

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของสารประกอบไนไตรด์สามชนิด

ด้วยเทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอร์แบบร่วม

Deposition of Ternary Nitride Hard Coating by

Co-Magnetron Sputtering Technique

รองศาสตราจารย์ ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์
ดร.อดิสร บุรณวงศ์
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยบูรพา

๕๕๐๘๗

10 ส.ค. 2560

369321

BK 0155087

เริ่มบริการ

๑๑ เม.ย. 2560

สนับสนุนโดย สำนักบริหารโครงการวิจัยในอุดมศึกษาและพัฒนามหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ

สำนักคณะกรรมการการอุดมศึกษา

กันยายน 2555

Research Title: Deposition of Ternary Nitride Hard Coating by
Co-Magnetron Sputtering Technique

Researcher: Dr.Attapol Choeysuppakat
Asst.Prof.Dr.Nirun Witit-anun
Mr.Somsak Bunprom

University: Burapha University

Faculty: Sciences **Department:** Physics

Published Year: 2012

Source of Fund: High Education Research Promotion and National Research University
Office of the Higher Education Commission

Abstract

Titanium aluminium nitride (TiAlN) thin films were deposited by reactive DC co-unbalanced magnetron sputtering technique. The effect of Al sputtering current (I_{Al}) on crystal structure, chemical compositions, surface morphology, thickness, microstructure and cross-section of as-deposited films was investigated. The crystal structure was characterized by XRD. The crystal size was calculated by Scherrer's equation. The chemical compositions were analyzed by EDX. The surface morphology and thickness were evaluated by AFM. The microstructure and cross-section were studied by FE-SEM. The results showed that the crystal structure, surface morphologies and film's thickness are strongly dependent on the Al sputtering current. All the films are composed of TiAlN with (111), (200) and (220) planes. The crystallinity of the films was enhanced and crystal sizes were increased with Al sputtering current and deposition times. Moreover, the roughness, average thickness, grain size, chemical compositions and microstructure of the films were depended on deposition parameters.

Keywords: thin film, Titanium aluminium nitride, reactive sputtering, DC magnetron sputtering

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัย “การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของสารประกอบไนไตรด์สามชนิดด้วยเทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบร่วม” (Deposition of Ternary Nitride Hard Coating by Co-Magnetron Sputtering Technique) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก สำนักบริหารโครงการวิจัยในอุดมศึกษาและพัฒนามหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ สำนักคณะกรรมการการอุดมศึกษา คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ ไว้ว วัฒน โอภาสนี้พร้อมกันนี้คณะผู้วิจัย ขอขอบพระคุณ ศ.ดร.พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี สำหรับคำปรึกษาที่มีคุณค่าแก่คณะผู้วิจัย จนเสร็จสิ้นโครงการขอขอบคุณ คุณสมฤดี หวานระรื่น ฝ่ายวิจัยและบัณฑิตศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา รวมถึงบุคลากรและเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดระยะการดำเนินงานวิจัย ท้ายที่สุดขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่สนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

สุรสิงห์ ไชยคุณ
นิรันดร์ วิทิตอนันต์
อดิศร บุรณวงศ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
ABSTRACT	ii
กิตติกรรมประกาศ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญรูป	vii
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 การเคลือบในสุญญากาศ	4
2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการสปัตเตอร์ริง	6
2.3 ระบบเคลือบด้วยกระบวนการสปัตเตอร์ริง	8
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	15
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	17
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	17
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอคทีฟ ดีซี สปัตเตอร์ริง แบบร่วม	20
3.3 การสร้างสภาวะสุญญากาศ	24
3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง	26
3.5 แนวทางการทดลอง	27

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล	28
4.1 ผลของกระแสอะลูมิเนียมคาโทด	28
4.2 ผลของเวลาการเคลือบ	33
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	40
5.1 สรุปผล	40
5.2 ข้อเสนอแนะ	41
เอกสารอ้างอิง	42
ภาคผนวก	44
รายงานการเงิน	45
ผลผลิต	47
ประวัตินักวิจัย	56

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
4-1	ลักษณะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่กระแสะอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ	28
4-2	ความหนา ความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ของฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมต่างๆ	31
4-3	ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ใช้เวลาในการเคลือบต่างๆ	33
4-4	ความหนา ความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ	36

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2-1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2-2	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	6
2-3	องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์	7
2-4	ระบบสปัตเตอร์แบบ ดีซี สปัตเตอร์	8
2-5	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	9
2-6	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	10
2-7	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ	10
2-8	การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักกร่อนของเป่าสารเคลือบในระบบพลาสมาแม่เหล็กสปัตเตอร์	12
2-9	ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอับบาลานซ์ แม่เหล็กสปัตเตอร์	13
2-10	เปรียบเทียบลักษณะพลาสมาของระบบบาลานซ์และอับบาลานซ์แม่เหล็กสปัตเตอร์	14
3-1	เครื่องเคลือบระบบสปัตเตอร์ที่ใช้เคลือบในงานวิจัย	18
3-2	เครื่อง X-Ray Diffractometer	18
3-3	เครื่อง Atomic Force Microscope	18
3-4	เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE- SEM)	19
3-5	เครื่อง Scanning Electron Microscopy : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy	19
3-6	ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการ	20
3-7	ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการเมื่อมองจากด้านบน (top view)	21
3-8	ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการเมื่อมองจากด้านข้าง (side view)	21
3-9	ลักษณะ/ตำแหน่งของคาโทดทั้งสองชุดที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ	22
3-10	ลักษณะภายในของห้องเคลือบและลักษณะพลาสมาขณะเคลือบ	23
3-11	ไดอะแกรมระบบเครื่องสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอร์	25

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
4-1	ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์ เคลือบที่กระแสะอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ	28
4-2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบที่กระแสะอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ	29
4-3	องค์ประกอบธาตุจากเทคนิค EDX ของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบที่กระแสะอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ	30
4-4	ลักษณะพื้นผิวจากเทคนิค AFM ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบที่กระแสะอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ	32
4-5	ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ บนกระจกสไลด์เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ	33
4-6	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ	34
4-7	องค์ประกอบธาตุจากเทคนิค EDX ของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ	35
4-8	ลักษณะพื้นผิวจากเทคนิค AFM ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ	37
4-9	ลักษณะพื้นผิวจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ	39

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

การเคลือบผิววัสดุในลักษณะของฟิล์มบางเป็นการปรับปรุงผิววัสดุแนวทางหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจอย่างมากทั้งจากกระบวนการทางเคมีและฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีนั้นจำเป็นต้องใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลัก นอกจากนี้ภายหลังกระบวนการเคลือบมักจะมีสารละลายเคมีที่เหลือใช้จำนวนมากซึ่งยากต่อการกำจัดอีกทั้งยังก่อให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย แต่สำหรับการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้วยังให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงกว่ากระบวนการทางเคมีอีกด้วย

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์มีหลายวิธีซึ่งแต่ละวิธีก็มีข้อดี-ข้อเสียแตกต่างกันไป แต่มีวิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพสูงคือ การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง กระบวนการนี้เกิดขึ้นภายใต้ความดันต่ำประมาณ 10^{-3} - 10^{-1} mbar และอาศัยการดีสชาร์จไฟฟ้าของแก๊สทำให้แตกตัวเป็นไอออน แล้วถูกเร่งให้วิ่งเข้าชนแผ่นเป้าสารเคลือบ (target) ซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้า อนุภาคของเป้าสารเคลือบที่ถูกชนด้วยไอออนของแก๊สพลังงานสูงจะหลุดจากเป้าสารเคลือบด้วยความเร็วสูงเข้าชนและพอกพูน (deposition) เป็นชั้นของฟิล์มบางเคลือบลงบนวัสดุรองรับ (substrate) และเนื่องจากพลังงานของอนุภาคสารเคลือบที่หลุดออกมาจากกระบวนการสปัตเตอร์ริงนี้สูงมาก ทำให้เมื่อตกกระทบบนวัสดุรองรับจะฝังตัวลงในเนื้อของวัสดุรองรับทำให้การยึดเกาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ดีมาก ข้อดีสำคัญของการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงคือวัสดุรองรับหรือวัสดุที่ต้องการเคลือบนั้นอาจเป็นโลหะหรือโลหะก็ได้ ขณะเดียวกันสารที่ต้องการเคลือบอาจเป็นโลหะหรือโลหะก็ได้เช่นเดียวกัน ปัจจุบันภาคอุตสาหกรรมมีการนำวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมาใช้ในกระบวนการผลิตอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุต่างๆ มากมาย โดย ฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นอาจเป็นแบบชั้นเดียวหรือแบบหลายชั้น อาจเป็นฟิล์มของสารชนิดเดียว อัลลอยด์หรือสารประกอบ และมีลักษณะหรือขนาดแตกต่างกันไป ขึ้นอยู่กับลักษณะการใช้งานเป็นสำคัญ

สำหรับฟิล์มแข็งที่นิยมใช้งานเคลือบผิวเครื่องมือตัดเจาะต่างๆ มักนิยมใช้ในรูปแบบของสารประกอบไนไตรด์ หรือ คาร์ไบน์ เช่น TiN, ZrN, TiC ฯลฯ โดยในกลุ่มฟิล์มแข็งนั้นฟิล์ม TiN ได้รับความนิยมมากที่สุด เนื่องจากความสะดวกและต้นทุนในการผลิต โดยเรียกฟิล์มที่เกิดจากสารประกอบของธาตุสองชนิดว่า binary coating แต่อย่างไรก็ดี binary coating นั้นมีข้อจำกัดบางประการตามสมบัติเฉพาะตัวของฟิล์มนั้นๆ ดังนั้นจึงมีการพัฒนาและวิจัยฟิล์มชนิดชนิดใหม่ที่ประกอบไปด้วยธาตุสามชนิดขึ้นมาเรียกว่า ternary nitride เช่น TiAlN, TiZrN และ TiCN ซึ่ง ternary coatings เหล่านี้สามารถแก้ปัญหาและทดแทนความต้องการในงานเฉพาะทางบางอย่างได้ดี อีกทั้งยังมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่ากลุ่ม binary coatings เมื่อใช้งานในประเภทเดียวกัน

ทั้งนี้สารที่เหมาะสมสำหรับใช้เคลือบแข็ง คือ โลหะผสม TiAl เพราะมีความสามารถความแข็งแรงได้ดีในที่มีอุณหภูมิสูง จนกลายมาเป็นโลหะที่สำคัญในการสร้างยานอวกาศ จากสมบัติดังกล่าวจึงมีการพัฒนาให้อยู่ในรูปฟิล์ม TiAlN จนเป็นฟิล์มที่มีความสำคัญสำหรับใช้งานด้าน high speed machining เนื่องจากทำงานได้ดีในช่วงอุณหภูมิ 600 – 800 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่ทั้ง TiN และ TiCN ได้สูญเสียความสามารถในการทำงานลงไป โดยในการใช้งาน TiN เพื่อตัดเจาะต่างๆ นั้น Ti บางส่วนจะเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนในบรรยากาศเกิดเป็น TiO ซึ่งง่ายต่อการแยกตัวหลุดออกไปจากเนื้อฟิล์มเรื่อยๆ ไปตามเวลาและความร้อนที่เกิดขึ้น ทำให้อายุการใช้งานของฟิล์มลดลง จึงได้มีการผสมอะลูมิเนียมเข้าไปในระหว่างกระบวนการเตรียมฟิล์มโดยให้อะตอมของ Al เข้าไปแทรกตัวอยู่ในผลึกของ TiN ทำให้ฟิล์มมีความแข็งแรงสูง ด้านทานความร้อนได้ดี ด้านทานการเกิดออกซิเดชันได้ดี และเพิ่มประสิทธิภาพในการทำงานตัดเจาะ โดยทั่วไปแล้วพบว่า TiAlN มีความแข็งแรงประมาณ 2,700 ถึง 3,000 HV มีความทนทานในการทำงานในงานที่มีความร้อนสูง และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่า TiN ทั้งนี้สีของ TiAlN นั้นมีตั้งแต่สีม่วงจนไปถึงสีดำขึ้นอยู่กับปริมาณของ Al ที่ผสมอยู่ในเนื้อฟิล์ม ในกรณีที่ฟิล์มมี Al เกินกว่า 50% บางครั้งถูกเรียกว่า Aluminium Titanium nitride (AlTiN) [1]

ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เป็นฟิล์มบางกลุ่มไนไตรด์ที่เรียกว่า ternary nitride ซึ่งมีการเตรียมได้หลายวิธีสำหรับการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค สเปคโตรริงสามารถแบ่งเป้าสารเคลือบที่ใช้ในกระบวนการเคลือบออกเป็น 2 ประเภทคือ คือ (1) เป้าสารเคลือบที่เป็นโลหะผสมของไททาเนียมและอะลูมิเนียม หรือเรียกว่า “alloy target” และ (2) เป้าสารเคลือบไททาเนียมแยกจากเป้าสารเคลือบอะลูมิเนียม หรือเรียกว่า “co-target” โดยเป้าแต่ละชนิดจะมีข้อแตกต่างกันไปตามลักษณะของเป้าและฟิล์มบางที่เตรียมได้ สำหรับเป้าสารเคลือบที่เป็นโลหะผสมนั้นข้อดี คือสามารถกำหนดให้องค์ประกอบของธาตุในฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียม ไนไตรด์ เป็นไปตามที่ต้องการได้ตามสัดส่วนของไททาเนียมและอะลูมิเนียมที่ผสมอยู่ในเป้าสารเคลือบ แต่มีราคาค่อนข้างสูง และ ในกรณีที่ต้องการฟิล์มบางที่มีสัดส่วนต่างๆ กัน ต้องใช้เป้าสารเคลือบจำนวนมาก ขณะที่เป้าสารเคลือบแบบแยกมีราคาถูกกว่า แต่มีข้อจำกัดเกี่ยวกับการควบคุมองค์ประกอบธาตุในฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้ค่อนข้างลำบากเนื่องจาก ค่าสเปคโตรยีลด์ของไททาเนียมและอะลูมิเนียมไม่เท่ากัน ทำให้ในการเตรียมฟิล์มให้มีองค์ประกอบของธาตุในฟิล์มให้เหมาะสมค่อนข้างยาก

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) โดยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปคโตรริง แบบใช้เป้าร่วม (co-target) ที่เงื่อนไขการเคลือบต่างๆ กันเพื่อศึกษาเงื่อนไขสำหรับเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปคโตรริง รวมถึงศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการวิจัยด้านการเคลือบแข็งของสารประกอบสามชนิด ทั้งนี้คณะผู้วิจัยเชื่อว่าผลของงานวิจัยนี้จะเป็นแนวทางหนึ่งในการพัฒนาองค์ความรู้ รวมถึงเป็นข้อมูลพื้นฐานในการนำไปประยุกต์ใช้ในการเพิ่มขีดความสามารถเชิงแข่งขันของภาคอุตสาหกรรมในประเทศ โดยงานวิจัยนี้จะเน้นการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือที่มีในประเทศเป็นหลักซึ่งจะเป็นจุดเริ่มของการพัฒนาเทคโนโลยีขั้นใช้เองภายในประเทศต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อพัฒนาเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอน สเปตเตอริงแบบร่วม
2. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้

1.3 ขอบเขตการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเทคนิคการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปตเตอริง จากระบบเคลือบแบบสเปตเตอริงร่วม (co-sputtering) บนวัสดุรองรับ (substrate) 2 ชนิดได้แก่ กระจกไลต์และแผ่นซิลิกอน โดยตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาได้แก่ กระแสไฟฟ้าของอะลูมิเนียมคาโทด และ เวลาการเคลือบ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ศึกษาด้วยเทคนิค XRD AFM FE-SEM และ EDX สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และความหนาฟิล์ม ภาคนิตขวางและโครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบเคมีของฟิล์มตามลำดับ

บทที่ 2

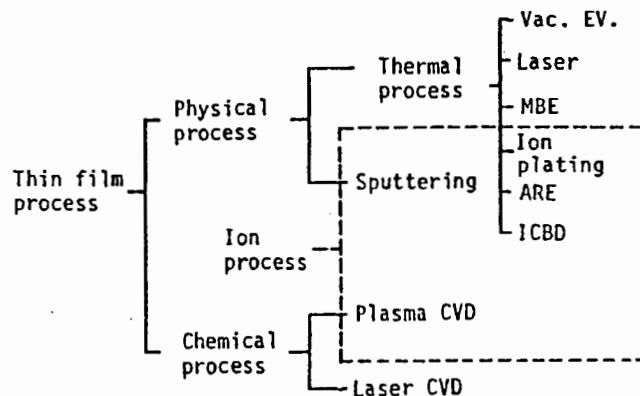
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 การเคลือบในสุญญากาศ

เทคนิคการเคลือบด้วยกระบวนการ PVD (physical vapor deposition) เป็นเทคนิคหนึ่งของการเคลือบในสุญญากาศ ชั้นเคลือบที่ได้จากกระบวนการ PVD นั้นเรียกว่า “ฟิล์มบาง Thin Film” เนื่องจากเป็นชั้นเคลือบที่มีความหนาน้อยมาก การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศครั้งแรกทำโดย Bunsen และ Grove ในปี ค.ศ.1852 โดยแนวคิดพื้นฐานแล้ว การเคลือบฟิล์มบางก็คือ การเรียงตัว (fabricated) โดยการสะสม (deposition) ของสารเคลือบในลักษณะของอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบางที่บางมาก (ระดับไมครอน) ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้ฟิล์มบางในงานด้านต่างๆ มากมาย เช่น อุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ เช่น สารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำและฟิล์มตัวต้านทาน หรือ อุปกรณ์ทางแสง เช่น เลนส์ กระจกเลเซอร์ กระจกสะท้อนแสง กระจกกรองแสงเฉพาะบางช่วงความถี่ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้เทคนิคการเคลือบฟิล์มบางนี้ในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางและความเป็นระเบียบสำหรับใช้ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของวัสดุต่างๆ ในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางประการไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน ข้อมูลเหล่านี้มีประโยชน์มากในการพัฒนาวัสดุเพื่อนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรม[2]

การเคลือบฟิล์มในสุญญากาศบางอาจแบ่งได้เป็น 2 ประเภท[3] (รูปที่ 2-1) ได้แก่

1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (chemical process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สและเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (new species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธี plasma CVD และ วิธี laser CVD เป็นต้น
2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วพุ่งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (evaporation) และ วิธีสปัตเตอริง (sputtering) เป็นต้น



รูปที่ 2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ[2]

การเคลือบด้วยกระบวนการ PVD หรือ การเคลือบด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้น[2][3] อาศัยหลักการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วพุ่งกระจายวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 วิธีหลักๆ คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ (ความดันประมาณ 10^{-6} mbar) ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะพุ่งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้านอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (resistive heating) การระเหยแบบวาบ (flash evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (laser evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (electron beam evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (arc evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (radiofrequency heating) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้นิยมใช้เคลือบสารไดอิเล็กตริก (dielectric) เช่น แมกนีเซียมไดฟลูออไรด์ (MgF_2) หรือ ออกไซด์ (oxide) ของโลหะที่มีสมบัติโปร่งใสบนวัสดุที่ต้องการเคลือบ เช่น เลนส์กล้องถ่ายรูป แว่นตาและกระจกเลเซอร์ ฯลฯ สำหรับข้อเสียของการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

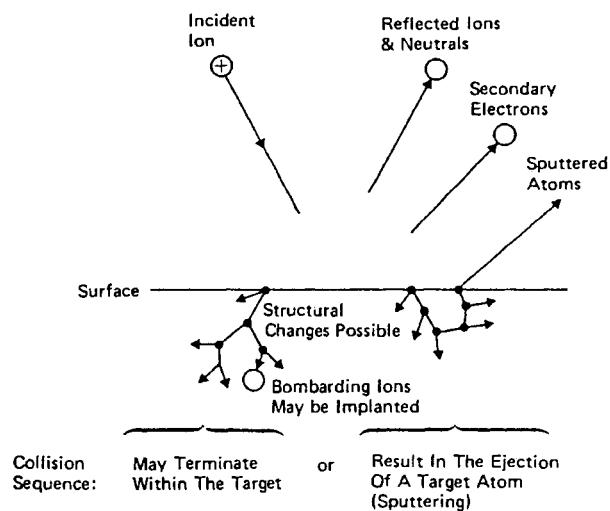
2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ (ความดันประมาณ 10^{-3} ถึง 10^{-1} mbar) การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์วิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการ สปัตเตอร์คือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ กระบวนการนี้ อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ และเนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ในการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์จะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการสปัตเตอริง

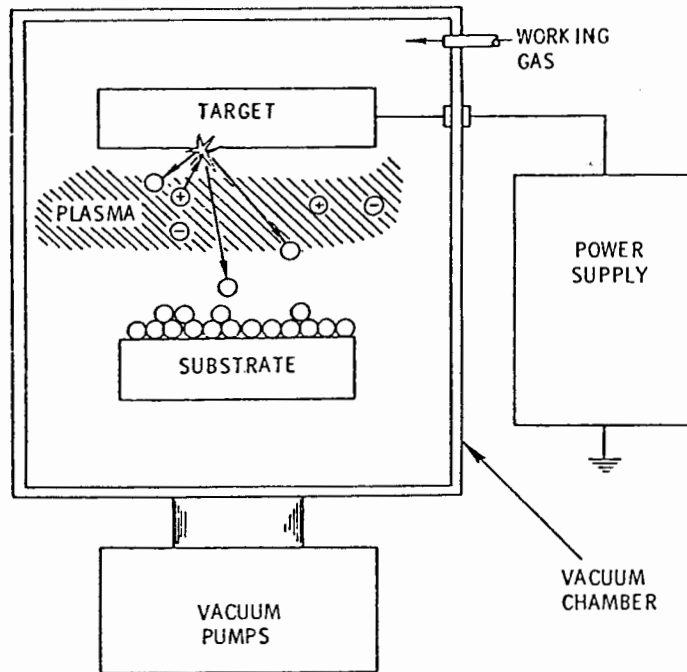
การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางจากสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด

กระบวนการสปัตเตอริง คือ กระบวนการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุซึ่งอนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2-2 อย่างไรก็ตามเมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งเข้าชนผิวหน้าเป้าสารเคลือบจะเกิดปรากฏการณ์ต่างๆ ดังนี้คือ[4][5]

1. การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (reflected ions and neutrals) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากพื้นผิวหน้าของวัสดุ ซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิววัสดุ
2. การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (secondary electron emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากผิววัสดุถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ
3. การฝังตัวของไอออน (ion implantation) ไอออนที่วิ่งชนพื้นผิววัสดุอาจฝังตัวลงในผิววัสดุ ด้วยความลึกประมาณ 10 \AA ต่อ พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในแผ่นทองแดง
4. การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (target material structural rearrangements) บางครั้งการชนของไอออนบนผิวเป้าสารเคลือบอาจทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวเป้าสารเคลือบใหม่ และเกิดความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (lattice defect) เราเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวนานี้ว่า altered surface layers
5. การสปัตเตอริง (sputter) บางครั้งการชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนแบบ ต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าสารเคลือบ ทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจาก เป้าสารเคลือบ ซึ่งกระบวนการนี้ว่า “สปัตเตอริง”



รูปที่ 2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ [4]



รูปที่ 2-3 องค์ประกอบพื้นฐานของระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง[6]

ทั้งนี้กระบวนการสปัตเตอริงจำเป็นต้องมีองค์ประกอบพื้นฐานอย่างน้อย 3 อย่างคือ

1. สารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้า (target) ให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชน จนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

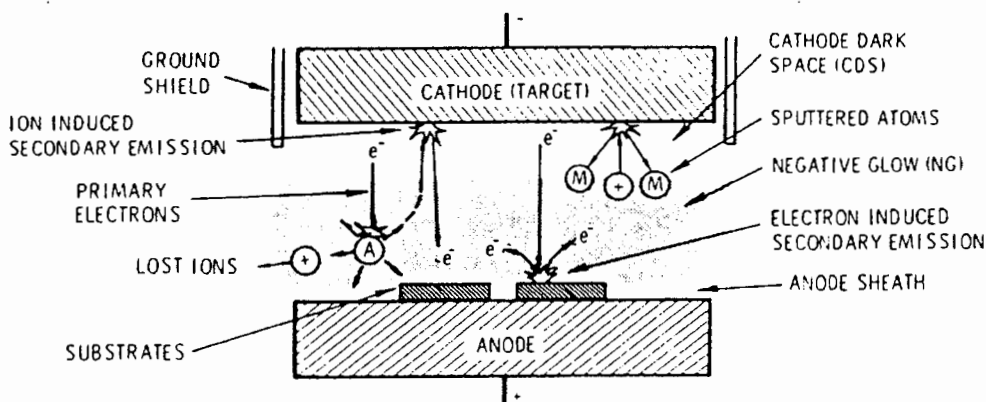
2. อนุภาคพลังงานสูงซึ่งจะวิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบแล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมาปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอนหรืออะตอมของธาตุต่างๆ แต่การให้อนุภาคที่เป็นกลางมีพลังงานสูงเกิน 10 eV เพื่อใช้ในกระบวนการสปัตเตอริงทำได้ค่อนข้างยาก วิธีการหนึ่งที่ยอมรับคือการเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้าซึ่งสามารถควบคุมระดับพลังงานของไอออนได้ตามต้องการ อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่เกิดได้ง่ายและสามารถเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้ แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าอะตอมของสารเคลือบมาก ทำให้การถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมต่ออะตอมสารเคลือบเป็นไปอย่างไม่มีประสิทธิภาพและไม่สามารถทำให้กระบวนการสปัตเตอริงเกิดขึ้นได้ ตามทฤษฎีทางฟิสิกส์การชนระหว่าง 2 อนุภาคที่มีการส่งถ่ายพลังงานและโมเมนตัมดีที่สุด จะเกิดขึ้นเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากัน ดังนั้นจึงนิยมเลือกการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

3. การผลิตอนุภาคพลังงานสูงอย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ฟิล์มที่มีความหนาตามต้องการ ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธีเช่น การใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออน (ion gun) ที่มีปริมาณการผลิตไอออน ในอัตราสูง หรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ (glow discharge) แต่เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ ดังนั้นในกระบวนการสปัตเตอริงในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูงแทน

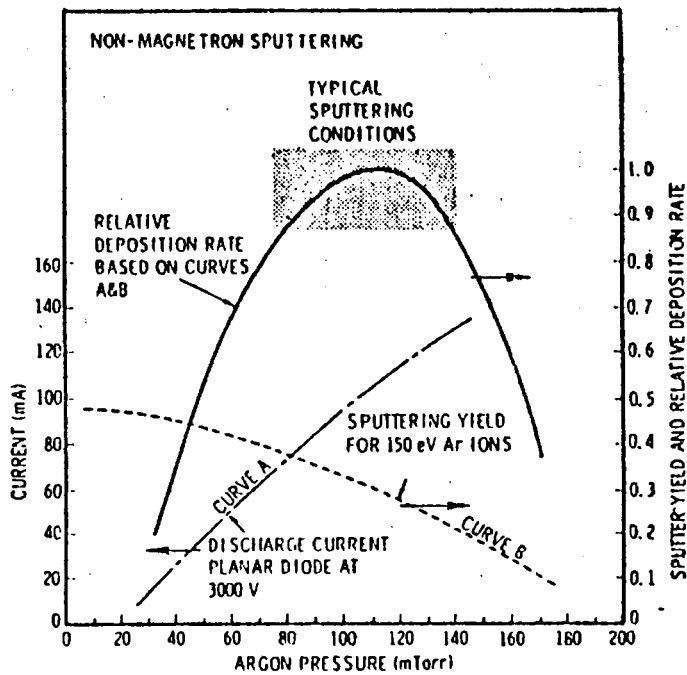
เนื่องจากไอออนที่ได้จากระบวนการสปัตเตอร์ในการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงนั้นจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก เมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงจะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุที่ต้องการเคลือบดีกว่า การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงนี้ยังแบ่งได้หลายแบบ เช่น วิธีอาร์เอฟสปัตเตอร์ริง (rf sputtering) เป็นการใช้ระบบไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุในการทำให้ไอออนของสารเคลือบหลุดจากผิวของเป้าสารเคลือบ หรือวิธีไอออนบีม สปัตเตอร์ริง (ion beam sputtering) เป็นระบบที่ใช้วิธีกำเนิดไอออนในห้องไอออนแล้วเร่งให้ชนกับชิ้นวัสดุที่เป็นสารเคลือบด้วยศักย์สูงในสุญญากาศจากนั้นไอออนที่หลุดจากชิ้นวัสดุจะวิ่งไปเกาะวัสดุที่ต้องการอีกต่อหนึ่ง วิธีการนี้จะได้สารเคลือบผิวที่บริสุทธิ์มาก ทั้งนี้จะเห็นว่าฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบนั้นขึ้นอยู่กับหลายตัวแปร ซึ่งรวมถึงกระบวนการเคลือบด้วย

2.3 ระบบเคลือบด้วยกระบวนการสปัตเตอร์ริง

1. ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง[3][5][7-8] แบบง่ายที่สุดสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2-4 ซึ่งประกอบด้วยคาโทดคือแผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนดใช้เป็นท้าววัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4.0-10.0 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบข้างหรือผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะดาร์คสเปซอยู่ระหว่าง 1.0-4.0 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโวลต์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโวลต์ แก๊สที่ใช้เป็น แก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดีสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออไนซ์จะรักษาสภาพโกลว์ดีสชาร์จไว้ตราบที่ระยะดาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะดาร์คสเปซขยายตัวออก และแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสไฟฟ้าจะลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะดาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรดและกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้การผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



รูปที่ 2-4 ระบบสปัตเตอร์ริงแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง[9]



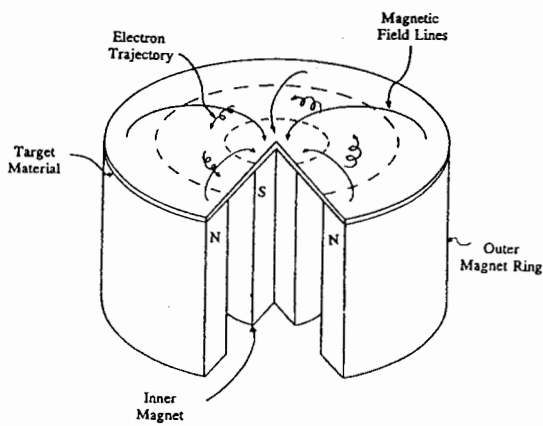
รูปที่ 2-5 ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm[10]

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะดาร์คสเปซจะหดสั้นลง บริเวณการผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์เกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน (รูปที่ 2-5 เส้นกราฟ A) ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊ส และสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าyield จากการสปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น (รูปที่ 2-5 เส้นกราฟ B) ผลรวมระหว่างyield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่ง ทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอร์นิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอร์ คือ บริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากรูปที่ 2-5 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแส 1.0 mA/cm² ด้วยอัตราเคลือบ 0.036 $\mu\text{m}/\text{min}$ ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง

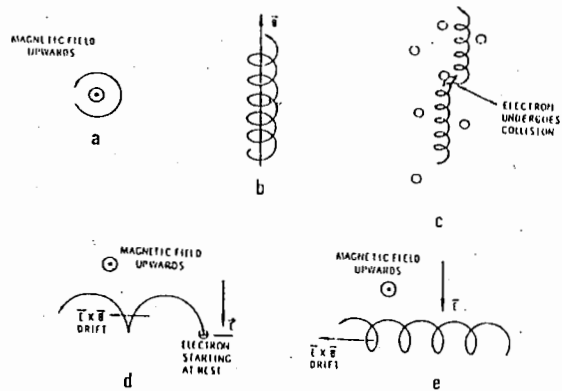
ระบบสปัตเตอร์ทั่วไปต่ออานดลงกราวด์รวมทั้งภาชนะสุญญากาศ คาโทดมีศักย์ไฟฟ้าลบ โดยแยกขั้วคาโทดและผิวของภาชนะสุญญากาศด้วยฉนวน เรียกว่า กราวด์ชิลด์ (ground shield) ดังใน รูปที่ 2-4 กราวด์ชิลด์จะมีลักษณะเป็นผนังโลหะหุ้มรอบๆ ขอบของคาโทด โดยจะต้องจัดระยะระหว่างคาโทดและกราวด์ชิลด์ให้สั้นกว่าระยะดาร์คสเปซ ดังนั้นแม้ว่าศักย์ไฟฟ้าของ กราวด์ชิลด์จะเท่ากับอานดการโกลด์ ดิสชาร์จและสปัตเตอร์จะไม่สามารถเกิดกับคาโทดในบริเวณที่มีกราวด์ชิลด์หุ้มอยู่ทำให้สามารถควบคุมบริเวณที่ต้องการสปัตเตอร์ได้

2. ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง[3][5][9][11] อัตราการเกิดสปีดเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างอีลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปีดเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มอีลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบดีซี สปีดเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย

ต่อมาได้มีการพัฒนาระบบใหม่ที่เรียกว่า ระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (รูปที่ 2-6) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปีดเตอริงสูงขึ้นด้วย



รูปที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก[12]



รูปที่ 2-7 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ[13]

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (รูปที่ 2-7(a)) ด้วยรัศมี

$$r = \frac{3.37 (W)^{1/2}}{B} \quad \text{..... (2-1)}$$

เมื่อ W คือพลังงานของอิเล็กตรอนในหน่วย eV

B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss หมุนด้วยความถี่ไซโคลตรอน $\nu = 2.8 \times 10^6$ Hz

ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่าเท่ากับ 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้มเท่ากับ 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ 2.8×10^6 Hz รูปที่ 2-7(b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็ก อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส รูปที่ 2-7(c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าเรียกว่า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (drift motion) มีค่าเท่ากับ

$$V_E = \frac{10^8 E}{B} \quad \text{..... (2-2)}$$

เมื่อ E คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/cm

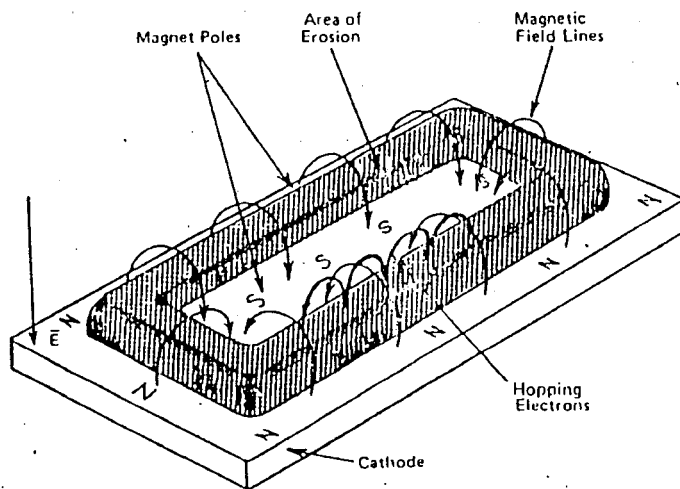
B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss

กรณีสนามไฟฟ้าบริเวณคาร์คสเปซมีค่าประมาณ 1,000 V/cm และสนามแม่เหล็ก 100 gauss จะให้ค่าความเร็วลอยเลื่อนเท่ากับ 10^7 m/s ซึ่งเป็นค่าที่ค่อนข้างสูงกรณีพลังงานเริ่มต้นของอิเล็กตรอนมีค่าน้อย เมื่อเทียบกับพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเป็นรูปไซคลอยด์ (cycloid) ดังรูปที่ 2-7(d) ถ้าอิเล็กตรอนมีพลังงานเริ่มต้นสูงกว่าพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนจะอยู่ในแนววงกลมซ้อนกันดังแสดงในรูปที่ 2-7(e) พฤติกรรมที่ปรากฏต่ออิเล็กตรอนนี้จะเด่นชัดมาก ถึงแม้จะใช้สนามแม่เหล็กมีค่าน้อยๆ ระหว่าง 50-500 gauss แต่จะมีผลในการเบี่ยงเบนแนวทางการเดินของไอออน (ซึ่งมีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก) อย่างไม่เด่นชัด

ระบบสปัตเตอร์ที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าจะเรียกว่า สนามตามยาว (longitudinal field) จะทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนัก แต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์สซาร์จเปลี่ยนแปลงไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวาง (transverse field) โดยกระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้ หลังจากไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมา อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกับรูปที่ 2-7(d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักอยู่ในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้คาโทดและเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนไปตามแนวผิวหน้าของคาโทด (รูปที่ 2-8) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่ม

ปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนตัวใดที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนทุติยภูมิมากขึ้นเป็นผลทำให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงมากและเกิดใกล้ผิวคาโทด ทำให้เกิดสเปซชาร์จ (space charge) จากไอออนบวกสูงที่ผิวคาโทด ซึ่งอาจสั้นกว่าระยะปลดการชนของระบบ ดีซี สปีดเตอริงที่ความดันใช้งานมาก แรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้ และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซใน ดีซี สปีดเตอริงขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ลดลง มีค่าประมาณ 300-800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนี ตรอนทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอน สปีดเตอริงทรงกระบอก (cylindrical magnetron sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบดีซี สปีดเตอริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า พลาแนร์แมกนีตรอน สปีดเตอริง (planar magnetron sputtering)

ในระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ไอออนและพลาสมาที่เกิดขึ้นมีความเข้มสูงมากบริเวณเป้าสารเคลือบทำให้อัตราการสปีดเตอริงมีค่าสูง ขณะที่ใช้ความดันต่ำและแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ แมกนีตรอนสปีดเตอริงทรงกระบอกทั่วไปมีอัตราการสปีดเตอริงสูงกว่า 1.0 $\mu\text{m}/\text{min}$ และมีอัตราเคลือบสูงกว่า 0.2 $\mu\text{m}/\text{min}$ ความหนาแน่นกระแสที่ผิวคาโทด ประมาณ 20.0 mA/cm^2 แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าประมาณ 300-800 V ที่ความดันประมาณ 5.3×10^{-5} mbar ซึ่งแสดงถึงการเพิ่มประสิทธิภาพการเคลือบสูงขึ้นกว่า 10 เท่าตัว นอกจากนี้ยังสามารถขยายใช้กับระบบสปีดเตอริงขนาดใหญ่ได้ง่าย ส่วนข้อเสียของระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง คือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าต่ำ จึงมีข้อจำกัดในการเคลือบวัสดุบางชนิดที่ต้องการแรงดันไฟฟ้าสูงเพื่อควบคุมคุณภาพฟิล์ม แต่มีข้อได้เปรียบที่สามารถคุมอิเล็กตรอนส่วนใหญ่ให้อยู่ภายในกรอบสนามแม่เหล็กจึงมีอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาและวิ่งเข้าสู่วัสดุรองรับปริมาณน้อยซึ่งช่วยลดปัญหาความร้อนบนวัสดุรองรับเนื่องจากการชนของอิเล็กตรอนลงได้มาก

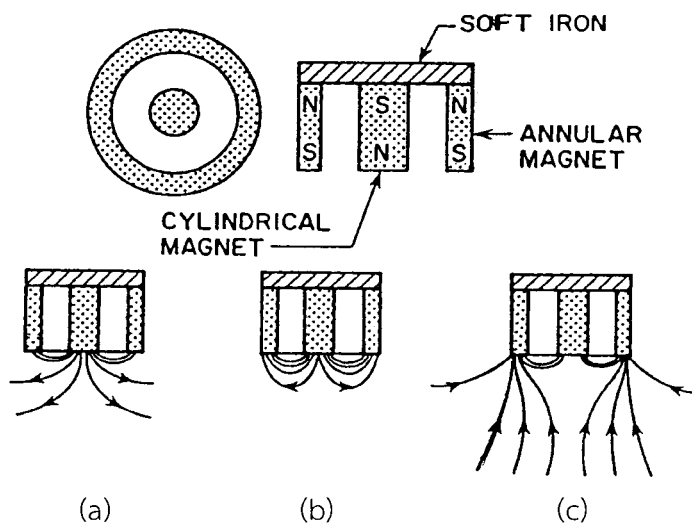


รูปที่ 2-8 สนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป้าสารเคลือบแบบพลาแนร์แมกนีตรอนสปีดเตอริง[14]

3. ระบบเคลือบแบบ อับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง[15-18] ในกระบวนการเคลือบฟิล์มนั้นพบว่าหากการระดมยิงไอออนระหว่างที่สารเคลือบมีการตกเคลือบและการก่อตัวเป็นฟิล์มนั้นจะเป็นการเปลี่ยนแปลงสมบัติของฟิล์มหลายอย่างเช่น พฤติกรรมการเกิดนิวเคลียส (nucleation behaviour) สัณฐานวิทยา (morphology) องค์ประกอบ (composition) ทิศทางการจัดเรียงตัวและสมบัติเชิงกล เป็นต้น เช่น ในกรณี แมกนีตรอน สปีดเตอริง ไอออนที่ใช้ในการระดมยิงวัสดุรองรับจะมาจากประจุไฟฟ้าที่อยู่รอบวัสดุรองรับ ซึ่งทำได้โดยการจ่ายศักย์ไฟฟ้าลบประมาณ -1 ถึง -500 V ให้กับวัสดุรองรับ ทั้งนี้ความหนาแน่นกระแสที่ฟิล์มหรือผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับ ระบบดีซี แมกนีตรอน ปกติจะมีค่าต่ำประมาณ 0.05-0.10 ไอออน/อะตอมสารเคลือบ แต่การใช้งานจริงต้องมีค่าสูงกว่านี้

สำหรับการเคลือบแข็ง (hard coating) ฟิล์มที่ต้องการนั้นจะต้องมีช่องว่าง (voids) ในเนื้อฟิล์มน้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (corrosion) และทนต่อการขัดสี (wear resistance) มากขึ้น การลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้ทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอสให้กับ วัสดุรองรับ แต่ก็ทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (defects) ภายใน เกรน (grain) ของฟิล์มมากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วยทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับลดลงปัญหานี้แก้ได้โดยเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออนที่ใช้ ซึ่งทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (unbalanced magnetron sputtering)

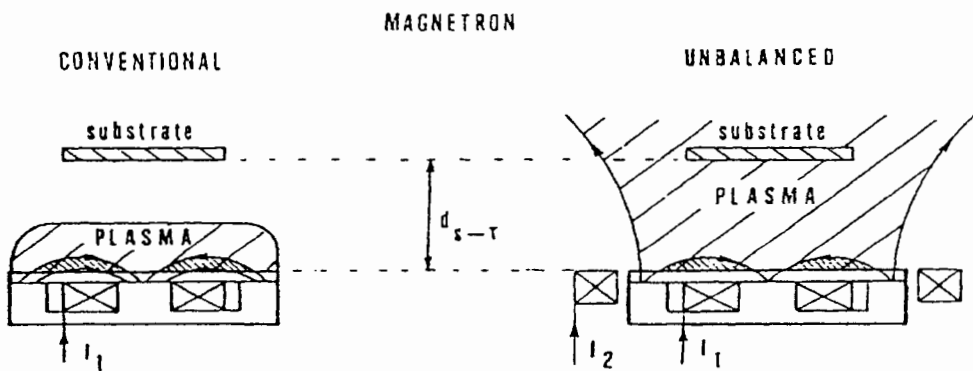
ระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่าการติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทด ของระบบสปีดเตอริงปกติ หากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากหรือน้อยกว่าอีกด้านหนึ่งแล้วสนามแม่เหล็กที่คาโทดมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับ (ฟิล์มบาง) นั้นมีปริมาณมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มบางที่เคลือบได้โดยตรง การจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (รูปที่ 2-9 (a)) หรือกลับกัน (รูปที่ 2-9 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (รูปที่ 2-9 (b))



รูปที่ 2-9 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง[19]

การจัดแม่เหล็กตามรูปที่ 2-9(a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วนไอออน/อะตอมสารเคลือบประมาณ 0.25:1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามรูปที่ 2-9(c) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าเพิ่มขึ้น ทำให้อัตราส่วนไอออน/อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้นคือประมาณ 2:1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบแอสต่ำ) ทั้งนี้จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ซึ่งใช้ระบบเคลือบแบบอานบาลานซ์ พลาสมาแมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบฟิล์มไททานเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับประมาณ 200.0 mm ใช้ความต่างศักย์ไบแอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าความหนาแน่นกระแสสูงถึง 6.0 mA/cm^2 ซึ่งมากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม

หากเปรียบเทียบระบบสปัตเตอริงทั้ง 3 ระบบ พบว่าในระบบสปัตเตอริงปกติที่ใช้อิเล็กตรอนที่ได้จากการไอออไนซ์จะวิ่งไปจับอาโนดโดยไม่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสปัตเตอริงเลย ดังนั้นเพื่อให้ระบบสปัตเตอริงมีประสิทธิภาพมากขึ้นจึงมีแนวคิดที่จะนำอิเล็กตรอนเหล่านี้เข้ามาช่วยในกระบวนการสปัตเตอริง โดยการใช้สนามแม่เหล็กช่วย จึงเกิดระบบแมกนีตรอน สปัตเตอริง ซึ่งใช้สนามแม่เหล็กช่วยทำให้เกิดอิเล็กตรอนบริเวณหน้าคาโทดเพิ่มขึ้น (เนื่องจากอิเล็กตรอนเหล่านี้มีส่วนช่วยทำให้กระบวนการสปัตเตอริงคงอยู่อย่างต่อเนื่อง) อำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งทำให้การไอออไนซ์แก๊สเฉื่อยสูงขึ้น นอกจากนี้สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบมีลักษณะเป็นการชนแบบซ้ำๆ ต่อเนื่องกันทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิปริมาณนี้มากขึ้น ซึ่งทำให้เกิดการสปัตเตอริงมากตามไปด้วย แต่ก็ยังมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงสามารถหลุดจากอำนาจของสนามแม่เหล็กนี้วิ่งเข้าหาขั้วอาโนดทันที สำหรับในระบบอานบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง นั้นอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดจากสนามแม่เหล็กนี้จะถูกยึดไว้ด้วยเส้นแรงแม่เหล็กส่วนเกินของระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นทางโค้งไปตามเส้นแรงแม่เหล็กเข้าชนกับอะตอมของแก๊สเฉื่อยและเกิดการไอออไนซ์เป็นพลาสมาบริเวณผิวหน้าวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่นกระแสที่วัสดุรองรับมีค่าสูงกว่าระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง มาก (ประมาณ $5.0\text{-}10.0 \text{ mA/cm}^2$ ปกติมีค่าน้อยกว่า 1.0 mA/cm^2)



รูปที่ 2-10 เปรียบเทียบลักษณะพลาสมาของระบบบาลานซ์ และ อานบาลานซ์แมกนีตรอน สปัตเตอริง[16]

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เป็นฟิล์มบางกลุ่ม ternary coating ที่เหมาะสมในการนำมาใช้แทนฟิล์มบางกลุ่ม binary nitride เช่น ฟิล์มบางไททาเนียมไนไตรด์ สำหรับการเคลือบเชิงบง tooling หรือ งานด้าน high speed machining โดยการผสมอะลูมิเนียมเข้าไประหว่างการเตรียมฟิล์มบาง ทำให้ได้ฟิล์มที่มีความแข็งสูง ทำงานได้ดีในช่วงความร้อนสูงตั้งแต่ 600 – 800 °C ด้านทานการเกิดออกซิเดชันและการกัดกร่อน มีสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำ อีกทั้งยังเพิ่มประสิทธิภาพในการตัดเจาะให้ดียิ่งขึ้นด้วย ทำให้นักวิจัยสนใจกระบวนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีต่างๆ เช่น การเคลือบด้วยวิธี CVD [20] วิธีคาโทดิก อาร์ค [21] และ วิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัดเตอร์ริง อย่างไรก็ตามการเตรียมฟิล์มที่กล่าวมานั้นมีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันไป แต่วิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัดเตอร์ริง นั้นมีข้อได้เปรียบเทียบอยู่หลายประการ เช่น ใช้อุณหภูมิในการเคลือบชิ้นงานต่ำ เป็นกระบวนการเคลือบที่ไม่ยุ่งยาก และสามารถนำไปประยุกต์ใช้กับการเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ได้ สำหรับการวิจัยและเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ มีข้อมูลโดยสรุปดังนี้

Liu และ คณะ (2004) ได้เคลือบฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียม ไนไตรด์บนซิลิกอนเวเฟอร์ระนาบ 100 ด้วย วิธี รีแอคทีฟ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัดเตอร์ริง โดยใช้กระแสของเป้าอะลูมิเนียม ค่าต่างๆ เพื่อศึกษา hardening mechanism ของฟิล์มบาง ในการเคลือบฟิล์มบางจะใช้เป้าไททาเนียมและเป้าอะลูมิเนียมจำนวน 3 และ 1 เป้า ตามลำดับ ให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับเท่ากับ -60 V ใช้เวลาในการเคลือบเท่ากับ 60 นาที โดยฟิล์มบางมีเคลือบได้มีความหนาอยู่ระหว่าง 700 – 800 nm พร้อมกับหมุนแท่นวางวัสดุรองรับด้วยความเร็ว 10 รอบต่อนาทีและกำหนดให้กระแสที่ให้กับเป้าไททาเนียมคงที่เท่ากับ 5 A ตลอดการเคลือบ จากนั้นนำฟิล์มบางที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุในฟิล์มด้วยเทคนิค XPS และวัดความแข็งด้วยเทคนิค nanoindentation จากการศึกษาพบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้เป็นฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียม ไนไตรด์ระนาบ (111) และมีสูตรโครงสร้างทางเคมีเป็น $Ti_{1-x}Al_xN$ ($0 \leq x \leq 4$) โดย x คือปริมาณธาตุอะลูมิเนียมที่ผสมอยู่ในฟิล์มบาง ซึ่งค่า x จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าอะลูมิเนียม และยังทำให้มุมเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครงสร้างผลึกที่วัดได้มีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน นอกจากนี้เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นทำให้เกรนมีขนาดเล็กลงแต่ฟิล์มบางมีความแข็งเพิ่มมากขึ้น [22]

Wuhrer และ Yeung (2004) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียม ไนไตรด์ ด้วยวิธี รีแอคทีฟ แมกนีตรอนโคสปัดเตอร์ริง เพื่อศึกษาผลของ discharge power ที่ให้กับเป้าอะลูมิเนียมต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกและสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้ กำหนดให้ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 65 mm ให้ความร้อนกับวัสดุรองรับเป็น 240 °C และศักย์ไบแอสเท่ากับ -100 V ทำการเคลือบฟิล์มด้วย discharge power ตั้งแต่ 1.5 – 6.0 W/cm² ฟิล์มบางที่ได้จะศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวโครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบของธาตุในฟิล์ม และ ความแข็งด้วยเทคนิค XRD, AFM, SEM และ nanoindentation ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างผลึกของไททาเนียม อะลูมิเนียม ไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ มีความหนาในช่วง 1.5 - 2.0 μm เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้า พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครงสร้างผลึกไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ 200 เลื่อนไปยังมุมที่มีค่ามากขึ้น ฟิล์มมีอัตราเคลือบ ความแข็งและความหนาแน่นมากขึ้น ในขณะที่ขนาดของเกรนและค่าความขรุขระจะมีค่าลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าองค์ประกอบของอะลูมิเนียมใน ฟิล์มสูงขึ้นแต่ องค์ประกอบของไททาเนียมลดลงเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้น[23]

Chu และ คณะ (2006) ศึกษาผลของศักย์ไบแอสต่อสมบัติเชิงกลและไตรโบโลยี (tribology) ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี รีแอกตีฟ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง บนแผ่นซิลิกอนเวเฟอร์และบนเหล็ก AISI M42 ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้เป้าไททาเนียมและเป้าอะลูมิเนียมอย่างละ 2 เป้า และให้ความร้อนวัสดุรองรับขณะเคลือบเท่ากับ 250°C พร้อมหมุนแท่นวางวัสดุรองรับด้วยความเร็ว 20 รอบต่อนาที ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 60 mm กำหนดให้กระแสเป้าไททาเนียมและเป้าอะลูมิเนียมคงที่เท่ากับ 6 และ 3 A ตามลำดับ และใช้เทคนิค XPS วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุที่อยู่ในฟิล์มบาง ใช้เทคนิค AFM, TEM และ nanoindentation ศึกษาลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความแข็งตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้เป็นฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) (200) และ (220) ตามลำดับ มีความหนาอยู่ในช่วง $0.75 - 1.06 \mu\text{m}$ ฟิล์มบางมีความหนาแน่นมากขึ้นและมีค่าความแข็งสูงขึ้นเมื่อศักย์ไบแอสมีค่าเพิ่มขึ้น ในขณะที่องค์ประกอบของธาตุอะลูมิเนียมรวมถึงค่าความขรุขระจะลดลงเมื่อเพิ่มศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับ [24]

Subramanian และ คณะ (2008) ได้ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบน mild steel ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอน โครสปัตเตอริง โดยเงื่อนไขการเคลือบ คือ ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุเท่ากับ 60 mm กำลังไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 250 W อัตราไหลของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนเป็น 1:1 และระหว่างการเคลือบให้ความร้อนกับวัสดุรองรับเท่ากับ 400°C จากนั้นนำฟิล์มที่เคลือบได้มาอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 800°C ตามลำดับ สุดท้ายวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ในส่วนของฟิล์มบางที่ไม่ได้ทำการอบอ่อนจะทำการศึกษาภาคตัดขวางด้วยเทคนิค SEM และศึกษาลักษณะพื้นผิวรวมทั้งค่าความขรุขระด้วยเทคนิค AFM จากการศึกษาพบว่าฟิล์มบางที่อบอ่อนด้วยอุณหภูมิต่างๆ มีโครงสร้างผลึกของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) (200) และ (220) ตามลำดับ ตรงกับมาตรฐาน JCPDS No: 37-1140 เมื่ออุณหภูมิการอบอ่อนเพิ่มเป็น 800°C มุมเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครงสร้างผลึกไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (200) เลื่อนไปยังมุมที่มีค่ามากขึ้น สำหรับภาคตัดขวางของฟิล์มที่ได้จากเทคนิค SEM มีโครงสร้างเป็นลักษณะ columnar ส่วนผลการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่า ฟิล์มบางมีลักษณะเป็น columnar โดยมีช่องว่างระหว่างเกรนและมีขนาดเกรนอยู่ระหว่าง 200 – 250 nm ค่าความขรุขระเฉลี่ยเท่ากับ 8.6 nm [25]

Chen และ คณะ (2009) ได้เคลือบฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียม ไนไตรด์ บนแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธี รีแอกตีฟ แมกนีตรอน โครสปัตเตอริง ที่อัตราไหลแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนต่างๆ ตั้งแต่ 10% ถึง 100% ก่อนการเคลือบให้ความร้อนกับวัสดุรองรับเท่ากับ 200°C แล้วเคลือบฟิล์มบางโดยหมุนแท่นวางวัสดุรองรับด้วยความเร็ว 20 รอบต่อนาทีขณะเคลือบ กำหนดให้กำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าไททาเนียมและอะลูมิเนียมคงที่เท่ากับ 220 W ตลอดการเคลือบ สำหรับเป้าไททาเนียมจะทำการเคลือบด้วยเทคนิคดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง ส่วนเป้าอะลูมิเนียมจะทำการเคลือบด้วยเทคนิค อาร์ เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง นำฟิล์มที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ศึกษาลักษณะพื้นผิวและค่าความหยาบผิวของฟิล์มด้วยเทคนิค AFM ผลการศึกษาพบว่าที่อัตราไหลของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนต่ำจะพบเฉพาะไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ 111 เท่านั้น ในขณะที่อัตราไหลของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100 % พบว่ามีทั้งโครงสร้างผลึกอะลูมิเนียมระนาบ 101 และ โครงสร้างผลึกของไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ อีกทั้งยังมีโครงสร้างผลึกของไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ 220 ปรากฏขึ้นด้วย สำหรับลักษณะพื้นผิวของฟิล์มจะมีความหนาแน่นมากขึ้น และค่าความหยาบผิวลดลงจาก 4.0 nm เป็น 1.9 nm เมื่ออัตราไหลแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น [26]

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ วัสดุและอุปกรณ์ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วน คือ (1) ส่วนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไนไตรด์อะลูมิเนียมไนไตรด์ และ (2) ส่วนการหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไนไตรด์อะลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไนไตรด์อะลูมิเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ ระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง ของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (รูปที่ 3-1)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (target) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว มี 2 ชนิด คือ

- ไททาเนียม ความบริสุทธิ์ 99.97 %
- อะลูมิเนียม ความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระดาษแผ่นเรียบ สำหรับทดสอบการเคลือบ
- แผ่นซิลิกอน สำหรับใช้หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอน เป็นแก๊สสปีดเตอริง (Sputtered Gas)
- แก๊สไนโตรเจน เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

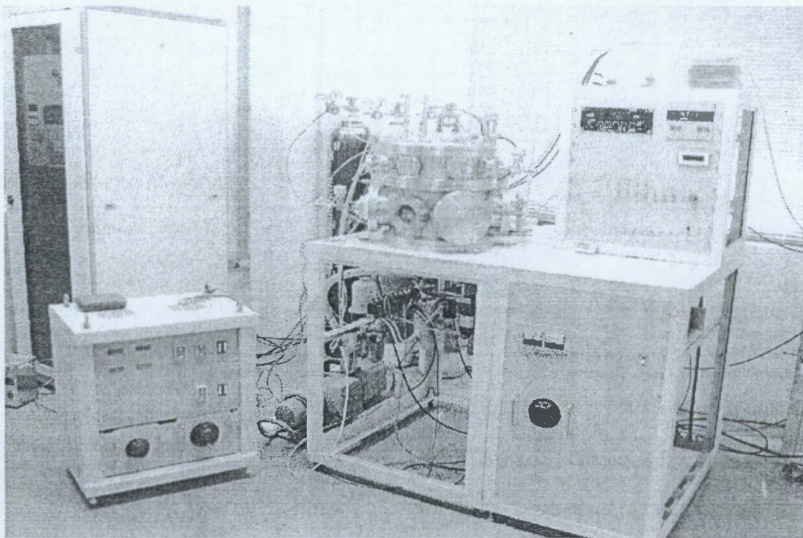
2. ส่วนการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer (XRD) สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์ม งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation) (รูปที่ 3-2)

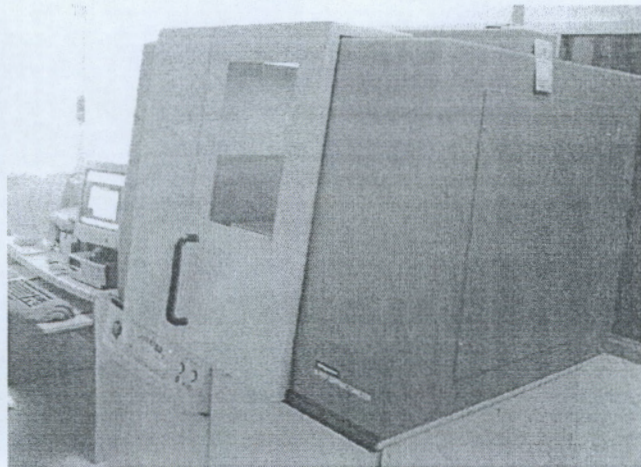
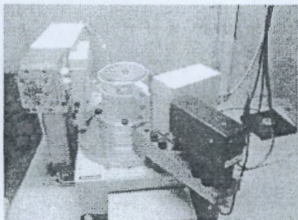
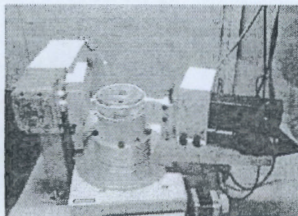
2.2 Atomic Force Microscope (AFM) สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) (รูปที่ 3-3)

2.3 Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) สำหรับศึกษาภาคตัดขวาง และลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม ใช้ เครื่อง FE-SEM ของ Hitachi รุ่น S-4700 (รูปที่ 3-4)

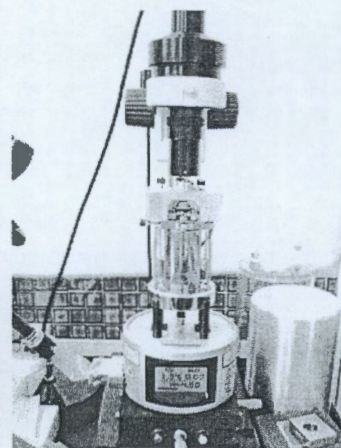
2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบเคมีของธาตุในเนื้อฟิล์มใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO 1450VP (รูปที่ 3-5)



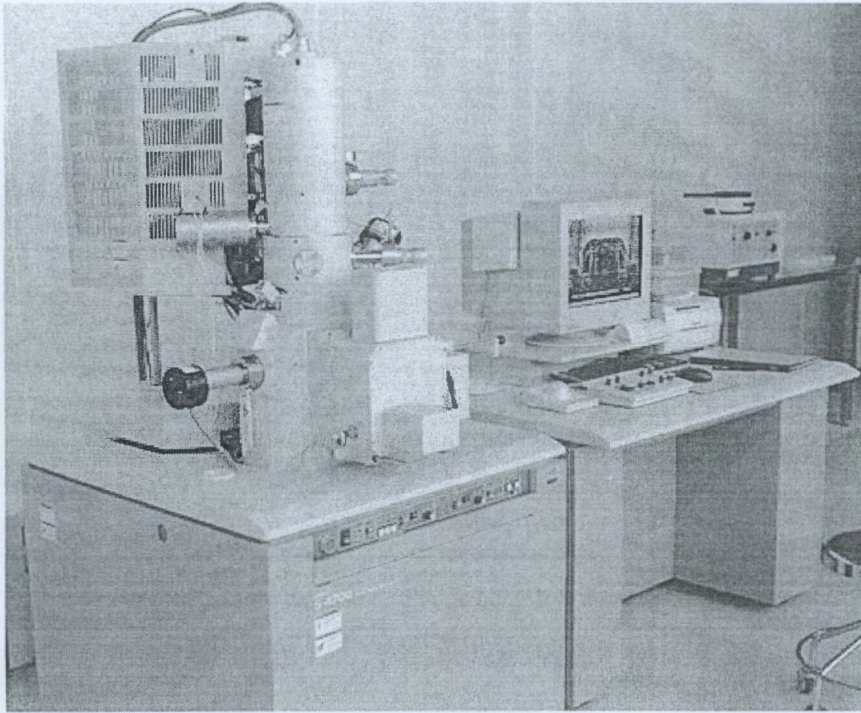
รูปที่ 3-1 เครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงที่ใช้เคลือบในงานวิจัย



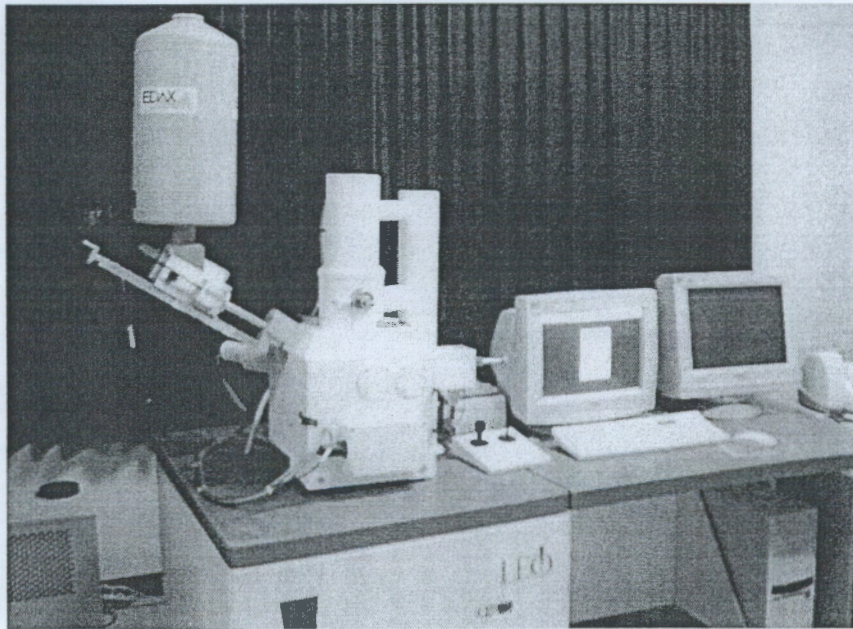
รูปที่ 3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer.



รูปที่ 3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope



รูปที่ 3-4 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE- SEM)

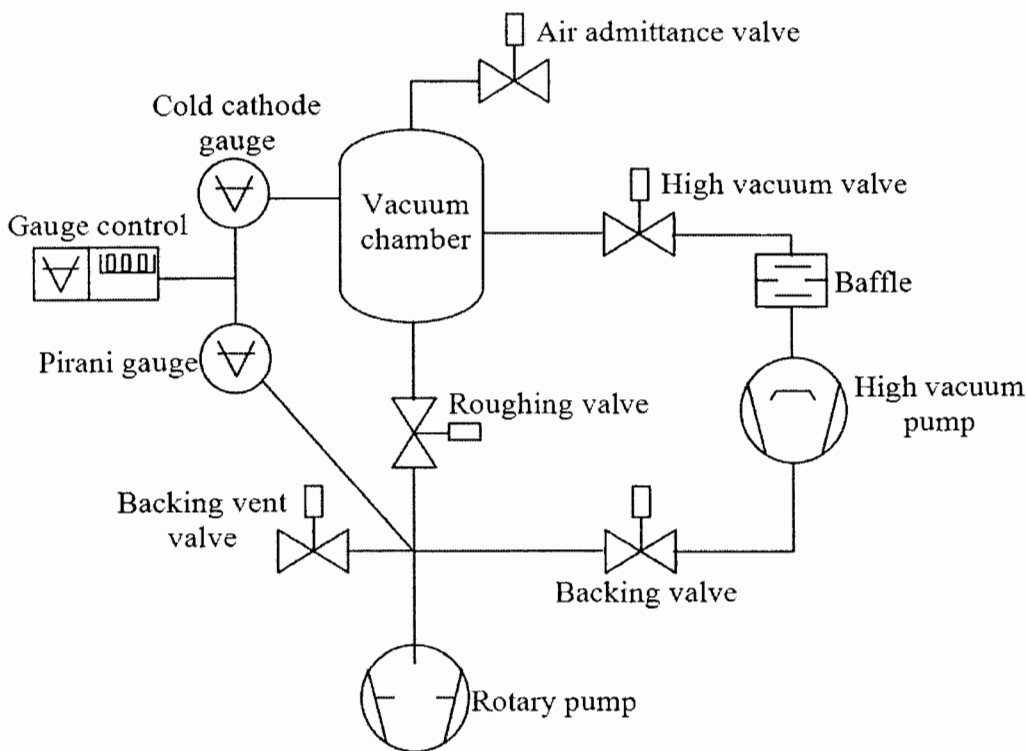


รูปที่ 3-5 เครื่อง Scanning Electron Microscopy : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy

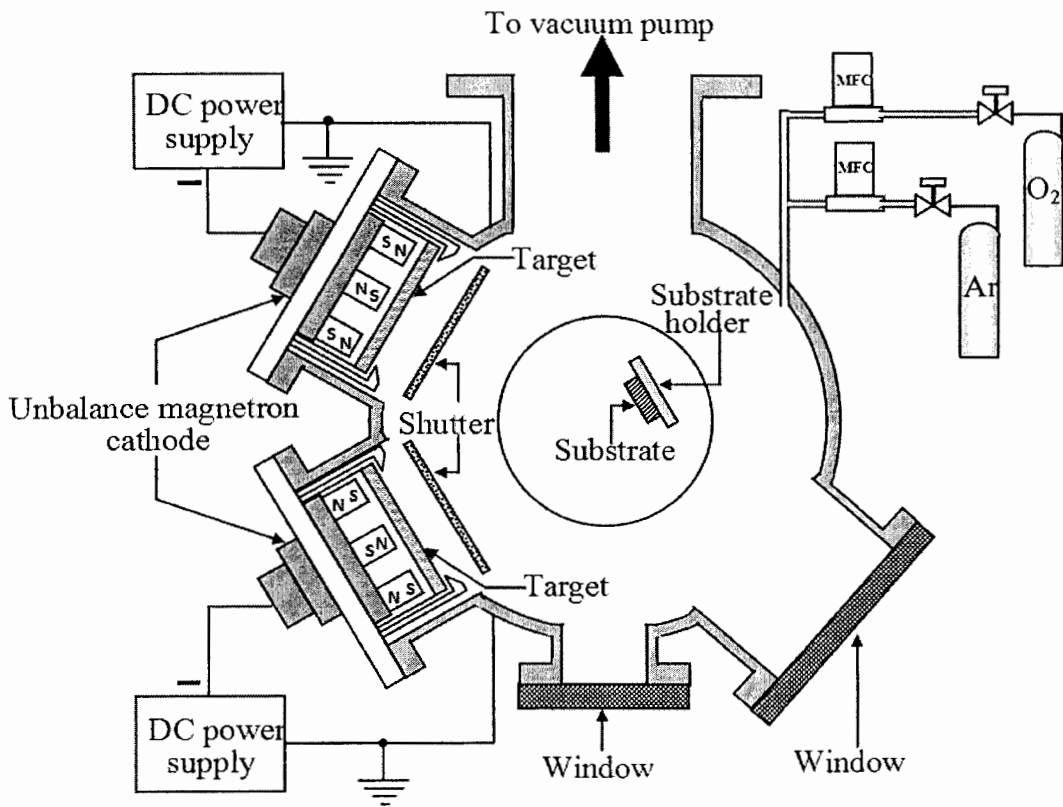
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกทีฟ ดีซี สปีดเตอริง แบบร่วม

การเตรียมฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิครีแอกทีฟ สปีดเตอริงแบบร่วม (reactive co-sputtering) ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมที่เกิดขึ้นในสุญญากาศ สำหรับลักษณะและรายละเอียดของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัยซึ่งเป็นเครื่องเคลือบที่พัฒนาขึ้นโดยคณะนักวิจัยซึ่งแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (vacuum part system) และส่วนของระบบการเคลือบ (coating part system) มีรายละเอียดดังนี้

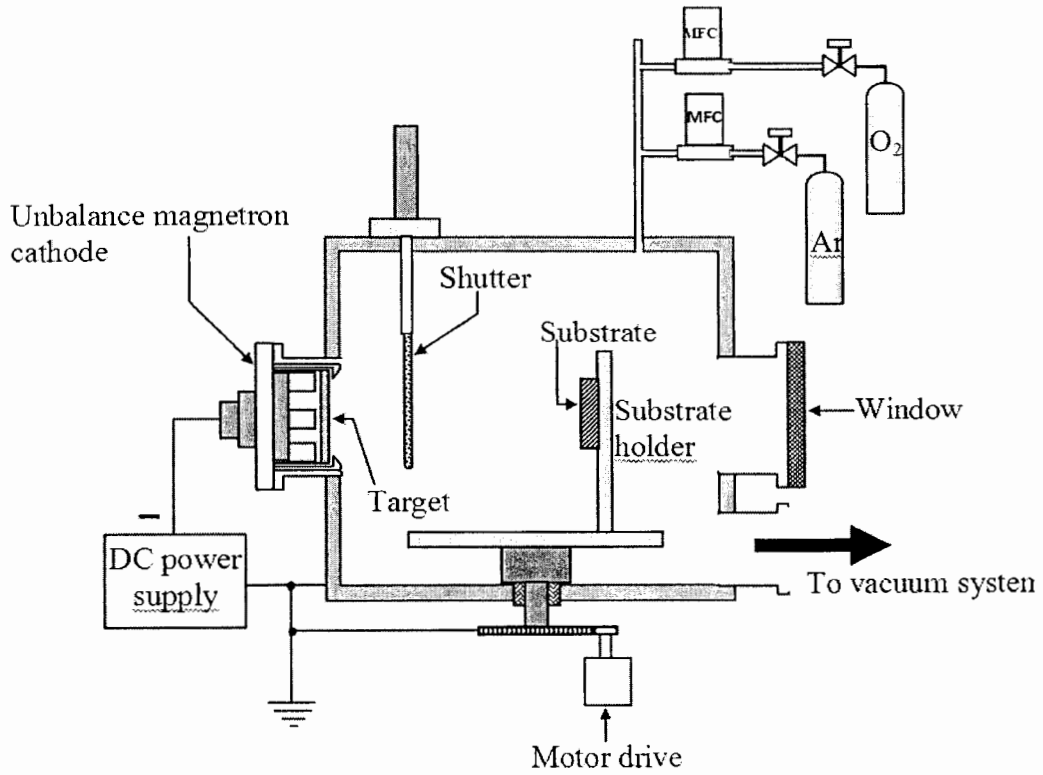
1. ส่วนของระบบสุญญากาศ (vacuum part system) ประกอบด้วยห้องเคลือบมีลักษณะเป็นทรงกระบอกทำจาก สเตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm สำหรับระบบเครื่องสูบล้างของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพโรแบบระบายความร้อนด้วยน้ำ และมีเครื่องสูบล้างโรตารีเป็นเครื่องสูบล้าง ในส่วนของการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050 ลักษณะโดยภาพรวมของเครื่องเคลือบดังแสดงในรูปที่ 3-1 โดยรูปที่ 3-6 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ ส่วนรูปที่ 3-7 และรูปที่ 3-8 เป็นไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการ จากการทดสอบเบื้องต้นด้านสุญญากาศพบว่าระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบสามารถลดความดันในภาชนะสุญญากาศได้ต่ำสุด 8×10^{-6} mbar 45 นาที ซึ่งเพียงพอต่อการทำงาน



รูปที่ 3-6 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการ

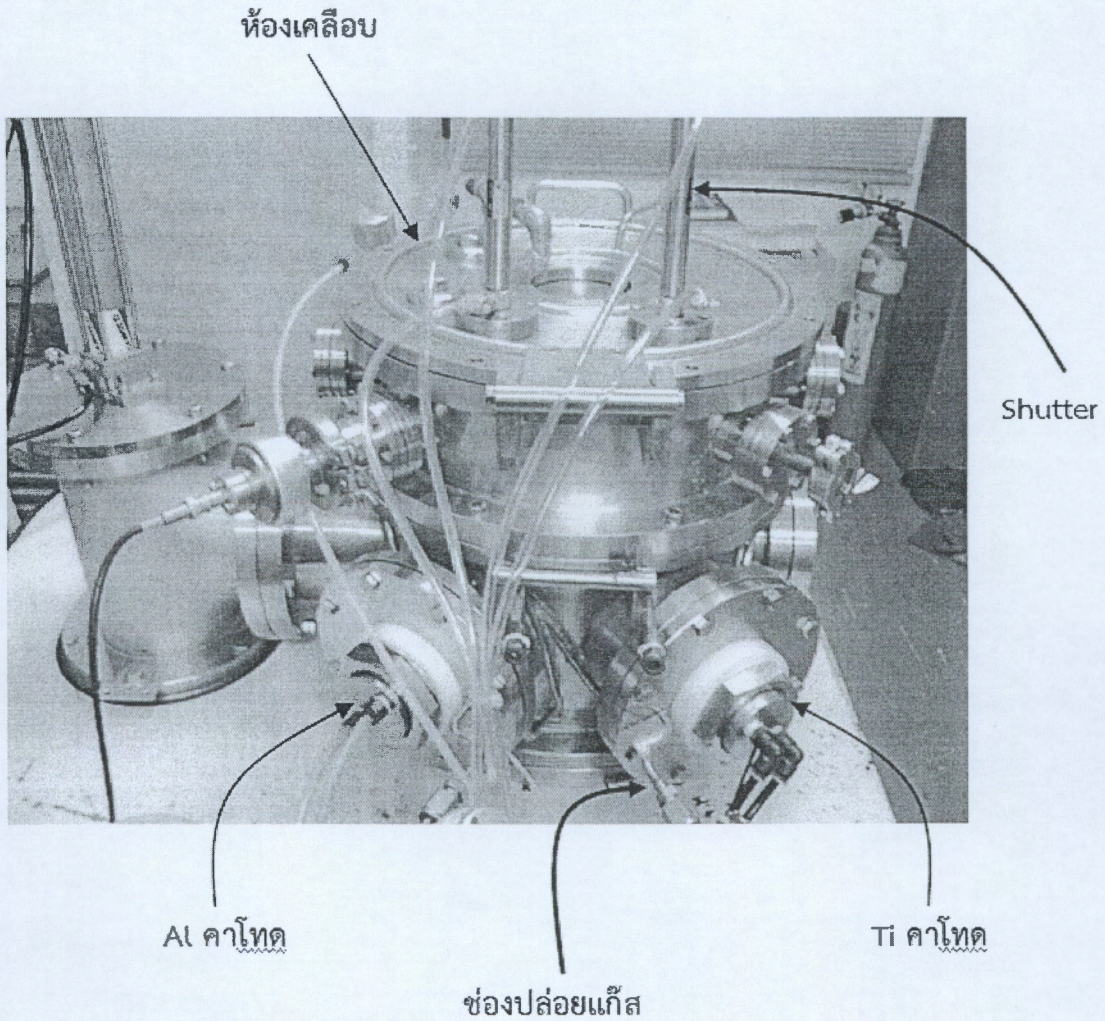


รูปที่ 3-7 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการเมื่อมองจากด้านบน (top view)

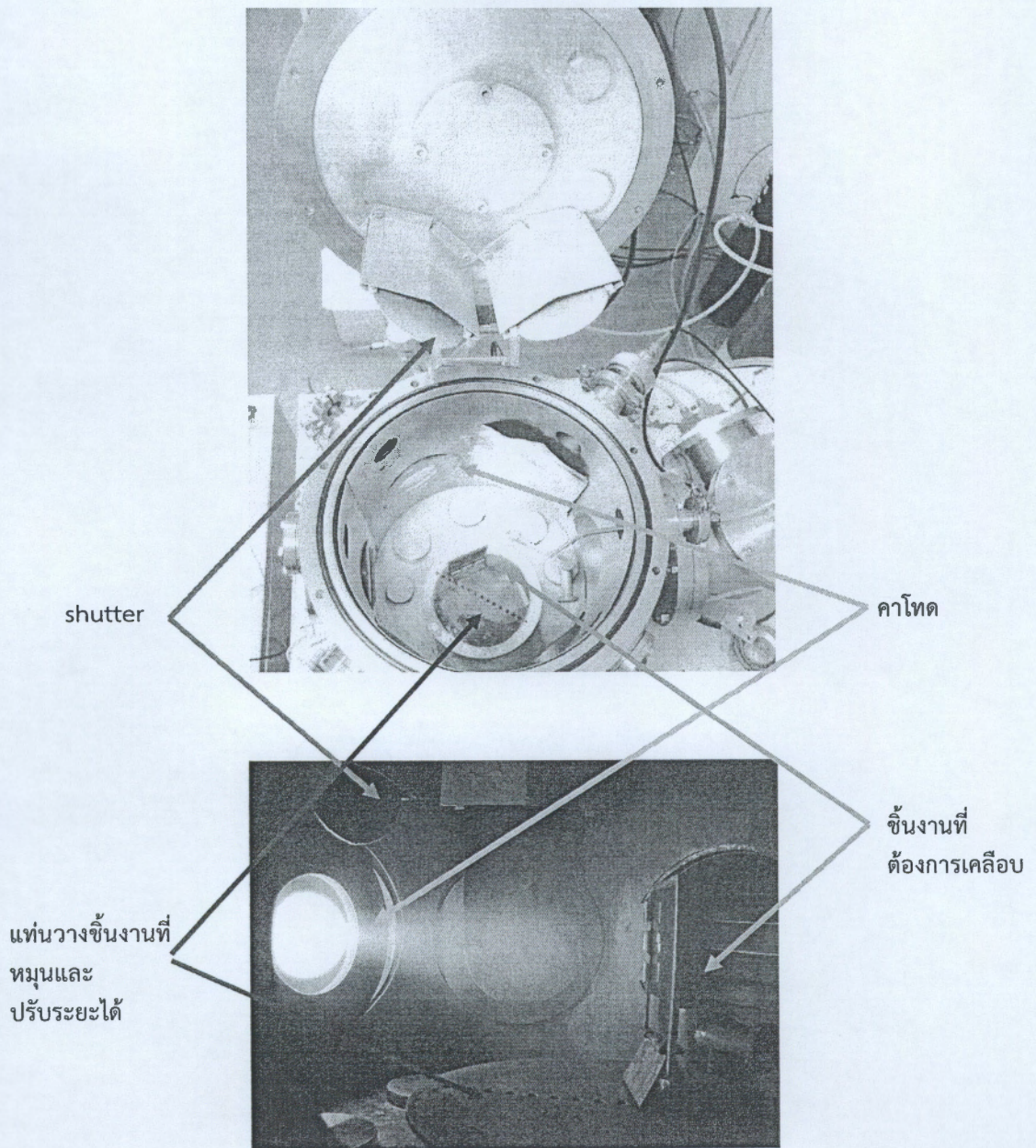


รูปที่ 3-8 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในโครงการเมื่อมองจากด้านข้าง (side view)

2. ส่วนของระบบการเคลือบ (coating part system) เป็นส่วนสำหรับเตรียมฟิล์มบางโดยการเคลือบบนวัสดุรองรับชนิดต่างๆ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 75.0 mm จำนวน 2 ชุด ที่ติดตั้งด้านข้างของห้องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 1000 V 3 A สำหรับการจ่ายแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน) ควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลของแก๊ส (mass flow controller) (รูปที่ 3-9) สำหรับรูปที่ 3-10 แสดงลักษณะภายในห้องเคลือบมีแท่นวางชิ้นงานที่กลางห้องเคลือบซึ่งสามารถหมุนและปรับระยะห่างจากหน้าปัดสารเคลือบได้ และ ลักษณะของพลาสมาขณะทำการเคลือบ



รูปที่ 3-9 ลักษณะ/ตำแหน่งของคาโทดทั้งสองชุดที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ



รูปที่ 3-10 ลักษณะภายในของห้องเคลือบและลักษณะพลาสมาขณะเคลือบ

369321

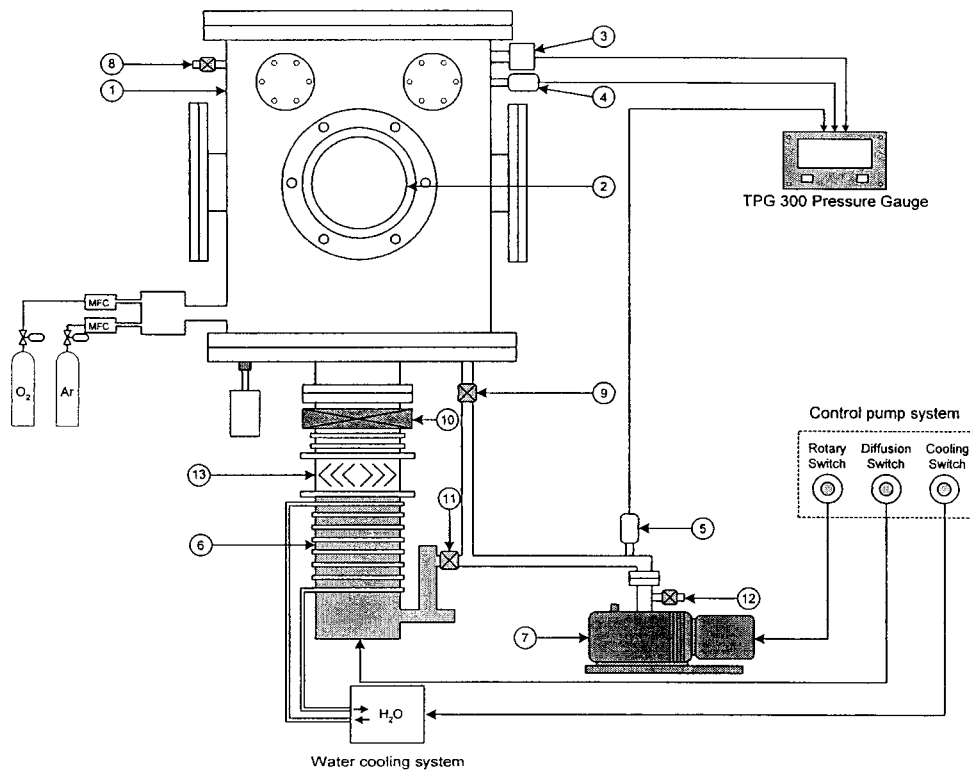
530.4275
8855ก
9.4

3.3 การสร้างสภาวะสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง จำเป็นต้องลดความดันในห้องเคลือบให้อยู่ในสภาวะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ $10^{-3} - 10^{-5}$ mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) โดยการสร้างสภาวะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิดดังแสดงในรูปที่ 3-11 โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบลโรตารีเพื่อลด ความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar จากนั้นจึงใช้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอลดความดันต่อจาก 10^{-2} mbar ให้อยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างสภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบเช็ควาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. สูบลอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท
5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)
6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศ ด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar
7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 3×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_0) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางต่อไป



รูปที่ 3-11 ไดอะแกรมระบบเครื่องสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง

1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber)
2. หน้าต่าง (Window)
3. มาตรวัดความดันแบบเพนนิ่ง (Penning Gauge)
4. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge)
5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge)
6. เครื่องสูบบางแพร่ไอ (Diffusion Pump)
7. เครื่องสูบบางกลโรตารี (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)

3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางในภาวะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอกตีฟ ดีซี สปีดเตอร์ริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาวะสุญญากาศ เป้าโททานิยมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปีดเตอร์ริง ไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับ การทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาวะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

สำหรับขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางแบ่งเป็น 4 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การสร้างสภาวะสุญญากาศ : เริ่มจากนำวัสดุรองรับ (substrate) หรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ เข้าห้องเคลือบ โดยวางบนแท่นวางชิ้นงานซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบ (d_{s-p}) ได้ตามต้องการ เลื่อนชัตเตอร์มาปิดระหว่างวัสดุรองรับและเป้าสารเคลือบ จากนั้นเป็นการสร้างสภาวะสุญญากาศโดย ลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้น (P_0) เท่ากับ 5×10^{-5} mbar
2. การทำความสะอาดหน้าเป้า : ขั้นนี้จะเป็นการทำ pre-sputtering หน้าเป้าสารเคลือบในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน เพื่อทำความสะอาดหน้าเป้าก่อนการเคลือบจริง โดยในขั้นนี้จะปิดชัตเตอร์ไว้ เพื่อให้สารเคลือบที่หลุดออกจากหน้าเป้าขณะทำ pre-sputtering ใช้เวลาประมาณ 5 นาที
3. การเคลือบฟิล์มบาง : ขั้นนี้เป็นการเคลือบชิ้นงานตามที่ต้องการภายหลังการทำความสะอาดหน้าเป้าโดยการ pre-sputtering แล้ว โดยเริ่มจากการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบเพื่อทำการเคลือบ ในขั้นนี้หากต้องการควบคุมความดันรวมขณะเคลือบ (P_t) สามารถทำได้โดยการปรับวาล์วสุญญากาศสูงของเครื่องเคลือบเพื่อเพิ่มหรือลดอัตราการสูบของเครื่องสูบ เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ (ปกติกำหนดให้เท่ากับ 5×10^{-3} mbar) จากนั้นจึงจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงให้แก่คาโทด เพื่อสร้างสารเคลือบจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังปิดอยู่ ขั้นนี้สามารถกำหนดกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบโดยการแปรค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่คาโทด ซึ่งสามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าให้คงที่ หรือศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ได้ขึ้นกับเงื่อนไขในการทดลอง) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จึงเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมบันทึกค่ากระแสไฟฟ้า (I) ค่าศักย์ไฟฟ้า (V) และค่าความดันรวม (P_t) ขณะเคลือบ หลังเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์มตามระยะเวลาที่กำหนด (t) ปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ปิดการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบแล้วปล่อยอากาศเข้าภาวะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก
4. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบ แล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อหาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

3.5 แนวทางการทดลอง

การเคลือบฟิล์มบางฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งเป็นฟิล์มบางกลุ่มไนไตรด์ชนิด ternary nitride กล่าวคือเป็นฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิด (ไททาเนียม-อะลูมิเนียม-ไนไตรด์) ทั้งนี้เป็นที่ทราบดีว่าสมบัติหรือโครงสร้างของ ฟิล์มบางนอกจากจะขึ้นกับเทคนิคการเคลือบแล้ว เงื่อนไข/ตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในกระบวนการเคลือบก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญ สำหรับการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในโครงการนี้ ใช้เทคนิคการเคลือบแบบรีแอคทีฟด้วยเป้าสารเคลือบ 2 เป้า ได้แก่เป้าไททาเนียม และ เป้าอะลูมิเนียม ที่เรียกว่าการเคลือบแบบสปัตเตอร์ร่วม (Co-sputtering) กรณีนี้จะมีความยุ่งยากในการควบคุมองค์ประกอบของธาตุในฟิล์มบางที่เคลือบได้ เนื่องจากค่าสปัตเตอร์ยิลด์ของไททาเนียมและอะลูมิเนียมมีค่าไม่เท่ากัน ทำให้ในการเตรียมฟิล์มให้มีองค์ประกอบของธาตุตามต้องการเป็นไปได้ค่อนข้างยาก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะเน้นการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบและเวลาที่ใช้เคลือบ สำหรับกรณีนี้แปรค่ากระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าไททาเนียมเนื่องจากสปัตเตอร์ยิลด์ของไททาเนียม (ประมาณ 0.5) มีค่าต่ำกว่าของอะลูมิเนียม (ประมาณ 1.0) ค่อนข้างมาก (แสดงว่าสปัตเตอร์ไททาเนียมได้ยากกว่าอะลูมิเนียม)

สำหรับแนวทางการทดลองของงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของอะลูมิเนียมคาโทด และ เวลาการเคลือบ ชั้นนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าอะลูมิเนียมและเวลาการเคลือบว่ามีผลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยศึกษาลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์ ส่วนโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มศึกษาจากฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน

2. การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ชั้นนี้เป็นการนำ ฟิล์มที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม โดยมีรายละเอียดดังนี้

- 2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก โดยนำแผ่นซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับซึ่งเคลือบแล้ว มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 70^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

- 2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิว ภาควัดขวางและความหนาของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ด้วยเทคนิค SEM จากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) โดยพิจารณา ร่วมกับเทคนิค AFM (Atomic Force Microscope) ใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

- 2.3 การหาองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ด้วยเทคนิค EDX เพื่อตรวจเช็คค่าฟิล์มที่ได้มีองค์ประกอบธาตุถูกต้องตามที่ต้องการหรือไม่

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผล

4.1 ผลของกระแสอะลูมิเนียมคาโทด

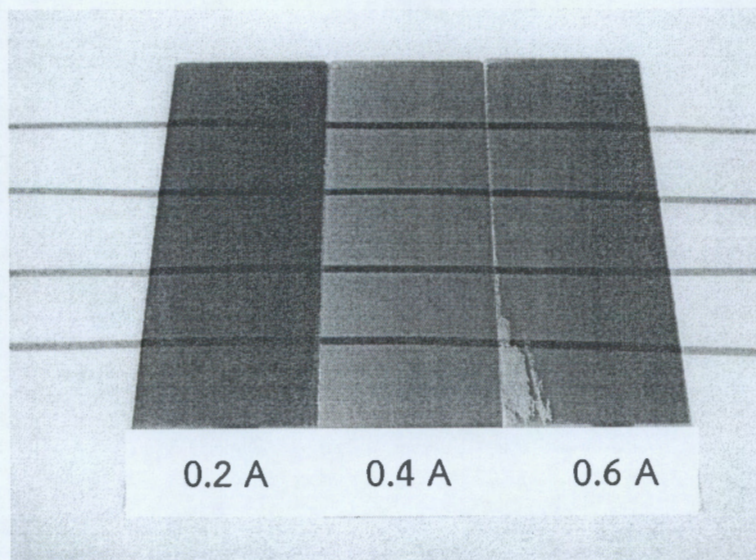
ส่วนนี้จะเป็นการเสนอผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยกำหนดให้ค่ากระแสไททาเนียมคาโทดคงที่ 0.6 A และแปรค่ากระแสอะลูมิเนียมคาโทดเท่ากับ 0.2, 0.4 และ 0.6 A ตามลำดับ มีผลดังนี้

1. ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ทุกเงื่อนไข เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ส่งผ่านแสงได้บางส่วน นอกจากนี้ยังพบว่าสีของฟิล์มแปรไปตามค่ากระแสอะลูมิเนียมคาโทด (I_{Al}) ดังรูปที่ 4-1 เมื่อใช้กระแสของอะลูมิเนียมคาโทดเท่ากับ 0.2 A ฟิล์มส่งผ่านแสงได้บางส่วน สีของฟิล์มมีลักษณะผสมของน้ำตาลอ่อนและน้ำตาลเข้ม โดยสีของฟิล์มจะเข้มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าที่ใช้เพิ่มขึ้นจนสุดท้ายมีสีน้ำตาลเข้มผสมดำ ($I_{Al} = 0.6$ A) (ตารางที่ 4-1)

ตารางที่ 4-1 ลักษณะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่กระแสอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ

I_{Al} (A)	ลักษณะทางกายภาพ
0.2	ฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ส่งผ่านแสงได้บางส่วน มีสีน้ำตาลเข้ม
0.4	ฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ส่งผ่านแสงได้บางส่วน มีสีน้ำตาลอ่อน
0.6	ฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ส่งผ่านแสงได้บางส่วน มีสีน้ำตาล

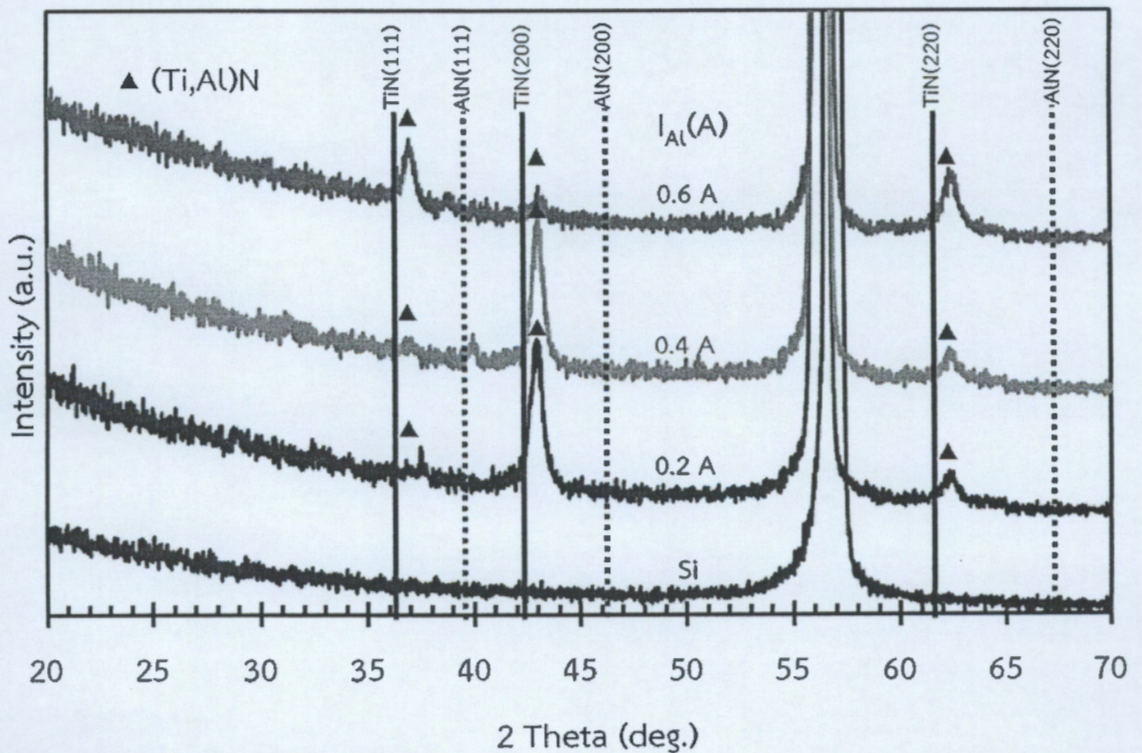


รูปที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์เคลือบที่กระแสอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ

2. โครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

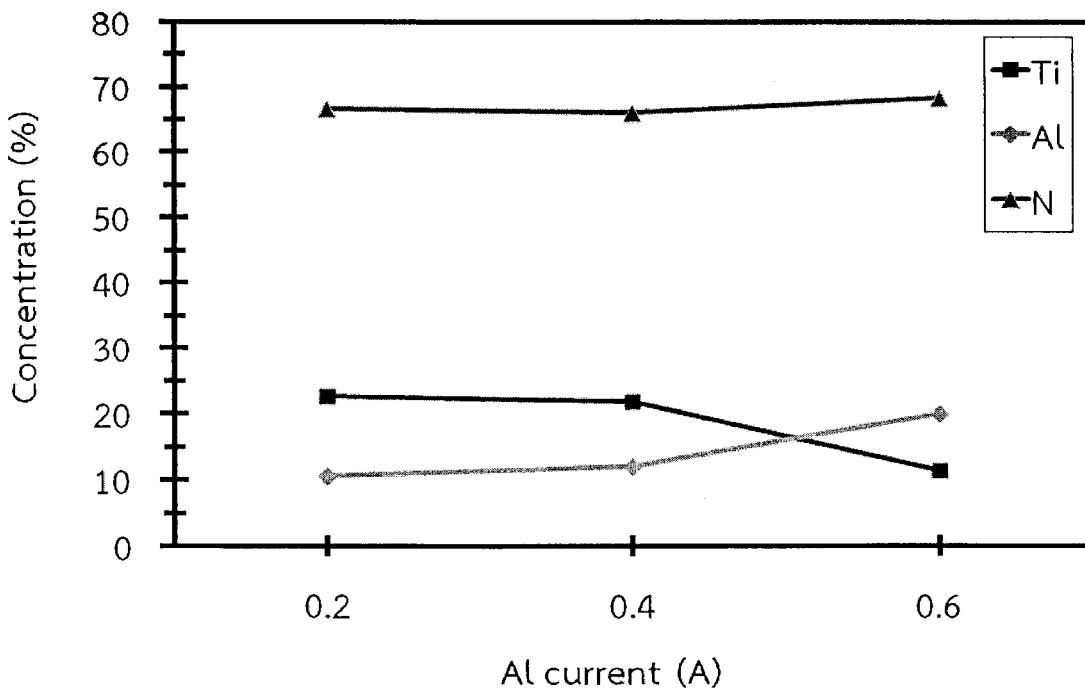
ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังรูปที่ 4-2 ซึ่งมีลักษณะเหมือนกันทุกเงื่อนไขการเคลือบต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่านั้น โดยพบรูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.05° , 43.50° และ 62.65° ซึ่งสอดคล้องกับฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ จากผลการทดลองพบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีการโตหรือพัฒนาการในระหว่างการฟอร์มตัวของฟิล์ม ซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่ตกเคลือบลงบนผิววัสดุรองรับที่เพิ่มขึ้นตามกระแสอะลูมิเนียมคาโทดที่เพิ่มขึ้นทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานมากพอในการฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไททาเนียมไนไตรด์ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิงจากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 ซึ่งมีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ 4.24 \AA (รูปที่ 4-2) เพื่อเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัย พบว่าฟิล์มที่ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้เลื่อนไปทางขวา เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐานของไททาเนียมไนไตรด์ สอดคล้องกับงานวิจัยของ G.T. Liu, J.G. Duha, K.H. Chung, J.H. Wang (2005) ซึ่งพบว่ามาจากค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไททาเนียมไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีขนาดเล็กกว่าของฟิล์มไททาเนียมไนไตรด์เนื่องจากเกิดการแทนที่ของอะตอมอะลูมิเนียมในโครงสร้างผลึกของไททาเนียมไนไตรด์ทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าน้อยกว่าของไททาเนียมไนไตรด์ (4.24 \AA) ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้เลื่อนไปทางขวาเนื่องจากค่าคงที่แลตทิซมีขนาดเล็กน้อย [27]



รูปที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่กระแสอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ

เมื่อนำฟิล์มที่เคลือบได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไททาเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงตามค่ากระแสอะลูมิเนียมที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ ดังแสดงในรูปที่ 4-3 โดยพบว่าเมื่อกระแสอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.2 A เป็น 0.6 A องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ อะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นจาก 10.42% เป็น 20.45% ขณะที่ไททาเนียมลดลงจาก 23.23% เป็น 12.18% ส่วนไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงโดยมีค่าอยู่ในช่วง 66.35% ถึง 66.99% แสดงว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ต้องเพิ่มเงื่อนไขหรือตัวแปรอื่นๆ ได้สำเร็จ



รูปที่ 4-3 องค์ประกอบธาตุจากเทคนิค EDX ของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่กระแสอะลูมิเนียมค่าใดต่างๆ

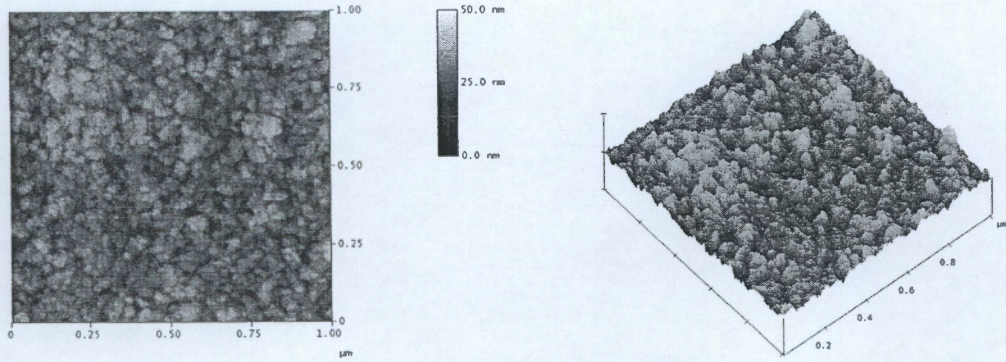
3. ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

รูปที่ 4-4 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ในแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ พบว่าฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกระแสอะลูมิเนียมคาโทดเท่ากับ 0.2 A เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นรูปทรงสามเหลี่ยม กระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และเริ่มเกาะกลุ่มกันบางบริเวณของผิวหน้าฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสอะลูมิเนียมคาโทดเท่ากับ 0.4 A เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น และเริ่มเกาะกลุ่มกันบางบริเวณของผิวหน้าฟิล์ม และฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสอะลูมิเนียมคาโทดเท่ากับ 0.6 A เกรนมีขนาดใหญ่ที่สุดมีลักษณะเป็นรูปทรงสามเหลี่ยม และเริ่มเกาะกลุ่มเกือบทั่วบริเวณผิวหน้าฟิล์ม ทั้งนี้ฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีค่าความหยาบผิว (R_{rms}) ในช่วง 3.862 nm ถึง 5.855 nm เมื่อกระแสอะลูมิเนียมคาโทดเพิ่มขึ้นความหนาเฉลี่ยของฟิล์มเพิ่มจาก 265.6 nm เป็น 284.6 nm สำหรับขนาดของเกรน (grain size) มีค่าอยู่ในช่วง 9.2 - 15.4 nm ดังสรุปในตารางที่ 4-2

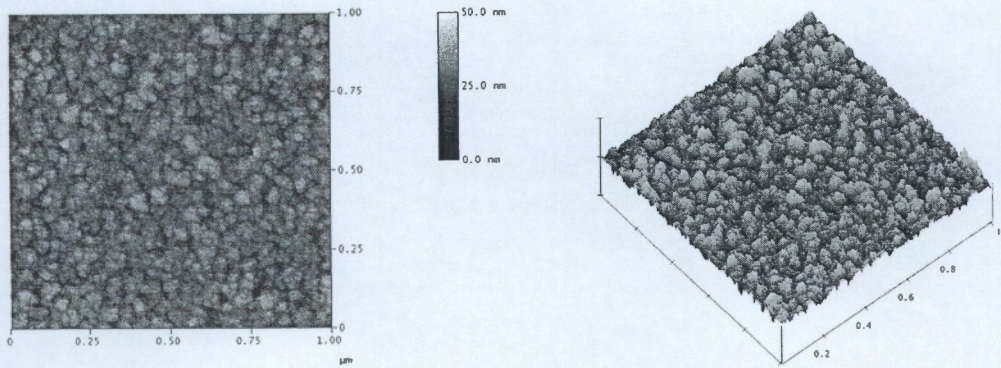
จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว ความหนา ตลอดจนขนาดของเกรนมีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มกระแสอะลูมิเนียมคาโทดซึ่งส่งผลให้เป็นการเพิ่มพลังงานของสารเคลือบจนทำให้เกรนบนผิวหน้าฟิล์มเกาะกลุ่มจนมีขนาดใหญ่ขึ้นและทำให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของเกรนจนมีขนาดและความหยาบเพิ่มขึ้นตามไปด้วย อีกทั้งเมื่อเพิ่มกระแสอะลูมิเนียมคาโทดทำให้มีอะตอมสารเคลือบหลุดออกมาจากเป่าสารเคลือบมากขึ้น มีการรวมตัวของอะตอมสารเคลือบบนวัสดุรองรับมากขึ้นจนฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นตามลำดับ

ตารางที่ 4-2 ความหนา ความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ของฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป่าไททาเนียมต่างๆ

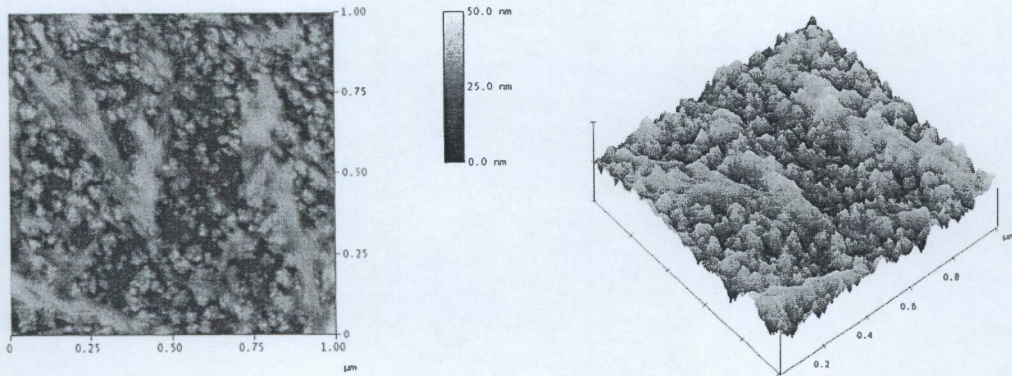
I_{Al} (A)	Film thickness (nm)	RMS roughness (nm)	Grain size (nm)
0.2	265.2	3.862	10.1
0.4	279.0	3.054	15.4
0.6	284.6	5.855	9.2



(a)



(b)



(c)

รูปที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวจากเทคนิค AFM ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่กระแสอะลูมิเนียมคาโทดต่างๆ
(a) 0.2 A, (b) 0.4 A, (c) 0.6 A

4.2 ผลของเวลาการเคลือบ

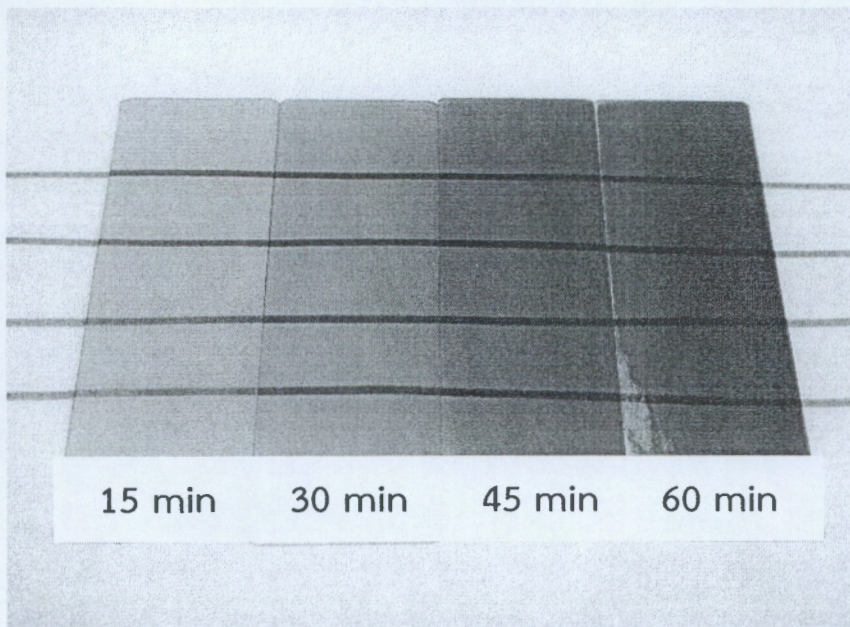
ส่วนนี้จะเป็นการเสนอผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยกำหนดให้ค่ากระแสไททาเนียมคาโทดและค่ากระแสอะลูมิเนียมคาโทดคงที่ 0.6 A และแปรค่าเวลาที่ใช้ในการเคลือบเท่ากับ 15, 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ มีผลดังนี้

1. ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ทุกเงื่อนไข เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ส่องผ่านแสงได้บางส่วน นอกจากนี้ยังพบว่าสีของฟิล์มแปรไปตามเวลาในการเคลือบต่ำ ดังแสดงในรูปที่ 4-5 เมื่อใช้เวลาในการเคลือบต่ำ ($t = 15 \text{ min}$) ฟิล์มส่องผ่านแสงได้บางส่วน สีของฟิล์มมีลักษณะผสมของน้ำตาลอ่อนและน้ำตาลเข้ม โดยสีของฟิล์มจะเข้มขึ้นเมื่อเคลือบนานขึ้นจนสุดท้ายมีสีน้ำตาลเข้มผสมดำ ($t = 60 \text{ min}$) (ตารางที่ 4-3)

ตารางที่ 4-3 ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ใช้เวลาในการเคลือบต่างๆ

Time (min)	ลักษณะทางกายภาพ
15	กึ่งโปร่งใสส่องผ่านแสงบางส่วน มีสีผสมของน้ำตาลอ่อนและน้ำตาลเข้ม
30	กึ่งโปร่งใสส่องผ่านแสงบางส่วน มีสีน้ำตาลเข้ม บางส่วนทึบแสง
45	กึ่งโปร่งใสส่องผ่านแสงบางส่วน มีสีน้ำตาลเข้ม
60	กึ่งโปร่งใสส่องผ่านแสงบางส่วน มีสีน้ำตาลเข้ม

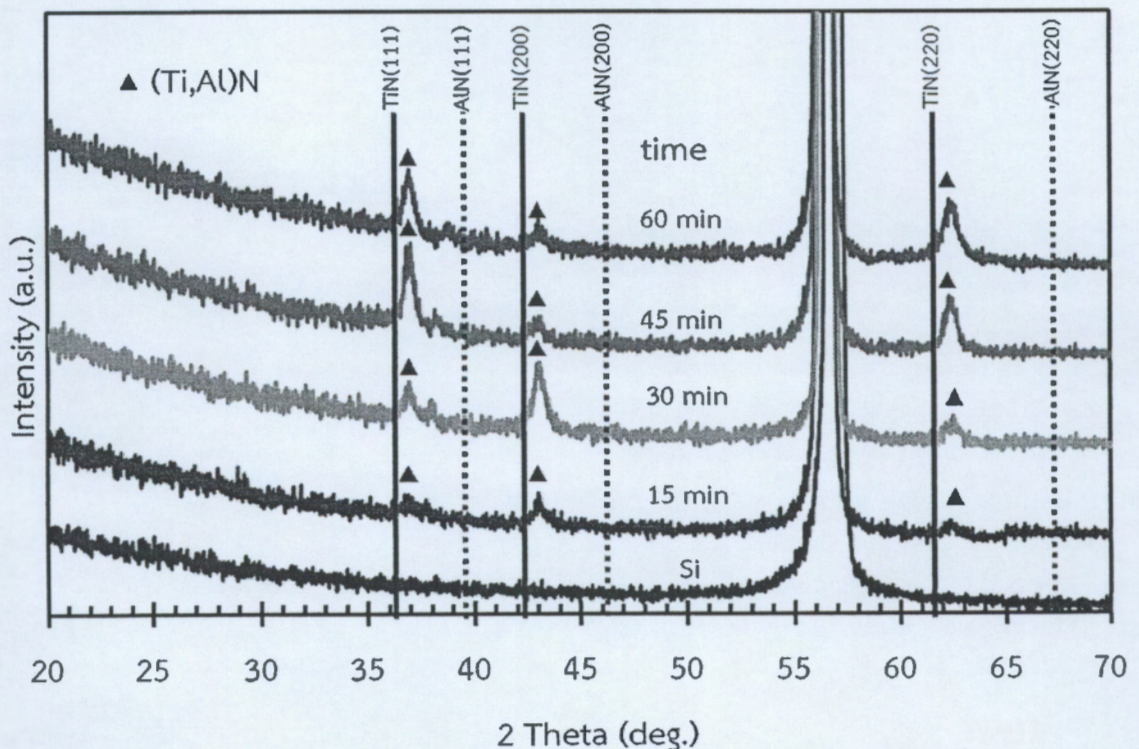


รูปที่ 4-5 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ

2. โครงสร้างของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

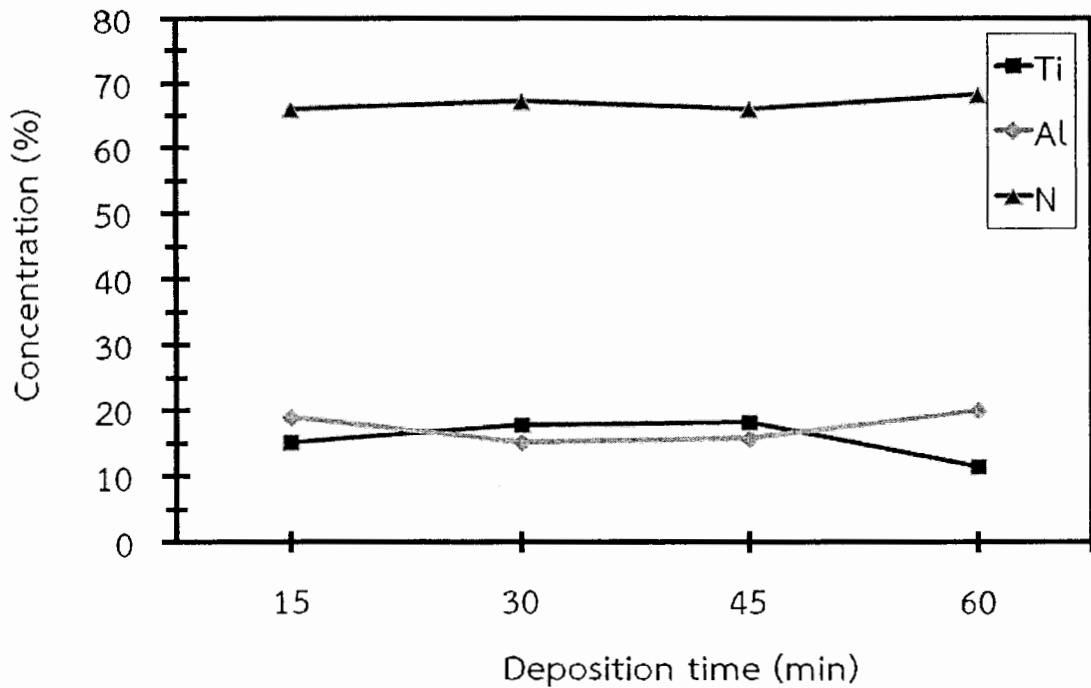
ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังรูปที่ 4-6 ซึ่งมีลักษณะเหมือนกันทุกเงื่อนไขการเคลือบ ต่างกันเพียงความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่านั้น โดยพบรูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.05° , 43.50° และ 62.65° ซึ่งสอดคล้องกับฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50° เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ จากผลการทดลองพบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีการโตหรือพัฒนาการในระหว่างการฟอร์มตัวของฟิล์ม ซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่ตกเคลือบลงบนผิววัสดุรองรับที่เพิ่มขึ้นตามเวลาในการเคลือบต่างๆที่เพิ่มขึ้นทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานมากพอในการฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไททานเนียมไนไตรด์ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิงจากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 ซึ่งมีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ 4.24 \AA (รูปที่ 4-6) เพื่อเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัย พบว่าฟิล์มที่ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้เลื่อนไปทางขวา เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐานของไททานเนียมไนไตรด์ สอดคล้องกับงานวิจัยของ G.T. Liu, J.G. Duha, K.H. Chung, J.H. Wang (2005) ซึ่งกล่าวว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไททานเนียมไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีขนาดเล็กกว่าของฟิล์มไททานเนียมไนไตรด์เนื่องจากเกิดการแทนที่ของอะตอมอะลูมิเนียมในโครงสร้างผลึกของไททานเนียมไนไตรด์ ทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าน้อยกว่าของไททานเนียมไนไตรด์ (4.24 \AA) ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้เลื่อนไปทางขวาเนื่องจากค่าคงที่แลตทิซมีขนาดเล็กน้อย [27]



รูปที่ 4-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ

เมื่อนำฟิล์มที่เคลือบได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางทั้งหมดที่เคลือบได้มีไททาเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ แปรค่าเวลาการเคลือบ ดังแสดงในรูปที่ 4-7 โดยพบว่าเมื่อใช้เวลาการเคลือบตั้งแต่ 15 นาที ถึง 60 นาที องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือไททาเนียมและอะลูมิเนียมมีค่าอยู่ในช่วง 15% ถึง 18% และ 16% ถึง 20% ตามลำดับ ขณะที่ไนโตรเจนมีค่าอยู่ในช่วง 65% ถึง 68% แสดงว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ต้องเพิ่มเงื่อนไขหรือตัวแปรอื่นๆ ได้สำเร็จ



รูปที่ 4-7 องค์ประกอบธาตุจากเทคนิค EDX ของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ

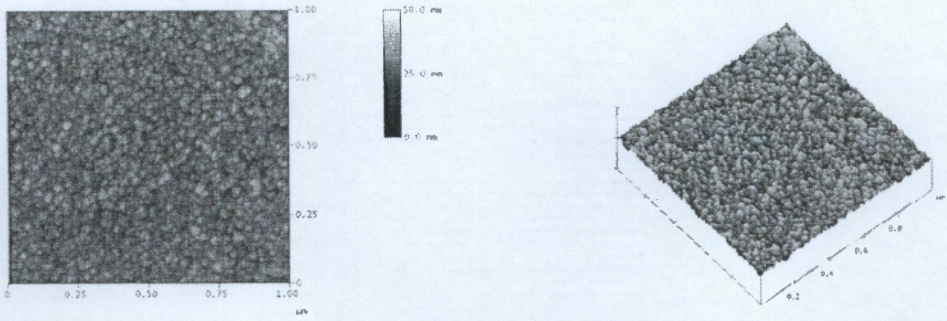
3. ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

รูปที่ 4-8 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ในแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ พบว่าฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 15 min เกรนของฟิล์มมีลักษณะเล็กกลมมนขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกันกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 30 min เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น มีลักษณะกลมมน และเริ่มเกาะกลุ่มกันบางบริเวณของผิวหน้าฟิล์ม ขณะที่เวลาในการเคลือบเท่ากับ 45 min เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น และมีลักษณะเป็นรูปทรงสามเหลี่ยม สำหรับที่เวลาในการเคลือบเท่ากับ 60 min เกรนมีขนาดใหญ่ที่สุดมีลักษณะเป็นรูปทรงสามเหลี่ยมกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ทั้งนี้ฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีค่าความหยาบผิว (R_{rms}) ในช่วง 2.163 nm ถึง 5.901 nm เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นความหนาเฉลี่ยของฟิล์มเพิ่มขึ้น จาก 107.0 nm เป็น 433.4 nm สำหรับขนาดของเกรน (grain size) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 17.6 nm เป็น 37.3 nm ดังสรุปในตารางที่ 4-4

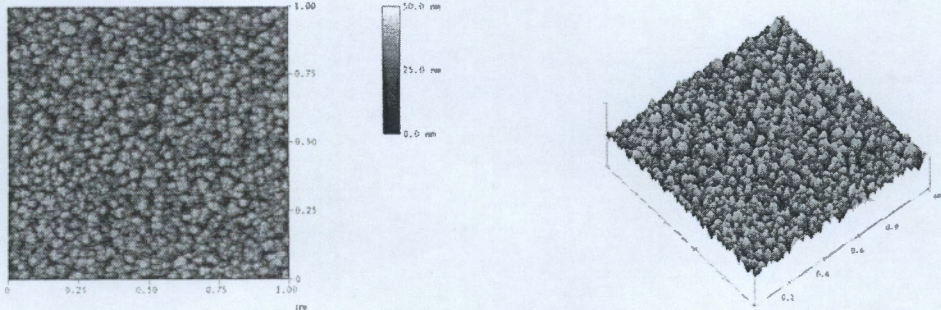
จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว ความหนา ตลอดจนขนาดของเกรนมีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบ ซึ่งส่งผลให้เป็นการสะสมความร้อนของสารเคลือบจนทำให้เกรนบนผิวหน้าฟิล์มเกาะกลุ่มจนมีขนาดใหญ่ขึ้นและทำให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของเกรนจนมีขนาดและความหยาบเพิ่มขึ้นตามไปด้วย อีกทั้งเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบ ทำให้มีอะตอมสารเคลือบสะสมบนวัสดุรองรับมากขึ้น จนฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นตามลำดับ

ตารางที่ 4-4 ความหนา ความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ

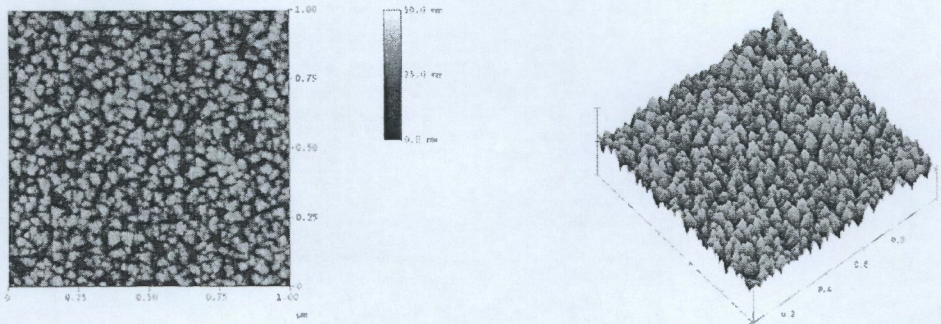
Time (min)	Film thickness (nm)	RMS roughness (nm)	Grain size (nm)
15	107.0	2.163	17.6
30	215.6	3.303	20.6
45	306.4	5.111	24.8
60	433.4	5.901	37.3



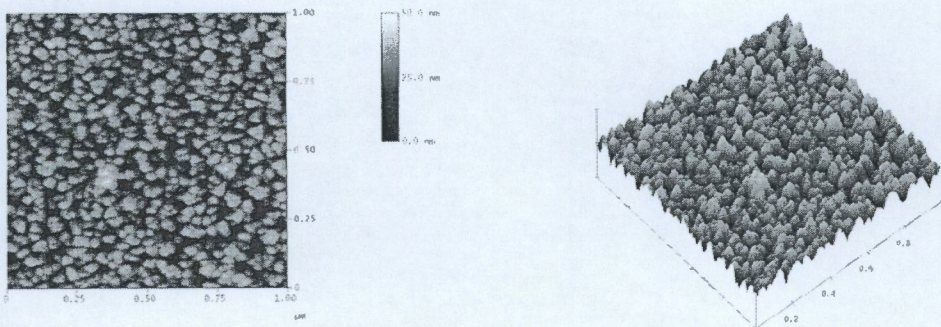
(a)



(b)



(c)



(d)

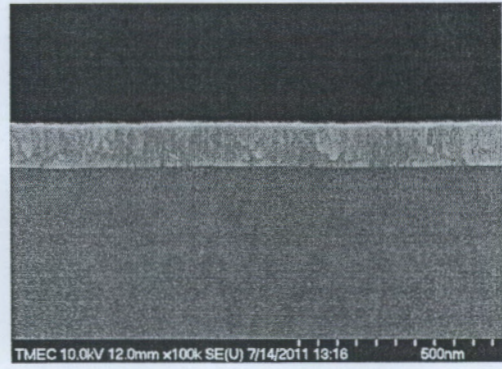
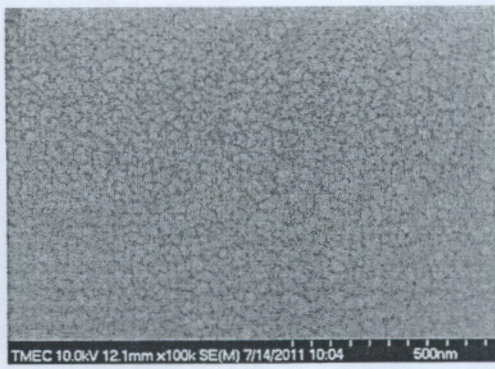
รูปที่ 4-8 ลักษณะพื้นผิวจากเทคนิค AFM ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ

(a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, (d) 60 min

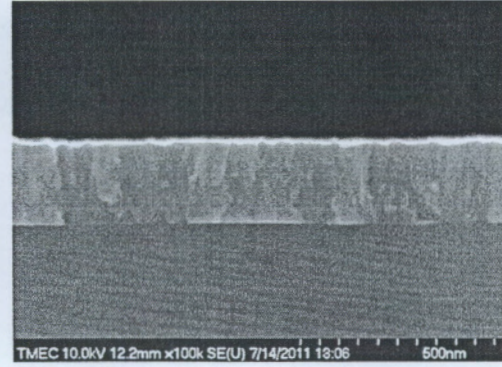
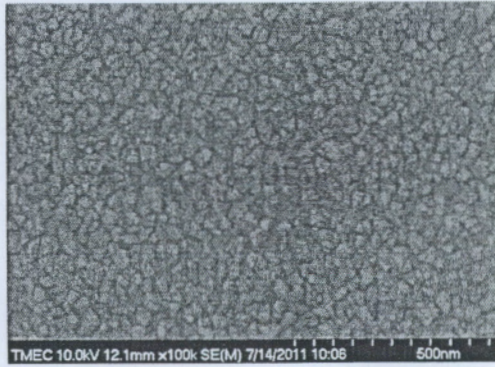
4. โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

รูปที่ 4-9 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM ในแบบ ภาควัดขวาง และ 2 มิติ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 15 min เกรนของฟิล์มมีลักษณะเล็ก เรียงชิดติดกัน มีขนาดใกล้เคียงกันกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ลักษณะภาควัดขวางของฟิล์มพบว่าเกรนจะมีความหนาแน่นรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 30 min พบว่าเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น มีช่องว่าง (void) ระหว่างเกรน เมื่อพิจารณาภาควัดขวางพบว่าเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น มีความหนาแน่นรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนที่เวลา 45 min เกรนโตขึ้นและเห็นช่องว่างระหว่างเกรนชัดเจน ภาควัดขวางมีลักษณะเป็นแบบคอลลัมนา เมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นเป็น 60 นาที พบว่าเกรนมีขนาดใหญ่ที่สุด มีลักษณะเป็นเกล็ดและช่องว่างระหว่างเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น ภาควัดขวางเป็นคอลลัมนาและมีช่องว่างระหว่างเกรนมากขึ้น นอกจากนี้เมื่อพิจารณาความหนาของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากลักษณะภาควัดขวางพบว่า ฟิล์มบางมีความหนามากขึ้นเมื่อเคลือบนานขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Adisorn et. al (2011) ที่พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบ จะทำให้เกรนและลักษณะภาควัดขวางของฟิล์มบางที่วิเคราะห์ได้ มีขนาดใหญ่ขึ้น และมีลักษณะเป็นแบบคอลลัมนาตามลำดับ[28]

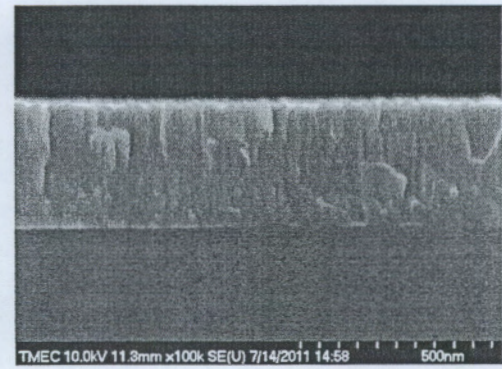
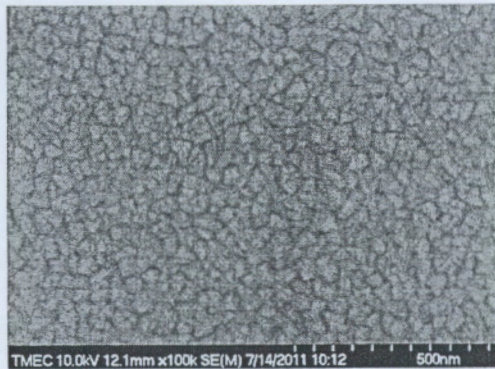
จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวและลักษณะภาควัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลง เมื่อเวลาในการเคลือบ โดยเป็นการสะสมพลังงานของสารเคลือบจนเกิดความร้อนบนวัสดุรองรับ จนทำให้เกรนบนผิวหน้าฟิล์มเกาะกลุ่มจนมีขนาดใหญ่ขึ้นและจัดเรียงตัวใหม่ ตลอดการศึกษาภาควัดขวางของฟิล์ม พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงจากลักษณะเกรนที่เรียงตัวกันหนาแน่นเป็นจนเป็นแบบคอลลัมนา โดยลักษณะนี้ตรงกับแบบจำลองการเกิดฟิล์ม Zone 2 ของ Thornton's structure-zone diagram ซึ่ง zone ที่เกิดขึ้นสอดคล้องกับพลังงานของสารเคลือบที่เพิ่มเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chen et. al (2009) ที่ทำการเคลือบฟิล์มบาง ternary nitride ด้วยเทคนิคการเคลือบแบบเดียวกันแล้วพบว่าภาควัดขวางของฟิล์มบางที่วิเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นคอลลัมนาเช่นเดียวกัน[29]



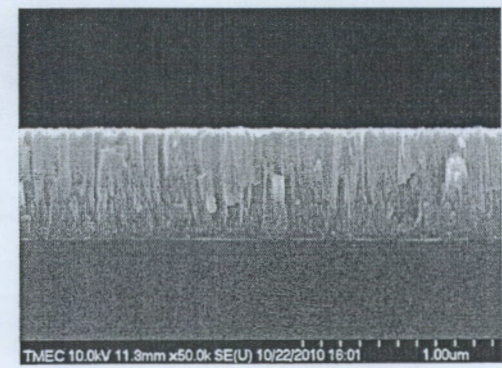
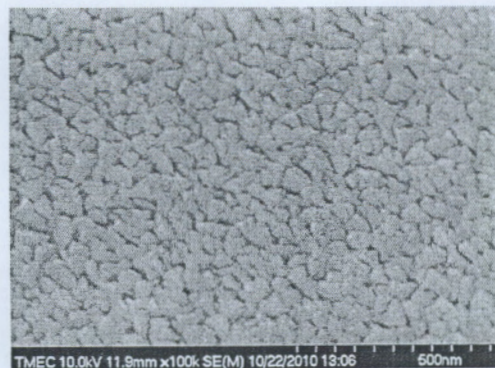
(a)



(b)



(c)



(d)

รูปที่ 4-9 ลักษณะพื้นผิวจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบที่เวลาต่างๆ

(a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, (d) 60 min

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาและพัฒนาเทคนิคการเคลือบฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงโดยใช้เป้าแบบร่วม (co-target) ที่เงื่อนไขการเคลือบต่างๆ เพื่อศึกษาผลของกระแสอะลูมิเนียมและเวลาการเคลือบที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวความหนาฟิล์ม องค์ประกอบธาตุและลักษณะจุลภาคของฟิล์ม โดยเคลือบฟิล์มบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่ากระแสอะลูมิเนียมในช่วง 0.2 A ถึง 0.6 A และใช้เวลาเคลือบในช่วง 15 นาที ถึง 60 นาที ในส่วนของการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้นั้น ศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ขนาดผลึกคำนวณจากสมการของ Scherrer องค์ประกอบธาตุวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ลักษณะพื้นผิวและความหนาศึกษาด้วยเทคนิค AFM สูดทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางด้วยเทคนิค FE-SEM มีผลสรุปดังนี้

1. ผลของกระแสอะลูมิเนียม

1.1 ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่กระแสอะลูมิเนียมต่าง ๆ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟสเซ็นเตอร์ คิวบิก ระบาย (111) (220) และ (222) มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น โดยพบว่ากระแสอะลูมิเนียมมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

1.2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่าอะลูมิเนียมในเนื้อฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสที่จ่ายให้ ส่วนไททาเนียมมีค่าลดลง ขณะที่ไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่ สรุปว่ากระแสอะลูมิเนียมมีผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

1.3 ความหนาและความหยาบผิวฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น โดยพบว่ากระแสอะลูมิเนียมมีผลต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

2. ผลของเวลาในการเคลือบ

2.1 ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เวลาในการเคลือบต่าง ๆ พบว่ามีโครงสร้างผลึกแบบเฟส เซ็นเตอร์ คิวบิก ระบาย (111) (220) และ (222) มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาเคลือบนานขึ้น โดยพบว่าเวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

2.2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่ามีค่าค่อนข้างคงที่เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น สรุปได้ว่าองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ไม่ขึ้นกับเวลาในการเคลือบ

2.3 ความหนาและความหยาบผิวฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการเคลือบมากขึ้น โดยพบว่าเวลาในการเคลือบมีผลต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

2.4 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม พบว่าลักษณะจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางที่เคลือบได้ จะเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยเมื่อใช้เวลาในการเคลือบขึ้นพบว่าเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นด้วย ทั้งนี้ฟิล์มที่ได้ทั้งหมดมีโครงสร้างแบบคอลัมน์ นอกจากนี้ยังพบว่าฟิล์มบางมีความหนาเพิ่มมากขึ้นเมื่อใช้เวลาในการเคลือบนานขึ้นอีกด้วย

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. งานวิจัยนี้มีลักษณะศึกษาความเป็นไปได้ รวมถึงการศึกษาหลักการเบื้องต้น เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับเตรียมฟิล์มของสารประกอบสามชนิด อย่างไรก็ตามก็ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ก็เป็นฟิล์มที่ได้รับความสนใจทั้งในด้านการวิจัยและพัฒนา ตลอดจนการประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวางทั้งในด้านการเคลือบแข็ง การเคลือบสวยงาม ดังนั้นจึงจำเป็นอย่างยิ่งที่ควรศึกษาเทคนิค ขั้นตอน ตลอดจนผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ทั้งเพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานและแนวทางสำหรับการประยุกต์ใช้งานต่อไป

2. ควรมีการทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ บนชิ้นงานประเภทต่างๆ เช่น เครื่องมือช่าง หรือ ชิ้นงานประเภทสวยงาม เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานและแนวทางสำหรับการประยุกต์ใช้งานต่อไป

3. ในด้านการวิจัยควรมีการศึกษาเชิงลึกเกี่ยวกับเทคนิคการเตรียม สมบัติต่างๆ ของฟิล์มบางความแข็งและการยึดติดของฟิล์มบางที่เคลือบได้ เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานและแนวทางสำหรับการประยุกต์ใช้งานต่อไป

4. ควรมีการพัฒนาฟิล์มบางหรือชั้นเคลือบของสารประกอบสามชนิดของสารประเภทต่างๆ

5. ควรมีการวิจัยและพัฒนาชั้นเคลือบของสารประกอบตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปอย่างเป็นระบบว่าชั้นเคลือบของสารเดี่ยว สารประกอบ มีแนวทางในการเตรียมอย่างไร ตลอดจนสมบัติของชั้นเคลือบแต่ละประเภทมีลักษณะอย่างไร เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานและแนวทางสำหรับการประยุกต์ใช้งานต่อไป

เอกสารอ้างอิง

1. สุรศักดิ์ สุรินทร์พงษ์, 2544, “การชุบเคลือบผิวระบบ PVD สำหรับงานชุบเคลือบผิวเครื่องมือ”, วารสารเทคนิค เครื่องกลไฟฟ้า อุตสาหกรรม, ฉบับที่ 198, หน้า 122-125.
2. Wasa, K. and Hayakawa, S., 1992, Handbook of sputter deposition technology: principles, technology and applications, New Jersey, Noyes Publications, pp. 19-29.
3. พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสธา รัตนะ, 2547, การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม (หน้า 163-166). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
4. Chapman, B., 1980, Glow Discharge Processes, New York, John Wiley & Sons, 406 p.
5. Maissel, L.I. and Gland, R., 1970, Handbook of Thin Film Technology, New York, McGraw-Hill.
6. Bunshah, R.F., 1994, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, 2nd ed., New Jersey, Noyes Publications, pp. 277.
7. Smith, D.L., 1995, Thin-film deposition: principle and practice, New York, McGraw-Hill, 616 p.
8. Bunshah, R.F., 1994, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, 2nd ed., New Jersey, Noyes Publications, pp 275-345.
9. Bunshah, R.F., 1994, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, 2nd ed., New Jersey, Noyes Publications, pp. 302.
10. Vossen, J.L. and Kerns, W., 1978, Thin Film Processes, New York, Academic Press, pp. 77.
11. Vossen, J.L. and Kerns, W., 1978, Thin Film Processes, New York, Academic Press, 552 p.
12. Rohde, S.L. and Munz, W.D., 1991, “Sputter Deposition” in Advanced Surface Coatings: a Handbook of Surface Engineering, Edited by Rickerby, D.S. and Matthews, A., New York, Chapman and Hall, pp. 103.
13. Bunshah, R.F., 1994, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, 2nd ed., New Jersey, Noyes Publications, pp. 310.
14. Chapman, B., 1980, Glow Discharge Processes, New York, John Wiley & Sons, pp. 268.
15. Rohde, S.L. and Munz, W.D., 1991, “Sputter Deposition” in Advanced Surface Coatings: a Handbook of Surface Engineering, Edited by Rickerby, D.S. and Matthews, A., New York, Chapman and Hall, pp. 103-105.
16. Munz, W.D., 1991, “The Unbalanced Magnetron: Current Status of Development,” Surf. Coat Technology, Vol. 48, pp. 81-94.

17. Sproul, W.D., 1992, "Unbalanced Magnetron Sputtering," 35th Annual Technical Conference Proceedings, Society of Vacuum Coaters, pp. 236-239.
18. Rickerby, D.S. and Matthews, A., 1991, *Advanced Surface Coatings: a Handbook of Surface Engineering*, New York, Chapman and Hall, 368 p.
19. Rickerby, D.S. and Matthews, A., 1991, *Advanced Surface Coatings: a Handbook of Surface Engineering*, New York, Chapman and Hall, pp. 34.
20. Wagner, j., Edlmayr, V., Penoy, M., Michotte, C., Mitterer, C. and Kathrein, M., 2008, "Deposition of Ti-Al-N coatings by thermal CVD ", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, Vol. 26, pp. 563-568.
21. PalDey, S. and Deevi, S.C., 2003, "Properties of single layer and gradient (Ti,Al)N coatings": *Materials Science and Engineering A*, Vol. 361, pp. 1-8.
22. Liu, Z.-J., Shum, P.W. and Shen, Y.G., 2006, "Surface growth of (Ti,Al)N thin films on smooth and rough substrates", *Thin Solid Films*, Vol. 496, pp.326-332.
23. Wuhrer, R. and Yeung, W.Y., 2004, "A comparative study of magnetron co-sputtered nanocrystalline titanium aluminium and chromium aluminium nitride coatings", *Scripta Materialia*, Vol. 50, pp. 1461-1466.
24. Chu, K., Shum, P.W. and Shen, Y.G., 2006, "Substrate bias effects on mechanical and tribological properties of substitutional solid solution (Ti, Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering, *Materials Science and Engineering B*, Vol. 131, pp. 62-67.
25. Subramanian, B., Ashok, K., Kuppusami, P., Sanjeeviraja, C. and Jayachandran, M., 2008, "Characterization of reactive DC magnetron sputtered TiAlN thin films", *Cryst. Res. Technol.* 43, Vol. 10, pp. 1078 – 1082.
26. Chen, J.T., Wang, J., Zhang, F., Zhang, G.A., Fan, X.Y., Wu, Z.G. and Yan, P.X., 2009, "Characterization and temperature controlling property of TiAlN coatings deposited by reactive magnetron co-sputtering", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 10, pp. 1078 – 1082.
27. G.T. Liu, J.G. Duha, K.H. Chung, J.H. Wang 2005 "Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti,Al)N coatings on dental alloys" *Surface & Coatings Technology* vol. 200. pp. 2100– 2105
28. A. Buranawong, N. Witit-anun, S. Chaiyakun, A. Pokaipisit and P. Limsuwan, 2011. "The effect of titanium current on structure and hardness of aluminium titaniumnitride deposited by reactive unbalanced magnetron co-sputtering", *Thin Solid Films*, Vol. 519. pp. 4963–4968.
29. J.T. Chen, J. Wang, F. Zhang, G.A. Zhang, X.Y. Fan, Z.G.Wu and P.X. Yan, 2009. "Characterization and temperature controlling property of TiAlN coatings deposited by reactive magnetron co-sputtering", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 472. pp. 91–96.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ข
ผลผลิต

ผลผลิต

เลขที่โครงการ 38148

โครงการส่งเสริมการวิจัยในอุดมศึกษาและพัฒนามหาวิทยาลัยวิจัยแห่งชาติ

สำนักคณะกรรมการการอุดมศึกษา

มหาวิทยาลัยบูรพา

การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของสารประกอบไนไตรด์สามชนิดด้วยเทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอร์แบบร่วม
Deposition of Ternary Nitride Hard Coating by Co-Magnetron Sputtering Technique

1. ผลงานตีพิมพ์

Areerat Somwangsakun. Adisorn Buranawong, Nirun Witita-nun. Surasing Chaiyakun, 2011.

The Structure and Morphology of Titanium Aluminium Nitride Thin Films Deposited by Reactive Co-Magnetron Sputtering. In Advanced Plasma Technology for Green Energy and Biomedical Applications. Centara Duangtawan Hotel, Chiangmai, Thailand. 10-12 August 2011.

2. ผลงานเชิงสาธารณะ

1. การให้ความอนุเคราะห์ภาคอุตสาหกรรม สถาบันการศึกษา หน่วยงานและผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชม กิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 8 ครั้ง
2. การร่วมจัดอบรมถ่ายทอดความรู้ จำนวน 1 ครั้ง
3. การเป็นวิทยากรบรรยายแก่ภาคอุตสาหกรรม จำนวน 2 ครั้ง

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาตรี วท.บ.(ฟิสิกส์ประยุกต์ 1 คน เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.อารีรัตน์ สมหวังสกุล

หัวข้อโครงการงาน โครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์
ที่เตรียมด้วยวิธีรีเอกทีฟโคอั้นบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอร์

อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ

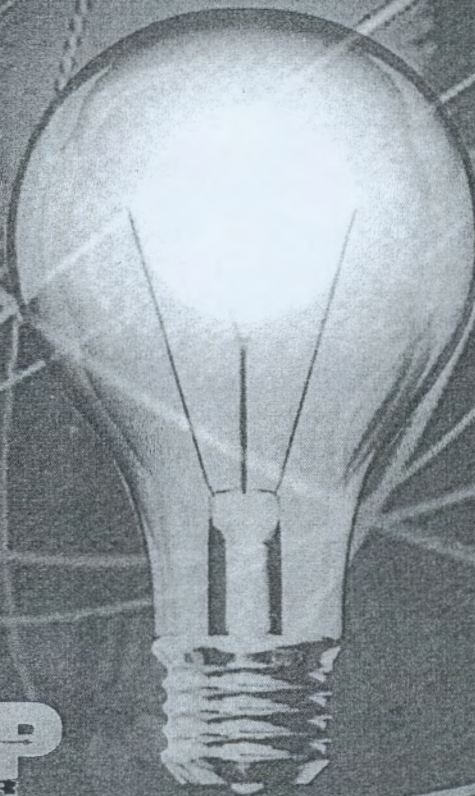
ผลงานตีพิมพ์

Book of Abstract
**Advanced
Plasma Technology**

for Green Energy and Biomedical Applications

August 10–12, 2011

Centara Duangtawan Hotel, Chiangmai, Thailand



ThEP
CENTER



Organized by Thailand Center of Excellence in Physics (ThEP)
Co-organized by Asian Joint Committee for Applied Plasma Science
and Engineering (AJC-APSE)

The Structure and Morphology of Titanium Aluminium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Co-Magnetron Sputtering

Areerat Somwangsakun^{1,2*}, Adisorn Buranawong^{1,2}, Nirun Witit-anun^{1,2}, Surasing Chaiyakun^{1,2}

¹Plasma for Surface Sciences Research Laboratory (PSS), Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chonburi 20131, Thailand

²Thailand Center of Excellence in Physics (ThEP), Commission on Higher Education, Ministry of Education, Bangkok 10400, Thailand

Abstract

Titanium aluminium nitride thin films (TiAlN) were deposited by DC co-magnetron sputtering technique. The effect of Ti sputtering current on crystal structure, surface morphology and thickness were studied. The films were deposited on glass slide and silicon wafer substrates by varying Ti sputtering current of 0.6 A, 0.8 A and 1.0 A, respectively, at deposition time for 60 minute. The crystal structure was characterized by XRD (X-ray diffraction). The crystal size was calculated by Scherrer's equation. Surface morphology and thickness were evaluated by AFM (atomic force microscopy). The results showed that the crystal structure was TiAlN with (111), (220) and (222) planes, respectively. The crystallinity of the films was enhanced and crystal sizes were increased with in the range of 28 nm to 35 nm by varying Ti sputtering current. Moreover, the roughness of films varied in the range of 9 nm to 17 nm whereas

the thicknesses of films were increased from 582 nm to 1598 nm when increased Ti sputtering current.

Keywords: TiAlN, reactive co-magnetron sputtering, hard coating, thin film

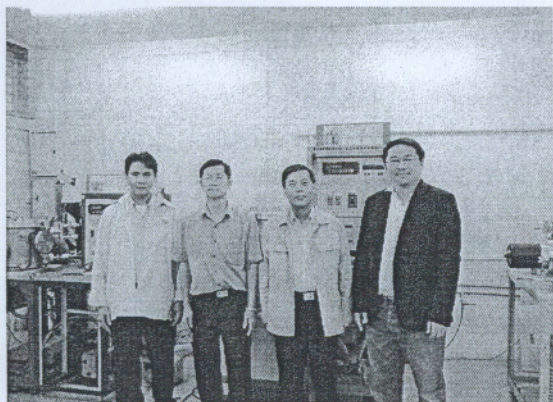
*Corresponding author. E-mail: pss.buu.thep@gmail.com

ผลงานเชิงสาธารณะ

1. การให้ความอนุเคราะห์ภาคอุตสาหกรรม สถาบันการศึกษา หน่วยงานและผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 11 ครั้ง

ภาพกิจกรรม

ข้อมูล



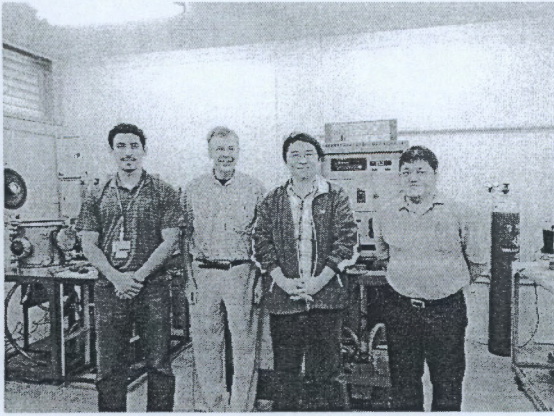
ว-ด-ป 18 มค 2554
หน่วยงาน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
วิทยาเขตบางเขน
รายชื่อ ผศ.ดร.สุรศักดิ์ เชียงกา
ภาคฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
และเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาฯ



ว-ด-ป 22 มค 2554
หน่วยงาน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
วิทยาเขตกำแพงแสน
รายชื่อ คณะนิเทศชั้นปีที่ 2, 3 และ 4
หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
และคณาจารย์จากภาควิชาฟิสิกส์
คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
วิทยาเขตกำแพงแสน จังหวัดนครปฐม
จำนวนรวมทั้งสิ้น 60 คน



ว-ด-ป 19 มีค 2554
หน่วยงาน ศูนย์วิจัยทางฟิสิกส์ของล้าอนุภาคและ
พลาสมา
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
รายชื่อ - ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อุดมรัตน์ ทิพวรรณ



ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

31 มีค 2554
บริษัท MEYER INDUSTRIES จำกัด
- คุณคมกฤษณ์ วงษ์ทวีวัฒนกุล
(Automation Manager)
- Mr.MATT FORKIN
(Manufacturing Engineering Manager)
- Mr.Frank Jansen
(Consultant)



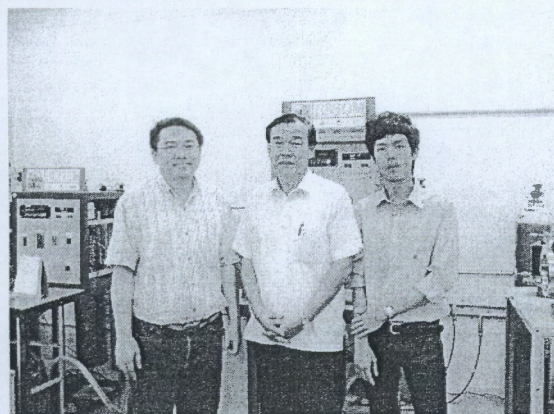
ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

12 พค 2554
บริษัท นาโนมิเรอร์ อินดัสตรี จำกัด
- คุณวาทีต พโนรัตน์



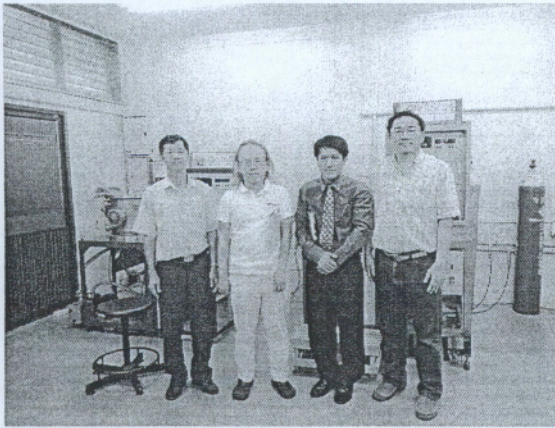
ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

13 พค 2554
คณะทรัพยากรสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
วิทยาเขตศรีราชา
- อ.ปริยาวัลย์ คูหา (รองคณบดี)
- อ.สุรีย์ ทองวณิชนิยม
- อ.ดร.วิเชียร ศิริพรหม



ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

16 มิย. 2554
บริษัท รีเทค จำกัด
- คุณดุสิต มุกดาบุรพา



ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

24 สค 2554
บริษัท โกลด์ฟีน แมนูแฟคเจอเรส จำกัด
มหาชน
- คุณบุญตั้ง เตชะมาถาวร
กรรมการบริหาร



ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

15 กย 2554
บริษัท Mead Johnson Nutrition จำกัด
- คุณนิพนธ์ วิทิตอนันต์
(Regional Pilot Plant Manager)
- คุณ อรุโณทัย พวงมณี
(Sr. Technical Service)



ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

1 ตค 2554
โรงเรียนเซนต์คาเบรียล
คณะครูและนักเรียนโรงเรียนเซนต์คาเบรียล
จำนวน 95 คน



ว-ด-ป
หน่วยงาน
รายชื่อ

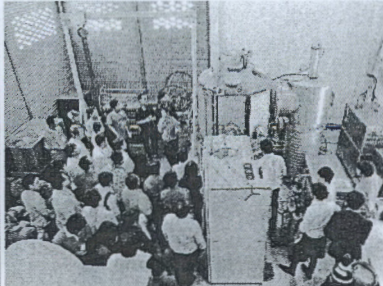
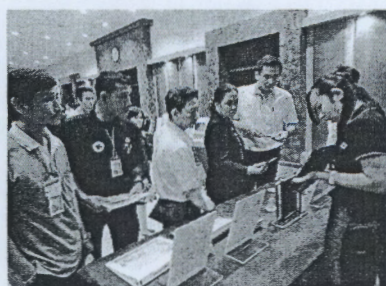
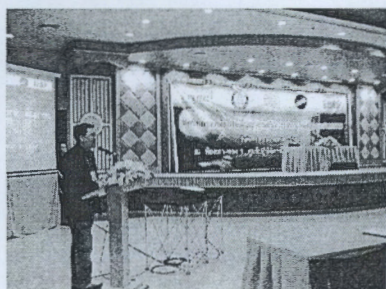
9 ธค 2554
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
คณะอาจารย์และนิสิต
คณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผลงานเชิงสาธารณะ

2. การร่วมจัดอบรมถ่ายทอดความรู้ จำนวน 1 ครั้ง

โครงการอบรม “การเคลือบในสุญญากาศกับการประยุกต์ทางอุตสาหกรรม”

ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ ร่วมกับห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง จัดโครงการอบรม เรื่อง “การเคลือบในสุญญากาศกับการประยุกต์ทางอุตสาหกรรม (The Vacuum Depositions and Industrial Application) วันที่ 18 สิงหาคม 2554 ณ ห้องเทา-ทอง1 ศูนย์ปฏิบัติการโรงแรม มหาวิทยาลัยบูรพา เพื่อเผยแพร่ความรู้เกี่ยวกับเทคโนโลยีการเคลือบในสุญญากาศให้แก่ภาคอุตสาหกรรม นิสิต และผู้สนใจทั่วไป โดยมีผู้ให้ความสนใจเข้าร่วมโครงการได้แก่บริษัทเอกชน 19 บริษัท รัฐวิสาหกิจ และ มหาวิทยาลัยต่าง ๆ รวมผู้เข้าฟังทั้งสิ้น 160 คน



ผลงานเชิงสาธารณะ

3. การเป็นวิทยากรบรรยายแก่ภาคอุตสาหกรรม จำนวน 2 ครั้ง

เมื่อวันพฤหัสบดีที่ 8 ธันวาคม 2554 ผศ.ดร. นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ได้รับเชิญไปเป็นวิทยากรบรรยาย เรื่อง “การเคลือบในสุญญากาศด้วยเทคนิค PVD” ในงานสัมมนา “จากหิ้งสู่ห้าง...ต่อยอดเชิงพาณิชย์ด้วยโครงการคูปองนวัตกรรม” (กลุ่มไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ เครื่องปรับอากาศและเครื่องทำความเย็น เครื่องจักรกลและโลหะการ) ณ ห้อง Board Room 3 โซน C ชั้น 3 ศูนย์การประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ ซึ่งจัดโดย สภาอุตสาหกรรมแห่งประเทศไทยร่วมกับสำนักงานนวัตกรรมแห่งชาติ

