

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

รายงานการวิจัย

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะฟิล์มบางนาโนของอลูมิเนียมไนไตรด์  
ด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริง

Preparation and Characterization of Aluminum Nitride Nano-Thin Films  
by Reactive Sputtering

โดย

ดร.อรรถพล เขยศุภเกตุ

ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

ดร.กัญจน์ชญา หงส์เลิศคงสกุล

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

- 5 ลิ.ย. 2557

338307  
166671

ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล)

ประจำปีงบประมาณ 2555

คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

เริ่มบริการ

10 พ.ย. 2557

\*\*\*\*\*

ชื่อโครงการ: การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะฟิล์มบางนาโนของอลูมิเนียมไนไตรด์  
ด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริง

นักวิจัย: ดร.อรรถพล เชยศุภเกตต์ หัวหน้าโครงการ  
ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ นักวิจัย  
ดร.กัญจน์ชญา หงส์เลิศคงสกุล นักวิจัย

มหาวิทยาลัย มหาวิทยาลัยบูรพา

คณะ: วิทยาศาสตร์ ภาควิชา: ฟิสิกส์

ปีที่จัดพิมพ์: 2556

## บทคัดย่อ

ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริง ผลของเงื่อนไขการเคลือบได้แก่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ความหนาได้ถูกศึกษา สมบัติของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ได้แก่ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและค่าการส่งผ่านแสง ถูกตรวจสอบด้วย X-ray diffraction (XRD), Atomic Force Microscopy (AFM) และสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ตามลำดับ ค่าคงที่ทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มที่เคลือบได้คำนวณจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง ผลการศึกษาพบว่าสามารถเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลบนวัสดุรองรับได้ โดยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและความหนามีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม สำหรับค่าคงที่ทางแสงที่ความยาวคลื่นแสง 600 nm พบว่ามีดัชนีหักเห ( $n$ ) และสัมประสิทธิ์การดับสูญ ( $k$ ) เท่ากับ 1.97 และ 0.007 ตามลำดับ และแถบพลังงาน ( $E_g$ ) มีค่าประมาณ 4.24 eV

คำสำคัญ: ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์/ รีแอคทีฟสปัตเตอร์ริง/ ค่าคงที่ทางแสง

**Research Title:** Preparation and Characterization of Aluminum Nitride Nano-Thin Films by Reactive Sputtering  
**Researcher:** Dr. Attapol Choeysupaket  
Asst.Prof.Dr.Nirun Witit-anun  
Dr. Kanchaya Honglertkongsakul  
**University:** Burapha University  
**Faculty:** Sciences **Department:** Physics  
**Published Year:** 2013

## Abstract

Aluminium nitride thin films were deposited on glass slides and silicon wafers by reactive DC magnetron sputtering method. The effects of deposition parameter such as N<sub>2</sub> gas flow rate and thickness have been investigated. The properties of the as-deposited AlN 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 calculated from transmission spectra. The results showed that AlN thin films with hexagonal phase were successfully deposited on substrates. The N<sub>2</sub> flow rate and thickness were effected on the crystal structure and surface morphology of films. The refractive index ( $n$ ) and extinction coefficient ( $k$ ) at wavelength 600 nm were 1.97 and 0.007, respectively, while energy band gap ( $E_g$ ) was approximately 4.24 eV.

**Keywords:** Aluminium nitride thin film/ Reactive DC magnetron sputtering/  
Optical constant

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง “การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะฟิล์มบางนาโนของอลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริง” (Preparation and Characterization of Aluminum Nitride Nano-Thin Films by Reactive Sputtering.) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับการสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ 2555 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา โครงการวิจัยนี้สำเร็จลงด้วยดีโดยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ซึ่งคณะผู้วิจัยต้องขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้เป็นอย่างสูงได้แก่ มหาวิทยาลัยบูรพาที่ให้การสนับสนุนงบประมาณของโครงการวิจัยนี้ ทำให้คณะผู้วิจัยได้มีโอกาสเริ่มต้นดำเนินการวิจัยและประสบความสำเร็จในที่สุด คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ บุคลากรและเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดการดำเนินงาน ท้ายที่สุดขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพาที่สนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

อรรถพล เขยสุภเกตต์

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

กัญจน์ชญา หงส์เลิศคงสกุล

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ii
ABSTRACT	ii
กิตติกรรมประกาศ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญภาพ	vii
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา	3
<b>บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	
2.1 การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง	6
2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง	8
2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง	10
2.5 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง	12
2.6 ระบบเคลือบแบบ อัมบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง	15
2.7 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธี รีแอกตีฟ สปัตเตอร์ริง	17
2.8 อลูมิเนียมไนไตรด์	18
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	19
<b>บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง</b>	
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	22
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกตีฟ ดีซี สปัตเตอร์ริง	23
3.3 การสร้างสภาวะสุญญากาศ	24
3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง	26
3.5 แนวทางการทดลอง	27

# สารบัญ

	หน้า
<b>บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล</b>	
4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน	29
4.2 ผลของเวลาในการเคลือบ	35
4.3 สมบัติทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์	41
<b>บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ</b>	
5.1 สรุปผล	45
5.2 ข้อเสนอแนะ	46
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	<b>47</b>
<b>ภาคผนวก</b>	
ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์	50
ประวัตินักวิจัย	59

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3-1	เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	27
3-2	เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	28
4-1	ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	31
4-2	ขนาดผลึกของฟิล์มฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	31
4-3	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	34
4-4	ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	37
4-5	ขนาดผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	37
4-6	ความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	40

# สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2-1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	5
2-2	การก่อเกิดฟิล์มบาง	7
2-3	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	9
2-4	ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์	9
2-5	ระบบเคลือบสปัตเตอร์แบบ ดีซี สปัตเตอร์	10
2-6	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	11
2-7	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	12
2-8	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแบบต่างๆ	13
2-9	การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกัดกร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปัตเตอร์	14
2-10	ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอานาลาซซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์	15
2-11	ลักษณะโครงสร้างผลึกของอลูมิเนียมไนไตรด์	18
3-1	เครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ ที่ใช้ในงานวิจัย	23
3-2	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปัตเตอร์ที่ใช้ในงานวิจัย	23
3-3	ไดอะแกรมระบบเครื่องเคลือบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอร์	25
4-1	ลักษณะของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	29
4-2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	30
4-3	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์จากเทคนิค AFM	33
4-4	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ	34
4-5	ลักษณะของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	35
4-6	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	36
4-7	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์จากเทคนิค AFM	39
4-8	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	40
4-9	ค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	41
4-10	ดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	42
4-11	สัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	43
4-12	แถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ	44

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

การเคลือบฟิล์มบางเพื่อปรับปรุงผิววัสดุเป็นกระบวนการที่มีความสำคัญในหลายวงการซึ่งทำได้หลายวิธี ทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีนั้นมีการใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลัก ซึ่งภายหลังจากการเคลือบมักมีสารละลายเคมีเหลือใช้จำนวนมากที่ยากต่อการกำจัด ทำให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมตามมา แต่สำหรับการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์เกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศเท่านั้น ทำให้ไม่เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมและยังให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงกว่ากระบวนการทางเคมีอีกด้วย

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์มีหลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีก็มีข้อดี-ข้อเสียต่างกันออกไป อย่างไรก็ตามวิธีที่มีประสิทธิภาพคือ วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) กระบวนการนี้เกิดขึ้นที่ความดันต่ำประมาณ  $10^{-3}$  -  $10^{-1}$  mbar และอาศัยการดิสชาร์จไฟฟ้าทำให้เกิดแก๊สแตกตัวเป็นไอออนและถูกเร่งให้วิ่งเข้าชนแผ่นเป้าสารเคลือบ (Target) ซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแรงสูง อนุภาคของเป้าสารเคลือบที่ถูกชนด้วยไอออนของแก๊สจะหลุดออกมาด้วยความเร็วสูงแล้ววิ่งเข้าชนและพอกพูน (Deposition) เป็นชั้นของฟิล์มบางเคลือบบนวัสดุรองรับ (Substrate) ในทุกทิศทาง ทั้งนี้เนื่องจากพลังงานของอนุภาคสารเคลือบที่หลุดออกมาจากกระบวนการสปัตเตอริงนี้สูงมาก ดังนั้นเมื่ออนุภาคสารเคลือบกระทบบนวัสดุรองรับก็จะฝังตัวลงในเนื้อของวัสดุรองรับทำให้การยึดเกาะของฟิล์มดีมาก นอกจากนี้สารที่ใช้เคลือบ (เป้าสารเคลือบ) และวัสดุที่ต้องการเคลือบ (วัสดุรองรับ) ในระบบสปัตเตอริงอาจเป็นโลหะหรือโลหะก็ได้ ปัจจุบันภาคอุตสาหกรรมได้มีการนำวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอริงไปใช้ในกระบวนการผลิตอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุต่างๆ โดยฟิล์มบางนั้นมีทั้งแบบชั้นเดียวหรือแบบหลายชั้น อาจเป็นฟิล์มของสารชนิดเดียว อัลลอยด์ หรือสารประกอบ และอาจมีลักษณะหรือขนาดแตกต่างกันไป สำหรับสมบัติของฟิล์มบางแต่ละชนิดจะขึ้นอยู่กับลักษณะการใช้งานเป็นสำคัญ

ทั้งนี้อุตสาหกรรมที่ให้ความสนใจการปรับปรุงผิวโดยการเคลือบคืออุตสาหกรรมการเคลือบแข็งสำหรับเครื่องมือช่าง (hard coating on tool steel) เช่น ดอกสว่าน มีดกลึง ฯลฯ เพื่อให้มีความคงทนต่อการสึกหรอทำให้สามารถใช้เครื่องมือเหล่านี้ได้นานขึ้น โดยการเคลือบสารเคลือบชนิดต่างๆ เช่น ไนไตรด์ (nitrides) หรือ คาร์ไบด์ (carbides) ฯลฯ บนเครื่องมือ/ชิ้นงานที่ต้องการขึ้นกับลักษณะการใช้งาน ทั้งนี้สารเคลือบแต่ละชนิดก็มีลักษณะเด่นเฉพาะตัว เช่น ไททาเนียมไนไตรด์ (Titanium nitride; TiN) เป็นเซรามิกที่มีความเสถียรทางเคมีสูง ทนอุณหภูมิสูง มีความแข็งสูง ประมาณ 2000 HV มีสัมประสิทธิ์

ความเสียหายผิวสัมผัสต่ำ นำไฟฟ้าได้มีสีทอง หรือ อลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum Oxide;  $Al_2O_3$ ) เป็นฟิล์มบางที่มีความเสถียรทางเคมีสูง ทนอุณหภูมิสูง ทนขีดข่วน มีความแข็งสูง ประมาณ 2000 - 2200 HV มีสัมประสิทธิ์ความเสียหายของผิวสัมผัสต่ำ ไม่นำไฟฟ้าที่สำคัญเป็นฟิล์มใส แต่มีข้อเสียคือการเตรียมฟิล์มที่มีความแข็งต้องใช้อุณหภูมิที่สูงมาก ประมาณ 700 - 1000°C อย่างไรก็ตามหากต้องการฟิล์มใสที่มีสมบัติทางกลดี มีความต้านทานไฟฟ้าดี นำความร้อนดี ทนต่อการเป็นสนิม ทนต่อการออกซิเดชัน เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ ทั้งนี้ฟิล์มที่สมบัติดังกล่าวนี้ได้แก่ อลูมิเนียมไนไตรด์ (Aluminum Nitride; AlN) เนื่องจากอลูมิเนียมไนไตรด์มีสมบัติที่สำคัญคือ เป็นฟิล์มใส มีความแข็งสูง และสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ

ในช่วงเวลาที่ผ่านมาฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ได้รับความสนใจจากกลุ่มวิจัยต่าง ๆ ในการศึกษาวิจัยและพัฒนาทั้งในด้านพื้นฐานและการประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ เนื่องจากเป็นฟิล์มบางที่มีสมบัติที่น่าสนใจหลายประการ เช่น มีค่าความแข็งสูง ประมาณ  $2 \times 10^3 \text{ kgf}\cdot\text{mm}^{-2}$  มีค่าสภาพนำไฟฟ้าต่ำ และมีค่าสภาพนำความร้อนสูง ประมาณ  $260 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  (Dimitrova et al., 1998) ทำให้อลูมิเนียมไนไตรด์เหมาะสมสำหรับใช้ในงานต่าง ๆ เช่น การเคลือบเพื่อปรับปรุงสมบัติด้านไตรโบโลยี (Tribological Property) ของวัสดุ ทำให้ทนต่อการขีดสีและกัดกร่อน หรือ ใช้เป็นชั้นไดอิเล็กตริก (Dielectric Layer) ของอุปกรณ์ในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ และที่สำคัญฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ยังเป็นตัวเลือกที่น่าสนใจสำหรับใช้ในงานเคลือบฟิล์มบางแสง (Optical Thin Film) เนื่องจากมีลักษณะใสส่งผ่านแสงได้ดี มีค่าแถบพลังงาน (Energy Band Gap) กว้างมากประมาณ 6.2 eV และดัชนีหักเหมีค่าประมาณ 1.8 - 2.1

การเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ทำได้หลายวิธี เช่น วิธี Chemical Vapor Deposition (CVD) (Dobrynin, 1999) หรือวิธี Molecular Beam Epitaxy (MBE) (Tanaka et al., 1996) แต่การเคลือบทั้งสองวิธีต้องใช้ความร้อนในกระบวนการเคลือบที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติตามต้องการ จึงไม่เหมาะสมสำหรับวัสดุรองรับที่ไม่ทนความร้อน อย่างไรก็ตามการเคลือบอีกวิธีหนึ่งที่น่าสนใจคือ วิธีรีแอคทีฟแมกเนตรอนสปัตเตอร์ริง (Reactive Magnetron Sputtering) เนื่องจากสามารถเคลือบฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิต่ำ ค่าใช้จ่ายในกระบวนการเคลือบไม่สูงมากนัก สามารถควบคุมอัตราเคลือบและสมบัติของฟิล์มได้ง่าย อีกทั้งยังสามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ในระดับอุตสาหกรรมได้อีกด้วย

ปกติแล้วปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มคือ เงื่อนไขการเคลือบ เช่น ความดัน ความหนา กำลังไฟฟ้า อัตราไหลแก๊ส ฯลฯ ทั้งนี้การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริงนั้นอัตราไหลแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบก็เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ เพราะหากแก๊สที่ใช้ในการเคลือบมากหรือน้อยเกินไปก็อาจทำให้ไม่ได้ฟิล์มที่มีโครงสร้างตามต้องการ งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนที่อุณหภูมิต่ำ จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหนาด้วยเทคนิค AFM วัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ ( $k$ ) ของฟิล์มบางที่เคลือบได้คำนวณด้วยวิธี Envelope จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยตลอดจนนำความรู้และประสบการณ์ที่ได้ถ่ายทอดแก่นิสิตและผู้สนใจต่อไป เพื่อเป็นจุดเริ่มของการพัฒนาเทคโนโลยีแบบพึ่งพาตนเองของประเทศในอนาคตต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาเทคนิคและกระบวนการเคลือบฟิล์มบางนาโนของอลูมิเนียมไนไตรด์
2. เพื่อศึกษาสมบัติของฟิล์มบางนาโนของอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้

## 1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้ศึกษาเทคนิคขั้นตอนกระบวนการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยตัวแปรที่ศึกษาคือ อัตราไหลแก๊ส และความหนาของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ในส่วนการวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้นั้นใช้เทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก เทคนิค AFM เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว ความหนา และเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์แล้วคำนวณหาค่าคงที่ทางแสง และค่าแถบพลังงาน

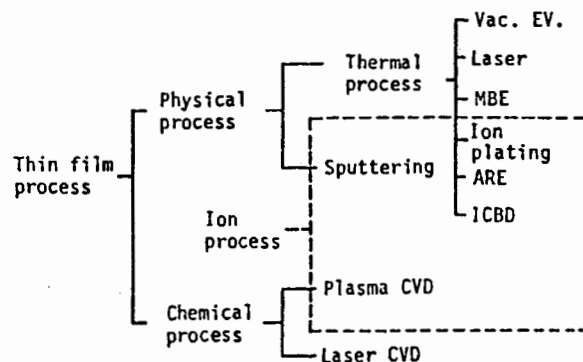
## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบาง (Thin Film) ในสุญญากาศครั้งแรกทำโดย Bunsen และ Grove ในปี คศ.1852 โดยพื้นฐานแล้วแนวคิดเกี่ยวกับการเคลือบในสุญญากาศหรือการเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางมาก ในระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตร จึงอาจกล่าวได้ว่า “ฟิล์มบาง (Thin Film) คือ ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ” อย่างไรก็ตามการระบุว่าฟิล์มใดเป็น “ฟิล์มบาง” นั้นอาจพิจารณาได้จากลักษณะการใช้งานว่าใช้สมบัติด้านใดของฟิล์ม กล่าวคือ ถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) จะเรียกฟิล์มนั้นว่า “ฟิล์มบาง” แต่ถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) จะเรียกฟิล์มนั้นว่า “ฟิล์มหนา” จะเห็นว่า ฟิล์มเดียวกันนั้น อาจเป็นทั้ง “ฟิล์มบาง” หรือ “ฟิล์มหนา” ก็ได้ขึ้นกับลักษณะการใช้งานเป็นสำคัญ (Bunshah, 1994) การเคลือบฟิล์มในสุญญากาศแบ่งได้เป็น 2 ประเภท (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 วิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นต้น



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

การเคลือบในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดจากผิวสารตั้งต้น แล้วพุ่งกระจายวิ่งไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มในที่สุด แบ่งได้เป็น 2 วิธีหลัก ๆ (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันธนา รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยในสุญญากาศ โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ แล้วพุ่งกระจายไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบาง การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้านอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radiofrequency Heating)

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

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

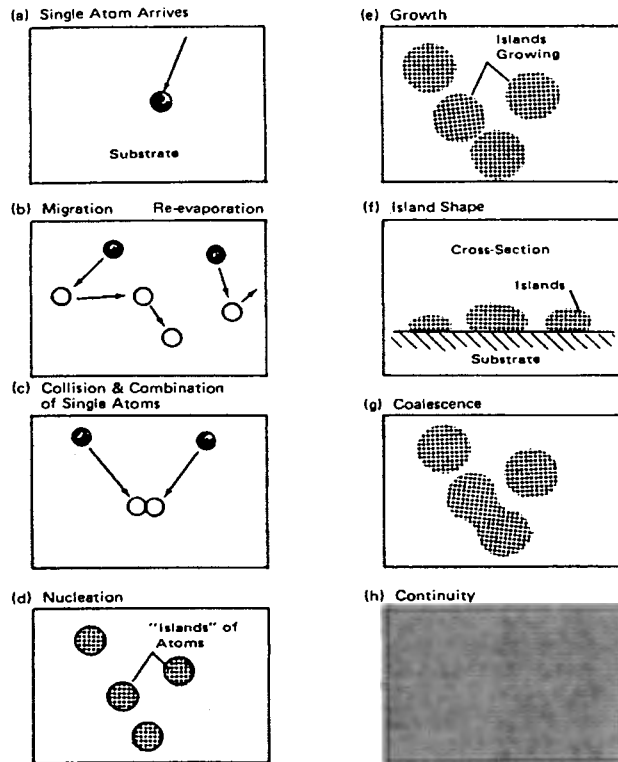
3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

## 2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง

การเกิดฟิล์มบางจากกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ Chapman (1980) ได้อธิบายไว้ดังนี้ เมื่อสารเคลือบจากแหล่งกำเนิดสารเคลือบเคลื่อนที่มาถึงวัสดุรองรับ สารเคลือบที่กระทบผิววัสดุรองรับส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอะตอมหรือโมเลกุล (ภาพที่ 2-2 (a)) โดยพลังงานพันธะ (Bonding Energy) ระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับวัสดุรองรับและอุณหภูมิของวัสดุรองรับ จะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ (Diffusion) ของสารเคลือบบนผิววัสดุรองรับ อะตอมของสารเคลือบจะตกกระทบผิววัสดุรองรับในตำแหน่งที่เรียกว่าตำแหน่งการดูดซับ (Adsorption Site) ทำให้เกิดการเกาะติดหรือถ้ามีพลังงานมากพอก็อาจกระโดดข้ามกำแพงพลังงานไปยังบริเวณที่อยู่ติดกันหรือหลุดออกจากตำแหน่งนั้นไป (ภาพที่ 2-2 (b)) ในช่วงเวลาหนึ่งอะตอมสารเคลือบอาจเกิดการระเหยกกลับและเกิดการรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ด้วยกัน เมื่ออะตอมของสารเคลือบรวมตัวกันอาจเกิดเป็นอะตอมคู่ (ภาพที่ 2-2 (c)) ซึ่งมีความเสถียรมากกว่าอะตอมเดี่ยว (Single Atom) ซึ่งการรวมตัวกันของอะตอมนั้นจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของอะตอมเดี่ยวและอัตราเคลือบ (Deposition Rate) อะตอมคู่อาจรวมตัวกับอะตอมเดี่ยวอื่นแล้วกลายเป็นสามอะตอม (Triplets) หรือ สี่อะตอม (Quadruplets) หรืออื่น ๆ ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า สภาวะการเกิดนิวเคลียส (ภาพที่ 2-2 (d)) ทำให้ได้กลุ่มอะตอมกึ่งเสถียร (Quasi-Stable Islands) จากนั้นกลุ่มอะตอมจะเริ่มโตขึ้นเรียกว่า การโตเป็นกลุ่มก้อน (Island Growth) ขนาดของกลุ่มอะตอมจะใหญ่ขึ้น โดยมีจำนวนอะตอมเท่าเดิม หรือเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ภาพที่ 2-2 (e) และ 2-2 (f)) การโตของกลุ่มอะตอมนี้จะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งขอบของแต่ละกลุ่มอะตอมชนกัน เรียกว่า การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอม (Agglomeration หรือ Coalescence) (ภาพที่ 2-2 (g)) จากการศึกษาด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM) พบว่าขณะที่กลุ่มอะตอมรวมกันเป็นก้อนอะตอมจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid-Like Behaviour) และมีการจัดเรียงทิศทางในเชิงผลึกวิทยา (Crystallographic Orientation) ด้วย การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอมจะเกิดขึ้นจนกระทั่งเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่อง (ภาพที่ 2-2 (h)) แต่ในบางกรณีการเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่องจะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์เมื่อฟิล์มมีความหนาโดยเฉลี่ยประมาณ 0.04 - 0.05  $\mu\text{m}$  ลักษณะผิวของฟิล์มบางขณะเกิดการรวมกลุ่มอะตอมจะดูคล้ายเนินเขาและหุบเขา

เมื่อพิจารณาการเกิดฟิล์มในสภาวะที่เป็นกลุ่มอะตอม (Island) พบว่าอาจเป็นกลุ่มของผลึกเดี่ยวหรือกลุ่มของผลึกคู่หรือมากกว่านั้น ซึ่งกลุ่มอะตอมเหล่านี้จะตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นวัสดุหลายผลึก ทิศทางการจัดเรียงตัว (Orientation) ของแต่ละกลุ่มอะตอมนั้นจะเป็นแบบสุ่ม (Random) ทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีโครงสร้างเป็นหลายผลึกด้วย แต่ถ้ากลุ่มอะตอมเหล่านั้นตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นผลึกเดี่ยว การจัดเรียงตัวของฟิล์มก็จะมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว และเรียกการเกิดฟิล์มแบบผลึกเดี่ยวประเภทนี้ว่า เอพิแทกซี (Epitaxy)

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



ภาพที่ 2-2 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

## 2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางที่เกิดจากสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริงคือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยอนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ และเนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงในการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้าชนกับแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงจะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่าวิธีการระเหยสารค่อนข้างมาก (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธัญญา รัตน์, 2547; Chapman, 1980)

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-3) 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) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered Surface Layer

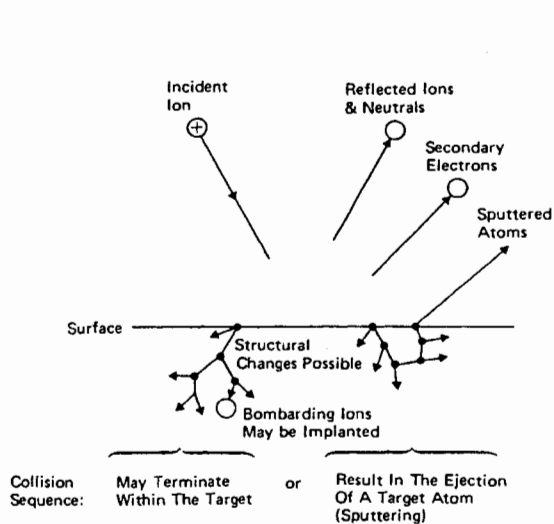
1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอริง

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

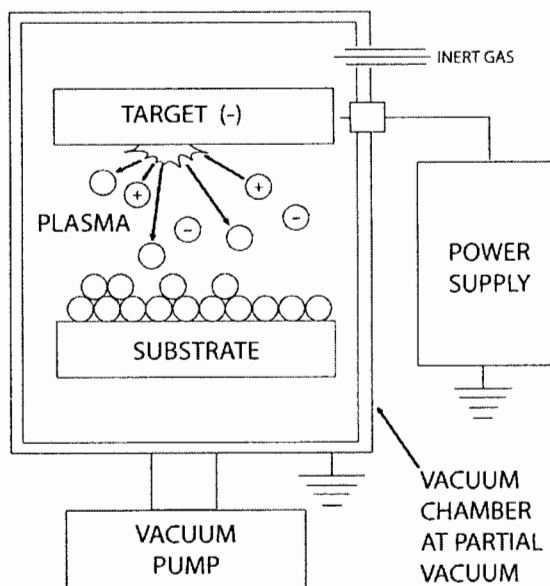
2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปีดเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากป็นไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ เนื่องจากป็นไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปีดเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง



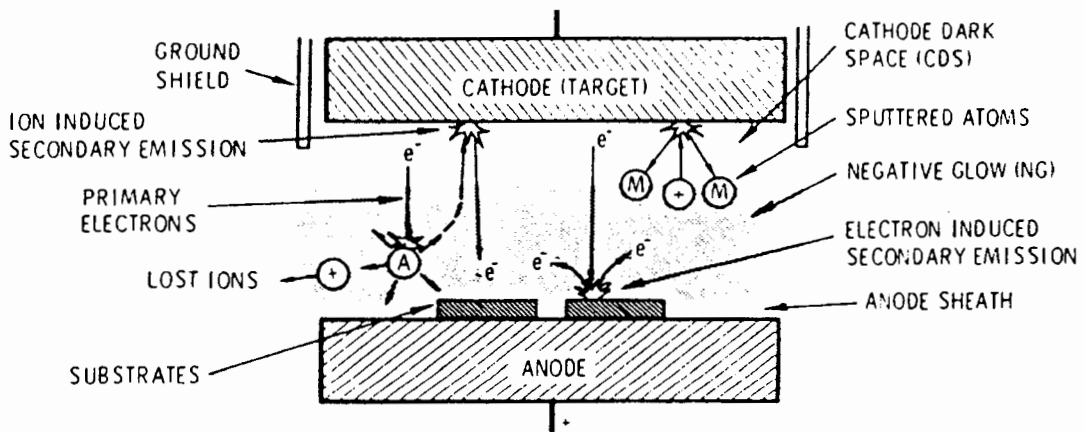
ภาพที่ 2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)



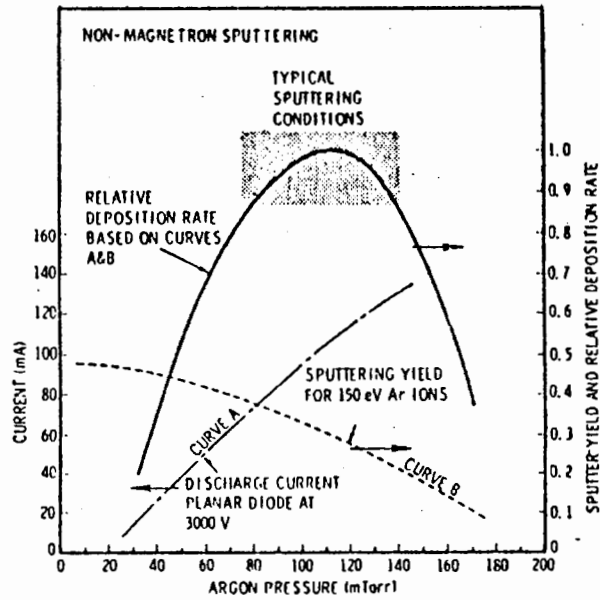
ภาพที่ 2-4 ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศด้วยวิธีสปีดเตอริง

## 2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง อย่างง่ายที่สุด แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-5 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตน์, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบ และแอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะดาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกล์ว ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโกล์วดีสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกล์วดีสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออนในเซชันจะรักษาสภาพโกล์วดีสชาร์จไว้ตราบที่ระยะดาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะดาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาตรน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปีดเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar ระยะดาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโทรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปีดเตอริงอีก



ภาพที่ 2-5 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง (Bunshah, 1994)



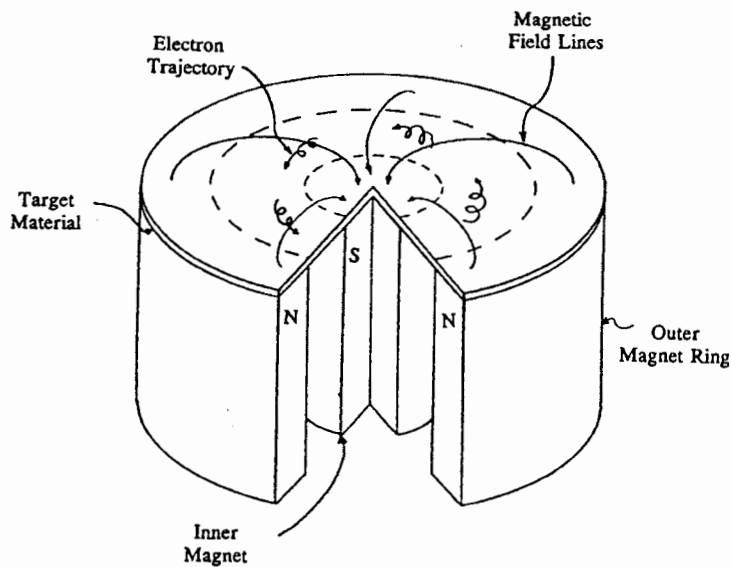
ภาพที่ 2-6 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าอิเล็กต์และกระแสไฟฟ้าใน ระบบสปัตเตอร์ริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรด ที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาณสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงใน ภาพที่ 2-6 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่า ลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุล ของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของอิเล็กต์จากการ สปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-6 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างอิเล็กต์และกระแส ไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่าสปัตเตอร์ริงนิเกิลเมื่อใช้ แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ ความดันมีค่าต่ำกว่า  $2.6 \times 10^{-4}$  mbar และที่ความดันสูงกว่า  $1.6 \times 10^{-5}$  mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุด และลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้นี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอร์ริงคือบริเวณที่ให้อัตรา เคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ  $1.0 \times 10^{-5}$  mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1.0 \text{ mA/cm}^2$  ด้วยอัตราเคลือบ  $0.036 \mu\text{m/min}$  ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตน์, 2547)

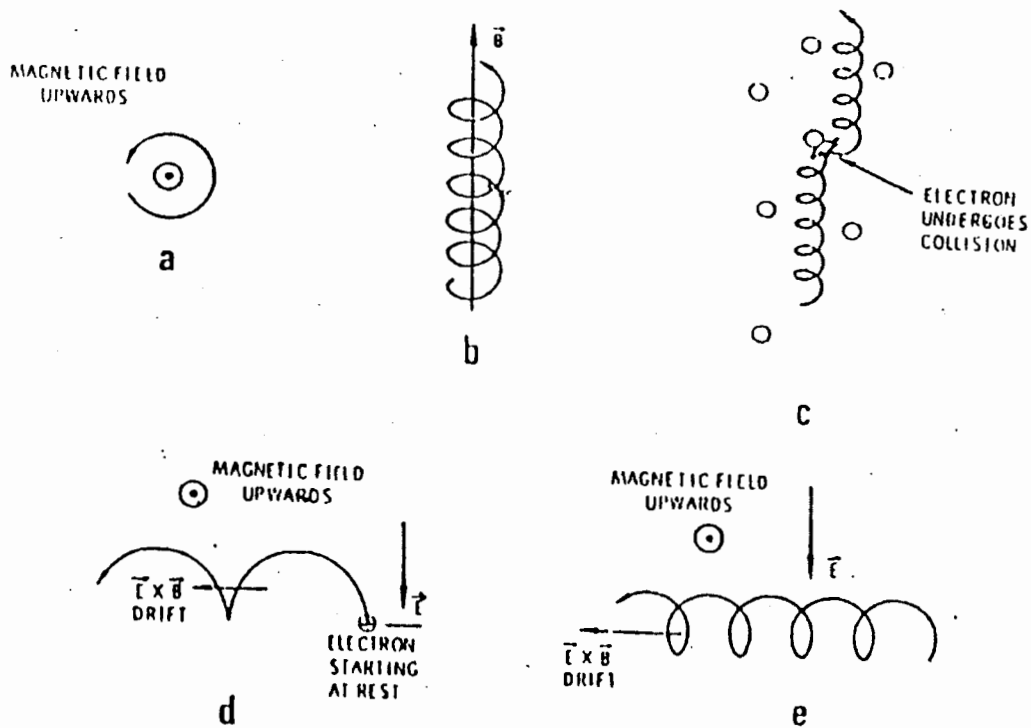
## 2.5 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

อัตราการเกิดสปีดเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างยิลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปีดเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มยิลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1 \text{ mA/cm}^2$  และความดันประมาณ  $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547)

ต่อมาได้มีการพัฒนาระบบใหม่เรียกว่า ระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-7) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปีดเตอริงสูงขึ้นด้วย



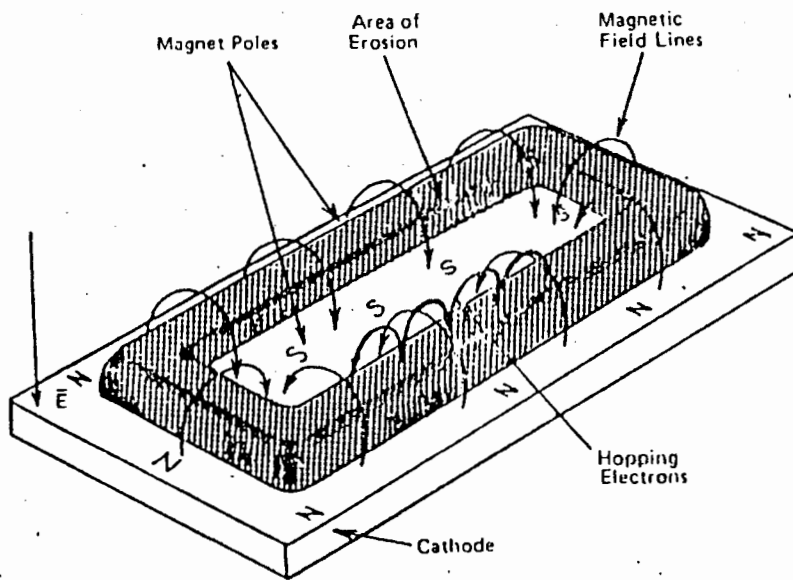
ภาพที่ 2-7 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Rickerby & Matthews, 1991)



ภาพที่ 2-8 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแบบต่าง ๆ (Bunshah, 1994)

ระบบสปีดเตอริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าจะเรียกว่า สนามตามยาวจะทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์สชาร์จเปลี่ยนแปลงไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวางโดยกระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้หลังจากที่ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมา อิเล็กตรอนชุดที่สองจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกับภาพที่ 2-8 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักอยู่ในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้คาโทดและเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนตามแนวผิวหน้าของคาโทด (ภาพที่ 2-9) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนตัวใดที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนชุดที่สองมากขึ้นเป็นผลทำให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงมากและเกิดใกล้ผิวคาโทด ทำให้เกิดสเปซชาร์จจากไอออนบวกสูงที่ผิวคาโทด ซึ่งอาจสั้นกว่าระยะปลอดการชน ใน ดีซี สปีดเตอริงที่ความดันใช้งานมากแรงเคลื่อนไฟฟ้าทั้งหมดจะครอบคลุมบริเวณนี้และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซใน ดีซี สปีดเตอริงขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบแมกนีตรอนสปีดเตอริง ลดลงทั่วไปมีค่าประมาณ 300 - 800 V

ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนที่สูงมากในระบบแมกนีตรอนและพลาสมาที่เกิดขึ้นจะเข้มข้นมากบริเวณเป้าสารเคลือบทำให้อัตราการสปีดเตอร์ของระบบนี้มีค่าสูง ขณะที่ความดันในระบบจะมีค่าต่ำแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ที่ทุกค่าของอัตราการสปีดเตอร์ แมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง ทรงกระบอกทั่วไปมีอัตราการสปีดเตอร์สูงกว่า  $1.0 \mu\text{m}/\text{min}$  และมีอัตราเคลือบสูงกว่า  $0.2 \mu\text{m}/\text{min}$  ความหนาแน่นกระแสที่ผิวคาโทด ประมาณ  $20.0 \text{ mA}/\text{cm}^2$  แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าระหว่าง  $300 - 800 \text{ V}$  ที่ความดันประมาณ  $5.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  ประสิทธิภาพการเคลือบสูงเกินกว่า 10 เท่าตัว นอกจากนี้ยังสามารถขยายสเกลใช้กับระบบสปีดเตอร์ริงขนาดใหญ่ได้ง่ายเมื่อออกแบบใช้งานร่วมกับไดรโอดสปีดเตอร์ริง ระบบสามารถเคลือบได้ที่ความดันต่ำถึง  $10^{-5} \text{ mbar}$

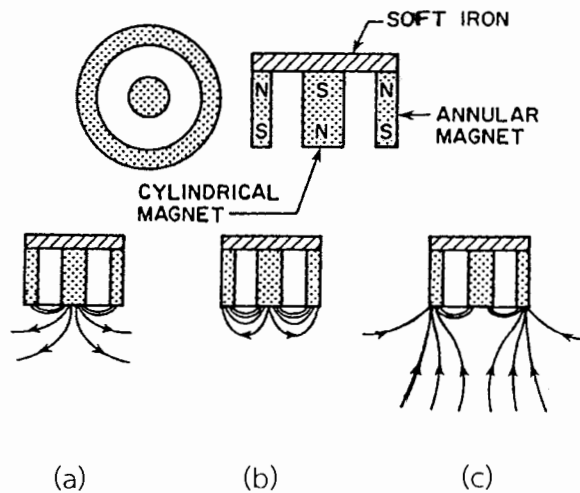


ภาพที่ 2-9 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง (Chapman, 1980)

## 2.6 ระบบเคลือบแบบ อังบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

ในการเคลือบฟิล์มพบว่าถ้าระดมยิงไอออนระหว่างการเกิดฟิล์มจะเป็นการเปลี่ยนแปลงฟิล์มหลายอย่างเช่น พฤติกรรมการเกิดนิวเคลียส (Nucleation Behaviour) สัณฐานวิทยา (Morphology) องค์ประกอบ (Composition) ทิศทางการจัดเรียงตัว และสมบัติเชิงกล เป็นต้น ในกรณีแมกนีตรอน สปีดเตอริง ไอออนที่ใช้ในการระดมยิงวัสดุรองรับจะมาจากประจุไฟฟ้าที่อยู่รอบวัสดุรองรับ ซึ่งทำได้โดยการจ่ายศักย์ลบประมาณ 1 - 500 V ให้กับวัสดุรองรับ อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสที่ฟิล์มหรือผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับ ระบบดีซี แมกนีตรอน ปกติจะมีค่าต่ำประมาณ 0.05 - 0.10 ไอออน/อะตอมสารเคลือบ แต่การใช้งานจริงต้องมีค่าสูงกว่านี้ (Rohde & Munz, 1991)

สำหรับการเคลือบแข็ง (Hard coating) ฟิล์มบางที่ต้องการนั้นจะต้องมีช่องว่าง (Voids) ในเนื้อฟิล์ม น้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion) และทนต่อการขัดสี (Wear Resistance) มากยิ่งขึ้น โดยการลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้สามารถทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอสให้กับวัสดุรองรับ แต่ก็จะทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (Defects) ภายในเกรน (Grain) ของฟิล์มมากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับลดลง ปัญหานี้สามารถแก้ได้โดยการเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออน (อัตราส่วนของไอออน/อะตอมสารเคลือบ) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอังบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (Unbalanced Magnetron Sputtering) (Rohde & Munz, 1991; Sproul, 1992)



ภาพที่ 2-10 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอังบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

(Rickerby & Matthews, 1991)

ระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่าการติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทดของระบบสปีดเตอริงปกติ นั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าอีกด้านหนึ่งแล้ว สนามแม่เหล็กที่คาโทดจะมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับนั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรงการจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-10 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-10 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-10 (b))

ถ้าจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-10 (a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วนไอออน/อะตอมสารเคลือบประมาณ 0.25 : 1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-10 (c) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราส่วนไอออน/อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้นคือประมาณ 2 : 1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบแอสต่ำ) ปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่นำแนวคิดนี้ไปประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย ซึ่งมีทั้งที่ใช้แม่เหล็กแบบถาวรและแม่เหล็กไฟฟ้า จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ที่ระบบเคลือบใช้อับบาลานซ์พลาสมาแมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบไททานเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับประมาณ 200.0 mm โดยใช้ความต่างศักย์ไบแอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าสามารถทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสสูงถึง 6.0 mA/cm<sup>2</sup> ซึ่งสูงมากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม (Munz, 1991)

หากพิจารณาเปรียบเทียบระบบสปีดเตอริงทั้ง 3 ระบบจะพบว่าในกรณีระบบสปีดเตอริงปกติ นั้น อิเล็กตรอนที่เกิดจากการไอออไนซ์จะวิ่งไปจับที่แอโนดโดยไม่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสปีดเตอริงเลย ดังนั้น เพื่อให้ระบบสปีดเตอริงมีประสิทธิภาพมากขึ้นจึงมีแนวคิดที่จะนำอิเล็กตรอนเหล่านี้เข้ามาช่วยในกระบวนการสปีดเตอริงซึ่งทำได้โดยการใช้สนามแม่เหล็กช่วยจึงเกิดระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ซึ่งเป็นที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยทำให้เกิดอิเล็กตรอนบริเวณหน้าคาโทดเพิ่มขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะมีส่วนช่วยทำให้กระบวนการสปีดเตอริงคงอยู่อย่างต่อเนื่อง จากอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งทำให้เกิดการไอออไนซ์อะตอมแก๊สเฉื่อยสูงขึ้น นอกจากนี้สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบมีลักษณะเป็นการชนแบบซ้ำ ๆ ต่อเนื่องกันทำให้เกิดอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมาในปริมาณมากขึ้นซึ่งทำให้เกิดการสปีดเตอริงมากตามไปด้วย แต่ก็ยังมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงซึ่งสามารถจะหลุดออกจากอำนาจของสนามแม่เหล็กนี้ได้ซึ่งจะวิ่งเข้าหาขั้วแอโนดโดยทันที สำหรับในระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง นั้นอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดออกจากสนามแม่เหล็กจะถูกยึดไว้ด้วยเส้นแรงแม่เหล็กส่วนเกินของระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นทางโค้งไปตามเส้นแรงแม่เหล็กเข้าชนกับอะตอมของแก๊สเฉื่อยและเกิดการไอออไนซ์เป็นพลาสมาชุดที่สองบริเวณผิวหน้าวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่นกระแสที่วัสดุรองรับมีค่าสูงมากกว่าในระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริงปกติมาก (ประมาณ 5.0 - 10.0 mA/cm<sup>2</sup> ปกติมีค่าน้อยกว่า 1.0 mA/cm<sup>2</sup>) โดยพลาสมาที่เกิดขึ้นนี้จะมีส่วนช่วยในการเคลือบฟิล์มที่เรียกว่า Ion-Assisted Deposition ซึ่งจะให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความหนาแน่นสูงและมีการยึดติดดี (Munz, 1991)

## 2.7 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธี รีแอคทีฟ สปีตเตอริง

สำหรับกระบวนการรีแอคทีฟ สปีตเตอริง (Reactive Sputtering) มติ ห่อประทุม (2548) ได้อธิบายไว้ว่า เป็นกระบวนการสปีตเตอริงที่มีการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เข้าสู่ระบบ เพื่อให้เกิดสารประกอบของฟิล์มตกเคลือบบนชิ้นงานหรือวัสดุรองรับ การสปีตเตอริงที่มีเป่าสารเคลือบเป็นโลหะบริสุทธิ์ โดยการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา จะทำให้เกิดสารประกอบต่าง ๆ ของโลหะได้ เช่น การป้อนแก๊สไนโตรเจนอาจทำให้เกิดโลหะไนไตรด์ ถ้าป้อนแก๊สอะเซทิลีน ( $C_2H_2$ ) หรือ มีเทน ( $CH_4$ ) อาจเกิดเป็นสารประกอบของโลหะคาร์ไบด์ เป็นต้น โดยปกติความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่ใช้ค่อนข้างต่ำจนไม่เพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาในสภาวะปกติ อย่างไรก็ตามคาดกันว่าอิเล็กตรอนในพลาสมาที่มีส่วนในการกระตุ้นหรือไอออไนซ์แก๊สไวปฏิกิริยาให้มีความสามารถในการทำปฏิกิริยากับโลหะได้สูงกว่าสภาวะปกติ โดยแก๊สไวปฏิกิริยา เช่น แก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ ) อาจรวมตัวกันกับโลหะ เช่น ไททาเนียม (Ti) แล้วเกิดเป็นสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) ได้เป็น 3 ลักษณะ ดังนี้

1. แก๊สไวปฏิกิริยาเช่นแก๊สไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับอะตอมไททาเนียมที่ผิวหน้าเป้าของสารเคลือบกลายเป็นสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์แล้วถูกสปีตเตอริงให้หลุดออกแล้วตกเคลือบลงบนแผ่นวัสดุรองรับ ปฏิกิริยาส่วนนี้เกิดขึ้นสูงเมื่อความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาในระบบมีค่าสูง พบว่า ในการเคลือบไททาเนียมไนไตรด์บนฟิล์มเคลือบที่เป่าสารเคลือบ ส่วนที่มีอัตราการสปีตเตอริงต่ำจะปรากฏฟิล์มของสีทองไททาเนียมบริเวณนั้น ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า Target Poisoning มีผลทำให้อัตราการเคลือบลดลง

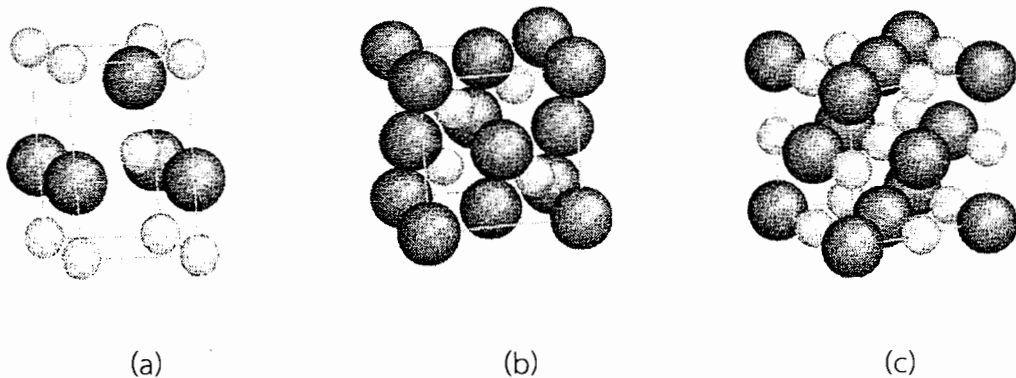
2. แก๊สไวปฏิกิริยาเช่นแก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับอะตอมไททาเนียมที่ถูกสปีตเตอริง ในระหว่างทางวิ่งสู่แผ่นวัสดุรองรับแล้วตกเคลือบบนแผ่นวัสดุรองรับ กระบวนการนี้ในทางทฤษฎีถือว่าเกิดได้น้อยมาก เนื่องจากสภาวะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัม แต่เป็นไปได้ที่การรวมตัวของสารประกอบจะเกิดในช่วงนี้

3. แก๊สไวปฏิกิริยาเช่นแก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับไททาเนียมบนผิววัสดุรองรับหรือชิ้นงาน การทำรีแอคทีฟ สปีตเตอริง โดยทั่วไปความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่เหมาะสมต่อการเกิดสารประกอบที่ต้องการมีค่าต่ำกว่าช่วงที่เกิดขบวนการโกลว์ดิสชาร์จ ในกระบวนการจึงใช้แก๊สไวปฏิกิริยากับแก๊สเฉื่อยทำให้รักษาสภาวะโกลว์ดิสชาร์จไว้ได้ ในเวลาเดียวกันช่วยให้อัตราเคลือบสูงขึ้น ในการทำรีแอคทีฟ สปีตเตอริง ยังมีสิ่งที่ต้องคำนึงถึงคือความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาต้องมีค่าพอเหมาะกับการเกิดฟิล์มสารประกอบที่ต้องการ เช่น การเคลือบสารประกอบ Ferroferric Oxide ( $Fe_3O_4$ ) ความดันแก๊สออกซิเจนที่ใช้ในรีแอคทีฟ สปีตเตอริงถูกจำกัดในช่วงความดันแคบมาก ถ้าความดันย่อยของแก๊สออกซิเจนมากไปจะเกิดสารประกอบของ Ferric Oxide ( $Fe_2O_3$ ) ถ้าน้อยเกินไปจะเกิดสารประกอบ Ferrous Oxide (FeO) หรือฟิล์มของเหล็ก (Fe)

## 2.8 อลูมิเนียมไนไตรด์

อลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) เป็นสารประกอบที่ประกอบขึ้นจากธาตุ 2 ชนิด ได้แก่ธาตุอลูมิเนียม (Al) และธาตุไนโตรเจน (N) มีแถบพลังงานกว้าง ทำให้สามารถจัดสารประกอบชนิดนี้ให้เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้างได้เมื่อเจือสารประกอบนี้ด้วยธาตุที่มีพลังงานต่ำ เช่น ธาตุคาร์บอน สารประกอบนี้มีค่าช่องว่างแถบพลังงานเป็น 6.2 eV ที่ 300 K เมื่อเป็นโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล นอกจากนี้ยังสามารถจัดให้อลูมิเนียมไนไตรด์เป็นฉนวนไฟฟ้าและใช้เป็นสารไดอิเล็กตริกแนวใหม่ สำหรับการประยุกต์ใช้งานในทางอิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้งานแบบอุณหภูมิและกำลังไฟฟ้าสูง เนื่องจากมีเสถียรภาพเชิงความร้อนสูง เมื่อปลูกลงบนซิลิคอนและซิลิคอนคาร์ไบด์ อลูมิเนียมไนไตรด์ได้ถูกนำมาใช้เป็นชั้นกันชนในการปลูกผลึกสารกึ่งตัวนำชนิดอื่น ๆ อีกด้วย ตัวอย่างเช่น การปลูกสารแกลเลียมไนไตรด์ (GaN) พบข้อดีไม่เฉพาะในเรื่องการเกิดปรากฏการณ์ไม่เข้ากันได้เชิงผลึก ( Lattice Mismatch ) ที่น้อยมากแล้วยังพบว่ายังเกิดขึ้นเชื่อมโยงระหว่างผลึกระหว่าง GaN และ AlN จำนวนมากด้วย สมบัติการเป็นสารกึ่งตัวนำทรานซิสชันชนิดช่องว่างแถบพลังงานตรงของอะลูมิเนียมไนไตรด์ทำให้ถูกเลือกใช้เป็นสารสำหรับการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ในย่านความถี่อัลตราไวโอเล็ต (UV) และยังสามารถประยุกต์ใช้สารนี้ในการสร้างจอแสดงผลชนิดแพร่สนามในย่านความถี่สูงด้วย (Tungasmita, 2001)

สารประกอบอะลูมิเนียมไนไตรด์ถูกพบว่ามีโครงสร้างผลึกอย่างน้อย 3 รูปแบบ ได้แก่ โครงสร้างแบบเฮกซะโกนัลแบบเวอร์ตไซด์ (Wurtzite) ที่พบจำนวนมาก โครงสร้างลูกบาศก์แบบซิงค์เบลนด์ (Zinc Blende) และโครงสร้างลูกบาศก์แบบร็อกซอลต์ (Rock Salt) ดังภาพที่ 2-11 ความแตกต่างกันในโครงสร้างผลึกทั้ง 3 รูปแบบ ส่งผลให้เกิดความแตกต่างในสมบัติทางไฟฟ้า และความแข็งเชิงกล โครงสร้างแบบซิงค์เบลนด์ เป็นสารที่มีช่องว่างแถบพลังงานแบบ indirect มีค่าต่ำประมาณ 5.1 eV แต่มีความแข็งสูง โครงสร้างแบบร็อกซอลต์ เป็นโครงสร้างที่มีความดันสูง ส่วนโครงสร้างแบบซิงค์เบลนด์ถูกพบได้ยาก สารละลายของแข็งของอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบร็อกซอลต์ กับไททาเนียมไนไตรด์ เป็นสารที่น่าสนใจโดยเฉพาะการนำมาประยุกต์ใช้ในงานการเคลือบแข็ง (Tungasmita, 2001)



ภาพที่ 2-11 ลักษณะโครงสร้างผลึกของอะลูมิเนียมไนไตรด์ (Tungasmita, 2001)

(a) Wurtzite AlN      (b) Zinc Blende AlN      (c) Rock Salt AlN

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Oliveira, Massi, Santos, Otani, Maciel, and Mansano (2001) ได้เคลือบอลูมิเนียมไนไตรด์บนแผ่นซิลิกอน (P-Tyepsilicon) โดยวิธีรีแอคทีฟดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริงในบรรยากาศของแก๊สผสมระหว่าง ไนโตรเจนและอาร์กอน เพื่อศึกษาผลของการให้ความร้อนแก่แผ่นซิลิกอน และ อัตราส่วนของแก๊สผสม จากการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าปัจจัยทั้งสองมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์ม การเคลือบโดยไม่ให้ความร้อนได้ฟิล์มที่มีโครงสร้างอสัณฐานและผลึกเมื่อวิเคราะห์ฟิล์มที่โครงสร้างเป็นผลึกด้วย XRD พบว่า รังสีเลี้ยวเบนเข้มมากที่สุดที่มุม  $2\theta = 33^\circ$  ซึ่งอาจเป็นรังสีเลี้ยวเบนจากระนาบ (100) ที่มีระยะระหว่างระนาบ  $d_{100} = 2.69 \times 10^{-10}$  รังสีเลี้ยวเบนเข้มมากที่สุดนี้แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างมีความเป็นระเบียบสูง ต่างจากฟิล์มที่เป็น อสัณฐานซึ่งพบรังสีเข้มพอ ๆ กันที่หลายมุม การเคลือบโดยใช้ไนโตรเจน 60% พร้อมกับให้ความร้อนแก่แผ่นซิลิกอน (อุณหภูมิ  $200^\circ\text{C}$ ) ได้ฟิล์มที่โครงสร้างเป็นระเบียบสูงและเป็นผลึกมากกว่าฟิล์มที่ได้จากการเคลือบโดยไม่ให้ความร้อนที่อัตราส่วนของไนโตรเจนเดียวกัน

Zhang et al. (2005) สนใจการประยุกต์ใช้อลูมิเนียมไนไตรด์เป็นชั้นรองพื้นในการสร้างอุปกรณ์ไฟฟ้ากำลังและความถี่สูงและ ได้ใช้วิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง เคลือบอลูมิเนียมบนซิลิกอนระนาบ (111) และ ระนาบ (100) โดยใช้กำลังการคายประจุต่างกัน จากข้อมูล XRD พบว่าฟิล์มบนซิลิกอน (111) ปรากฏยอดของรังสีเลี้ยวเบนจากระนาบ (002) ยอดนี้มีค่า FWHM น้อยกว่ายอดที่ได้จากระนาบเดียวกันของฟิล์มบนซิลิกอน (100) เมื่อวิเคราะห์ลักษณะการสั่นด้วย FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) พบว่าความเค้นของฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนระนาบ (111) มีค่าน้อยกว่าฟิล์มบนซิลิกอน (100) ค่าความเค้นนี้เป็นผลจากความเข้ากันไม่ได้ระหว่างโครงผลึกของฟิล์มและวัสดุรองรับ และ พบว่าความเค้นของฟิล์มบนซิลิกอน (111) ขึ้นอยู่กับกำลังการคายประจุอย่างมาก ความเค้นนี้เกิดจากความไม่สมบูรณ์ และ ความเข้ากันไม่ได้ระหว่างสมบัติทางความร้อนของฟิล์มและวัสดุรองรับ

Venkataraj, Severin, Drese, Koerfer, and Wuttig (2006) ได้ใช้วิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง เคลือบอลูมิเนียมไนไตรด์บนซิลิกอนระนาบ (100) และแก้ว โดยแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 0 ถึง 8 sccm และ รักษาความดันขณะเคลือบไว้ที่  $8 \times 10^{-3}$  mbar โดยปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าไปชดเชยด้วยอัตราไหลที่เหมาะสม จากเทคนิค RBS พบว่าฟิล์มที่ได้จากการเคลือบที่อัตราการไหลของไนโตรเจน 4.75 sccm มีสัดส่วนของธาตุเป็น  $\text{Al}_x\text{N}_y$  และจากข้อมูล XRD พบว่าฟิล์มเริ่มเป็นผลึกที่อัตราไหลตั้งแต่ 4.75 sccm ขึ้นไป จากการวิเคราะห์ สเปกตรัมการส่งผ่านแสง และวิธี Ellipsometry พบว่าฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์มีค่าดัชนีหักเหของแสงที่ความยาวคลื่น 533 nm ประมาณ 1.9

Figuroa, Salas, and Oseguera (2005) ใช้วิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงเคลือบอลูมิเนียมไนไตรด์บนอลูมิเนียมอัลลอย (7076-T6) ที่รองพื้นด้วยฟิล์มที่แตกต่างกันสามชนิดคือฟิล์มโครเมียม ฟิล์มไททาเนียม และฟิล์มอลูมิเนียม เพื่อศึกษาผลของความดันขณะเคลือบและชนิดของฟิล์มรองพื้นจากการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าการรองพื้นด้วยไททาเนียมและอลูมิเนียมทำให้ฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ยึดเกาะได้ดีกว่ารองพื้นด้วยโครเมียม ภาพตัดขวางของพื้นผิวของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่ได้จาก

SEM แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างเป็นคอลัมน์ยอดแหลมคล้ายโดมเรียงตัวกันสองแบบคือ Z1 และ ZT ฟิล์มที่ใช้รองพื้นมีผลต่อการเรียงตัวนี้ คอลัมน์ของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนฟิล์มรองพื้น อลูมิเนียมเรียงตัวหนาแน่น (โครงสร้างแบบ ZT) กว่าคอลัมน์ของฟิล์มที่เคลือบบนฟิล์มรองพื้น โครเมียม และไททาเนียม (โครงสร้างแบบ Z1) และยังพบว่าการเคลือบบนฟิล์มรองพื้นเหล่านี้ปรากฏโครงสร้างชั้นของคอลัมน์ (Columnar-Layered) ซึ่งเป็นโครงสร้างที่ไม่ปรากฏเมื่อเคลือบบนกระจกและชั้นของคอลัมน์นี้ชั้นสุดท้ายหนาที่สุด ภาพถ่ายด้านบนจาก SEM แสดงให้เห็นลักษณะผิวมีรอยนูนรูปครึ่งวงกลมซึ่งเกิดจากคอลัมน์บางคอลัมน์การเรียงตัวในระนาบ (002) ขนาดของรอยนูนนี้เพิ่มตามความดันขณะเคลือบ เช่นเดียวกับความหยาบของผิวที่เพิ่มตามความดันขณะเคลือบ เมื่อเคลือบที่ความดันต่ำได้ฟิล์มบางและผิวเรียบกว่าเคลือบที่ความดันสูง สเปกตรัม XRD ที่ได้จากทั้งสิบสองตัวอย่างปรากฏยอดในตำแหน่งที่สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบ Wurtzite และ แสดงให้เห็นว่าเป็นผลึกที่เรียงตัวแบบผสมคือเรียงอยู่ในระนาบ (101) (100) และ (002) ระนาบเหล่านี้มีสัดส่วนพอ ๆ กันไม่มีระนาบใดเด่นชัด สัดส่วนของระนาบเหล่านี้เปลี่ยนแปลงตามความดันขณะเคลือบสเปกตรัม XRD ของฟิล์มที่เคลือบด้วยความดันสูง ( $0.8 \times 10^{-3}$  mbar) ปรากฏยอดที่แสดงว่ามี อลูมิเนียมอยู่ในเนื้อฟิล์ม

Moreira, Doi, Souza, and Diniz (2010) ได้เคลือบอลูมิเนียมไนไตรด์บนซิลิกอนระนาบ (100) โดยใช้วิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริงในบรรยากาศของแก๊สผสมระหว่าง ไนโตรเจน กับอาร์กอน พบว่าสามารถเคลือบให้เกิดฟิล์มอลูมิเนียมระนาบ (002) ที่มีผิวหยาบน้อยโดยควบคุมความเข้มข้นของแก๊ส ไนโตรเจนและกำลังที่เป่าและสามารถเคลือบฟิล์มที่มีลักษณะเช่นนี้ได้เร็วถึง 70 nm/min นอกจากนี้ยังพบอีกว่าการเพิ่มกำลังที่เป่าทำให้การไนไตรด์อลูมิเนียมไม่สมบูรณ์ (ปรากฏเฟสของอลูมิเนียมในสเปกตรัม XRD ของฟิล์ม)

Auger, Vazquez, Jergel, Sanchez, and Albella (2006) ได้ใช้วิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง เคลือบอลูมิเนียมไนไตรด์ลงบนซิลิกอนระนาบ (100) ที่อัตราการเคลือบ 5 nm/min โดยใช้ เวลาเคลือบนานไม่เท่ากัน สเปกตรัม XRD แสดงให้เห็นว่าฟิล์มทั้งหมดที่ได้จากการเคลือบเป็นผลึกหลายระนาบ (Polycrystalline) เมื่อนำค่าความหยาบ  $\sigma$  จากข้อมูล AFM และ เวลาในการเคลือบมาวิเคราะห์ พบว่า ความหยาบมีความสัมพันธ์กับเวลาสองแบบ คือ ในช่วงเวลาเริ่มเคลือบจนถึงนาทีที่ 40 ความหยาบแปรผันตรงกับเวลา สเปกตรัม XRD ของฟิล์มที่ได้จากการเคลือบในช่วงเวลานี้แสดงให้เห็นว่าเริ่มมีระนาบ (002) ในช่วงเวลาหลัง 40 นาทีจนถึงนาทีที่ 200 ความหยาบผิวสัมพันธ์กับเวลาในแบบที่ไม่เป็นเชิงเส้นคือ  $\sigma \propto t^{0.37}$  สเปกตรัม XRD ของฟิล์มที่ได้จากการเคลือบในช่วงเวลานี้แสดงให้เห็นว่าระนาบ (002) เพิ่มมากขึ้น ผลการวิเคราะห์ XRD และ AFM แสดงให้เห็นว่าในระหว่างการเคลือบฟิล์มโตสองแบบ ในช่วงต้น (< 40 นาที) เป็นการโตแบบไม่เสถียร ความหยาบเพิ่มขึ้นเร็วกว่าในช่วงเวลาหลัง (> 40 นาที) ซึ่งเป็นการโตแบบเสถียร ลักษณะของการโตที่กล่าวมานี้มีความเชื่อมโยงกับความเป็นผลึกของฟิล์ม

Khoshman and Kordesch (2005) ศึกษาการวัดและการวิเคราะห์ค่าคงที่ทางแสงและโพลาริซซ์ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบออสัญฐาน ( $\alpha$ -AlN) ที่เคลือบด้วยวิธี อาร์เอฟ รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง บนแผ่นซิลิกอน (111) และกระจกที่เป็นวัสดุรองรับ ค่าคงที่ทางแสงวิเคราะห์จาก

Ellipsometric spectra ที่ความยาวคลื่น 300 - 1400 nm โดยใช้ Cauchy-Urbach Model จากการทดลองพบดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มมีค่าอยู่ในช่วง 1.80 - 2.11 และ  $8.6 \times 10^{-3}$  -  $1.5 \times 10^{-5}$  ตามลำดับ การวิเคราะห์ของค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนในช่วงความยาวคลื่น 200 - 1400 nm, แถบพลังงานของฟิล์มบางที่มีโครงสร้างแบบ a-AlN มีค่าเท่ากับ  $5.84 \pm 0.05$  eV จากมุมการสะท้อนแสงของ P-Polarized อนุমানมุม Brewster เท่ากับ  $61^\circ$  และมุมหลักเท่ากับ  $64^\circ$  การวัดคุณสมบัติโพลาริซ์พบว่ามีการส่งผ่านแสงสูงและดูดกลืนแสงต่ำมากในช่วงแสงที่ตามองเห็นและอินฟราเรดใกล้สำหรับฟิล์มบางที่มีโครงสร้างแบบ a-AlN ส่วนการวิเคราะห์ด้วย XRD ได้ยืนยันลักษณะโครงสร้างแบบสัณฐานของฟิล์มที่ศึกษา

Lee, Placido, Cochran, and Kirk (2002) ศึกษาฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกที่เป็นวัสดุรองรับด้วยวิธี อาร์เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ซึ่งมีระนาบ (002) สูง จากการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (002) Preferred Orientation ส่วนระนาบอื่น ๆ เริ่มเกิดขึ้นเมื่อฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้น ก็เริ่มมีระนาบอื่น ๆ เกิดขึ้น ลักษณะพื้นผิวของ c-axis Texture ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์วิเคราะห์ด้วย SEM ค่าสัมประสิทธิ์ของ  $d_{33}$  ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์วัดโดยใช้ Piezoresponse Microscopy โดยมีค่าเท่ากับ 15 : 08 pm/V

Joo, Kim, Kim, and Kim (2000) ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบน  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  ที่เป็นวัสดุรองรับด้วยวิธี อาร์เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ถูกศึกษาด้วยเครื่อง Spectroscopic Ellipsometry (SE) ดัชนีหักเหและความหนาแต่ละชั้นถูกวิเคราะห์จาก Spectroscopic Ellipsometry ด้วย Multi-Layer Model และ Effective Medium Approximation ซึ่งเป็นการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายชั้นฟิล์มของฟิล์มที่มีหลายชั้น ที่มีความหนารวมแล้วมากถึง  $2.5 \mu\text{m}$  ดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์อยู่ในช่วงของ 1.98 - 2.15 ซึ่งเป็นค่าสำหรับฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ Polycrystalline ข้อดีระหว่างผลของ Spectroscopic Ellipsometry กับ XRD, AFM, และ SEM เกี่ยวกับโครงสร้าง ความหยาบผิว และความหนาของฟิล์ม ถูกยืนยันด้วยเครื่อง Spectroscopic Ellipsometry

Shukla and Khare (2008) ศึกษาความสัมพันธ์ของความดันของแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างผลึกและพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี Pulsed Laser โดยใช้เป่าอลูมิเนียมไนโตรเจนในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิห้อง ฟิล์มที่เคลือบได้วิเคราะห์ด้วย AFM, SEM, XRD, และ FTIR สำหรับศึกษาโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม จากผลการวิจัยพบว่าที่ความดันแก๊สไนโตรเจนสูง ๆ ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ชอบที่จะเกิดระนาบ (101) ในขณะที่ความดันแก๊สไนโตรเจนต่ำ ๆ ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ชอบที่จะเกิดระนาบ (002) อย่างไรก็ตาม PL Spectra ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธี Pulsed Laser สัมพันธ์กับโครงสร้างผลึกและเวลาที่เคลือบ สรุปแล้วความดันของแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อ FTIR Spectra ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ของแข็งแบบ single-phase ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2-7 sccm และเกิดเฟส ผสมของ (Ti,Zr) และ TiZr ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1 sccm ขนาดของเกรนน้อยกว่า 20 nm ความแข็งเพิ่มขึ้นในช่วง 35.5 ถึง 37.5 GPa และแสดง Preferred Orientation ที่ระนาบ (111)

## บทที่ 3

### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

#### 3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วน คือ (1) ส่วนการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ (2) ส่วนการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ มีรายละเอียดดังนี้

##### 1. ส่วนการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอร์ เป็นเครื่องที่ออกแบบและสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

##### 1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าอลูมิเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.99 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระจกแผ่นเรียบ สำหรับทดสอบการเคลือบ
- แผ่นซิลิกอน สำหรับใช้หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% ใช้เป็นแก๊สสเปดเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995% ใช้เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

##### 2. ส่วนการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation)

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.)

2.3 Spectrophotometer สำหรับวัดค่าการส่งผ่านแสงในช่วง 200-2500 nm งานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น UV-VIS-NIR 3100 (Shimadzu Co., Ltd)

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกตีฟ ดีซี สปีดเตอริง

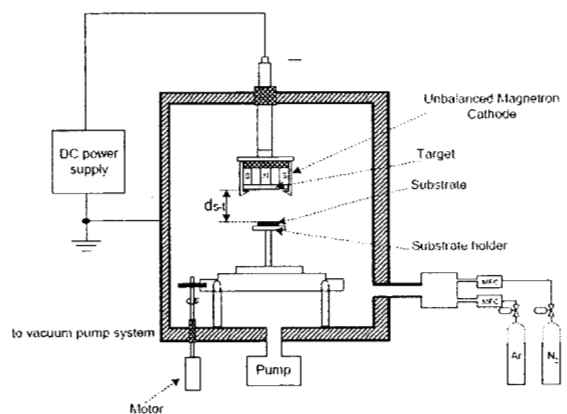
ฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบดีซีอันทาลานซ์แมกนีตรอน สปีดเตอริง (ภาพที่ 3-1 และ 3-2) ด้วยเทคนิค รีแอกตีฟ สปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ  $10^{-5}$  mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating Parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจาก สแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลูกโรตารีเป็นเครื่องสูบล้าง สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนในการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด 2 หัว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 54.0 mm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าไททานเนียม (99.97%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ภาคจ่ายความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอน ความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปีดเตอริง ใช้แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-2 ไดอะแกรมเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

530.4/75

๓ 357 ๓

๓.3

338307

### 3.3 การสร้างสภาวะสุญญากาศ

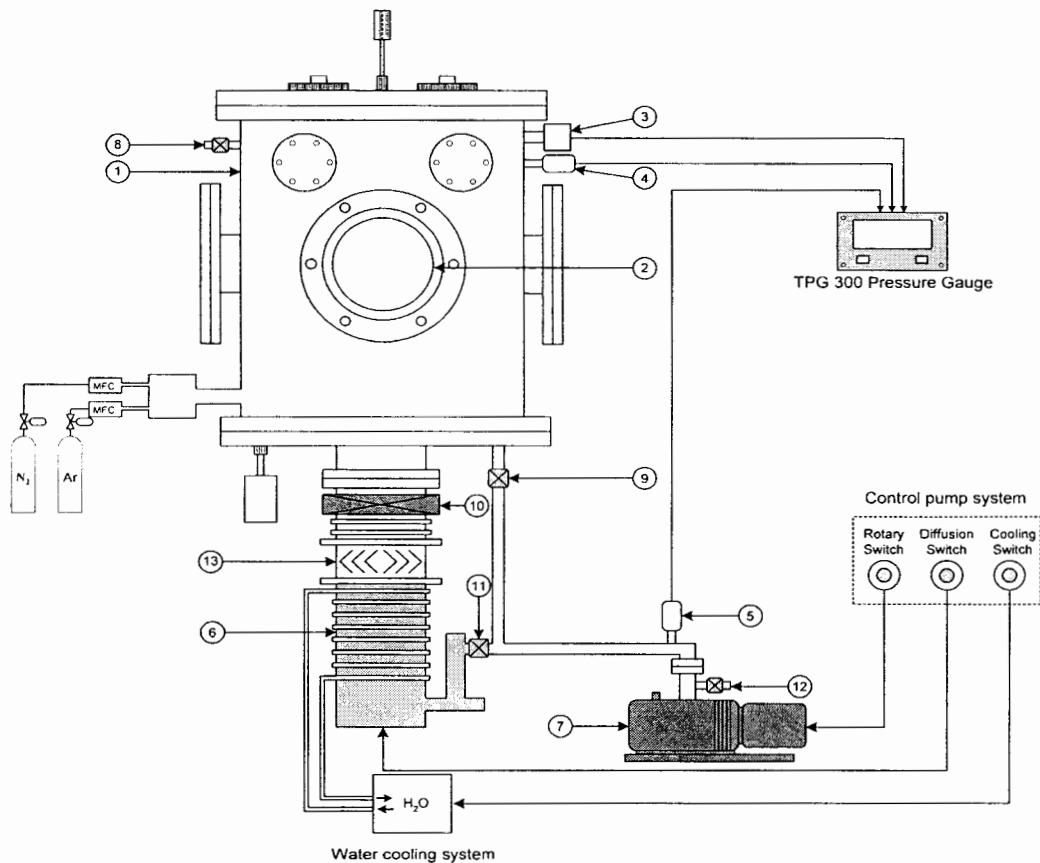
การเคลือบฟิล์มในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง จำเป็นต้องลดความดันในห้องเคลือบให้อยู่ในสภาวะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ  $10^{-3} - 10^{-5}$  mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) โดยการสร้างสภาวะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ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

สำหรับขั้นตอนการสร้างสภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบวาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. สูบอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า  $10^{-2}$  mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที
4. ระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท
5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ  $10^{-2}$  mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อตัมน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศ ด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง  $10^{-5} - 10^{-6}$  mbar

7. จับเวลาและรอนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ  $3 \times 10^{-5}$  mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น ( $P_b$ ) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางต่อไป



ภาพที่ 3-3 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอริง

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

### 3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไนไตรด์แบ่งเป็น 4 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การสร้างสภาวะสุญญากาศ : เริ่มจากนำวัสดุรองรับ (substrage) หรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบเข้าห้องเคลือบ โดยวางบนแท่นวางชิ้นงานซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบ ( $d_{s-p}$ ) ได้ตามต้องการ เลื่อนชัตเตอร์มาปิดระหว่างวัสดุรองรับและเป้าสารเคลือบ จากนั้นเป็นการสร้างสภาวะสุญญากาศโดย ลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้น ( $P_0$ ) เท่ากับ  $5 \times 10^{-5}$  mbar

2. การทำความสะอาดหน้าเป้า : ขั้นนี้จะเป็นการทำ pre-sputtering หน้าเป้าสารเคลือบในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน เพื่อทำความสะอาดหน้าเป้าก่อนการเคลือบจริง โดยในขั้นนี้จะปิดชัตเตอร์ไว้ เพื่อให้สารเคลือบที่หลุดออกจากหน้าเป้าขณะทำ pre-sputtering ใช้เวลาประมาณ 5 นาที

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

4. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบ แล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อหาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

### 3.5 แนวทางการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพ และศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งผู้วิจัยได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 การทดลอง โดยแต่ละการทดลองมีขั้นตอนการทดลองสรุปได้ดังนี้

**การทดลองที่ 1** การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

**วัตถุประสงค์** เพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

1. การเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็น การนำฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	อลูมิเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
กำลังไฟฟ้า (watt)	125
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	5, 10, 15
เวลาเคลือบ (min)	120

## การทดลองที่ 2 การศึกษาผลของความหนา

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของความหนาต่อโครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

1. การเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบเพื่อศึกษาความหนาต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึกค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	อลูมิเนียม(99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
กำลังไฟฟ้า (watt)	145
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	5
เวลาเคลือบ (min)	30, 60, 90, 120

## การทดลองที่ 3 การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาความหนาต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

การศึกษาสมบัติทางแสง และแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ขั้นตอนนี้จะเป็นการนำฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ จากการทดลองที่ 2 ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แล้วนำมาคำนวณหาดัชนีหักเห และสัมประสิทธิ์การดับสูญ ด้วยวิธี Envelope

## บทที่ 4

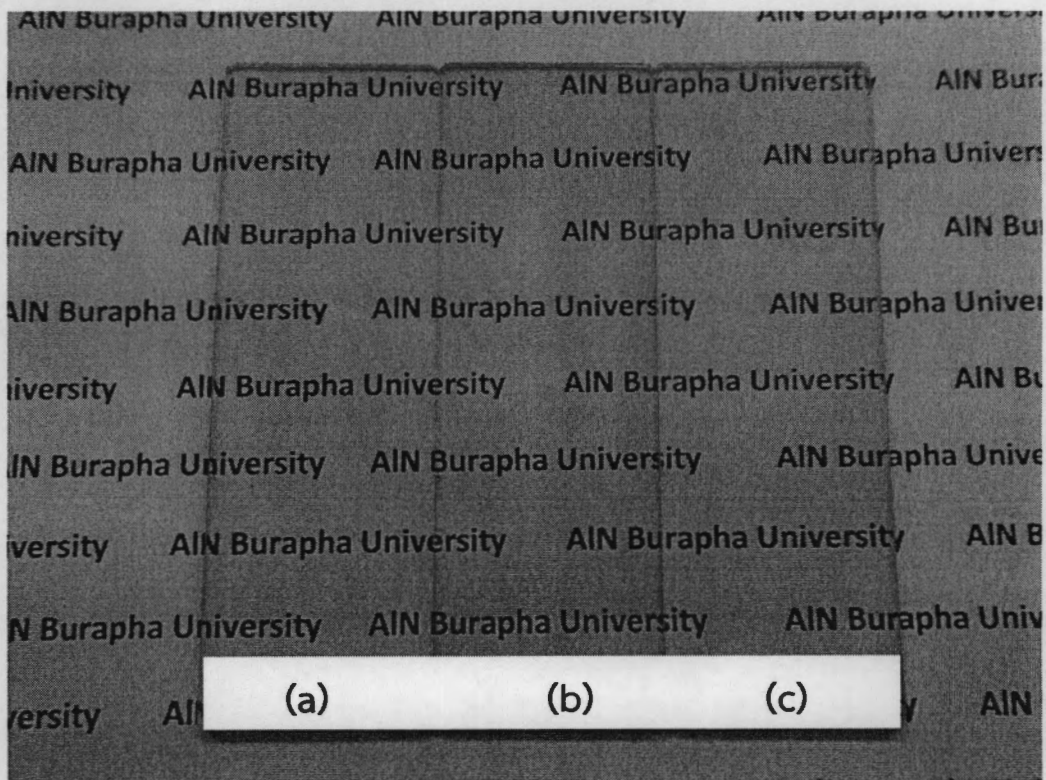
### ผลและอภิปรายผล

#### 4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนด้วยระบบรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปคโตรริง ให้ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm อัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 15 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm, 10 sccm และ 15 sccm ตามลำดับ ผลการศึกษาส่วนนี้ประกอบด้วย โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีผลดังนี้

##### 1. ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่ามิลักษณะสีน้ำตาลอ่อน ส่งผ่านแสงได้ดี ดังแสดงในภาพที่ 4-1

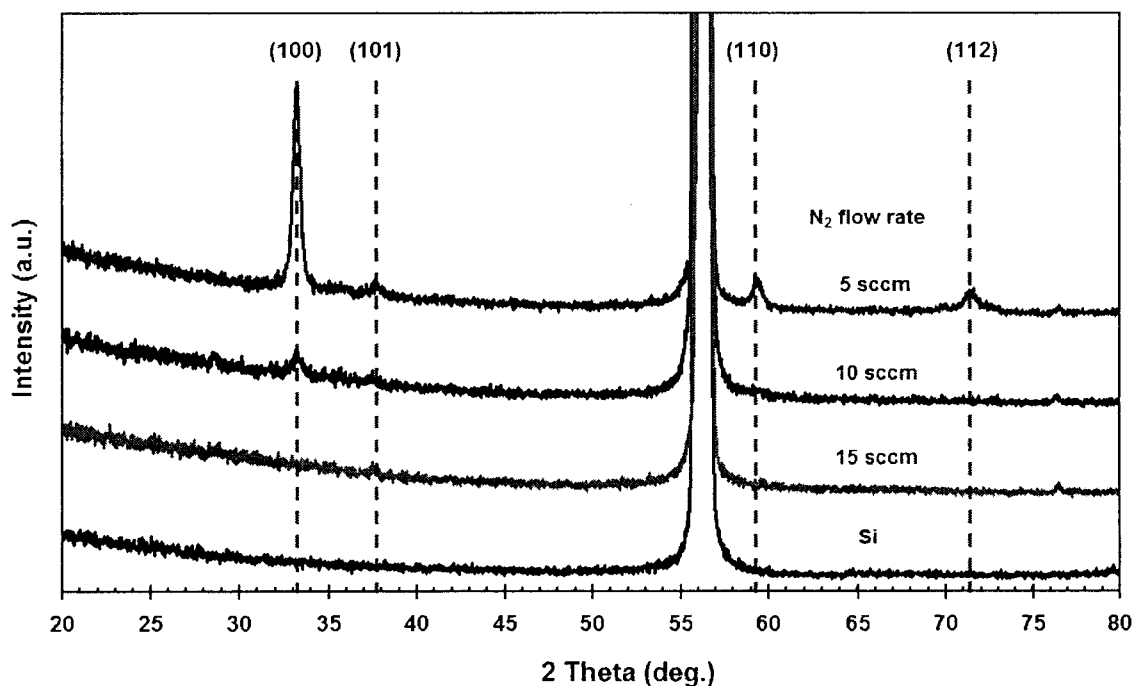


ภาพที่ 4-1 ลักษณะของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

(a) 5 sccm, (b) 10 sccm, และ (c) 15 sccm

## 2. โครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $33.24^\circ$ ,  $37.96^\circ$  และ  $59.39^\circ$  ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบอลูมิเนียมไนไตรด์ (มาตรฐาน JCPDS เลขที่ 65-3409) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ที่ระนาบ (100), (101), และ (110) ตามลำดับ โดยที่ระนาบ (100) ฐานพีคมีลักษณะแคบและมีความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด ทั้งนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 10 sccm ความเป็นผลึกของฟิล์มลดลง และเปลี่ยนเป็นโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Amorphous) เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 15 sccm พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน สอดคล้องกับงานวิจัยของ Moreira et al. (2010) ซึ่งเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ แล้วพบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึก โดย Khanna and Bhat (2007) และ Clement et al. (2003) อธิบายว่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์นอกจากขึ้นกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเคลือบแล้วยังขึ้นกับพารามิเตอร์สำคัญ 3 ประการ คือ (1) ปริมาณแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบ (2) ระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ และ (3) พลังงานและปริมาณของสปัตเตอร์ไอออน



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ หาได้จากสูตรการคำนวณหา ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล เมื่อนำมาหาค่าคงที่แลตทิซพบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm มีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ  $a = 3.112 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.103 \text{ \AA}$  ซึ่งตรงตามมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 65-3409 ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล ( $a = 3.110 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.103 \text{ \AA}$ ) ส่วนฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ 10 sccm และ 15 sccm ไม่สามารถคำนวณหา ค่าคงที่แลตทิซได้เนื่องจากฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน (ตารางที่ 4-1)

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งคำนวณจากสมการของ Seherer พบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm มีขนาดผลึกเท่ากับ 34 nm ส่วนฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ 10 sccm และ 15sccm ไม่สามารถคำนวณหาขนาดผลึกได้ เนื่องจากฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน ดังแสดงในตารางที่ 4-2 เนื่องจาก เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นทำให้ระยะปลอดการชนเฉลี่ย (Mean Free Path) ภายในระบบลดลง ซึ่งส่งผลให้พลังงานของอะตอมของสารเคลือบลดลงเนื่องจากเกิดการชนกันก่อนตกเคลือบ ทำให้พลังงานของอะตอมของสารเคลือบที่มาถึงวัสดุรองรับลดลงจนไม่เพียงพอในการฟอร์มตัวเป็นฟิล์ม

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	a (Å)	c (Å)
JCPDS (65-3409)	3.110	4.975
5 sccm	3.112	5.103
10 sccm	-	-
15 sccm	-	-

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ขนาดผลึก (nm)	
	$\beta$ (องศา)	Crystallite size (nm)
5	0.245	34
10	-	-
15	-	-

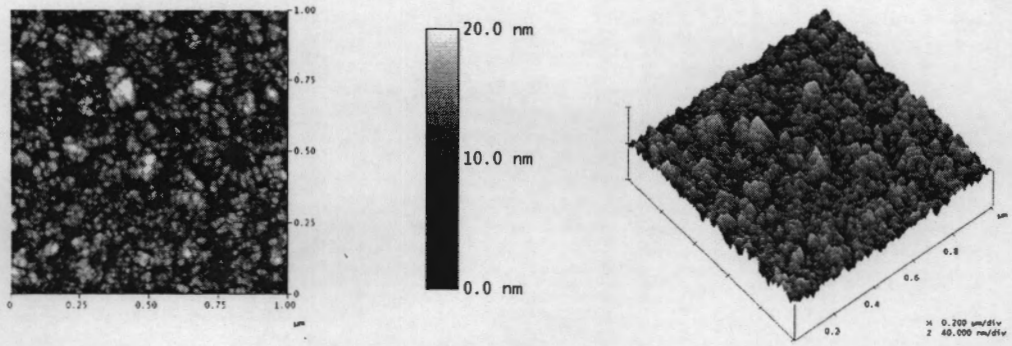
### 3. ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ภาพที่ 4-3 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm เกรนมีลักษณะค่อนข้างแหลมปะปนกันของเกรนขนาดเล็กและใหญ่กระจายทั่วผิวนำฟิล์ม โดยมีบางส่วนรวมเป็นกลุ่มค่อนข้างใหญ่ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 10 sccm เกรนมีลักษณะแหลมเล็กกระจายทั่วผิวนำฟิล์ม สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีค่าเท่ากับ 15 sccm เกรนมีลักษณะกลมมนขนาดเล็กใกล้เคียงกันกระจายทั่วผิวนำฟิล์ม สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 5 sccm เป็น 15 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบผิวลดลงจาก 610 nm เป็น 485 nm และ 2.5 nm เป็น 1.1 nm ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4-3

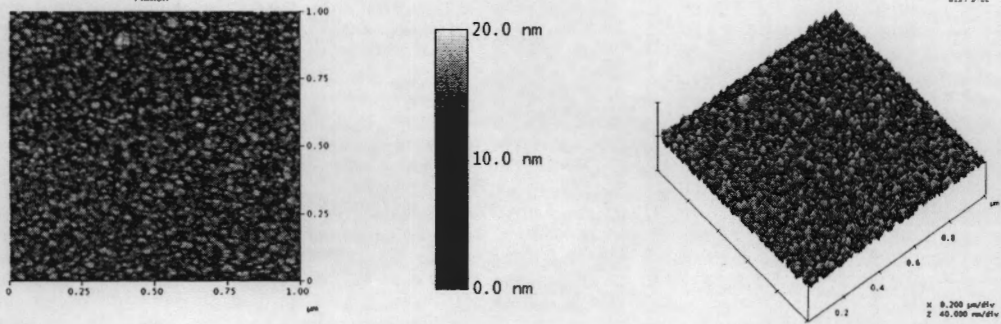
ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม จากเทคนิค AFM ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 5 sccm เป็น 15 sccm ฟิล์มที่ได้มีความหนา และความหยาบผิวลดลงจาก 610 nm เป็น 485 nm และ 2.5 nm เป็น 1.1 nm ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Moreira et al. (2010) ซึ่งพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงผิวของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะเรียบขึ้น เนื่องจากผิวของฟิล์มมีความหยาบผิวมากจะเกิดเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนน้อย เพราะสปีดเตออร์อะตอมชนกันน้อยลง

ส่วนที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm ฟิล์มมีค่าความหนาและความหยาบผิวมากที่สุด เนื่องจากเมื่อแก๊สไนโตรเจนในระบบเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอัตราไหลแก๊สนั้น เป็นผลให้อัตราการสปีดเตออร์ของเป้าสารเคลือบลดลงซึ่งส่งผลให้ความหนาฟิล์มลดลงตามไปด้วย ขณะเดียวกันความหยาบผิวของฟิล์มลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบต่ำจะมีผลทำให้อัตราเคลือบ (Deposition Rate) มีค่าสูงขึ้น ซึ่งส่งผลให้สารเคลือบ (AlN) ริงชนผิวนำวัสดุรองรับ และฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางทันที เป็นผลให้ผิวนำฟิล์มมีความหยาบผิวสูง ( $R_a = 2.5$  nm) แต่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบสูงขึ้น จะทำให้อัตราเคลือบมีค่าต่ำเป็นผลให้ สารเคลือบ (AlN) ที่เกิดขึ้นเมื่อไปถึงผิวนำวัสดุรองรับมีเวลาในการฟอร์มตัวโดยลดพลังงานลงอย่างช้าๆ ส่งผลให้ความหยาบผิวลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Moreira et al. (2010) ซึ่งพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้นทำให้อัตราเคลือบต่ำลงและมีผลทำให้ฟิล์มมีความหนาลดลงด้วย

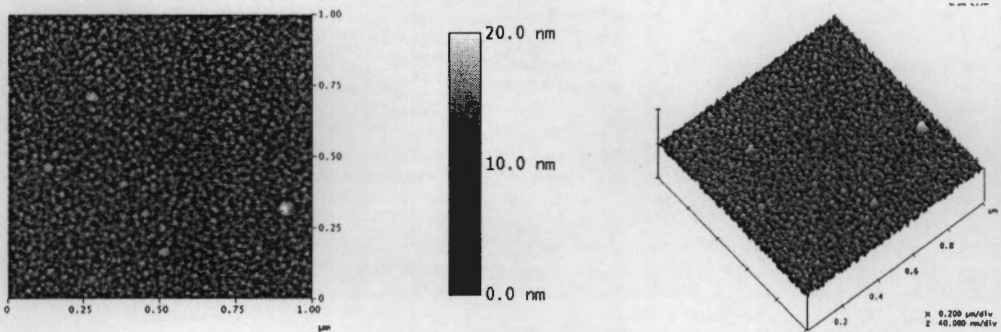
จากผลการทดลองในการวิจัยนี้สรุปได้ว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลที่ระนาบ (100) ที่มีความเป็นผลึกสูงสุด ดังนั้นจึงเลือกฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm ไปใช้ในการทดลองต่อไป



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-3 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์จากเทคนิค AFM

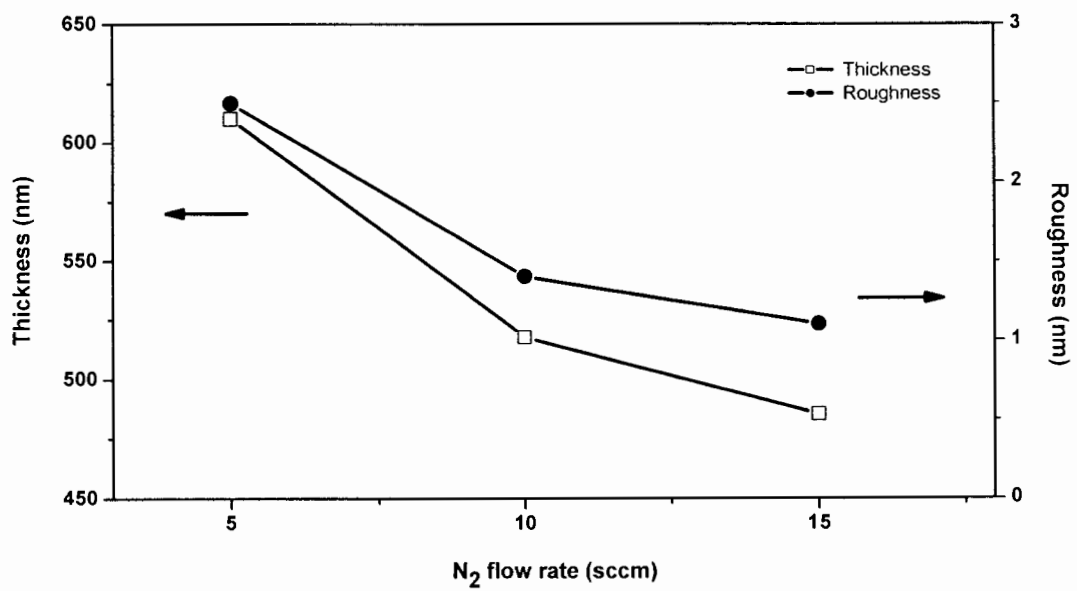
(a) อัตราไหล่ออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm

(b) อัตราไหล่ออกซิเจนเท่ากับ 10 sccm

(c) อัตราไหล่ออกซิเจนเท่ากับ 15 sccm

ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
5	610	2.5
10	518	1.4
15	485	1.1



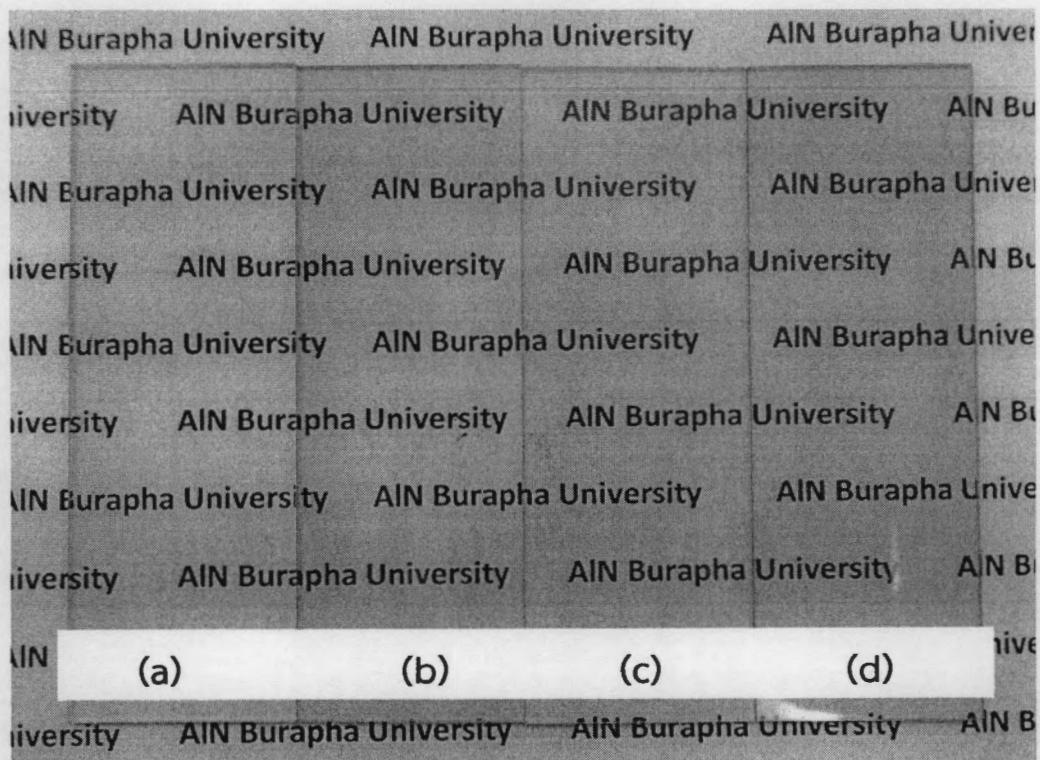
ภาพที่ 4-4 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

## 4.2 ผลของเวลาในการเคลือบ

ส่วนนี้เป็นผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนด้วยระบบรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปคเตอริง โดยกำหนดให้อัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 15 sccm : 5 sccm ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm และแปรค่าเวลาในการเคลือบเท่ากับ 30 min, 60 min, 90 min และ 120 min ตามลำดับ ผลการศึกษาส่วนนี้ประกอบด้วย โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีผลดังนี้

### 1. ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการแปรค่าเวลาในการเคลือบต่าง ๆ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่ามิลักษณะใสปนสีน้ำตาลอ่อน ส่งผ่านแสงได้ดี ดังแสดงในภาพที่ 4-5

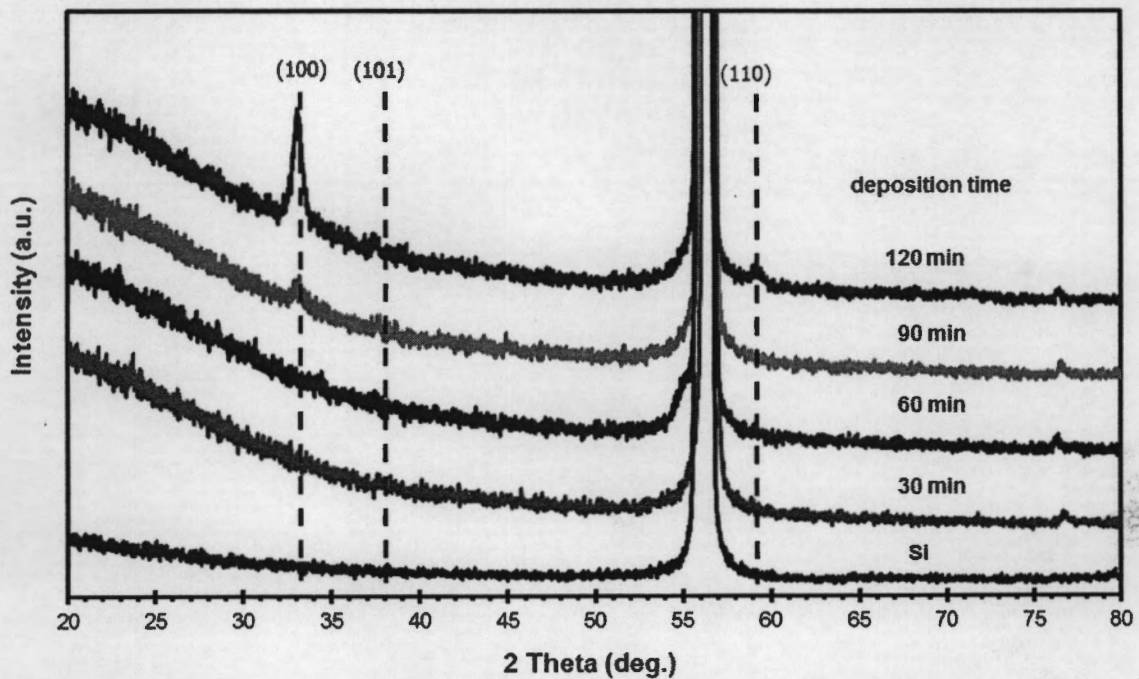


ภาพที่ 4-5 ลักษณะของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

(a) 30 min, (b) 60 min, (c) 90 min, และ (d) 120 min

## 2. โครงสร้างของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ภาพที่ 4-6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบต่าง ๆ พบว่าฟิล์มที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 30 min และ 60 min มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน เนื่องจากเมื่อใช้เวลาเคลือบน้อยทำให้มีพลังงานไม่เพียงพอในการฟิล์มไม่ฟอร์มตัวเป็นผลึก ส่วนฟิล์มที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 90 min มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลที่ระนาบ (100) และฟิล์มที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 120 min มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $33.24^\circ$ ,  $37.96^\circ$  และ  $59.39^\circ$  ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบอลูมิเนียมไนไตรด์ ตามมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 65-3409 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลที่ระนาบ (100), (101), และ (110) ตามลำดับ โดยที่ระนาบ (100) มีความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด เนื่องจากเมื่อใช้เวลาเคลือบนานขึ้น ทำให้มีพลังงานมากพอ ทำให้ฟิล์มมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบมากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มมีความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกมากขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2002) ที่เคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ แล้วพบว่าเมื่อเวลาเคลือบนานขึ้นฟิล์มที่เคลือบได้มีความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงขึ้น



ภาพที่ 4-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล เมื่อนำมาคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบโดยแปรค่าความหนาที่เวลาเท่ากับ 30 min, 60 min และ 90 min ไม่สามารถคำนวณค่าคงที่แลตทิซ ได้เนื่องจากฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน ส่วนฟิล์มบางที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 120 min มีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ  $a = 3.123 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.029 \text{ \AA}$  ตามมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 65-3409 ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล ( $a = 3.110 \text{ \AA}$  และ  $c = 5.103 \text{ \AA}$ ) (ตารางที่ 4-4)

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์นั้นหาได้จากสมการของ Scherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบโดยแปรค่าความหนา ที่เวลาเท่ากับ 30 min, 60 min และ 90 min ไม่สามารถคำนวณขนาดผลึกได้เนื่องจากฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน ส่วนฟิล์มบางที่เคลือบโดยแปรค่าความหนาที่เวลาเท่ากับ 120 min มีขนาดผลึกเท่ากับ 30 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-5

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

เวลาเคลือบ (min)	a (Å)	c (Å)
JCPDS (65-3409)	3.110	4.975
30	-	-
60	-	-
90	-	-
120 min	3.123	5.029

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

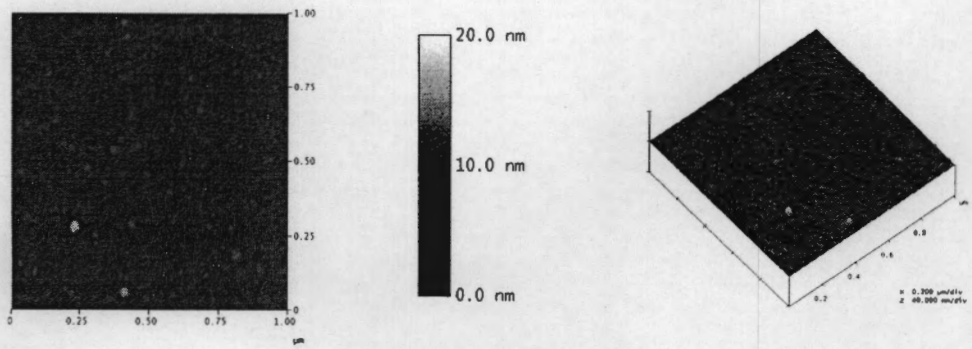
เวลาเคลือบ (min)	ขนาดผลึก (nm)	
	$\beta$ (องศา)	Crystallite size (nm)
30	-	-
60	-	-
90	-	-
120	0.280	30

### 3. ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

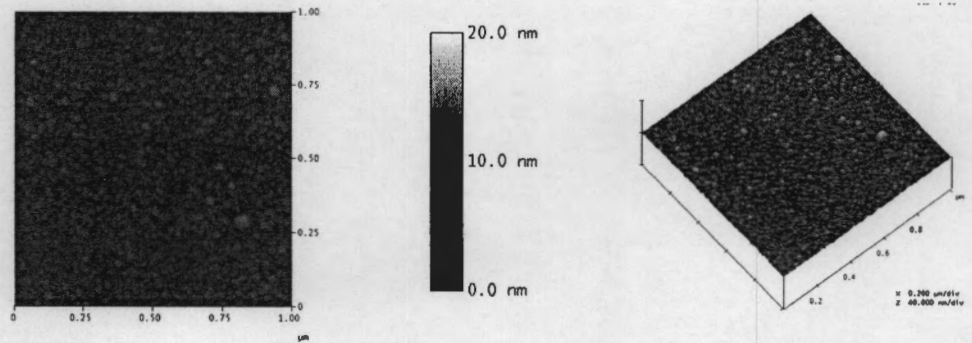
ภาพที่ 4-7 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่แปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 30 min และ 60 min ผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะเรียบ ส่วนที่เวลาเคลือบเท่ากับ 90 min พบว่าเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนขนาดเล็ก ๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม และที่เวลาเท่ากับ 120 min พบว่าเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดปลายแหลมอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม

ความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม จากเทคนิค AFM ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบโดยแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบต่าง ๆ พบว่าฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบที่เวลาเท่ากับ 30 min และ 60 min ผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะเรียบ ส่วนที่เวลาเคลือบเท่ากับ 90 min พบว่าเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนขนาดเล็ก ๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม และที่เวลาเท่ากับ 120 min พบว่าเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดปลายแหลมอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม ส่วนความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นจาก 30 min เป็น 120 min ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบเพิ่มขึ้นจาก 121 nm เป็น 656 nm และ 0.2 nm เป็น 2.1 nm ตามลำดับ ซึ่งเป็นไปตามทฤษฎีการเกิดฟิล์ม คือเมื่อใช้เวลาในการเคลือบฟิล์มนานขึ้นทำให้อะตอมของสารเคลือบ (AlN) ตกลงบนวัสดุรองรับเพิ่มมากขึ้น ทำให้ฟิล์มมีความหนามากขึ้น และเมื่อใช้เวลาเคลือบนานทำให้วัสดุรองรับมีความร้อนสะสม ส่งผลให้อะตอมมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหยาบผิวเพิ่มขึ้นด้วย สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2002) พบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้น

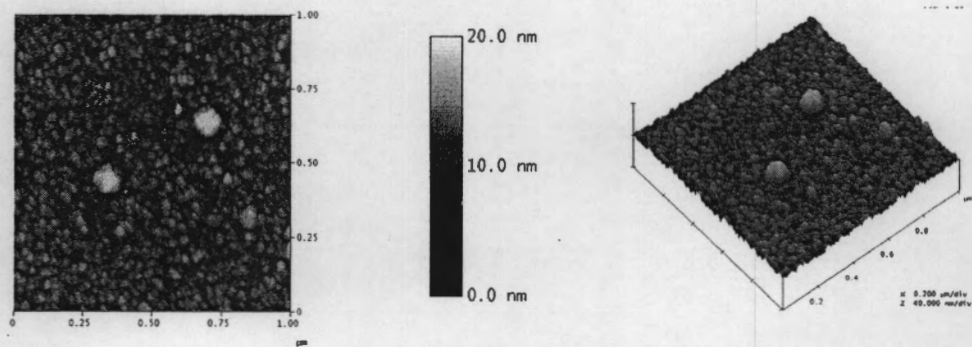
จากการศึกษาผลของความหนาจากเวลาเคลือบต่าง ๆ พบว่าความหนามีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2002) ที่พบว่าโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเปลี่ยนตามความหนาที่เพิ่มขึ้นจากเวลาเคลือบต่าง ๆ



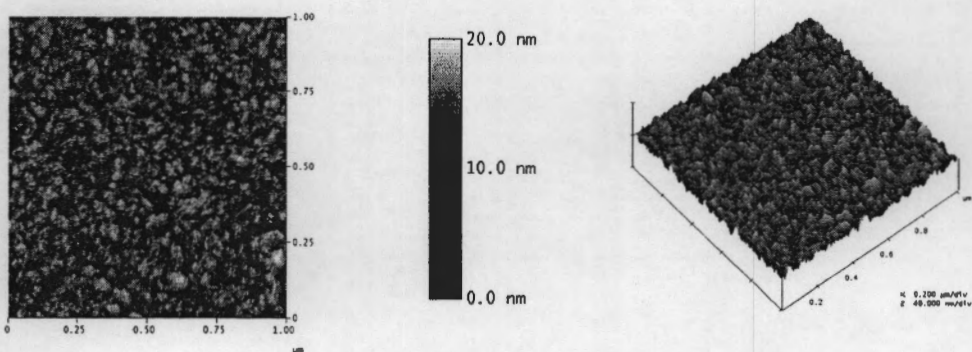
(a)



(b)



(c)



(d)

ภาพที่ 4-7 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์จากเทคนิค AFM

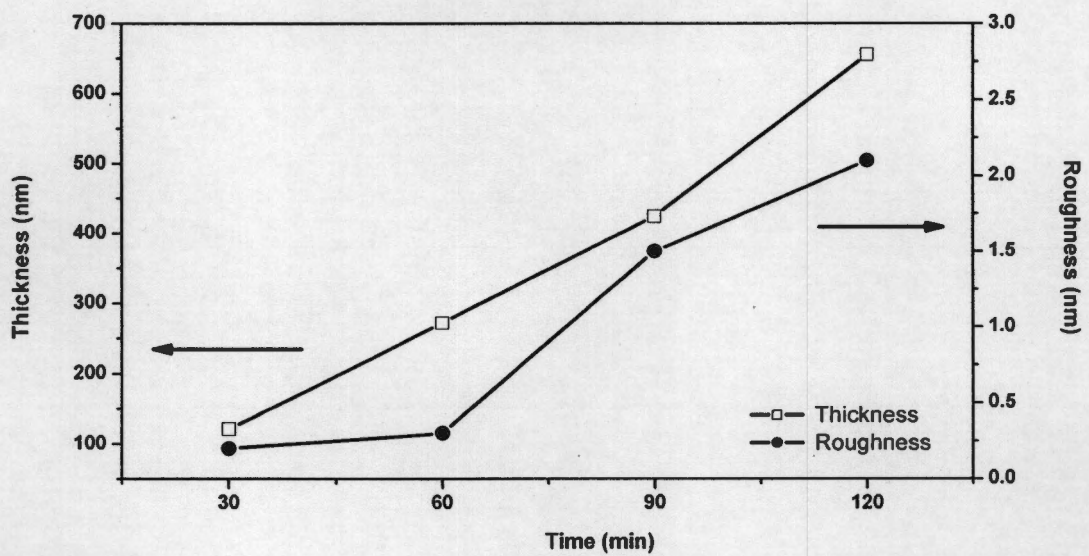
(b) เวลาเคลือบเท่ากับ 60 min

(c) เวลาเคลือบเท่ากับ 90 min

(d) เวลาเคลือบเท่ากับ 120 min

ตารางที่ 4-6 ความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

เวลาเคลือบ (min)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
30	121	0.2
60	272	0.3
90	425	1.5
120	656	2.1



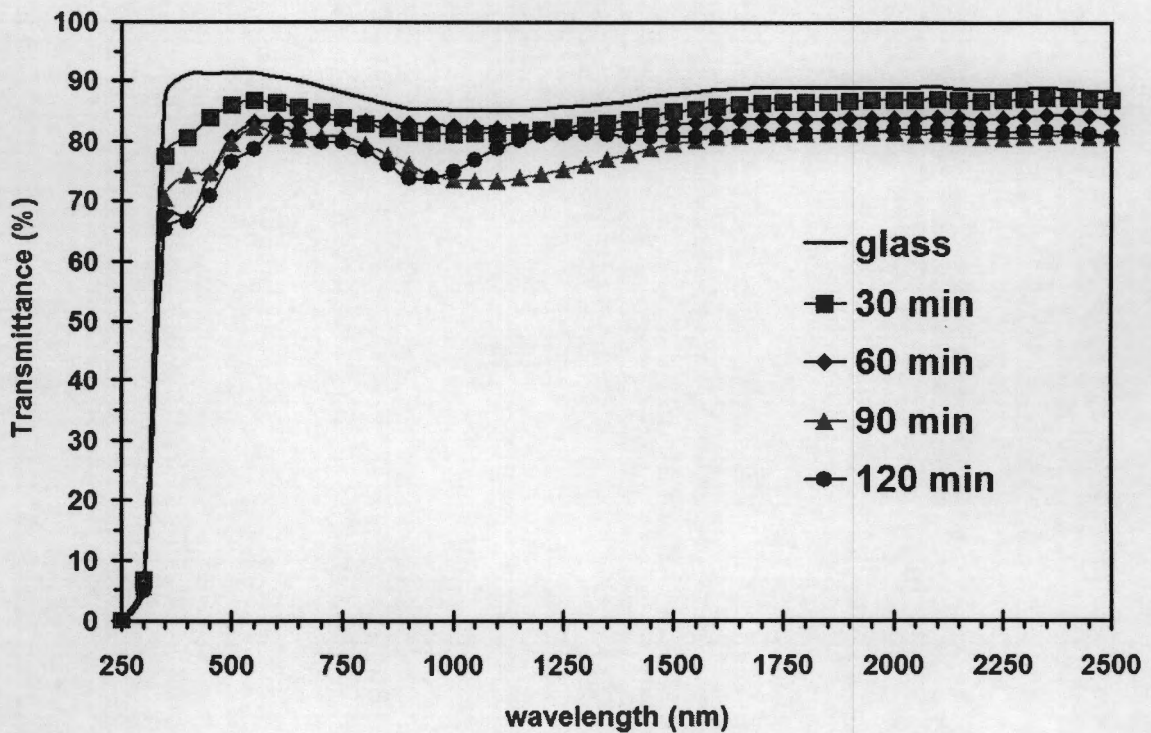
ภาพที่ 4-8 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

### 4.3 สมบัติทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ส่วนนี้จะเป็นการเสนอผลการศึกษสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ ด้วยวิธี รีแอกทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 15 sccm : 5 sccm ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm และแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบเท่ากับ 30 min, 60 min, 90 min และ 120 min ตามลำดับ เพื่อศึกษาผลของความหนาต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่ศึกษาประกอบด้วย ดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

#### 1. ค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบ โดยแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบในช่วงต่าง ๆ มีค่าการส่งผ่านแสงได้ดีทั้งในช่วงตามมองเห็นและอินฟราเรดใกล้ (ความยาวคลื่นในช่วง 300 nm - 2500 nm) โดยมีค่าการส่งผ่านแสงสูงประมาณ 85% ตลอดความยาวคลื่นที่พิจารณา ทั้งนี้หากพิจารณาสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ทั้งหมดพบว่า มีลักษณะคล้ายการกระเพื่อมของคลื่น กล่าวคือมีค่าเพิ่มขึ้นและลดลงสลับกันตลอดความยาวคลื่นแสงที่พิจารณา เนื่องจากการแทรกสอดของแสงผ่านชั้นของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นกระจกสไลด์นั่นเอง

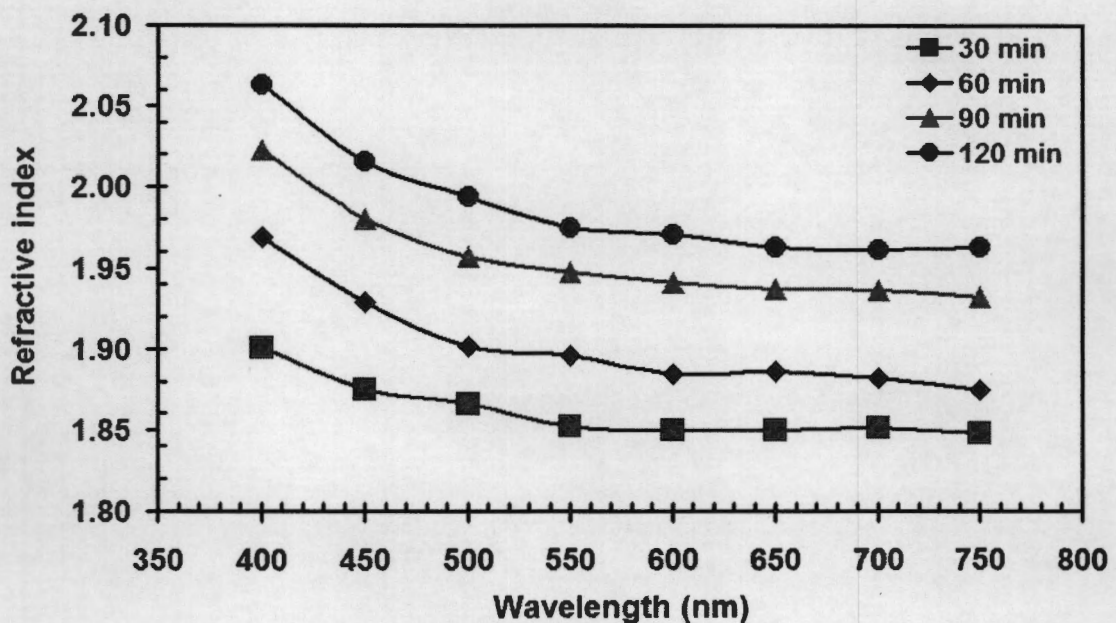


ภาพที่ 4-9 ค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

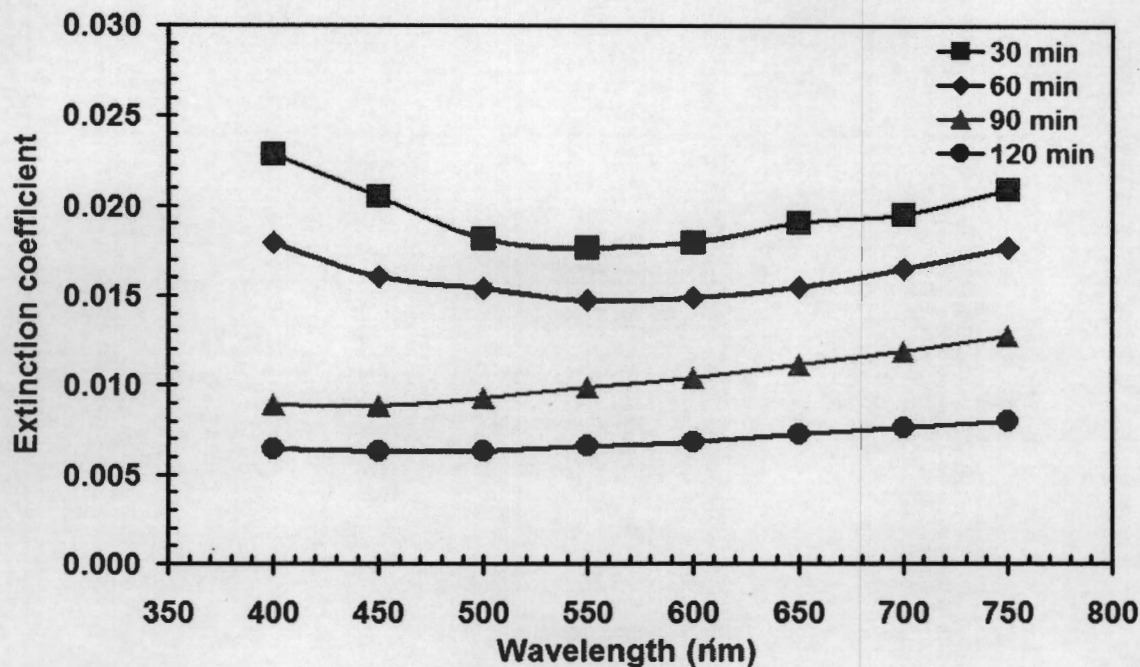
## 2. ดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

สำหรับค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และสัมประสิทธิ์การดูดกลืน ( $k$ ) หาได้จากวิธี Swanepoel จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงมาคำนวณ พบว่าที่ความยาวคลื่นแสงเท่ากับ 600 nm ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบเมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 30 min และ 60 min ซึ่งมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน ดัชนีหักเหมีค่าในช่วง 1.85 - 1.88 ส่วนฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 90 min และ 120 min ซึ่งมีโครงสร้างแบบพหุผลึก (Polycrystalline) ดัชนีหักเหมีค่าในช่วง 1.94 - 1.97 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Meng (1994) ได้อธิบายเกี่ยวกับความสัมพันธ์ของโครงสร้างผลึกกับค่าดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ไว้ดังนี้คือ กรณีฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบอสัณฐานดัชนีหักเหมีค่าประมาณ 1.8 - 1.9 ส่วนฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบพหุผลึกมีค่าประมาณ 1.9 - 2.1 (ภาพที่ 4-10)

ส่วนค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์จากการทดลองพบว่ามีค่าลดลงจาก 0.018 เป็น 0.007 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Khoshman et al. (2005) ซึ่งพบว่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีค่าในช่วง 0.0002 ถึง 0.0086 (ภาพที่ 4-11)



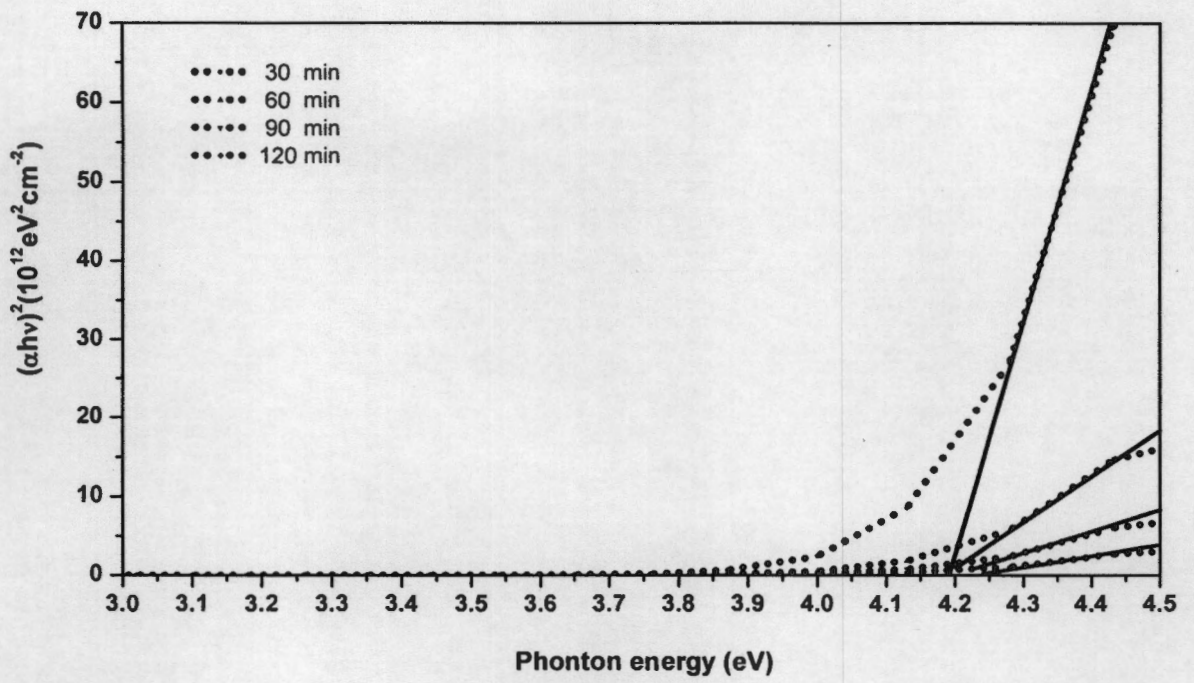
ภาพที่ 4-10 ดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่เวลาเคลือบต่าง ๆ



ภาพที่ 4-11 สัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

### 3. แถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

ภาพที่ 4-12 แถบพลังงาน ( $E_g$ ) ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ศึกษาโดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกสไลด์ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ คำนวณจาก  $\alpha_{(x)} = A^2 \sqrt{hv - E_g} / hv$  เมื่อ  $p = 2$  (direct optical band gap) พบว่าแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้มีค่าในช่วง 4.19 - 4.24 eV โดยทั่วไปแล้วแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีค่าประมาณ 6.2 eV (Brunner et al., 1997; Meng, 1994) ซึ่งแถบพลังงานที่ได้มีค่าน้อยกว่า ค่ามาตรฐาน ( $E_g = 6.2$  eV) เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้มีข้อบกพร่องของโครงสร้าง (Structural Defects) และสิ่งเจือปน (Impurities) ในฟิล์ม (Bauer, Biste, & Bolze, 1977; Tominaga, Imai, & Sueyoshi, 1993; Kim & Kim, 1994; Loughin & French, 1994) แต่จากการทดลองพบว่าแถบพลังงานมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามความหนาฟิล์ม โดยที่เวลาเคลือบเท่ากับ 120 min ฟิล์มที่เคลือบได้มีแถบพลังงานเท่ากับ 4.24 eV



ภาพที่ 4-12 แถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

## บทที่ 5

### สรุปและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผล

##### 1. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 फिल्मบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่ามึลักษณะใสปนสีน้ำตาลอ่อน ส่งผ่านแสงได้ดี

1.2 อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 5 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลที่ระนาบ (100) มีความเป็นผลึกสูงสุด และมีขนาดผลึกเท่ากับ 34 nm ทั้งนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าฟิล์มมีโครงสร้างผลึกแบบออสัญฐาน

1.3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาและความหยาบผิว ลดลงจาก 610 nm เป็น 485 nm และ 2.5 nm เป็น 1.1 nm ตามลำดับ

##### 2. ผลของเวลาในการเคลือบ

2.1 फिल्मบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการแปรค่าเวลาในการเคลือบต่าง ๆ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่ามึลักษณะใสปนสีน้ำตาลอ่อน ส่งผ่านแสงได้ดี

2.2 เวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบน้อยมีโครงสร้างผลึกแบบออสัญฐาน เมื่อเวลาการเคลือบขึ้นฟิล์มเริ่มมีความเป็นผลึกมากขึ้น โดยที่เวลาเคลือบเท่ากับ 120 min พบว่า ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลที่ระนาบ (100), (101), และ (110) ตามลำดับ โดยที่ระนาบ (100) มีความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด

2.3 ความหนา และความหยาบผิวของฟิล์มพบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นจาก 30 min เป็น 120 min ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบเพิ่มขึ้นจาก 121 nm เป็น 656 nm และ 0.2 nm เป็น 2.1 nm ตามลำดับ

### 3. สมบัติทางแสงและแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

3.1 ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบ โดยแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบในช่วงต่าง ๆ มีค่าการส่งผ่านแสงได้ดีทั้งในช่วงตามมองเห็นและอินฟราเรดใกล้ (ความยาวคลื่นในช่วง 300 nm - 2500 nm) โดยมีค่าการส่งผ่านแสงสูงประมาณ 85% ตลอดความยาวคลื่นที่พิจารณา ทั้งนี้หากพิจารณาสเปคตรัมการ

3.2 ดัชนีหักเห ( $n$ ) และสัมประสิทธิ์การดูดกลืน ( $k$ ) ที่ความยาวคลื่นแสง 600 nm ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบ 120 นาที มีค่าเท่ากับ 1.97 และ 0.007 ตามลำดับ เมื่อฟิล์มหนาเท่ากับ 502 nm แล้วพบว่าความหนาไม่ส่งผลต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

3.3 แถบพลังงาน ( $E_g$ ) ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบโดยแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบ 120 min มีแถบพลังงานสูงสุดเท่ากับ 4.24 eV แล้วพบว่าความหนาไม่มีผลต่อแถบพลังงานของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. งานวิจัยนี้เน้นศึกษาผลของอัตราไหลแก๊ส และ เวลาการเคลือบ ต่อโครงสร้างผลึกและสมบัติทางกายภาพ ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งเป็นที่ทราบทั่วไปในงานวิจัยด้านฟิล์มบางว่าลักษณะเฉพาะหรือสมบัติของฟิล์มนั้นขึ้นกับเงื่อนไขการเตรียมหรือการเคลือบฟิล์มด้วย ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาตัวแปรอื่นเพิ่มเติม เช่น การให้ความร้อน การไบแอส การศึกษาผลของความดันย่อย เป็นต้น

2. ควรมีการศึกษาวิจัยในเชิงลึกครอบคลุมทั้งด้านเทคนิคการเตรียมตลอดจนสมบัติด้านต่างๆ ของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์

3. ควรมีการทดลองเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ บนวัสดุชนิดต่างๆ

## เอกสารอ้างอิง

- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสเปตเตอริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2. *รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม* (หน้า 163-166). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- มติ ห่อประทุม. (2548). *การศึกษาฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์โดยการเตรียมด้วยวิธี ดีซี รีแอกทีฟแมกนีตรอน สเปตเตอริง*. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Auger, M. A., Va'zquez, L., Jergel, M., Sa'nchez, O., & Albella, J. M. (2004). Structure and morphology evolution of AlN films grown by DC sputtering. *Surface & Coatings Technology, 180 -181*, 140-144.
- Bauer, J., Biste, L., & Bolze, D. (1977). Optical properties of aluminium nitride prepared by chemical and vapour deposition. *Phys. Status Solidi A, 39*, 173.
- Brunner, D., Angerer, H., Bustarret, E., Freudenberg, F., Höpler, R., Dimitrov, R., Ambacher, O., & Stutzmann, M. (1997). Optical constants of epitaxial AlGaIn films and their temperature dependence. *Journal of Applied Physics, 82*(10), 5090-5096.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2<sup>nd</sup> ed.). New Jersey: Noyes.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- Clement, M., Iborra, E., Sangrador, J., Sanz-Hervás, A., Vergara, L., & Aguilar, M. (2003). Influence of sputtering mechanisms on the preferred orientation of aluminum nitride thin films. *Journal of Applied Physics, 94*(3), 1495-1500.
- Dimitrova, V.I., Manova, D.I., & Dechev, D.A. (1998). Study of reactive DC magnetron sputtering deposition of AlN thin films. *Vacuum, 49*: 193-197.
- Dobrynin, A.V. (1999). Thermoelastic strain and plastic yielding in aluminum nitride on sapphire. *Journal of Applied Physics, 85*: 1876.
- Figuroa, U., Salas, O., & Oseguera, J. (2005). Deposition of AlN on Al substrates by reactive magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology, 200*, 1768-1776.

- Khanna, A., & Bhat, D.G. (2007). Effects of deposition parameters on the structure of AlN coatings grown by reactive magnetron sputtering. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 25(3), 557-565.
- Khoshman, J. M., & Kordesch, M. E. (2005). Optical characterization of sputtered amorphous aluminum nitride thin films by spectroscopic ellipsometry. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351, 3334-3340.
- Joo, H. Y., Kim, H. J., Kimb, S. J., & Kim, S.Y. (2000). The optical and structural properties of AlN thin films characterized by spectroscopic ellipsometry. *Thin Solid Films*, 368, 67-73.
- Kim, I. H., & Kim, S.H. (1994). Effects of ion beam irradiation on the properties and epitaxial growth of aluminium nitride film by the ion beam assisted deposition process. *Thin Solid Films*, 253, 47.
- Lee, C. K., Placido, F., Cochran S., & Kirk, K. J. (2002). Growth of sputtered AlN thin film on glass in room temperature. *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1119-1122.
- Loughin, S., & French, R. H. (1994). Properties of Group III Nitrides. In James H. Edgar (Ed.), *INSPEC* (pp. 175-189). Short Run Press: London.
- Meng, W. J. (1994). Properties of Group III Nitrides. In James H. Edgar (Ed.), *INSPEC* (pp. 22-34). Short Run Press: London.
- Moreira, M. A., Doi, I., Souza, J. F., & Diniz, J. A. (2010). Electrical characterization and morphological properties of AlN films prepared by dc reactive magnetron sputtering. *Microelectronic Engineering*.
- Munz, W. D. (1991). The Unbalanced Magnetron : Current Status of Development. *Surface & Coatings Technology*, 48, 81-94.
- Oliveira, I. C., Massi, M., Santos, S. G., Otani, C., Maciel, H. S., & Mansano, R. D. (2001). Dielectric characteristics of AlN films grown by d.c.-magnetron sputtering discharge. *Diamond and Related Materials*, 10, 1317-1321.
- 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.
- Shukla, G., & Khare, A. (2008). Dependence of N<sub>2</sub> pressure on the crystal structure and surface quality of AlN thin films deposited via pulsed laser deposition technique at room temperature. *Applied Surface Science*, 255, 2057-2062.

- 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.
- Tominaga, K., Imai, H., & Sueyoshi, Y. (1993). Influence of plasma exposure in the preparation of AlN films by facing-target sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 61, 182.
- Tungasmita, S. (2001). *Growth of Wide-band Gap AlN and (SiC)<sub>x</sub>(AlN)<sub>1-x</sub> Thin Films by Reactive Magnetron Sputter Deposition*, PhD.Dissertation. Linkopings University, Sweden.
- Venkataraj, S., Severin, D., Drese, R., Koerfer, F., & Wuttig, M. (2006). Structural, optical and mechanical properties of aluminium nitride films prepared by reactive DC magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 502, 235-239.
- 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.
- Zhang, J. X., Cheng, H., Chen, Y. Z., Uddin, A., Yuan, S., Geng, S. J., & Zhang, S. (2005). Growth of AlN films on Si (100) and Si (111) substrates by reactive magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology*, 198, 68-73.

**ภาคผนวก ก**  
**ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์**

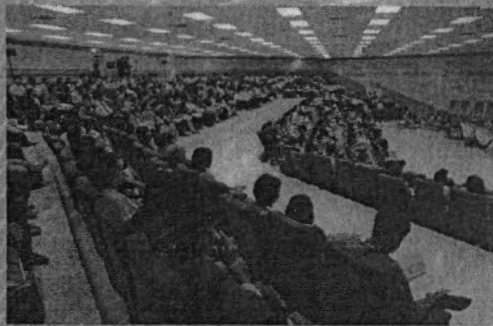
# ผลงานทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์

\*\*\*\*\*

## ประชุมวิชาการระดับชาติ

ชัยฤกษ์ ตั้งเฮงเจริญ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, อรรถพล เขยศุภเกตต์, รัตติกาล มานพ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2555.

ผลของความหนาต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟดีซีสปีดเตอร์ริง. ใน การประชุมวิชาการ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 4 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จ.พิษณุโลก. 12-13 มีนาคม 2555.



มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ มหาวิทยาลัยบูรพา มหาวิทยาลัยพะเยา

# Proceedings

การประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 4

The 4<sup>th</sup> Science Research National Conference

วันที่ 12-13 มีนาคม 2555 ณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์

# ผลของความหนาต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีสปัตเตอร์ริง

## Effect of Thickness on Structural and Optical Properties of AlN Thin Films Deposited by Reactive DC Sputtering

ชัยฤกษ์ ตั้งเฮงเจริญ,<sup>1,3</sup> นรินทร์ วิทิตอนันต์,<sup>1,3\*</sup> อรรถพล เขยคุยกมล,<sup>1,3</sup> จัฒติกาล มานพ,<sup>2</sup> และ สุรสิงห์ ไชยคุณ<sup>1,3</sup>  
Chailoek Tanghengjaroen,<sup>1,3</sup> Nirun Wit-anun,<sup>1,3\*</sup> Attapol Choeysuppaket,<sup>1,3</sup> Rattikarn Manop,<sup>2</sup> and Surasing Chaiyakun<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา  
169 ถนนลพพาทย์ ตำบลแสนสุข อำเภอเมือง ชลบุรี 20131 โทรโทรสาร 0-3810-3084 E-mail: nirun@buu.ac.th

<sup>2</sup>คณะวิทยาศาสตร์ ศรีราชา มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตศรีราชา

199 หมู่ 6 ถนนสุขุมวิท ตำบลทุ่งสุขตา อำเภอศรีราชา จังหวัดชลบุรี 20230 โทรศัพท์ 038-354587-8 โทรสาร 038-354587

<sup>3</sup>ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (THEP) สำนักพัฒนาบัณฑิตศึกษาและวิจัยด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา  
328 ถนนศรีอยุธยา แขวงทุ่งพญาไท เขตราชเทวี กรุงเทพฯ 10400

### บทคัดย่อ

ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกเนตรอนสปัตเตอร์ริง เพื่อศึกษาผลของความหนาต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสง ฟิล์มบางที่เคลือบได้นำไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วย Grazing-incidence X-ray diffraction (GIXRD), Atomic force microscopy (AFM) และ ค่าการส่งผ่านแสงตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะใสส่งผ่านแสงช่วงตามองเห็นสูง โครงสร้างผลึกจากผล XRD พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐานเมื่อฟิล์มมีความหนาน้อยและเริ่มเป็นผลึกเมื่อความหนาฟิล์มเพิ่มขึ้น โดยมีโครงสร้างผลึกตรงกับ AlN(100) AlN(101) AlN(110) และ AlN(004) ความหนาและความหยาบผิวจากผล AFM มีค่าในช่วง 121 nm ถึง 656 nm และ 0.2 nm ถึง 2.1 nm และ ตามลำดับ ค่าคงที่ทางแสงได้แก่ ค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน ( $k$ ) ซึ่งคำนวณจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงในช่วงตามองเห็นด้วยวิธี Envelope ที่ความยาวคลื่น 600 nm พบว่าค่า  $n$  และ ค่า  $k$  มีค่าอยู่ในช่วง 1.85-1.97 และ 0.018-0.007 ตามลำดับ คำสำคัญ: ค่าคงที่แสง/ ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์/ ดีซีสปัตเตอร์ริง

### Abstract

Aluminum nitride (AlN) thin films have been deposited on glass slide and Si-wafer by reactive DC magnetron sputtering method. Effect of film's thickness on structure and optical properties was investigated. The as-deposited films have been characterized by grazing-incidence X-ray diffraction (GIXRD), atomic force microscopy (AFM) and optical transmittance, respectively. The results show that the as-deposited films were transparent and have high transmittance in visible regions. The crystal structure from XRD results show that the as-deposited films is amorphous with low thicknesses and turn to be crystal

structure when increases thickness, which corresponding to the AlN(100), AlN(101), AlN(110) and AlN(004). The films thickness and the roughness from AFM was varied from 121 nm to 656 nm and 0.2 nm to 2.1 nm, respectively. The optical constants namely refractive index  $n$  and extinction coefficient  $k$ , were determined from transmittance spectrum in the visible regions by using envelope method. For 600 nm,  $n$  and  $k$ , were in the range of 1.85-1.97 and 0.018-0.007, respectively.

**Keyword:** Optical constant/ AlN thin films/ DC sputtering

### 1. บทนำ

การปรับปรุงผิววัสดุแนวทางหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจคือการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบที่มีสมบัติเฉพาะในลักษณะฟิล์มบางที่มีความหนาระดับนาโน โดยช่วงเวลาที่ผ่านมามีฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ได้รับความสนใจจากกลุ่มวิจัยต่างๆ ในทางวิชาการวิจัยและพัฒนาทั้งด้านพื้นฐานและการประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆ เนื่องจากเป็นฟิล์มบางที่มีสมบัติทางกายภาพและเคมีที่น่าสนใจ เช่น มีความแข็งสูงประมาณ  $2 \times 10^3 \text{ kgf mm}^{-2}$  มีค่าสภาพนำไฟฟ้าต่ำ และมีค่าสภาพนำความร้อนสูง ประมาณ  $260 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  (Dimitrova et al., 1998) ทำให้ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์เหมาะอย่างยิ่งสำหรับใช้ในงานต่างๆ เช่น การเคลือบเพื่อปรับปรุงสมบัติด้านไดนาโมลยี (tribological) ของวัสดุ ทำให้ทนต่อการขีดข่วนและกัดกร่อน หรือ ใช้เป็นชั้นไดอิเล็กทริก (dielectric layer) ของอุปกรณ์ในทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ และที่สำคัญฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ยังเป็นตัวเลือกที่น่าสนใจสำหรับใช้ในงานเคลือบฟิล์มบางแสง (optical thin film) เนื่องจากฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีลักษณะใสส่งผ่านแสงได้ที่มีค่าแถบพลังงาน (energy band gap) กว้างมากประมาณ 6.2 eV และมีค่าดัชนีหักเหประมาณ 1.8-2.1 (Strite & Morkoc, 1992)

\* Corresponding author

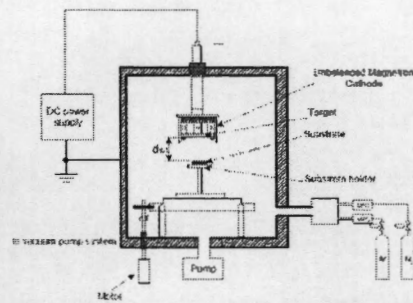
การเคลือบฟิล์มบางอูมิเนียมในโลตส์สามารถทำได้หลายเทคนิค ทั้งจากกระบวนการทางเคมี (CVD) และกระบวนการทางฟิสิกส์ (PVD) เช่น วิธี chemical vapor deposition (CVD) (Dobrynin, 1999) หรือ วิธี molecular beam epitaxy (MBE) (Tanaka et al., 1996) แต่การเคลือบทั้งสองวิธียังมีข้อจำกัดบางประการ คือ มีค่าใช้จ่ายสูง อีกทั้งยังต้องใช้ความร้อนอุณหภูมิสูงในกระบวนการเคลือบเพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีสมบัติตามต้องการ ซึ่งไม่เหมาะสำหรับวัสดุรองรับที่ไม่ทนความร้อน (thermal sensitive substrate) โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ อย่างไรก็ตามก็ยังมีการเคลือบฟิล์มบางอีกวิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพและกำลังได้รับความนิยมจากกลุ่มวิจัยต่างๆ เพิ่มขึ้น คือ วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (reactive magnetron sputtering) เนื่องจากการเคลือบวิธีนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิห้อง ค่าใช้จ่ายในกระบวนการเคลือบไม่สูงมากนัก และที่สำคัญสามารถควบคุมอัตราเคลือบและสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยากมากนัก อีกทั้งยังสามารถประยุกต์ไปใช้ในการเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ระดับอุตสาหกรรมได้อีกด้วย

โดยทั่วไปแล้วปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากวิธีสปัตเตอริง คือ เงื่อนไขการเคลือบ เช่น กำลังไฟฟ้า อัตราไหลแก๊ส ความดันพื้น ความดันขณะเคลือบ ฯลฯ ทั้งนี้เป็นที่ทราบกันดีในกลุ่มนักวิจัยด้านฟิล์มบางว่า โครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว ตลอดจนสมบัติและองค์ประกอบของฟิล์มบางที่เคลือบได้อาจแตกต่างกันไปแม้จะเคลือบจากเครื่องเคลือบเดียวกัน ถ้าใช้เงื่อนไขและวิธีการเคลือบที่แตกต่างกัน ทำให้การศึกษาถึงผลของเงื่อนไขหรือตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางจากวิธีสปัตเตอริงยังคงสำคัญและจำเป็นสำหรับการวิจัยด้านฟิล์มบางต่อไป บทความนี้เป็นรายงานผลการเตรียมฟิล์มบางอูมิเนียมในโลตส์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงบนกระจกใสและแผ่นซิลิกอนที่อุณหภูมิห้อง เพื่อศึกษาผลของความหนาต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยความหนาฟิล์มบางในงานวิจัยนี้ควบคุมโดยการแปรค่าเวลาที่ใช้ในการเคลือบ ฟิล์มทั้งหมดตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ความหนาพื้นผิวและความหนาศึกษาด้วยเทคนิค AFM ค่าการส่งผ่านแสงตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อนำมาคำนวณค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และ ค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ ( $k$ ) ด้วยวิธี Envelope (Swanepoel, 1983) จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยต่อไป



รูปที่ 1 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

Proceedings The 4<sup>th</sup> Science Research Conference, 12-13 March 2012, Faculty of Science, Naresuan University.



รูปที่ 2 โฉมแผนของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

## 2. วิธีการ

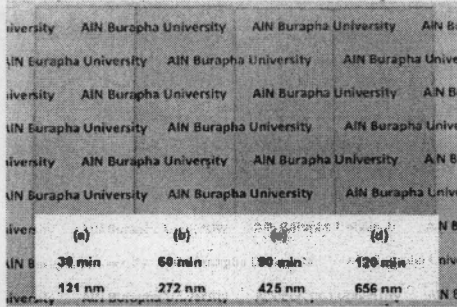
ฟิล์มบางในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง จากเครื่องเคลือบระบบอันทันสมัยในคอนสเตรนสปัตเตอริง (รูปที่ 1) โดยรูปที่ 2 แสดงโฉมแผนของเครื่องเคลือบในงานวิจัยซึ่งมีห้องเคลือบทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 353.0 mm สูง 370.0 mm ติดเป่าอูมิเนียมความบริสุทธิ์ 99.97% เส้นผ่านศูนย์กลาง 50.0 mm ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ไรต์แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอริง และ ไรต์แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สไวท์แก๊สรีแอคทีฟ ระบบเครื่องสูบลูญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบนเพอร์โลโดยมีเครื่องสูบลูกโรตารีเป็นเครื่องสูบลูก วัดความดันด้วยมาตรวัดความดันของ balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรามิเดิล รุ่น TPR010 และ หัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050 การจ่ายแก๊สควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D

สำหรับขั้นตอนการเคลือบเริ่มจากนำวัสดุรองรับได้แก่กระจกใส (สำหรับวัดแสง) และแผ่นซิลิกอน (สำหรับตรวจสอบโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาพื้นผิวและความหนา) ที่ทำความสะอาดแล้ว เข้าห้องเคลือบ โดยจัดให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบเท่ากับ 10 cm ลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ  $5.0 \times 10^{-3}$  mbar จากนั้นปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊ส โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 15 sccm และ 5 sccm ตามลำดับ สำหรับกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบกำหนดให้คงที่เท่ากับ 144 W ส่วนความหนาของฟิล์มที่เป็นตัวแปรในการศึกษาควบคุมโดยการแปรค่าเวลาที่ใช้เคลือบในช่วง 30 min ถึง 120 min

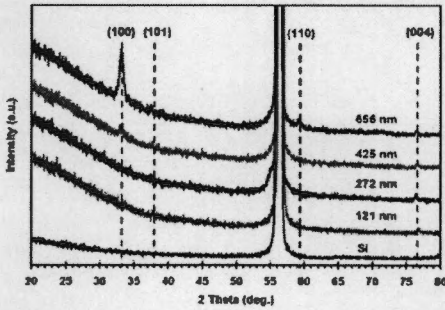
นำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ของ Rigaku รุ่น Rint 2000 ตรวจวัดแบบ 2 $\theta$ -scan ด้วยมุมตกกระทบ (Grazing incident angle) คงที่เท่ากับ 3° สแกน 2 $\theta$  จาก 20° ถึง 80° ขนาดผลึก (Crystal size) คำนวณตามสมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ส่วนลักษณะพื้นผิว ความหนาพื้นผิว ( $R_s$ ) และความหนาฟิล์ม ศึกษาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope สำหรับสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางตรวจวัดด้วยเครื่อง UV-VIS-NIR spectrophotometer ของ Shimadzu รุ่น MPC-31000 ช่วงความยาวคลื่นระหว่าง 200 nm ถึง 2000 nm โดยค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ ( $k$ ) ของฟิล์มทั้งหมดคำนวณด้วยวิธี Envelope (Swanepoel, 1983) จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงที่ตรวจวัดได้

**3. ผลและอภิปราย**

ฟิล์มออกไซด์เงินในโครสที่เคลือบใต้ทุกเงื่อนไขในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าฟิล์มมีการกระจายตัวของสารเคลือบสม่ำเสมอทั่วผิวหน้าของวัสดุรองรับ โดยฟิล์มที่ได้มีลักษณะใสส่งผ่านแสงดี และมีเจดสีน้ำตาลอ่อนเล็กน้อยสำหรับฟิล์มที่มีความหนาเรื่อยๆ (บางมาก) และเข้มข้นเมื่อความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มมากขึ้น รูปที่ 3 โดยฟิล์มที่ได้ในงานวิจัยนี้มีความหนายู่ในช่วง 121 nm ถึง 656 nm สำหรับอัตราเคลือบของฟิล์มออกไซด์เงินในโครสเมื่อเคลือบที่เวลาการเคลือบต่างๆ ซึ่งคำนวณจากค่าความหนาฟิล์มหารด้วยเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มพบว่ามีความเร็วเคลือบประมาณ 4.0 nm/min ถึง 5.5 nm/min



รูปที่ 3 ลักษณะของฟิล์มบางออกไซด์เงินในโครสที่เวลาเคลือบต่างๆ



รูปที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางออกไซด์เงินในโครสที่ความหนาต่างๆ

ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มออกไซด์เงินในโครสที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังรูปที่ 4 ทั้งนี้พบว่ากรณีฟิล์มที่มีความหนาเรื่อยๆ ประมาณ 121 nm และ 272 nm (เวลาเคลือบ เท่ากับ 30 นาที และ 60 นาที) ไม่พบทิศของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงว่าฟิล์มที่ได้ทั้ง 2 ชุด มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน แต่เมื่อฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นเป็น 425 nm (ใช้เวลาเคลือบ เท่ากับ 90 นาที) เริ่มปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นทิศทางๆ ที่มุม  $33.24^\circ$  ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของออกไซด์เงินในโครส ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลระนาบ (100) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 65-3409 และสุดท้ายเมื่อความหนาฟิล์มเพิ่มขึ้นเท่ากับ 656 nm ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 120 นาที พบรูปแบบ

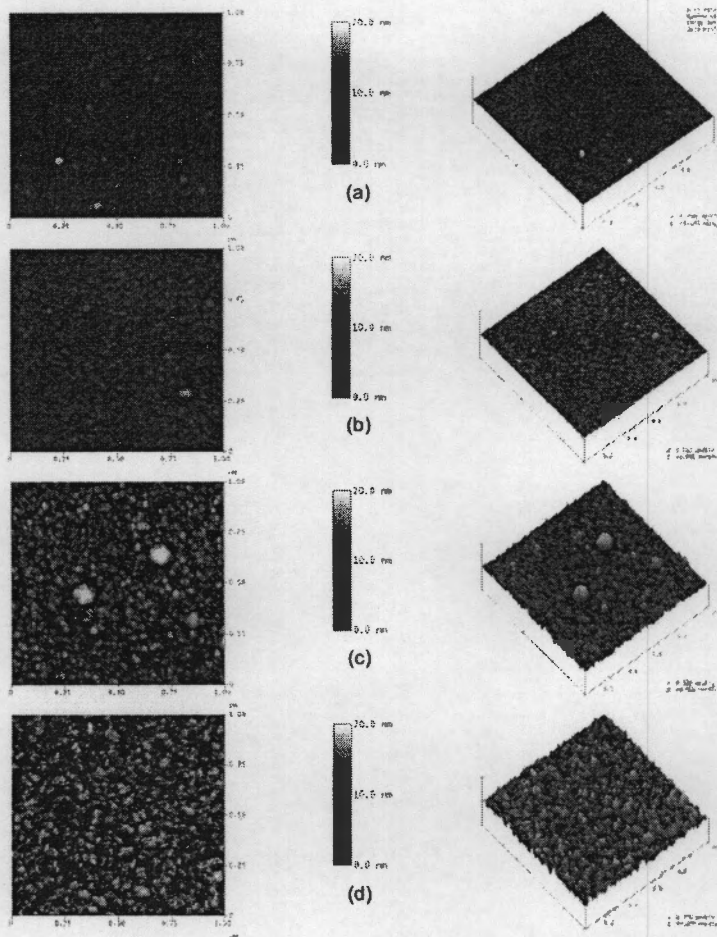
การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $33.24^\circ$ ,  $37.96^\circ$ ,  $59.39^\circ$  และ  $76.54^\circ$  ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของออกไซด์เงินในโครสที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลระนาบ (100), (101), (110) และ (004) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 65-3409 โดยระนาบ (100) มีความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงสุด ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งของซิกนอลที่เป็นวัสดุรองรับในงานวิจัยนี้

ทั้งนี้ความหนาและโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางออกไซด์เงินในโครสที่เคลือบได้ในงานนี้เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่ใช้เคลือบ พบว่าที่เวลาการเคลือบ 30 min และ 60 min ความหนาฟิล์มที่ได้มีค่าน้อยดังรูปที่ 3 เนื่องจากอะตอมออกไซด์เงินที่ถูกสเป็คโตรจากผิวหน้าเป้าหมายเคลือบ (target) ยังมีจำนวนน้อย ทำให้การรวมตัวของออกไซด์เงินและในโครสเพื่อฟอร์มตัวเป็นออกไซด์เงินในโครสแล้วเคลือบบนผิวหน้าวัสดุรองรับมีไม่มากนัก ทำให้ความหนาฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าน้อย นอกจากนี้ฟิล์มที่ได้ยังไม่เป็นผลึก แต่มีลักษณะเป็นอสัณฐาน ดังรูปที่ 4 แต่เมื่อเวลาการเคลือบเพิ่มเป็น 90 min และ 120 min ฟิล์มที่ได้มีความหนาเพิ่มขึ้นเป็นไปตามทฤษฎีการเกิดฟิล์ม คือเมื่อเวลาที่ใช้เคลือบนานขึ้นอะตอมของสารเคลือบ (AIN) มีโอกาสตกสะสมและฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มเคลือบบนผิวหน้าวัสดุรองรับเพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มที่ได้มีความหนาเพิ่มขึ้น (รูปที่ 3) นอกจากนี้ฟิล์มที่ได้ยังมีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ (รูปที่ 4) เนื่องจากเมื่ออะตอมสารเคลือบ (AIN) ตกเคลือบในลักษณะระดมยิง (bombard) ผิวหน้าฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุรองรับอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดความร้อนสะสมบนผิวหน้าฟิล์มที่ได้ตลอดเวลา ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกมากขึ้นตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2002) ที่เคลือบฟิล์มบางออกไซด์เงินในโครสโดยใช้เวลาเคลือบต่างๆ แล้วพบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น

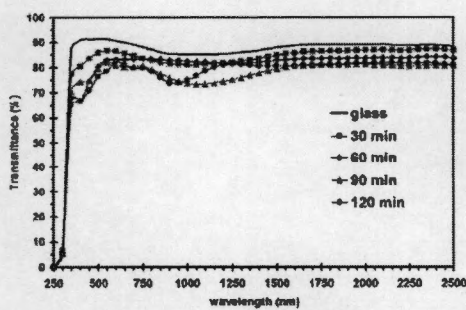
รูปที่ 5 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ซึ่งแสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มที่ได้เมื่อแปรค่าความหนาฟิล์มโดยการคุมเวลาที่ใช้ในการเคลือบพบว่า เมื่อใช้เวลาเคลือบน้อย เท่ากับ 30 min และ 60 min ผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะเรียบ เกรนมีลักษณะกลมเล็ก ขนาดสม่ำเสมอกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าฟิล์ม เมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นเท่ากับ 90 min พบว่าเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมมนมีขนาดใหญ่อันตามเวลาที่เคลือบกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม สำหรับฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 120 min พบว่าเกรนเป็นเม็ดปลายแหลมทั่วผิวหน้าฟิล์ม ส่วนความหยาบผิวของฟิล์มพบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.2 nm เป็น 2.1 nm ตามเวลาเคลือบที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากอะตอมที่สะสมบนผิวหน้าของวัสดุรองรับได้รับความร้อนสะสมที่เกิดในกระบวนการเคลือบทำให้อะตอมสารเคลือบมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้นทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวเพิ่มขึ้นด้วย

ตารางที่ 1 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางออกไซด์เงินในโครสที่เวลาเคลือบต่างๆ

เวลาเคลือบ (min)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิวเฉลี่ย $R_a$ (nm)
30	121	0.2
60	272	0.3
90	425	1.5
120	656	2.1

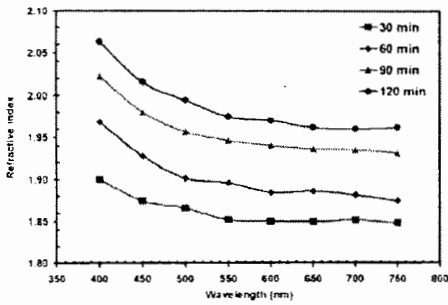


รูปที่ 5 ลักษณะพื้นผิวจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ของฟิล์มบางออลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่างๆ (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 90 min, และ (d) 120 min

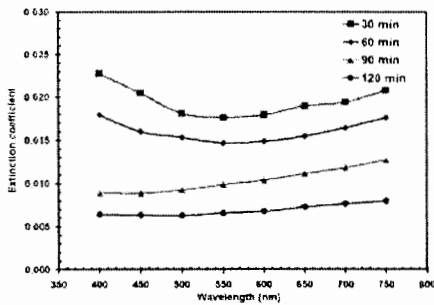


รูปที่ 6 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของกระจกและฟิล์มบางออลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่างๆ

สมบัติทางแสงของฟิล์มบางออลูมิเนียมไนไตรด์ทั้งหมดที่เคลือบได้พบว่าฟิล์มเคลือบโสมีค่าการส่งผ่านแสงค่อนข้างสูง โกลด์เคียงกระจกที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มซึ่งมีค่าการส่งผ่านแสงค่อนข้างสูงประมาณ 90% เมื่อนำกระจกเคลือบฟิล์มออลูมิเนียมไนไตรด์ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ได้สเปกตรัมการส่งผ่านแสง ดังรูปที่ 6 พบว่าฟิล์มทั้งหมดส่งผ่านแสงได้ดีในช่วงตามองเห็นและอินฟราเรดใกล้ (ความยาวคลื่นในช่วง 300 nm ถึง 2500 nm) โดยมีค่าการส่งผ่านแสงสูงอยู่ในช่วงประมาณ 75% ถึง 85% ทั้งนี้หากพิจารณาสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางออลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ทั้งหมดพบว่าฟิล์มมีลักษณะคล้ายการกระเพื่อมของคลื่น คือมีค่าเพิ่มขึ้นและลดลงสลับกันตลอดความยาวคลื่นแสงที่พิจารณา เนื่องจากการแทรกสอดของแสงผ่านชั้นของฟิล์มบางออลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนแผ่นกระจกใสได้นั่นเอง



รูปที่ 7 ดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่างๆ



รูปที่ 8 สัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่างๆ

ผลการวิเคราะห์ค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ ได้แก่ ค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน ( $k$ ) ซึ่งคำนวณได้จากค่าสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบไว้ทั้งหมดด้วยวิธี Envelope (Swanepoel, 1983) พบว่า ค่าดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้แปรตามความยาวคลื่นแสง ดังรูปที่ 7 โดยที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 600 nm ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีความหนาน้อยๆ ประมาณ 121 nm และ 272 nm (ใช้เวลาค่อยเคลือบ เท่ากับ 30 min และ 60 min) มีค่าดัชนีหักเหอยู่ในช่วง 1.85-1.88 ส่วนฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่ความหนาเพิ่มขึ้นเท่ากับ 425 nm และ 656 nm (ใช้เวลาค่อยเคลือบ เท่ากับ 90 min และ 120 min) มีค่าดัชนีหักเหอยู่ในช่วง 1.94-1.97 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Meng (1994) ซึ่งได้อธิบายเกี่ยวกับความสัมพันธ์ของโครงสร้างผลึกกับค่าดัชนีหักเหของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ไว้ ดังนี้คือ กรณีฟิล์มบางที่มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน ดัชนีหักเหมีค่าประมาณ 1.8-1.9 ส่วนฟิล์มบางที่มีโครงสร้างผลึกแบบพหุผลึก ดัชนีหักเหมีค่าประมาณ 1.9-2.1 ส่วนค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์จากการทดลองพบว่า มีค่าลดลงจาก 0.018 เป็น 0.007 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Khoshman et al. (2005) ซึ่งพบว่า สัมประสิทธิ์การดูดกลืนของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์มีค่าในช่วง 0.0002 ถึง 0.0086 ดังรูปที่ 8

#### 4. บทสรุป

ฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีแอคทีฟทีซีแมกเนตรอนสเปคโตรริง บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ฟิล์มที่ได้มีลักษณะใสโปร่งแสง ผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าความหนาและเวลาเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ โดยฟิล์มมีโครงสร้างแบบอสัณฐานเมื่อความหนาและใช้เวลาค่อยน้อยๆ และมีโครงสร้างแบบพหุผลึกเมื่อใช้เวลาค่อยนานขึ้น รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้ตรงกับออสุมิเนียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 65-3409 โครงสร้างแบบเอกเซโกนอลที่ระนาบ (100), (101), (110) และ (004) สำหรับลักษณะพื้นผิว เมื่อใช้เวลาค่อยน้อย มีผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบ แต่เวลาค่อยนานขึ้นเกรนมีลักษณะเป็นเม็ดปลายแหลมทั่วพื้นผิวของฟิล์ม ส่วนความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มพบว่า เมื่อเวลาค่อยเพิ่มขึ้นจาก 30 min เป็น 120 min ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนา และความหยาบผิวเพิ่มขึ้นจาก 121 nm เป็น 656 nm และ 0.2 nm เป็น 2.1 nm ตามลำดับ เมื่อเวลาค่อยเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) และ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน ( $k$ ) ซึ่งคำนวณจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง ด้วยวิธี Envelope พบว่า ที่ความยาวคลื่น เท่ากับ 600 nm มีค่า  $n$  อยู่ในช่วง 1.85-1.97 และ ค่า  $k$  อยู่ในช่วง 0.018-0.007

#### กิตติกรรมประกาศ

บทความวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก "ทุนอุดหนุนการวิจัยงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) มหาวิทยาลัยบูรพา" ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี คณะผู้วิจัยขอขอบคุณไว้ ณ โอกาสนี้ ขอขอบคุณ ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบางภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่กรุณาให้ความอนุเคราะห์อุปกรณ์และสถานที่ในการทำวิจัย

#### เอกสารอ้างอิง

- Dimitrova, V.I., Manova, D.I. and Dechev, D.A. (1998). Study of reactive DC magnetron sputtering deposition of AlN thin films. *Vacuum*, 49, 193-197.
- Dobrynin, A.V. (1999). Thermoelastic strain and plastic yielding in aluminum nitride on sapphire. *Journal of Applied Physics*, 85, 1876.
- Khanna, A. and Bhat, D.G. (2007). Effects of deposition parameters on the structure of AlN coatings grown by reactive magnetron sputtering. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 25(3), 557-565
- Khoshman, J. M. and Kordesch, M. E. (2005). Optical characterization of sputtered amorphous aluminum nitride thin films by spectroscopic ellipsometry. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351, 3334-3340.
- Lee, C. K., Placido, F., Cochran S. & Kirk, K. J. (2002). Growth of sputtered AlN thin film on glass in room temperature. *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1119-1122

6. Meng, W. J. (1994). **Properties of Group III Nitrides**. In James H. Edgar (Ed.), *INSPEC* (pp. 22-34). Short Run Press, London
7. Strite, S. and Morkoc, E.H. (1992). GaN, AlN, and InN : a review. **Journal of Vacuum Science & Technology B**, 10, 1237-1266.
8. Swanepoel, R. (1983). Determination of the thickness and optical constant of amorphous silicon. **Journal of Physics**, E, 16: 1214-1222.
9. Tanaka, S., Kern, R.S., Bently, J. and Davis R.F. (1996). Defect Formation during Hetero-Epitaxial Growth of Aluminum Nitride Thin Films on 6H-Silicon Carbide by Gas-Source Molecular Beam Epitaxy. **Japanese Journal of Applied Physics**, 35, 1641.