

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131

รายงานการวิจัย

การเตรียมฟิล์มบางนาโนของ TiO_xN_y สำหรับประยุกต์ในกระจกทำความสะอาดตัวเอง
Deposition of TiO_xN_y nano-Thin Film for Self Cleaning Glass Applications

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

165132
- 7 พ.ค. 2557

335576

เริ่มบริการ

23 ก.ค. 2557

ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล)

ประจำปีงบประมาณ 2555

คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

อภิธานศัพท์

ชื่อเรื่อง: การเตรียมฟิล์มบางนาโนของ TiO_xN_y สำหรับประยุกต์ในกระจกทำความสะอาดตัวเอง
นักวิจัย: ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์
รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ
หน่วยงาน: มหาวิทยาลัยบูรพา
คณะ: วิทยาศาสตร์ ภาควิชา: ฟิสิกส์
ปีที่จัดพิมพ์: 2556

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางนาโนของ TiO_xN_y หรือ ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน (N-doped TiO_2) เคลือบบนกระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ผลของเงื่อนไขการเคลือบได้แก่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนได้ถูกศึกษา โดยสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ได้แก่ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและ ค่าการส่งผ่านแสง ถูกตรวจสอบด้วย X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscopy (AFM) และสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ตามลำดับ ค่าคงที่ทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มที่เคลือบได้คำนวณจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง ผลการศึกษาพบว่าระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับ เป้าสารเคลือบ กระแสไฟฟ้า และอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ ค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ความยาวคลื่นแสงเท่ากับ 550 nm พบว่ามีดัชนีหักเห และสัมประสิทธิ์การดับสูง เท่ากับ 2.5 และ 0.001 – 0.002 ตามลำดับ แถบพลังงาน (E_g) ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนพบว่ามีค่า 2 ช่วง คือ 3.20 eV (ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส) และ 2.40 eV – 2.60 eV (ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน) โดยฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้สามารถแสดงสมบัติไฮโดรฟิลิกได้เมื่อสัมผัสแสงในช่วงตามองเห็น

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง, ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน, รีแอคทีฟ สปัตเตอริง
รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง, ไฮโดรฟิลิก

Research Title: Deposition of TiO_xN_y nano-Thin Film for Self Cleaning Glass Applications
Researcher: Asst.Prof.Dr. Nirun Witit-anun
Assoc.Prof.Dr. Surasing Chaikhun
University: Burapha University
Faculty: Sciences **Department:** Physics
Published Year: 2013

Abstract

TiO_xN_y nano-thin film or nitrogen doped titanium dioxide (N-doped TiO_2) thin films were deposited on glass slides and silicon wafers by reactive DC magnetron sputtering method. The effect of deposition parameter such as N_2 gas flow rate has been investigated. The properties of the as-deposited thin film such as crystal structure, surface morphology, thickness and transmittance were characterized by X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscopy (AFM), and spectrophotometer, respectively. Optical constant and energy band gap of the as-deposited films were evaluated from transmission spectra. The results showed that the substrate-target distance, sputtering current and N_2 gas flow rate were affected on the crystal structure and surface morphology of films. The optical constants of the N-doped TiO_2 thin films namely, refractive index and extinction coefficient at wavelength 550 nm were 2.5 and 0.001 – 0.002, respectively. The energy band gap (E_g) of N-doped TiO_2 thin films was found in 2 ranges, 3.20 eV (Anatase phase TiO_2 thin film) and 2.40 eV – 2.60 eV (N-doped TiO_2 thin films). The as-deposited N-doped TiO_2 thin films in this work showed hydrophilic property when exposed to the visible light.

Keywords: thin film, Nitrogen doped titanium dioxide thin films, reactive sputtering, Reactive DC magnetron sputtering, hydrophilic

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัย เรื่อง “การเตรียมฟิล์มบางนาโนของ TiO_xN_y สำหรับประยุกต์ในกระจกทำความสะอาดตัวเอง” (Deposition of TiO_xN_y nano-Thin Film for Self Cleaning Glass Applications) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับการสนับสนุนการวิจัย จากงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ 2555 โครงการวิจัยนี้สำเร็จลงด้วยดีโดยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.พิเชษฐ ลีมสุวรรณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี สำหรับคำปรึกษาที่มีคุณค่าแก่คณะผู้วิจัยจนเสร็จสิ้นโครงการ ขอขอบคุณ บุคลากรและเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดการดำเนินงาน ขอขอบคุณ คุณสมฤดี หวานระรื่น ฝ่ายวิจัยและบัณฑิตศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา รวมถึงบุคลากรของงานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดระยะเวลาการดำเนินงานวิจัยท้ายที่สุดขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่สนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์ และเครื่องมือใน การดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
ABSTRACT	ii
กิตติกรรมประกาศ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญภาพ	vii
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	4
1.3 ขอบเขตการศึกษา	4
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	5
2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง	7
2.3 ระบบเคลือบ แบบ ดีซี สปีดเตอริง	9
2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง	11
2.5 ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง	14
2.6 ไททาเนียมไดออกไซด์	16
2.7 สมบัติไฮโดรฟิลิก	17
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	18

บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1	เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	22
3.2	เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอคทีฟ ดีซี สเป็คเตอรัง	25
3.3	การสร้างสภาวะสุญญากาศ	26
3.4	ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง	28
3.5	การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง	29
3.6	แนวทางการทดลอง	30

บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล

4.1	การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสออกไซด์	34
4.2	การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน	46
4.3	สมบัติทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน	52
4.4	สมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน	58

บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1	สรุปผล	61
5.2	ข้อเสนอแนะ	63

เอกสารอ้างอิง	68
---------------	----

ภาคผนวก

ผลงานของโครงการวิจัย	69
ประวัตินักวิจัย	91

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3-1	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจน	30
3-2	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าความดันรวม	31
3-3	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	32
4-1	ค่าคงที่แลตทิจของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ	36
4-2	ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ	36
4-3	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ	39
4-4	ค่าคงที่แลตทิจของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทสที่ความดันรวมต่าง ๆ	42
4-5	ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ	42
4-6	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่ความดันรวมต่าง ๆ	45
4-7	ค่าคงที่แลตทิจของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	48
4.8	ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	48
4-9	ความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	51
4-10	แถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือและไม่เจือไนโตรเจน	56

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ
2-2	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ
2-3	ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบ ดีซี สปีดเตอริง
2-4	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปีดเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm
2-5	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก
2-6	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ
2-7	ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง
2-8	เฟสของไททาเนียมไดออกไซด์
2-9	สภาพไฮโดรฟิลิกของกระจกเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ก่อนและหลังสัมผัสแสง UV
3-1	เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย
3-2	เครื่อง X-Ray Diffractometer
3-3	เครื่อง Atomic Force Microscope
3-4	เครื่อง Spectrophotometer
3-5	ชุดวัดมุมสัมผัส
3-6	กล่องแสงสำหรับกระตุ้นฟิล์ม
3-7	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย
3-8	ไดอะแกรมระบบเครื่องสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง
4-1	ลักษณะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ
4-3	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ
4-4	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
4-5	ลักษณะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ	40
4-6	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ	41
4-7	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ	44
4-8	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ	45
4-9	ลักษณะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	46
4-10	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	47
4-11	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	50
4-12	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	51
4-13	การส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	52
4-14	ดัชนีหักเหของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	54
4-15	สัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	54
4-16	แถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส	56
4-17	แถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	57
4-18	ค่ามุมสัมผัสกับเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตของกระจกที่ไม่เคลือบฟิล์ม	58
4-18	ตัวอย่างมุมสัมผัสของกระจกที่ไม่เคลือบฟิล์ม	56
4-19	ค่ามุมสัมผัสกับเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตของกระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส	59
4-21	ค่ามุมสัมผัสกับเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตของกระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน	60

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

การเคลือบผิววัสดุในลักษณะของฟิล์มบางเป็นการปรับปรุงผิววัสดุแนวทางหนึ่งที่มีความสนใจอย่างมากทั้งจากกระบวนการทางเคมีและฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีใช้สารละลายเคมีเป็นหลัก ซึ่งหลังการเคลือบมักมีสารละลายเคมีที่เหลือใช้จำนวนมากซึ่งยากต่อการกำจัดอีกทั้งยังก่อให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย แต่สำหรับการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้วยังให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงกว่ากระบวนการทางเคมีอีกด้วย ทำให้มีการนำมาประยุกต์ใช้เคลือบงานด้านต่างๆ มากมาย

ปัจจุบันมีการนำกระจกแผ่นเรียบมาใช้ในด้านต่างๆ มากมาย โดยทั่วไปเมื่อกระจกอยู่ในสภาพปกติมักมีฝุ่นละอองและสิ่งสกปรกติดบนผิวหน้า ซึ่งมักทำความสะอาดได้ยาก และเสียค่าใช้จ่ายจำนวนมากในการทำความสะอาดแต่ละครั้งโดยเฉพาะอย่างยิ่งในกรณีของกระจกแผ่นเรียบที่ติดตามอาคารสูง หรือกระจกรถยนต์ เพื่อเป็นการแก้ไขปัญหาก็กล่าวมาข้างต้น จึงได้มีการวิจัยและพัฒนาเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของกระจกโดยการเคลือบชั้นเคลือบของสารที่มีสมบัติเฉพาะในลักษณะของฟิล์มบาง โดยนำไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2) มาเคลือบบนกระจก ส่งผลให้ได้กระจกพิเศษเฉพาะ (functional glass) กล่าวคือเป็นกระจกที่ทำความสะอาดได้ง่าย จนเกือบไม่ต้องทำความสะอาด หรือ ที่เรียกว่า “กระจกทำความสะอาดด้วยตัวเอง (self-cleaning glass)”

การทำความสะอาดด้วยตัวเองของกระจกที่เคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ในลักษณะฟิล์มบางนี้เกิดขึ้นเมื่อกระจกถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต แล้วทำให้โมเลกุลของสิ่งสกปรกที่เกาะผิวหน้ากระจกแตกเป็นโมเลกุลเล็กหลุดจากผิวกระจก ขณะเดียวกันก็ปรับสมบัติเชิงผิวของกระจกให้มีสภาพชอบน้ำ หรือไฮโดรฟิลิก ซึ่งเมื่อใช้น้ำฉีดไปบนกระจกน้ำจะมีลักษณะเป็นชั้นบางๆ ซ้ำระสิ่งสกปรกให้ไหลหลุดออกมาด้วยแรงโน้มถ่วงโลก โดยสรุปกระจกทำความสะอาดด้วยตัวเองต้องมีสมบัติสำคัญคือ (1) สมบัติโฟโตคะตะไลติก (photocatalytic) ที่มีความสามารถในการย่อยสลายสารอินทรีย์หรือสิ่งสกปรกที่ติดอยู่บนผิวหน้ากระจก และ (2) สมบัติไฮโดรฟิลิก (hydrophilic) เป็นการทำให้ไม่จับตัวเป็นหยดหรือเม็ดบนผิวหน้ากระจกแต่กระจายตัวออกเต็มพื้นที่ของกระจกที่น้ำสัมผัส

กระจกทำความสะอาดด้วยตัวเองสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย เช่น หน้าต่าง บานเกร็ด ประตู เพื่อให้แสดงสมบัติทำความสะอาดด้วยตัวเองตลอดเวลา โดยประหยัดเวลาในการทำความสะอาดและน้ำยาทำความสะอาด ทั้งนี้ยังนำมาใช้กับหลังคาและผนังอาคารขนาดใหญ่ เพื่อลดอันตรายต่อผู้ทำความสะอาดอีกด้วย ในประเทศญี่ปุ่นใช้ทาเหนียวไดออกไซด์เคลือบกระจกครอบหลอดไฟในอุโมงค์หรือบนทางด่วน ทำให้หลอดไฟคงใสสะอาดและส่องสว่างได้ตลอดเวลา ตลอดจนมีนาสมบัติในการฆ่าเชื้อโรคไปใช้ตามผนังของโรงพยาบาล สุขภัณฑ์ และแผ่นกรองของเครื่องปรับอากาศ เพื่อช่วยให้อากาศภายในบ้านบริสุทธิ์ (พจนานุกรมศัพท์, 2549)

อย่างไรก็ดีสมบัติทำความสะอาดตัวเองของกระจกที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์พบว่ายังมีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานเนื่องจากต้องใช้แสงอัลตราไวโอเลตกระตุ้น ซึ่งโดยทั่วไปแล้วแสงอัลตราไวโอเลตในธรรมชาตินั้นมีความเข้มต่ำ ดังนั้นถ้านำกระจกทำความสะอาดด้วยตัวเองไปติดตั้งภายในอาคาร หรือ บริเวณที่ไม่ได้รับแสงแดดแล้ว กระจกอาจไม่สามารถแสดงสมบัติทำความสะอาดตัวเองได้เต็มที่เนื่องจากเป็นบริเวณที่มีแสงอัลตราไวโอเลตน้อย จึงมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่ศึกษาเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพของกระจกทำความสะอาดด้วยตัวเองสามารถทำงานได้ด้วยแสงในช่วงตามองเห็น

การพัฒนาประสิทธิภาพกระจกชนิดนี้มีหลายแนวทาง เช่น ใช้สารกึ่งตัวนำชนิดอื่นแทน เช่น CdS , Cu_2O , Fe_2O_3 , WO_3 (Hoffman et al., 1995) และ InTaO_4 (Zou et al, 2001) เนื่องจากดูดกลืนแสงในช่วงตามองเห็นได้ หรือการเจือด้วยไอออนของโลหะ เช่น Cr^{3+} , Fe^{3+} (Serpone et al., 1994; Takeuchi et al., 2000) ตลอดจนการเจือด้วยอะตอมของโลหะ เช่น N, S และ C ซึ่งทำให้แถบพลังงานของไททาเนียมไดออกไซด์แคบลง ทั้งนี้พบว่าสารกึ่งตัวนำชนิดอื่นที่นำมาใช้นั้นมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำไม่เพียงพอรวมทั้ง แถบพลังงาน เสถียรภาพทางเคมี และสมบัติโฟโตคะตะไลติกนั้นยังไม่ดี เช่นเดียวกับการเจือด้วยไอออนของโลหะ ในบางกรณีพบว่าฟิล์มไม่แสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติก เมื่ออยู่ใต้แสงในช่วงตามองเห็น อีกทั้งแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกได้น้อยเมื่อได้รับแสงอัลตราไวโอเลต เนื่องจากมีอัตราการรวมตัวกันของพาหะกับไอออนของโลหะ จากงานวิจัยของ Asahi et al (2001) ได้เจืออะตอมไนโตรเจนไปในฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์จากการศึกษาพบว่า สเปกตรัมทางแสงเกิดการเลื่อนไปทางด้านแสงสีแดง หรือ ที่เรียกว่าเกิดการ red shift ไปยังความยาวคลื่นเท่ากับ 540 nm

การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์นั้นสามารถทำได้หลายวิธี เช่น เทคนิค โซล-เจล (Sol-Gel) (Guan, 2005) เทคนิคสเปตเตอร์ริงและการระเหยสารโดยใช้ลำไอออน (Ion Cluster Beam Deposition) (Barnes, Kumar, Green, Hwang, & Gerson, 2005) ทั้งนี้พบว่าเทคนิคสเปตเตอร์ริงมีข้อดี คือ ควบคุมกระบวนการขณะเคลือบได้ง่าย (Zhao et al., 2005) ฟิล์มที่ได้มีความหนาแน่นและมีสมบัติการยึดเกาะดี (Wu, Wang, Liu, Chen, & Wu, 2006) รวมถึงยังเปลี่ยนแปลงสมบัติของฟิล์มบางด้วยวิธีการเจือได้ง่าย (Chiu, Chen, Yang, Hsu, & Gan, 2007)

ทั้งนี้การเจืออะตอมไนโตรเจนส่งผลให้สมบัติและโครงสร้างของฟิล์มบางที่เคลือบได้เปลี่ยนแปลงไป สำหรับการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี รีแอคทีฟ สปีดเตอริงนั้น มีนักวิจัยหลายกลุ่มศึกษา ในประเด็นเงื่อนไขของการเจือกับสมบัติและโครงสร้างของฟิล์มที่ได้ เช่น Chiu et al. (2007) ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อโครงสร้างระดับจุลภาคและสมบัติโฟโตคะตะไลติกของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วย วิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 0 - 20 ml/min และให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับเท่ากับ -50 V พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นแบบอนาเทส โดยมีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ปนอยู่เล็กน้อย และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มบางมีความเป็นผลึกลดลง เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น ความหนาแน่นลดลง ความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 20 ml/min เกรนมีขนาดเล็กลงและจัดเรียงตัวกันอยู่หนาแน่น ทั้งนี้การเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนทำให้แถบพลังงานมีค่าลดลงโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 3.15 – 3.35 นอกจากนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 ml/min ฟิล์มบางแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกได้ดีที่สุด สอดคล้องกับงานวิจัย Prabakar et al. (2008) ที่ศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นเฟสอนาเทส โดยมีเฟสรูไทล์ปนอยู่เล็กน้อย เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ฟิล์มบางมีความเป็นผลึกมากขึ้นและลดลง ค่าแถบพลังงานอยู่ระหว่าง 2.8 – 3.1 eV โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มบางมีค่าแถบพลังงานต่ำที่สุด

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาขั้นตอนการเตรียมฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติไฮโดรฟิลิกที่เหมาะสมสำหรับนำมาทำเป็นกระจกทำความสะอาดด้วยตัวเอง โดยศึกษาผลของการเจือด้วยอะตอมไนโตรเจนที่มีต่อสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ ด้วยการควบคุมอัตราไหลของแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ เพื่อใช้เป็นข้อมูลสนับสนุนหลักการพื้นฐานทางทฤษฎีเกี่ยวกับสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์และเพื่อประยุกต์ใช้ในการผลิตกระจกทำความสะอาดด้วยตัวเองต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์แบบเจือไนโตรเจนด้วย

วิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สเปตเตอริง

2. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์แบบเจือไนโตรเจนที่เคลือบได้
3. เพื่อศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์แบบเจือไนโตรเจนที่เคลือบได้

1.3 ขอบเขตการวิจัย

งานวิจัยนี้จะศึกษาถึงเทคนิคขั้นตอนกระบวนการโคบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยไนโตรเจนที่เตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี สเปตเตอริง ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา คือ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบ ในส่วนการวิเคราะห์เพื่อหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่ได้นั้นจะใช้เทคนิค XRD เพื่อศึกษาเฟสและโครงสร้างผลึกและใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนา สำหรับสมบัติทำความสะอาดตัวเองของฟิล์มบางที่เคลือบได้พิจารณาจาก สมบัติไฮโดรฟิลิก ซึ่งพิจารณาจากค่ามุมสัมผัสของฟิล์ม ภายหลังสัมผัสแสงอัลตราไวโอเลตและแสงในช่วงตามองเห็น

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

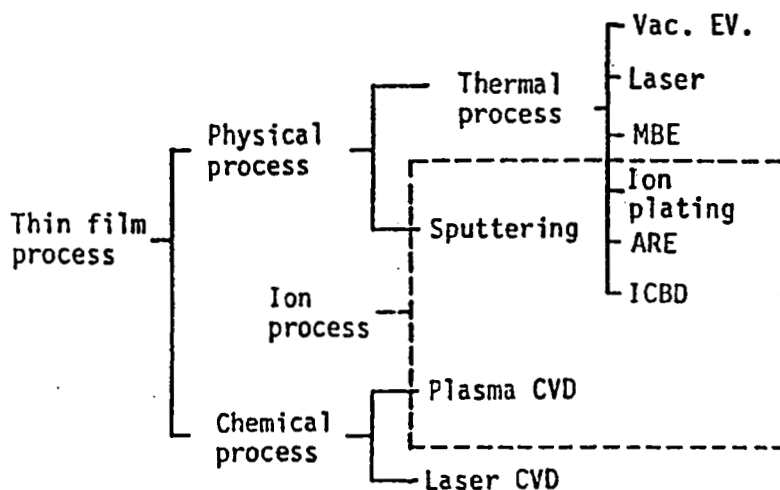
การเคลือบฟิล์มบาง (Thin Film) ในสุญญากาศครั้งแรกทำโดย Bunsen และ Grove ในปี ค.ศ.1852 ทั้งนี้ การเคลือบในสุญญากาศหรือการเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางในระดับนาโนเมตร อาจกล่าวได้ว่า “ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ” ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมาย เช่น งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ เช่น สารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำ และฟิล์มตัวต้านทาน หรืองานด้านทัศนศาสตร์ เช่น เลนส์ กระจกสะท้อนแสง กระจกสะท้อนความร้อน เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้วิธีการเคลือบฟิล์มบางในการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการศึกษาศสมบัติทางกายภาพของวัสดุในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางอย่างไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน (Bulk) เพราะฉะนั้นข้อมูลเหล่านี้มีประโยชน์อย่างมากต่อการพัฒนาวัสดุเพื่อนำไปใช้ในอุตสาหกรรม

การเคลือบฟิล์มบางเป็นกระบวนการที่ทำให้สารเคลือบตกเคลือบลงบนผิววัสดุรองรับที่ต้องการ ซึ่งสามารถทำได้ทั้งกระบวนการทางเคมีหรือกระบวนการทางฟิสิกส์ โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

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

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ



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

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่

1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New Species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธี Plasma CVD และ วิธี Laser CVD เป็นต้น

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

สำหรับการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้นจะอาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวของสารเคลือบตั้งต้น แล้วฟุ้งกระจายวิ่งไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ แล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธีหลักๆ (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ และธนิสธา รัตน์ะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะฟุ้งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้านอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radio Frequency Heating) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้นิยมใช้เคลือบสารไดอิเล็กทริก (Dielectric) เช่น แมกนีเซียมไดฟลูออไรด์ (MgF_2) หรือ ออกไซด์ (Oxide) ของโลหะที่มีสมบัติโปร่งใสบนวัตถุที่ต้องการ

เคลือบ เช่น เลนส์กล้องถ่ายรูป แว่นตาและกระจกเลเซอร์ ฯลฯ สำหรับข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นการพอกพูนของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบเกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยอนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ อีกทั้งยังมีพลังงานสูงดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งกระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวลงในเนื้อวัสดุมากกว่าวิธีการระเหยสารทำให้การยึดเกาะดีมาก (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และ ธนัสถา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

เมื่อผิวหน้าของวัสดุถูกระดมยิงด้วยอนุภาคพลังงานสูงจะทำให้เกิดการสีกกร่อนและมิอนุภาคที่ผิวหน้าของวัสดุนั้นหลุดมา เนื่องจากการชนของอนุภาคพลังงานสูงกับอนุภาคที่ผิวหน้า ปรากฏการณ์ที่อนุภาคผิวหน้าวัสดุหลุดออกมานี้เรียกว่า สปัตเตอริง (Sputter) หรือสปัตเตอริง (Sputtering) กระบวนการสปัตเตอริงนี้ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อ 100 กว่าปีที่ผ่านมาโดย grove ซึ่งในขณะนั้นสปัตเตอริงเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดความเสียหายกับคาโทดและกริดในหลอดดิสชาร์จแต่ปัจจุบันมีการนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางเช่น การทำความสะอาดผิวหน้า (Surface Cleaning) การกัดเซาะ (Etching) การวิเคราะห์ชั้นผิวหน้าของวัสดุ (Surface Layer Analysis) และการเคลือบฟิล์มบาง

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสputtering (ภาพที่ 2-2) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

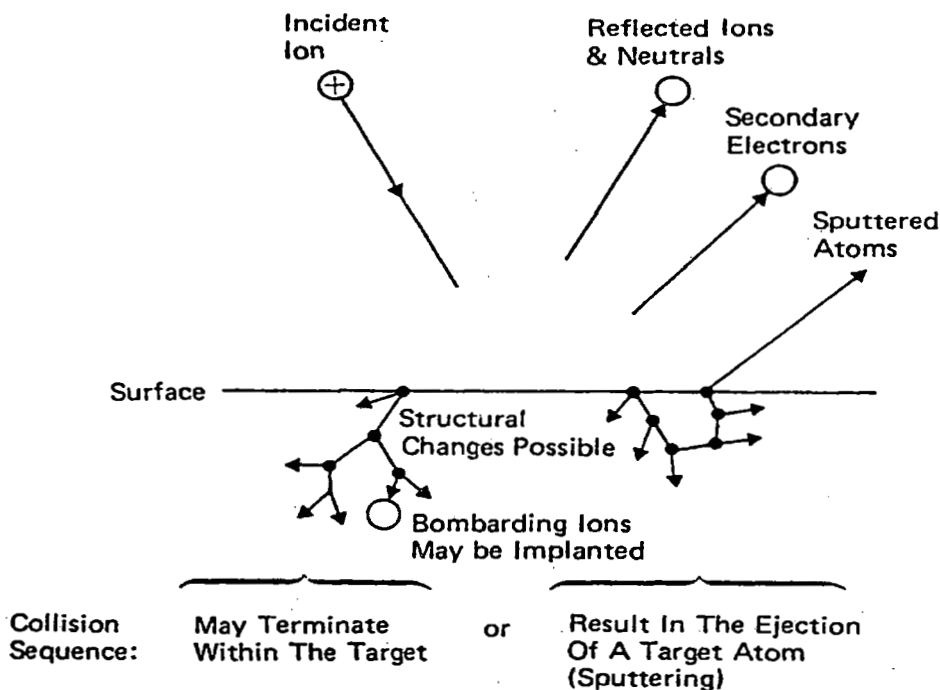
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

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

1.4 การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวนี้นว่า Altered Surface Layer

1.5 การสputtering (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการสputtering



ภาพที่ 2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

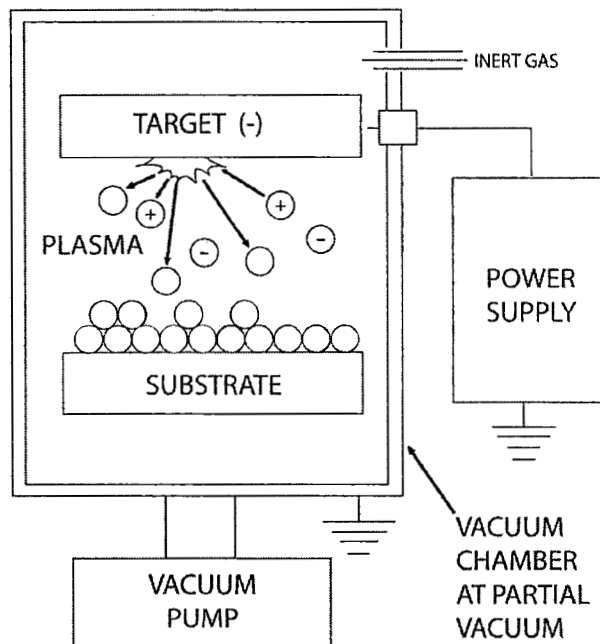
2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

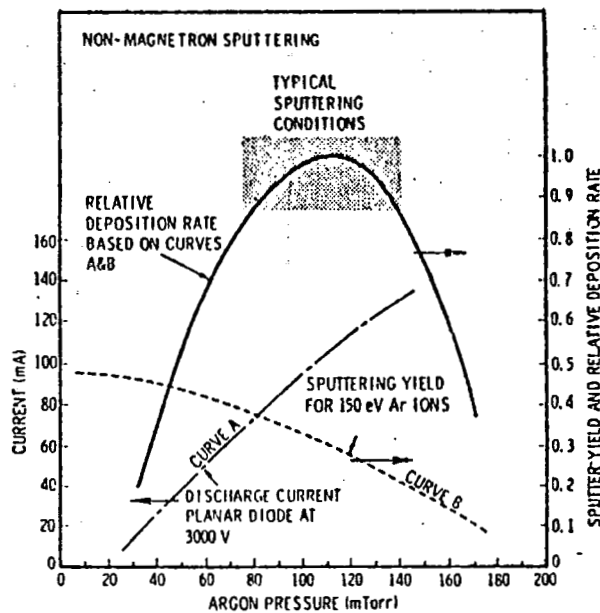
2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

2.3 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอริง

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอริง ง่ายที่สุด แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-3 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิสธา รัตน์, 2547; Bunshah, 1982; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณนอกที่ฟิโกล์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโกลว์ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดิสชาร์จ กระบวนการไอออไนเซชันจะรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้ที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาตรน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอริงอีก



ภาพที่ 2-3 ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบ ดีซี สปีดเตอร์ริง

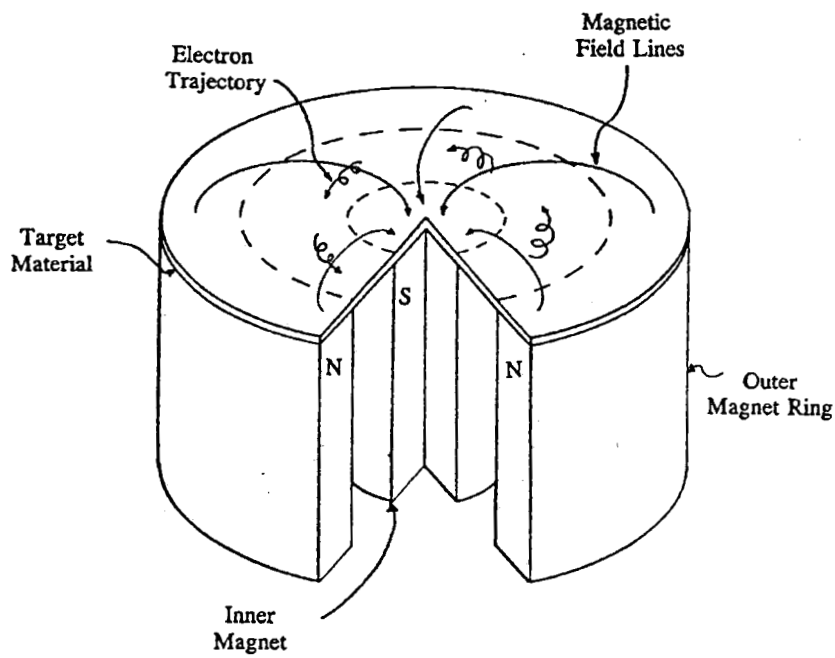


ภาพที่ 2-4 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปีดเตอร์ริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

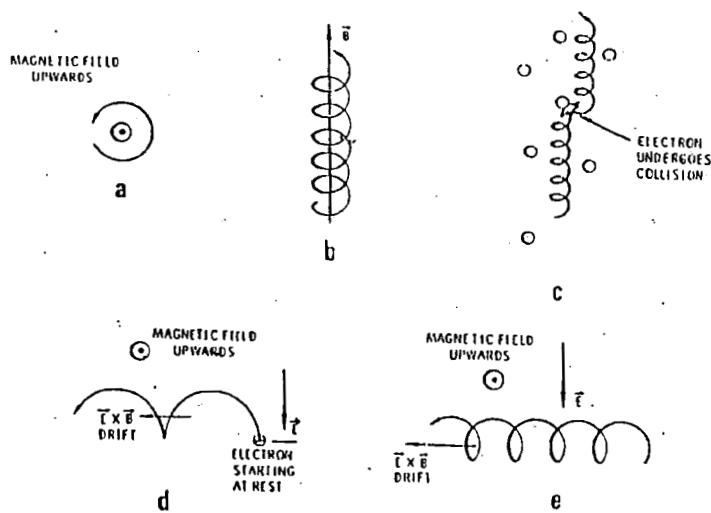
ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะอาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงใน ภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของยิลด์จากการสปัตเตอริงมีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างยิลด์และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่าอัตราการสปัตเตอริงมีค่าสูงเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอริงคือบริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$ ซึ่งค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิสสา รัตนะ, 2547)

2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง

อัตราการเกิดสปัตเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างยิลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มยิลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปัตเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ 1.33×10^{-5} mbar นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปัตเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิสสา รัตนะ, 2547) ต่อมามีการพัฒนาระบบใหม่คือ ระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศทางกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-6) ทำให้การไอออไนซ์อะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย



รูปที่ 2-5 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Bunshah, 1994)



รูปที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็ก
อย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า
ร่วมกันในลักษณะต่างๆ (Bunshah, 1994)

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (ภาพที่ 2-6 (a)) ด้วยรัศมี

$$r = \frac{3.37 \sqrt{W}}{B} \quad (2-2)$$

เมื่อ W คือพลังงานของอิเล็กตรอนในหน่วย eV

B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss หมุนด้วยความถี่ไซโคลตรอน

$$\nu = 2.8 \times 10^6 \text{ Hz}$$

ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ 2.8×10^6 Hz ภาพที่ 2-6 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็กอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส ภาพที่ 2-6 (c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าเรียกว่าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (Drift motion) มีค่าเท่ากับ

$$V_E = \frac{10^8 E}{B} \quad (2-3)$$

เมื่อ E คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/ cm

B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss

กรณีสนามไฟฟ้าบริเวณคาร์คสเปซมีค่าประมาณ 1,000 V/ cm และสนามแม่เหล็กมีค่าประมาณ 100 gauss จะให้ค่าความเร็วลอยเลื่อน (Drift Velocity) เท่ากับ 107 m/ s ซึ่งเป็นค่าที่ค่อนข้างสูงกรณีพลังงานเริ่มต้นของอิเล็กตรอนมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเป็นรูป Cycloid ดังภาพที่ 2-6 (d) ถ้าอิเล็กตรอนมีพลังงานเริ่มต้นสูงกว่าพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน จะอยู่ในแนววงกลมซ้อนกันดังแสดงในภาพที่ 2-6 (e) พฤติกรรมที่ปรากฏต่ออิเล็กตรอนนี้จะเด่นชัดมาก ถึงแม้จะใช้สนามแม่เหล็กมีค่าน้อย ๆ ระหว่าง 50 - 500 gauss แต่มีผลในการเบี่ยงเบนแนวทางการเดินของไอออน (ซึ่งมีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก) อย่างไม่เด่นชัด

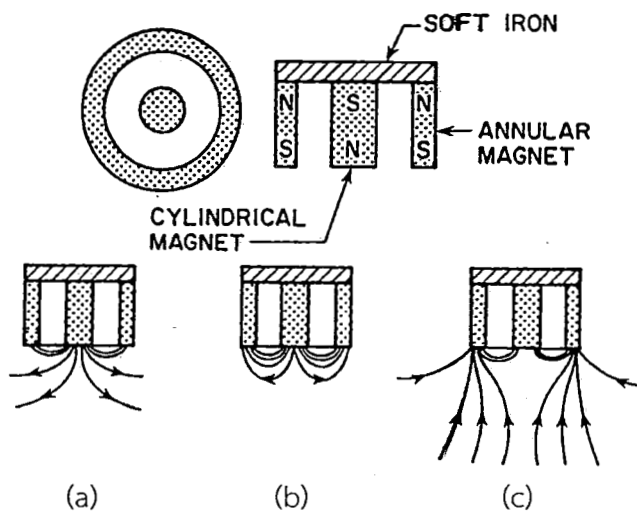
2.5 ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

ถ้ามีการระดมยิงไอออนระหว่างการเกิดฟิล์มจะเป็นการเปลี่ยนแปลงฟิล์มหลายอย่างเช่น พฤติกรรม การเกิดนิวเคลียส (Nucleation Behaviour) สัณฐานวิทยา (Morphology) องค์ประกอบ (Composition) ทิศทางการจัดเรียงตัว และสมบัติเชิงกล เป็นต้น ในกรณีแมกนีตรอน สปีดเตอริง ไอออนที่ใช้ในการระดมยิง วัสดุรองรับจะมาจากประจุไฟฟ้าที่อยู่รอบวัสดุรองรับ ซึ่งทำได้โดยการจ่ายศักย์ลบประมาณ 1 - 500 V ให้กับวัสดุรองรับ อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสที่ฟิล์มหรือผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับ ระบบดีซี แมกนีตรอน ปกติจะมีค่าต่ำประมาณ 0.05 - 0.10 ไอออน/อะตอมสารเคลือบ (Rohde & Munz, 1991)

สำหรับการเคลือบแข็ง (Hard coating) ฟิล์มบางที่ต้องการนั้นจะต้องมีช่องว่าง (Voids) ในเนื้อฟิล์ม น้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion) และทนต่อการขัดสี (Wear Resistance) มากยิ่งขึ้น โดยการลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้สามารถทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอส ให้กับวัสดุรองรับ แต่ก็จะทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (Defects) ภายในเกรน (Grain) ของฟิล์ม มากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุ รองรับลดลง ปัญหานี้สามารถแก้ได้โดยการเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออน (อัตราส่วนของไอออน/ อะตอมสารเคลือบ) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (Unbalanced Magnetron Sputtering) (Rohde & Munz, 1991; Sproul, 1992)

ระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่า การติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทดของระบบสปีดเตอริงปกติ นั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากหรือน้อยกว่าอีกด้านหนึ่งแล้ว สนามแม่เหล็กที่คาโทดจะมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับนั้น มีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรงการจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจ แบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-7 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-7 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-7 (b))

ถ้าจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-7 (a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วนไอออน/ อะตอม สารเคลือบประมาณ 0.25 : 1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-7 (c) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่า เพิ่มขึ้นทำให้อัตราส่วนไอออน/ อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้นคือประมาณ 2 : 1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ ไบแอสต่ำ) ปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่นำแนวคิดนี้ไปประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย ซึ่งมีทั้งที่ใช้แม่เหล็กแบบ ถาวรและแม่เหล็กไฟฟ้า จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ที่ระบบเคลือบใช้อันบาลานซ์ฟลันาร์ แมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบไททาเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุ รองรับประมาณ 200.0 mm โดยใช้ความต่างศักย์ไบแอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าสามารถทำให้ได้ความ หนาแน่นกระแสสูงถึง 6.0 mA/cm^2 ซึ่งสูงมากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม (Munz, 1991)



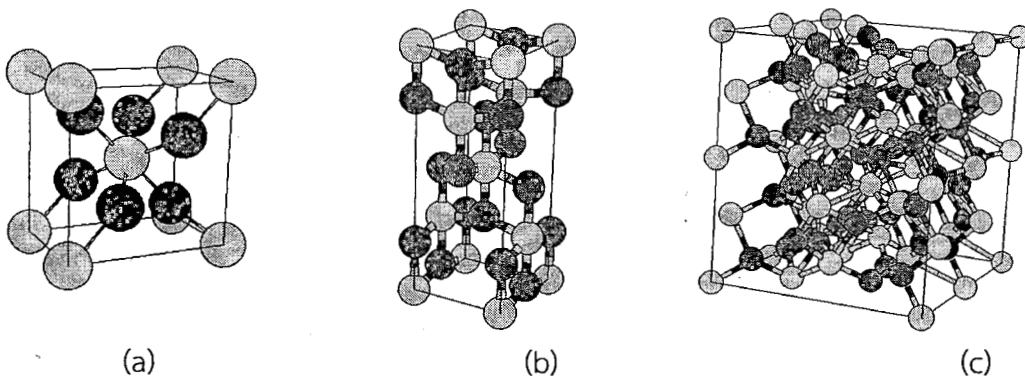
ภาพที่ 2-7 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง
(Rickerby & Matthews, 1991)

หากพิจารณาเปรียบเทียบระบบสปีดเตอร์ริงทั้ง 3 ระบบจะพบว่าในกรณีระบบสปีดเตอร์ริงปกติ นั้นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการไอออไนซ์จะวิ่งไปจับที่แอโนดโดยไม่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสปีดเตอร์ริงเลย ดังนั้นเพื่อให้ระบบสปีดเตอร์ริงมีประสิทธิภาพมากขึ้นจึงมีแนวคิดที่จะนำอิเล็กตรอนเหล่านี้เข้ามาช่วยในกระบวนการสปีดเตอร์ริงซึ่งทำได้โดยการใช้สนามแม่เหล็กช่วยจึงเกิดระบบแมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง ซึ่งเป็นที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยทำให้เกิดอิเล็กตรอนบริเวณหน้าคาโทดเพิ่มขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะมีส่วนช่วยทำให้กระบวนการสปีดเตอร์ริงคงอยู่อย่างต่อเนื่อง จากอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งทำให้เกิดการไอออไนซ์อะตอมแก๊สเฉื่อยสูงขึ้น นอกจากนี้สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบมีลักษณะเป็นการชนแบบซ้ำ ๆ ต่อเนื่องกันทำให้เกิดอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมาในปริมาณมากขึ้นซึ่งทำให้เกิดการสปีดเตอร์ริงมากตามไปด้วย แต่ก็ยังมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงซึ่งสามารถจะหลุดออกจากอำนาจของสนามแม่เหล็กนี้ได้ซึ่งจะวิ่งเข้าหาขั้วแอโนดโดยทันที สำหรับในระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง นั้นอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดออกจากสนามแม่เหล็กจะถูกยึดไว้ด้วยเส้นแรงแม่เหล็กส่วนเกินของระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นทางโค้งไปตามเส้นแรงแม่เหล็กเข้าชนกับอะตอมของแก๊สเฉื่อยและเกิดการไอออไนซ์เป็นพลาสมาชุดที่สองบริเวณผิวหน้าของวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่นกระแสที่วัสดุรองรับมีค่าสูงกว่าในระบบแมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง ปกติมาก (ประมาณ $5.0 - 10.0 \text{ mA/cm}^2$ ปกติมีค่าน้อยกว่า 1.0 mA/cm^2) โดยพลาสมาที่เกิดขึ้นนี้จะมีส่วนช่วยในการเคลือบฟิล์มที่เรียกว่า Ion-Assisted Deposition ซึ่งจะให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความหนาแน่นสูงและมีการยึดติดดีมาก (Munz, 1991)

2.6 ไททาเนียมไดออกไซด์

โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์เกิดจากอะตอมของไททาเนียมจับกับอะตอมของออกซิเจน ซึ่งการจับกันมีอยู่ด้วยกันหลายลักษณะ เพราะไททาเนียมมีประจุเป็น Ti^0 , Ti^{2+} , Ti^{3+} และ Ti^{4+} ส่วนออกซิเจนมีประจุเป็น O_2^- ทำให้มีโอกาสรวมกันเป็น TiO ที่มีโครงสร้างเป็นเฟสเซ็นเตอร์ คิวบิก (Face Center Cubic, Fcc) (TiO_x ($0.9 \leq x \leq 1.5$)) ซึ่งเป็นฟิล์มที่มีความแข็งแรงมาก Ti_2O_3 มีโครงสร้างเป็นไตรโกนอล (Trigonal) และ TiO_2 มีโครงสร้างเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal) ซึ่งเป็นฟิล์มที่มีดัชนีหักเหสูง เป็นต้น โครงสร้างเหล่านี้มีการจับตัวกันด้วยพันธะผสมของไอออนิก (Ionic) โคเวเลนต์ (Covalent) และพันธะโลหะ (Metallic) ฟิล์มเหล่านี้มีลักษณะที่โปร่งแสง สีของฟิล์มเปลี่ยนตามโครงสร้าง นั่นคือเปลี่ยนตามปริมาณออกซิเจนที่ให้ โดยค่อยๆ เปลี่ยนจากสีเหลืองทอง (Golden Yellow) คือ TiO_{1+x} ($0 \leq x \leq 0.25$) ไปเป็นน้ำตาล (Brown) ไปเป็นสีน้ำเงินเข้ม (Dark Blue) และไปเป็นโปร่งใสไม่มีสี (Transparent) คือ TiO_{1+x} ($0.95 \leq x \leq 1$) (Bally, Hones, Sanjines, Schmid, & Levy, 1998)

ไททาเนียมไดออกไซด์ว่าเป็นสารประกอบออกไซด์ชนิดหนึ่งที่มีความน่าสนใจจากกลุ่มวิจัยทั่วโลก เนื่องจากมีสมบัติที่น่าสนใจหลายประการโดยเฉพาะอย่างยิ่งสมบัติทางแสง อาทิ สมบัติการส่งผ่านแสง มีค่าดัชนีหักเหสูง มีเสถียรภาพทางเคมี (Jin, Miao, Tanemura, Xu, Tazawa, and Yoshimura, 2003) ทำให้มีการนำไปใช้อย่างกว้างขวางทั้งในงานด้านทัศนศาสตร์และการเคลือบเพื่อปกป้องผิว รวมทั้งงานทางด้านเส้นใยแก้วนำแสง ปกติไททาเนียมไดออกไซด์มี 3 เฟส ได้แก่ รูไทล์ อนาเทส และ บรูไกท์ เฟสอนาเทสและเฟสรูไทล์มีโครงสร้างผลึก (Crystal Structure) เป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ส่วนเฟสบรูไกท์มีโครงสร้างเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) ซึ่งเหมาะสำหรับงานต่างๆ กันเช่น เฟสอนาเทส มีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง นิยมนำมาใช้ด้านสิ่งแวดล้อม เช่น กระจกที่มีสมบัติโฟโตคะตะลิส ส่วนเฟสรูไทล์ จะมีความสามารถในการทำอุปกรณ์ที่ใช้ในร่างกาย เช่น ลินหัวใจเทียม เป็นต้น



ภาพที่ 2-8 เฟสของไททาเนียมไดออกไซด์

(a) เฟสรูไทล์

(b) เฟสอนาเทส

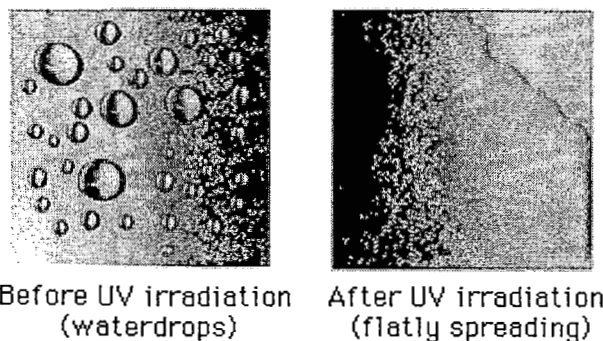
(c) เฟสบรูไกท์

2.7 สมบัติไฮโดรฟิลิก

ไฮโดรฟิลิกเป็นสมบัติสำคัญของกระจกทำความสะอาดด้วยตัวเอง โดย พรนภา สุจริตรกุล (2548) อธิบายไว้ว่าเมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต น้ำที่เกาะบนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ไม่สามารถคงตัวอยู่เป็นหยดน้ำได้ แต่กระจายเป็นฟิล์มบางๆ ปกคลุมผิวอย่างสม่ำเสมอทำให้กระจกนั้นแห้งได้อย่างรวดเร็วโดยไม่ทิ้งรอยหรือคราบสิ่งสกปรกให้เห็น ส่งผลให้กระจกไม่เป็นฝ้าฉาบเนื่องจากมุมสัมผัสของกระจกที่เคลือบด้วยฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ มีค่าต่ำมากจนเป็นศูนย์ ที่เรียกว่า สภาพไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (Super-Hydrophilicity) ปกติพื้นผิวของกระจกเมื่อมีความชื้นในอากาศมาสัมผัสก็จะเกิดเป็นหยดน้ำเล็กจำนวนมากมาเกาะได้ง่าย ทำให้เกิดเป็นฝ้าขุ่นมัว และโดยทั่วไปแล้วมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวของกระจกมีค่าอยู่ที่ประมาณ 20-30 องศา หยดน้ำบนผิวจึงคงสภาพเป็นหยดดังภาพที่ 2-9

สมบัติไฮโดรฟิลิกของไททาเนียมไดออกไซด์ พิจารณาจากค่ามุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับวัสดุรองรับ ซึ่งแบ่งเป็น (1) ไฮโดรฟิลิก (Hydrophilic) และ (2) ไฮโดรโฟบิก (Hydrophobic) โดยสภาพไฮโดรฟิลิกมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำน้อยกว่า 90 องศา (Mardare, Luca Teodorescu, & Macovei, 2007) ถ้ามุมสัมผัสมีค่าน้อยกว่า 5 องศา เรียกว่า สภาพไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (Super-Hydrophilic) (Zhao et al., 2005) ในขณะที่สภาพไฮโดรโฟบิกมุมสัมผัสมีค่ามากกว่า 90 องศา และถ้ามุมสัมผัสมีค่ามากกว่า 150 องศา จะเรียกว่า สภาพไฮโดรโฟบิกยิ่งยวด (Super-Hydrophobic) (McHale, Shirtcliffe, & Newton, 2004)

สำหรับกลไกในการเกิดสภาพไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ Guan (2005) ได้อธิบายไว้ดังนี้ สภาพไฮโดรฟิลิกของไททาเนียมไดออกไซด์นั้นเกิดขึ้นเมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งเป็นสารกึ่งตัวนำได้รับแสงอัลตราไวโอเล็ต ทำให้เกิดคู่ของอิเล็กตรอนกับโฮล โดยอิเล็กตรอนจะรีดิวซ์ $Ti(IV)$ Cation เป็น $Ti(III)$ ส่วนโฮลจะออกซิไดซ์ซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน (O_2^-) และในกระบวนการนี้จะทำให้อะตอมของออกซิเจนหลุดออกจนเกิดสภาวะขาดออกซิเจน (Oxygen Vacancy) ขึ้น ดังนั้นโมเลกุลของน้ำจึงสามารถเข้ามาแทนที่บริเวณดังกล่าวจนทำให้เกิดการดูดซับหมู่ไฮดรอกซิล (OH) ซึ่งหมู่ดังกล่าวจะช่วยให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีสภาพไฮโดรฟิลิก



ภาพที่ 2-9 สภาพไฮโดรฟิลิกของกระจกเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ก่อนและหลังสัมผัสแสง UV

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Chen et al. (2004) ศึกษาการเจือไนโตรเจนในฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนแผ่นอลูมิเนียมด้วย วิธี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง (Reactive Magnetron Sputtering) และให้อุณหภูมิแผ่นอลูมิเนียมเท่ากับ 300°C นำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวโดยใช้เทคนิค AFM และทดสอบสมบัติโฟโตคะตะไลติก โดยพิจารณาจากเปอร์เซ็นต์การลดลงของ benzamide จากการศึกษพบว่าฟิล์มบางมีโครงสร้างผลึกของเฟสอนาเทสและรูไทล์ ซึ่งเปอร์เซ็นต์ของโครงสร้างผลึกเฟสอนาเทสมีมากกว่า และเมื่อเพิ่มเปอร์เซ็นต์ของไนโตรเจน ทำให้เปอร์เซ็นต์ของโครงสร้างผลึกเฟสอนาเทสลดลงและเพิ่มขึ้น เกรนของฟิล์มบางมีขนาดใหญ่ขึ้น และฟิล์มบางแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกได้ดีขึ้น โดยที่เปอร์เซ็นต์ของไนโตรเจนเท่ากับ 80% ฟิล์มบางแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกดีที่สุด

Vaz et al. (2004) ศึกษาการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ไนไตรด์ที่มีสี โดยวิธี อาร์เอฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง ภายใต้การเปลี่ยนแปลงของตัวแปรต่างๆ เช่น การให้ศักย์ไบแอสและอัตราการไหลของแก๊สไวปฏิกิริยา ผลการศึกษาพบว่าสีของฟิล์มเปลี่ยนจากสีทองสว่าง (Shiny golden) เนื่องจากมีปริมาณออกซิเจนต่ำ (ลักษณะของฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์) ถึงสีน้ำเงินเข้มเนื่องจากมีปริมาณออกซิเจนสูง องค์ประกอบของฟิล์มวิเคราะห์โดยเทคนิค Rutherford backscattering spectrometry (RBS) ผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงให้เห็นการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกแบบ face-centred-cubic ระบาย (111) (ไทเทเนียมไนไตรด์มีค่าคงที่แลตทิซประมาณ 0.429 nm) และการกระจายของเฟสออกไซด์ (oxide phases) ผลการวัดความแข็งด้วยเทคนิค Nanoindentation พบว่าความแข็งของฟิล์มอยู่ระหว่าง 20 และ 40 GPa ซึ่งขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม ความเค้นอัดของฟิล์มมีค่าอยู่ระหว่าง -0.5 และ -0.6 GPa

Silveyra et al. (2005) ศึกษาการเจือไนโตรเจนด้วยวิธีทางความร้อน (Thermal Treatment) ในฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) โดยกำหนดให้อุณหภูมิในการ treatment เท่ากับ 600, 700 และ 800°C แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย XRD วัดสมบัติทางแสงและทดสอบสมบัติโฟโตคะตะไลติกของสารละลายฟีนอลด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ จากการศึกษาพบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นเฟสอนาเทส โดยมีโครงสร้างผลึกเฟสอนาเทสและรูไทล์เท่ากับ 80% และ 40% ตามลำดับ ทั้งนี้เมื่อให้อุณหภูมิ treatment เพิ่มขึ้น พบว่าอัตราส่วนของโครงสร้างผลึกเฟสอนาเทสระบาย 101 ต่อโครงสร้างผลึกเฟสรูไทล์ระบาย (110) มีค่าลดลง แถบพลังงานมีค่าลดลงอยู่ในช่วง 2.88 – 3.01 eV นอกจากนี้ที่อุณหภูมิ treatment เท่ากับ 600°C พบว่าฟิล์มบางแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกดีที่สุด

Herman, Sicha, and Musil (2006) ศึกษาลักษณะเฉพาะและวิธีการเตรียมการเจือไนโตรเจนในฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง จากเป้าสารเคลือบไทเทเนียม (Ti) ในแก๊สผสมของ $\text{Ar}/\text{O}_2/\text{N}_2$ โดยไม่ให้ความร้อนแก่วัสดุรองรับ การสเปกโตรฟิล์มไทเทเนียมออกซิไนไตรด์ใช้ระบบ Dual magnetron แหล่งจ่ายไฟแบบ dc bipolar pulsed ปริมาณของไนโตรเจนในฟิล์มไทเทเนียมออกซิไนไตรด์มีอยู่ในช่วง 5 ถึง 40 at.%. โครงสร้างของฟิล์มวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) ช่องว่างแถบพลังงาน (Optical Band Gap) คำนวณจาก Tauc plot และการลดลงของมุมสัมผัส (α_p) หลังการฉายแสงอัลตราไวโอเลตขึ้นอยู่กับปริมาณของไนโตรเจน (N at.%) ฟิล์มไทเทเนียมออกซิไนไตรด์มีสีเหลืองเมื่อปริมาณของไนโตรเจนสูงประมาณ 8 at.% ซึ่งทำให้ช่องว่างแถบพลังงานมีค่าลดลงเป็น 2.7 eV การเจือไนโตรเจนในฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ในปริมาณที่น้อยกว่า 6 at.% ทำให้ฟิล์มที่ได้ใส มีผลกระทบนานาโน (เฟสอานาเทส+รูไทล์)

Wong, Chou, and Yang (2006) ศึกษาการเจือไนโตรเจนในฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_xN_y) เตรียมโดยวิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง ของเป้าสารเคลือบไทเทเนียมในแก๊สผสมอาร์กอน, ออกซิเจนและไนโตรเจน ไนโตรเจนที่ก่อตัวในฟิล์มตามสัดส่วนของแก๊สไนโตรเจน (F_{N_2}) มี 2 แบบคือ ไนโตรเจนที่เข้าไปในเฟสอานาเทสของไททาเนียและไนโตรเจนที่เข้าไปในเฟสไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) สัดส่วนของแก๊สไนโตรเจนมีค่าจาก 0 ถึง 0.57 ฟิล์ม TiO_xN_y มีโครงสร้างอานาเทสเมื่อมีไนโตรเจนระหว่าง 1.0 ถึง 1.4 at.% และฟิล์มแสดงการเลื่อนไปทางสีแดง ไปยังความยาวคลื่นประมาณ 500 nm จากการดูดกลืนแสงประมาณ 380 nm ของการไม่เจือไทเทเนียมไดออกไซด์ การเจือไนโตรเจนในฟิล์มอย่างรวดเร็ว ไนโตรเจนไอออนที่มีพลังงานในพลาสมาจะทำให้ฟิล์มที่ได้มีสมบัติความเป็นโพโตคะตะไลติกในช่วงตามองเห็น เมื่อสัดส่วนของแก๊สไนโตรเจนมากกว่า 0.75 ทำให้ปริมาณไนโตรเจนมี 20.8 at.% ซึ่งทำให้เกิดฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ที่มีลักษณะทึบและทำลายการเกิดโพโตคะตะไลติก

Chiu et al. (2007) ศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติโพโตคะตะไลติกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วย วิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนอยู่ในช่วง 0 -20 ml/min และให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับเท่ากับ -50 V พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นเฟสอานาเทส และมีโครงสร้างผลึกเฟสรูไทล์ปนอยู่เล็กน้อย และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มบางมีความเป็นผลึกลดลง เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น ความหนาแน่นลดลง ความขรุขระมีค่าเพิ่มขึ้น และที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 20 ml/min พบว่าเกรนมีขนาดเล็กและจัดเรียงตัวกันอยู่หนาแน่น ทั้งนี้การเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนทำให้แถบพลังงานมีค่าลดลงโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 3.15 – 3.35 eV ฟิล์มบางแสดงสมบัติโพโตคะตะไลติกมากขึ้นและลดลงโดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 ml/min ฟิล์มบางแสดงสมบัติโพโตคะตะไลติกได้ดีที่สุด

Luca et al. (2007) ศึกษาการผลของความดันของแก๊สไนโตรเจนที่เจือไปในฟิล์มบาง $\text{TiO}_{2-x}\text{N}_x$ ที่เคลือบด้วยวิธี อาร์ เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง จากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD และทดสอบสมบัติไฮโดรฟิลิกด้วยการวัดมุมสัมผัส จากการศึกษพบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเฟสผสมของออสติเนียนและอนาเทสกับรูไทล์ เมื่อความดันของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นส่งผลให้ weight percent ของโครงสร้างผลึกเฟสอนาเทสเพิ่มขึ้นและลดลงโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0 – 50 % แถบพลังงานมีค่าเพิ่มขึ้นและลดลงโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 3.01 – 3.20 eV ทั้งนี้ยังพบว่าฟิล์มบางที่ผ่านการเจือทั้งหมดจะส่งผ่านแสงในช่วงตามองเห็นแต่ส่งผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นอัลตราไวโอเล็ตลดลงอย่างมาก และยังแสดงสภาพชอบน้ำแบบยิ่งยวดเมื่อได้รับแสงอัลตราไวโอเล็ตจนถึงแสงในช่วงตามองเห็นได้

Park and Heo (2007) ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ด้วยวิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง เพื่อนำไปใช้ในการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับขนาดใหญ่ จากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปอบอ่อนในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 300 – 500 °C และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วัดความหนาและลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค FE-SEM วัดค่าความหยาบผิวด้วยเทคนิค AFM สูดท้ายศึกษาสมบัติทางแสงและสมบัติโฟโตคะตะไลติกด้วยเครื่องUV-vis spectrophotometer จากการศึกษพบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นเฟสอนาเทส และเมื่ออุณหภูมิอบอ่อนเพิ่มขึ้น พบโครงสร้างผลึกเฟสรูไทล์ ลักษณะพื้นผิวใกล้เคียงกัน ฟิล์มบางมีความหยาบผิวลดลงโดยมีค่าความหยาบผิวอยู่ระหว่าง 13.2 – 15.9 Å นอกจากนี้เมื่อเจือด้วยไนโตรเจนพบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้เกิดเลื่อนไปทางสีแดงและแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกที่ความยาวคลื่นในช่วงตามองเห็นได้

Hernández-Rodríguez et al. (2008) ศึกษาการเจือไนโตรเจนในฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_xN_y) เตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง จากเป่าสารเคลือบไทเทเนียม (Ti) ในแก๊สผสมอาร์กอนออกซิเจนและไนโตรเจน องค์ประกอบของฟิล์มแปรตามอัตราการใช้ $\text{O}_2 : \text{N}_2$ โครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) และ UV-vis spectroscopy ตามลำดับ สเปกตรัมรังสีเอกซ์สำหรับอัตราการใช้ $\text{O}_2 : \text{N}_2$ ที่แตกต่างกันแสดงถึงการเกิดฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์มีความเป็นผลึกมากขึ้นเมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนในแคมเบอร์ต่ำสุด ปริมาณไนโตรเจนในแคมเบอร์เปลี่ยนเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นเฟสอนาเทส สำหรับปริมาณแก๊สไนโตรเจนสูงสุด diffractogram แสดงเฟสไทเทเนียมไนไตรด์ในฟิล์มเท่านั้น ค่าการส่งผ่านแสงและค่าช่องว่างแถบพลังงานเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราการใช้ $\text{O}_2 : \text{N}_2$ เพิ่ม และเมื่ออัตราการใช้ $\text{O}_2 : \text{N}_2$ ต่ำสุด ฟิล์ม TiO_xN_y มีลักษณะทึบและการดูดกลืนแสงเปลี่ยนเป็นค่าต่ำ

Liu et al. (2008) ศึกษาโครงสร้างและสมบัติโฟโตคะตะไลติกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยเคลือบด้วยวิธี อาร์ เอฟ รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สเปตเตอริง เป็นเวลา 90 นาที กำลังไฟฟ้าในการเคลือบเท่ากับ 75, 95 และ 130 W จากเทคนิค XRD พบว่า ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกต่ำ และเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ฟิล์มบางทั้งหมดมีความเป็นผลึกมากขึ้นโดยมีโครงสร้างผลึกเฟสอานาเทส แต่มีความเป็นผลึกน้อยกว่าฟิล์มที่ไม่ได้เจือด้วยไนโตรเจน ทั้งนี้ค่า d-spacing ยังลดลงด้วย จากเทคนิค SEM พบว่าการเจือไนโตรเจนเป็นการทำลายความเป็นผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ นอกจากนี้เมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้นฟิล์มบางมีความหนาเพิ่มขึ้น แลပ်พลังงานลดลงโดยมีค่าอยู่ในช่วง 2.7 – 3.11 eV สุดท้ายเมื่อนำฟิล์มบางไปทดสอบสมบัติโฟโตคะตะไลติก พบว่าฟิล์มบางที่เจือแล้วแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกที่ความยาวคลื่นในช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ตลดลง แต่เมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ฟิล์มบางแสดงสมบัติโฟโตคะตะไลติกที่ความยาวคลื่นในช่วงตามองเห็นได้ดีขึ้น

Prabakar et al. (2008) ศึกษาการเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สเปตเตอริง จากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วัดความหนาด้วยเครื่อง Surface Profiler วัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปคโตรมิเตอร์และทดสอบสมบัติโฟโตคะตะไลติกด้วยเทคนิค FTIR จากการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นเฟสอานาเทสโดยมีโครงสร้างผลึกเฟสรูไทล์ปนอยู่เล็กน้อย และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าฟิล์มมีความเป็นผลึกมากขึ้นและลดลง มีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงขึ้นและมีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่ำลง มีค่าแลပ်พลังงานอยู่ระหว่าง 2.8 – 3.1 eV โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มบางมีค่าแลပ်พลังงานต่ำที่สุดและการดูดกลืนแสงเปลี่ยนจากความยาวคลื่น 390 nm ไปเป็น 490 nm.

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ วัสดุและอุปกรณ์ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบาง

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ ระบบ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอร์ริง (ภาพที่ 3-1)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (target) ไททานเนียม ความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระดาษแผ่นเรียบ สำหรับทดสอบการเคลือบ
- แผ่นซิลิกอน สำหรับใช้หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสเปดเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สออกซิเจน (99.995%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)
- แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สเจือ (Doped Gas)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก ใช้เครื่อง X-ray Diffractometer Bruker รุ่น D8 โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) (ภาพที่ 3-2)

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) (ภาพที่ 3-3)

2.3 Spectrophotometer สำหรับวัดค่าการส่งผ่านแสงในช่วง 200-2500 nm ใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น UV-VIS-NIR 3600 (Shimadzu Co., Ltd) (ภาพที่ 3-4)

3. การทดสอบสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบาง

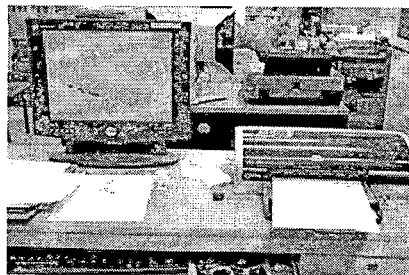
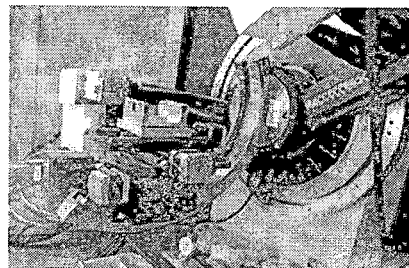
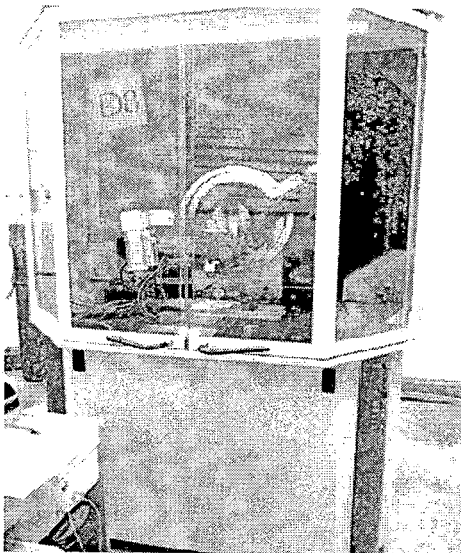
3.3 เครื่องวัดมุมสัมผัส สำหรับวัดมุมสัมผัสของน้ำที่หยดบนผิวหน้าของฟิล์ม เพื่อศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิก เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองคือ เครื่องวัดมุมสัมผัส รุ่น (Erma Tokyo) (ภาพที่ 3-5)

3.4 ชุดฉายแสง สำหรับเหนี่ยวนำให้ฟิล์มเกิดสมบัติไฮโดรฟิลิก เป็นกล่องแสงปิดสนิท มีแท่นวางชิ้นงาน ใช้หลอด UV และ หลอดฟลูออเรสเซนต์ เป็นแหล่งกำเนิดแสง (ภาพที่ 3-6)

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131



ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอกตีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอร์ที่ใช้ในงานวิจัย



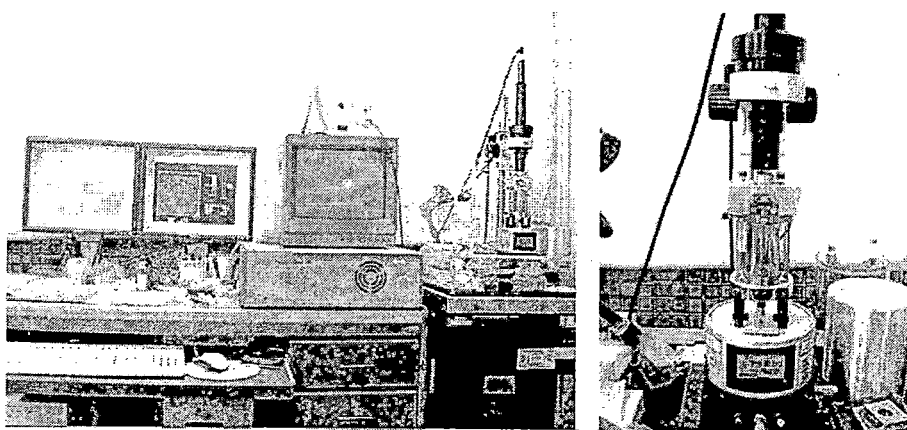
ภาพที่ 3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer

580.4275

๗๖๔๘๓

๓. 3

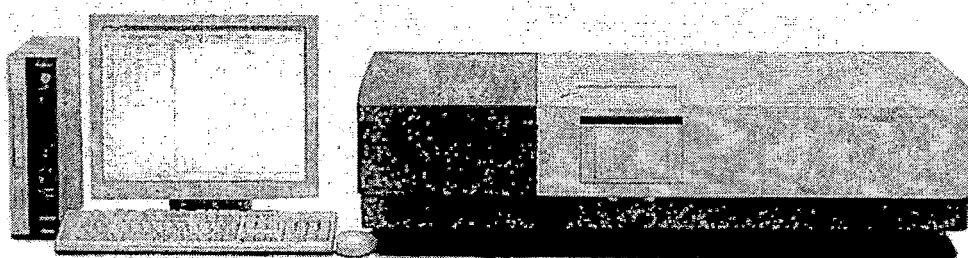
335576



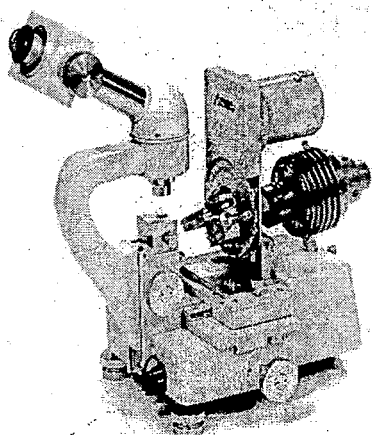
(a)

(b)

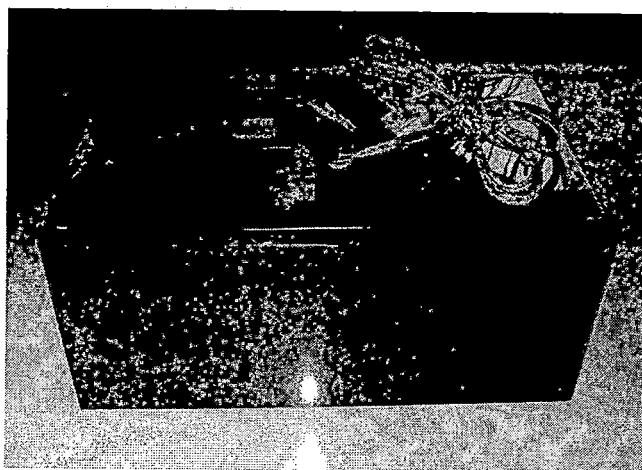
ภาพที่ 3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope



ภาพที่ 3-4 เครื่อง Spectrophotometer



ภาพที่-3-5 ชุดวัดมุมสัมผัส



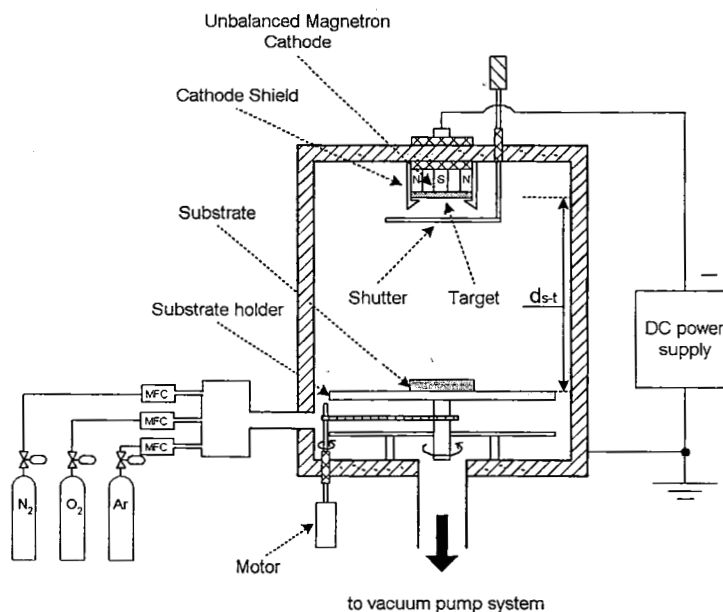
ภาพที่ 3-6 กล่องแสงสำหรับกระตุ่นฟิล์ม

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกทีฟ ดีซี สปีดเตอริง

ฟิล์มบางในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอน สปีดเตอริง ด้วยเทคนิครีแอกทีฟสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในห้องเคลือบให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating Parts) ดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจาก สแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วย เครื่องสูบบแบบแพรโอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบล้าง สำหรับ การวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผล รุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251 ภาพที่ 3-7 เป็นไดอะแกรมของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนในการเตรียมฟิล์มบาง ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 54.0 mm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าไททาเนียม (99.97%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ภาคจ่ายความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็น แก๊สสปีดเตอริง ใช้แก๊สออกซิเจนและแก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไอพฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-7 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

3.3 การสร้างสภาวะสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มในห้องเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จำเป็นต้องลดความดันในห้องเคลือบให้อยู่ในภาวะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ $10^{-3} - 10^{-5}$ mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคั่งค้างของแก๊สในห้องเคลือบ โดยสร้างภาวะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร์ไอหมุนหลังด้วยเครื่องสูบลโรตารีที่ต่อเข้ากับห้องเคลือบด้วยท่อและมีวาล์วควบคุม การปิด-เปิดดังแสดงในภาพที่ 3-8 สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

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

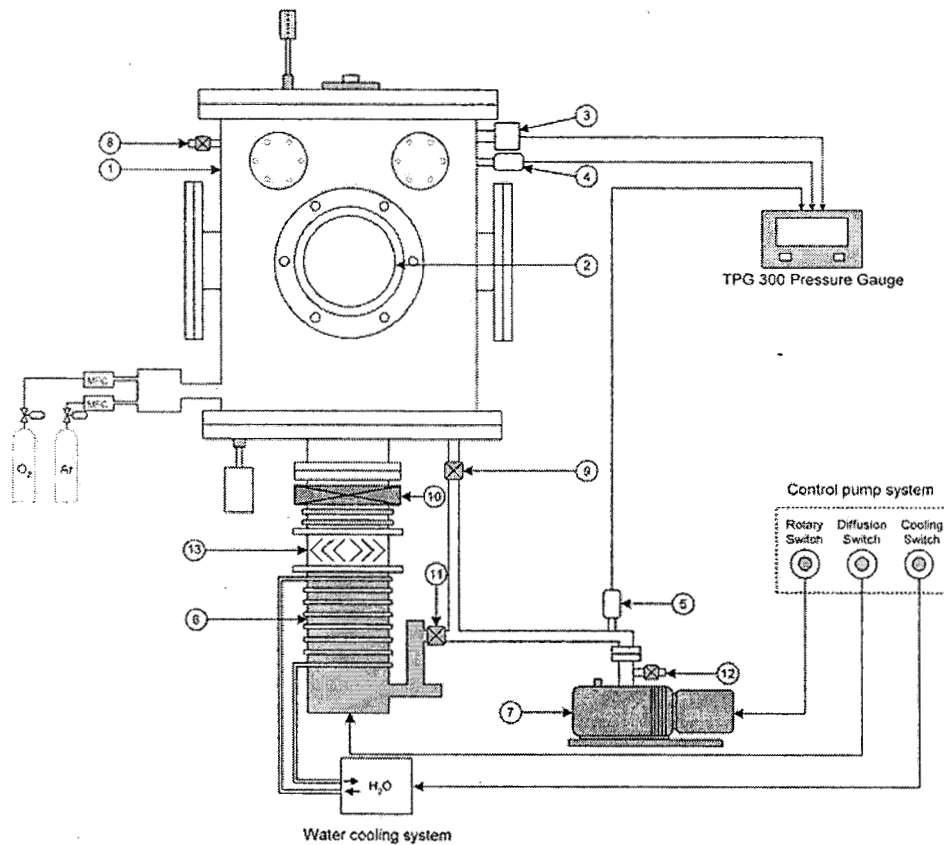
3. สูบอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ โดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร์ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร์ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที

4. ระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในห้องเคลือบ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจสอบความดันในห้องเคลือบยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ห้องเคลือบ จนความดันในห้องเคลือบเท่ากับความดันบรรยากาศ จากนั้นทำการเปิดฝาครอบห้องเคลือบออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในห้องเคลือบโดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากห้องเคลือบ จนความดันในห้องเคลือบมีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูงในห้องเคลือบ ด้วยเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบบแบบแพร์ไอสูบลอากาศออกจากห้องเคลือบเพื่อทำความดันในห้องเคลือบให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในห้องเคลือบมีค่าประมาณ 3×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางต่อไป



ภาพที่ 3-8 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบลู่วสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง

1. ห้องเคลือบ (Vacuum Chamber)
2. หน้าต่าง (Window)
3. มาตรวัดความดันแบบเพนนิ่ง (Penning Gauge)
4. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge)
5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge)
6. เครื่องสูบลู่วแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump)
7. เครื่องสูบลู่วกลโรตารี (Rotary Pump)
8. วาล์วปล่อย (Vent Valve)
9. วาล์วหยาบ (Roughing Valve)
10. วาล์วสุญญากาศสูง (High Vacuum Valve)
11. วาล์วท้าย (Backing Valve)
12. วาล์วปล่อย (Vent Valve)
13. แบลฟเฟิล (Baffle)

3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางแบ่งเป็น 4 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การสร้างสภาวะสุญญากาศ : เริ่มจากนำวัสดุรองรับ (substrage) หรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบเข้าห้องเคลือบ โดยวางบนแท่นวางชิ้นงานซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบ (d_{sp}) ได้ตามต้องการ เลื่อนชัตเตอร์มาปิดระหว่างวัสดุรองรับและเป้าสารเคลือบ จากนั้นเป็นการสร้างสภาวะสุญญากาศโดย ลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้น (P_0) เท่ากับ 5×10^{-5} mbar

2. การทำความสะอาดหน้าเป้า : ขั้นนี้เป็นการทำ pre-sputtering หน้าเป้าสารเคลือบในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน เพื่อทำความสะอาดหน้าเป้าก่อนการเคลือบจริง โดยปิดชัตเตอร์ไว้เพื่อป้องกันไม่ให้สารเคลือบที่หลุดออกจากหน้าเป้าขณะทำ pre-sputtering ใช้เวลาประมาณ 5 นาที

3. การเคลือบฟิล์มบาง : ขั้นนี้เป็นการเคลือบชิ้นงานตามที่ต้องการภายหลังการทำความสะอาดหน้าเป้าโดยการ pre-sputtering แล้ว โดยเริ่มจากการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบเพื่อทำการเคลือบ ในขั้นนี้หากต้องการควบคุมความดันรวมขณะเคลือบ (P_t) สามารถทำได้โดยการปรับวาล์วสุญญากาศสูงของเครื่องเคลือบเพื่อเพิ่มหรือลดอัตราการสูบของเครื่องสูบ เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ (ปกติกำหนดให้เท่ากับ 5×10^{-3} mbar) จากนั้นจึงจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงให้แก่คาโทด เพื่อสร้างสารเคลือบจากกระบวนการโกล์ดติสซาร์จ (ชัตเตอร์ยังปิดอยู่ ขั้นนี้สามารถกำหนดกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบโดยการแปรค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่คาโทด ซึ่งสามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าให้คงที่ หรือศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ก็ได้ขึ้นกับเงื่อนไขในการทดลอง) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จึงเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมบันทึกค่ากระแสไฟฟ้า (I) ค่าศักย์ไฟฟ้า (V) และค่าความดันรวม (P_t) ขณะเคลือบ หลังเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์มตามระยะเวลาที่กำหนด (t) ปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ปิดการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบแล้วปล่อยอากาศเข้าห้องเคลือบ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

4. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบ แล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

3.5 การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

การวิเคราะห์ฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษามีรายละเอียดดังนี้

1. โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบาง ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ลักษณะพื้นผิวและความหนา โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่เคลือบแล้ว มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เกิดขึ้น โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 65^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้นำไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารในฐานข้อมูล JCPDS

1.2 การหาขนาดผลึก โดยคำนวณตามสมการของ Scherrer จากความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซ หาจากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มจากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้

1.4 การหาความหนาของฟิล์ม นำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่เคลือบแล้วไปวัดความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา

1.5 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่เคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

2. สมบัติทางแสงของฟิล์มบาง ขั้นนี้คำนวณหาค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มบางด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์วัดค่าการส่งผ่านแสงบนกระจกสไลด์ที่เป็นวัสดุรองรับ แล้วนำมาคำนวณหา ดัชนีหักเหสัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

3.6 แนวทางการทดลอง

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้เพื่อศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ทั้งนี้แนวทางการทดลองโดยรวมของงานวิจัยนี้คือ (1) ศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส (2) ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน รวมถึงสมบัติต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง (3) ศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ได้ (4) ศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ได้ รายละเอียดดังนี้

การทดลองที่ 1 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส

วัตถุประสงค์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส แบ่งออกเป็น 2 การทดลองย่อยดังนี้

การทดลองที่ 1.1 ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนในการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 5 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm, 10 sccm และ 15 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 7×10^{-3} mbar ใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป่าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	7×10^{-3}
ระยะระหว่างเป่าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	5
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	5, 10, 15
เวลาเคลือบ (min)	90

การทดลองที่ 1.2 ผลของความดันรวม

วัตถุประสงค์ เพื่อหาความดันรวมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์

เฟสอเนกเทศ

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าความดันรวมในการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 5 : 15 sccm แปรค่าความดันรวมควบคุมความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar, 5×10^{-3} mbar, 7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar ตามลำดับ และใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที (ตารางที่ 3-2)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าความดันรวม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	3×10^{-3} , 5×10^{-3} , 7×10^{-3} , 9×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	5
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	15
เวลาเคลือบ (min)	90

การทดลองที่ 2 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน มีการทดลองดังนี้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 5 : 15 sccm แปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0 sccm, 1 sccm, 2 sccm และ 3 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมให้คงที่เท่ากับ 7×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที (ตารางที่ 3-3)
2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	7×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	5
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	0, 1, 2, 3
เวลาเคลือบ (min)	90

การทดลองที่ 3 สมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. การศึกษาสมบัติทางแสง และแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยนำฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์ จากการทดลองที่ 2 ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

2. นำค่าการส่งผ่านแสงที่ได้มาคำนวณหา ดัชนีหักเห และสัมประสิทธิ์การดับสูญ ด้วยวิธี Envelope ส่วนแถบพลังงานคำนวณจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง จากสมการ $\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^m$ เมื่อ $m = 2$ (Indirect Allowed Transition) (Chiu et al., 2007) โดยค่าแถบพลังงาน (E_g) มีค่าเท่ากับ จุดตัดบน แกน x ของกราฟระหว่าง $(\alpha h\nu)^{1/2}$ กับ $h\nu$

การทดลองที่ 4 สมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. ทดสอบสมบัติไฮโดรฟิลิกของกระจกไม่เคลือบฟิล์ม โดยนำกระจกไปฉายรับแสงยูวี และแสงฟลูออเรสเซนซ์ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยในระหว่างการฉายแสงนำกระจกไม่เคลือบฟิล์มออกมาวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกทุก ๆ 1 ชั่วโมง

2. ทดสอบสมบัติไฮโดรฟิลิกของกระจกเคลือบฟิล์ม โดยนำกระจกไปฉายรับแสงยูวี และแสงฟลูออเรสเซนซ์ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยในระหว่างการฉายแสงนำกระจกไม่เคลือบฟิล์มออกมาวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกทุก ๆ 1 ชั่วโมง

บทที่ 4

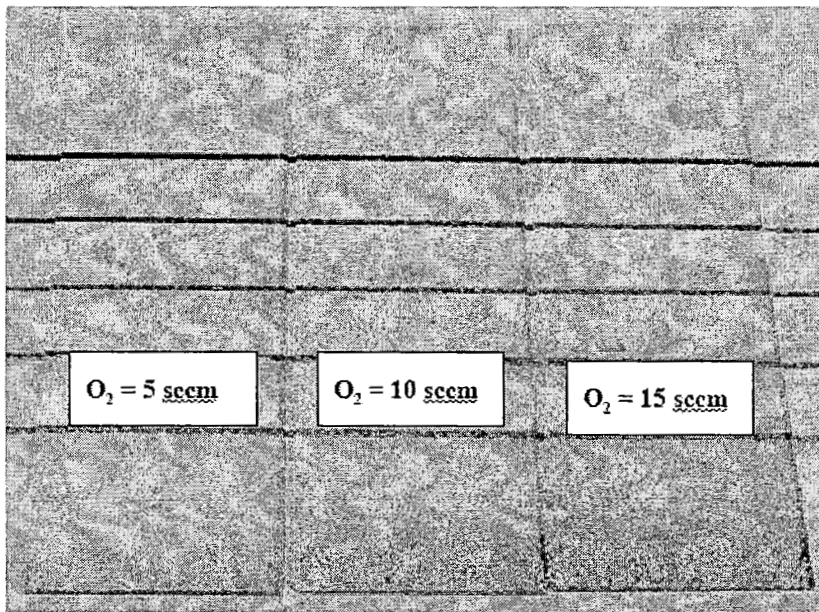
ผลและอภิปรายผล

4.1 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส

ส่วนนี้เป็นการนำเสนอผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้จากวิธีอีพ็อกซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน และ (2) ผลของความดันรวม ดังนี้

1. ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

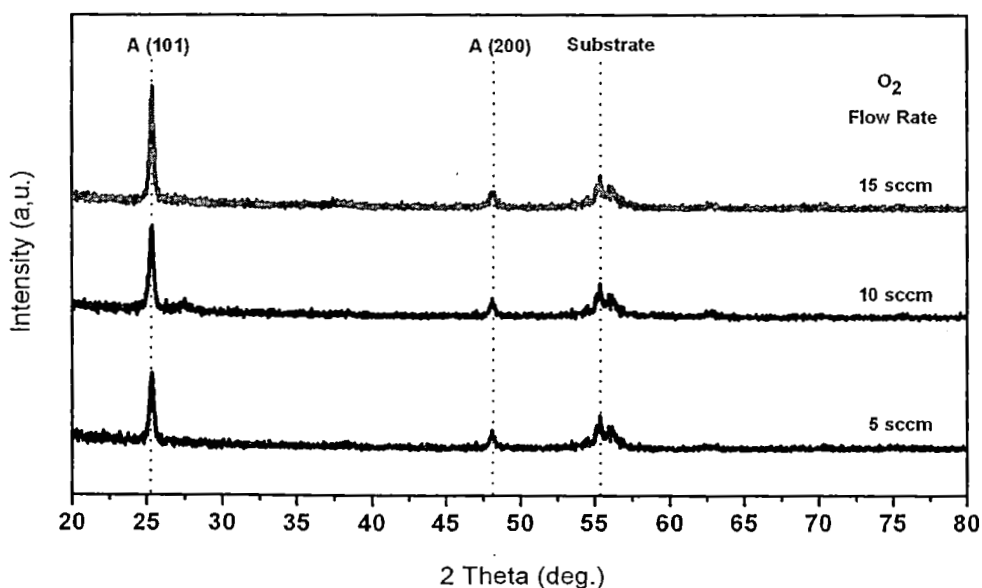
1.1 ลักษณะทางกายภาพ ฟิล์มบางที่เคลือบได้จากการแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจน พบว่าฟิล์มมีลักษณะใส ส่องผ่านแสงได้ดี มีสีม่วง หรือเขียวอ่อน ๆ เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สออกซิเจน ดังแสดงในภาพที่ 4-1



ภาพที่ 4-1 ลักษณะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

1.2 โครงสร้างผลึก ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° และ 47.98° ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4921 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลที่เฟสอานาเทรสนาบ (101) และ เฟสอานาเทรสนาบ (200) ตามลำดับ และเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นเป็น 10 sccm และ 15 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมเดิมทั้งหมด แต่ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° เฟสอานาเทรสนาบ (101) มีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 15 sccm ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางเฟสอานาเทรสนาบ (101) มีค่าสูงสุด โดยที่มุม 56.50° เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของธาตุซิลิกอนซึ่งเป็นวัสดุรองรับ

โครงสร้างผลึกของฟิล์ม จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทุกเงื่อนไขมีเฟสอานาเทรสนาบ (101) และเฟสอานาเทรสนาบ (200) โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เฟสอานาเทรสนาบ (101) มีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สออกซิเจน โดยที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 15 sccm มีความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zeman and Takabayashi (2002) ซึ่งเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีสปีดเทอริงแล้วพบว่าความดันย่อยแก๊สออกซิเจนซึ่งคุมด้วยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์ม คือ เมื่อความดันย่อยแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ซึ่งมีเฟสอานาเทรสนาบ (101) มีค่าเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ จากสมการการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเฟสอานาเทส คือ a มีค่าอยู่ในช่วง 3.784 Å - 3.785 Å และ c มีค่าอยู่ในช่วง 9.365 Å - 9.534 Å ตรงตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4921 ของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ($a = 3.777$ Å และ $c = 9.501$ Å) ดังตารางที่ 4-1

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ คำนวณจากสมการของ Scherrer พบว่าขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สออกซิเจน เมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น โดยมีค่าอยู่ในช่วง 54.28 nm - 65.14 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-2 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zeman and Takabayashi (2002) ที่เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีสปีดเทอริง แล้วพบว่า เมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น ผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มีขนาดใหญ่ขึ้น

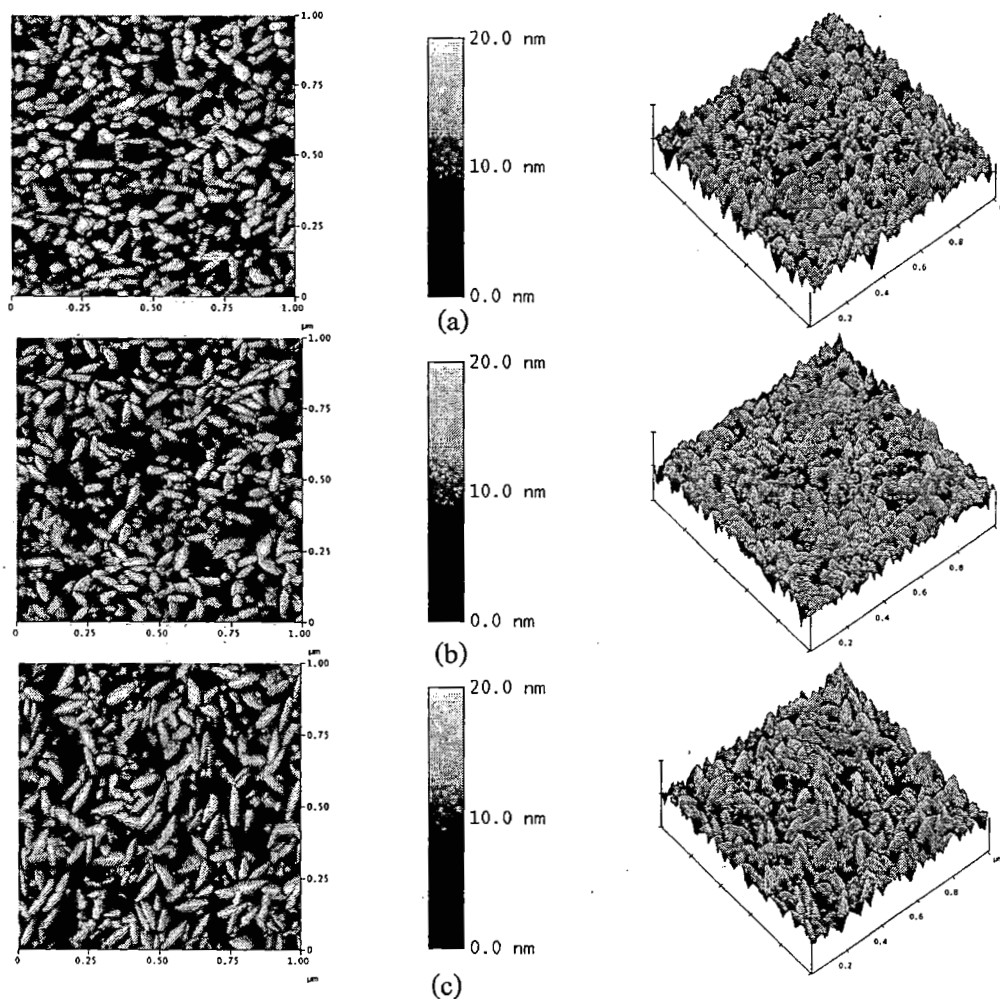
ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน JCPDS (89-4921)	อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)		
		5	10	15
a (Å)	3.777	3.784	3.784	3.785
c (Å)	9.501	9.499	9.534	9.365

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	FWHM (องศา)	ขนาดผลึก (nm)
5	0.150	54.28
10	0.145	56.15
15	0.125	65.14

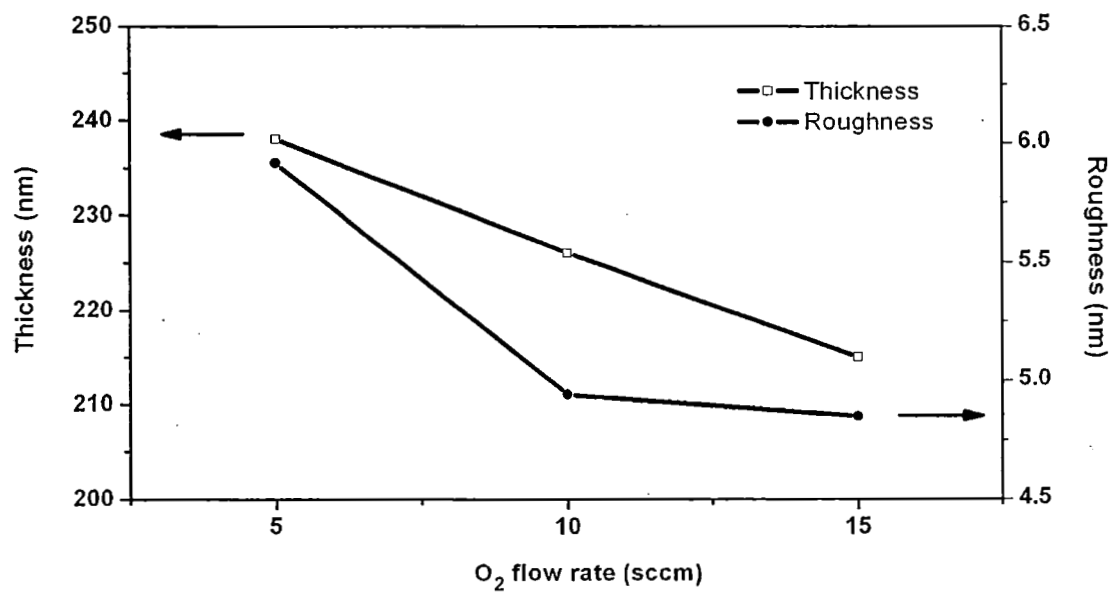
1.3 ความหนาและลักษณะพื้นผิว ภาพที่ 4-3 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm และ 10 sccm เกรนมีลักษณะเล็กแหลม เมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นเป็น 15 sccm เกรนเริ่มมีขนาดใหญ่ เรียว และแหลมขึ้น สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์ม พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นจาก 5 sccm เป็น 15 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาและความหยาบผิวลดลงจาก 238 nm เป็น 215 nm และ 5.92 nm เป็น 4.85 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-3



ภาพที่ 4-3 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์
ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ
(a) 5 sccm (b) 10 sccm (c) 15 sccm

ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์
ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
5	238	5.92
10	226	4.94
15	215	4.85



ภาพที่ 4-4 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่
อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

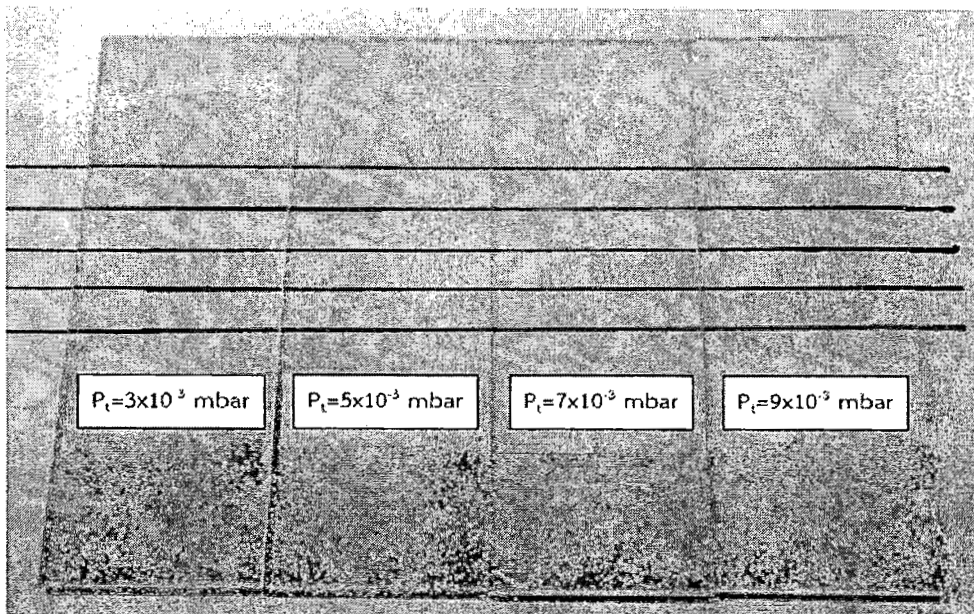
ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าลักษณะเกรนของฟิล์มเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหล แก๊สออกซิเจนที่เพิ่มขึ้น โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm และ 10 sccm เกรนมีลักษณะเล็กแหลม และเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นเป็น 15 sccm เกรนเริ่มมีขนาดใหญ่ เรียว และแหลมขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ อติสร บุรณวงศ์ (2551) ที่เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียม ไดออกไซด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์แล้วพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น ฟิล์มมีเกรนโตขึ้น แต่ขัดแย้งกับ งานวิจัยของ Toku et al. (2008) ที่ศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ แล้วพบว่าเมื่อความดันย่อยแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น ขนาดเกรนของฟิล์มเล็กลง

ความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์ม มีค่าลดลงจาก 238 nm เป็น 215 nm สอดคล้องกับงานวิจัยของ Hunsche, Vergohl, and Ritz (2005) ซึ่งพบว่าความหนาฟิล์มมีค่าลดลงตามความดันย่อยแก๊สออกซิเจนที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่อปริมาณของ แก๊สออกซิเจนในระบบมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สออกซิเจนนั้น ส่งผลให้อัตราการสปัตเตอร์ของ เป้าสารเคลือบลดลง เนื่องจากเมื่อแก๊สออกซิเจนมีปริมาณมาก อาจทำให้เกิดสารประกอบออกไซด์ที่หน้า เป้าสารเคลือบ เป็นผลให้เป้าสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมของไทเทเนียมที่จะทำ ปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจน แล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบางเคลือบบนผิววัสดุรองรับน้อยลงด้วย เป็นผลให้ ฟิล์มมีความหนาลดลง

ความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นความหยาบผิว มีค่าลดลงจาก 5.92 nm เป็น 4.85 nm สอดคล้องกับงานวิจัยของ Toku et al. (2008) ที่ศึกษาผลของ ความดันย่อยแก๊สออกซิเจนต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ แล้วพบว่าเมื่อความดันย่อยแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลง เนื่องจากเมื่อความดัน ย่อยแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น สารเคลือบที่ตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับจะมีความบริสุทธิ์มากขึ้น ส่งผลให้พื้นผิว ของฟิล์มมีความสม่ำเสมอและความหยาบผิวลดลง

2. ผลของความดันรวม

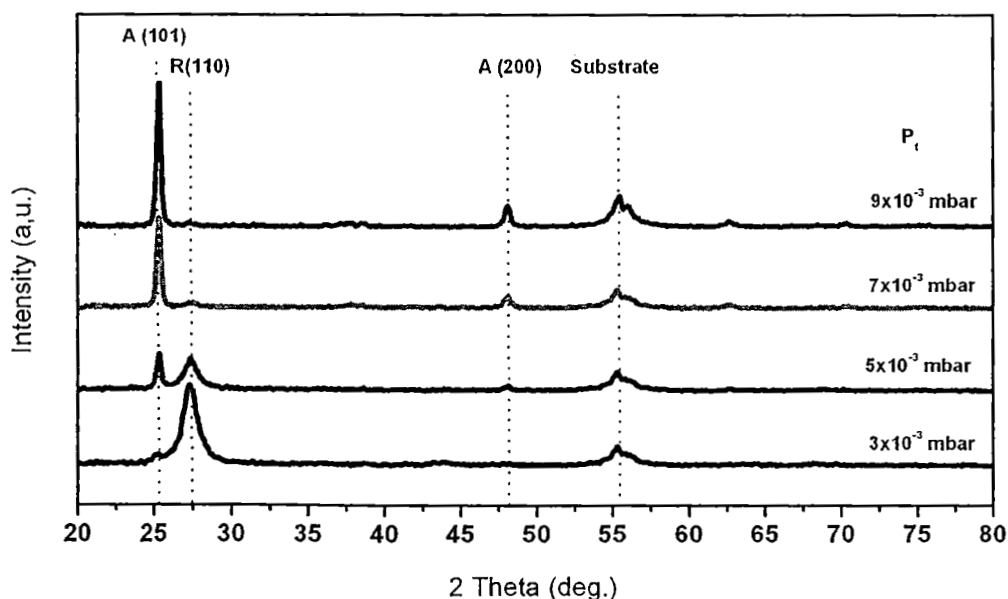
2.1 ลักษณะทางกายภาพ ฟิล์มบางที่เคลือบได้จากการแปรค่าความดันรวม มีลักษณะใสส่งผ่านแสงได้ดี เมื่อสังเกตสีของฟิล์มจากการสะท้อนและการส่งผ่านแสง พบว่าแสงสะท้อนที่ผิวหน้าของฟิล์มบนกระจกเป็นสีม่วงอ่อนขณะที่แสงส่งผ่านฟิล์มและกระจกเป็นสีเขียวอมฟ้า ดังแสดงในภาพที่ 4-5



ภาพที่ 4-5 ลักษณะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ

2.2 โครงสร้างผลึก ภาพที่ 4-6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่าความดันรวม พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มุม 27.28° ซึ่งตรงกับสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (JCPDS เลขที่ 89-4920) โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลเฟสรูไทล์ระนาบ (110) ที่ความดันรวมเท่ากับ 5×10^{-3} mbar พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° , 27.28° และ 47.98° ซึ่งตรงกับสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (JCPDS เลขที่ 89-4920 และ 89-4921) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลเฟสอานาเทรสนาบ (101) เฟสรูไทล์ระนาบ (110) และเฟสอานาเทรสนาบ (200) เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นเป็น 7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° และ 47.98° ซึ่งตรงกับสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (JCPDS เลขที่ 89-4921) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลเฟสอานาเทรสนาบ (101) และเฟสอานาเทรสนาบ (200)

โครงสร้างผลึกของฟิล์ม จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน พบว่าเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จะเปลี่ยนไป โดยที่ความดันรวมต่ำ (3×10^{-3} mbar) ฟิล์มที่เคลือบได้มีเฉพาะเฟสรูไทล์ เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นเป็น 5×10^{-3} mbar พบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้เป็นเฟสผสมของรูไทล์/อานาเทรสนาบ สุดท้ายที่ความดันรวมสูง (7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar) ฟิล์มที่เคลือบได้มีเฉพาะเฟสอานาเทรสนาบ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yamagishi et al. (2003) ซึ่งพบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เปลี่ยนตามความดันรวม เนื่องจาก ที่ความดันรวมต่ำ ระยะปลดการชนเฉื่อยมีค่ามาก ทำให้อะตอมสารเคลือบ (ไทเทเนียม) หรืออนุภาคของแก๊ส ที่มีพลังงานสูงสามารถเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับโดยปราศจากการชนกันทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานมากพอในการฟอร์มตัวเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ ซึ่งต้องใช้พลังงานสูงในการฟอร์มตัว ส่งผลให้การจัดเรียงตัวของอะตอมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มีเฟสรูไทล์



ภาพที่ 4-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ หาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเฟสอานาเทส คือ *a* มีค่าอยู่ในช่วง 3.780 Å - 3.784 Å และ *c* มีค่าอยู่ในช่วง 9.446 Å - 9.485 Å ตรงตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4921 ส่วนฟิล์มเฟสรูไทล์ (ความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar) ไม่สามารถคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซได้ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้เกิดเพียงระนาบเดียว ดังแสดงในตารางที่ 4-4

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์หาจากสมการของ Seherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น มีค่าอยู่ในช่วง 17.21 nm - 58.16 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-5 โดยที่ความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar ฟิล์มมีเฟสรูไทล์ ผลึกมีขนาดเท่ากับ 17.21 nm เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นเป็น 5×10^{-3} mbar ฟิล์มมีเฟสผสมของรูไทล์/อานาเทส ผลึกมีขนาดเพิ่มเป็น 58.16 nm สุดท้ายที่ความดันรวมเท่ากับ 7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar ฟิล์มมีเฟสอานาเทส ผลึกมีค่าเท่ากับ 49.35 nm และ 50.89 nm ตามลำดับ

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสที่ความดันรวมต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน JCPDS (89-4921)	ความดันรวม (mbar)			
		3×10^{-3}	5×10^{-3}	7×10^{-3}	9×10^{-3}
<i>a</i> (Å)	3.777	-	3.783	3.784	3.780
<i>c</i> (Å)	9.501	-	9.471	9.466	9.485

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ

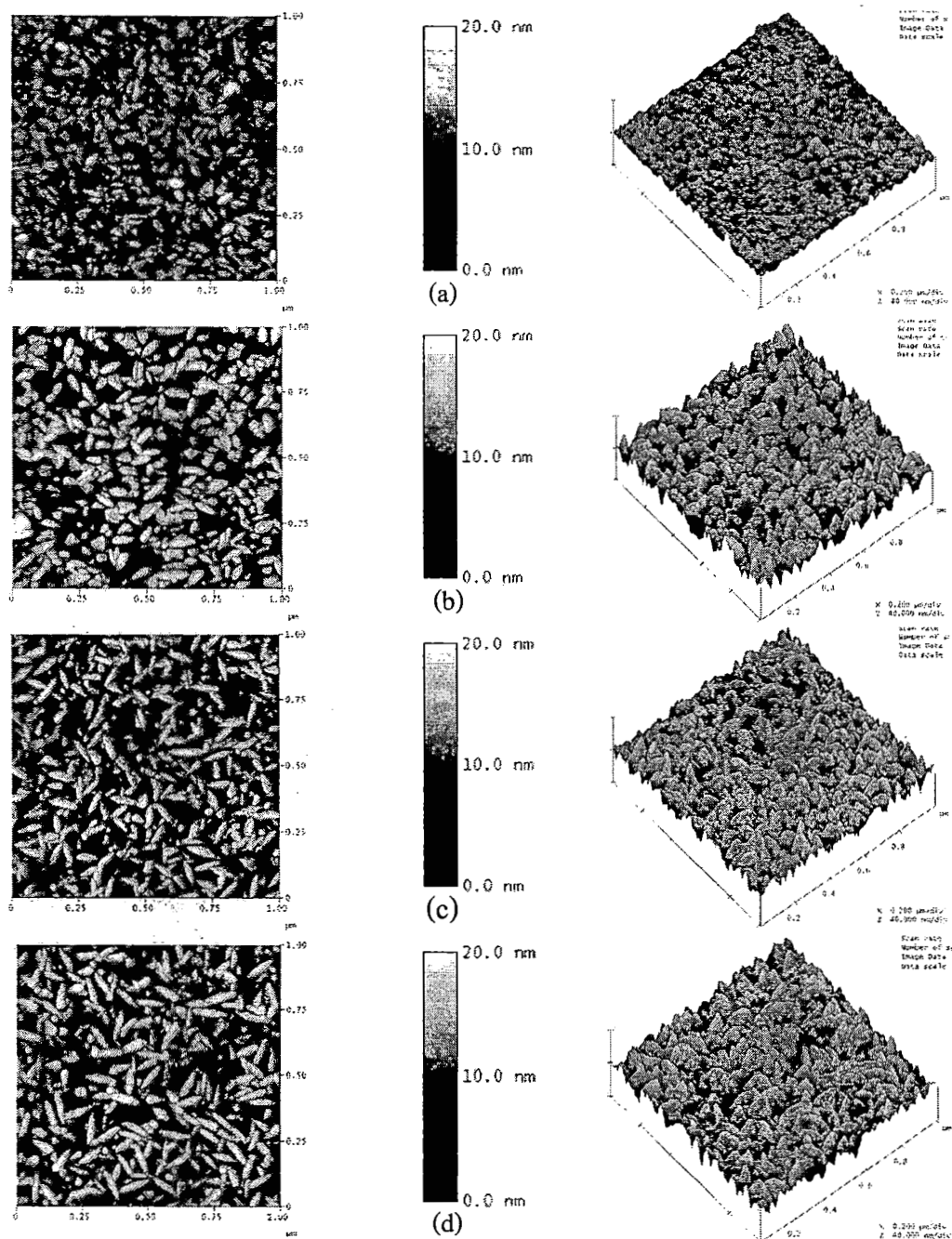
ความดันรวม (mbar)	FWHM (องศา)	ขนาดผลึก (nm)
3×10^{-3}	0.475	17.21
5×10^{-3}	0.140	58.16
7×10^{-3}	0.165	49.35
9×10^{-3}	0.160	50.89

2.3 ความหนาและลักษณะพื้นผิว ภาพที่ 4-7 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่ความดันรวมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar เกรนมีลักษณะเล็กกลมมน เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น เกรนเริ่มมีขนาดเล็ก เรียว และแหลมขึ้น สำหรับความหนาและความหยาบผิว เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นจาก 3×10^{-3} mbar เป็น 9×10^{-3} mbar ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นจาก 190 nm เป็น 220 nm ส่วนความหยาบผิวมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยยกเว้นที่ความดันรวมเท่ากับ 5×10^{-3} mbar มีความหยาบผิวสูงสุด (ตารางที่ 4-6)

ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่า ลักษณะเกรนของฟิล์มเปลี่ยนไปตามความดันรวมที่เพิ่มขึ้น โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar เกรนมีลักษณะเล็กกลมมน เมื่อความดันรวมเพิ่มเป็น 5×10^{-3} mbar, 7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar เกรนเริ่มมีขนาดเล็ก เรียว และแหลมขึ้น สาเหตุที่ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนแปลงไปนั้นเป็นผลมาจากพลังงานของสารเคลือบซึ่งขัดแย้งกับงานวิจัยของ Zhou et al. (2006) ที่อธิบายว่าพลังงานในการเคลื่อนย้ายอะตอมหรือโมเลกุลมีผลต่อขนาดเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยหากพลังงานในการเคลื่อนย้ายมาก ทำให้สามารถฟอร์มตัวเป็นฟิล์มได้ดีและมีขนาดเกรนใหญ่

ความหนาของฟิล์ม พบว่าเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นจาก 190 nm เป็น 220 nm เนื่องจากที่ความดันรวมสูง ปริมาณของแก๊สอาร์กอนในห้องเคลือบมีจำนวนมาก ส่งผลให้อิออนของแก๊สอาร์กอนสามารถสปีดเตอร์อะตอมของไทเทเนียมออกมาในปริมาณสูง และรวมตัวกับแก๊สออกซิเจนเป็นสารประกอบของฟิล์มตกลงเคลือบบนวัสดุรองรับได้มาก ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนามากขึ้น แต่ขัดแย้งกับงานวิจัยของ Sirghi, Aoki, and Hatanaka (2002) ซึ่งพบว่าความดันรวมเพิ่มขึ้น อัตราเคลือบมีค่าลดลง ส่งผลให้ความหนาของฟิล์มลดลง เนื่องจากอัตราเคลือบขึ้นกับอัตราการสปีดเตอร์และแนวโน้มจะเป็นของการชนแบบกระเจิง (Scattering Collisions) ของสปีดเตอร์อะตอมกับอะตอมของแก๊สที่อยู่รอบ ๆ

ความหยาบผิวของฟิล์ม พบว่าเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น ความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยที่ความดันรวมเท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar มีค่าความหยาบผิวสูงสุดเท่ากับ 5.9 nm เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้เป็นเฟสผสมของรูไทล์/อนาเทส ลักษณะเกรนของฟิล์มเป็นแบบแหลมสูงและหลุมลึกขนาดต่างๆ ทำให้ผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะสูง ๆ ต่ำ ๆ แตกต่างกันไป ส่งผลโดยตรงต่อค่าความหยาบผิว ส่วนที่ความดันรวมเท่ากับ 3.0×10^{-3} mbar ฟิล์มที่ได้เป็นเฟสรูไทล์ และที่ความดันรวมเท่ากับ 7.0×10^{-3} mbar และ 9.0×10^{-3} mbar ฟิล์มที่เคลือบได้เป็นเฟสอนาเทส โดยโครงสร้างผลึกของฟิล์มแต่ละแบบนี้มีผลต่อค่าความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Li et al. (2006) ที่อธิบายผลของความดันรวมต่อความหยาบผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ว่าเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นจะทำให้ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์มีความหยาบผิวเพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่อความดันรวมมีค่าเพิ่มขึ้นจะทำให้แนวโน้มในการชนกันของอนุภาคสารเคลือบเพิ่มขึ้น แต่ทำให้พลังงานของอนุภาคสารเคลือบลดลง ส่งผลให้ความสามารถในการเคลื่อนที่ของอนุภาคสารเคลือบและ Adatom บนวัสดุรองรับมีค่าลดลง จนความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้นตามไปด้วย



ภาพที่ 4-7 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโพลิเอทิลีนไดออกไซด์

ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่ความดันรวมต่าง ๆ

(a) 3×10^{-3} mbar

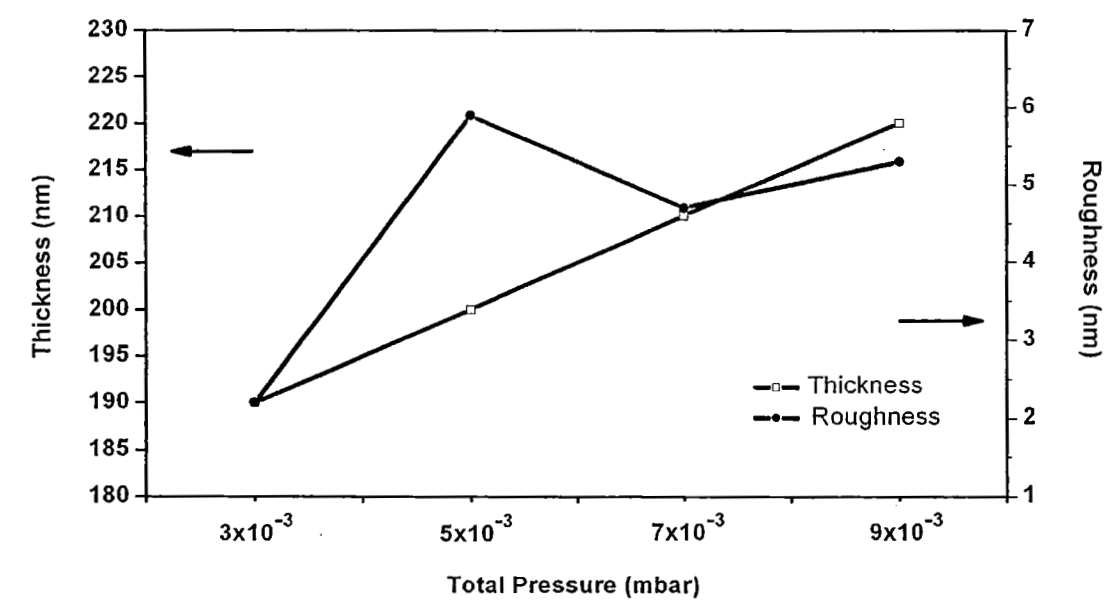
(b) 5×10^{-3} mbar

(c) 7×10^{-3} mbar

(d) 9×10^{-3} mbar

ตารางที่ 4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ

ความดันรวม (mbar)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
3×10^{-3}	190	2.2
5×10^{-3}	200	5.9
7×10^{-3}	210	4.7
9×10^{-3}	220	5.3



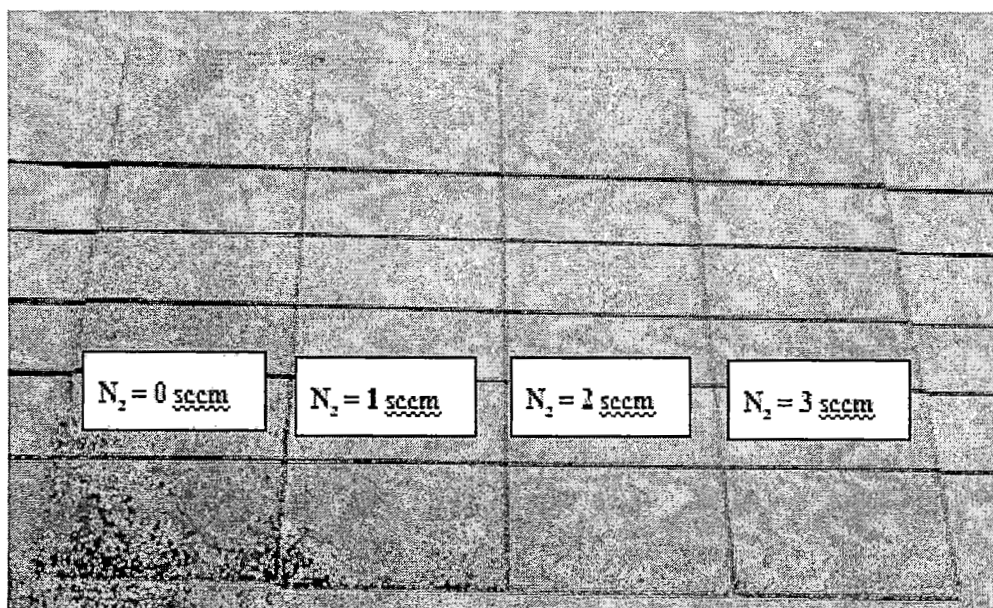
ภาพที่ 4-8 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความดันรวมต่าง ๆ

4.2 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นการเสนอผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ศึกษาประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และสมบัติทางแสงของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ตอนนี้เป็นการศึกษาผลการเจือไนโตรเจนต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

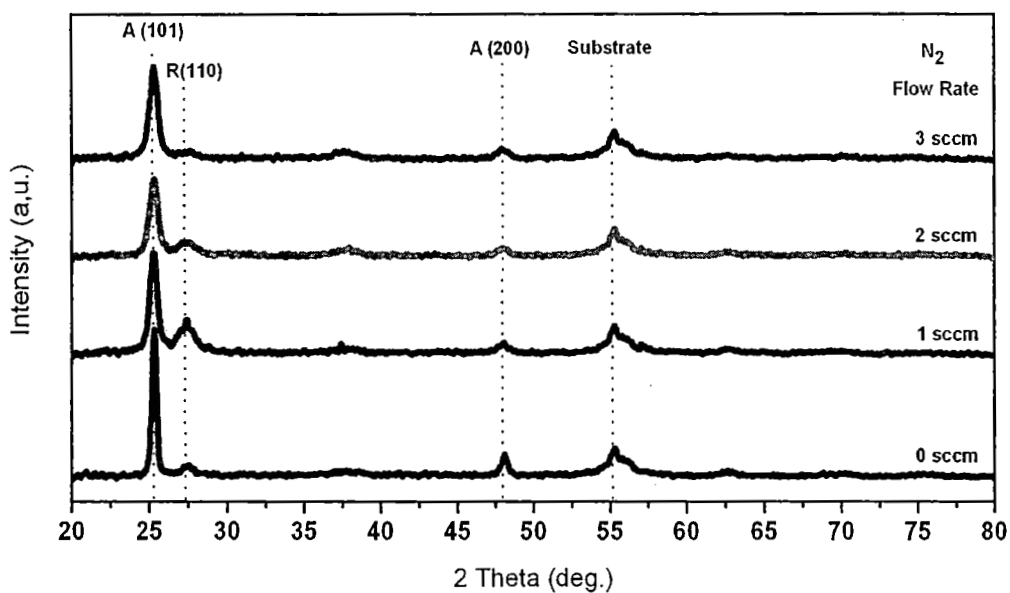
1. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 ลักษณะทางกายภาพ ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่า มีลักษณะใส ส่องผ่านแสงได้ ดังแสดงในภาพที่ 4-9



ภาพที่ 4-9 ลักษณะของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

1.2 โครงสร้างผลึก ภาพที่ 4-10 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนเคลือบบนแผ่นซิลิกอน เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนพบว่าฟิล์มที่เคลือบโดยไม่เจือแก๊สไนโตรเจน มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° , 27.28° และ 47.98° ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4920 และ 89-4921 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลที่เฟสอานาเทรสนาบ (101), เฟสรูไทล์ระนาบ (110) และ เฟสอานาเทรสนาบ (200) ตามลำดับ และเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เจือในกระบวนการเคลือบเป็น 1 sccm, 2 sccm และ 3 sccm ฟิล์มที่ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมเดิมทั้งหมด แต่ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของทุกระนาบมีแนวโน้มลดลง โดยที่เฟสอานาเทรสนาบ (101) มีความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด สอดคล้องกับงานวิจัยของ Hernández-Rodríguez et al. (2008) ที่อธิบายผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนว่า เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นฟิล์มที่เคลือบได้ยังคงมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอานาเทสไม่เปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 4-10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้หาจากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกแบบเตตระโกนอล โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเฟสออร์โธโรมบิก คือ a มีค่าอยู่ในช่วง 3.781 Å - 3.792 Å และ c มีค่าอยู่ในช่วง 9.361 Å - 9.567 Å ตรงตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-4921 ของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสออร์โธโรมบิก ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ($a = 3.777$ Å และ $c = 9.501$ Å) ส่วนฟิล์มบางเฟสรูไทล์นั้นไม่สามารถคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซได้ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้เกิดเพียงระนาบเดียว ดังแสดงในตารางที่ 4-7

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้หาจากสมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีแนวโน้มลดลง โดยมีค่าอยู่ในช่วง 27.14 nm - 50.88 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-8 โดยขนาดผลึกของฟิล์มที่ไม่เจือไนโตรเจนมีขนาดเท่ากับ 50.88 nm เมื่อเจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1 sccm ผลึกมีขนาดลดลงเป็น 31.36 nm และสุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm และ 3 sccm ผลึกมีขนาดเท่ากับ 30.72 nm และ 27.14 nm ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chiu et al. (2007) ซึ่งพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้เจือในกระบวนการเคลือบเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่เคลือบได้มีขนาดผลึกลดลง เนื่องจากไนโตรเจนที่เจือในกระบวนการเคลือบจะไปลดความสามารถในการเคลื่อนที่ (Mobility) ของอะตอมไทเทเนียมและออกซิเจนซึ่งส่งผลต่อการเกิดนิวคลีเอชัน (Nucleation) ของสารเคลือบที่จะฟอร์มตัวเป็นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนในที่สุด (Hukaru et al., 2002; Mohamed et al., 2004)

ตารางที่ 4-7 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน	อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)			
	JCPDS (89-4921)	0	1	2	3
a (Å)	3.777	3.783	3.783	3.783	3.783
c (Å)	9.501	9.444	9.444	9.444	9.444

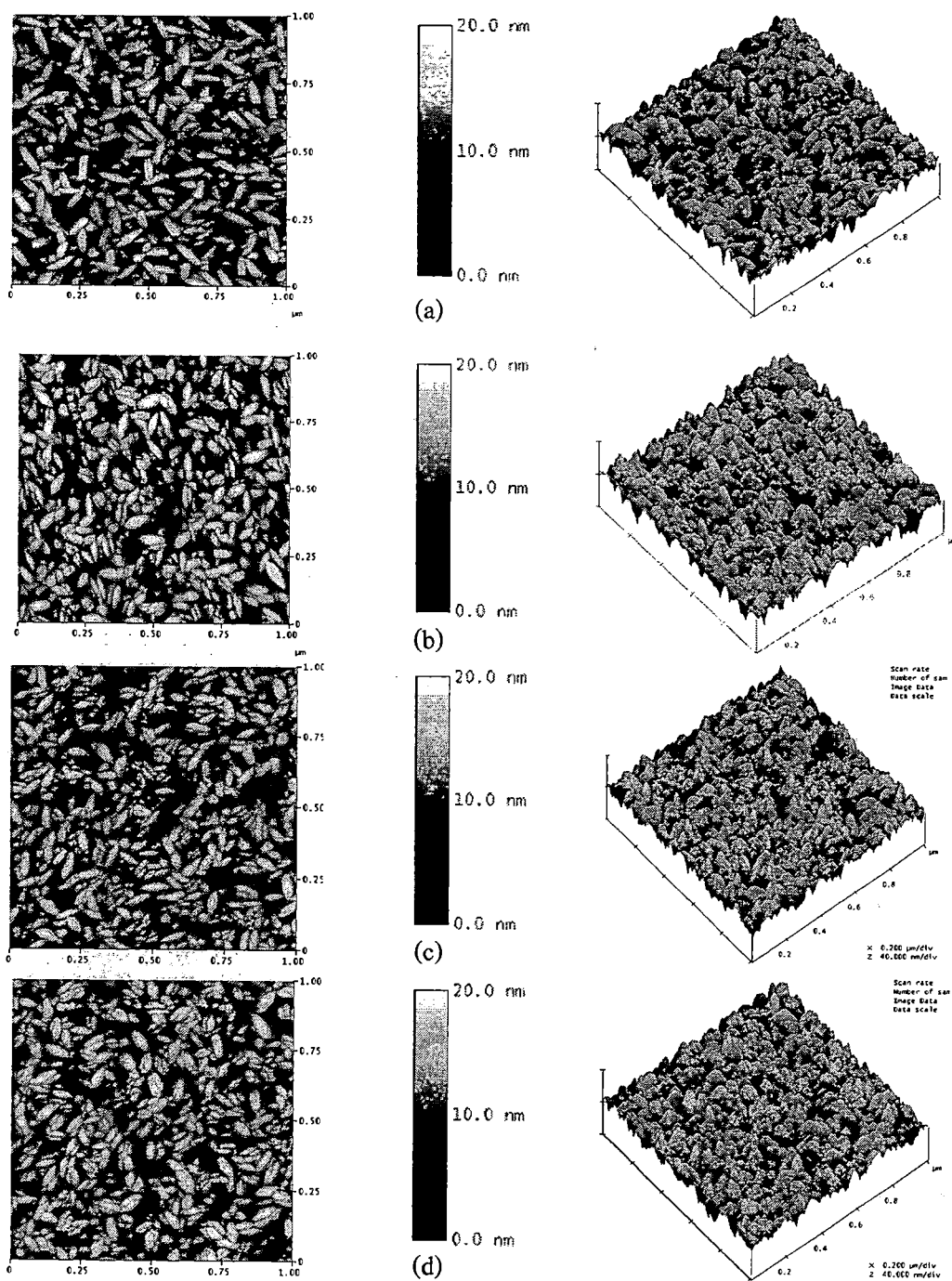
ตารางที่ 4-8 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	FWHM (องศา)	ขนาดผลึก (nm)
0	0.016	50.8
1	0.260	31.3
2	0.265	30.7
3	0.300	27.1

1.3 ความหนาและลักษณะพื้นผิว ภาพที่ 4-11 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนซึ่งเคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือไนโตรเจน ที่ผิวหน้าฟิล์มมีเกรนขนาดใหญ่ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิว และเมื่อเจือไนโตรเจนในฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1 sccm, 2 sccm และ 3 sccm พบว่าเกรนเริ่มเปลี่ยนเป็นขนาดเล็ก และจับกลุ่มกันเป็นก้อนกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าฟิล์ม สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่เคลือบ ได้มีความหนาเพิ่มขึ้น จาก 225 nm เป็น 236 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 4.1 nm – 5.4 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-9

ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าลักษณะเกรนของฟิล์มเปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยฟิล์มที่เคลือบเมื่อไม่เจือไนโตรเจน พบว่าเกรนมีขนาดใหญ่และเรียวยาว แต่เมื่อเจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบฟิล์มด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1 sccm, 2 sccm และ 3 sccm เกรนของฟิล์มเริ่มจับกลุ่มกันเป็นก้อนและมีขนาดเล็ก ซึ่งต่างกับงานวิจัยของ Chui et al. (2007) ที่พบว่าฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบเมื่อไม่เจือไนโตรเจนเกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นก้อนกลม (Small Round-Shape Nodules) แต่เมื่อเจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบพบว่า เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นก้อนแหลม (Acute Angle-Shape Nodules)

ความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นเล็กน้อยโดยเพิ่มขึ้นจาก 225 nm เป็น 236 nm เนื่องจากเมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนในระบบเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้แก๊สไนโตรเจนสามารถรวมตัวกับอะตอมไทเทเนียมและแก๊สออกซิเจนเป็นสารเคลือบและตกเคลือบบนวัสดุรองรับได้มาก ซึ่งทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนามากขึ้น ส่วนความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบเพิ่มขึ้น ความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 4.1 nm - 5.4 nm



ภาพที่ 4-11 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ไนโตรเจน ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

(a) 0 sccm

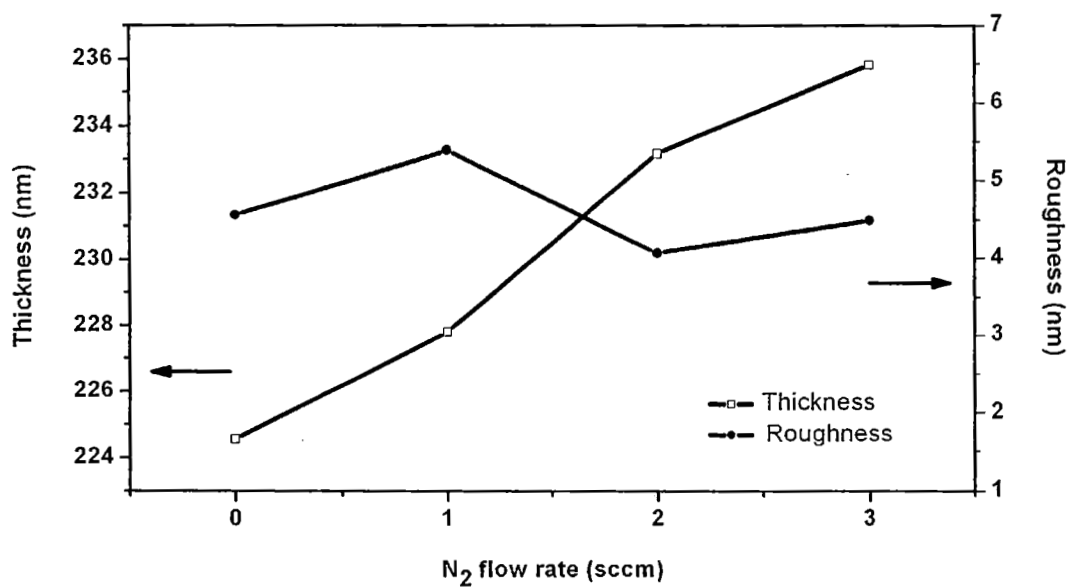
(b) 1 sccm

(c) 2 sccm

(d) 3 sccm

ตารางที่ 4-9 ความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ อัตราไหล่แก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

อัตราไหล่แก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
0	225	4.6
1	228	5.4
2	233	4.1
3	236	4.5



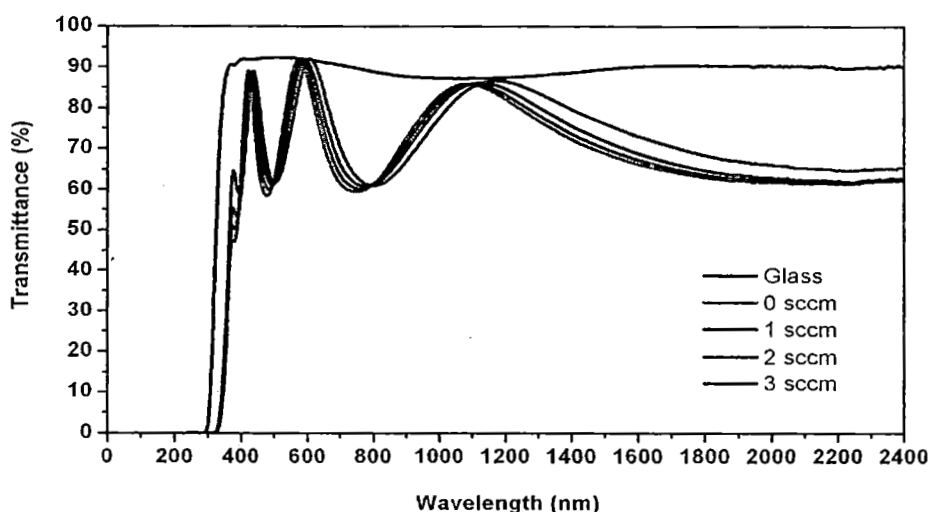
ภาพที่ 4-12 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ อัตราไหล่แก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

4.3 สมบัติทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นผลการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 5 sccm : 15 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนอยู่ในช่วง 1 sccm – 3 sccm เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ศึกษาประกอบด้วย การส่งผ่านแสง ดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

1. การส่งผ่านแสง

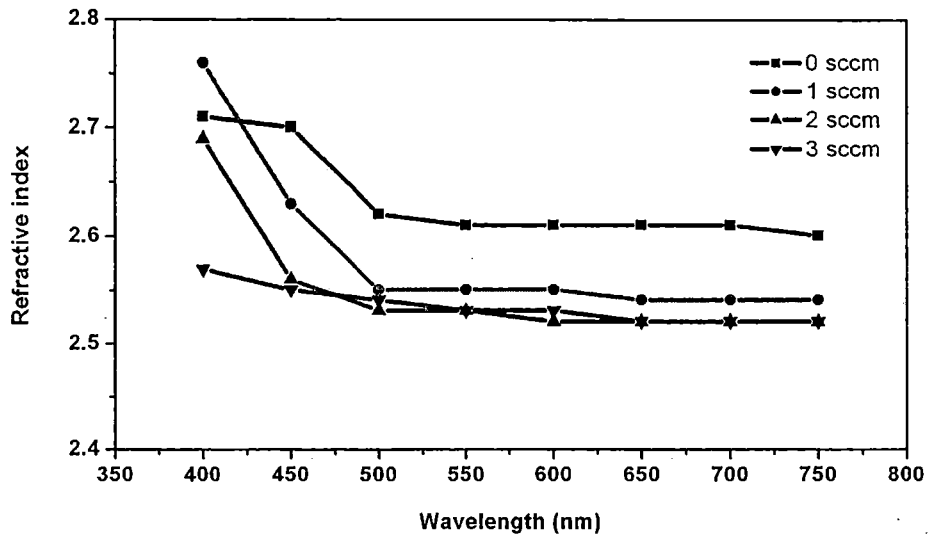
ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน มีค่าการส่งผ่านแสงได้ดีในช่วงตามองเห็นและอินฟราเรดใกล้ (ความยาวคลื่นในช่วง 300 nm - 2500 nm) โดยมีค่าการส่งผ่านแสงสูงตลอดความยาวคลื่นที่พิจารณา ทั้งนี้หากพิจารณาสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบได้ทั้งหมดพบว่ามีลักษณะคล้ายการกระเพื่อมของคลื่น กล่าวคือมีค่าเพิ่มขึ้นและลดลงสลับกันตลอดความยาวคลื่นแสงที่พิจารณา เนื่องจากการแทรกสอดของแสงผ่านชั้นของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบบนแผ่นกระจกสไลด์นั่นเอง



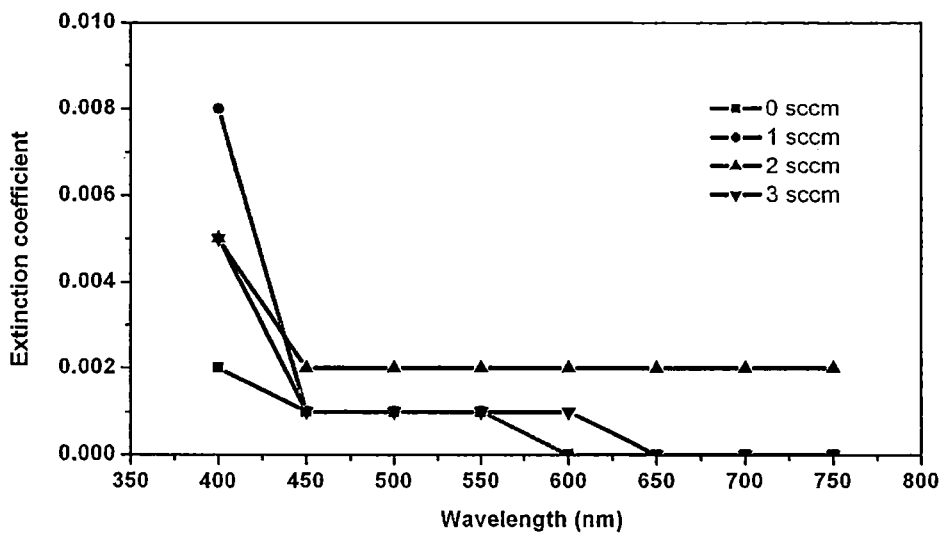
ภาพที่ 4-13 การส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน
ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

2. ดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดูดกลืน

สำหรับค่าดัชนีหักเห (n) และสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (k) ของฟิล์มที่เคลือบได้ หาจากวิธี Envelope โดยใช้ข้อมูลสเปกตรัมการส่งผ่านแสงมาคำนวณในช่วงความยาวคลื่น 400 nm – 750 nm สำหรับแต่ละอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าค่าดัชนีหักเหของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเปลี่ยนไปตามความยาวคลื่น โดยในช่วงความยาวคลื่นเท่ากับ 400 nm – 500 nm ดัชนีหักเหมีค่าลดลง และมีค่าค่อนข้างคงที่ในช่วงความยาวคลื่นเท่ากับ 500 nm – 750 nm ทั้งนี้พบว่าดัชนีหักเหมีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น โดยที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 550 nm ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนมีค่าดัชนีหักเหลดลงจาก 2.61 เป็น 2.53 (ภาพที่ 4-14) สำหรับฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อเจือไนโตรเจนในช่วง 1 sccm - 3 sccm ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Wu, Ma, and Shang (2005) ที่ศึกษาผลการเจือไนโตรเจนต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์แล้ว พบว่าค่าดัชนีหักเหของฟิล์มที่เจือไนโตรเจนมีค่าลดลง เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเจือเพิ่มขึ้น ส่วนค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มที่เคลือบได้นั้น มีแนวโน้มลดลงซึ่งเปลี่ยนไปตามความยาวคลื่นและอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยในช่วงความยาวคลื่นเท่ากับ 400 nm – 450 nm ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนลดลงอย่างเห็นได้ชัดที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 550 nm ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนมีค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนอยู่ในช่วง 0.001 – 0.002 (ภาพที่ 4-15) ส่วนค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าสำหรับฟิล์มชุดที่ไม่เจือไนโตรเจน สัมประสิทธิ์การดูดกลืนมีค่าเท่ากับ 0.001 ซึ่งใกล้เคียงศูนย์แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีการดูดกลืนต่ำจึงมีลักษณะใสส่งผ่านแสงได้ดี ขณะที่ฟิล์มชุดที่เคลือบโดยมีการเจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบฟิล์มด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1 sccm ถึง 3 sccm พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนมีค่าในช่วง 0.001-0.002 ใกล้เคียงฟิล์มชุดที่ไม่เจือไนโตรเจน



ภาพที่ 4-14 ดัชนีหักเหของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน
ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ



ภาพที่ 4-15 สัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน
ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

3. แถบพลังงาน

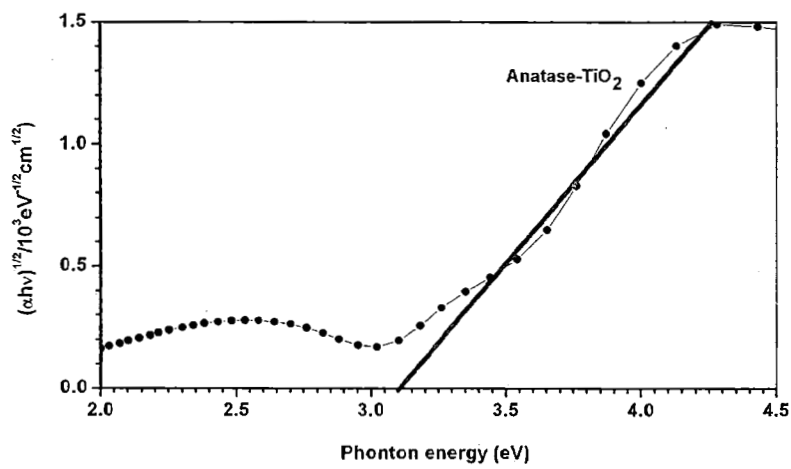
ค่าแถบพลังงานของฟิล์มที่เคลือบได้ จาก $\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^m$ เมื่อ $m = 2$ (Chiu et al., 2007) ได้ผลสรุปดังตารางที่ 4-10 พบว่าสำหรับกรณีฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส ไม่เจือไนโตรเจน พบว่า มีค่าแถบพลังงานเท่ากับ 3.10 eV (รูปที่ 4-16) ส่วนฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน พบว่ามีค่าแถบพลังงาน 2 ช่วง คือ (1) มีค่าเท่ากับ 3.20 eV ซึ่งเป็นค่าแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส และ (2) มีค่าอยู่ในช่วง 2.40 eV – 2.60 eV นอกจากนี้ยังพบว่ามีค่าแถบพลังงานของฟิล์มที่เคลือบได้ มีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น (ภาพที่ 4-17)

สำหรับค่าแถบพลังงานของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าฟิล์มชุดที่เคลือบได้เมื่อไม่เจือไนโตรเจนมีค่าแถบพลังงานเท่ากับ 3.10 eV ใกล้เคียงค่าแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส สอดคล้องกับงานวิจัยของ Luca et al. (2007) ซึ่งเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โดยไม่เจือไนโตรเจน แล้วได้เฟสอานาเทสซึ่งมีค่าแถบพลังงานเท่ากับ 3.09 eV

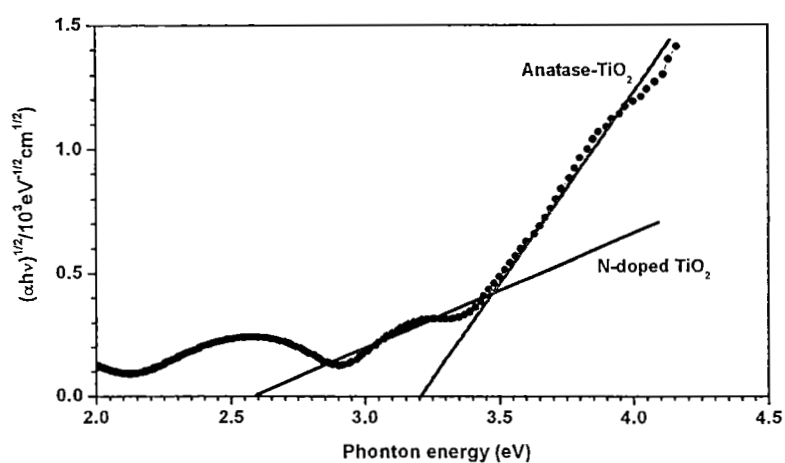
ส่วนฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้เมื่อเจือไนโตรเจนด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1 sccm ถึง 3 sccm พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ชุดที่เจือไนโตรเจนมีค่าแถบพลังงาน 2 ค่า คือ (1) มีค่าแถบพลังงานเท่ากับ 3.20 eV ซึ่งเท่ากับค่าแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส (3.20 eV) (Herman et al., 2006) และ (2) มีค่าแถบพลังงานประมาณ 2.50 eV ซึ่งมีค่าต่ำกว่าค่าแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส และมีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เจือมีค่าเพิ่มขึ้น โดยแถบพลังงานของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้มีค่าลดลงจาก 2.60 eV เป็น 2.40 eV สอดคล้องกับงานวิจัยของ Hernández-Rodríguez et al. (2008) ที่พบว่าเมื่อเจือไนโตรเจนจะทำให้ค่าแถบพลังงานของฟิล์มเปลี่ยนไป คือมีค่าลดลงจาก 3.50 eV เป็น 2.70 eV ทั้งนี้จากการเปลี่ยนค่าแถบพลังงานของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อมีการเจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบ จาก 3.20 eV เป็น 2.50 eV สรุปได้ว่า งานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนได้สำเร็จ

ตารางที่ 4-10 แถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือและไม่เจือไนโตรเจน

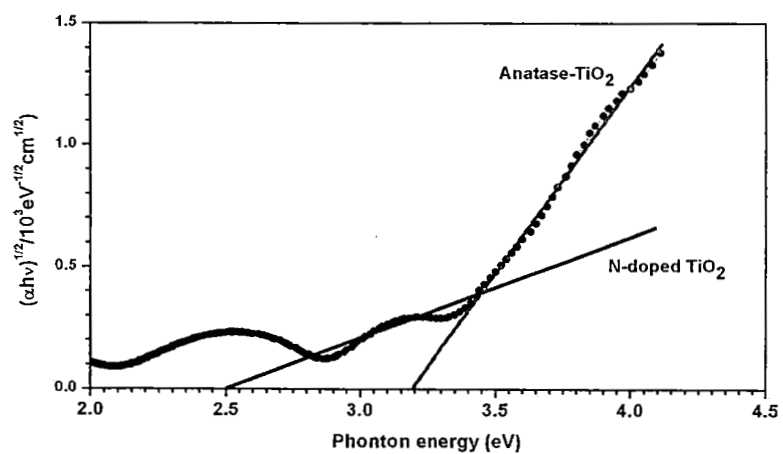
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	แถบพลังงาน (eV)	
	ไทเทเนียมไดออกไซด์	ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือ
	เฟสอนาเทส	ไนโตรเจน
0	3.10	-
1	3.20	2.60
2	3.20	2.50
3	3.20	2.40



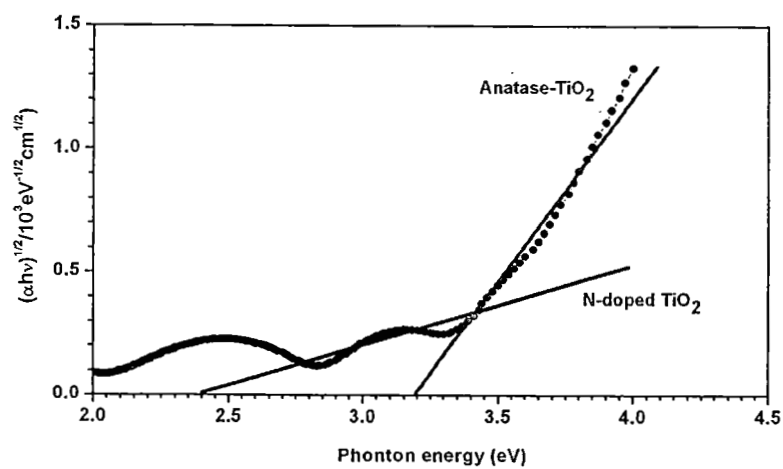
ภาพที่ 4-16 แถบพลังงานของฟิล์มบางฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-17 แถบพลังงานของฟิล์มบางฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

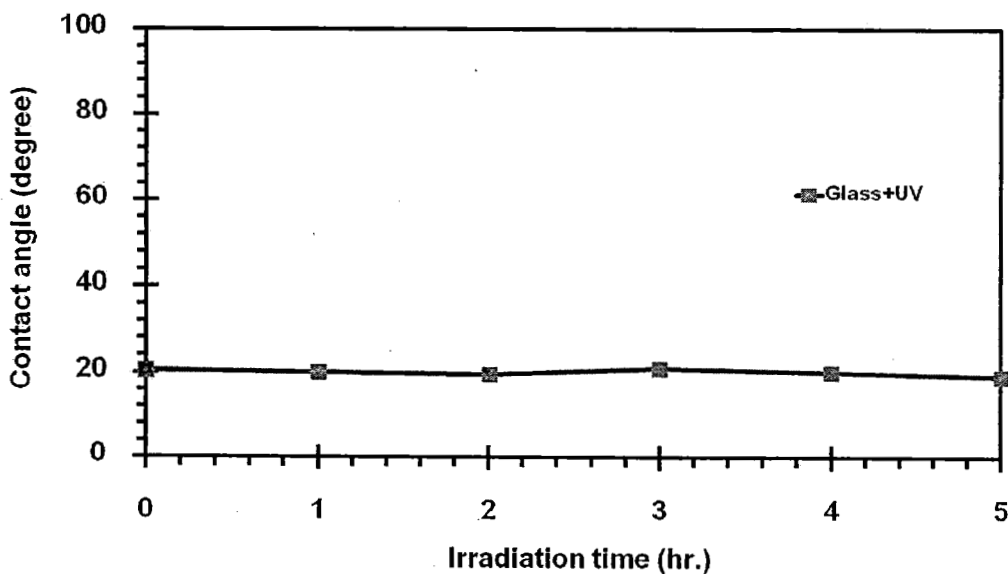
(a) = 1 sccm (b) = 2 sccm (c) = 3 sccm

4.4 สมบัติไฮโดรฟลิคของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นผลการศึกษาสมบัติไฮโดรฟลิคของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนเคลือบบนกระจกสไลด์ ซึ่งมีผลการศึกษาดังนี้

1. สมบัติไฮโดรฟลิคของกระจกไม่เคลือบฟิล์ม

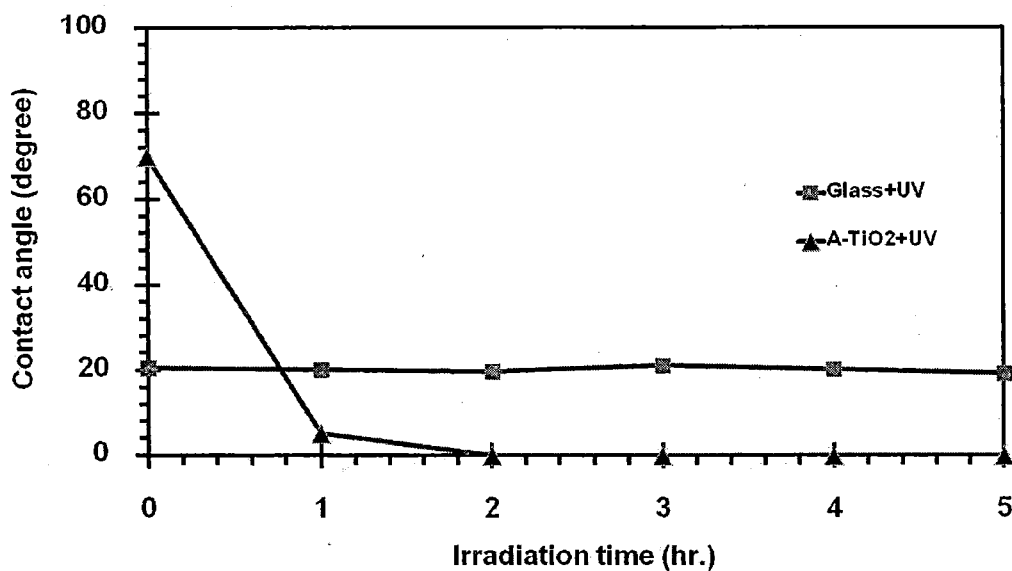
เมื่อนำกระจกที่ไม่เคลือบฟิล์มมาวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวหน้าของกระจกสไลด์ พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกไม่เคลือบฟิล์มก่อนฉายแสงยูวีของกระจกมีค่าประมาณ 20 องศา เมื่อนำไปฉายแสงยูวีเป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่ามุมสัมผัสยังคงมีค่าประมาณ 20 องศา แสดงว่ากระจกที่ไม่เคลือบฟิล์มไม่สามารถแสดงสมบัติไฮโดรฟลิค สอดคล้องกับรายงานของ พรนภา สุจริตรกุล (2548) ที่กล่าวว่าโดยทั่วไปมุมสัมผัสของกระจกแผ่นเรียบธรรมดา มีค่าประมาณ 20-30 องศา (ภาพที่ 4-18)



ภาพที่ 4-18 ค่ามุมสัมผัสกับเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตของกระจกที่ไม่เคลือบฟิล์ม

2. สมบัติไฮโดรฟิลิกของกระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส

เมื่อนำกระจกที่เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสมาวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสก่อนฉายแสงอัลตราไวโอเลตมีค่าประมาณ 70 องศา เมื่อนำไปฉายแสงอัลตราไวโอเลตเป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่ามุมสัมผัสลดลงตามเวลาที่ฉายแสง โดยเมื่อฉายไปเป็นนาน 1 ชั่วโมง มุมสัมผัสลดลงเหลือประมาณ 5 องศา และ มีค่าเป็น 0 องศา เมื่อฉายแสงอัลตราไวโอเลตนาน 2 ชั่วโมง (ภาพที่ 4-19)

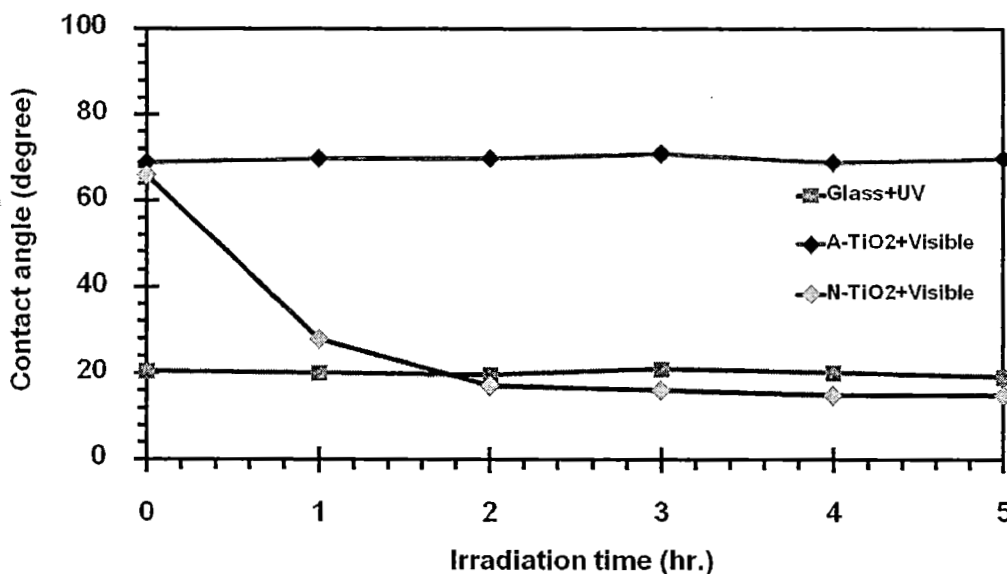


ภาพที่ 4-19 ค่ามุมสัมผัสกับเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตของ
กระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส

3. สมบัติไฮโดรฟิลิกของกระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

เมื่อนำกระจกที่เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 3 sccm มาวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำหลังการฉายรังแสงอัลตราไวโอเลต พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำก่อนฉายแสงฟลูออเรสเซนซ์มีค่าประมาณ 65 องศา เมื่อนำไปฉายแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่ามุมสัมผัสมีค่าลดลงตามเวลาที่ฉายแสง โดยเมื่อฉายไปเป็นนาน 1 ชั่วโมง มุมสัมผัสลดลงเหลือประมาณ 30 องศา และมีค่าเป็น 20 องศาเมื่อฉายแสงนาน 2 ชั่วโมง และคงที่ไปจนเวลาในการฉายแสงเท่ากับ 5 ชั่วโมง แสดงให้เห็นว่ากระจกที่เคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนสามารถแสดงสมบัติไฮโดรฟิลิกได้เมื่อสัมผัสแสงฟลูออเรสเซนซ์ แต่ยังไม่ดีนัก (ภาพที่ 4-20)

ทั้งนี้เพื่อเปรียบเทียบสมบัติไฮโดรฟิลิกของกระจกเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสกับ กระจกเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน เมื่อฉายแสงฟลูออเรสเซนซ์ โดยนำกระจกเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสมาฉายรังแสงฟลูออเรสเซนซ์เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสก่อนฉายแสงฟลูออเรสเซนซ์มีค่าประมาณ 70 องศา เมื่อนำไปฉายแสงฟลูออเรสเซนซ์นาน 5 ชั่วโมง พบว่ามุมสัมผัสยังคงมีค่าใกล้เคียงค่าเริ่มต้นคือมีค่าประมาณ 70 องศา แสดงว่ากระจกเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสไม่สามารถแสดงสมบัติไฮโดรฟิลิกได้เมื่อสัมผัสแสงฟลูออเรสเซนซ์ (ภาพที่ 4-20)



ภาพที่ 4-20 ค่ามุมสัมผัสกับเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตของ
กระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส

1.1 ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

- ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มีสีม่วง และสีเขียวอ่อน
- โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ทุกเงื่อนไขมีเฟสอานาเทสระยะนาบ (101) และ เฟสอานาเทสระยะนาบ (200) โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสอานาเทสระยะนาบ (101) มีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สออกซิเจนในกระบวนการเคลือบ โดยที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 15 sccm มีความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด

- ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้นจาก ประมาณ 54 nm เป็น 65 nm เมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น

- อัตราไหลแก๊สออกซิเจนมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 238 nm เป็น 215 nm และ 5.92 nm เป็น 4.85 nm ตามลำดับ

1.2 ผลของความดันรวม

- ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มีสีม่วงอ่อน และสีเขียวอมฟ้า
- โครงสร้างผลึกของฟิล์มเปลี่ยนไปตามความดันรวม โดยที่ความดันรวมต่ำฟิล์มที่เคลือบได้มีเฉพาะเฟสรูไทล์ แต่เมื่อความดันรวมเพิ่มสูงขึ้นฟิล์มเปลี่ยนเป็นเฟสผสมของรูไทล์/อานาเทส และเป็นเฟสอานาเทสในที่สุด

- ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้นจาก ประมาณ 17 nm เป็น 58 nm เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น

- ความดันรวมมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 190 nm เป็น 220 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 2.2 nm - 5.9 nm

2. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

2.1 ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบได้มีมีลักษณะใส ส่องผ่านแสง

2.2 โครงสร้างผลึก ฟิล์มที่เคลือบเมื่อไม่เจือไนโตรเจนมีเฟสผสมของรูไทล์/อานาเทส ฟิล์มชุดที่เจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบ ยังคงมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เหมือนฟิล์มชุดที่ไม่เจือไนโตรเจน และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลงทุกระนาบ

2.3 อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นฟิล์มมีความหนาและความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

3. สมบัติทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

3.1 ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีลักษณะใส สามารถส่องผ่านแสงได้ดีในช่วงตามองเห็นและอินฟราเรดใกล้ (ความยาวคลื่นในช่วง 300 – 2500 nm)

3.2 ดัชนีหักเหของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบได้ พิจารณาที่ความยาวคลื่นแสงเท่ากับ 550 nm พบว่าฟิล์มมีค่าดัชนีหักเหเท่ากับ 2.6 และมีค่าลดลงเป็น 2.5 เมื่อเจือไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบ

3.3 ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่พิจารณาที่ความยาวคลื่นแสงเท่ากับ 550 nm พบว่ามีค่าเท่ากับ 0.001 และฟิล์มชุดที่เคลือบได้เมื่อมีการเจือไนโตรเจนมีค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนอยู่ในช่วง 0.001 – 0.002 พบว่าใกล้เคียงฟิล์มชุดที่ไม่เจือไนโตรเจน

3.4 แถบพลังงาน (E_g) ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อไม่เจือไนโตรเจนมีค่าเท่ากับ 3.10 eV ขณะที่ฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อมีการเจือไนโตรเจนมีแถบพลังงาน 2 ค่า คือ (1) มีค่าเท่ากับ 3.20 eV และ (2) มีค่าประมาณ 2.50 eV และมีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เจือในกระบวนการเคลือบมีค่าเพิ่มขึ้น โดยมีค่าลดลงจาก 2.60 eV เป็น 2.40 eV แสดงว่า งานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนได้สำเร็จ

4. สมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

4.1 กระจกไม่เคลือบฟิล์มมีมุมสัมผัสเท่ากับ 20 องศา เมื่อสัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลานาน 5 ชั่วโมง มุมสัมผัสยังคงเท่าเดิมคือ 20 องศา แสดงว่ากระจกธรรมดาไม่แสดงสมบัติไฮโดรฟิลิก

4.2 กระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส แสดงสมบัติไฮโดรฟิลิกได้โดยมุมสัมผัสลดลงจาก 70 องศา เป็น 0 องศา เมื่อสัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

4.3 กระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส ไม่แสดงสมบัติไฮโดรฟิลิกเมื่อสัมผัสแสงในช่วงตามองเห็น

4.4 กระจกเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนเฟสอานาเทส สามารถแสดงสมบัติไฮโดรฟิลิกได้เมื่อสัมผัสแสงในช่วงตามองเห็น โดยมุมสัมผัสลดลงจากประมาณ 70 องศา เป็น 20 องศา เมื่อสัมผัสแสงในช่วงตามองเห็นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. งานวิจัยนี้มีลักษณะเป็นการศึกษาความเป็นไปได้ รวมถึงการศึกษาหลักการเบื้องต้น เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐาน สำหรับเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติไฮโดรฟิลิกเมื่อสัมผัสแสงในช่วงตามองเห็นเท่านั้น ดังนั้นควรศึกษาเทคนิค ขั้นตอน ตลอดจนผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีต่อสมบัติของฟิล์มชนิดนี้
2. ควรมีการทดลองเคลือบเจือสารชนิดอื่นๆ เพื่อศึกษาข้อดี-ข้อเสียของสารเจือแต่ละชนิดต่อสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์
3. ควรมีการศึกษาวิจัยเชิงลึกเกี่ยวกับเทคนิคการเตรียมตลอดจนสมบัติต่างๆ ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน
4. ควรมีการทดลองเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนบนวัสดุชนิดต่างๆ

เอกสารอ้างอิง

- พรนภา สุจริตวรกุล. (2548). กระจกพิเศษ ทำความสะอาดตัวเอง (Self-Cleaning Glass). *CERAMIC Journal*. 69-71
- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธณัสนา รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสเป็คเตอรืงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2. รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม (หน้า 163-166). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- อดิสร บุณวงษ์. (2551). สภาพขอบน้ำของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีแอคทีฟ ดีซี สเป็คเตอรืง. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- Asahi, R., Morikawa, T., Ohwaki, T., Aoki, K, and Taga, Y. (2001). Visible-Light Photocatalysis in Nitrogen-Doped Titanium Oxides. *Science*, 293, 269 – 271.
- Bally, A. R., Hones, P., Sanjines, R., Schmid, P. E., & Levy, F. (1998). Mechanical and Electrical Properties of fcc TiO_{1+x} Thin Film Prepared by r.f. Reactive Sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 108, 166-170.
- Barnes, M.C., Kumar, S., Green, L., Hwang, N.M. and Gerson, A.R. (2005). The mechanism of low temperature deposition of crystalline anatase by reactive DC magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 190, 321-330.
- Bunshah, R: F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2nd ed.). New Jersey: Noyes.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- Chen, S-Z., Zhang, P-Y., Zhuang, D-M. and Zhu, W-P. (2004). Investigation of nitrogen doped TiO_2 photocatalytic films prepared by reactive magnetron sputtering. *Catalysis Communications*, 5, 677-680.
- Chiu, S-M., Chen, Z-S., Yang, K-Y., Hsu, Y-L. and Dershin, G. (2007). Photocatalytic activity of doped TiO_2 coatings prepared by sputtering deposition. *Journal of Materials Processing Technology*, 192-193, 60-67.
- Guan, K. (2005) Relationship between photocatalytic activity, hydrophilicity and self-cleaning effect of $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ films. *Surface & Coatings Technology*, 191, 155-160.

- Herman, D., Sicha, J. and Musil, J. (2008). Magnetron sputtering of TiOxNy films. *Vacuum* 81, 285-290.
- Hernández-Rodríguez, E., Márquez-Herrera, A. and Zapata-Navarro, A. (2008). Optical and structural characterization of TiOxNy films deposited by reactive magnetron sputtering. *REVISTA MEXICANA DE FÍSICA* 55, 102–104.
- Hoffmann, M.R., Martin, S.T., Choi, W. and Bahnemann, D.W. (1995). Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chem. Rev.* 95, 69-96
- Li, G. K., Shen, J. J., Mi, W. B., Li, Z. Q., Wu, P., Jiang, E. Y., & Bai, H.L. (2006). Fabrication and Characterization of Facing-Target Reactive Sputtered Polycrystalline TiO₂ Films. *Applied Surface Science*, 253, 425-431.
- Liu, B., Wena, L. and Zhao, X. (2008). The structure and photocatalytic studies of N-doped TiO₂ films prepared by radio frequency reactive magnetron sputtering. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 92, 1–10.
- Luca, D., Teodorescu, C.-M., Apetrei, R., Macovei, D. and Mardare, D. (2007). Preparation and characterization of increased-efficiency photocatalytic TiO_{2-2x}N_x thin films. *Thin Solid Films*, 515, 8605–8610.
- McHale, G., Shirtcliffe, N. J., and Newton, M. I. (2004). Contact-Angle Hysteresis on Super-Hydrophobic Surfaces. *Langmuir*, 20, 10146-10149.
- Munz, W. D. (1991). The Unbalanced Magnetron : Current Status of Development. *Surface and Coatings Technology*, 48, 81-94.
- Park, S.K. and Heo, J.E. (2007). Characteristics of N-doped titanium oxide prepared by the large scaled DC reactive magnetron sputtering technique. *Separation and Purification Technology*, 58, 200–205.
- Prabakara, K., Takahashia, T., Nezucaa, T., Takahashia, K., Nakashimab, T., Kubotac, Y. and Fujishima, A. (2008). Visible light-active nitrogen-doped TiO₂ thin films prepared by DC magnetron sputtering used as a photocatalyst. *Renewable Energy*, 33, 277–281
- Rickerby, D. S., & Matthews, I. (1991). *Advanced Surface Coating: a Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.
- Rohde, S. L., & Munz, W. D. (1991). *Sputter Deposition in Advanced Surface Coatings: A Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.

- Serpone, N., Lawless, D., Disdier, J. and Herrmann, J.M. (1994). Spectroscopic, Photoconductivity, and Photocatalytic Studies of TiO_2 Colloids: Naked and with the Lattice Doped with Cr^{3+} , Fe^{3+} , and V^{5+} Cations. *Langmuir*, 10, 643-652.
- Silveyra, R., Sáenz, L., Flores, W., Martínez, V. And Elguézabal, A. (2005). Doping of TiO_2 with nitrogen to modify the interval of photocatalytic activation towards visible radiation. *Catalysis Today*, 107-108, 602-605
- Sirghi, L., Aoki, T., & Hatanaka, Y. (2002). Hydrophilicity of TiO_2 Thin Films Obtained by Radio Frequency Magnetron Sputtering Deposition. *Thin Solid Films*, 442, 55-61.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-Film Deposition : Principle And Practice*. New York: McGraw-Hill.
- Sproul, W. D. (1992). Unbalanced Magnetron Sputtering. 35th Annual Technical Conference Proceedings. *Society of Vacuum Coaters*, 236-239.
- Takeuchi, M., Yamashita, H., Matsuoka, M., Anpo, M., Hirao, T., Itoh, N. and Iwamoto, N. (2000). Photocatalytic decomposition of NO under visible light irradiation on the Cr-ion-implanted TiO_2 thin film photocatalyst. *Catalysis Letters*, 67, 135-137.
- Toku, H., Pessoa, R. S., Maciel, H. S., Massi, M., & Mengui, U.A. (2008). The Effect of Oxygen Concentration on the Low Temperature Deposition of TiO_2 Thin Films. *Surface and Coatings Technology*, 202, 2126-2131.
- Vaz, F., Cerqueira, P., Rebouta, L., Nascimento, S.M.C., Alves, E., Goudeau, Ph., Rivie're, J.P., Pischow, K. and de Rijk, J. (2004). Structural, optical and mechanical properties of coloured TiN_xO_y thin. *Thin Solid Films*, 447-448, 449-454.
- Vossen, J. L., & Kerns, W. (1978). *Thin Films Processes*. New York: Academic Press.
- Wasa, K. & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles, technology and applications*. New Jersey: Noyes.
- Wong, Ming-Show., Chou, Hung Pang. and Yang, Tien-Syh. (2006). Reactively sputtered N-doped titanium oxide films as visible-light photocatalyst. *Thin Solid Films*, 494, 244 - 249.
- Wu, K.R., Wang, J.J., Liu, W.C., Chen, Z.S. and Wu, J.K. (2006). Deposition of graded TiO_2 films featured both hydrophobic and photo-induced hydrophilic properties. *Applied surface Science*, 255, 5829-5838.
- Wu, P.-G., Ma, C.-H., & Shang, J.K. (2004). Effects of nitrogen doping on optical properties of TiO_2 thin films. *Applied Physics A*, 81, 1411-1417.
- Yamagishi, M., Kuriki, S., Song, P. K., & Shigesato, Y. (2003). Thin Film TiO_2 Photocatalyst Deposited by Reactive Magnetron Sputtering. *Thin Solid Films*, 442, 227-231.

- Zeman, P. and Takabayashi, S. (2002). Effect of Total and Oxygen Partial Pressures on Structure of Photocatalytic TiO₂ Films Sputtered on Unheated Substrate. *Surface and Coatings Technology*, 153, 93-99.
- Zhao, X.T., Sakka, K., Kihara, N., Takada, Y., Arita, M. and Masuda, M. (2005). Structure and photo-induced features of TiO₂ thin films prepared by RF magnetron sputtering. *Microelectronics Journal*, 36, 549-551.
- Zou, Z., Ye, J., Sayama, K. and Arakawa, H. (2001). Direct splitting of water under visible light irradiation with an oxide semiconductor photocatalyst, *Nature*, 414, 625-627.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
ผลงานของโครงการวิจัย

ผลงานของโครงการวิจัย
การเตรียมฟิล์มบางนาโนของ TiO_xNy สำหรับประยุกต์ในกระจกทำความสะอาดตัวเอง

1. ผลงานตีพิมพ์

1. วรณิศา ชะงัดรัมย์, พิชรี ภักดีเสนาหา, รุ่งทิวา อยู่สุวรรณ, อารีรัตน์ สมหวังสกุล, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, อติศร บุณยวงศ์, สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2556. ผลของความดันรวมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอริง. ใน การประชุมวิชาการ “ศรีนครินทร์วิโรฒวิชาการ” ครั้งที่ 7 ณ อาคารนวัตกรรมศาสตราจารย์ ดร.สาโรช บัวศรี มหาวิทยาลัยศรีนครินทร์วิโรฒ จ.กรุงเทพฯ. 1-2 เมษายน 2556.
2. วรณิศา ชะงัดรัมย์, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, อติศร บุณยวงศ์, สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2556. โครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีอานาลานซ์แมกนีตรอนสเปตเตอริง. ใน การประชุมวิชาการฟิสิกส์ประยุกต์แห่งชาติ ครั้งที่ 1 ณ ห้องประชุมเบญจรัตน์ อาคารนวมินทรราชินี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ จ. กรุงเทพฯ. 26 เมษายน 2556.
(ได้รับรางวัลบทความวิจัยดีเด่น)

2. การบริการวิชาการ

การให้ความอนุเคราะห์ภาคอุตสาหกรรม สถาบันการศึกษา หน่วยงานและผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ ตลอดจนเป็นวิทยากรบรรยายแก่ภาคอุตสาหกรรมและหน่วยงานต่างๆ 7 ครั้ง

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาโท วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.วรณิศา ชะงัดรัมย์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ โครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน
ซึ่งเคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอริง

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

ผลงานตีพิมพ์ - 1

PROCEEDINGS
การประชุมวิชาการระดับชาติ

มคอว
วิชาการ

ครั้งที่

7



ISBN : 978-616-296-020-8

1-2 เมษายน 2556

มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

<http://research.swu.ac.th>

**SWU7-077: ผลของความดันรวมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์
ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกเนตรอนสเป็คเตอริง**

**EFFECT OF TOTAL PRESSURES ON STRUCTURAL OF TITANIUM DIOXIDE THIN FILM
DEPOSITED BY REACTIVE DC MAGNETRON SPUTTERING METHOD**

วรรณิศา ชะงัดรัมย์^{1,2*}, พัชรีย์ ภักดีเสนาหา^{1,2}, รุ่งทิวา อู่สุวรรณ^{1,2}, อารีรัตน์ สมหวังสกุล^{1,2}
นิรันดร์ วิทิตอนันต์^{1,2}, อติพร บุรณวงศ์^{1,2}, สุวิมล ไชยคุณ^{1,2}

Wannisa Changadram^{1,2,*}, Pacharee Pakdeesahneha^{1,2}, Rungtiwa Ausuwan^{1,2},
Areerat Somwangsakun^{1,2}, Nim Wilit-anun^{1,2}, Adisorn Buranawong^{1,2}, Surasing Chaiyakun^{1,2}

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

¹Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Thailand.

²ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (ThEP) สกอ.

²Plasma for Surface Sciences Laboratory, Thailand Center of Excellence in Physics (ThEP), CHE.,
Thailand.

*Corresponding author, E-mail: one-wannisa@hotmail.com

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) เป็นวัสดุสำคัญที่ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในสาขาทัศนศาสตร์ งานวิจัยนี้ได้เคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยระบบดีซีรีแอคทีฟแมกเนตรอนสเป็คเตอริง เพื่อศึกษาผลของความดันรวมต่อโครงสร้างผลึก ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มด้วยเทคนิค XRD และ AFM ฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะใส โครงสร้างผลึกจากผล XRD พบว่า ฟิล์มที่ได้เป็นแบบพหุผลึกซึ่งสัมพันธ์กับ R(110), A(101) และ A(200) โดยเปลี่ยนจากเฟสรูไทล์เป็นเฟสผสมของรูไทล์/อนาเทส และอนาเทส เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกจากสมการของ Scherrer มีค่าในช่วง 17-53 nm. ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มจากผล AFM พบว่า มีค่าอยู่ในช่วง 190 nm ถึง 220 nm และ 2.2 nm ถึง 5.9 nm ตามลำดับ

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง วิธีรีแอคทีฟดีซีแมกเนตรอนสเป็คเตอริง ไทเทเนียมไดออกไซด์

Abstract

Titanium dioxide (TiO₂) thin films are widely used as an essential material in the optical fields. In this work, TiO₂ films were deposited on glass slides and Si-wafer, by DC reactive magnetron sputtering system. The effect of total pressure on the crystalline structure, film's thickness and surface morphology was investigated. The films have been characterized by XRD and AFM. The as-deposited TiO₂ films were transparent. The crystal structures from XRD results show that the as-deposited films have polycrystalline structure, which corresponding to R(110), A(101) and A(200), which change from

rutile to mixed phases of rutile/anatase and anatase as total pressure increases. The crystal size from Scherrer's equation was in the range of 17-53 nm. The film's thickness and surface roughness values from AFM results were ranging from 190 nm to 220 nm and 2.2 nm to 5.9 nm, respectively.

Keyword: Thin film, DC reactive magnetron sputtering, Titanium dioxide

บทนำ

ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นฟิล์มที่ได้รับความสนใจอย่างต่อเนื่องจนถึงปัจจุบัน เนื่องจากมีสมบัติเด่นหลายด้าน เช่น มีค่าการส่งผ่านแสงสูงในช่วงตามองเห็น ทนการกัดกร่อนของสารเคมีและการขีดข่วน มีค่าดัชนีหักเหสูง (2.5 สำหรับ อนาเทส และ 2.7 สำหรับรูไทล์) มีค่าแถบพลังงานกว้าง (3.18 eV สำหรับอนาเทส และ 3.03 eV สำหรับรูไทล์) [1,2] จึงมีการนำไปใช้งานในด้านต่างๆ เช่น ด้านสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเป็นสารประกอบที่มีสมบัติโฟโตคะตะไลติก (photocatalytic) ที่ดี โดยเฉพาะเฟสอนาเทส ซึ่งมีความสามารถในการย่อยสลายสารอินทรีย์ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตได้ดีทำให้เริ่มมีการนำไปประยุกต์เป็นชั้นเคลือบที่มีสมบัติในการฆ่าหรือยับยั้งการเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย หรือ ด้านการแพทย์ เนื่องจากสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์มีสมบัติเข้ากันได้ดีกับร่างกายมนุษย์ (biocompatible) ทำให้สามารถนำมาทำชิ้นส่วนทางการแพทย์สำหรับใส่ในร่างกายมนุษย์ได้ เช่น ใช้ทำเป็นลิ้นหัวใจเทียม เป็นต้น [3]

ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่พบในธรรมชาติมี 3 เฟส ได้แก่ อนาเทส (anatase) รูไทล์ (rutile) และบรูไกท์ (brookite) โดยอนาเทสและรูไทล์ มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) ส่วนบรูไกท์ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic) ปกติแล้วไทเทเนียมไดออกไซด์ที่พบทั่วไปมักมีโครงสร้างแบบออสติเนียนอนาเทสและรูไทล์เท่านั้น แต่ไม่พบเฟสบรูไกท์ในรูปของฟิล์มบาง [4] ทั้งนี้ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งเตรียมที่อุณหภูมิห้องมักมีโครงสร้างแบบออสติเนียน แต่ถ้าเตรียมที่อุณหภูมิสูงประมาณ 500°C ฟิล์มที่ได้จะมีเฟสอนาเทสและเปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์หากอุณหภูมิที่ใช้สูงประมาณ 800°C แต่การให้ความร้อนขณะเตรียมฟิล์มอาจทำให้ไม่สามารถเตรียมฟิล์มบนชิ้นงานที่ไวความร้อน ทั้งนี้ในช่วงเวลาที่ผ่านมามีการพัฒนาวิธีการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความเป็นผลึกบนวัสดุรองรับที่อุณหภูมิห้อง โดยการเพิ่มหรือใช้สนามแม่เหล็ก ความเข้มสูงในกระบวนการเตรียมฟิล์ม เนื่องจากสนามแม่เหล็กความเข้มสูงที่เพิ่มเติมเข้าไปในกระบวนการเคลือบจะช่วยให้ไอออนในพลาสมา หรือ อะตอมของสารเคลือบมีการระดมยิง (bombard) ไปที่ผิวหน้าฟิล์มบนวัสดุรองรับขณะที่กำลังเกิดการสะสมพอกพูน (deposition) เป็นชั้นของฟิล์มบางซึ่งทำให้เกิดความร้อนในเนื้อฟิล์ม ซึ่งเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า plasma heating effect เทียบเท่าการเพิ่มความร้อนในกระบวนการเคลือบนั่นเอง [5] ทำให้สามารถเตรียมฟิล์มบางที่มีโครงสร้างผลึกได้ที่อุณหภูมิห้อง

จากรายละเอียดต่างๆ ข้างต้น โครงสร้างผลึกหรือเฟสของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีสมบัติหรือเหมาะสมสำหรับงานที่แตกต่างกัน โดยโครงสร้างผลึกหรือเฟสของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มักเปลี่ยนไปตามวิธีและเงื่อนไขการเคลือบ ทั้งนี้การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงมีข้อได้เปรียบหลายประการโดยเฉพาะอย่างยิ่งการปรับเปลี่ยนโครงสร้างผลึกหรือเฟสของฟิล์ม ซึ่งทำได้โดยการปรับเปลี่ยนเงื่อนไขการเคลือบ เช่น ระยะห่างจากเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ ความดันพื้น ความดันรวม กำลังไฟฟ้า ความดันย่อยแก๊สออกซิเจน [6] ด้วยเหตุนี้จึงทำให้การศึกษาวิจัยผลของเงื่อนไขการเคลือบที่มีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ยังคงมีความจำเป็นและสำคัญในการศึกษาอย่างต่อเนื่องจนถึงปัจจุบัน บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง เพื่อศึกษาผลของความดันรวมขณะเคลือบที่มีต่อโครงสร้างผลึก ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้สำหรับเป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยต่อไป

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

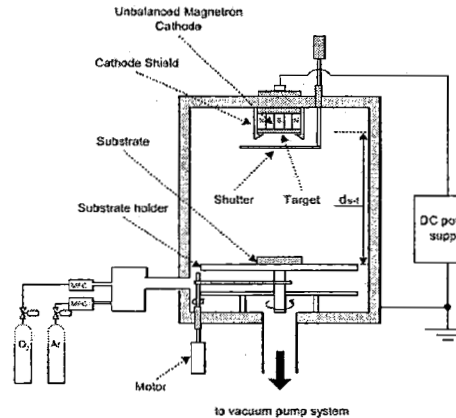
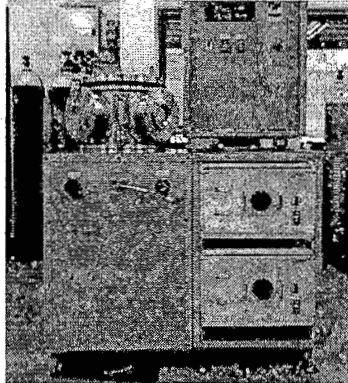
เพื่อศึกษาผลของความดันรวมขณะเคลือบ ต่อโครงสร้างผลึก ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

วิธีดำเนินการวิจัย

ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงด้วยเครื่องเคลือบในสุญญากาศ (ภาพที่ 1) มีห้องเคลือบทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 37.0 cm ติดเป่าไทเทเนียม (99.97%) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.4 cm ที่คาโทดซึ่งออกแบบให้เป็นแบบอเนกประสงค์แมกนีตรอนคาโทด (unbalanced magnetron cathode) โดยใช้แม่เหล็กความเข้มสูงที่กึ่งกลางและด้านข้างของคาโทดเท่ากับ 1800 G และ 1300 G ตามลำดับ ระบบเครื่องสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแปรไอมีเครื่องสูบลูกโรตารีเป็นเครื่องสูบล้อ ความดันในห้องเคลือบวัดด้วยมาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งประกอบด้วยชุดแสดงผล TPG262 Dual Gauge และหัววัด PKR251 Compact Full Range Gauge การจ่ายแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วยชุดควบคุมการไหลมวล (mass flow controller) ของ MKS type 247D

การเคลือบเริ่มจากนำวัสดุรองรับเข้าห้องเคลือบลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5.0×10^{-5} mbar ปลดปล่อยแก๊สเข้าห้องเคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm : 15 sccm การเคลือบใช้กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 220 W คงที่ตลอดการเคลือบ โดยฟิล์มแต่ละชุดใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 90 นาที สำหรับตัวแปรที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือความดันรวมขณะเคลือบ (P_r) โดยใช้ความดันรวมขณะเคลือบ 4 ค่า ได้แก่ 3×10^{-3} mbar, 5×10^{-3} mbar, 7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar

ฟิล์มที่เคลือบได้นำไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ Bruker รุ่น D8 โดยใช้ Cu-K α ($\lambda = 1.54056$ Å) ตรวจวัดแบบ 2 θ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (Grazing incident angle) เท่ากับ 2° สแกนมุม 2 θ จาก 20° ถึง 80° สำหรับขนาดผลึก (crystal size) ของฟิล์มคำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตามสมการของ Scherrer ส่วนลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้ศึกษาด้วยเครื่องอะตอมมิคฟอร์ซไมโครสโคปของ Veeco Instruments Inc. รุ่น Nanoscope IV

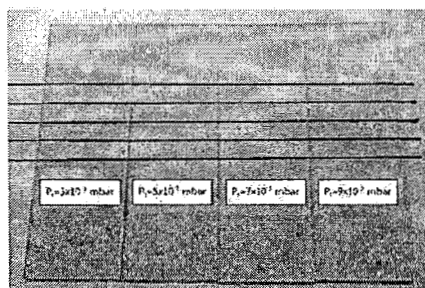


ภาพที่ 1 ลักษณะและโครงสร้างของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

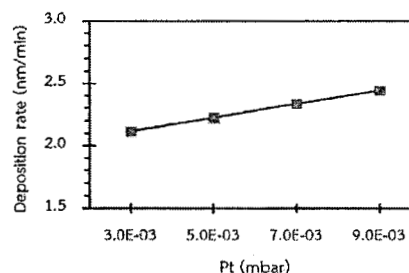
ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบาง

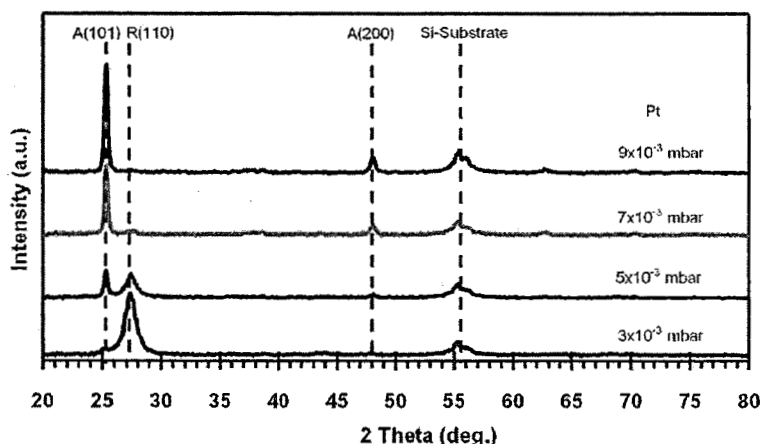
ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มีลักษณะใส ส่องผ่านแสงดี เมื่อสังเกตสีของฟิล์มจากการสะท้อนและส่องผ่านแสงด้วยสายตาพบว่าแสงสะท้อนที่ผิวหน้าของฟิล์มบนกระจกเป็นสีม่วงอ่อนขณะที่แสงส่องผ่านฟิล์มและกระจกเป็นสีเขียวอมฟ้า (ภาพที่ 2) สำหรับอัตราเคลือบของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อใช้ความดันรวมต่างๆ (อัตราเคลือบหาค่าความหนาฟิล์มหารด้วยเวลาที่ใช้เคลือบฟิล์ม) พบว่าที่ความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar อัตราเคลือบมีค่าต่ำประมาณ 2.1 nm/min และเพิ่มเป็น 2.4 nm/min เมื่อความดันรวมเท่ากับ 9×10^{-3} mbar (ภาพที่ 3) เนื่องจากที่ความดันรวมขณะเคลือบสูง แก๊สอาร์กอนในห้องเคลือบมีปริมาณมากทำให้เป้าสารเคลือบ (ไทเทเนียม) มีโอกาสถูกสเป็คเตอร์ออกมาเป็นอะตอมของไทเทเนียมในอัตราสูง ส่งผลให้อะตอมของไทเทเนียมปริมาณสูงที่ถูกสเป็คเตอร์ออกมานั้น มีโอกาสในการทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบในลักษณะฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวหน้าของวัสดุรองรับสูงตามไปด้วย จึงเป็นเหตุผลให้เมื่อความดันรวมขณะเคลือบเพิ่มขึ้นอัตราเคลือบจึงสูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2 ลักษณะฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกใสด้วยความดันรวมต่างๆ



ภาพที่ 3 อัตราเคลือบของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยความดันรวมต่างๆ



ภาพที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่ความดันรวมต่างๆ

ผลของความดันรวมต่อโครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ พบว่าเมื่อความดันรวมขณะเคลือบเพิ่มขึ้นโครงสร้างผลึกของฟิล์มจะเปลี่ยนไป ที่ความดันรวมเท่ากับ 3.0×10^{-3} mbar พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 27.28° ซึ่งตรงกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ ระบาย (110) ส่วนที่ความดันรวมเท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° และ 27.28° ซึ่งตรงกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสระบาย (101) และแบบรูไทล์ระบาย (110) และเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้นเป็น 7.0×10^{-3} mbar และ 9.0×10^{-3} mbar พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 25.34° ซึ่งตรงกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสระบาย (101) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yamagishi *et al.* [7] ซึ่งพบว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์จะเปลี่ยนไปตามระดับความดันรวมขณะเคลือบ โดยที่ความดันรวมต่ำฟิล์มที่ได้จะมีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ ขณะที่ความดันรวมสูงฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส เนื่องจากที่ความดันรวมขณะเคลือบต่ำ ระยะปลดการชนมีค่าสูง ทำให้อะตอมสารเคลือบไม่สูญเสียพลังงานเนื่องจากการชน ดังนั้นพลังงานของอะตอมสารเคลือบจึงมีค่าสูงพอสำหรับใช้ในการฟอร์มตัวให้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์ ขณะที่เมื่อความดันรวมสูงขึ้นทำให้ระยะปลดการชนมีค่าต่ำ อะตอมสารเคลือบมีโอกาสชนกันสูง ทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานต่ำเพียงพอต่อการฟอร์มตัวเป็นฟิล์มบางที่มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสเท่านั้น โดยขนาดผลึกของฟิล์มที่ได้มีค่าอยู่ในช่วง 17 nm ถึง 58 nm (ตารางที่ 1)

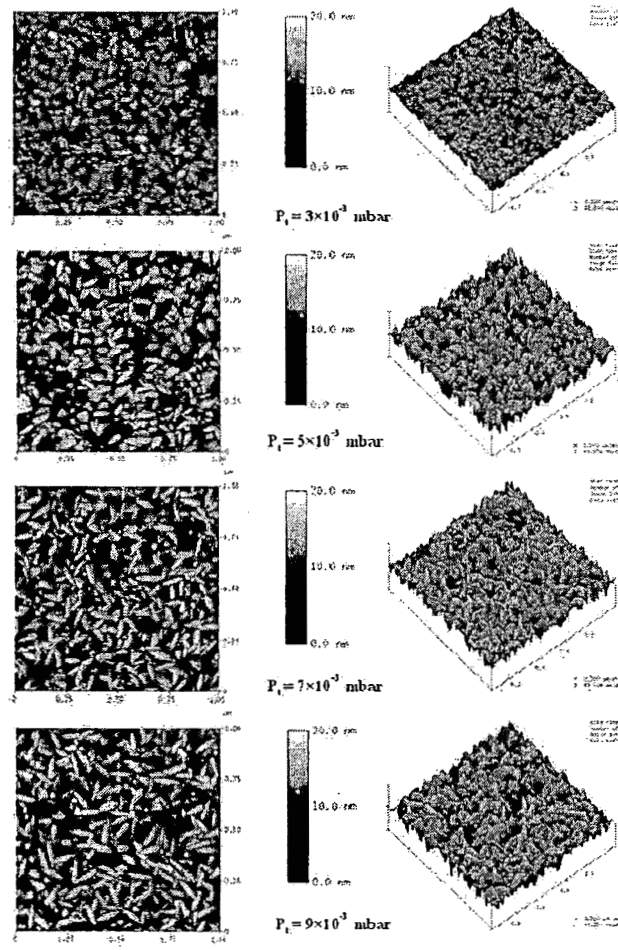
ผลของความดันรวมต่อความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 5 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์จากเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้ความดันรวมต่างกัน 4 ค่า มีลักษณะใกล้เคียงกัน กล่าวคือ ผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะขรุขระไม่ราบเรียบ อะตอมสารเคลือบจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนเล็กๆ กระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ทั้งนี้หากพิจารณาในรายละเอียดพบว่าเมื่อความดันรวมต่ำ ลักษณะเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้เป็นแบบเล็กกลมมนกระจายอยู่ทั่ว แต่เมื่อความดันรวมสูงขึ้นลักษณะของเกรนบนผิวหน้าฟิล์มเริ่มเปลี่ยนไปมีขนาดเล็ก เรียวและแหลมขึ้นสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yamagishi *et al.* [7] ส่วนความหนาพบว่าเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น จาก 2.2 nm ถึง 5.9 nm (ตารางที่ 1) ยกเว้นที่ความดันรวมเท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar พบว่ามีค่าความหนาผิวสูงสุด (5.9 nm) เนื่องจากฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบผสมของรูไทล์/อนาเทส ลักษณะเกรนของฟิล์มเป็นแบบแหลมสูงและหลวมลักษณะต่างๆ ทำให้มีความขรุขระค่อนข้างมาก ส่วนที่ความดันรวมเท่ากับ 3.0×10^{-3} mbar ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเฉพาะแบบรูไทล์ และที่ความดันรวมขณะเคลือบเท่ากับ 7.0×10^{-3} mbar และ 9.0×10^{-3} mbar ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเฉพาะแบบอนาเทส โดยโครงสร้างผลึกของฟิล์มแต่ละแบบนั้นส่งผลต่อค่าความหนาผิวของฟิล์มที่ได้

ทั้งนี้เมื่อพิจารณาผลของความดันรวมต่อความหนาฟิล์มที่ได้ พบว่าเมื่อความดันรวมขณะเคลือบเพิ่มขึ้นความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากที่ความดันรวมขณะเคลือบสูง แก๊สอาร์กอนในห้องเคลือบมีปริมาณมาก ทำให้มีไอออนของแก๊สอาร์กอนจำนวนมากทำให้เป่าสารเคลือบ (ไทเทเนียม) มีโอกาสถูกสับดีเตอร์ออกมาเป็นอะตอมของไทเทเนียมในปริมาณสูง และมีโอกาสทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบในลักษณะฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวหน้าของวัสดุรองรับสูง จึงเป็นเหตุผลให้เมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าสูงขึ้น จากความหนาประมาณ 190 nm เป็น 220 nm เมื่อความดันรวมเพิ่มจาก 3.0×10^{-3} mbar เป็น 9.0×10^{-3} mbar

ตารางที่ 1 ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึกและเฟสของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์
เคลือบที่ความดันรวมต่างๆ

ความดันรวม (mbar)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	เฟส
3×10^{-3}	190	2.2	17	รูไทล์
5×10^{-3}	200	5.9	58	รูไทล์/อนาเทส
7×10^{-3}	210	4.7	49	อนาเทส
9×10^{-3}	220	5.3	51	อนาเทส



ภาพที่ 5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่ความดันรวมต่างๆ

สรุป

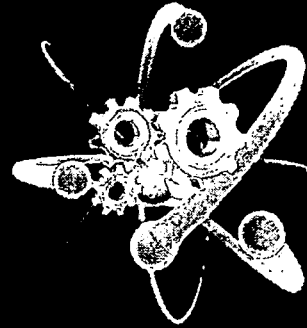
ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกเคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอน สเปคโตรสโกปี ผลการศึกษาพบว่า ความดันรวมที่ใช้ขณะเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์มีผลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยที่ความดันรวมต่ำฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเฉพาะแบบรูไทล์ แต่เมื่อความดันรวมเพิ่มสูงขึ้นโครงสร้างผลึกของฟิล์มเปลี่ยนเป็นแบบผสมของรูไทล์/อนาเทส และแบบอนาเทส ในที่สุด ส่วนลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิว พบว่าเมื่อความดันรวมต่ำเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้มี ลักษณะกลมมน และเปลี่ยนเป็นเล็ก เรียว แหลมขึ้นเมื่อความดันรวมเพิ่มสูงขึ้น ส่วนความหนาและความหยาบผิว ของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความดันรวมเพิ่มขึ้น

กิตติกรรมประกาศ

บทความวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของโครงการวิจัยเรื่อง "การเตรียมฟิล์มบางนาโนของ TiO_xNy สำหรับ ประยุกต์ในกระจกทำความสะอาดตัวเอง" ซึ่งได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก "ทุนอุดหนุนการวิจัยงบประมาณ เงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) มหาวิทยาลัยบูรพา" คณะผู้วิจัยขอขอบคุณไว้ ณ โอกาสนี้ และขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ในการทำวิจัย

เอกสารอ้างอิง

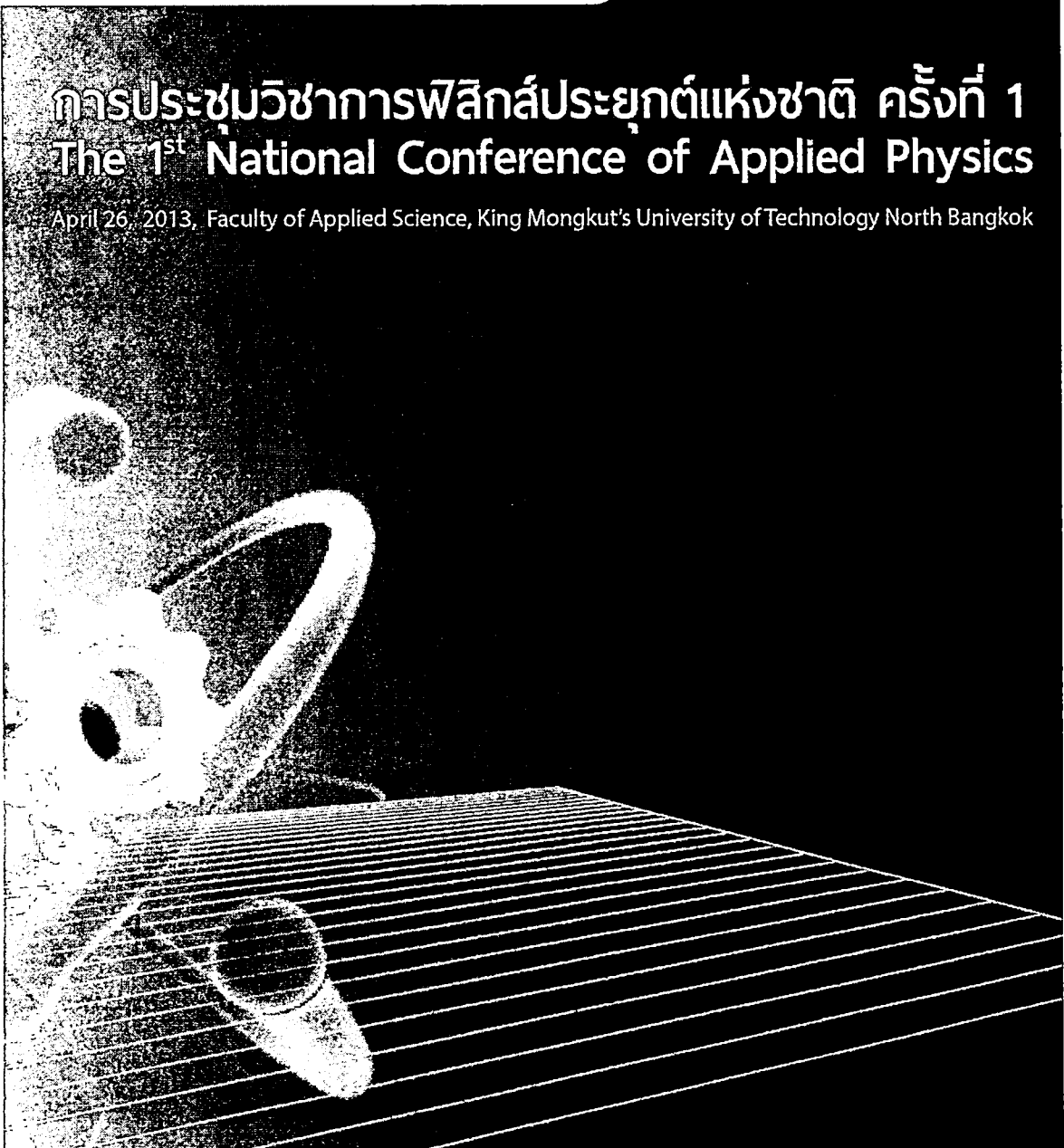
- [1] Li, G.H., Yang, L., Jin, Y.X. and Zhang, L.D. (2000). Structural and optical properties of TiO_2 Thin film and $\text{TiO}_2 + 2\text{wt.}\% \text{ZnFe}_2\text{O}_4$ composite film prepared by r.f. sputtering. *Thin Solid Films*. 368: 163-167.
- [2] Pulker, H.K. (1984). Coatings on Glass. *Elsevier Science Publishers B.V.* 311.
- [3] Takeda, S., Suzuki, S., Odaka, H. & Hosono, H. (2001). Photocatalytic TiO_2 thin film deposited onto glass by DC magnetron sputtering. *Thin Solid Film*. 392: 338-344.
- [4] Löbl, P., Huppertz, M. and Mergel, D. (1994). Nucleation and growth in TiO_2 films prepared by sputtering and evaporation. *Thin Solid Films*. 251: 72-79.
- [5] Witit-Anan, N.; Kasemanankul, P., Chaiyakun, S., Pokaipisit, A., and Limsuwan, P. (2010). Comparison of Nanocrystalline TiO_2 Films Prepared on Unheated Substrates Using Single- and Dual-Cathode DC Unbalanced Magnetron Sputtering Systems. *Japanese Journal of Applied Physics*.
- [6] Zeman, P., & Takabayashi, S. (2002). Effect of Total and Oxygen Partial Pressures on Structure of Photocatalytic TiO_2 Films Sputtered on Unheated Substrate. *Surface and Coatings Technology*. 153: 93-99.
- [7] Yamagishi, M., Kuriki, S., Song, P.K. and Shigesato, Y. (2003). Thin film TiO_2 photocatalyst deposited by reactive magnetron sputtering. *Thin Solid Films*. 442: 227-231.



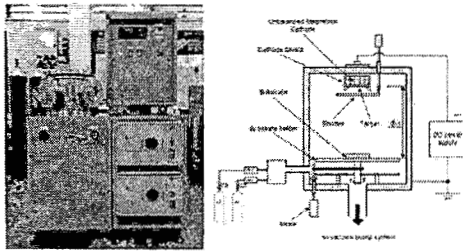
PROCEEDINGS

การประชุมวิชาการฟิสิกส์ประยุกต์แห่งชาติ ครั้งที่ 1
The 1st National Conference of Applied Physics

April 26, 2013, Faculty of Applied Science, King Mongkut's University of Technology North Bangkok



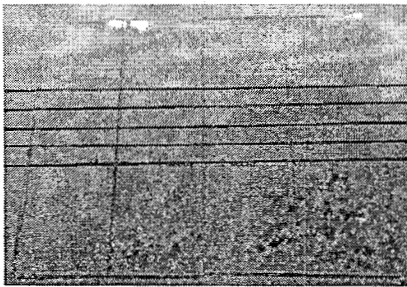




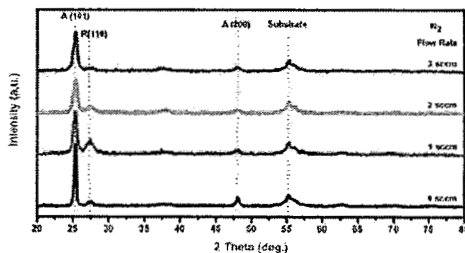
รูปที่ 1 อุปกรณ์และโครงสร้างของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัย

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

ฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกใสที่มีลักษณะใส สว่างแวววาว มีสีจางอ่อนๆ ดังแสดงในรูปที่ 2 สำหรับรูปที่ 3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ 25.34°, 27.28° และ 47.98° ตรงกับสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ A(101) R(110) และ A(200) ตามลำดับ ทั้งนี้เมื่อใช้เลเซอร์ฮีเลียมในโครเจนที่เจือเพิ่มขึ้นพบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ลดลงทุกกรณี



รูปที่ 2 ลักษณะของฟิล์มที่เคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบไว้บนกระจกใสในโครเจนค่าต่ำๆ



รูปที่ 3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบนไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบในโครเจนที่อัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนต่ำๆ

สำหรับลักษณะพื้นผิวของฟิล์มจากเทคนิค AFM (รูปที่ 4) พบว่าฟิล์มมีลักษณะคล้ายกันทุกเงื่อนไข โดยมีลักษณะเรียบและกลมสูงกระจายทั่วทั้งผิวหน้าฟิล์ม แสดงว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เจือไม่มีผลต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

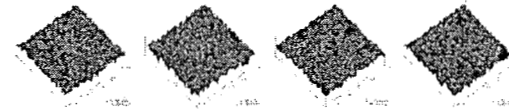
ส่วนความหนาของฟิล์มที่ได้พบว่ามีความหนาใกล้เคียงกับที่ประมาณ 225-236 nm ขณะที่ขนาดผลึกพบว่าผลึกมีค่าลดลง จาก 51 nm เป็น 27 nm (ตารางที่ 1) ส่วนค่าดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มพบว่ามีความอยู่ในช่วง 2.53-2.61 และ 0.001-0.002 ตามลำดับ

ตารางที่ 1 ขนาดผลึก ความหนา ค่าคงที่การหักเหและค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มที่เคลือบได้

N ₂ gas flow rate (sccm)	Crystallite size (nm)	Thickness (nm)	n	k	E _g
3	51	225	2.61	0.001	3.20*
1	51	228	2.55	0.001	3.15*, 2.6**
2	30	233	2.53	0.002	3.20*, 2.5**
3	27	236	2.51	0.001	3.20*, 2.4**

หมายเหตุ * เก็บค่า E_g ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์-ไม่ส่อนทส

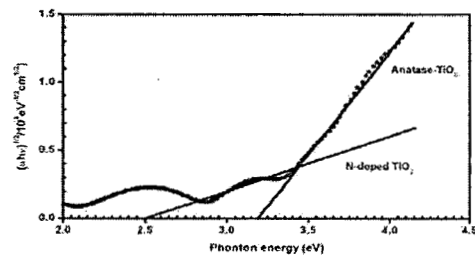
** เก็บค่า E_g ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน



รูปที่ 4 ลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบนไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบที่อัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนต่ำๆ

ส่วนความหนาของฟิล์มที่ใกล้เคียงกันคือประมาณ 225-236 nm ขณะที่ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 51 nm เป็น 27 nm (ตารางที่ 1) ส่วนค่าดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มที่เคลือบได้มีความอยู่ในช่วง 2.53-2.61 และ 0.001-0.002 ตามลำดับ

สำหรับค่าแถบพลังงาน (รูปที่ 5) พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าแถบพลังงานสองค่าคือ 3.2 eV ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ส่อนทส และ 2.5 eV ของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ซึ่งแสดงให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนได้สำเร็จ



รูปที่ 5 สัมพันธภาพของค่าพลังงานของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัย



สรุปผลงานวิจัย

ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนถูกเคลือบบนกระจกสไลด์และซิลิกอน ฟิล์มที่ใสมีลักษณะใสส่งผ่านแสงดี มีโครงสร้างผลึกแบบ A(101) A(200) และ R(110) โดยเงื่อนไขการเคลือบมีผลต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยแก๊สไนโตรเจนที่เจือมีผลทำให้ค่าแถบพลังงานของฟิล์มที่เตรียมได้ลดลง

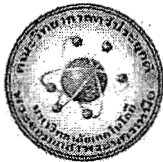
กิตติกรรมประกาศ

บทความวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก “ทุนอุดหนุนการวิจัยงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) มหาวิทยาลัยบูรพา”

เอกสารอ้างอิง

- [1] Ritter, E. (1975), "Dielectric film materials for optical applications", Physics of thin films, New York: Academic Press, 1-49
- [2] Li, G.H., Yang, L., Jin, Y.X., and Zhang, L.D. (2000). "Structural and optical properties of TiO_2 Thin film and TiO_2 + 2 wt. % ZnFe_2O_4 composite film prepared by r.f. sputtering", *Thin Solid Films*, 368: 163-167.
- [3] Fujishima, A. & Honda, K., 1972. Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature*, 238, 37-38.
- [4] Fujishima, A., Rao, T.N. & Tryk, D.A. (2000). TiO_2 photocatalysts and diamond electrode. *Electrochimica Acta*, 45, 4683-4690.





ขอขอบเกียรติบัตรฉบับนี้เพื่อนแสดงว่า ผลงานวิจัยเรื่อง

NCAP16 - โครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียม
ไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบด้วยวิธีนอกตีฟิซึอนบาดานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง
วรรณิศา ชะวีรัมย์, พิชวี กักศิเสนตา, รุ่งกานา อู่สุวรรณ, อาริรัตน์ สมหวังสกุล, นรินทร์ วิทอนันต์, อติสร บุรณวงศ์, สุรสิงห์ ไชยคุณ

ได้รับคัดเลือกให้เป็น **บทความดีเด่น**
ในการประชุมทางวิชาการฟิสิกส์ประยุกต์แห่งชาติ ครั้งที่ ๑
ให้ไว้ ณ วันที่ ๒๖ เมษายน ๒๕๕๖


(รองศาสตราจารย์ ดร.สุรินทร์ เหล่าวัชรพงศ์)
คณบดีคณะวิทยาศาสตร์ประยุกต์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ


(รองศาสตราจารย์ ดร.สุรินทร์ ปิ่นมัน)
คณบดีคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ

การบริการวิชาการ - 1

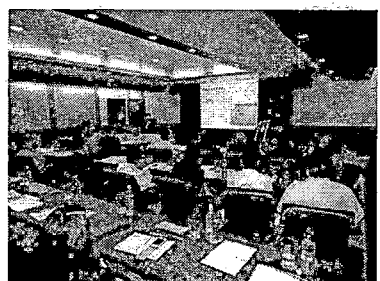
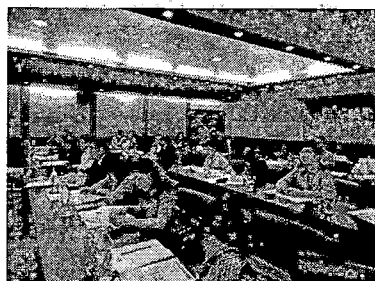
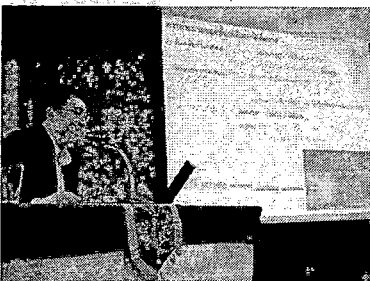
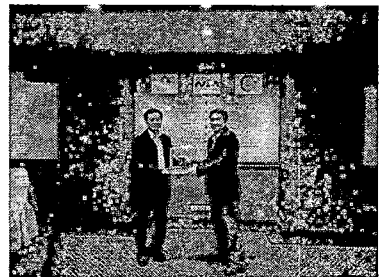
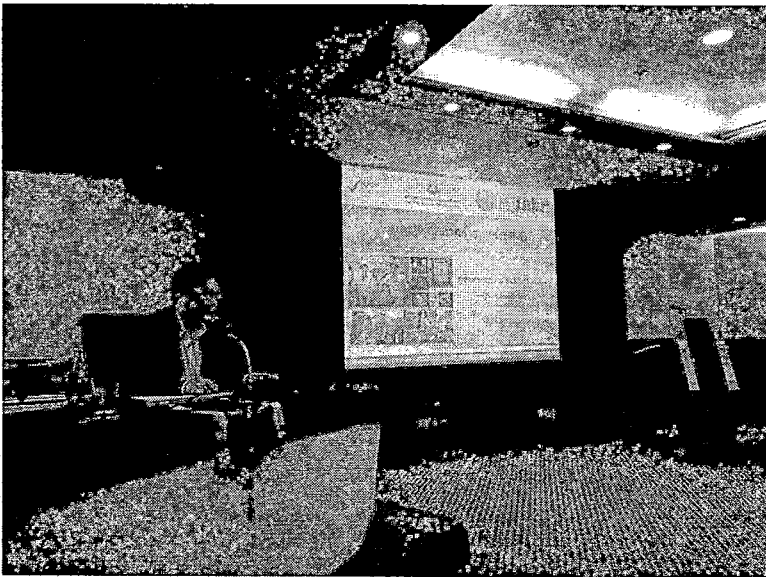
ว-ด-ป : 8 ธันวาคม 2554

หน่วยงาน : สภาอุตสาหกรรมแห่งประเทศไทย

รายละเอียด : บรรยายพิเศษ

เรื่อง การเคลือบในสุญญากาศด้วยเทคนิค PVD

หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



การบริการวิชาการ - 2

ว-ด-ป : 9 ธันวาคม 2554

หน่วยงาน : คณาจารย์และนิสิตจากคณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

- รายละเอียด :
1. เยี่ยมชมกิจกรรมการวิจัยและพัฒนาของโครงการฯ
 2. ขอข้อมูล องค์ความรู้ด้านการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ
 3. ขอคำแนะนำเพื่อไปปรับปรุง เปลี่ยนแปลงกระบวนการผลิตและพัฒนาผลิตภัณฑ์ใหม่
 4. ขอคำแนะนำเพื่อนำไปแก้ไขปัญหเกี่ยวกับเครื่องจักรและกระบวนการผลิต

หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



การบริการวิชาการ - 3

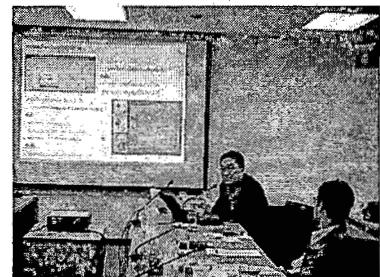
ว-ด-ป : 3 กุมภาพันธ์ 2555

หน่วยงาน : สภาอุตสาหกรรมแห่งประเทศไทย

รายละเอียด : บรรยายพิเศษ

เรื่อง การเคลือบในสุญญากาศด้วยเทคนิค PVD สำหรับอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



การบริการวิชาการ - 4

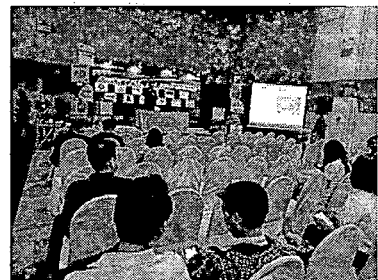
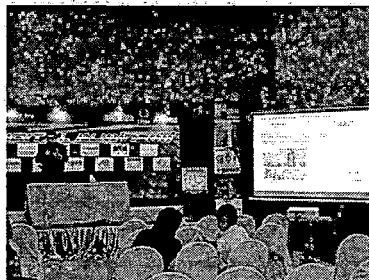
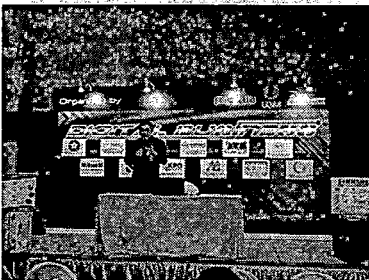
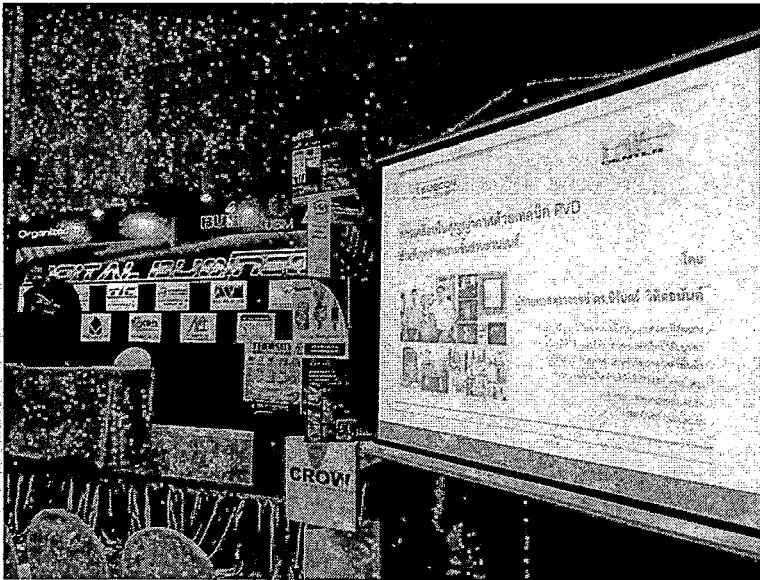
ว-ด-ป : 18 พฤษภาคม 2555

หน่วยงาน : ผู้จัดงานนิทรรศการแสดงศักยภาพของอุตสาหกรรมรับช่วงการผลิตในประเทศไทย
SUBCON Thailand 2012 ณ ศูนย์การประชุมและนิทรรศการไบเทคบางนา กทม.

รายละเอียด : บรรยายพิเศษ

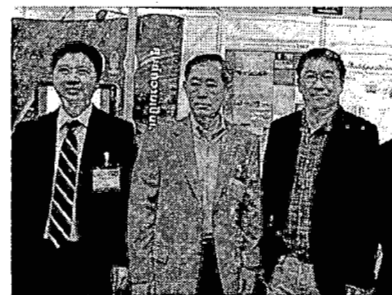
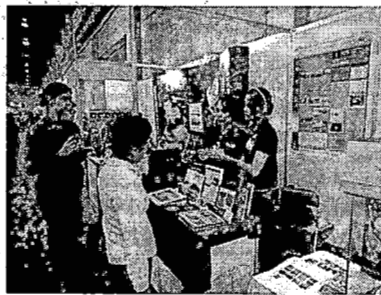
เรื่อง การเคลือบในสุญญากาศด้วยเทคนิค PVD สำหรับอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



การบริการวิชาการ - 5

- ว-ด-ป : 17-19 พฤษภาคม 2555
- หน่วยงาน : ผู้จัดงานนิทรรศการแสดงศักยภาพของอุตสาหกรรมรับช่วงการผลิตในประเทศไทย
SUBCON Thailand 2012 ณ ศูนย์การประชุมและนิทรรศการไบเทคบางนา กทม.
- รายละเอียด : เข้าร่วมแสดงผลงานของห้องปฏิบัติการวิจัย ในงาน SUBCON Thailand 2012
ณ ศูนย์การประชุมและนิทรรศการไบเทคบางนา กทม.
- หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



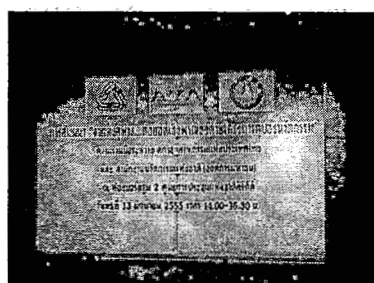
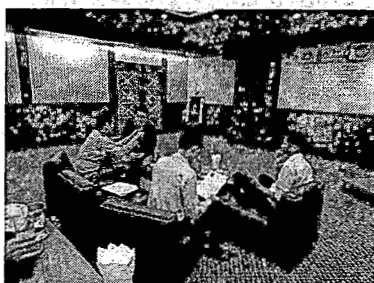
การบริการวิชาการ - 6

ว-ด-ป : 13 มิถุนายน 2555

หน่วยงาน : สมาคมอุตสาหกรรมแห่งประเทศไทย

รายละเอียด : บรรยายพิเศษ เรื่อง การเคลือบในสุญญากาศด้วยเทคนิค PVD

หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



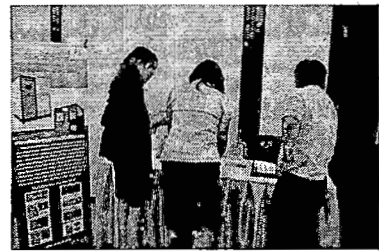
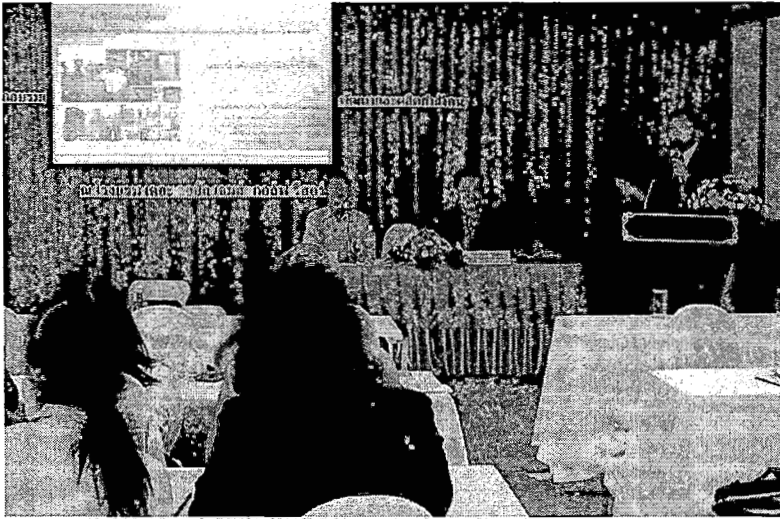
การบริการวิชาการ - 7

ว-ด-ป : 14 สิงหาคม 2555

หน่วยงาน : กาญจนภิเษกวิทยาลัย ช่างทองหลวง

รายละเอียด : บรรยายพิเศษ เรื่อง “การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิคแคโทดิกอาร์ค”

หมายเหตุ : รูปแบบการใช้ประโยชน์ 9.1, 9.2 และ 9.3



ภาคผนวก ข
ประวัตินักวิจัย

ประวัตินักวิจัย
นายนิรันดร์ วิทอนันต์

หัวหน้าโครงการวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายนิรันดร์ วิทอนันต์
ตำแหน่งทางวิชาการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร (038) 745-900 ต่อ 3084
E-mail nirun@buu.ac.th



ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สถาบัน	ปี	สาขา
ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2553	ฟิสิกส์
วท.ม.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2543	ฟิสิกส์
วท.ม.	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	2535	วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม
กศ.บ.(เกียรตินิยม)	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร	2532	วิทยาศาสตร์-ฟิสิกส์

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

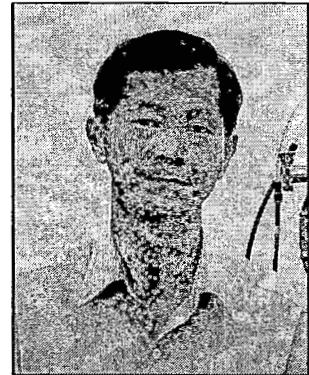
เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวณศาสตร์, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน

ประวัตินักวิจัย
นายสุรสิงห์ ไชยคุณ

นักวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายสุรสิงห์ ไชยคุณ
ตำแหน่งทางวิชาการ รองศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง
 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
 ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail s-chaikhun@hotmail.com



ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สถาบัน	ปี	สาขา
ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2552	ฟิสิกส์
วท.ม.	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2528	ฟิสิกส์
กศ.บ.	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ บางแสน	2525	ฟิสิกส์

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน
