

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

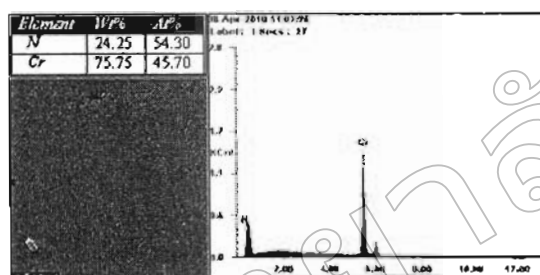
องค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบาง โครเมียมไนไตรด์

การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ (Lattice constants) และขนาดผลึก (Crystallite size)

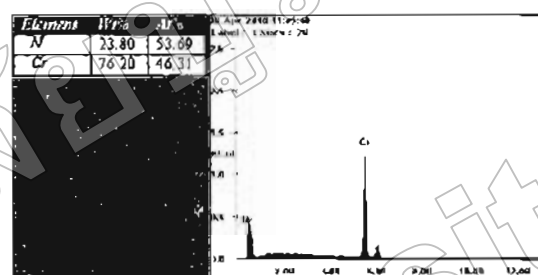
องค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

ผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน

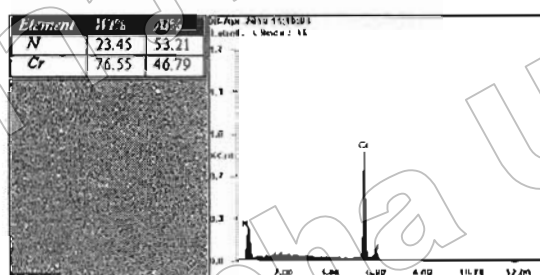
การศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ศึกษาอัตราส่วน Cr : N โดยภาพที่ ก-1 (a)-ภาพที่ ก-1 (c) แสดงองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 25% 50% และ 75% ตามลำดับ



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ ก-1 องค์ประกอบของธาตุทางเคมีที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์

เมื่อเคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

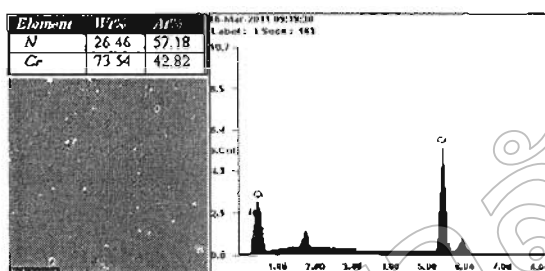
(a) ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 25%

(b) ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 50%

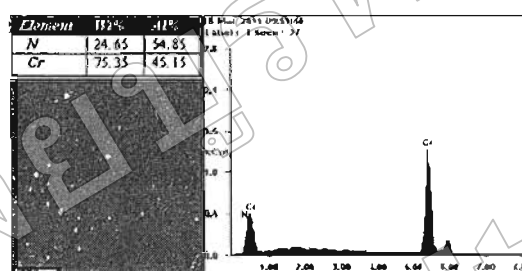
(c) ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 75%

ผลของความหนา

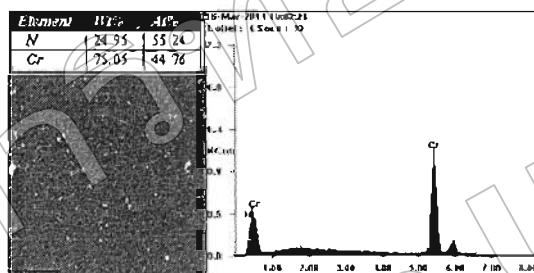
การศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ศึกษาอัตราส่วน Cr:N โดยภาพที่ ก-2 (a)-ภาพที่ ก-2 (e) แสดงองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางที่เวลาเคลือบ เท่ากับ 60 นาที 90 นาที 120 นาที 150 นาที และ 180 นาที ตามลำดับ



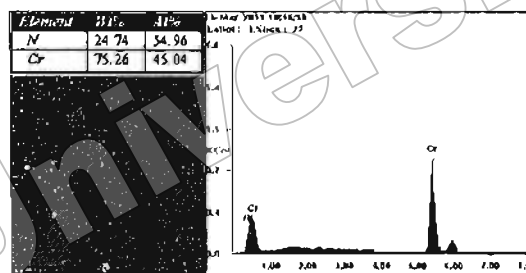
(a)



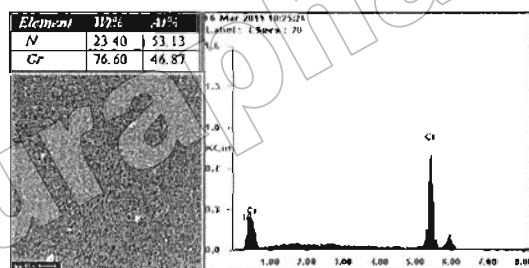
(b)



(c)



(d)



(e)

ภาพที่ ก-2 องค์ประกอบของธาตุทางเคมีที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ เมื่อเคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ

(a) เวลาเคลือบเท่ากับ 60 นาที

(b) เวลาเคลือบเท่ากับ 90 นาที

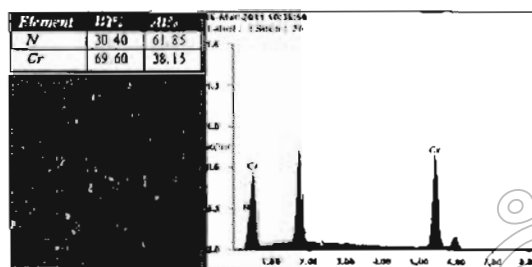
(c) เวลาเคลือบเท่ากับ 120 นาที

(d) เวลาเคลือบเท่ากับ 150 นาที

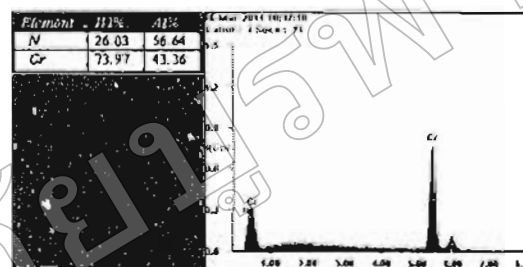
(e) เวลาเคลือบเท่ากับ 180 นาที

ผลของกำลังไฟฟ้า

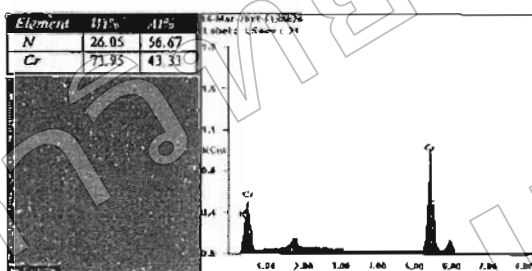
การศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ โดยนำฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ศึกษาอัตราส่วน Cr:N โดยภาพที่ ก-3 (a)-ภาพที่ ก-3 (c) แสดงองค์ประกอบของธาตุทางเคมีของฟิล์มบางที่เคลือบด้วยกำลังไฟฟ้า เท่ากับ 160 W 260 W และ 360 W ตามลำดับ



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ ก-3 องค์ประกอบของธาตุทางเคมีที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยกำลังไฟฟ้าต่าง ๆ

(a) กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 160 W

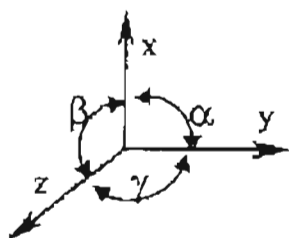
(b) กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 260 W

(c) กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 360 W

การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants)

โครงสร้างผลึก (Crystal Structure)

ในการศึกษาโครงสร้างผลึกที่เข้าใจง่ายขึ้นเราจะกำหนดแกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึกซึ่งมีอะตอมอยู่ตามเหล็บนมุมต่าง ๆ ในทิศทาง 3 มิติ (ภาพที่ ก-4 ประกอบ) โดยให้



a, b, c เป็นระยะห่างระหว่างอะตอม เรียกว่า สเปซแลตทิซ (Space lattice)

มีหน่วยเป็นแองสตรอม (Å) โดยที่ $1 \text{ Angstrom} = 10^{-10} \text{ m}$.

x, y, z เป็นแกนสมมุติอ้างอิงโดยมีจุดกำเนิด O (Origin) อยู่ตรงตำแหน่ง

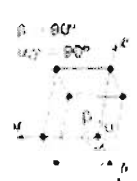
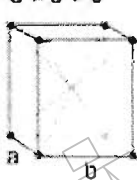
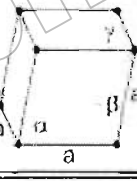
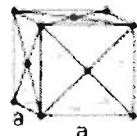
อะตอมหนึ่ง ๆ ของหน่วยเซลล์หนึ่ง เรียกว่า แลตทิซเวกเตอร์ (Lattice vector)

α, β, γ เป็นมุมที่เกิดขึ้นภายในผลึกอยู่ระหว่างแกน x, y, z

ภาพที่ ก-4 แกนสมมุติและมุมขึ้นภายในรูปผลึก

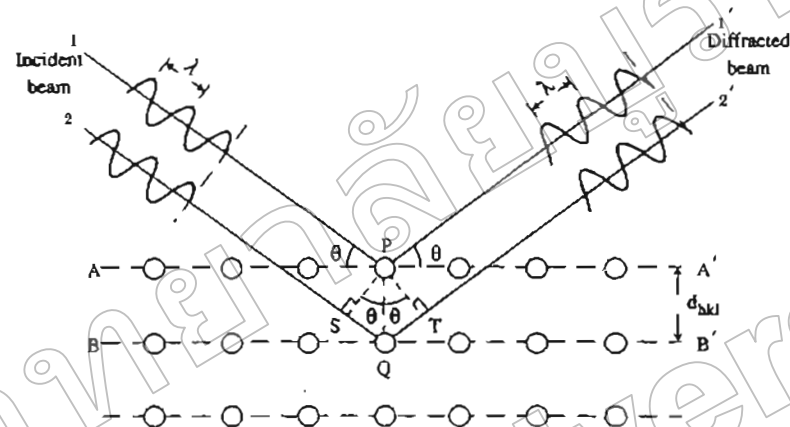
สเปซแลตทิซ (Space Lattice) มีอยู่ทั้งหมด 230 แบบด้วยกัน แต่จะสรุปลงเหลือเพียง 14 แบบใหญ่ ๆ ด้วยกันและมีรูปแบบที่สอดคล้องกับโครงสร้างระบบผลึก (Crystal structure) ได้ 7 ระบบด้วยกันคือ

1. ไตรคลินิก (Triclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แกนทั้ง 3 แกนทำมุมไม่เท่ากันและไม่ตั้งฉากกัน
2. โมโนคลินิก (Monoclinic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน มีแกน 2 แกนที่จะทำมุมตั้งฉากกัน แต่แกนที่ 3 ไม่ตั้งฉาก
3. ออร์ทอโรห์มบิก (Orthorhombic) หรือโอห์มบิก (Rhombic) แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แต่ทุกแกนจะทำมุมตั้งฉากกันและกัน
4. เตตระโกนอล (Tetragonal) มีแกน 2 แกนยาวเท่ากัน แต่อีกแกนหนึ่งจะสั้น หรือบางกว่า แกนทั้ง 3 แกน ทำมุมตั้งฉากกันและกัน
5. โอห์บอฮีดรอล (Rhombohedral) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากัน แกนทั้ง 3 แกน ทำมุมเท่ากัน แต่ทั้ง 3 มุมไม่เป็น 90 องศา
6. เฮกซะโกนอล (Hexagonal) มีแกน 3 แกนอยู่ในแนวระนาบ (Plane) ทำมุมภายในเท่ากับ 120 องศา ต่อกัน แกนที่ 4 ทำมุม 90 องศา กับแนวระนาบ (Plane) แกน 3 แกนแรกจะเท่ากัน แต่จะไม่เท่ากับแกนที่ 4
7. ซีเกลียมจัตุรัส (Cubic) แกนทั้ง 3 แกนยาวเท่ากันและตั้งฉากซึ่งกันและกัน

ระบบผลึก	แลตทิซ			
ไตรคลินิก (triclinic)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
โมโนคลินิก (monoclinic)	simple	centered		
	$\beta \neq 90^\circ$ 	$\beta \neq 90^\circ$ 		
ออร์โธโรมบิก (orthorhombic)	simple	base-centered	body-centered	face-centered
	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 
เฮกซะโกนอล (hexagonal)	$a \neq c$ 			
โรมโบฮีดรัล (rhombohedral) (trigonal)	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
เตตระโกนอล (tetragonal)	simple	body-centered		
	$a \neq c$ 	$a \neq c$ 		
คิวบิก (isometric)	simple	body-centered	face-centered	
				

โดยปกติแล้ว โครเมียมไนไตรด์บริสุทธิ์มีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก ออร์โทโรมบิกและ
เฮกซะโกนอล ในงานวิจัยนี้พบว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยระบบ รีแอคทีฟ ดีซี
แมกนีตรอน สปีดเตอริง มีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก

กฎของแบรกก์ (Bragg's law)



ภาพที่ ก-5 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

(ก-1)

เมื่อ d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (h k l)

θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อน เมื่อวัดจากแนวระนาบ (ในหน่วย radians)

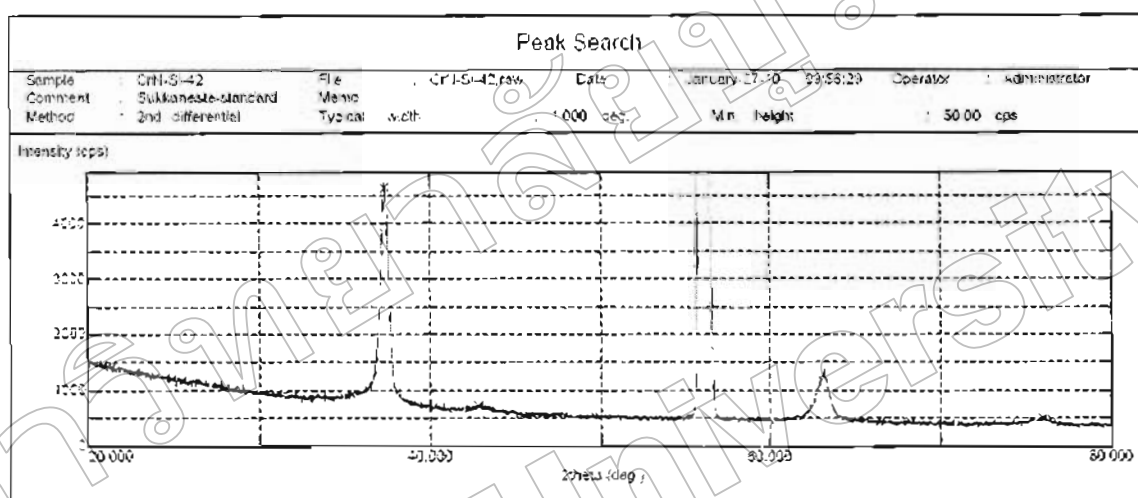
n ลำดับการสะท้อน

λ ความยาวคลื่น ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$)

สูตรคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบในระบบผลึกแบบคิวบิก

Cubic ;
$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (\text{ก-2})$$

ตัวอย่าง ก-1 การคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (*d*-spacing) ที่ระนาบต่าง ๆ



ภาพที่ ก-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

ตารางที่ ก-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์

No.	2 Theta	Intensity	h k l	d-spacing
1	37.380	4635	1 1 1	2.4057
2	63.200	1275	2 2 0	1.4712

1. หาระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d -spacing) ที่ระนาบต่างๆ

กำหนด $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$; มุม θ หน่วยเป็น เรเดียน

แทนค่ามุม θ ในหน่วยเรเดียนในสมการที่ ก-1 จะได้ d -spacing ที่ระนาบ ดังนี้

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{ก-1})$$

$$\text{ที่ CrN (111);} \quad d_{hkl} = 2.4057$$

2. หา Lattice constant

$$\text{cubic;} \quad \frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (\text{ก-2})$$

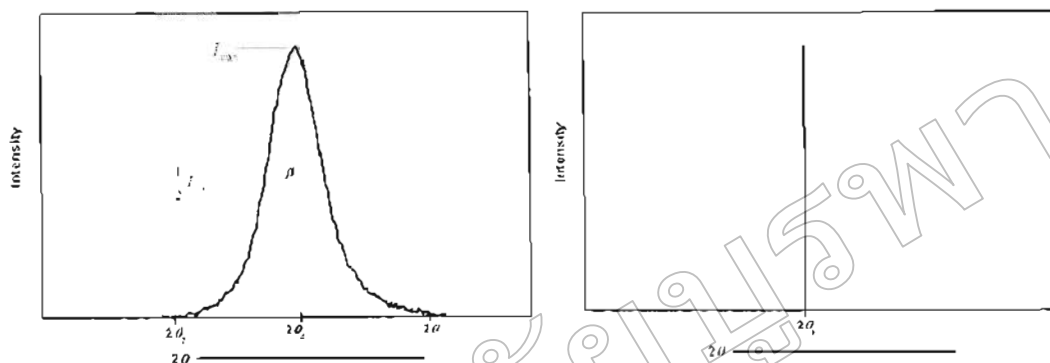
$$\text{ที่ CrN (111);} \quad a^2 = (h^2 + k^2 + l^2) \cdot d_{hkl}^2$$

$$a = \left(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \right) \cdot d_{hkl}$$

$$a = (\sqrt{3}) \cdot (2.406)$$

$$\therefore a = 4.17 \text{ \AA}$$

การคำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size)



ภาพที่ ก-7 Effect of crystallite size on diffraction curves (schematic)(Cullity, 1978)

Scherrer Equation
$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_\beta} \quad (\text{ก-3})$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ หน่วย นาโนเมตร (nm)

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

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

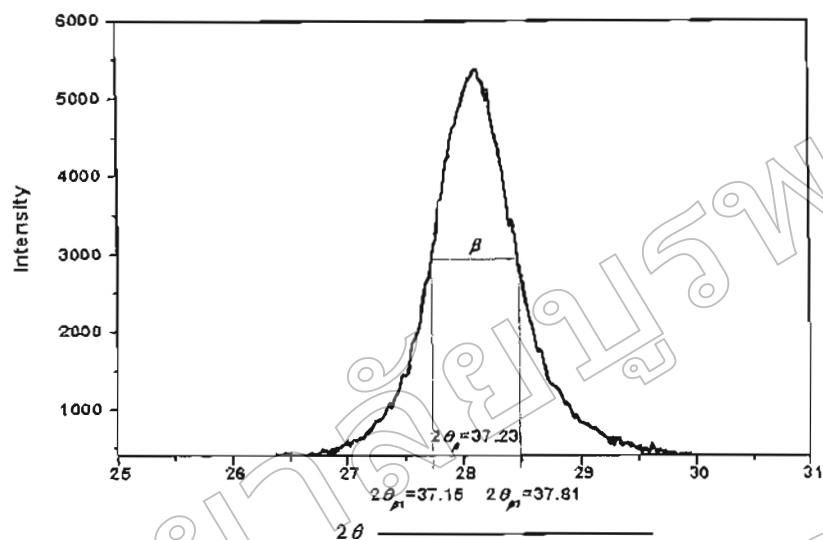
θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางฟิวด์ หน่วย เรเดียน

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของฟิวด์ที่มีค่าความเข้มสูงสุด

(Full width at half maximum; FWHM) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ ก-4

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2} \quad (\text{ก-4})$$

ตัวอย่าง ก-2 การคำนวณขนาดผลึก



ภาพที่ ก-8 การหาความกว้างครึ่งหนึ่งของพีกที่มีค่าความเข้มสูงสุด

วิธีคำนวณ หาค่า β จากสมการ ก-4

$$\beta = \frac{2\theta_{\beta 2} - 2\theta_{\beta 1}}{2}$$

$$\beta = \frac{37.61 - 37.15}{2} = 0.230 \text{ เรเดียน}$$

นำค่า β แทนในสมการ ก-3 จะได้

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_{\beta}} ; \cos \theta_{\beta} = 0.95 \text{ เรเดียน}$$

$$L = \frac{(0.9)(0.15406 \text{ nm})}{(0.230)(0.95)} = 36.44 \text{ nm}$$

ดังนั้น ผลึกมีขนาดเท่ากับ 36.44 nm

ภาคผนวก ข
ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

เรื่องพิธีการประเพณีทางวิชาการ ครั้งที่ ๔๙ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

The Proceeding of 49th Kasetsart University Annual Conference

เทิดพระเกียรติ ๘๔ พรรษา กับ เศรษฐกิจ การเกษตร

Celebrating His Majesty the King's 7th Cycle Birthday and Expressing
Our Humble Gratitude Towards His Royal Support for Agricultural Economics



เล่มที่ 5 ราชวิทยาลัยเกษตร (Subject: Science)

ผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย
วิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอริง

Effect of N_2 Partial Pressure on the Structure of Chromium Nitride Thin Film
Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering

กรรณิการ์ วรธนทวี^{1,2}, นรินทร์ วิหิตอนันต์^{1,2} และ สุรสิงห์ ไชยคุณ^{1,2}
Kapnika Wantavee^{1,2}, Nirun Wilitanun^{1,2} and Surasing Chaiyakun^{1,2}

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เคลือบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนแผ่นซิลิกอนด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอริง เพื่อศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์ม โดยแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (P_{N_2}) ในช่วง 25% ถึง 75% กำหนดให้ความดันรวมขณะเคลือบ (P_t) และกำลังไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 4.0×10^{-3} mbar และ 312 W ตามลำดับ นำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเทคนิค AFM ผลการศึกษพบว่า ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111), (220) และ (311) โดยมีความหนาของฟิล์มอยู่ในช่วง 1160 นาโนเมตร ถึง 2070 นาโนเมตร ขนาดของผลึกอยู่ในช่วง 30 นาโนเมตร ถึง 36 นาโนเมตร และความหยาบผิว (R_a) อยู่ในช่วง 18 นาโนเมตร ถึง 37 นาโนเมตร

Abstract

Chromium nitride thin films were deposited on silicon wafer substrates by reactive DC magnetron sputtering technique. The effect of N_2 partial pressure on the structure of films was investigated. The N_2 partial pressure (P_{N_2}) varied from 25% to 75%. The total pressure (P_t) and power were kept constant at 4.0×10^{-3} mbar and 312 W, respectively. The crystal structure was characterized by XRD. The surface morphologies and thickness were evaluated by AFM. The XRD results showed peaks of chromium nitride (111), (220) and (311) planes. The films thickness was varied from 1160 nm to 2070 nm. The crystal size was 30 nm to 36 nm and surface roughness (R_a) was changed from 18 nm to 37 nm.

Keyword: Hard coating thin film, CrN film, reactive magnetron sputtering

Email address: modskyrain@hotmail.com

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131

Department of Physics, Burapha University, Chonburi, 20131

ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์

สำนักพัฒนาบัณฑิตศึกษาและวิจัยด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา

โทรศัพท์: 038-103-084 โทรสาร: 038-103-084

Plasma for Surface Sciences Laboratory, Thailand Center of Excellence in Physics

Science and Technology Postgraduate Education and Research Development Office (PERDO), CHE

Tel: 038-103-084 Fax: 038-103-084

คำนำ

ปัญหาอย่างหนึ่งของเครื่องจักรและอุปกรณ์ต่างๆ ในโรงงานอุตสาหกรรม คืออายุการใช้งานที่จำกัด แนวทางหนึ่งในการแก้ปัญหาดังกล่าวคือ การปรับปรุงชิ้นงานโดยการเคลือบด้วยชั้นเคลือบหรือสารเคลือบที่เหมาะสม ซึ่งจะช่วยให้อายุการใช้งานของเครื่องจักรและอุปกรณ์นั้นได้ พัลลิมบางโครเมียมไนไตรด์เป็นชั้นเคลือบแข็งหนึ่งที่มีความนิยมเนื่องจากมีสมบัติเชิงกลและไตรโบโลยีที่ดี มีค่าความแข็งสูงประมาณ 20-25 GPa (Bertrand *et al.*, 1997) ยึดเกาะผิวโลหะและทนต่อการขัดสีดี (Fornies *et al.*, 2006) ทนอุณหภูมิสูงและต้านทานการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี อีกทั้งมีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ (Zenggu *et al.*, 2003) พัลลิมโครเมียมไนไตรด์จึงเป็นชั้นเคลือบที่ได้รับความสนใจในปัจจุบัน

โดยทั่วไปอาจพบพัลลิมบางโครเมียมไนไตรด์ได้ใน 2 ลักษณะคือ CrN (Face-centered cubic: fcc) และ Cr₂N (Hexagonal closest packing: hcp) โดยพัลลิมแบบ Cr₂N มีความแข็งแรงมากเนื่องจากมีโครงสร้างที่แน่น (Roszeit *et al.*, 1999) ส่วนพัลลิม CrN มีความต้านทานการฟักหรือดักว่า Cr₂N แต่มีค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำกว่า Cr₂N (Kyung *et al.*, 2000) การเตรียมพัลลิมโครเมียมไนไตรด์ มีหลายวิธีเช่น การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) หรือ อธิศัทธิตการวาร์ก (Cathodic Arc) (Liu *et al.*, 1995) แต่ที่นิยมใช้กันในภาคอุตสาหกรรมคือ การเคลือบด้วยวิธี ีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัดเตอริง (reactive DC magnetron sputtering) (Zhang *et al.*, 2008)

بعدแล้วโครงสร้างและสมบัติของพัลลิมที่เคลือบได้ขึ้นอยู่กับกระบวนการเคลือบ และเงื่อนไขการเคลือบ สำหรับพัลลิมบางโครเมียมไนไตรด์มีนักวิจัยหลายกลุ่มศึกษาเงื่อนไขการเคลือบที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของพัลลิมเช่น Zenggu *et al.* (2003) ศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อองค์ประกอบ เฟส โครงสร้างจุลภาค ของพัลลิมบางโครเมียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธี ีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัดเตอริง เขาพบว่าเมื่อเพิ่มความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนการเกิดเฟสของพัลลิมบางโครเมียมไนไตรด์ เปลี่ยนจาก Cr-Cr₂N เป็น single-phase Cr₂N แล้วเปลี่ยนเป็น Cr₃N/CrN จนเกือบเป็น single-phase CrN ในที่สุด บทความนี้เป็นการศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อโครงสร้างของพัลลิมโครเมียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธี ีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัดเตอริง เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานและเป็นแนวทางในการเตรียมพัลลิมบางโครเมียมไนไตรด์ต่อไป

อุปกรณ์และวิธีการ

พัลลิมโครเมียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธี ีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัดเตอริง จากเครื่องเคลือบสุญญากาศระบบสปัดเตอริง (Figure 1) ขั้นตอนการเคลือบเริ่มจากนำแผ่นซิลิกอนที่ทำความสะอาดแล้วมาวางบนรองรับชิ้นงานในภาชนะสุญญากาศ ให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบเท่ากับ 15 cm ลดความดันในภาชนะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นฐาน (base pressure) เท่ากับ 5.0×10^{-6} mbar ในการเคลือบพัลลิมทุกชุดกำหนดความดันรวม (P) เท่ากับ 4.0×10^{-4} mbar และกำลังไฟฟ้า เท่ากับ 312 W คงที่ตลอดการเคลือบ ใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที สำหรับตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้ คือ ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (P_{N_2}) โดยแปรค่า 3 ค่า คือ 5%, 50% และ 75% หลังการเคลือบผิวพัลลิมที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึก และลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ของ Rigaku รุ่น Rint 2000 และ เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) ของ Digital Instrument Inc รุ่น Nano Scope IV ตามลำดับ

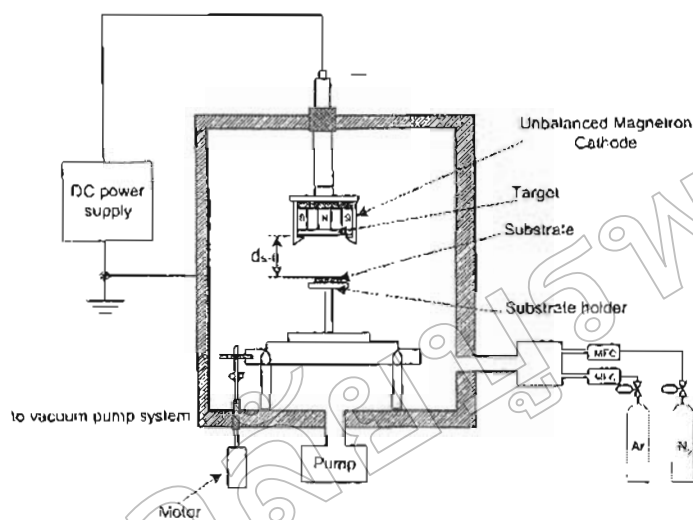


Figure 1 Diagram of reactive DC magnetron sputtering system

ผลการทดลองและวิจารณ์

ผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างผลึก

Figure 2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางเคลือบที่มีความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.5° , 63.6° และ 76.2° เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตามมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 11-0065 ตรงกับโครเมียมไนไตรด์ระนาบ (111) (220) และ (311) ตามลำดับ โดยที่ระนาบ (111) ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สูงขึ้นเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 25 % เป็น 50% และ 75% ตามลำดับ ส่วนที่ระนาบ (220) ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เท่าเดิมแต่ฐานของพีคกว้างขึ้น เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น และที่ระนาบ (311) ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน 25% และ 50% รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็นโดมใกล้เคียงกัน เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 75% ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของระนาบ (311) มีค่าลดลง เมื่อนำรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาคำนวณหาขนาดของผลึก (Crystal size) จากสมการของ Scherrer ดังสมการ (1)

$$l = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

เมื่อ l คือขนาดของผลึก λ คือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ B คือความกว้างพีคที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความเข้มของวงรีสูงสุด (FWHM) และ θ คือมุมที่มีความเข้มของรังสีเอกซ์สูงสุด พบว่าผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีขนาดใหญ่มากขึ้นจาก 30 nm เป็น 31 nm และ 36 nm เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 25% เป็น 50% และ 75% ตามลำดับ

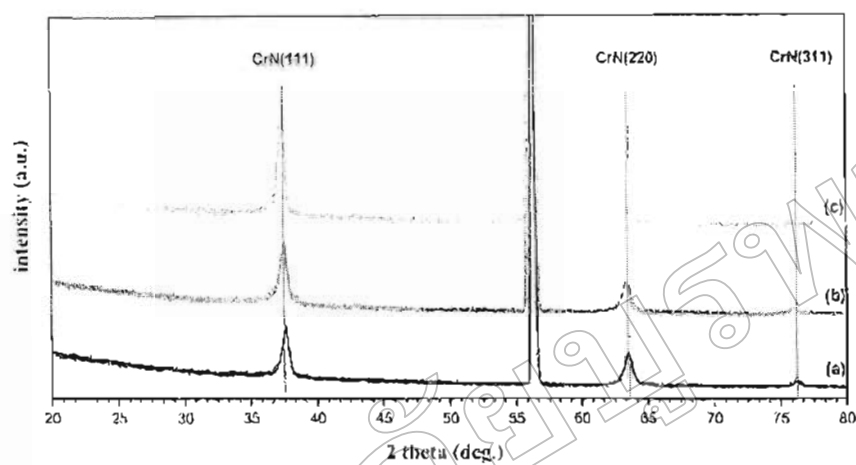


Figure 2 X-ray diffraction patterns of as-deposited CrN thin films produced at different N_2 partial pressure ratio (%) (a) 25% (b) 50% (c) 75%

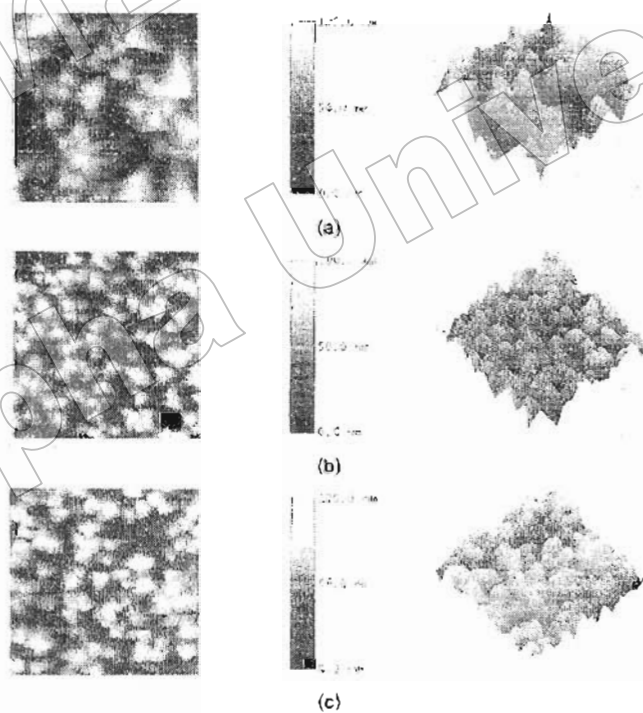


Figure 3 AFM image of CrN thin films deposited at N_2 partial pressure ratio (%) (a) 25% (b) 50% (c) 75%

ผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อลักษณะพื้นผิว

Figure 3 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์เมื่อเคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน 25% การจัดเรียงของผลึกมีเกรนขนาดใหญ่กระจายเต็มพื้นที่ผิวของฟิล์ม เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 50% และ 75% เกรนมีขนาดเล็กลง

ขนาดของผลึก ความหยาบผิวเฉลี่ย และความหนาของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ ดังแสดงใน Table 1 จากการศึกษาพบว่าเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 25% เป็น 50% และ 75% เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้น ส่วนความหนาและความหยาบผิวเฉลี่ยของฟิล์มมีค่าลดลง โดยที่ฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน 25% จะให้ค่าความหยาบผิวเฉลี่ย และ ความหนามีค่ามากที่สุด

Table 1 Effect of N_2 partial pressure on the morphology of CrN thin films

P_{N_2} (%)	Crystal size (nm)	R_a (nm)	Thickness (nm)
25%	30	37	2070
50%	31	20	1440
75%	36	18	1160

สรุป

งานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์บนแผ่นซิลิกอนด้วยวิธี วัลคอฟ ดีซี สเปคโตรริงได้ จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 34.5° , 63.6° และ 76.2° ซึ่งตรงกับโครเมียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111), (220) และ (311) เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นมีผลให้ฟิล์มมีความเป็นผลึกสูงขึ้น โดยระนาบ (111) มีความเป็นผลึกสูงที่สุด ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์มีค่าในช่วง 30 nm ถึง 36 nm และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางที่เคลือบได้เมื่อศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน 25% การจัดเรียงของผลึกมีเกรนขนาดใหญ่กระจายเต็มพื้นที่ผิวของฟิล์ม เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 50% และ 75% พบว่าเกรนมีขนาดเล็กลงและฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีความหนาในช่วง 1160 nm ถึง 2070 nm และค่าความหยาบผิวเฉลี่ยอยู่ช่วง 18 nm ถึง 37 nm

เอกสารอ้างอิง

- Becerra, G., C. Savall and C. Meunier, 1997. Properties of reactively RF magnetron sputtered chromium nitride coatings. *Surface & Coatings Technology* 96: 323-329.
- Broszeit, F., C. Friedrich and G. Berg, 1999. Deposition, properties and applications of PVD Cr₂N coatings. *Surface and Coatings Technology* 115: 9-16.
- Fornies, E., R. Escobayhk, R. Galindo, O. Sánchez and J.M. Albella, 2006. Growth of CrN films by DC reactive magnetron sputtering at constant N₂/Ar flow. *Surface & Coatings Technology* 200: 6047-6053.
- Kyung Nam, H., J. Min Jung and G. Jeon Han, 2000. A study on the high rate deposition of CrN films with controlled microstructure by magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology* 131: 222-227.
- Liua, C., A. Leylinda, S. Lyonb and A. Malthowa, 1995. Electrochemical impedance spectroscopy of PVD-TiN coatings on mild steel and AISI316 substrates. *Surface and Coatings Technology* 76-77: 615-622.
- Zenghu, H., T. Jiawan, L. Qianxi, Y. Xiaojiang and L. Geyang, 2003. Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered. *Surface and Coatings Technology* 162: 189-193.
- Zhang, Z.G., O. Rapaud, N. Bonasso, D. Mercs, C. Dong and G. Coddet, 2008. Control of microstructures and properties of dc magnetron sputtering deposited chromium nitride films. *Vacuum* 82: 501-509.



มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

ขอรับรองว่าผลงานวิจัย

เรื่อง

ผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอริง

โดย

กรรณิการ์ วรรณทวี นรินทร์ วิฑิตอนันต์ และสุรสิงห์ ไชยคุณ

ได้ผ่านการพิจารณาจากคณะกรรมการผู้ทรงคุณวุฒิ

สาขาวิทยาศาสตร์

และได้นำเสนอในการประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 49

ระหว่างวันที่ 1 - 4 กุมภาพันธ์ 2554

(รองศาสตราจารย์ ดร.พนิต เข้มทอง)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการ

ประธานคณะกรรมการดำเนินงานจัดประชุมทางวิชาการ ครั้งที่ 49

