บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย รวมถึงกรอบแนวคิด ขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ การศึกษาลักษณะเฉพาะและสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยได้แบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ

1. การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เริ่มจากศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง ตัวแปรต่าง ๆ และขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิทยานิพนธ์นี้ใช้การเคลือบด้วยเทคนิครีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สและเวลาในการเคลือบต่อลักษณะเฉพาะและสีของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

2. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ขั้นตอนนี้ ผู้วิจัยนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม ดังนี้

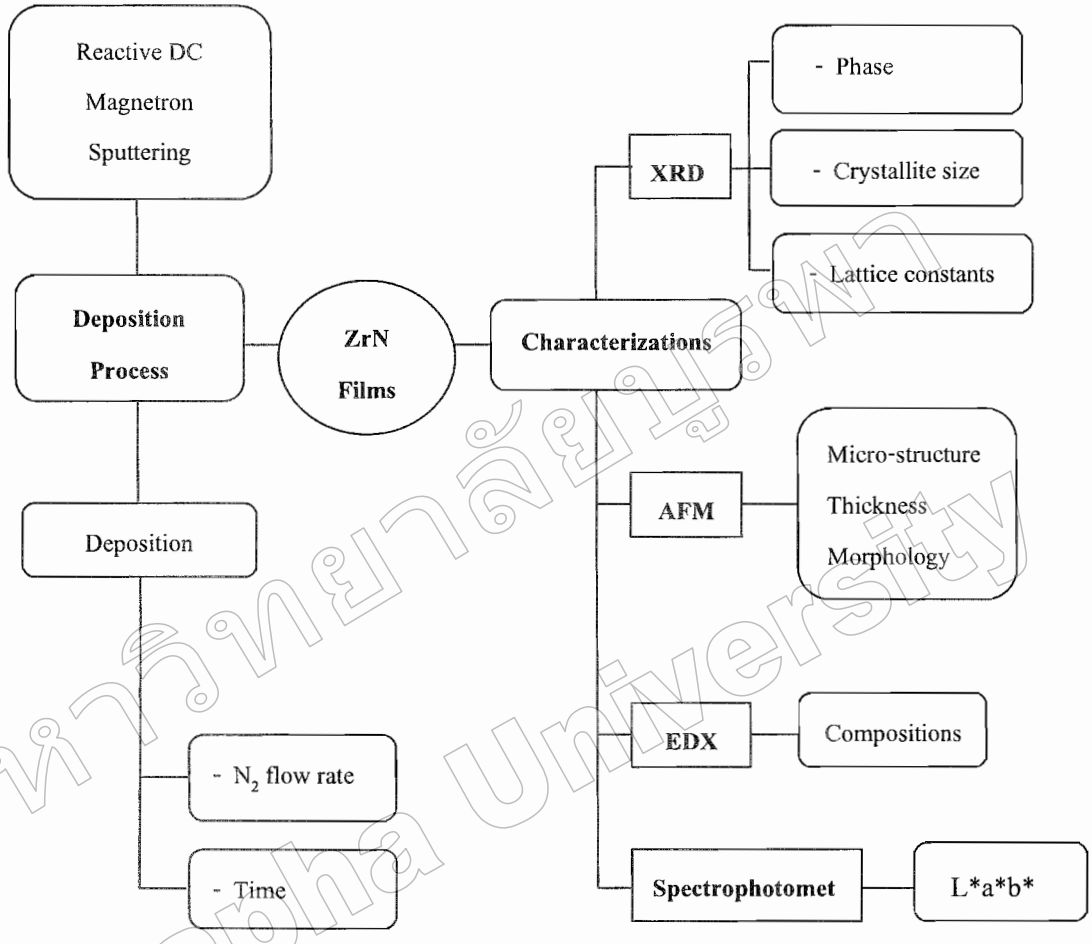
2.1 X-Ray Diffractometer (XRD) เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ของฟิล์ม

2.2 Atomic Force Microscope (AFM) เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิว และความหนาของฟิล์ม

2.3 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) เพื่อศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม

2.4 Spectrophotometer เพื่อศึกษาค่าสีของฟิล์ม ในระบบ CIE L*a*b*

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (2) การศึกษาค่าสีและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าเซอร์โคเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- สเตนเลส
- แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปัตเตอร์
- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995% เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา

2. การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้

2.1 X-Ray Diffractrometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก ใช้เครื่อง X-Ray Diffractrometer ของ XRD Bruker รุ่น D8 โดยใช้ Cu-Kα (λ = 1.54056 Å) ของคณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO1450VP ของศูนย์ปฏิบัติการกล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

2.4 Spectrophotometer สำหรับศึกษาสีของฟิล์ม ใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น Untra Scan XE ของภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractrometer (XRD)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)

ภาพที่ 3-5 เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)

ภาพที่ 3-6 เครื่อง Spectrophometer

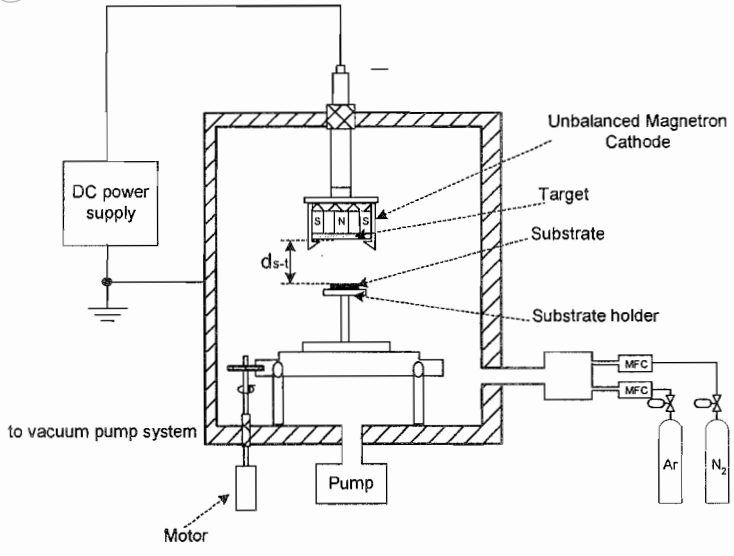
มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคตีฟดีซีสปัตเตอริง

ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในวิทยานิพนธ์นี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบดีซีอันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (ภาพที่ 3-2) ด้วยเทคนิครีแอคตีฟสปัตเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) รายละเอียดดังนี้

1. ส่วนระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสเตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 353.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย การวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานีรุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ประกอบด้วยหัวแมกนีตรอนคาโทด ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 50.0 mm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าเซอร์โคเนียม (99.97%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ใช้แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.995%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-7 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบ

การสร้างสภาวะสุญญากาศ

ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอริง ต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสภาวะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-5} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) การสร้างสภาวะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบกลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-8) โดยในตอนต้นใช้เครื่องสูบกลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ต่อมาใช้เครื่องสูบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจเช็ควาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด

2. เปิดสวิทซ์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิทซ์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน

3. เริ่มสูบอากาศจากเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบกลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้ายเพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารีสูบอากาศออกจากเครื่องสูบกลแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบแบบแพร่ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิทซ์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที

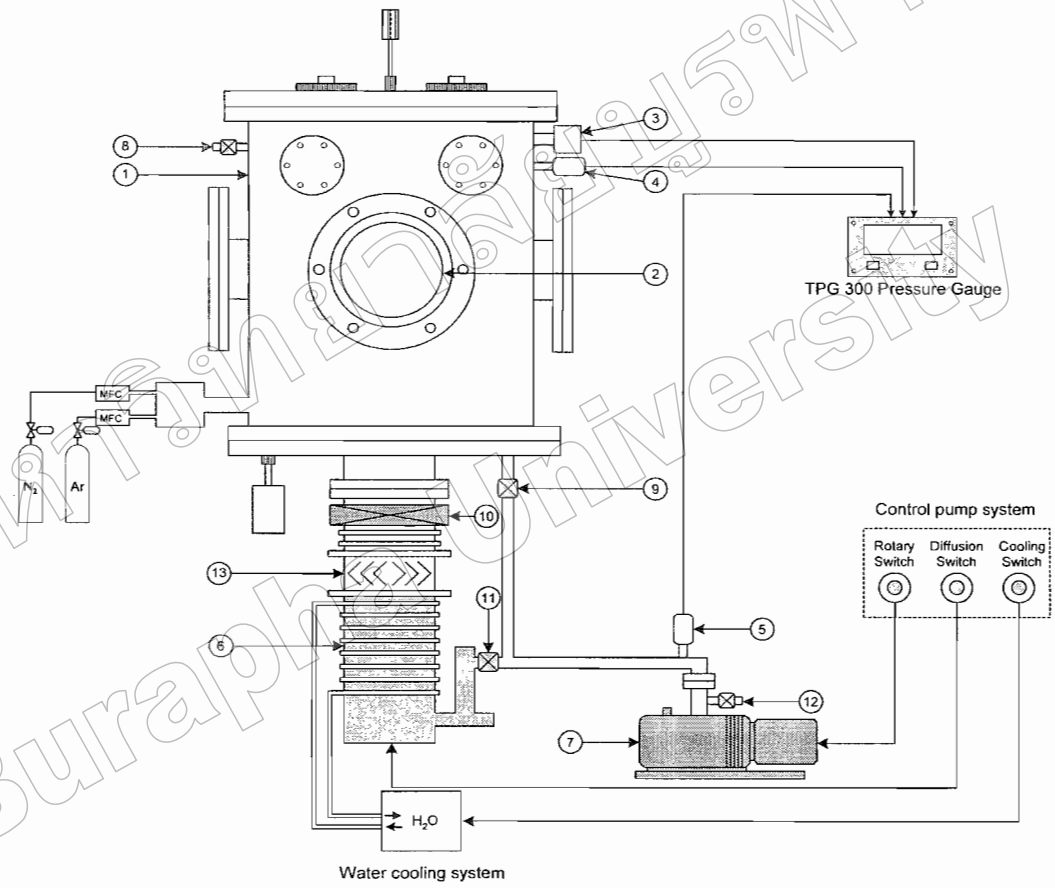
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบกลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารีสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูงเพื่อให้เครื่องสูบแบบแพร่ไอสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5 x 10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์



ภาพที่ 3-8 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอริง

1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber)
2. หน้าต่าง (Window)
3. มาตรวัดความดันเพนนิ่ง (Penning Gauge)
4. มาตรวัดความดันพิรานี (Pirani Gauge)
5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge)
6. เครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump)
7. เครื่องสูบกลโรตารี (Rotary Pump)
8. วาล์วปล่อย (Vent Valve)
9. วาล์วหยาบ (Roughing Valve)
10. วาล์วสุญญากาศสูง (High Vacuum Valve)
11. วาล์วท้าย (Backing Valve)
12. วาล์วปล่อย (Vent Valve)
13. แบฟเฟิล (Baffle)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมันสารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับเริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanal) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมคีบเป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-9

ภาพที่ 3-9 การล้างวัสดุรองรับ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าเซอร์โคเนียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้เพื่อปรับระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และมีอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่เตรียมไว้วางบนแท่นวางวัสดุรองรับ แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

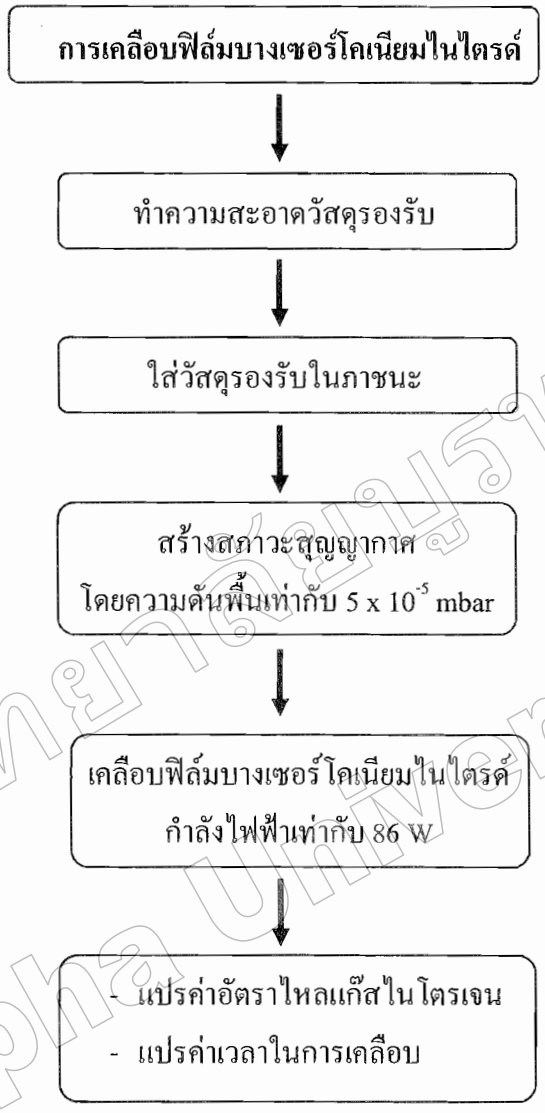
2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_b) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_b ที่อ่านได้

3. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง

4. จ่ายศักย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังคงปิดอยู่) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จะเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_t) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด

5. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-10 การเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ คือศึกษาโครงสร้างผลึก ความหนาและลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบของธาตุทางเคมี และสีของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ รายละเอียดมีดังนี้

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ นำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก Texture coefficient ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยนำฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนนั้น มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractrometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ Cu-k_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 20^o - 80^o สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

1.2 การหา Texture coefficient ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ หาได้จากอัตราส่วนความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของระนาบที่สนใจต่อความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของระนาบทั้งหมด ดังสมการที่ 3-1 (Huang, Ho, & Yu., 2007) ในการคำนวณหา Texture coefficient ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

$$Texture\ coefficient = \frac{I_{hkl}}{\sum_{n} I_{hkl}} \qquad (3\text{-}1)$$

เมื่อ I_{hkl} คือความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ระนาบผลึก ($h\,k\,l$)

$\sum_{n} I_{hkl}$ คือผลรวมของความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ระนาบผลึก ($h\,k\,l$) ทั้งหมด

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

1.3 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มจากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการของ Seherrer ดังสมการที่ 3-2 ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \tag{3-2}$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (CuK_{α} = 1.5406)

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM)

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

1.4 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ หาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการ การหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิค ดังสมการที่ 3-3 ในการคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \tag{3-3}$$

เมื่อ d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ($h\,k\,l$) (d-spacing)

h, k, l เป็นระนาบผลึก

a เป็นค่าคงที่แลตทิซ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. การหาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิคอนไนไตรด์เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1 x 1 μm^2 พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด ซึ่งพิจารณาฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนชิ้นงานได้จากอัตราส่วนของ N : Zr ที่แสดงออกมา

4. การวัดสีของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ วัดด้วยเครื่อง Spectrophometer เพื่อศึกษาสีในระบบ CIE L*a*b* บนฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยอาศัยการวัดปริมาณการสะท้อนแสงเทียบกับมาตราฐานอ้างอิงที่เป็น Reflectance Curve วัตถุที่มีสีแตกต่างกันจะมี Reflectance Curve ต่างกัน วัตถุที่มีสีต่างกันเมื่อสะท้อนแสงของสีนั้นออกมาก็จะมีความยาวคลื่นต่างกันตามชนิดของสี

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนสเตนเลสและแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะ แบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 ผลของอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนสเตนเลสและแผ่นซิลิกอนโดยแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางเซอร์โครเนียมไนไตรด์โดยกำหนดให้แก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 20 sccm และแปรค่าไนโตรเจนเท่ากับ 0.5 sccm, 1.0 sccm, 1.5 sccm, 2.0 sccm, 2.5 sccm, 3.0 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ $6x10^{-3}$ mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-1)

2. วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิส Texture coefficient ความหนา ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบธาตุทางเคมี และสี

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และ แผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5x10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$6x\ 10^{-3}$
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบ (cm)	15
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0
เวลาเคลือบ(min)	60

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การทดลองที่ 2 ผลของเวลาการเคลือบ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของเวลาในการเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนสเตนเลสและแผ่นซิลิกอน โดยแปรค่าเวลาเคลือบเพื่อศึกษาผลของเวลาเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์โดยกำหนดให้แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 20 sccm และ 1.5 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ $6x10^{-3}$ mbar และแปรค่าเวลาเคลือบ ในช่วง 30 นาทีถึง 150 นาที รายละเอียด ดังตารางที่ 3-2

2. วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิส Texture coefficient ความหนา ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบธาตุทางเคมี และสี

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	เซอร์โคเนียม 99.97%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และ แผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5x10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$6x10^{-3}$
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบ (cm)	15
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	1.5
เวลาในการเคลือบ (min)	30, 60, 90, 120, 150

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University