

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

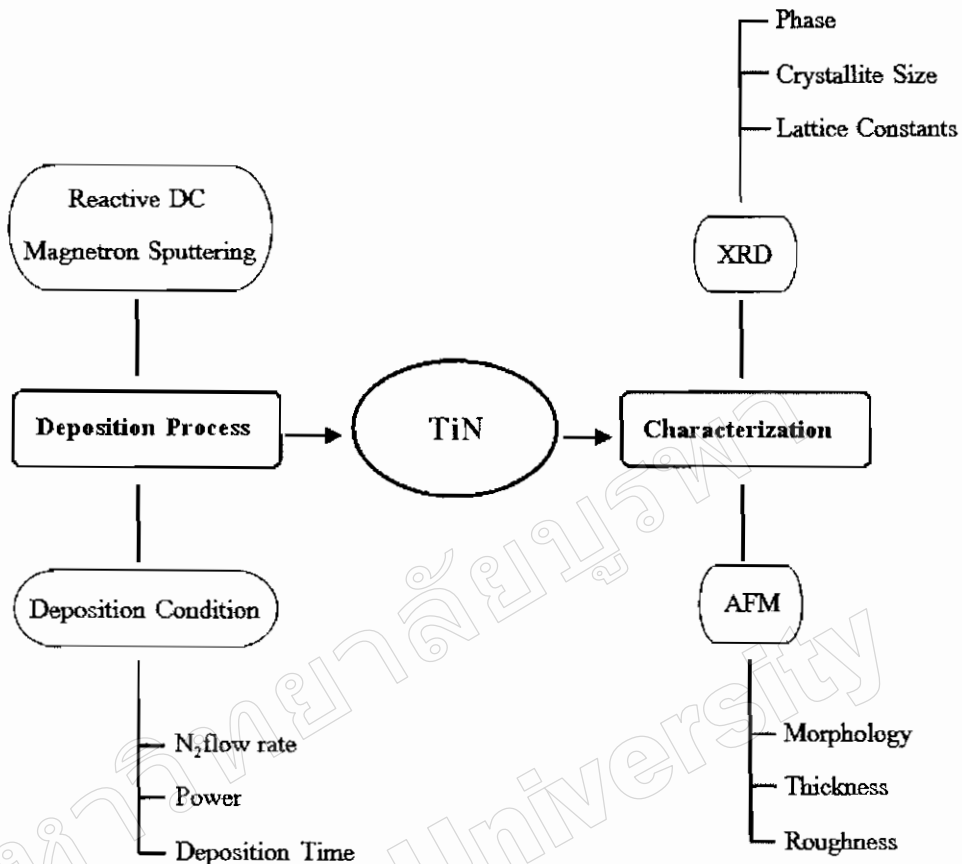
บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ขั้นตอนและวิธีการวิจัย ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ จนถึงการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ และ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์สรุปได้ดังนี้

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์เริ่มจากศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบ ตัวแปรและขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้การเคลือบด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอร์ริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์โดยศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน กำลังไฟฟ้า และเวลาเคลือบต่อโครงสร้างและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ และใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิว



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอกทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) เป็นเป้าไทเทเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- แผ่นสแตนเลส
- แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation) ของภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractometer



(a)

(b)

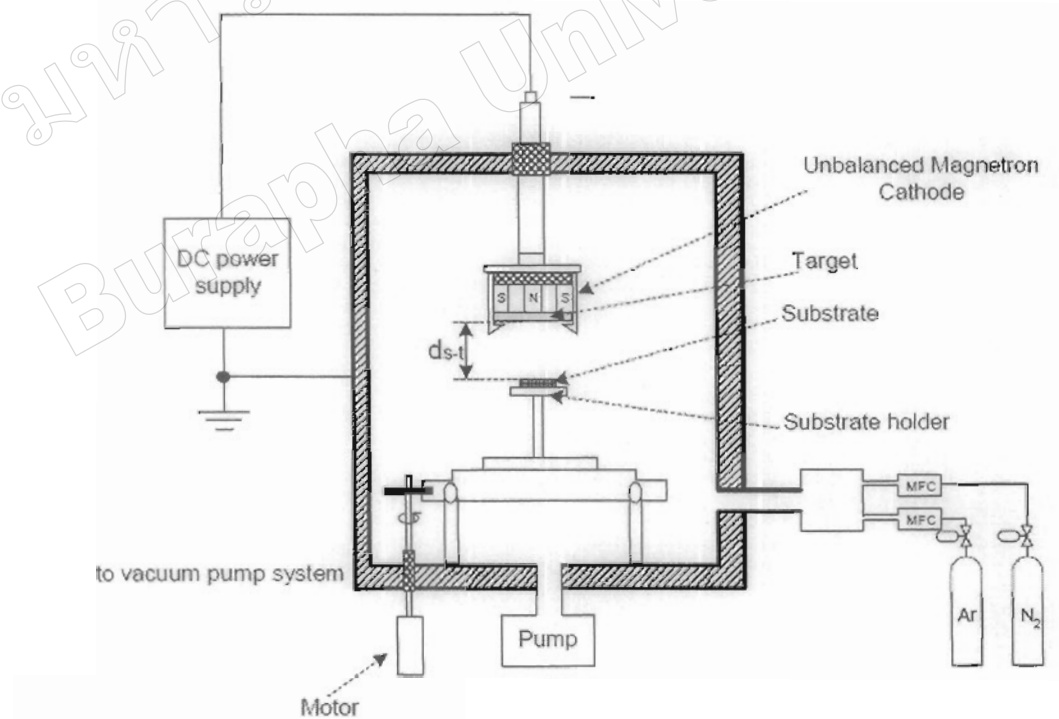
ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope

เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ในงานวิทยานิพนธ์นี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง (ภาพที่ 3-5) ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบรีแอคทีฟ ดีซี

แมกนีตรอน สปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) รายละเอียดดังนี้

1. ส่วนระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจาก สแตนเลสขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 353.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบ แพร้อและเครื่องสูบล้างโรตารีเป็นเครื่องสูบล้าง การวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้ มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรามิดรุ่น TPR010 และหัววัดแบบ เพนนิ่งรุ่น IKR050
2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด 1 หัว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50.0 mm ติดตั้งเป้าไทเทเนียม (99.97%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊ส สปีดเตอริง ใช้แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.995%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยาสำหรับการจ่ายแก๊ส อาร์กอน และแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKStype247D



ภาพที่ 3-5 ไลอะแกรมของเครื่องเคลือบ

การสร้างสถานะสุญญากาศ

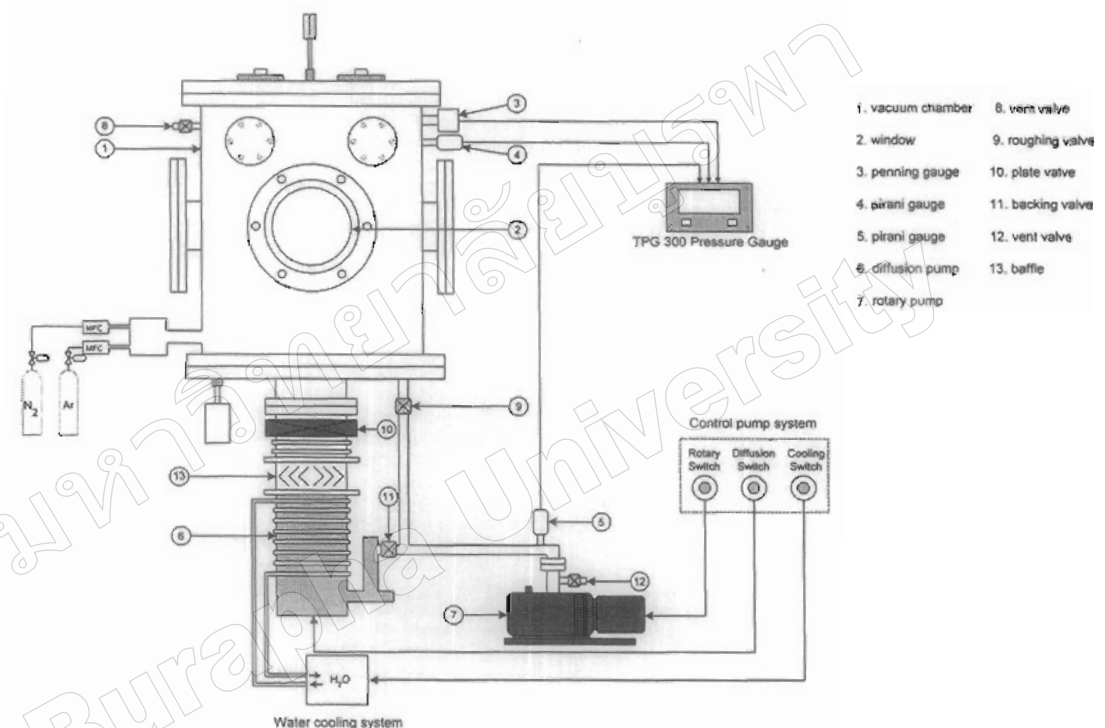
ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอริง ต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสถานะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-5} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ การสร้างสถานะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-6) โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar แล้วใช้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบวาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลักเพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลสุญญากาศเป็นต้นหลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. เริ่มสูบลอากาศจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบลโรตารีโดยเปิดวาล์วท้ายเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากเครื่องสูบลแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร่ไอเมื่ออ่านจากพิราณีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสถานะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศจนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศหลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท
5. สร้างสถานะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อคัมมันต์จนครบ 20 นาที ทำการสร้างสถานะสุญญากาศสูงในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอโดยปิดวาล์วหยาบแล้วเปิดวาล์วท้ายหลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูงเพื่อให้เครื่องสูบแบบแพร่ไอสูบล้างออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความสะอาดในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสถานะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอนจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_0) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์ม



ภาพที่ 3-6 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศของระบบเคลือบสปีดเตอริง

- | | |
|---|---|
| 1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber) | 2. หน้าต่าง (Window) |
| 3. มาตรวัดความดันเพนนิ่ง (Penning Gauge) | 4. มาตรวัดความดันพิรานี (Pirani Gauge) |
| 5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge) | 6. เครื่องสูบล้างแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) |
| 7. เครื่องสูบล้างโรตารี (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) | |

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบน้ำมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมหนีบ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-7



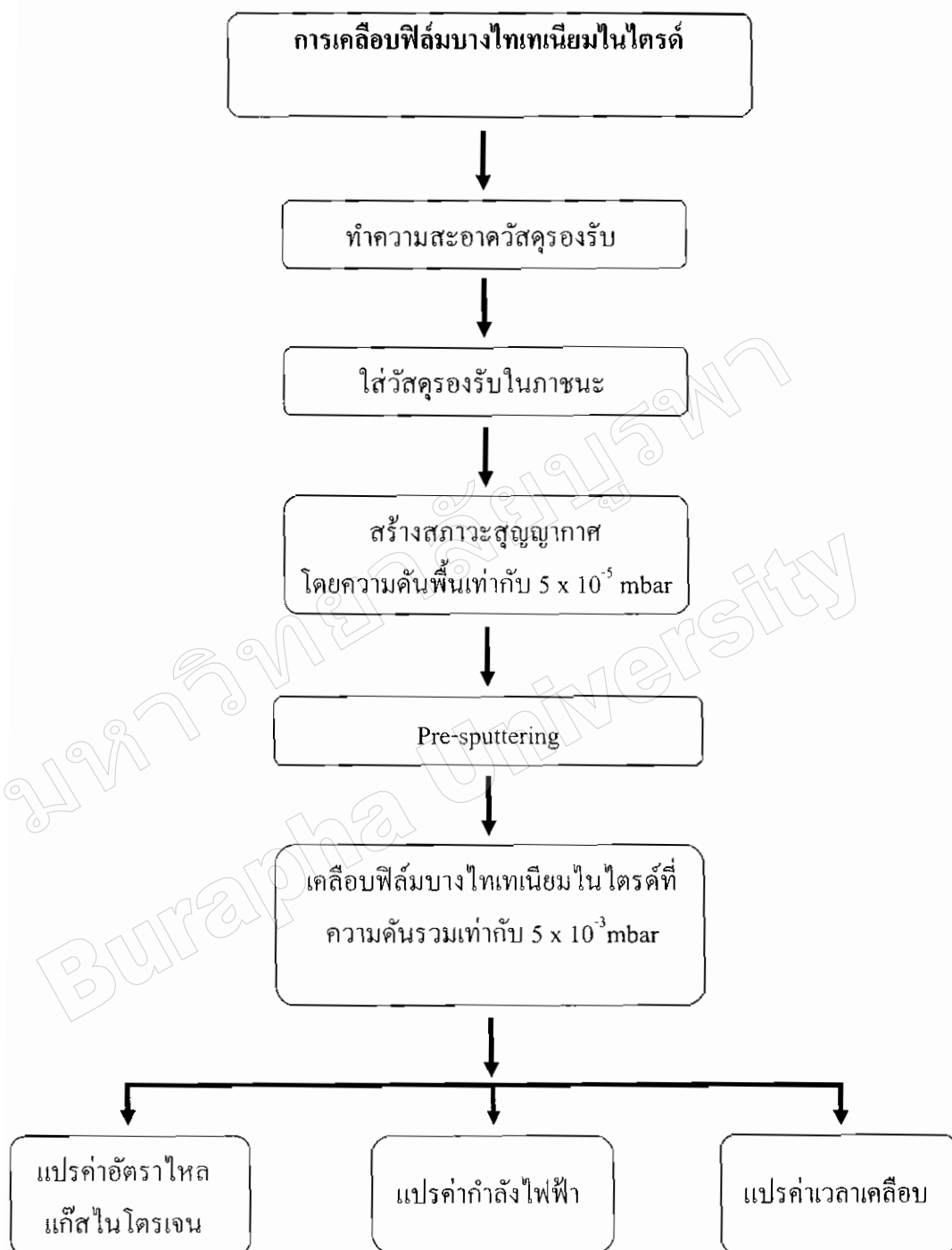
ภาพที่ 3-7 การล้างวัสดุรองรับ

การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สเปดเตอริงมี รายละเอียดสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อสัคย์ไฟฟ้าลบ เข้ากับขั้วคาโทดและต่อสัคย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าไทเทเนียมจะถูกติดตั้ง กับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่ เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสเปดเตอริงของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบส่วน วัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับ ในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่ เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สที่เข้าสู่ภาชนะ สุญญากาศ มีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดชัตเตอร์หน้า เป้าไทเทเนียมแล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_0) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_0 ที่อ่านได้
3. ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยกระบวนการ Pre-Sputtering เป็นเวลา 3 นาที
4. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอน และแก๊สไนโตรเจน เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง
5. จ่ายสัคย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดีสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังคงปิดอยู่) เมื่อความ ต่างสัคย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จะเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้ง บันทึกผลค่าความต่างสัคย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่ม เคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์มตามเวลา (t) ที่กำหนด
6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน และแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก



ภาพที่ 3-8 การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมในไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ คือ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ซึ่งสามารถแสดงรายละเอียดได้ดังนี้

1. โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก Texture coefficient ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ โดยนำฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนนั้น มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของเฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

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

$$\text{Texture coefficient} = \frac{I_{hkl}}{\sum^n I_{hkl}} \quad (3-1)$$

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

$\sum^n I_{hkl}$ คือผลรวมของความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ระนาบผลึก ($h k l$) ทั้งหมด

1.3 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลื่อนได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer จากสมการของ Scherrer ดังสมการที่ 3-2 ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3-2)$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94

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

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM)

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

1.4 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลื่อนได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการ การหา ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก ดังสมการที่ 3-3 ในการคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่ได้หลังการเคลือบ

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

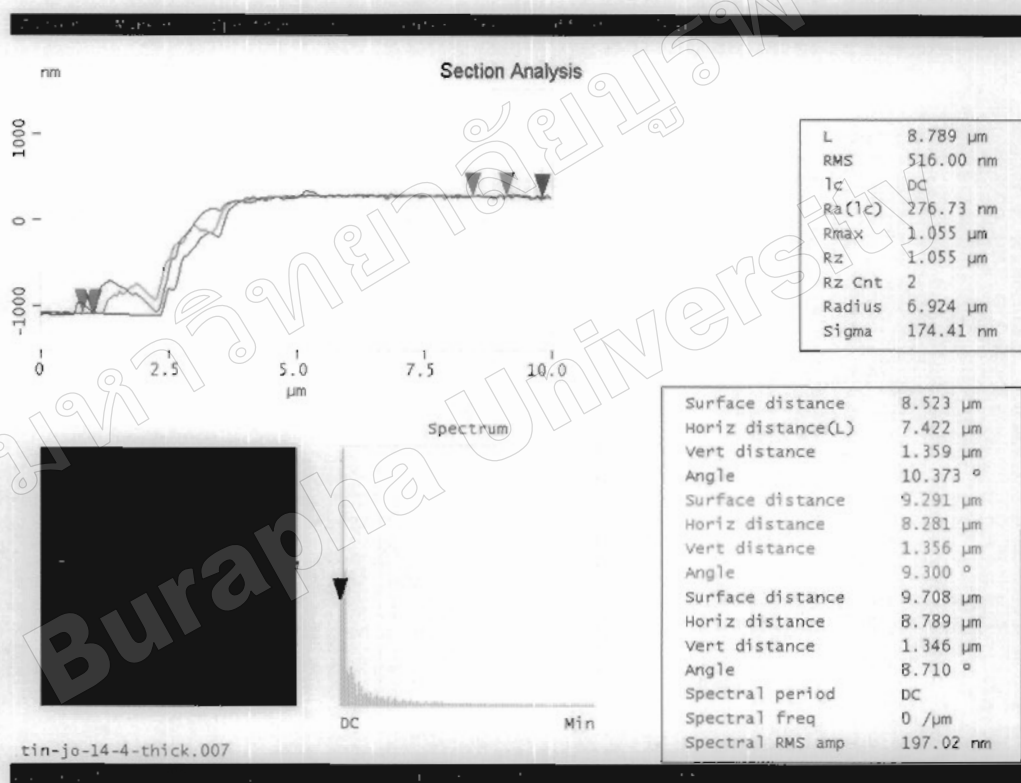
เมื่อ d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ($h k l$) (d -spacing)

h, k, l เป็นระนาบผลึก

a เป็นค่าคงที่แลตทิซ

2. ลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นกรนำฟิล์มบางที่เคลือบได้มาศึกษาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope มีรายละเอียดดังนี้

2.1 การหาความหนาฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไป โดยตัวคานามีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ บริเวณด้านบนจะมีแหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ และมีโฟโตดีเทคเตอร์สำหรับวัดการโค้งงอของคานายื่น แสดงผลดังภาพที่ 3-9

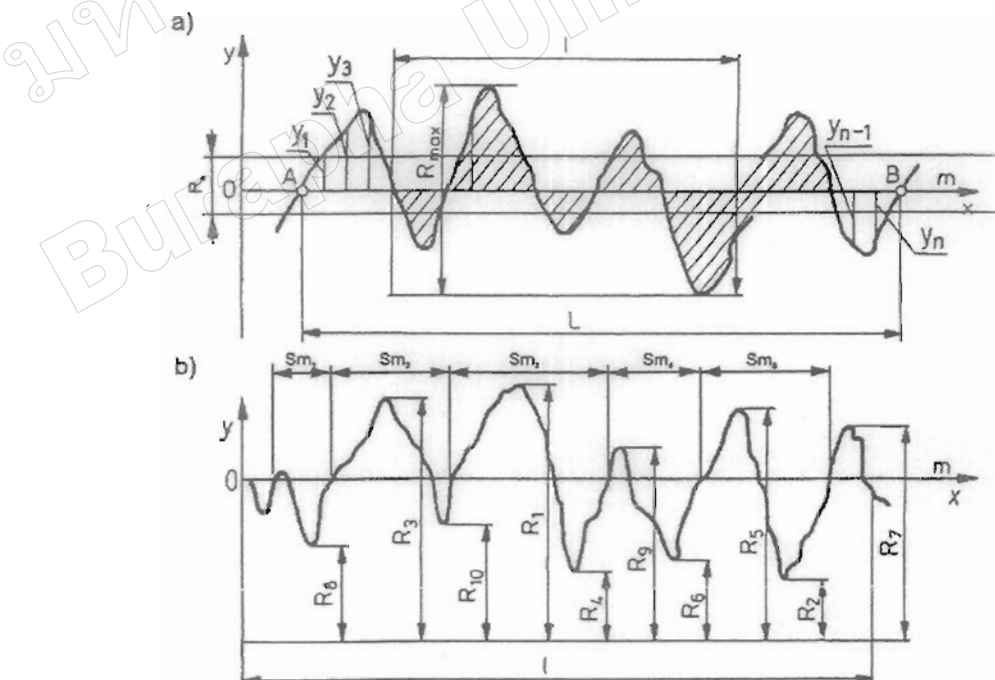


ภาพที่ 3-9 ตัวอย่างผลการตรวจวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค AFM

2.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว โดยใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิกอนไนไตรด์ เคลื่อนที่กราดไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวคานมีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ ปริมาณการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์แสดงผล ดังภาพที่ 3-11 โดยใช้สมการหาค่าความหยาบผิวกำลังสองเฉลี่ย (Root-Mean-Square Roughness, R_{rms}) ดังสมการ

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Z_i - \bar{Z})^2} \quad (3-4)$$

เมื่อ n คือ จำนวนตำแหน่งที่มีค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของบริเวณพื้นที่ผิวที่ทำการวัด
 Z_i คือ ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดของแต่ละตำแหน่งบนพื้นผิว
 $\bar{Z}$ คือ ความสูงเฉลี่ย



ภาพที่ 3-10 ตัวอย่างการหาความหยาบผิวเฉลี่ย (Burakowski, 1998)

แนวทางการทดลอง

ผู้วิจัยได้แบ่งงานวิจัยออกเป็น 3 การทดลอง ซึ่งแต่ละการทดลองมีรายละเอียดดังนี้

การทดลองที่ 1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์บนแผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 15 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1.0 sccm, 1.5 sccm และ 2.0 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-1)
2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	แผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	1.0, 1.5, 2.0
กระแสไฟฟ้า (mA)	800
เวลาเคลือบ (min)	60

การทดลองที่ 2 ผลของกำลังไฟฟ้า

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

- 1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์บนแผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่ากำลังไฟฟ้าในการเคลือบ เพื่อหากำลังไฟฟ้าที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 15sccm : 2.0 sccm และแปรค่ากำลังไฟฟ้าเท่ากับ 130W, 200 W และ 270 W ตามลำดับควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-2)
- 2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์เมื่อใช้กำลังไฟฟ้าต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	แผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2.0
กำลังไฟฟ้า (W)	130, 200, 270
เวลาเคลือบ (min)	60

การทดลองที่ 3 ผลของเวลาเคลือบ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของเวลาเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มที่ได้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์บนแผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่าเวลาเคลือบในการเคลือบ เพื่อหาเวลาเคลือบที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 15sccm : 2.0 sccm และแปรค่าเวลาเคลือบเท่ากับ 30 นาที, 60 นาที และ 90 นาที ตามลำดับควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar (ตารางที่ 3-3)
2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์เมื่อใช้เวลาเคลือบต่างๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	แผ่นสแตนเลส และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2.0
กระแสไฟฟ้า (mA)	800
เวลาเคลือบ (min)	30, 60, 90