลเข็มปลายแหลม ซึ่งจะทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้ เหมือนในแบบสัมผัส

ภาพที่ 2-13 แสดงการสั่นของคานในสถานะอิสระหรือตอนเริ่มต้นที่ยังไม่เกิดการสัมผัส และขยับเคลื่อนที่ไปบนผิวงาน จะเห็นได้ว่าแอมพลิจูดจะยังสูงอยู่เมื่อเทียบกับแอมพลิจูดที่เกิดจากการสั่นของคานเมื่อมีการแตะสัมผัส (Tapping) ลงบนผิวงาน เนื่องจากในการสัมผัสกันนั้นจะมีการสูญเสียพลังงานของการสั่น ทำให้แอมพลิจูดของการสั่น (Oscillation Amplitude) ลดลง ซึ่งค่าที่ลดลงนี้จะใช้เป็นตัววัดและบอกถึงลักษณะของสภาพพื้นผิวที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไป ตัวอย่างเช่น เมื่อเข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ผ่านบริเวณผิวงานที่มีความนูนสูงขึ้นมา ตัวคานก็จะมีพื้นที่หรือแอมพลิจูดในการสั่นลดลง ในทางตรงข้าม เมื่อเข็มปลายแหลมเคลื่อนที่ผ่านบริเวณผิวที่มีการยุบตัวหรือมีความลึกลงไป ตัวคานก็จะมีพื้นที่ในการสั่นเพิ่มขึ้น และมีแอมพลิจูดสูงขึ้น (เข้าใกล้แอมพลิจูดสูงสุดในสภาพที่ยังไม่มีการทำการสแกน) แอมพลิจูดของการสั่นที่เปลี่ยนแปลงไปก็จะถูกวัดโดยแอมพลิจูดดีเทคเตอร์ (Amplitude Detector) แล้วส่งผลเข้าไปยังตัวควบคุม ซึ่งจะทำการวัดสัญญาณพร้อมทั้งปรับระยะระหว่างเข็มกับผิวงาน เพื่อรักษาให้ค่าแอมพลิจูดของการสั่นให้คงที่ต่อไป จนกว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดของการสั่นตามสภาพพื้นผิวในบริเวณถัดไป



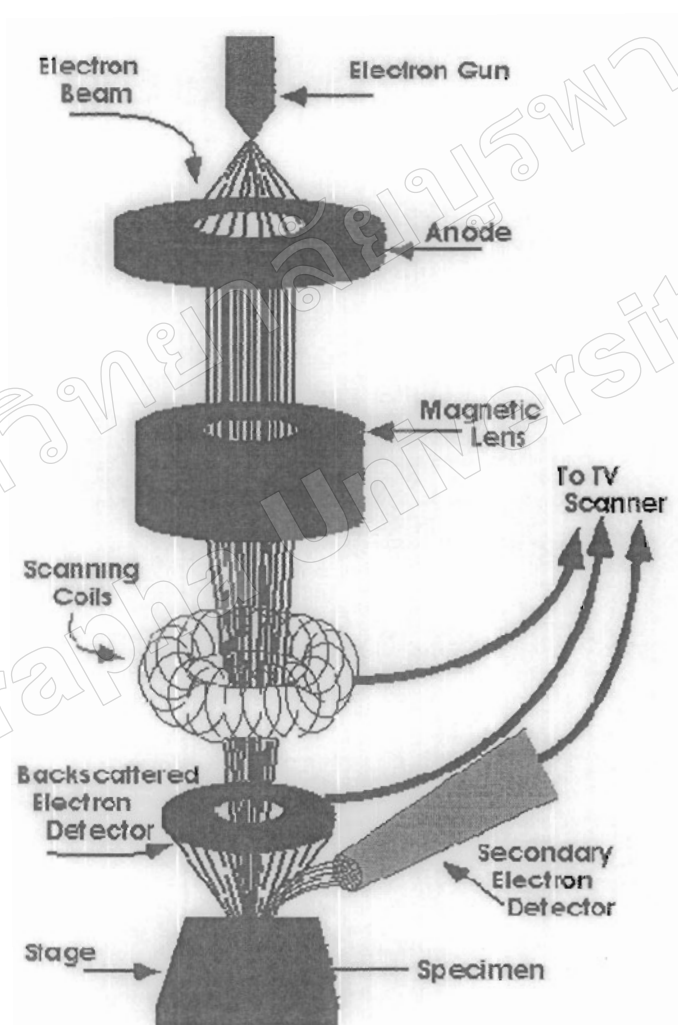
ภาพที่ 2-13 ลักษณะการสั่นของคานที่มีเข็มติด (อดิศร บุรณวงศ์, 2551)

4. แบบ โมดูลชัน (Force Modulation Mode) สำหรับพื้นผิวของวัสดุที่มีองค์ประกอบหลายเฟส พบว่าเทคนิค AFM ในวิธีแบบ แบบ โมดูลชันของแรง จะเป็นที่นิยมใช้มาก โดยเทคนิคนี้จะเป็นการวัดและสร้างภาพของพื้นผิวชิ้นงานที่มีความแตกต่างของความแข็งแรง (Stiffness) ในแต่ละเฟสสูง โดยในกรณีนี้ตัวเข็มจะสแกนไปในลักษณะที่มีการสั่นในแนวตั้งฉากกับผิววัสดุด้วยแอมพลิจูดเล็กน้อย แต่จะมีความเร็วในการสั่นที่สูงกว่าการเคลื่อนที่สแกนของเข็ม และเมื่อตัวเข็มถูกนำเข้ามาแตะสัมผัสกับผิววัสดุก็จะเกิดแรงต่อต้านจากผิวของวัสดุที่เกิดจากการสั่นและทำให้ตัวคานงอ และถ้าหากว่าเราให้แรงที่ทำให้ตัวคานสั่นคงที่ พื้นผิวบริเวณที่แข็งแรงจะทำให้เกิดการต่อต้านต่อการสั่นในแนวตั้งของตัวคานมากกว่า และจึงทำให้ตัวคานงอมากกว่า ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดที่เกิดจากการ โกงงอของตัวคานจึงนำมาใช้วัดเปรียบเทียบความแข็งแรงที่บริเวณต่าง ๆ ของผิวงาน

หลักการของวิธีแบบแทปปีงกับแบบ โมดูลชันของแรงคล้ายกันที่มีการสั่นของเข็มในแนวตั้งพร้อมกับมีการสแกนไปบนผิวชิ้นงาน อย่างไรก็ตามทั้ง 2 เทคนิค จะมีความแตกต่างกันคือ ในกรณีแบบ โมดูลชันของแรง จะสั่นด้วยความเร็วสูงกว่า (สูงกว่าความเร็วในการสแกน) และการวัดแอมพลิจูดที่เกิดจากการบิดงอของคาน เป็นการวัดเนื่องจากผลของแรงต้านการสั่น เมื่อมีการสัมผัสของเข็มกับผิวงานในขณะที่ แบบแทปปีง จะเป็นการวัดการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูดของการสั่นของคานที่เปลี่ยนแปลงไป (ลดลง) เนื่องมาจากมีการสูญเสียพลังงานไปเมื่อมีการสัมผัสผิวงานที่มีระดับความสูงต่ำแตกต่างกัน

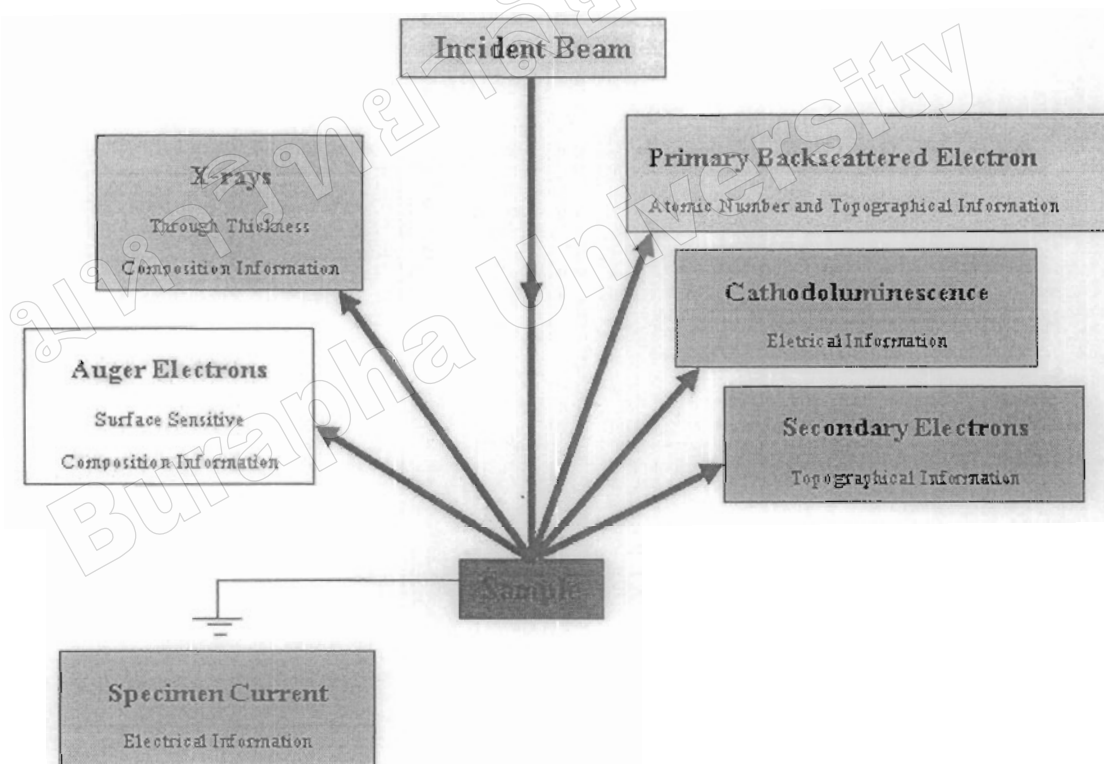
3. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานดังนี้ เทคนิค Scanning Electron Microscope สัญญาณภาพที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Detector; SE Detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron Detector; BSE Detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้นดังแสดงในภาพที่ 2-14

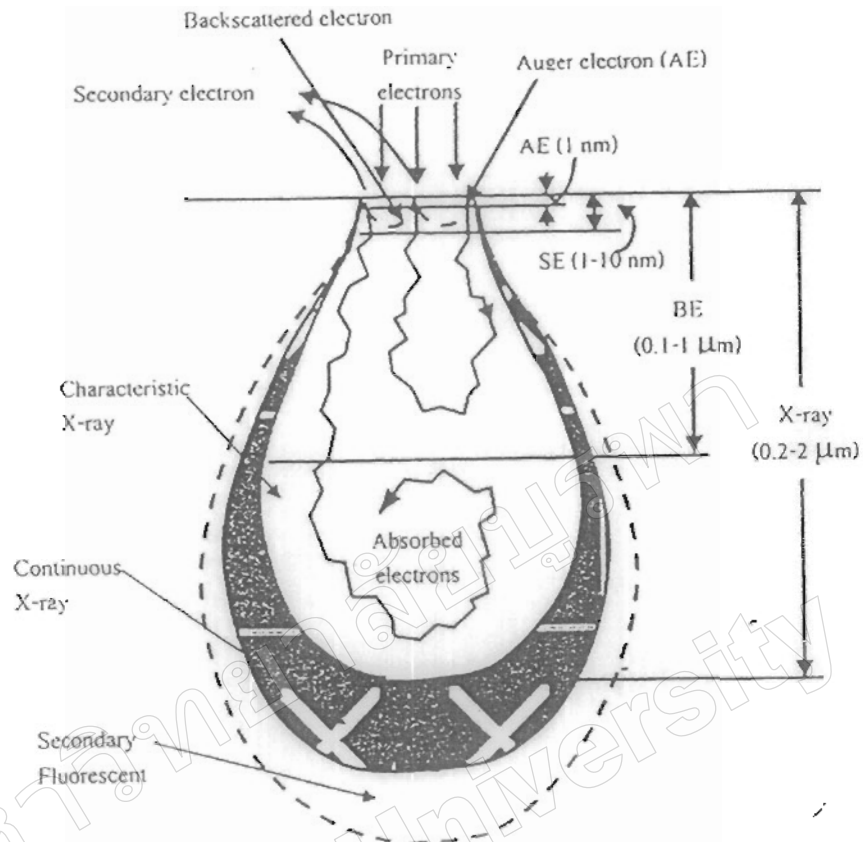


ภาพที่ 2-14 องค์ประกอบหลักของเครื่อง Scanning Electron Microscope
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

อิเล็กตรอนทุติยภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบี่ยงล่างโดยแผ่นอาโนดภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} torr และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบี่ยงล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัสดุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 nm โดยมีชุดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวตัวอย่าง ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ออกมา (ภาพที่ 2-15 และภาพที่ 2-16)



ภาพที่ 2-15 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, 2543)



ภาพที่ 2-16 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ (วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, 2543)

สำหรับสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด คือ

1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) เป็นส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรของอะตอม หลังจากดูดกลืนพลังงานจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิ มีพลังงานต่ำและจะเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมค่อนข้างต่ำ
2. อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electrons) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานไปเพียงบางส่วนให้กับอะตอมและกระเจิงกลับออกมา มีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง
3. อิเล็กตรอนทะลุผ่าน (Transmitted Electron) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่เหลือจากการดูดกลืนพลังงานของชั้นตัวอย่าง ปริมาณของอิเล็กตรอนจะขึ้นอยู่กับความหนา ความหนาแน่นและภาคตัดขวางการดูดกลืนพลังงานของธาตุนั้นประกอบในชั้นตัวอย่าง

4. อิเล็กตรอนที่ถูกดูดกลืน (Absorbed Electrons) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชั้นตัวอย่างหมด และพลังงานที่สูญเสียจะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน ซึ่งมีผลให้ตัวอย่างไหม้เกรียมได้

5. รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาหลังการทำอันตรกิริยาระหว่างอะตอมบนชั้นตัวอย่างกับอิเล็กตรอนพลังงานสูง แบ่งเป็น 2 ชนิด

5.1 รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuum X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นกระจายเป็นช่วงกว้าง (Broad Spectrum) เกิดจากการที่อิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่บริเวณสนามไฟฟ้าที่มีความหนาแน่นสูงระหว่างนิวเคลียสกับวงโคจรชั้นในของอะตอม มีผลจึงทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงสูญเสียพลังงานและปลดปล่อยพลังงานในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทันที

5.2 รังสีเอกซ์เรืองเฉพาะธาตุ (Characteristic X-rays) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นเฉพาะอะตอมของธาตุที่ถูกกระตุ้น เกิดจากการที่อิเล็กตรอนพลังงานสูงชนกับอิเล็กตรอนในชั้นโคจร K L หรือ M แล้วอิเล็กตรอนของชั้นโคจรใดโคจรหนึ่งหลุดออก อะตอมของธาตุนั้นจะรักษาความสมดุลของโครงสร้างด้วยการรับอิเล็กตรอนชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ เนื่องจากพลังงานของอิเล็กตรอนในชั้นถัดออกไปมีพลังงานสูงกว่าชั้นโคจรที่ถูกเหวี่ยงนำให้หลุดออกไป ดังนั้นก่อนที่อิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะเข้ามาแทนที่จึงต้องลดพลังงานด้วยการปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าออกมาให้ตัวอิเล็กตรอนมีระดับพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่จะแทนที่ คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปล่อยออกมาจึงมีความยาวคลื่นเฉพาะระดับพลังงานของอะตอมของธาตุนั้น ๆ สามารถใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุในเชิงปริมาณและคุณภาพได้

6. ไอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger Electrons) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรจากการกระตุ้นของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากชั้นตัวอย่าง ให้ประโยชน์มากในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเบา

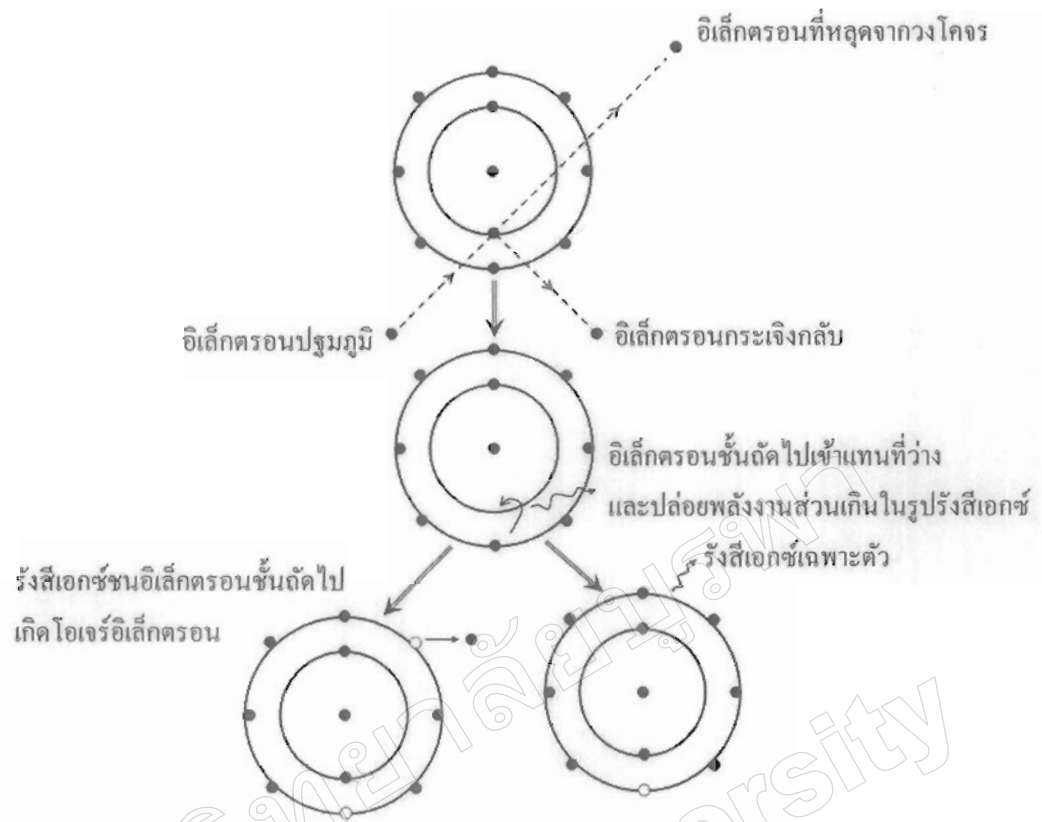
7. แสงเรืองจากชั้นตัวอย่าง (Cathodoluminescence) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วงตามองเห็น เกิดจากอะตอมของชั้นตัวอย่างได้รับพลังงานจากลำอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกเลื่อนเข้าสู่สถานะถูกกระตุ้น (Excited State) และกลับเข้าสู่สถานะปกติ (Ground State) พร้อมทั้งปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

8. แรงเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive Force) เป็นปริมาณของไฟฟ้าที่เกิดจากความแตกต่างของประจุระหว่างด้านหน้าและหลังของชั้นตัวอย่าง

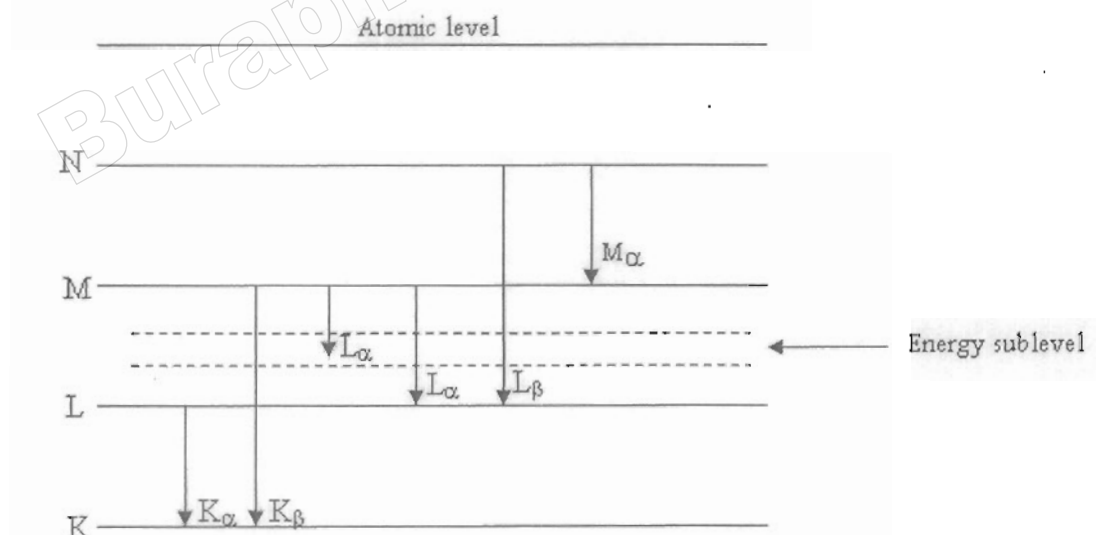
4. การศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray

Spectroscopy (EDX) ลักษณะเฉพาะสำคัญอีกประการหนึ่งของฟิล์มบางคือ องค์ประกอบของธาตุทางเคมี เทคนิคที่นิยมใช้ศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบาง คือ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ซึ่งหลักการทำงานของ EDX อธิบายได้ดังนี้ เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ ชั้น L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสถานะกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่ภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น (10^{-15} วินาที) โดยอิเล็กตรอนของวงจรชั้นถัดออกไปลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่ พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับผลต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนของธาตุนั้น ๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เรียกรังสีชนิดนี้ว่า “รังสีเอกซ์เฉพาะตัว” (ภาพที่ 2-17 - 2-18) (วิระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, 2543)

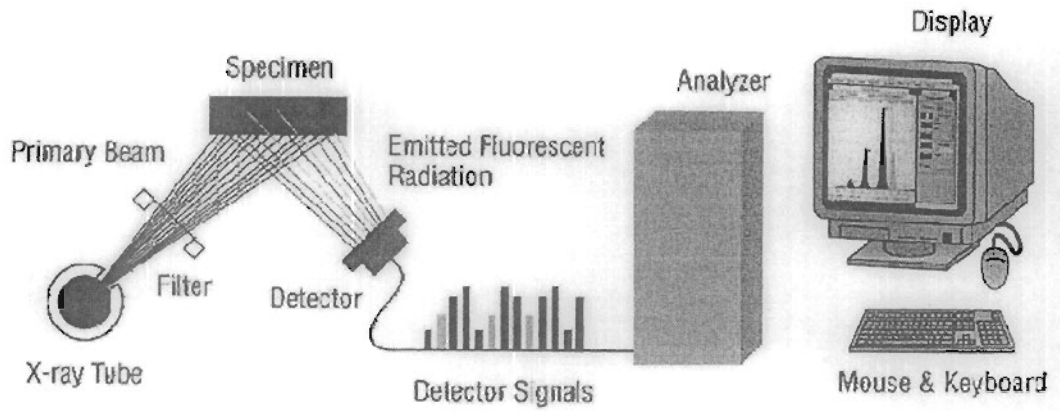
ในกระบวนการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDX หัววัดรังสีที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือ หัววัดรังสีแบบ Si (Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 keV หรือหัววัดชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium; HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวได้ช่วงกว้าง คือ 3 ถึง 200 keV โดยหัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสอง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดียวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลวิเคราะห์บนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพ โดยโปรแกรมสำเร็จรูปดังภาพที่ 2-19 และภาพที่ 2-20



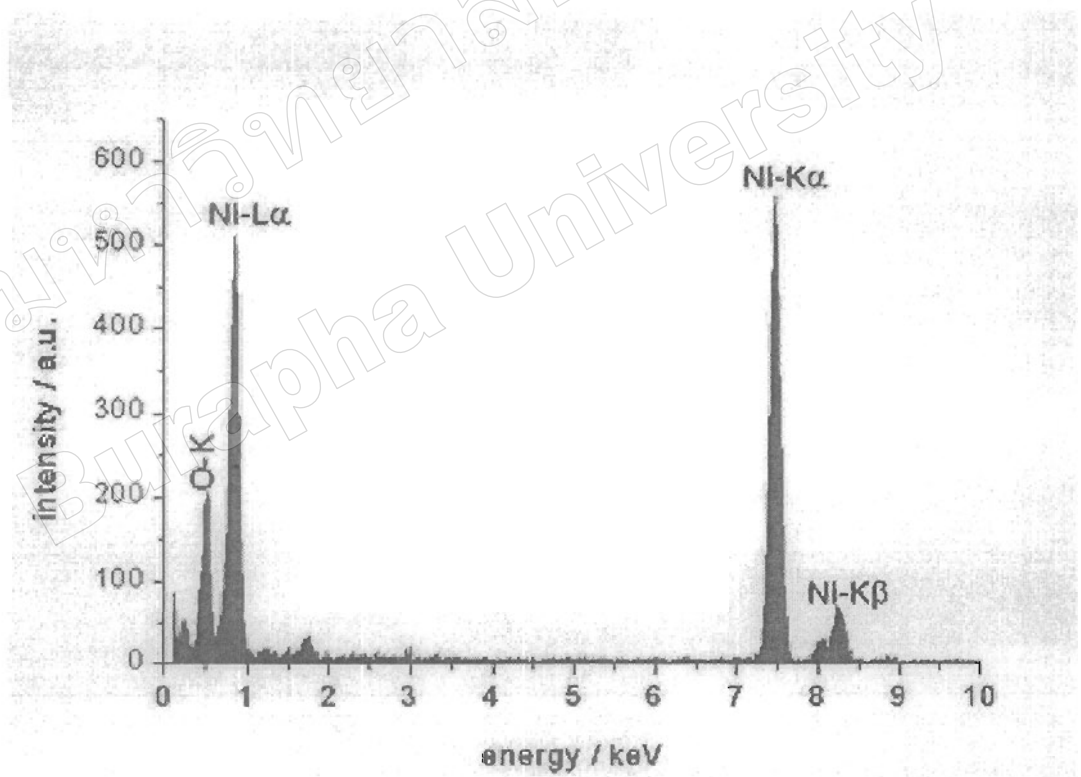
ภาพที่ 2-17 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน
(วีระศักดิ์ อุทุมภิกเฉา และคณะ, 2543)



ภาพที่ 2-18 การเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ
(วีระศักดิ์ อุทุมภิกเฉา และคณะ, 2543)



ภาพที่ 2-19 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

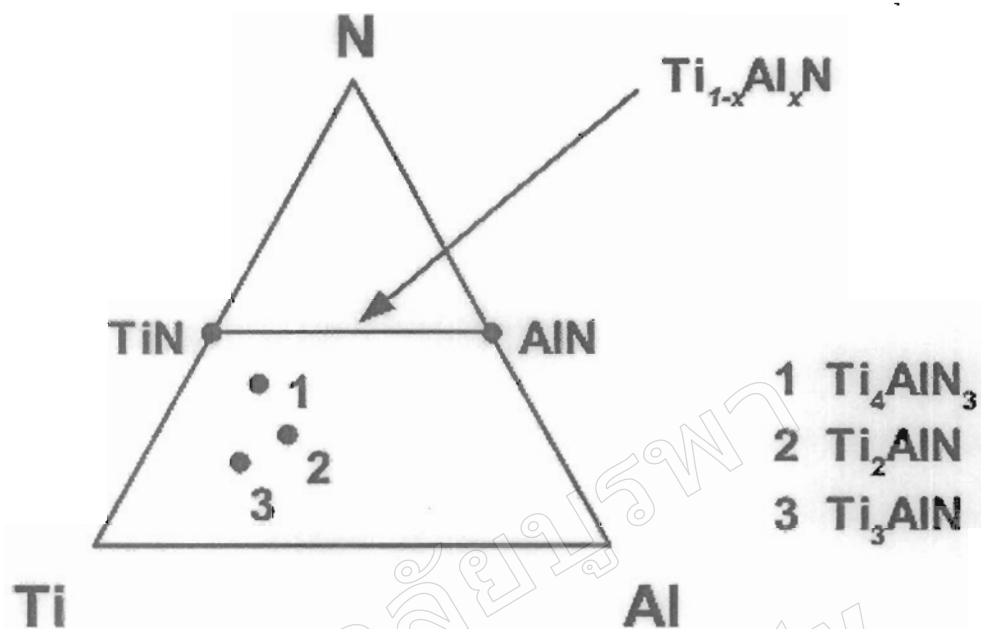


ภาพที่ 2-20 ตัวอย่างการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเทคนิค EDX
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

ไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (Ti-Al-N)

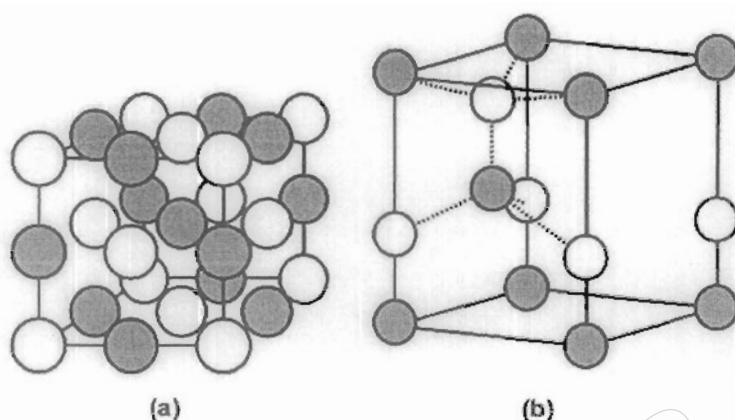
ไทเทเนียม-อะลูมิเนียม-ไนโตรเจน เป็นระบบของสารประกอบของธาตุสามชนิด ที่ได้รับการสนใจมาเป็นเวลานาน เนื่องจากเป็นสารประกอบที่มีสมบัติเด่น คือ สามารถต้านทานการกัดกร่อนที่อุณหภูมิสูง และ นำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี (Barsoum, Brodtkin, & El-Raghy, 1997) โดยสารประกอบชนิดนี้ถูกสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกในปี 1963 โดยเป็นเฟส Ti_2AlN ภาพที่ 2-21 แสดงเฟสไดอะแกรมอย่างง่ายของ Ti-Al-N ซึ่งขึ้นกับองค์ประกอบธาตุทางเคมี ช่วงเวลาที่ผ่านมา มีการสังเคราะห์สารประกอบชนิดนี้ในเฟสต่าง ๆ คือ เฟส Perovskite ของ Ti_3AlN และ เฟส MAX ของ Ti_2AlN , Ti_4AlN_3 (Schuster & Bauer, 1984; Procopio, El-Raghy, & Barsoum, 2000) โดยเฟสที่ metastable ของ $Ti_{1-x}Al_xN$ มักพบในลักษณะของสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ระหว่างเฟส TiN และ เฟส AlN เมื่อ x มีค่าในช่วง 0 ถึง 1

ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เป็นเซรามิกสำหรับใช้เป็นชั้นเคลือบแข็งชนิดหนึ่ง ที่ได้รับความสนใจอย่างมากเมื่อเทียบกับ ทั้งสแตนคาร์ไบด์ (WC) และ อะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ไทเทเนียมพบตั้งแต่ปี 1790 โดยปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ของไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) จนกระทั่งปี 1900 ทำให้มีความบริสุทธิ์ ทำให้มันถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในรูปของอัลลอยด์ ออกไซด์ และ ชั้นเคลือบไนไตรด์ ตั้งแต่ปี 1950 ชั้นเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ได้รับการศึกษาเชิงวิชาการและอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย ช่วงแรกชั้นเคลือบส่วนใหญ่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิค CVD (Chemical Vapor Deposition) เพราะมีการยึดเกาะที่ดี และด้านการสึกหรอบนวัสดุรองรับที่เป็นคาร์ไบด์ ปัจจุบันสามารถสังเคราะห์ชั้นเคลือบนี้ได้หลายวิธีที่แตกต่างกัน เช่น เทคนิคทางเคมี และ เทคนิคทางฟิสิกส์ ซึ่งสามารถแปรสมบัติได้มากขึ้น มีการเพิ่มองค์ประกอบธาตุชนิดต่าง ๆ เข้าไปในระบบของชั้นเคลือบ TiN เพื่อเพิ่มสมบัติเฉพาะจากเงื่อนไขการนำไปใช้งาน เช่น TiCN, TiBCN และ TiOCN (Mortensen, 2007; Bhushan, 2001; Bhushan & Gupta, 1991) ไทเทเนียมไนไตรด์เป็นตัวเลือกที่มีการเชื่อมต่อทางไฟฟ้าที่ดี เนื่องจากต้านทานการกัดกร่อนได้ดี (Zabinski & Voevodin, 1890) และต้านทานการสึกหรอ นำไฟฟ้าที่ดี นอกจากนี้ไทเทเนียมไนไตรด์ยังถูกนำไปใช้เป็นตัวกันการแพร่ในอุตสาหกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Armigliato & Valdré, 1987)



ภาพที่ 2-21 เฟสไดอะแกรมอย่างง่ายของระบบ Ti-Al-N (Procópio, El-Raghy, & Barsoum, 2000)

ไทเทเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างผลึกแบบ Rock Salt, c-TiN (หรือ โครงสร้างผลึกแบบ NaCl ดังภาพที่ 2-22 (a)) มีความหนาแน่นเท่ากับ 5.44 mg/cm^3 ทั้งนี้ผลจากการเตรียมและเงื่อนไขต่าง ๆ ไม่พบองค์ประกอบ $[\text{Ti}]$ $[\text{N}]$ ที่เท่ากัน (Bhushan & Gupta, 1991) ทั้งนี้อัตราส่วนของอะตอมระหว่างไทเทเนียมและไนโตรเจน เป็นตัวกำหนดสีของไทเทเนียมไนไตรด์ โดยไทเทเนียมไนไตรด์ชนิด Stoichiometric มีสีทองเงางามเหมาะสำหรับการนำไปใช้ เคลือบสวยงาม มีการเสนอไว้ว่าฟิล์มไทเทเนียมมีสีเทาเมื่อไนโตรเจนน้อย เมื่อเพิ่มไนโตรเจนสีจะสว่าง และเหลือง และกลายเป็นสีเหลืองทองในที่สุด เมื่อไนโตรเจนในฟิล์มมีค่าใกล้เคียงกับไทเทเนียม ถ้าไนโตรเจนมีปริมาณมากจะเป็นแบบ Overstoichiometric สีของฟิล์มจะเปลี่ยนเป็นเหลืองเข้มและน้ำตาล (Bhushan & Gupta, 1991; Roquiny, Bodart, & Terwagne, 1999; Niyomsoan, Grant, Olson, & Mishra, 2002) ขึ้นกับอัตราส่วนของ $[\text{Ti}]$ $[\text{N}]$ สำหรับความแข็งแรงระดับจุลภาคของไทเทเนียมไนไตรด์มีค่าในช่วงร้อยละ 10 ถึง 20% ของค่าความแข็งแรงของไทเทเนียมไนไตรด์มีค่าความแข็งแรงอยู่ในช่วง 1500 ถึง 2200 kg/mm^2 (14 ถึง 20 GPa) (Bhushan & Gupta, 1991)



ภาพที่ 2-22 ยูนิทเซลล์ของ (a) Rock-Salt และ (b) โครงสร้างผลึก Hexagonal Wurtzite
(Birkholz, 2006)

ปัญหาสำคัญของไทเทเนียมไนไตรด์คือไม่สามารถทำงานที่อุณหภูมิสูงเกิน 500 °C เนื่องจากออกซิเจนเข้าไปแทนที่ไนโตรเจนบนผิวชั้นนอกสุด ถึงแม้ว่าการแพร่ของออกซิเจนค่อนข้างต่ำ แต่ก็ยังสามารถแพร่ผ่านเข้าไปยังชั้นไนไตรด์และออกไซด์ได้ เพราะขนาดของโมเลกุลที่แตกต่างกันของสารประกอบทั้งสองชนิดจึงทำให้เกิดความเค้นสูงที่บริเวณรอยต่อ ถ้าไทเทเนียมไนไตรด์เกิดการออกซิไดซ์มากขึ้น จนถึงจุดวิกฤตเนื่องจากขนาดของโมเลกุลที่แตกต่างกัน จะทำให้ชั้นเคลือบไทเทเนียมออกไซด์หลุดออกและเกิดการเสียหาย ส่วนชั้นของไทเทเนียมไนไตรด์ยังคงสัมผัสสิ่งแวดล้อมต่อไป และการเกิดออกซิเดชันเป็นไปอย่างต่อเนื่อง จนสุดท้ายไม่มีชั้นการป้องกัน จนทำให้เกิดความเสียหายกับชิ้นงานหรือเครื่องมือ การเกิดออกซิเดชันของไทเทเนียมไนไตรด์เป็นปัญหาที่สำคัญ เนื่องจากอุณหภูมิระหว่างการทำงานของเครื่องมือจะเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ชั้นเคลือบจากการออกซิไดซ์ส่วนใหญ่มีความอ่อนตัวน้อยกว่า 200 kg/mm² (< 2 GPa) (McIntyre, Greene, Håkansson, Sundgren, & Münz, 1990; Bhushan & Gupta, 1991; Desmaison, Lefort, & Billy, 1979) การแก้ปัญหการเกิดออกซิเดชันสามารถทำได้ด้วยการเพิ่ม Al เข้าไปในระบบ TiN เพื่อฟอร์มตัวเป็น เฟสกึ่งเสถียร ของ $Ti_{1-x}Al_xN$

การเพิ่มอะลูมิเนียมเข้าไปใน โครงสร้างของชั้นเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ช่วยเพิ่มสมบัติการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ โดยที่อุณหภูมิสูงออกซิเจนจะเข้าไปแทนที่พันธะไนโตรเจนบนพื้นผิวฟิล์มของ Ti และ Al ได้เป็นอย่างดี การออกซิไดซ์อะลูมิเนียมทำให้เกิดชั้นของอะลูมินาที่มีความหนาแน่นบนพื้นผิว ซึ่งช่วยต้านทานไม่ให้ออกซิเจนทะลุผ่าน กล่าวคือมีการแพร่กระจายของออกซิเจนต่ำ จากการแพร่ของไนโตรเจน และออกซิเจนถูกยับยั้งโดยชั้นอะลูมิเนียม เป็นผลให้การเกิดออกซิเดชันของไนไตรด์ใหม่ช้าลง (Knotek & Leyendecker, 1987;

McIntyre, Greene, Håkansson, Sundgren, & Münz, 1990) ชั้นเคลือบ $Ti_{1-x}Al_xN$ มีอัตราการเกิดออกซิเดชันที่ต่ำและความแข็งแรงมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงถึง $700^{\circ}C$ ซึ่งสูงกว่าเมื่อเทียบกับชั้นเคลือบ TiN นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของชั้นเคลือบ TiAlN ยังเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เมื่อปริมาณอะลูมิเนียมในฟิล์มเพิ่มขึ้น (Münz, 1986)

ด้วยข้อจำกัดของสารละลายของแข็ง เฟสกึ่งเสถียรของ $Ti_{1-x}Al_xN$ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Rock-Salt ($c-Ti_{1-x}Al_xN$) (ภาพที่ 2-1) โดยตำแหน่งของโลหะ (ไอออนบวก) ถูกแทนที่ด้วยอะตอมของ Ti หรือ Al ขีดจำกัดในการทำละลายของ Al ในระบบ TiN ได้มีการนำเสนอไว้จากหลายกลุ่มวิจัยโดยลักษณะของการทดลอง (Ohnuma et al., 2004; Rovere et al., 2010) และการคำนวณ (Mayrhofer, Music, & Schneider, 2006; Mayrhofer, Fischer, Böhm, Mitterer, & Schneider, 2007) และพบว่าค่า x มีค่าประมาณ 0.55 ถึง 0.65 at. % ทั้งนี้ Adibi et al. (1991) รายงานว่าการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีสเปคโตรริงจากกระบวนการ PVD นั้น มีผลต่อขีดจำกัดการทำละลาย พลังงานที่เกิดขึ้นระหว่างการเกิดฟิล์มสามารถเพิ่มพลังงานการเคลื่อนไหวพื้นผิว (Surface Mobility) ของฟิล์มและด้วยเหตุนี้จึงทำให้เฟสกึ่งเสถียรเพิ่มขึ้น เมื่อเกินขีดจำกัดของการละลาย ระบบจะลดพลังงานโดยการปล่อยพลังงานอิสระ (Free Energy) หรือทำให้เกิดการแยกเฟส หรือแยกออกเป็นควิบิกเฟสของ $c-TiN + c-Ti_{1-x}Al_xN$ (ภาพที่ 2-2) และสุดท้ายเป็น $c-TiN$ และ เฟสเฮกซะโกนอล $h-AlN$ (ส่วนใหญ่มีโครงสร้างผลึกแบบ Wurtzite ของ AlN ดังภาพที่ 2-22 (b)) การแยกเฟสเป็นสาเหตุของการเสื่อมสภาพของชั้นเคลือบ เนื่องจากการสูญเสียการป้องกันจากออกซิเจน และมีลักษณะคล้ายกับชั้นเคลือบ TiN บริสุทธิ์ เมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูง (Ohnuma et al., 2004; Kutschej et al., 2005)

ผลของความแข็งแรงจากการใช้งานมีผลต่อเฟสกึ่งเสถียรของ $c-Ti_{1-x}Al_xN$ ซึ่งสามารถสังเกตได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า $700^{\circ}C$ ซึ่งเป็นสิ่งสำคัญ และเป็นสมบัติที่ความต้องการสำหรับชั้นเคลือบแข็งที่ต้องทำงานที่อุณหภูมิสูง การใช้ความร้อนที่ใช้ในการแยกเฟส เรียกว่า Spinodal Decomposition ส่งผลให้เกิด Ti และ Al-Rich Domains (เส้นผ่านศูนย์กลางระดับนาโนเมตร) ในเนื้อของฟิล์ม ถือว่าโดเมนนี้เป็นเฟสของ $c-Ti_{1-x}Al_xN$ ด้วยค่า x ต่ำและสูงตามลำดับ และ แลตทิซมีรูปแบบที่สมมาตร โดยดูจากเมทริกซ์ ค่าคงที่แลตทิซที่แตกต่างกันระหว่าง TiN ($a = 4.242$) และ AlN ($a = 4.045$) ในโครงสร้างแบบ Rock-Salt Cubic ทำให้เกิดความเครียดในแลตทิซซึ่งไปขัดขวางการเคลื่อนย้ายของอะตอม นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิยังทำให้การแยกจากกันของ TiN และ AlN เพิ่มขึ้น เฟสเฮกซะโกนอลของ $h-AlN$ เริ่มก่อตัวและโตจากส่วนที่มี Al มาก ($c-AlN$) จนกระทั่งเฟสกึ่งเสถียรเปลี่ยนเป็นเฟส $c-TiN$ และ เฟส $h-AlN$ ค่าความแข็งแรงและการต้านทานการสึกหรอในช่วงนี้จะลดลงอย่างมาก ทำให้ชั้นเคลือบเสียหาย (Mayrhofer et al., 2003; Porter & Easterling, 1992)

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Jeong, Hwang, and Lee (2002) ศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟสปีดเตอรिंगบนซิลิกอน (100) ศึกษาโดยใช้การสแกน ด้วยเทคนิค Transmission Microscopy, X-ray Diffraction และ Atomic Microscopy ฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างแบบ NaCl โดยมีระนาบ (200) เป็น Preferred Orientation อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำพบว่าความเข้มของพีคระนาบ (200) ที่ได้จาก XRD Spectra มีความเข้มลดลง และพีคมีความกว้างเพิ่มขึ้น โดยคล้ายกับพีค (101) ของโครงสร้างแบบ โลหะผสม Wurtzite ซึ่งมีความคาบเกี่ยวของมุม 2θ ฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างแบบคอลลัมน์ โครงสร้างคอลลัมน์มีความหนาแน่นมากขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ผลจาก Atomic Force Microscopy แสดงถึงลักษณะพื้นผิวความขรุขระที่เกิดขึ้นจากการกระจายตัวของเม็ดเกรนแบบสุ่ม

Wuhrer and Yeung (2003) ศึกษาผลของระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับที่เคลือบแบบแมกนีตรอนสปีดเตอรिंग ซึ่งมีผลต่อ โครงสร้างผลึกระดับนาโนของชั้นเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โครงสร้างระดับนาโนของชั้นเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีแมกนีตรอนสปีดเตอรिंग โดยที่ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับมีผลต่อโครงสร้างระดับจุลภาคและสมบัติของชั้นเคลือบ ที่ระยะห่างน้อย ๆ ชั้นเคลือบแน่น โครงสร้างระดับนาโนของชั้นเคลือบ Ternary Nitride มีความแข็งแรงมากขึ้น

Klostermann, Böcher, Fietzke, Modes, and Zywitzki (2005) ศึกษาส่วนประกอบและโครงสร้างจุลภาคทั้งสองเฟสของชั้นเคลือบแข็งที่แตกต่างกัน โดยวิธีแอคทีฟพัลส์โคสปีดเตอรिंगด้วยเป้า 2 ชนิดที่เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างนาโนคอมโพสิต วัสดุ 2 ชนิดที่ใช้ในระบบได้รับการศึกษาความสามารถในการปรับปรุงสมบัติให้ดีขึ้น ที่เกิดจากการแยกเฟส ของไนไตรด์ คือ Ti-Al-N และออกไซด์ คือ Al-Zr-O ระบบทั้งสองเป็นวัสดุเคลือบแข็ง และรักษาโครงสร้างนาโนคอมโพสิตได้ ระบบไนไตรด์มีสมบัติที่ดีขึ้น เมื่อค่า x ของ $Ti_{1-x}Al_xN$ อยู่ในช่วง $x = 0.5 \dots 0.7$ วิธีพัลส์แมกนีตรอนสปีดเตอรिंगสามารถปรับส่วนประกอบได้ในช่วงนี้ด้วยการแปรค่าความต่อเนื่องของพัลส์สำหรับวัสดุทั้งสองได้ ฟิล์ม $na-(Ti,Al)N/nc-AlN$ มีค่าความแข็งสูงถึง 38 GPa ผลของส่วนประกอบและโครงสร้างจุลภาค ในระบบของออกไซด์ ชั้นเคลือบ $na-Al_2O_3/ZrO_2$ มี γ -phase Al_2O_3 โดยมีค่าความแข็งเท่ากับ 30 GPa เมื่อปริมาณ ZrO_2 ต่ำกว่า 8 at.% เมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นฟิล์มมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน และมีค่าความแข็งเท่ากับ 10 GPa ที่ปริมาณอะลูมิเนียมต่ำ ทำให้เฟสเตตระโกนอลของฟลักเซอร์โคเนียมมีความเสถียร มีค่าความแข็งเท่ากับ 17 GPa

Kim, Lee, and Hahn (2005) ศึกษาลักษณะเฉพาะ เช่น อัตราการเคลือบ โครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิว และสมบัติเชิงกล ของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้จากวิธีอเนกบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (UBMS) และ วิธีอเนกบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบสนามปิด (CFUBMS) ถูกนำมาเปรียบเทียบในบทความนี้ ฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบจากอัลลอยด์ไทเทเนียมอะลูมิเนียม (50/ 50 at. %) โดยทั้งสองวิธีแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน จากแมกนีตรอนสปัตเตอริง (1) UBMS มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว (2) CFUBMS มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง อัตราการเคลือบของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ได้จากวิธี CFUBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง มีค่าเพิ่มขึ้นประมาณ 1.35 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับ UBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย AES และ XRD แสดงให้เห็นถึงฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยมีองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกที่คล้ายกัน ด้วยการแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน อย่างไรก็ตาม ผลการวิเคราะห์จาก TEM แสดงถึงฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย CFUBMS มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง แสดงโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์ และเป็นคอลัมน์ และขนาดของเม็ดเกรนมีค่าเพิ่มเป็นสองเท่า เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มที่เคลือบด้วย UBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว นอกจากนี้ การทดสอบด้วย Nanoindentation แสดงถึงค่าความแข็งและค่าความยืดหยุ่น โมดูลัส ของฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี CFUBMS มีค่าสูงกว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี UBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว ฟิล์มที่ได้จากวิธี CFUBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง เชื่อมั่นว่าสมบัติเชิงกลอาจประกอบไปด้วยความหนาแน่น และความเป็นผลึกที่ดีของฟิล์มต้องเกิดจากไอออนที่ระดมยิงบนฟิล์มมีปริมาณสูง

Mei, Shao, Wei, and Li (2005) ศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชั้นเคลือบ (Ti, Al)N ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอริง ด้วยเป้าโมเสกของ Ti-Al และใช้แก๊สอาร์กอนและไนโตรเจน โดยแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ในส่วนของการวิเคราะห์ อัตราการเคลือบ ส่วนประกอบและโครงสร้างจุลภาคของชั้นเคลือบ วัดโดย Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, X-ray Diffraction, Transmission Electron Microscopy และ Nanoindenter ผลที่ได้พบว่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีบทบาทสำคัญต่อชั้นเคลือบ (Ti, Al)N สามารถสังเคราะห์ชั้นเคลือบ (Ti, Al)N ที่ Stoichiometric Ratio ได้ง่ายในช่วงความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสม และพบว่าชั้นเคลือบมีโครงสร้างแบบ fcc เฟสเดียว ที่ Texture Preferential Orientation (111) ชั้นเคลือบมีความแข็งมากที่สุดโดยมีค่าเท่ากับ 34.4 GPa และมีค่าความยืดหยุ่นมากที่สุดเท่ากับ 392 GPa ชั้นเคลือบ (Ti, Al)N ที่เตรียมด้วยความดันย่อยแก๊ส

ในไตรเจนต่ำพบว่าปริมาณไนโตรเจนและความแข็งต่ำ ในทางกลับกันที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนสูง ๆ อัตราการเคลือบของฟิล์มลดลงอย่างมากเนื่องจากไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับเป้า Ti-Al และฟอร์มันต์เป็นชั้นไนไตรด์ที่หน้าเป้า ขณะที่องค์ประกอบเคมีของชั้นเคลือบเกือบไม่มีการเปลี่ยนแปลง และพบโครงสร้างผลึกระดับนาโน หรือ โครงสร้างอสัณฐานและมีความแข็งต่ำ

Grzesik, Zalisz, Krol, and Nieslony (2006) ศึกษาสมบัติไตรโบ โลจิกอลของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ชั้นเดียว ด้วยกระบวนการ PVD เคลือบบนวัสดุคาร์ไบด์แล้วใช้เป็นตัวทดสอบการเลื่อนของเหล็ก และ เหล็กหล่อ ด้วยเครื่อง Pin-on-Disc โดยทำการแปรค่าความเร็วของการเลื่อน และแรงกด วัสดุทั้งสามมีอัตราการแปรรูปแตกต่างกัน และจะถูกนำมาใช้เป็นคู่ กล่าวคือ เหล็กกล้าคาร์บอนขนาดกลาง C45 คู่กับ AISI 1045, เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิค 1H18N9T คู่กับ AISI 304 และในกรณีของเหล็กหล่อ EN-GJL-300 ซึ่งมีสีเทา มีลักษณะเกล็ดเป็นรูปทรงแกรไฟต์ Pin-on-Disc เป็นอุปกรณ์ที่มีเครื่องมือแทรกเข้าไปดูใช้ทดสอบแรงเสียดทาน และทดสอบการสึกหรอ ในการหาค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน และการสึกหรอแนวเส้นตรงจาก Tribo-Pairs มีการบันทึกระยะเลื่อนไว้ตลอด มีการเปรียบเทียบเชิงปริมาณการต้านทานการสึกหรอจากการทดสอบค่า Tribo-Pairs อัตราการสึกหรอเลือกทดสอบได้จากเทคนิค Light Microscopy (LM), Scanning Electron Microscopy (SEM) และ X-ray Microanalyses โดย EDAX จะถูกนำมาประยุกต์ใช้เพื่อทดสอบการสึกหรอที่ผิว และการสึกหรอของผลิตภัณฑ์ และกลไกการสึกหรอ ลักษณะเฉพาะของแรงเสียดทานและกลไกการสึกหรอ ทดสอบได้จากคู่ของเหล็ก และเหล็กหล่อ นอกจากนี้ความสัมพันธ์ของเงื่อนไขของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์สามารถปกป้องพื้นผิวคาร์ไบด์ที่ระบุไว้ได้ และสามารถสรุปได้ว่าวัสดุที่ใช้เลื่อน มีผลต่อการสึกหรอ ของคู่ตัวอย่าง TiAlN/ Stainless Steel ซึ่งพบว่าฟังก์ชันการป้องกันของชั้นเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ยังไม่เพียงพอ

Lee, Wang, Chen, and Huang (2007) ศึกษาการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยการใช้ลำไอออนในการเคลือบ (IBSD) โดยจะใช้การดัดขั้วไฟฟ้าไว้ด้านล่างและใช้ Metal-Insulator-Metal (MIM) (Ba,Sr)TiO₃ (BST) เป็นตัวป้องกันการแพร่ ซึ่งเป็นตัวเก็บประจุ สำหรับใช้ในการศึกษานี้ ได้มีการนำเสนอถึงผลของโวลต์ที่จ่ายให้กับลำไอออน ต่อสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุที่ขึ้นอยู่กับการอุณหภูมิ และเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ก่อนหน้านี้ ในงานวิจัยนี้กล่าวถึงผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบด้วยวิธี IBSD และผลต่อการต้านทานไฟฟ้า และเสถียรภาพทางความร้อน จากการศึกษพบว่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อ โครงสร้างผลึก ผลึก และองค์ประกอบของฟิล์ม ส่งผลต่อการต้านทานไฟฟ้า และเสถียรภาพความร้อน เมื่อความดันย่อย

แก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ระบาย (200) มีความเด่นชัดขึ้น และ ผลึกของฟิล์มลดลง มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าการต้านทานไฟฟ้า โดยความเด่นชัดของระบาย (200) ลดลง ความเป็นผลึกของฟิล์มสามารถนำมาพิจารณาประกอบกับการลดลงของพลังงานจลน์ของอะตอม เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น การเปลี่ยนแปลงของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบของการฟิล์ม เสถียรภาพทางความร้อนลดลง โดยปริมาณของอะลูมิเนียมลดลง และ ความเป็นผลึกลดลง งานวิจัยนี้กล่าวถึงความหนาแน่นของฟิล์มที่ได้จากการเคลือบแบบ IBSD เป็นฟิล์มที่มีคุณภาพ ซึ่งฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบภายใต้เงื่อนไข ($P_{N_2} = 4.4 \times 10^{-3}$ Pa) แสดงการทนความร้อนสูงถึง 700°C ในบรรยากาศที่มีแต่ออกซิเจน และ ความต้านทานมีค่าต่ำกว่า $500 \mu\Omega \times \text{cm}$

Zhao, Yang, Li, Gong, and Sun (2008) ศึกษาผลของกระบวนการเคลือบต่อรูปแบบความเค้นคงค้างและความหนาในฟิล์ม (Ti, Al)N ผลของกระบวนการเคลือบที่มีต่อการกระจายความเค้นคงค้างในความหนาของฟิล์ม (Ti, Al)N ที่เตรียมด้วยวิธีอาร์คไอออนเพลตติง (Arc Ion Plating, AIP) ซึ่งเป็นสิ่งที่สนใจในการนำเสนองาน ซึ่งระบุถึงการนำเสนอการกระจายความเค้นรูปแบบระฆัง และความเค้นอัดมากที่สุดปรากฏขึ้นในชั้นใกล้พื้นผิว ความเค้นคงค้างเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มและการจ่ายไบแอสแก่ตัวสุรองรับตามลำดับ การกระจายความเค้นและการยึดเกาะของฟิล์มกับตัวสุรองรับสามารถทำได้ดีโดยปรับเงื่อนไขการเคลือบให้เหมาะสม ซึ่งฟิล์มที่มีความหนา $7.57 \mu\text{m}$ เป็นฟิล์มที่มีกระแสไบแอสของตัวสุรองรับที่เหมาะสม

Subramanian, Ashok, Kuppusami, Sanjeeviraja, and Jayachandran (2008) ศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีแอคทีฟดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่มีความหนาประมาณ $1 \mu\text{m}$ เคลือบลงบนเหล็ก (Mild Steel) ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยเป่าสารเคลือบที่ใช้คือเป่าไทเทเนียม และเป่าอะลูมิเนียม เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ โดยผลจาก XRD มีเฟสของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในระบาย (111) และ (200) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Face Center Cubic ผลจาก SEM และ AFM บอกถึงความสม่ำเสมอและความหนาแน่นของฟิล์ม Photoluminescence (PL) แสดงถึงสมบัติทางแสงที่ดีของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ผลจาก Laser Raman แสดงถึงลักษณะเฉพาะของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่ $312.5, 675$ และ 1187.5 cm^{-1}

Chen et al. (2009) ศึกษาไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ชั้นเคลือบ Ternary เป็นวัสดุที่มีศักยภาพ ซึ่งเป็นที่คาดหวังว่าจะนำไปประยุกต์ใช้บนดาวเทียมเพื่อควบคุมความร้อน ในขั้นตอนการศึกษาสมบัติการควบคุมความร้อน ชั้นเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบบนซิลิกอนใช้อัตราการไหลแก๊ส N_2 และ Ar ที่แตกต่างกัน เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

โครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบทางเคมี และแสง ศึกษาด้วย X-ray Diffraction (XRD), Field Emission Scanning Electron Microscope (Fe-SEM), Atom Force Microscopy (AFM), X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) และ Spectrophotometer ตามลำดับ Orientation ของ การเคลือบขึ้นอยู่กับอัตราการใช้แก๊ส N_2/Ar อัตราส่วน N_2/Ar ของการเคลือบ 10, 30 และ 60 % แสดงโครงสร้างแบบคิวบิก มี Preferred Orientation ของ TiN ระนาบ [220] และอัตราส่วน N_2/Ar ของการเคลือบ 100 % แสดงเฟส AlN ในโครงสร้างเตตระโกนอล และ TiN ในโครงสร้างคิวบิก พื้นผิวที่ได้จากการเคลือบมีความเรียบแน่น เมื่ออัตราส่วนของ N_2/Ar เพิ่มขึ้น ผลของ XPS แสดงถึงฟิล์มออกไซด์ (TiO_2 และ Al_2O_3) ออกซิไนไตรด์ (TiN_xO_x) และไนไตรด์ (TiN และ AlN_x) จากพื้นผิวที่เคลือบได้ โดยไม่ขึ้นกับกำลังไฟฟ้า อุณหภูมิที่มีความสมดุลในการเคลือบไทเทเนียมอะลูมิเนียมคือ $18^\circ C$ และอุณหภูมิที่สมดุลของฟิล์มหลังจากมีการทำ Heat-Treated อุณหภูมิมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ซึ่งเป็นการคาดหวังว่าจะนำไปประยุกต์ใช้กับการควบคุมความร้อน

Harish, Yogesh, and Rajam (2009) ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีแอคทีฟไบโพลาร์พัลส์ดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอนสเปคโตรริง เคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง (High-Speed Steel Drill Bits) ซิลิกอน และเหล็กโดยใช้คาร์โทดส์หัวระบบรีแอคทีฟไบโพลาร์พัลส์ดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอนสเปคโตรริง เคลือบฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ จากระบบแอคทีฟสเปคโตรริง ของเป้าไทเทเนียมและเป้าอะลูมิเนียมในพลาสมาของไนโตรเจนกับอาร์กอน การปรับปรุงผิววัสดุทำได้หลายวิธีเพื่อปรับปรุงการยึดเกาะของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เงื่อนไขของกระบวนการเคลือบที่เหมาะสมทำให้ฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ คุณภาพดี นำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วย X-ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, Energy-Dispersive X-ray Analysis, X-ray Photoelectron Spectroscopy, Nano-indentation, Atomic Force Microscopy, Wear Tester and Potentiodynamic Polarization Techniques ประสิทธิภาพของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง แล้วเอาไปทดสอบ โดยการเจาะบนแผ่นสแตนเลส 304 ความหนา 13 mm ประสิทธิภาพการทดสอบ มีการใช้และ ไม่ใช้วัสดุให้ความเย็น ผลแสดงถึงนัยสำคัญของการปรับปรุงในประสิทธิภาพของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ถูกเคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง นอกจากนี้ยังแสดงการเจาะแท่งของแผ่นสแตนเลส 304 มีความเป็นไปได้กับฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง การปรับปรุงประสิทธิภาพของฟิล์ม ไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วย ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี และความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

Zhou, Nie, Cai, and Chu (2009) ศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์ม (Ti, Al)N ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยใช้เป้าโมเสกของTi-Al ที่วัดตรงรอยจ่ายไบแอส -100 V การทดสอบความแข็งด้วยเทคนิค Nanoindentation แสดงให้เห็นว่าเมื่อความดันย่อยไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ฟิล์มมีความแข็งและค่าโมดูลัสความยืดหยุ่นเพิ่มขึ้นในระยะแรกและลดลงในภายหลัง ค่าความแข็งและค่าโมดูลัสความยืดหยุ่น มีค่ามากที่สุดเท่ากับ 43.4 GPa และ 430.8 GPa ตามลำดับ เชื่อว่าแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงในขนาดเกรนและ Preferential Orientation ของผลึกในฟิล์ม (Ti, Al)N เปลี่ยนไปเมื่อแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ปรากฏการณ์นี้ถูกยืนยันโดย ผลที่ได้จาก X-ray Diffraction (XRD) และ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

Devia, Restrepo-Parra, Arango, Tschiptschin, and Velez (2011) ศึกษาฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบบนเหล็ก AISI 01 ด้วยวิธีไตรโอดแมกนีตรอนสปัตเตอริง การจ่ายศักย์ไบแอสมีผลกับองค์ประกอบ ความหนา ผลึก โครงสร้างระดับจุลภาค ความแข็ง และการยึดเกาะ งานวิจัยนี้ศึกษาความหนาที่เคลือบได้และวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ โดยใช้เทคนิค SEM กับเทคนิค EDS การสปัตเตอริงซ้ำ (Re-Sputtering) ทำให้ไอออนที่ใช้ระดมยิงไปบนพื้นผิวฟิล์มมีพลังงานสูงมีผลต่อความหนาที่เคลือบ ผลึกของฟิล์มศึกษาด้วย XRD พบว่าโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เป็นแบบคิวบิก NaCl B1 มี Orientation ของผลึกคือ {111}, {200}, {220} และ {311} ลักษณะพื้นผิว (ความหยาบ และขนาดของเม็ดเกรน) ของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ศึกษาด้วยเทคนิค AFM เมื่อมีการจ่ายศักย์ไบแอสให้กับชิ้นงานเพิ่มขึ้นจาก -40 ถึง -150 V ค่าความแข็งลดลงจาก 32 GPa ถึง 19 GPa การทดสอบการขีดข่วน เพื่อใช้วัดจุดที่มีแรงกดวิกฤต และใช้วัดการยึดเกาะ

Buranawong, Witit-anun, Chaiyakun, Pokaipisit, and Limsuwan (2011) ศึกษาผลของกระแสไทเทเนียมต่อโครงสร้างและความแข็งของฟิล์มอะลูมิเนียมไทเทเนียมไนไตรด์โดยเทคนิครีแอคทีฟอเนบาลานซ์แมกนีตรอนโคสปัตเตอริง พบผลึกระดับนาโนของฟิล์มบาง อะลูมิเนียมไทเทเนียมไนไตรด์ (AlTi_3N) ที่เคลือบบนซิลิกอน (100) และ กริด โดยไม่มีความร้อนจากภายนอก และการไบแอสที่อุณหภูมิห้อง โดยเทคนิครีแอคทีฟอเนบาลานซ์แมกนีตรอนโคสปัตเตอริง ซึ่งใช้เป้าไทเทเนียมและอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าไทเทเนียม (I_T) ต่อโครงสร้างและความแข็งของฟิล์ม ฟิล์มถูกสปัตเตอริงด้วย อาร์กอนและไนโตรเจน ในอัตราการไหลแก๊ส เท่ากับ 8 และ 4 sccm ตามลำดับ กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าอะลูมิเนียม (I_A) เท่ากับ 600 mA และกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าไทเทเนียม (I_T) แปรค่าจาก 600 ถึง 800 mA เคลือบในช่วง 15 ถึง 60 นาที นำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะ และวิเคราะห์โดย X-ray Diffraction (XRD), Atomic

Force Microscopy (AFM), Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM) และ Nanoindentation ผลที่ได้ระบุถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างระดับจุลภาค ขึ้นกับเงื่อนไขการเคลือบ รูปแบบ XRD แสดงถึงโครงสร้างผลึกกับ Preferred Orientations ในระนาบ (112) (004) และ (153) ตรงกับโครงสร้างมาตรฐานของฟิล์ม อะลูมิเนียมไทเทเนียมไนไตรด์ (AlTi_3N) โครงสร้างของ AlTi_3N ถูกยืนยันโดย TEM ผลนี้แสดงให้เห็นว่า กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าไทเทเนียมและเวลาในการเคลือบ มีอิทธิพลต่อปริมาณอะลูมิเนียม ค่าความหยาบผิวและความหนาของฟิล์ม การวิเคราะห์ภาคตัดขวางโดย SEM แสดงถึงความหนาแน่น และอัดแน่นของลักษณะพื้นผิวของเกรน ความแข็งของฟิล์มส่วนใหญ่ มีค่าประมาณ 26.24-30.37 GPa

Shetty, Karimi, and Cantoni (2011) ศึกษาการเปรียบเทียบ โครงสร้างและสมบัติของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนซิลิกอน (100) เคลือบภายใต้มุมปกติ และมุมเอียง ใช้วิธีพัลส์ดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง อุณหภูมิขึ้นงาน ได้มีการปรับไว้ที่อุณหภูมิห้อง 400°C และ 500°C และจ่ายศักย์ไบแอส 0, -25, -50 และ -80 V ให้กับมุมที่ใช้เคลือบทั้งสอง โครงสร้างและภาคตัดขวางของฟิล์ม ทดสอบได้จาก Scanning Electron Microscopy อุณหภูมิของการเคลือบเพิ่มขึ้น พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยมุมปกติพบผลึกแบบ fcc แต่ฟิล์มที่เคลือบด้วยมุมเอียง (OAD) พบโครงสร้างพัฒนาเป็นแบบ Tiles of Roof หรือ โครงสร้างแบบ Stepwise Structure ซึ่งไม่ใช่โครงสร้างผลึกแบบ fcc การเคลือบด้วยมุมเอียงฟิล์มแสดงโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์ คอลัมน์มีทิศทางเอียงไปทางเดียวกับการตกกระทบของฟลักซ์ อุณหภูมิของขึ้นงานที่เพิ่มขึ้น คอลัมน์มีลักษณะเอียงเกือบเท่าขึ้นงานที่ใช้มุมปกติ ทั้งค่าความแข็งและค่าโมดูลัสของยังลดลง เมื่อมุมของฟลักซ์มีการเปลี่ยนแปลงจาก $\alpha = 0^\circ$ ถึง 45° วัดด้วย Nanoindentation นำผลที่ได้มาพิจารณาประกอบกับผลที่เกิดจากการฟอร์มตัวแบบมีช่องว่าง สมบัติของผลึกที่เคลือบ ได้ศึกษาจากการสแกนที่มุม $\theta - 2\theta$ และ Pole Figure X-ray Diffraction ฟิล์มที่เคลือบด้วยมุม $\alpha = 0^\circ$ แสดงระนาบ (111) และ (200) ด้วยการวางแนวระนาบแบบสุ่ม ในทางกลับกันฟิล์มที่เคลือบด้วยมุม $\alpha = 45^\circ$ แสดงถึงแนวโน้มที่เปลี่ยนแปลงของ Texture Orientation (111) ซึ่งเกิดจากการเคลื่อนย้ายและจัดเรียงของฟลักซ์ และมี Orientation ระนาบ (200) เหมือนการเคลือบแบบใช้มุมปกติ แสดงถึงการวางแนวของระนาบได้ชัดเจน