



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมฟิล์มบางต้านการกัดกร่อนซึ่งเคลือบด้วยกระบวนการ PVD

Preparation of Anti-Corrosion Thin Films Deposited by PVD Process

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้ เงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ 2556

มหาวิทยาลัยบูรพา

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมฟิล์มบางต้านการกัดกร่อนซึ่งเคลือบด้วยกระบวนการ PVD  
Preparation of Anti-Corrosion Thin Films Deposited by PVD Process

นิรันดร์ วิทอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

**ชื่อโครงการ:** การเตรียมฟิล์มบางด้านการกัดกร่อนซึ่งเคลือบด้วยกระบวนการ PVD  
**นักวิจัย:** ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ หัวหน้าโครงการ  
รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ นักวิจัย  
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

## บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟโคสปีดเตอริง เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบได้แก่ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ กำลังไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบผิว และองค์ประกอบธาตุ ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, FE-SEM และ EDX ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้แปรตามพารามิเตอร์ของการเคลือบ ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) โดยมีไทเทเนียม อะลูมิเนียม และไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบ ทั้งนี้ (1) กรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนพบว่า เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 22.7 nm เป็น 33.4 nm ความหนาฟิล์มลดลงจาก 381 nm เป็น 131 nm ความหยาบผิวมีค่าในช่วง 1.8– 2.7 nm สำหรับ (2) กรณีแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมพบว่า เมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกลดลงจาก 30.4 nm เป็น 33.4 nm ความหนาเพิ่มขึ้นจาก 79 nm เป็น 226 nm ส่วนความหยาบผิว มีค่าในช่วง 1.3 – 2.7 nm ทั้งนี้ฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนเหล็กแสดงสมบัติการต้านการกัดกร่อนได้

**คำสำคัญ:** ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ / รีแอคทีฟโคสปีดเตอริง/ การต้านการกัดกร่อน

**Research Title:** Preparation of Anti-Corrosion Thin Films Deposited by PVD Process

**Researcher:** Asst.Prof.Dr. Nirun Witit-anun

Assoc.Prof.Dr. Surasing Chaikun

Department of Physics, Faculty of Sciences, Burapha University

## Abstract

Titanium aluminium nitride (TiAlN) thin films were deposited by reactive DC co-sputtering method. The effect of deposition parameters, nitrogen gas flow rate and titanium sputtering target power, on the structure of the as-deposited film was investigated. The crystal structure, surface morphology, thickness, roughness and elemental composition were characterized by XRD, AFM, FE-SEM and EDX, respectively. The results show that the structure of the as-deposited film was varied with deposition parameters. The as-deposited films were composed of TiAlN with (111) and (200) planes, which has titanium aluminium and nitrogen as the elemental composition. (1) In case of vary nitrogen gas flow rate, it was found that, the crystal size increased from 22.7 nm to 33.4 nm, the thickness decreased from 381 nm to 131 nm and the roughness was in range of 1.8 – 2.7 nm, with increasing of nitrogen gas flow rate. (2) In case of vary titanium sputtering target power, it was found that, the crystal size decreased from 30.4 nm to 33.4 nm, the film's thickness increased from 79 nm to 226 nm and the roughness were in range of 1.3 – 2.7 nm, with increasing of titanium sputtering target power. In addition the as-deposited TiAlN films on steel show the anti-corrosion property.

**Keywords:** Titanium aluminium nitride / Reactive co-sputtering/ anti-corrosion

## กิตติกรรมประกาศ

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ของโครงการวิจัยเรื่อง “การเตรียมฟิล์มบางด้านการกัดกร่อนซึ่งเคลือบด้วยกระบวนการ PVD” (Preparation of Anti-Corrosion Thin Films Deposited by PVD Process) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับการสนับสนุนการวิจัย งบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) มหาวิทยาลัยบูรพา ประจำปีงบประมาณ 2556 (สัญญาเลขที่ 49/2556 ; รหัสโครงการ 85015)

โครงการวิจัยนี้สำเร็จลงด้วยดีด้วยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ซึ่งคณะผู้วิจัยต้องขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้เป็นอย่างสูงได้แก่ มหาวิทยาลัยบูรพาที่ให้การสนับสนุนงบประมาณของโครงการวิจัยนี้ ทำให้คณะผู้วิจัยได้มีโอกาสเริ่มต้นดำเนินการวิจัยและประสบความสำเร็จในที่สุด คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ บุคลากร และเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดการดำเนินงาน ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี สำหรับคำปรึกษาที่มีคุณค่าแก่คณะผู้วิจัยจนเสร็จสิ้นโครงการ ท้ายที่สุดขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพาที่สนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ii
ABSTRACT	ii
กิตติกรรมประกาศ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญภาพ	vii
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	<b>1</b>
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา	3
<b>บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	<b>4</b>
2.1 ไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (Ti-Al-N)	4
2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง	7
2.3 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง	9
2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง	11
2.5 ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง	13
2.6 การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริง	15
2.7 การกัดกร่อน	16
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	20
<b>บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง</b>	<b>26</b>
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	26
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอคทีฟ ดีซี สปัตเตอร์ริง	27
3.3 การเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์	28
3.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์	29
3.5 การทดสอบการกัดกร่อน	30
3.6 แนวทางการทดลอง	30

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล</b>	<b>34</b>
4.1 การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์: ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	34
4.2 การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์: ผลของกำลังไฟฟ้า	42
4.3 การทดสอบการต้านการกัดกร่อนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์	49
<b>บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ</b>	<b>56</b>
5.1 สรุปผล	56
5.2 ข้อเสนอแนะ	57
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	<b>58</b>
<b>ภาคผนวก</b>	<b>63</b>
ภาคผนวก ก ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์	63
ภาคผนวก ข ประวัตินักวิจัย	72

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3-1	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	31
3-2	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป่าไททานเนียม	32
3-3	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ	33
4-1	ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	33
4-2	ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าสเปคโตรริง	45
4-3	ค่าพารามิเตอร์จากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ	52



# สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2-1	เฟสไดอะแกรมอย่างง่ายของระบบ Ti-Al-N	5
2-2	ยูนิเซลล์ของ (a) Rock-Salt และ (b) โครงสร้างผลึก Hexagonal Wurtzite	5
2-3	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	8
2-4	ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศแบบ ดีซี สปีดเตอริง	9
2-5	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปีดเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	10
2-6	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	11
2-7	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ	12
2-8	การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกัดกร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาอาร์แมกนีตรอน สปีดเตอริง	13
2-9	ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอานาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง	14
2-10	การเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นสารประกอบระหว่างแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าสารเคลือบในบริเวณต่าง ๆ	15
2-11	ไดอะแกรมการวัดกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนและศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนโดยเครื่องโพเทนชิโอสแตท	17
2-12	ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน	18
2-13	ลักษณะและส่วนต่าง ๆ ที่สำคัญของเส้นโพลาริเซชัน	18
3-1	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย	27
3-2	ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย	27
4-1	ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	34
4-2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	35
4-3	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	38
4-4	ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	36
4-5	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	37

## สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่		หน้า
4-6	ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม	42
4-7	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม	43
4-8	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้า	46
4-9	ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้า	47
4-10	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม	48
4-11	ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเมื่อแปรค่าความหนา	49
4-12	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ	50
4-13	โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ	51
4-14	ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ	51
4-15	เส้นโค้งโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่เคลือบฟิล์ม	52
4-16	เส้นโค้งโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบและไม่ได้เคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์	53
4-17	เส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ	55

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ปัญหาอย่างหนึ่งของการใช้เครื่องมือ อุปกรณ์ หรือชิ้นส่วนที่ทำจากโลหะ นอกจากการขูดขีด ขัดสี จนทำให้เครื่องมือ อุปกรณ์ หรือชิ้นส่วนนั้นเกิดความเสียหายหรือเปลี่ยนขนาดและรูปร่างไป คือ ปัญหาการกัดกร่อนเนื่องจากเครื่องมือ อุปกรณ์ หรือชิ้นส่วนที่ทำจากโลหะอาจเกิดออกซิเดชัน ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อกระบวนการผลิต ผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่เป็นไปตามต้องการ รวมถึงเครื่องมือ อุปกรณ์ หรือชิ้นส่วนนั้นๆ มีอายุการใช้งานที่สั้นลง ทำให้ต้องมีค่าใช้จ่ายในการซ่อมแซม/บำรุงรักษาเครื่องมือ อุปกรณ์ หรือชิ้นส่วนนั้น อย่างไรก็ตามปัญหาดังกล่าวนี้สามารถแก้ไขได้โดยการปรับปรุงผิวโดยการเคลือบ

การปรับปรุงผิววัสดุทำได้หลายวิธีแต่แนวทางหนึ่งคือการเคลือบผิวในลักษณะของฟิล์มบาง ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธีทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ แต่การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมีนั้นจำเป็นต้องใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลัก นอกจากนี้ภายหลังจากกระบวนการเคลือบมักจะมีสารละลายเคมีที่เหลือใช้จำนวนมากซึ่งยากต่อการกำจัดอีกทั้งยังก่อให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมด้วย แต่สำหรับการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้วยังให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงกว่ากระบวนการทางเคมีอีกด้วย (สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, สกุล ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ถาวรธิดา, 2540)

การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้นก็มีอยู่ด้วยกันหลายวิธีซึ่งแต่ละวิธีก็มีข้อดีข้อเสียต่างกันไป แต่มีวิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพในการเคลือบสูงคือ การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง กระบวนการนี้จะเกิดขึ้นภายใต้ความดันต่ำประมาณ  $10^{-3}$ - $10^{-1}$  mbar และอาศัยการดิสชาร์จไฟฟ้าของแก๊สทำให้แตกตัวเป็นไอออน จากนั้นไอออนจะถูกเร่งให้วิ่งเข้าชนแผ่นเป้าสารเคลือบ (target) ซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแรงสูง อนุภาคของเป้าสารเคลือบที่ถูกชนด้วยไอออนของแก๊สพลังงานสูงนั้นจะหลุดจากเป้าสารเคลือบและวิ่งออกมาด้วยความเร็วสูงเข้าชนและพอกพูน (deposition) เป็นชั้นของฟิล์มบางเคลือบลงบนวัสดุรองรับ (substrate) ในทุกทิศทาง (Bunshah, 1994) และเนื่องจากพลังงานของอนุภาคสารเคลือบที่หลุดออกมาจากกระบวนการสปัตเตอร์ริงนี้สูงมาก ดังนั้นเมื่อตกกระทบบนวัสดุรองรับก็จะเกิดการฝังตัวลงในเนื้อของวัสดุรองรับทำให้การยึดเกาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ดีมาก ข้อดีสำคัญของการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงคือวัสดุรองรับหรือวัสดุที่ต้องการเคลือบนั้นอาจเป็นโลหะหรือโลหะก็ได้ ขณะเดียวกัน

สารที่ต้องการเคลือบอาจเป็นโลหะหรือโลหะก็ได้เช่นเดียวกัน ปัจจุบันในภาคอุตสาหกรรมนั้นได้มีการนำวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงมาใช้ในกระบวนการผลิตอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุต่างๆ มากมาย โดยฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นอาจเป็นแบบชั้นเดียวหรือแบบหลายชั้น อาจเป็นฟิล์มของสารชนิดเดียว อัลลอยด์ หรือสารประกอบ และอาจมีลักษณะหรือขนาดแตกต่างกันไป ขึ้นอยู่กับลักษณะการใช้งานเป็นสำคัญ

สำหรับฟิล์มบางที่นิยมใช้งานเคลือบผิวเครื่องมือ อุปกรณ์ หรือชิ้นส่วนที่ทำจากโลหะเพื่อป้องกันการกัดกร่อน มักนิยมใช้ในรูปของสารประกอบไนไตรด์ หรือ คาร์ไบน์ เช่น TiN, ZrN, TiC ฯลฯ ฟิล์มบางประเภทนี้เป็นฟิล์มที่เกิดจากสารประกอบของธาตุสองชนิดว่า binary coating แต่อย่างไรก็ดี binary coating นั้นมีข้อจำกัดบางประการตามสมบัติเฉพาะตัวของฟิล์มนั้นๆ ทำให้มีการพัฒนาและวิจัยฟิล์มชนิดใหม่ทดแทน ซึ่งเป็นฟิล์มบางที่ประกอบไปด้วยธาตุสามชนิดขึ้นไปและเรียกว่า ternary nitride เช่น TiAlN, TiZrN และ TiCN ซึ่ง ternary coatings เหล่านี้สามารถแก้ปัญหาและทดแทนความต้องการในงานเฉพาะทางบางอย่างได้ดี อีกทั้งยังมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่ากลุ่ม binary coatings เมื่อใช้งานในประเภทเดียวกัน (Buranawong, Witit-Anun, Chaiyakun, Pokaipisit, & Limsuwan, 2011)

ปัจจุบันโลหะที่นิยมนำมาใช้งานส่วนใหญ่จะเป็นโลหะผสม โดยเฉพาะอย่างยิ่งโลหะผสมของ TiAl เนื่องจากเป็นโลหะผสมที่สามารถคงความแข็งแรงได้ดีในที่มีอุณหภูมิสูง จนกลายมาเป็นโลหะสำคัญในการสร้างยานอวกาศ จากสมบัติดังกล่าวจึงมีการพัฒนาให้อยู่ในรูปฟิล์ม TiAlN ที่มีความสำคัญสำหรับใช้งานด้าน high speed machining เนื่องจากทำงานได้ดีในช่วงอุณหภูมิ 600 – 800 °C ซึ่งเป็นช่วงที่ TiN และ TiCN สูญเสียความสามารถในการทำงาน โดยการใช้งาน TiN เพื่อตัดเจาะนั้น Ti บางส่วนจะเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนในบรรยากาศเกิดเป็น TiO ซึ่งง่ายต่อการแยกตัวหลุดออกไปจากเนื้อฟิล์มตามเวลาและความร้อนที่เกิดขึ้น ทำให้อายุการใช้งานของฟิล์มลดลง จึงมีการผสมอะลูมิเนียม (Al) เข้าไปในระหว่างกระบวนการเตรียมฟิล์มโดยให้อะตอมของ Al เข้าไปแทรกตัวอยู่ในผลึกของ TiN ทำให้ฟิล์มมีความแข็งแรงสูง ด้านทานความร้อนได้ดี ด้านทานการเกิดออกซิเดชันได้ดี และเพิ่มประสิทธิภาพในการทำงานตัดเจาะ โดยทั่วไปแล้วพบว่า TiAlN มีความแข็งประมาณ 2,700 ถึง 3,000 HV มีความทนทานในการทำงานในงานที่มีความร้อนสูง และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานกว่า TiN ทั้งนี้สีของ TiAlN มีตั้งแต่ สีม่วงไปถึงสีดำ ขึ้นอยู่กับปริมาณของ Al ที่ผสมอยู่ในเนื้อฟิล์ม กรณีที่ฟิล์มมีองค์ประกอบของอะลูมิเนียม เกินกว่า 50% อาจเรียกฟิล์มนี้ว่า Aluminium Titanium nitride (AlTiN) (Buranawong, Witit-Anun, Chaiyakun, Pokaipisit, & Limsuwan, 2011)

สำหรับการเตรียมฟิล์มบาง TiAlN สามารถเตรียมได้หลายเทคนิคกระบวนการ แต่กระบวนการหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจอย่างมากจากภาคอุตสาหกรรม การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการ PVD (Physical Vapor Deposition; PVD) ทั้งนี้การเคลือบด้วยกระบวนการ PVD ยังอาจแยกออกเป็นกลุ่มย่อยๆ ได้อีกหลายวิธี แต่วิธีหนึ่งที่มีประสิทธิภาพคือการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (sputtering process) สำหรับงานวิจัยการเคลือบฟิล์มบาง TiAlN ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงปัจจุบันแบ่งเป็น 2 ลักษณะคือ (1) กลุ่มที่ใช้เป้าสารเคลือบแบบโลหะผสมของไททาเนียมและอะลูมิเนียม เรียกว่า “alloy target” คือมีเป้าสารเคลือบ

เพียงชุดเดียวแล้วทำการสเปตเตอริงเลย (2) กลุ่มที่ใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก (Mosaic Target) โดยใช้ อะลูมิเนียมตัดให้มีขนาดต่าง ๆ แล้วอัดฝังในเนื้อของไททาเนียมที่เป็นสารเคลือบหลัก วิธีนี้ใช้เป้าสารเคลือบ ชุดเดียว แปรค่าอัตราส่วนของสารเคลือบได้สะดวก แต่ยุ่งยากในการทำเป้าสารเคลือบที่มีลักษณะเฉพาะ และ (3) กลุ่มที่ใช้เป้าสารเคลือบ 2 ชุดของไททาเนียมแยกจากอะลูมิเนียม แล้วทำการสเปตเตอริงเป้าทั้งสอง ชุดพร้อมกัน เรียกว่า “co-target” ซึ่งมีข้อดี-ข้อเสียต่างกัน กรณีใช้เป้าสารเคลือบที่เป็นโลหะผสมนั้น มีข้อดี คือสามารถกำหนดให้องค์ประกอบของธาตุในฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียม ไนไตรด์ เป็นไปตามที่ ต้องการได้ตามสัดส่วนของไททาเนียมและอะลูมิเนียมที่ผสมอยู่ในเป้าสารเคลือบ แต่เป้าสารเคลือบชนิดนี้มี ราคาค่อนข้างสูง และ ในกรณีที่ต้องการฟิล์มบางที่มีสัดส่วนต่างๆ กัน ต้องใช้เป้าสารเคลือบจำนวนมาก ในขณะที่เป้าสารเคลือบแบบแยกนั้นมีราคาถูกกว่า แต่มีข้อจำกัดคือควบคุมองค์ประกอบของธาตุใน ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้ค่อนข้างลำบากเนื่องจากค่าสเปตเตอริงอิเล็กต์ของไททาเนียมและ อะลูมิเนียมไม่เท่ากัน ทำให้ในการเตรียมฟิล์มให้มีองค์ประกอบของธาตุในฟิล์มให้เหมาะสมยาก แต่สำหรับ การเคลือบแบบใช้เป้า 2 ชุด จะสามารถควบคุมสัดส่วนของธาตุในเนื้อฟิล์มได้ง่ายและสะดวกกว่าอีกทั้ง เป้าสารเคลือบยังมีราคาถูกกว่าด้วย (อารีรัตน์ สมหวังสกุล, 2556)

รายงานการวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษาระดับขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสเปตเตอริง เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ และเพื่อศึกษาผลของความหนาฟิล์มที่เคลือบได้ต่อสมบัติด้านการกัดกร่อน

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อพัฒนาการเคลือบฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟสเปตเตอริง
2. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้
3. เพื่อศึกษาผลของความหนาฟิล์มที่เคลือบได้ต่อสมบัติด้านการกัดกร่อน

## 1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเทคนิคและขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปตเตอริง จากระบบเคลือบแบบสเปตเตอริงร่วม (co-sputtering) บน วัสดุรองรับ (substrate) 2 ชนิดได้แก่ แผ่นซิลิกอนและสแตนเลส โดยตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาได้แก่ กระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบเพื่อให้ได้ฟิล์มตามต้องการ รวมถึงศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ เคลือบได้ ด้วยเทคนิค XRD และ เทคนิค AFM สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนา ของฟิล์มตามลำดับ สุดท้ายเป็นการทดลองเคลือบฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ความหนาต่างๆ แล้วนำไปทดสอบสมบัติด้านการกัดกร่อนของฟิล์มที่เคลือบได้

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

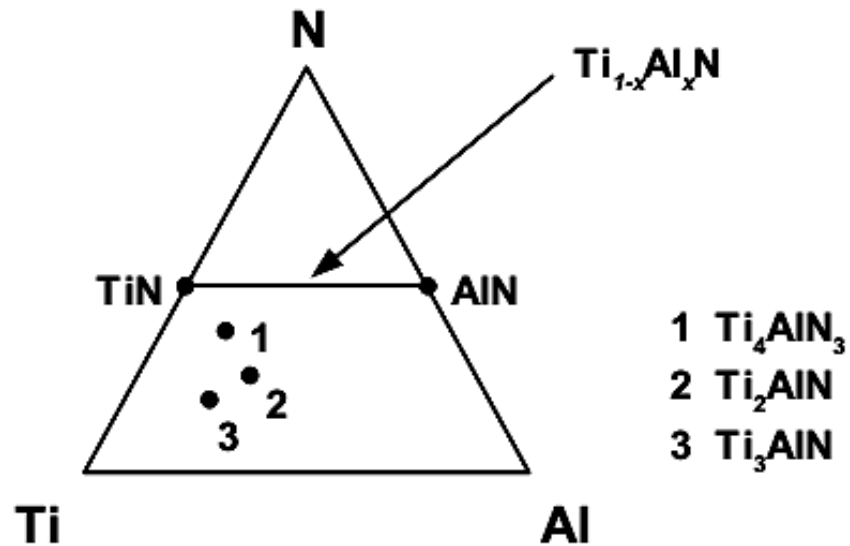
#### 2.1 ไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (Ti-Al-N)

ไททาเนียม-อะลูมิเนียม-ไนโตรเจน เป็นระบบของสารประกอบของธาตุสามชนิด ที่ได้รับการสนใจ เนื่องจากมีสมบัติเด่น คือ สามารถต้านทานการกัดกร่อนที่อุณหภูมิสูง และ นำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี (Barsoum, Brodtkin, & El-Raghy, 1997) ภาพที่ 2-1 แสดงเฟสไดอะแกรมอย่างง่ายของ Ti-Al-N ซึ่งขึ้นกับองค์ประกอบธาตุทางเคมี ช่วงเวลาที่ผ่านมามีการสังเคราะห์สารประกอบชนิดนี้ในเฟสต่าง ๆ คือ เฟส Perovskite ของ  $Ti_3AlN$  และ เฟส MAX ของ  $Ti_2AlN$ ,  $Ti_4AlN_3$  (Schuster & Bauer, 1984; Procopio, El-Raghy, & Barsoum, 2000) โดยเฟสกึ่งเสถียร (Metastable) ของ  $Ti_{1-x}Al_xN$  มักพบในลักษณะของสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ของ TiN และ AlN เมื่อ  $x$  มีค่าในช่วง 0-1

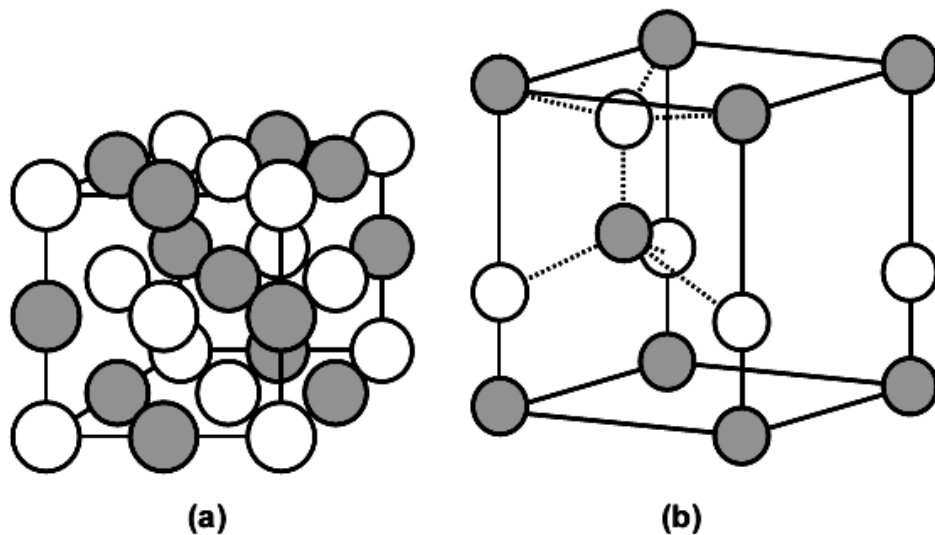
ไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) เป็นเซรามิกสำหรับใช้เป็นชั้นเคลือบแข็งที่ได้รับความสนใจอย่างมาก เมื่อเทียบกับ ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) และ อะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ไททาเนียมพบตั้งแต่ปี 1790 โดยปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ของไททาเนียมออกไซด์ ( $TiO_2$ ) จนกระทั่งปี 1900 มันถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในรูปของอัลลอยด์ ออกไซด์ และ ชั้นเคลือบไนไตรด์ ตั้งแต่ปี 1950 ชั้นเคลือบไททาเนียมไนไตรด์ ได้รับการศึกษาเชิงวิชาการและอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย ช่วงแรกชั้นเคลือบส่วนใหญ่ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิค CVD (Chemical Vapor Deposition) เพราะมีการยึดเกาะที่ดี และด้านการสึกหรอบนวัสดุรองรับคาร์ไบด์ ปัจจุบันสามารถสังเคราะห์ชั้นเคลือบนี้ได้หลายวิธีที่แตกต่างกัน ซึ่งควบคุมสมบัติได้มากขึ้น มีการเพิ่มองค์ประกอบธาตุต่าง ๆ เข้าไปในระบบของชั้นเคลือบ TiN เพื่อเพิ่มสมบัติเฉพาะจากเงื่อนไขการนำไปใช้งาน เช่น TiCN, TiBCN และ TiOCN (Mortensen, 2007; Bhushan, 2001; Bhushan & Gupta, 1991) ไททาเนียมไนไตรด์เป็นตัวเลือกที่มีการเชื่อมต่อทางไฟฟ้าที่ดี เนื่องจากต้านทานการกัดกร่อนได้ดี (Zabinski & Voevodin, 1890) และต้านทานการสึกหรอ นำไฟฟ้าที่ดี นอกจากนี้ไททาเนียมไนไตรด์ยังถูกนำไปใช้เป็นตัวกั้นการแพร่ในอุตสาหกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Armigliato & Valdré, 1987) อีกด้วย

ไททาเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างผลึกแบบ Rock Salt, c-TiN (ภาพที่ 2-2 (a)) มีความหนาแน่นเท่ากับ  $5.44 \text{ mg/cm}^3$  ทั้งนี้ผลการเตรียมและเงื่อนไขต่าง ๆ ไม่พบองค์ประกอบ [Ti]/ [N] ที่เท่ากัน (Bhushan & Gupta, 1991) ทั้งนี้อัตราส่วนของอะตอมไททาเนียมและไนโตรเจน เป็นตัวกำหนดสีของไททาเนียมไนไตรด์ โดยไททาเนียมไนไตรด์ชนิด Stoichiometric มีสีทองเงางามเหมาะสำหรับใช้เคลือบสวยงาม เป็นมีสีเทาเมื่อไนโตรเจนน้อย เมื่อเพิ่มไนโตรเจนสีจะสว่าง เหลือง และ เหลืองทองในที่สุด เมื่อไนโตรเจนในฟิล์มมีค่า

ใกล้เคียงกับไททาเนียม ถ้าไนโตรเจนมีปริมาณมากเป็นแบบ Overstoichiometric สีของฟิล์มจะเป็นเหลืองเข้มและน้ำตาล (Bhushan & Gupta, 1991; Roquiny, Bodart, & Terwagne, 1999; Niyomsoan, Grant, Olson, & Mishra, 2002) ขึ้นกับอัตราส่วนของ [Ti]/ [N] สำหรับความแข็งระดับจุลภาคของไททาเนียมไนไตรด์มีค่าในช่วงร้อยจนมีค่ามากกว่า 2000 kg/ mm<sup>2</sup> ทั้งนี้โดยทั่วไปชั้นเคลือบแข็งไททาเนียมไนไตรด์มีค่าความแข็งอยู่ในช่วง 1500 ถึง 2200 kg/ mm (14 ถึง 20 GPa) (Bhushan & Gupta, 1991)



ภาพที่ 2-1 เฟสไดอะแกรมอย่างง่ายของระบบ Ti-Al-N (Procopio, El-Raghy, & Barsoum, 2000)



ภาพที่ 2-2 ยูนิทเซลล์ของ (a) Rock-Salt และ (b) โครงสร้างผลึก Hexagonal Wurtzite (Birkholz, 2006)

ปัญหาสำคัญของไททาเนียมไนไตรด์คือไม่สามารถทำงานที่อุณหภูมิสูงเกิน 500 °C เนื่องจากออกซิเจนเข้าไปแทนที่ไนโตรเจนบนผิวชั้นนอกสุด ถึงแม้อัตราการแพร่ของออกซิเจนค่อนข้างต่ำ แต่ก็ยังสามารถแพร่ผ่านเข้าไปยังชั้นไนไตรด์และออกไซด์ได้ เพราะขนาดของโมเลกุลที่แตกต่างกันของสารประกอบทั้งสองชนิดจึงทำให้เกิดความเค้นสูงที่บริเวณรอยต่อ ถ้าไททาเนียมไนไตรด์เกิดการออกซิไดซ์มากขึ้น จนถึงจุดวิกฤตเนื่องจากขนาดของโมเลกุลที่แตกต่างกัน จะทำให้ชั้นเคลือบไททาเนียมออกไซด์หลุดออกและเกิดการเสียหาย ส่วนชั้นของไททาเนียมไนไตรด์ยังคงสัมผัสสิ่งแวดล้อมต่อไป และการเกิดออกซิเดชันเป็นไปอย่างต่อเนื่อง จนสุดท้ายไม่มีชั้นการป้องกัน จนทำให้เกิดความเสียหายกับชิ้นงานหรือเครื่องมือ การเกิดออกซิเดชันของไททาเนียมไนไตรด์เป็นปัญหาที่สำคัญ เนื่องจากอุณหภูมิระหว่างการทำงานของเครื่องมือจะเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ชั้นเคลือบจากการออกซิไดซ์ส่วนใหญ่มีความอ่อนตัวน้อยกว่า 200 kg/mm<sup>2</sup> (< 2 GPa) (McIntyre, Greene, Håkansson, Sundgren, & Münz, 1990; Bhushan & Gupta, 1991; Desmaison, Lefort, & Billy, 1979) การแก้ปัญหาการเกิดออกซิเดชันสามารถทำได้ด้วยการเพิ่ม Al เข้าไปในระบบ TiN เพื่อฟอร์มตัวเป็น เฟสกึ่งเสถียร ของ Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N

การเพิ่มอะลูมิเนียมเข้าไปในโครงสร้างของไททาเนียมไนไตรด์ช่วยเพิ่มสมบัติการต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงออกซิเจนจะเข้าไปแทนที่พันธะไนโตรเจนบนพื้นผิวฟิล์มของ Ti และ Al ได้เป็นอย่างดี การออกซิไดซ์อะลูมิเนียมทำให้เกิดชั้นของอะลูมินาที่มีความหนาแน่นบนพื้นผิว ซึ่งช่วยต้านทานไม่ให้ออกซิเจนทะลุผ่าน กล่าวคือมีการแพร่กระจายของออกซิเจนต่ำ จากการแพร่ของไนโตรเจนและออกซิเจนถูกยับยั้งโดยชั้นอะลูมิเนียม เป็นผลให้การเกิดออกซิเดชันของไนไตรด์ใหม่ช้าลง (Knotek & Leyendecker, 1987; McIntyre, Greene, Håkansson, Sundgren, & Münz, 1990) ชั้นเคลือบ Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N มีอัตราการเกิดออกซิเดชันที่ต่ำและความแข็งมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงถึง 700 °C ซึ่งสูงกว่าชั้นเคลือบ TiN นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของชั้นเคลือบ TiAlN ยังเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เมื่อปริมาณอะลูมิเนียมในฟิล์มเพิ่มขึ้น (Münz, 1986)

ด้วยข้อจำกัดของสารละลายของแข็งกึ่งเสถียรของ Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Rock-Salt (c-Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N) (ภาพที่ 2-1) ตำแหน่งของโลหะ (ไอออนบวก) ถูกแทนที่ด้วยอะตอมของ Ti หรือ Al ข้อจำกัดในการทำละลายของ Al ในระบบ TiN ได้มีการนำเสนอไว้จากหลายกลุ่มวิจัย (Ohnuma et al., 2004; Rovere et al., 2010) และพบว่าค่า x มีค่าประมาณ 0.55 ถึง 0.65 at. % ทั้งนี้ Adibi et al. (1991) รายงานการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงนั้น มีผลต่อขีดจำกัดการทำละลาย พลังงานที่เกิดขึ้นระหว่างการเกิดฟิล์มสามารถเพิ่มพลังงานการเคลื่อนไหวเชิงผิว (Surface Mobility) ของฟิล์ม ซึ่งทำให้ได้เฟสกึ่งเสถียรเพิ่มขึ้น เมื่อเกินขีดจำกัดของการละลาย ระบบมีการลดพลังงานโดยการปล่อยพลังงานอิสระ (Free Energy) หรือทำให้เกิดการแยกเฟส หรือแยกเป็น c-TiN + c-Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N (ภาพที่ 2-2) และสุดท้ายเป็น c-TiN และ เฟสเฮกซะโกนอล h-AlN (ส่วนใหญ่มีโครงสร้างผลึกแบบ Wurtzite ของ AlN ดังแสดงในภาพที่ 2-2 (b)) การแยกเฟสเป็นสาเหตุของการเสื่อมสภาพของชั้นเคลือบ เมื่ออุณหภูมิสูง (Ohnuma et al., 2004; Kutschej et al., 2005)



ผลของความแข็งจากการใช้งานมีผลต่อเฟสกึ่งเสถียรของ  $c\text{-Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$  ซึ่งสังเกตได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  ซึ่งสำคัญและเป็นสมบัติที่ต้องการสำหรับชั้นเคลือบแข็งที่ต้องทำงานที่อุณหภูมิสูง การใช้ความร้อนที่ใช้ในการแยกเฟส เรียกว่า Spinodal Decomposition ทำให้เกิด Ti และ Al-Rich Domains (เส้นผ่านศูนย์กลางระดับนาโนเมตร) ในเนื้อของฟิล์ม ถือว่าโดเมนนี้เป็นเฟสของ  $c\text{-Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$  ด้วยค่า  $x$  ต่ำและสูงตามลำดับ และ แลตทิซมีรูปแบบที่สมบูรณ์โดยดูจากเมทริกซ์ ค่าคงที่แลตทิซที่แตกต่างกันระหว่าง TiN ( $a = 4.242$ ) และ AlN ( $a = 4.045$ ) ในโครงสร้างแบบ Rock-Salt Cubic ทำให้เกิดความเครียดในแลตทิซซึ่งขัดขวางการเคลื่อนย้ายของอะตอม นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมียังทำให้การแยกจากกันของ TiN และ AlN เพิ่มขึ้น เฟสเฮกซะโกนอลของ h-AlN เริ่มก่อตัวและโตจากส่วนที่มี Al มาก (c-AlN) จนกระทั่งเฟสกึ่งเสถียรเปลี่ยนเป็นเฟส c-TiN และ เฟส h-AlN ค่าความแข็งและการต้านทานการสึกหรอในช่วงนี้จะลดลงอย่างมาก ทำให้ชั้นเคลือบเสียหาย (Mayrhofer et al., 2003; Porter & Easterling, 1992)

## 2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

เมื่อผิวหน้าของวัสดุถูกระดมยิงด้วยอนุภาคพลังงานสูงจะมีอนุภาคที่ผิวหน้าของวัสดุนั้นหลุดมาเนื่องจากการชนของอนุภาคพลังงานสูง เรียกปรากฏการณ์นี้เรียกว่า สปัตเตอริง (Sputter) หรือสปัตเตอริง (Sputtering) สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-3) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อรังสีชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

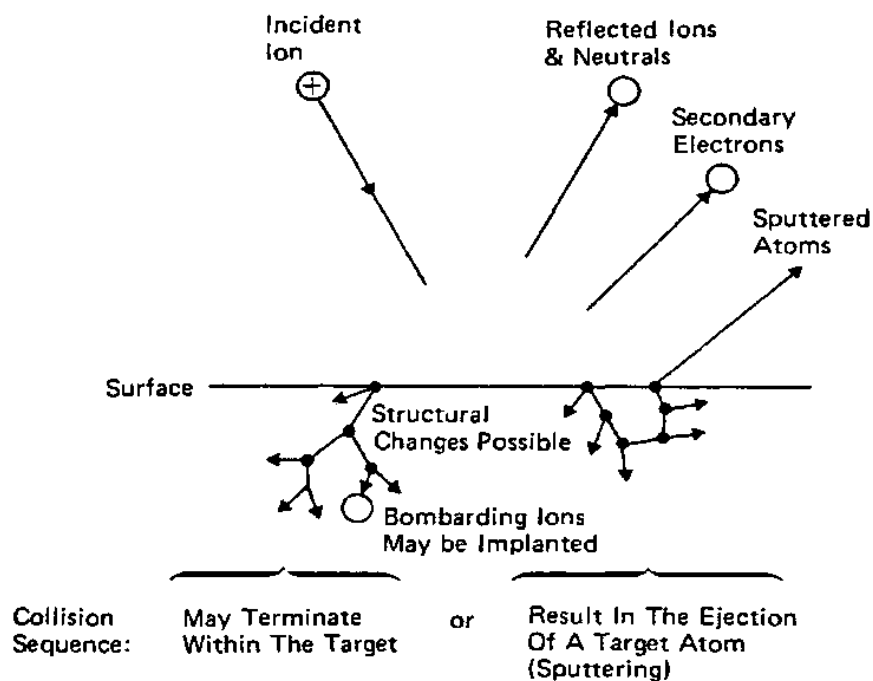
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

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) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้อา Alterd Surface Layer

1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

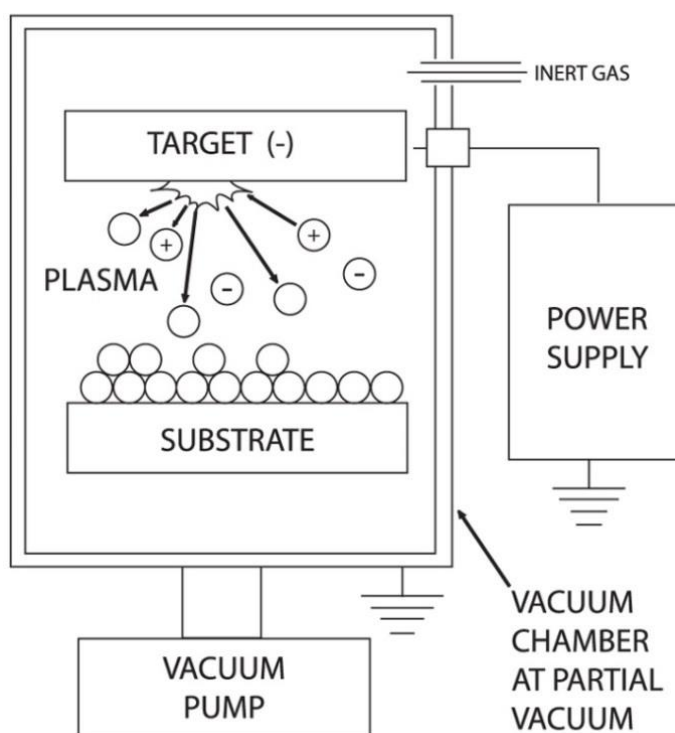
2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

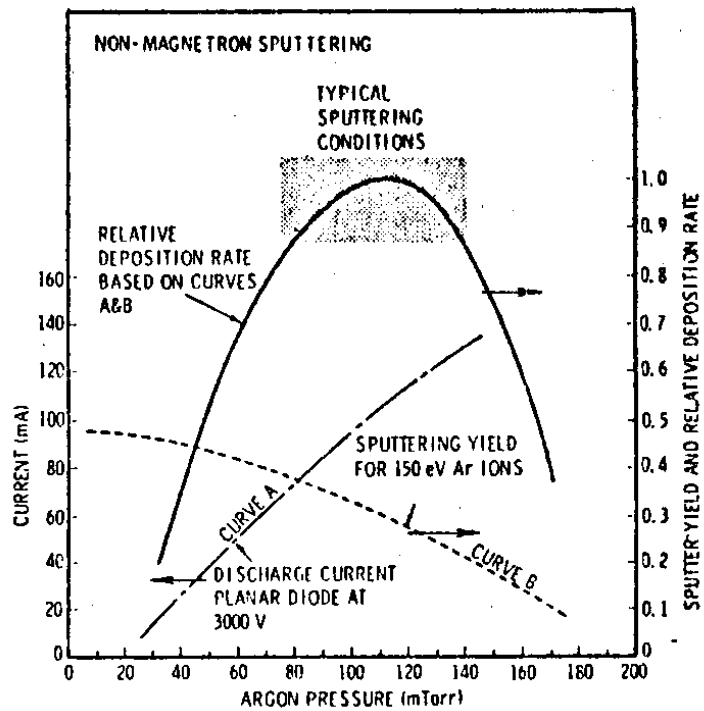
2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากป็นไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากป็นไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

## 2.3 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง อย่างง่ายที่สุด แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-4 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสธา รัตน์นะ, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกล์ว ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโกล์วดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกล์วดิสชาร์จ กระบวนการไอออนในเซชั่นจะรักษาสภาพโกล์วดิสชาร์จไว้ตราบที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปีดเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปีดเตอริงอีก



ภาพที่ 2-4 ลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบ ดีซี สปีดเตอริง



ภาพที่ 2-5 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

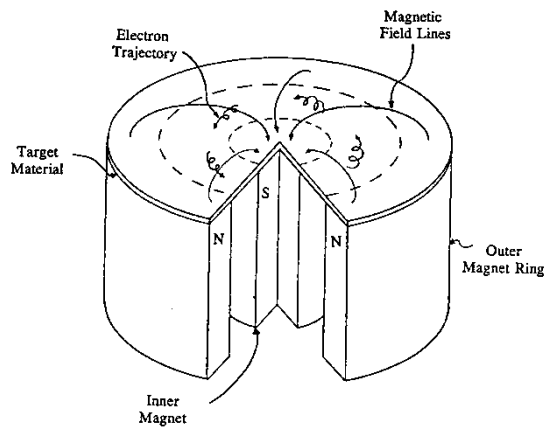
ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะดาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาณสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงในภาพที่ 2-5 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของyield จากการสปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-5 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างyield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่า การสปัตเตอร์นิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า  $2.6 \times 10^{-4}$  mbar และที่ความดันสูงกว่า  $1.6 \times 10^{-5}$  mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้นี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอร์ริงคือบริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ  $1.0 \times 10^{-5}$  mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1.0 \text{ mA/cm}^2$  ด้วยอัตราเคลือบ  $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$  ซึ่งค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสภา รัตนะ, 2547)

## 2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

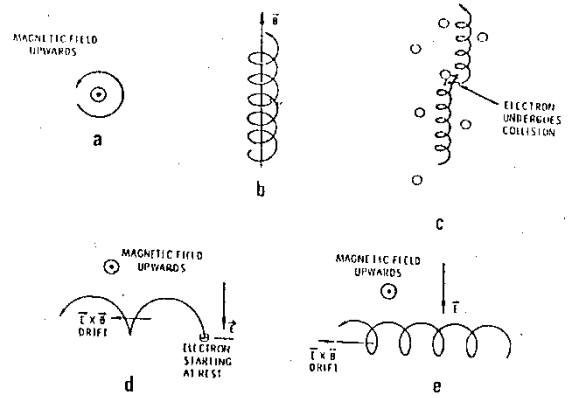
อัตราการเกิดสปีดเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างอีลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปีดเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มอีลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1 \text{ mA/cm}^2$  และความดันประมาณ  $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออนไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547) ต่อมามีการพัฒนาระบบใหม่คือ ระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยเพิ่มแม่เหล็ก โดยให้สนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-6) ทำให้การไอออนไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปีดเตอริงสูงขึ้นด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995)

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (ภาพที่ 2-7 (a)) ถ้าพลังงานเฉื่อยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า  $10 \text{ eV}$  และสนามแม่เหล็ก มีค่าความเข้ม  $100 \text{ gauss}$  รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ  $0.1 \text{ cm}$  ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ  $2.8 \times 10^8 \text{ Hz}$  ภาพที่ 2-7 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็ก อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส ภาพที่ 2-7 (c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าเรียกว่าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (Drift motion)

กรณีสนามไฟฟ้าบริเวณคาร์คสเปซมีค่าประมาณ  $1,000 \text{ V/cm}$  และสนามแม่เหล็กมีค่าประมาณ  $100 \text{ gauss}$  จะให้ค่าความเร็วลอยเลื่อน (Drift Velocity) เท่ากับ  $107 \text{ m/s}$  ซึ่งเป็นค่าที่ค่อนข้างสูงกรณีพลังงานเริ่มต้นของอิเล็กตรอนมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเป็นรูป Cycloid ดังภาพที่ 2-7 (d) ถ้าอิเล็กตรอนมีพลังงานเริ่มต้นสูงกว่าพลังงานที่ได้รับจากสนามไฟฟ้า การเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน จะอยู่ในแนววงกลมซ้อนกันดังแสดงในภาพที่ 2-7 (e) พฤติกรรมที่ปรากฏต่ออิเล็กตรอนนี้จะเด่นชัดมาก ถึงแม้จะใช้สนามแม่เหล็กมีค่าน้อย ๆ ระหว่าง  $50 - 500 \text{ gauss}$  แต่มีผลในการเบี่ยงเบนแนวทางเดินของไอออน (ซึ่งมีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก) อย่างไม่เด่นชัด

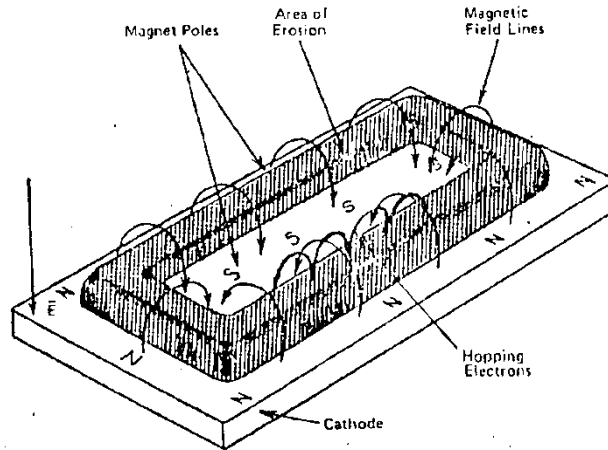


รูปที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Bunshah, 1994)



รูปที่ 2-7 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ (Bunshah, 1994)

ระบบสปัตเตอริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามยาว (Longitudinal Field) ทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์สซาร์จเปลี่ยนไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวาง (Transverse Field) กระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้หลังจากที่ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมา อิเล็กตรอนชุดที่สองจะเคลื่อนที่ตามภาพที่ 2-7 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้คาโทดและเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนตามแนวผิวหน้าของคาโทด (ภาพที่ 2-8) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนชุดที่สองมากขึ้น เป็นผลให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงและเกิดโกลด์สซาร์จ ทำให้เกิดสปัตเตอริงจากไอออนบวกสูงที่ผิวคาโทด ซึ่งสั้นกว่าระยะปลดการชน ใน ดีซี สปัตเตอริงที่ความดันสูง แรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซใน ดีซี สปัตเตอริง ขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดของระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง ลดลงทั่วไปมีค่าประมาณ 300 - 800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนีตรอนทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอนสปัตเตอริงทรงกระบอก (Cylindrical Magnetron Sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบดีซี สปัตเตอริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า พลาสมาแมกนีตรอนสปัตเตอริง (Planar Magnetron Sputtering)

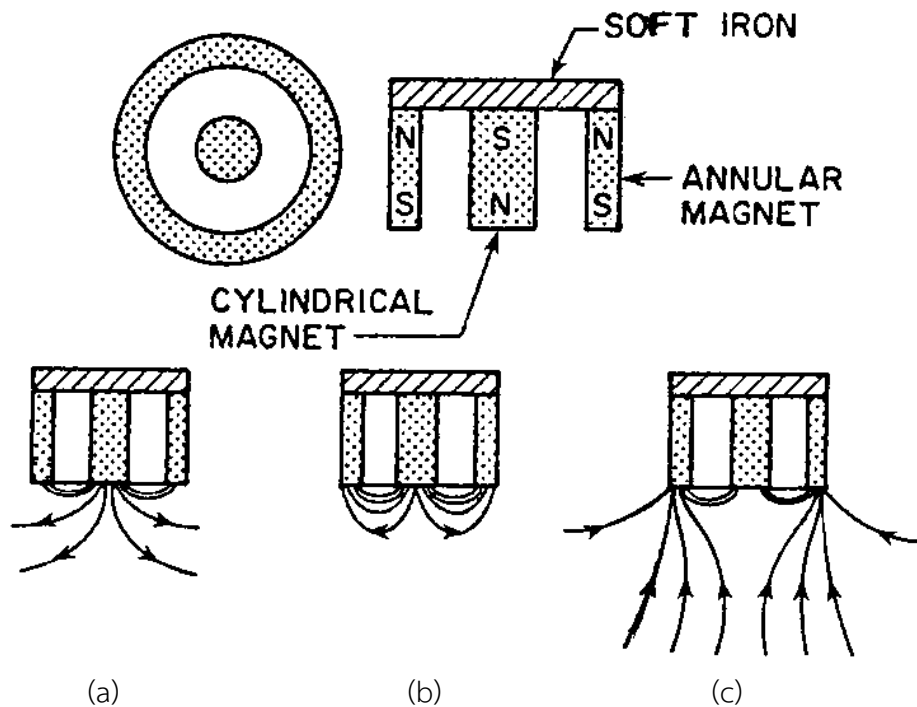


ภาพที่ 2-8 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักร้อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแม่กนีตรอน สปีดเตอริง (Chapman, 1980)

## 2.5 ระบบเคลือบแบบ อัมบาลานซ์ 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) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอัมบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (Unbalanced Magnetron Sputtering) (Rohde & Munz, 1991; Sproul, 1992)



ภาพที่ 2-9 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง  
(Rickerby & Matthews, 1991)

ระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่า การติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทดของระบบสปีดเตอริงปกติ นั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าอีกด้านหนึ่งแล้ว สนามแม่เหล็กที่คาโทดจะมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับนั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรง การจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือ ความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-9 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-9 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-9 (b))

ถ้าจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-9 (a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วนไอออน/ อะตอมสารเคลือบประมาณ 0.25 : 1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-9 (c) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราส่วนไอออน/ อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้นคือประมาณ 2 : 1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบแอสต่ำ) ปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่นำแนวคิดนี้ไปประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย ซึ่งมีทั้งที่ใช้แม่เหล็กแบบถาวรและแม่เหล็กไฟฟ้า จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ที่ระบบเคลือบใช้อับบาลานซ์พลาสมาแมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบไททาเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับประมาณ 200.0 mm โดยใช้ความต่างศักย์ไบแอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าสามารถทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสสูงถึง  $6.0 \text{ mA/cm}^2$  ซึ่งสูงมากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม (Munz, 1991)



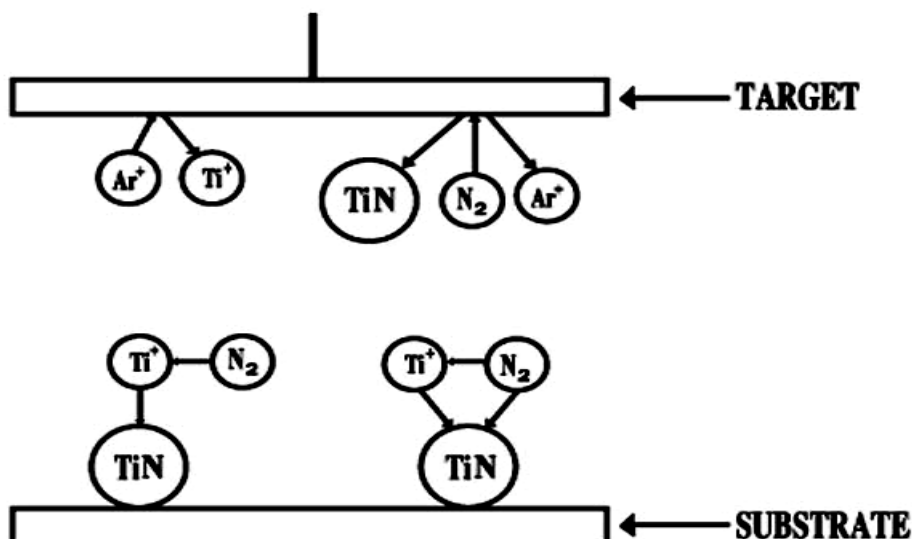
## 2.6 การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอริง

การเคลือบฟิล์มของสารประกอบแนวทางหนึ่งทำได้โดยการป้อนแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas) เข้าสู่ระบบ เพื่อให้ทำปฏิกิริยากับอะตอมสารเคลือบแล้วเกิดเป็นสารประกอบของฟิล์มที่ต้องการเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น การเตรียมสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) ซึ่ง มติ ห่อประชุม (2548) ได้อธิบายว่า แก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ ) อาจรวมตัวกับอะตอมไททาเนียม (Ti) แล้วเกิดเป็นสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) ได้เป็น 3 ลักษณะ (ภาพที่ 2-10) ดังนี้

1. แก๊สไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับอะตอมไททาเนียมที่ผิวหน้าเป้าของสารเคลือบเป็นสารประกอบไททาเนียมไนไตรด์แล้วถูกสปัตเตอร์หลุดออกเคลือบบนวัสดุรองรับ ปฏิกิริยาส่วนี้เกิดขึ้นเมื่อความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยามีค่าสูง

2. แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับอะตอมไททาเนียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาจากเป้าสารเคลือบ ระหว่างทางสู่วัสดุรองรับแล้วเคลือบบนวัสดุรองรับ กระบวนการนี้ในทางทฤษฎีถือว่าเกิดขึ้นน้อยมากเนื่องจากภาวะของการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมตามกฎอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัม

3. แก๊สไนโตรเจนรวมตัวกับไททาเนียมบนผิววัสดุรองรับ การทำรีแอคทีฟสปัตเตอริง โดยทั่วไป ความดันแก๊สไวปฏิกิริยาที่เหมาะสมต่อการเกิดสารประกอบที่ต้องการมีค่าต่ำกว่าช่วงที่เกิดการโกลว์ดิสชาร์จ จึงนิยมใช้แก๊สไวปฏิกิริยากับแก๊สเฉื่อยเพื่อรักษาภาวะโกลว์ดิสชาร์จ ขณะเดียวกันช่วยให้อัตราเคลือบสูงขึ้น สิ่งที่ต้องระวังคือความดันย่อยของแก๊สไวปฏิกิริยาต้องมีค่าพอเหมาะกับการเกิดฟิล์มสารประกอบที่ต้องการ



ภาพที่ 2-10 การเกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นสารประกอบระหว่างแก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าสารเคลือบในบริเวณต่าง ๆ (มติ ห่อประชุม, 2548)

## 2.7 การกัดกร่อน

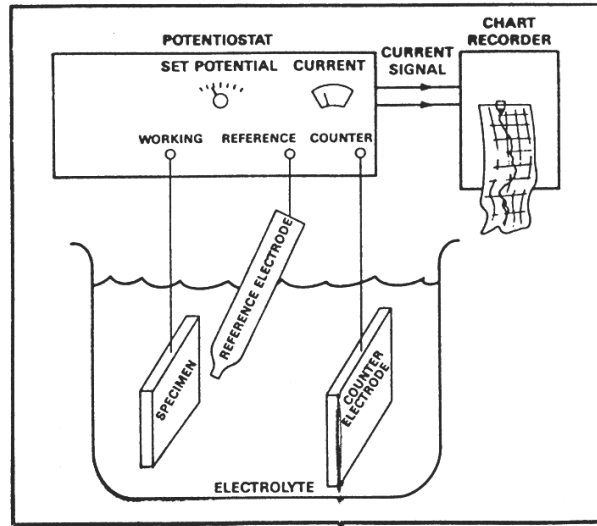
การกัดกร่อน (Corrosion) คือ การสูญเสียเนื้อโลหะเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับสภาพแวดล้อมที่โลหะนั้นสัมผัส ซึ่งอาจเป็นปฏิกิริยาทางเคมีหรือปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมี ตัวอย่างการกัดกร่อนของโลหะที่อาจพบได้โดยทั่วไป เช่น เหล็กเป็นสนิม (สนิมเหล็กเป็นออกไซด์ของเหล็ก) ซึ่งเกิดเมื่ออะตอมของโลหะถูกออกซิไดส์แล้วรวมตัวกับออกซิเจนในอากาศเกิดเป็นออกไซด์ของโลหะนั้น เช่น สนิมเหล็ก( $Fe_2O_3$ ) สนิมทองแดง (CuO) หรือสนิมอลูมิเนียม ( $Al_2O_3$ ) ทั้งนี้การกัดกร่อนของโลหะอาจเกิดได้เมื่อมีองค์ประกอบของเซลล์การกัดกร่อนครบ ได้แก่ แอโนด (anode) แคโทด (cathode) อิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) และตัวกลางถ่ายโอนอิเล็กตรอน (electron transfer) ซึ่งทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าระหว่างขั้วแอโนดและแคโทด การกัดกร่อนของโลหะอาจแบ่งได้เป็น 2 แบบคือ

1. แบบสม่ำเสมอ (Uniform) การกัดกร่อนลักษณะนี้จะเกิดขึ้นกระจายเต็มพื้นที่ผิวชิ้นงาน โดยเนื้อของโลหะจะค่อยๆ บางลงจนใช้งานไม่ได้ การกัดกร่อนแบบนี้อาจเกิดได้ในโลหะสองชนิดที่สัมผัสกัน โดยโลหะที่เป็นแอโนดจะถูกกัดกร่อนไป อัตราการกัดกร่อนจะขึ้นกับปริมาณกระแสที่ไหลและพื้นที่แอโนด ถ้าพื้นที่เล็ก ความหนาแน่นกระแสจะมาก การกัดกร่อนก็เกิดได้รวดเร็ว

2. แบบรูเข็ม (Pitting) การกัดกร่อนลักษณะนี้จะเกิดเป็นรูลึกเข้าไปในเนื้อโลหะ ยากต่อการสังเกตด้วยตาเปล่า การกัดกร่อนลักษณะนี้อาจเกิดได้จากหลายสาเหตุ เช่น เกิดจากการกระจายตัวของออกซิเจนที่ไม่สม่ำเสมอเช่นในบริเวณที่น้ำนิ่ง โลหะที่อยู่ในบริเวณที่มีออกซิเจนละลายอยู่น้อย จะเกิดเป็นแอโนดขึ้น ในขณะที่โลหะที่อยู่ในบริเวณที่มี ออกซิเจนละลายอยู่มากเป็นแคโทด โลหะที่เป็นแอโนดจะถูกกัดเป็นรูลึกเข้าไปในเนื้อ

ทั้งนี้การพิจารณาความสามารถในการกัดกร่อน สามารถพิจารณาจากการวัดศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน และอัตราการกัดกร่อน โดยที่ โดยศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion Potential,  $E_{corr}$ ) คือ ศักย์ไฟฟ้าที่อัตราส่วนของปฏิกิริยาแอโนดิกทั้งหมดเท่ากับอัตราส่วนของปฏิกิริยาแคโทดิก ส่วนความหนาแน่นกระแสที่ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเรียกว่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (Corrosion Current Density,  $I_{corr}$ ) ซึ่งถือเป็นตัวบ่งชี้อัตราการกัดกร่อนการวัดศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าขณะเกิดการกัดกร่อน สามารถทำได้ด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท (Potentiostat) โดยไดอะแกรมของเครื่องโพเทนชิโอสแตท แสดงได้ดังภาพที่ 2-11 ทั้งนี้อิเล็กโทรดของเครื่องโพเทนชิโอสแตทที่ใช้มี 3 ชนิดคือ

- อิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) คือ Ag/AgCl
- อิเล็กโทรดกระแส (Counter electrode) คือ แพลททินัม (Pt) หรือ คาร์บอน (C)
- อิเล็กโทรดตัวอย่าง (Specimen) คือ ชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ



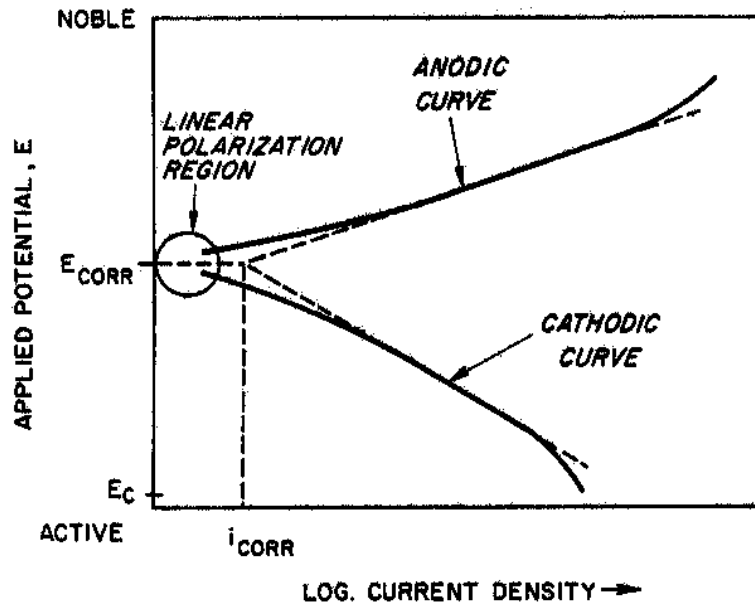
ภาพที่ 2-11 ไดอะแกรมการวัดกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนและศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน โดยเครื่องโพเทนชิโอสแตต (ภาณพงศ์ กอปรศรีสวัสดิ์, 2544)

ทั้งนี้ค่าศักย์ไฟฟ้าได้จากการวัดเทียบค่าศักย์ไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดอ้างอิงกับอิเล็กโทรดตัวอย่าง ค่ากระแสไฟฟ้าจะวัดจากการวัดเทียบระหว่างอิเล็กโทรดกระแส กับอิเล็กโทรดตัวอย่าง จากค่าศักย์ไฟฟ้าและค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ เมื่อนำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทั้งสองจะได้กราฟที่เรียกว่า กราฟเส้นโพลาริเซชัน (Polarization curve)

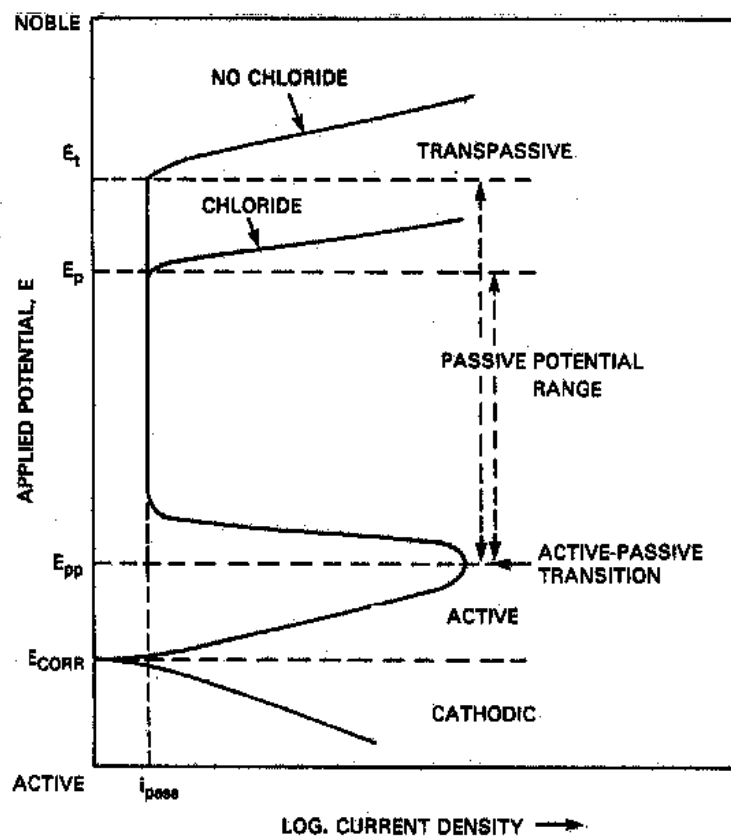
จากภาพที่ 2-12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าของปฏิกิริยาแอโนดิกและปฏิกิริยาแคโทดิกบนพื้นผิวของโลหะที่กำลังเกิดการกัดกร่อน เมื่อมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านขั้วไฟฟ้าที่ผิว ความต่างศักย์ของขั้วทั้งสองจะเกิดการเปลี่ยนแปลงดังในเส้นกราฟแอโนดิก (Anodic curve) และเส้นกราฟแคโทดิก (Cathodic curve) ตามลำดับ โดยความต่างศักย์ของแอโนดจะเปลี่ยนค่าไปในทางบวก ส่วนความต่างศักย์ของแคโทดจะเปลี่ยนค่าไปในทางลบ ในลักษณะเช่นนี้แสดงถึงการเกิดโพลาริเซชันของขั้วทั้งสอง (Sedriks, 1996) ซึ่งสามารถหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนได้จากจุดตัดของเส้นความชันของเส้นกราฟแอโนดและเส้นกราฟแคโทด ดังภาพที่ 2-13 ทั้งนี้จากค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน ทำให้สามารถหาอัตราการกัดกร่อนได้จากสมการ

$$R_{mpy} = 0.13 i_{corr} e / \rho \quad (2-1)$$

- เมื่อ
- $R_{mpy}$  = อัตราการเกิดการกัดกร่อน (มิลต่อปี)
  - $i_{corr}$  = ความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อน (ไมโครแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร)
  - $e$  = น้ำหนักกรัมสมมูลของโลหะ
  - $\rho$  = ความหนาแน่นของโลหะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)



ภาพที่ 2-12 ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (Sedriks, 1996)



ภาพที่ 2-13 ลักษณะและส่วนต่าง ๆ ที่สำคัญของเส้นโพลาริเซชัน (ประทีป วงศ์บัณฑิต, 2543)

ลักษณะและส่วนต่างๆ ของเส้นโพลาริเซชัน (Polarization Curve) อาจพิจารณาได้จากตัวอย่าง การศึกษากลไกพาสซีวิตี (Passivity) ของเหล็กกล้าไร้สนิม ที่ได้จากกราฟเส้นโพลาริเซชันเมื่อทำการ ทดลองต่อจากภาพที่ 2-12 โดยเพิ่มศักย์ไฟฟ้าไปทางโนเบิล (noble) จาก  $E_{corr}$  และบันทึกค่ากระแสที่ได้ จะได้ดังภาพที่ 2-13 (ประทีป วงศ์บัณฑิต, 2543) อธิบายได้ดังนี้

จากกราฟ ภาพที่ 2-13 จุดตัดของเส้นกราฟแคโทดิก และเส้นกราฟแอโนดิก คือ ค่าศักย์ไฟฟ้ากั ดร่อน หรือ  $E_{corr}$  เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าต่อถึงจุดหนึ่ง กระแสกลับลดลงเนื่องจากเกิดชั้นฟิล์มพาสซีฟบนผิวโลหะ เรียกค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดว่าเป็นจุดการเปลี่ยนแปลงแอคทีฟ-พาสซีฟ (Active-Passive transition) และค่า ศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าพาสซีฟเวชันปฐม (Primarily passive potentials) ใช้สัญลักษณ์  $E_{pp}$  เมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้าต่อไปกระแสจะเริ่มลดลงจนคงที่ที่ค่าหนึ่งแม้จะเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้แก่เซลล์ต่อไปความ หนาแน่นของกระแสก็ยังคงไม่เปลี่ยนแปลง ช่วงกราฟที่กระแสคงที่นี้เรียกว่าช่วงพาสซีฟ (Passive zone) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวที่แสดงถึงความทนทานของฟิล์มบนผิวโลหะ ถ้ายังเพิ่มศักย์ไฟฟ้าต่อไปอีกจนถึงค่า หนึ่งที่ชั้นฟิล์มพาสซีฟแตกทำให้กระแสเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเรียกช่วงที่เลยจุดนี้ว่า ช่วงทรานพาสซีฟ (Tranpassive zone) และเรียกศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้ว่าศักย์ไฟฟ้าทรานพาสซีฟ ใช้สัญลักษณ์  $E_t$  ศักย์ไฟฟ้าที่จุด นี้เป็นค่าที่โลหะเริ่มกัดกร่อนเฉพาะที่ คือ การกัดกร่อนแบบรูเข็มหรือหลุม (Pitting corrosion) ซึ่งหากป้อน ศักย์ไฟฟ้าเกินค่า  $E_t$  จะเกิดการแตกของชั้นฟิล์มพาสซีฟจุดใหม่เพิ่มขึ้น และชั้นฟิล์มจุดที่แตกเดิมจะมีการ ขยายตัวของรูเข็มหรือหลุมใหญ่ขึ้น เมื่อเปรียบเทียบเส้นโพลาริเซชันที่ได้จากการทดลองของโลหะตัวอย่าง ในสารละลายที่ไม่มีคลอไรด์ และสารละลายที่มีคลอไรด์พบว่าในสารละลายที่มีคลอไรด์จะให้ค่า  $E_t$  หรืออีก นัยหนึ่งเรียกว่า ศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อนแบบรูเข็มหรือหลุม (Pitting potential) ใช้สัญลักษณ์  $E_p$  ต่ำกว่า และมื ความกว้างช่วงพาสซีฟแคบกว่าเส้นโพลาริเซชันที่ได้จากการทดลองในสารละลายที่ไม่มีคลอไรด์

ทั้งนี้ตัวแปรที่มีผลต่อเส้นโพลาริเซชันได้แก่ ปริมาณออกซิเจนในสารละลาย อัตราการแพร่กับ อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง ความเข้มข้นของสารละลาย และอัตราการกวน กล่าวโดยทางอ้อมตัวแปรต่างๆ เหล่านี้มีผลต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของชิ้นงานเหล็กกล้าเครื่องมือขึ้นรูปร้อน (AISI H13) และ เหล็กกล้า เครื่องมือขึ้นรูปเย็น (AISI D2)

## 2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Jeong, Hwang, and Lee (2002) ศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีอีพิตอกซ์พีสปีดเตอริงบนซิลิกอน (100) ศึกษาโดยใช้การสแกน ด้วยเทคนิคTransmission Microscopy, X-ray Diffraction และ Atomic Microscopy ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างแบบ NaCl โดยมีระนาบ (200) เป็น Preferred Orientation อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำพบว่าความเข้มของพีคระนาบ (200) ที่ได้จาก XRD Spectra มีความเข้มลดลง และพีคมีความกว้างเพิ่มขึ้น โดยคล้ายกับโครงสร้างแบบโลหะผสม Wurtzite ซึ่งมีความคาบเกี่ยวของมุม  $2\theta$  ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีโครงสร้างแบบคอลลัมน์ โครงสร้างคอลลัมน์มีความหนาแน่นมากขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ผลจาก Atomic Force Microscopy แสดงถึงลักษณะพื้นผิวความขรุขระที่เกิดขึ้นจากการกระจายตัวของเม็ดเกรนแบบสุ่ม

Wuhrer and Yeung (2003) ศึกษาผลของระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับ ที่เคลือบแบบแมกนีตรอนสปัตเตอร์ ซึ่งมีผลต่อโครงสร้างผลึกระดับนาโนของชั้นเคลือบไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โครงสร้างระดับนาโนของชั้นเคลือบไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ โดยที่ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับมีผลต่อโครงสร้างระดับจุลภาคและสมบัติของชั้นเคลือบ ที่ระยะห่างน้อย ๆ ชั้นเคลือบแน่น โครงสร้างระดับนาโนของชั้นเคลือบ Ternary Nitride มีความแข็งแรงมากขึ้น

Klostermann, Böcher, Fietzke, Modes, and Zywitzki (2005) ศึกษาส่วนประกอบและโครงสร้างจุลภาคทั้งสองเฟสของชั้นเคลือบแข็งที่แตกต่างกัน โดยวิธีอีพิตอกซ์พีสปีดเตอริง ด้วยเป้า 2 ชนิดที่เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างนาโนคอมโพสิต วัสดุ 2 ชนิดที่ใช้ในระบบได้รับการศึกษาความสามารถในการปรับปรุงสมบัติให้ดีขึ้น ที่เกิดจากการแยกเฟส ของไนไตรด์ คือ Ti-Al-N และ ออกไซด์ คือ Al-Zr-O ระบบทั้งสองเป็นวัสดุเคลือบแข็ง และรักษาโครงสร้างนาโนคอมโพสิตได้ ระบบไนไตรด์มีสมบัติที่ดีขึ้น เมื่อค่า  $x$  ของ  $Ti_{1-x}Al_xN$  อยู่ในช่วง  $x = 0.5...0.7$  วิธีพีลส์แมกนีตรอนสปัตเตอร์สามารถปรับส่วนประกอบได้ในขณะนี้ ด้วยการแปรค่าความต่อเนื่องของพีลส์สำหรับวัสดุทั้งสองได้ ฟิล์ม  $nc-(Ti,Al)N/ nc-AlN$  มีค่าความแข็งแรงสูงถึง 38 GPa ผลของส่วนประกอบและโครงสร้างจุลภาค ในระบบของออกไซด์ ชั้นเคลือบ  $nc-Al_2O_3/ ZrO_3$  มี  $\gamma$ -phase  $Al_2O_3$  โดยมีค่าความแข็งแรงเท่ากับ 30 GPa เมื่อปริมาณ  $ZrO_2$  ต่ำกว่า 8 at.% เมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นฟิล์มมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน และมีค่าความแข็งแรงเท่ากับ 10 GPa ที่ปริมาณอะลูมิเนียมต่ำ ทำให้เฟส เตตระโกนอลของผลึกเซอร์โคเนียมมีความเสถียร มีค่าความแข็งแรงเท่ากับ 17 GPa

Kim, Lee, and Hahn (2005) ศึกษาลักษณะเฉพาะ เช่น อัตราการเคลือบ โครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิว และสมบัติเชิงกล ของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้จากวิธีอับบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอร์ (UBMS) และ วิธีอับบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอร์แบบสนามปิด (CFUBMS) ถูกนำมาเปรียบเทียบในบทความนี้ ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบจากอัลลอยด์ไททาเนียมอะลูมิเนียม

(50/ 50 at. %) โดยทั้งสองวิธีแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน จากแมกนีตรอนสปัตเตอริง (1) UBMS มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว (2) CFUBMS มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง อัตราการเคลือบของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ได้จากวิธี CFUBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง มีค่าเพิ่มขึ้นประมาณ 1.35 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับ UBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย AES และ XRD แสดงให้เห็นถึงฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยมีองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกที่คล้ายกัน ด้วยการแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน อย่างไรก็ตาม ผลการวิเคราะห์จาก TEM แสดงถึงฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย CFUBMS มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง แสดงโครงสร้างแบบคอลัมน์าร์ และเป็นคอลัมน์ และขนาดของเม็ดเกรนมีค่าเพิ่มเป็นสองเท่า เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มที่เคลือบด้วย UBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว นอกจากนี้ การทดสอบด้วย Nanoindentation แสดงถึงค่าความแข็งและค่าความยืดหยุ่นโมดูลัส ของฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี CFUBMS มีค่าสูงกว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี UBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนแหล่งเดียว ฟิล์มที่ได้จากวิธี CFUBMS ที่มีแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน 4 แหล่ง เชื่อมั่นว่าสมบัติเชิงกลอาจประกอบไปด้วยความหนาแน่น และความเป็นผลึกที่ดีของฟิล์มต้องเกิดจากไอออนที่ระดมยิงบนฟิล์มมีปริมาณสูง

Mei, Shao, Wei, and Li (2005) ศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของชั้นเคลือบ (Ti, Al)N ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอริง ด้วยเป้าโมเสกของ Ti-Al และใช้แก๊สอาร์กอนและไนโตรเจน โดยแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ในส่วนของการวิเคราะห์ อัตราการเคลือบ ส่วนประกอบและโครงสร้างจุลภาคของชั้นเคลือบ วัดโดย Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, X-ray Diffraction, Transmission Electron Microscopy และ Nanoindenter ผลที่ได้พบว่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีบทบาทสำคัญต่อชั้นเคลือบ (Ti, Al)N สามารถสังเคราะห์ชั้นเคลือบ (Ti, Al)N ที่ Stoichiometric Ratio ได้ง่ายในช่วงความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสม และพบว่าชั้นเคลือบมีโครงสร้างแบบ fcc เฟสเดียว ที่ Texture Preferential Orientation (111) ชั้นเคลือบมีความแข็งมากที่สุดโดยมีค่าเท่ากับ 34.4 GPa และมีค่าความยืดหยุ่นมากที่สุดเท่ากับ 392 GPa ชั้นเคลือบ (Ti, Al)N ที่เตรียมด้วยความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่ำพบว่าปริมาณไนโตรเจนและความแข็งต่ำ ในทางกลับกันที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนสูง ๆ อัตราการเคลือบของฟิล์มลดลงอย่างมากเนื่องจากไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับเป้า Ti-Al และฟอร์มตัวเป็นชั้นไนไตรด์ที่หน้าเป้า ขณะที่องค์ประกอบเคมีของชั้นเคลือบเกือบไม่มีการเปลี่ยนแปลง และพบโครงสร้างผลึกระดับนาโน หรือโครงสร้างอสัณฐานและมีความแข็งต่ำ

Grzesik, Zalisz, Krol, and Nieslony (2006) ศึกษาสมบัติไทรโบโลจิคอลของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ชั้นเดียว ด้วยกระบวนการ PVD เคลือบบนวัสดุคาร์ไบด์แล้วใช้เป็นตัวทดสอบการเลื่อนของเหล็ก และ เหล็กหล่อ ด้วยเครื่อง Pin-on-Disc โดยทำการแปรค่าความเร็วของการเลื่อน และแรงกดวัสดุทั้งสามมีอัตราการแปรรูปแตกต่างกัน และจะถูกนำมาใช้เป็นคู่ กล่าวคือ เหล็กกล้าคาร์บอนขนาดกลาง C45 คู่กับ AISI 1045, เหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนนิติก 1H18N9T คู่กับ AISI 304 และในกรณีของเหล็กหล่อ

EN-GJL-300 ซึ่งมีสีเทา มีลักษณะเกล็ดเป็นรูปทรงแกรไฟต์ Pin-on-Disc เป็นอุปกรณ์ที่มีเครื่องมือแทรกเข้าไปถูกใช้ทดสอบแรงเสียดทาน และทดสอบการสึกหรอ ในการหาค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทาน และการสึกหรอแนวเส้นตรงจาก Tribo-Pairs มีการบันทึกระยะเลื่อนไว้ตลอด มีการเปรียบเทียบเชิงปริมาณการต้านทานการสึกหรอจากการทดสอบค่า Tribo-Pairs อัตราการสึกหรอเลือกทดสอบได้จากเทคนิค Light Microscopy (LM), Scanning Electron Microscopy (SEM) และ X-ray Microanalyses โดย EDAX จะถูกนำมาประยุกต์ใช้เพื่อทดสอบการสึกหรอที่ผิว และการสึกหรอของผลิตภัณฑ์ และกลไกการสึกหรอ ลักษณะเฉพาะของแรงเสียดทานและกลไกการสึกหรอ ทดสอบได้จากคู่มือของเหล็ก และเหล็กหล่อ นอกจากนี้ความสัมพันธ์ของเงื่อนไขของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์สามารถปกป้องพื้นผิวคาร์ไบด์ที่ระบุไว้ได้ และสามารถสรุปได้ว่าวัสดุที่ใช้เลื่อน มีผลต่อการสึกหรอ ของคู่ตัวอย่าง TiAlN/ Stainless Steel ซึ่งพบว่าฟังก์ชันการป้องกันของชั้นเคลือบไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ยังไม่เพียงพอ

Lee, Wang, Chen, and Huang (2007) ศึกษาการเตรียมฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยการใช้ลำไอออนในการเคลือบ (IBSD) โดยจะใช้การติดขั้วไฟฟ้าไว้ด้านล่างและใช้ Metal-Insulator-Metal (MIM)  $(\text{Ba,Sr})\text{TiO}_3$  (BST) เป็นตัวป้องกันการแพร่ ซึ่งเป็นตัวเก็บประจุสำหรับใช้ในการศึกษานี้ ได้มีการนำเสนอถึงผลของโวลต์ที่จ่ายให้กับลำไอออน ต่อสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ และเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ก่อนหน้านี้ ในงานวิจัยนี้กล่าวถึงผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบด้วยวิธี IBSD และผลต่อการต้านทานไฟฟ้า และเสถียรภาพทางความร้อน จากการศึกษาพบว่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึก ผลึก และองค์ประกอบของฟิล์ม ส่งผลต่อการต้านทานไฟฟ้า และเสถียรภาพความร้อน เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ระบาย (200) มีความเด่นชัดขึ้น และ ผลึกของฟิล์มลดลง มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าการต้านทานไฟฟ้า โดยความเด่นชัดของระบาย (200) ลดลง ความเป็นผลึกของฟิล์มสามารถนำมาพิจารณาประกอบกับการลดลงของพลังงานจลน์ของอะตอม เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น การเปลี่ยนแปลงของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบของการฟิล์ม เสถียรภาพทางความร้อนลดลง โดยปริมาณของอะลูมิเนียมลดลง และ ความเป็นผลึกลดลง งานวิจัยนี้กล่าวถึงความหนาแน่นของฟิล์มที่ได้จากการเคลือบแบบ IBSD เป็นฟิล์มที่มีคุณภาพ ซึ่งฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบภายใต้เงื่อนไข ( $P_{\text{N}_2} = 4.4 \times 10^{-3}$  Pa) แสดงการทนความร้อนสูงถึง 700 °C ในบรรยากาศที่มีแต่ออกซิเจน และ ความต้านทานมีค่าต่ำกว่า  $500 \mu\Omega \times \text{cm}$

Zhao, Yang, Li, Gong, and Sun (2008) ศึกษาผลการเคลือบต่อความเค้นค้ำและความหนาในฟิล์ม (Ti, AlN) ผลของกระบวนการเคลือบที่มีต่อการกระจายความเค้นค้ำใน ความหนาของฟิล์ม (Ti, AlN) ที่เตรียมด้วยวิธีอาร์กไอออนเพลตติง (Arc Ion Plating, AIP) ซึ่งเป็นสิ่งที่สนใจในการนำเสนอ งาน ซึ่งระบุถึงการนำเสนอการกระจายความเค้นรูปแบบประซัง และความเค้นอัดมากสุดปรากฏขึ้นในชั้นใกล้พื้นผิว ความเค้นค้ำเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มและการจ่ายไบแอสแก่วัสดุรองรับตามลำดับ การกระจาย



ความเค้นและการยึดเกาะของฟิล์มกับวัสดุรองรับสามารถทำได้ดีโดยปรับเงื่อนไขการเคลือบให้เหมาะสม ซึ่งฟิล์มที่มีความหนา  $7.57 \mu\text{m}$  เป็นฟิล์มที่มีกระแสไบแอสของวัสดุรองรับที่เหมาะสม

Subramanian, Ashok, Kuppasami, Sanjeeviraja, and Jayachandran (2008) ศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีแอคทีฟดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่มีความหนาประมาณ  $1 \mu\text{m}$  เคลือบลงบนเหล็ก (Mild Steel) ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยเป่าสารเคลือบที่ใช้คือเป่าไททาเนียม และเป่าอะลูมิเนียม เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ โดยผลจาก XRD มีเฟสของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในระนาบ (111) และ (200) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Face Center Cubic ผลจาก SEM และ AFM บอกถึงความสม่ำเสมอและความแน่นของฟิล์ม Photoluminescence (PL) แสดงถึงสมบัติทางแสงที่ดีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ผลจาก Laser Raman แสดงถึงลักษณะเฉพาะของพีคไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่  $312.5, 675$  และ  $1187.5 \text{ cm}^{-1}$

Chen et al. (2009) ศึกษาไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ชั้นเคลือบ Ternary เป็นวัสดุที่มีศักยภาพซึ่งเป็นที่คาดหวังว่าจะนำไปประยุกต์ใช้บนดาวเทียมเพื่อควบคุมความร้อน ในขั้นตอนการศึกษาสมบัติการควบคุมความร้อน ชั้นเคลือบไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบบนซิลิกอนใช้อัตราการไหลแก๊ส  $\text{N}_2$  และ Ar ที่แตกต่างกัน เคลือบด้วยวิธีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสแปตเตอริง โครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบทางเคมี และแสง ศึกษาด้วย X-ray Diffraction (XRD), Field Emission Scanning Electron Microscope (Fe-SEM), Atom Force Microscopy (AFM), X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) และ Spectrophotometer ตามลำดับ Orientation ของการเคลือบขึ้นกับอัตราไหลแก๊ส  $\text{N}_2/\text{Ar}$  อัตราส่วน  $\text{N}_2/\text{Ar}$  ของการเคลือบ 10, 30 และ 60 % แสดงโครงสร้างแบบคิวบิก มี Preferred Orientation ของ TiN ระนาบ [220] และอัตราส่วน  $\text{N}_2/\text{Ar}$  ของการเคลือบ 100 % แสดงเฟส AlN ในโครงสร้างเตตระโกนอล และ TiN ในโครงสร้างคิวบิก พื้นผิวที่ได้จากการเคลือบมีความเรียบแน่น เมื่ออัตราส่วนของ  $\text{N}_2/\text{Ar}$  เพิ่มขึ้น ผลของ XPS แสดงถึงฟิล์มออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ออกซิไนไตรด์ ( $\text{TiN}_x\text{O}_x$ ) และไนไตรด์ (TiN และ  $\text{AlN}_x$ ) โดยไม่ขึ้นกับกำลังไฟฟ้า อุณหภูมิที่มีความสมดุลในการเคลือบไททาเนียมอะลูมิเนียมคือ  $18^\circ\text{C}$  และอุณหภูมิที่สมดุลของฟิล์มหลังจากมีการทำ Heat-Treated อุณหภูมิมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ซึ่งเป็นการคาดหวังว่าจะนำไปประยุกต์ใช้กับการควบคุมความร้อน

Harish, Yogesh, and Rajam (2009) ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีแอคทีฟไปโพลาร์พัสตีซีอันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง เคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง (High-Speed Steel Drill Bits) ซิลิกอน และเหล็กโดยใช้คาร์โทดส์หัว ระบบรีแอคทีฟไปโพลาร์พัสตีซีอันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง เคลือบฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์จากรีแอคทีฟสปัตเตอริง ของเป่าไททาเนียมและเป่าอะลูมิเนียมในพลาสมาของไนโตรเจนกับอาร์กอน การปรับปรุงผิววัสดุทำได้หลายวิธีเพื่อปรับปรุงการยึดเกาะของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เงื่อนไขของกระบวนการเคลือบที่เหมาะสมทำให้ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์คุณภาพดี ศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ด้วย X-ray Diffraction,

Scanning Electron Microscopy, Energy-Dispersive X-ray Analysis, X-ray Photoelectron Spectroscopy, Nano-indentation, Atomic Force Microscopy, Wear Tester and Potentiodynamic Polarization Techniques ประสิทธิภาพของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง แล้วเอาไปทดสอบโดยการเจาะบนแผ่นสแตนเลส 304 ความหนา 13 mm ประสิทธิภาพการทดสอบมีการใช้และไม่ใช้วัตถุให้ความเย็น ผลแสดงถึงนัยสำคัญของการปรับปรุงใน ประสิทธิภาพของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ถูกเคลือบบนหัวเจาะความเร็วสูง นอกจากนี้ยังแสดง การเจาะแห้งของแผ่นสแตนเลสสตีล 304 มีความเป็นไปได้กับฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบ บนหัวเจาะความเร็วสูง การปรับปรุงประสิทธิภาพของฟิล์ม ไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วย ความต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี และความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์

Zhou, Nie, Cai, and Chu (2009) ศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อสมบัติเชิงกล ของฟิล์ม (Ti, Al)N ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยใช้เป้าโมเสกของTi-Al ที่วัสดุ รองรับจ่ายไบแอส -100 V การทดสอบความแข็งด้วยเทคนิค Nanoindentation แสดงให้เห็นว่าเมื่อความ ดันย่อยไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ฟิล์มมีความแข็งและค่าโมดูลัสความยืดหยุ่นเพิ่มขึ้นในระยะแรกและลดลงใน ภายหลัง ค่าความแข็งและค่าโมดูลัสความยืดหยุ่น มีค่ามากที่สุดเท่ากับ 43.4 GPa และ 430.8 GPa ตามลำดับ เชื่อว่าแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงในขนาดเกรน และ Preferential Orientation ของผลึกในฟิล์ม (Ti, Al)N เปลี่ยนไปเมื่อแปรค่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ปรากฏการณ์นี้ถูกยืนยันโดย ผลที่ได้จาก X-ray Diffraction (XRD) และ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

Devia, Restrepo-Parra, Arango, Tschiptschin, and Velez (2011) ศึกษาฟิล์มบางไททาเนียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ เคลือบบนเหล็ก AISI 01ด้วยวิธีไตรโอดแมกนีตรอนสปัตเตอริง การจ่ายศักย์ไบแอสมี ผลกับองค์ประกอบ ความหนา ผลึก โครงสร้างระดับจุลภาค ความแข็ง และการยึดเกาะ งานวิจัยนี้ศึกษา ความหนาที่เคลือบได้และวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ โดยใช้เทคนิค SEM กับเทคนิค EDS การสปัตเตอริงซ้ำ (Re-Sputtering) ทำให้ไอออนที่ใช้ระดมยิงไปบนพื้นผิวฟิล์มมีพลังงานสูงมีผลต่อความหนาที่เคลือบ ผลึก ของฟิล์มศึกษาด้วย XRD พบว่าโครงสร้างผลึกของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เป็นแบบคิวบิก NaCl B1 มี Orientation ของผลึกคือ {111}, {200}, {220} และ {311} ลักษณะพื้นผิว (ความหยาบ และขนาดของ เม็ดเกรน) ของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ศึกษาด้วยเทคนิค AFM เมื่อมีการจ่ายศักย์ไบแอส ให้กับชิ้นงานเพิ่มขึ้นจาก -40 ถึง -150 V ค่าความแข็งลดลงจาก 32 GPa ถึง 19 GPa การทดสอบการขีด ข่วน เพื่อใช้วัดจุดที่มีแรงกดวิกฤต และใช้วัดการยึดเกาะ

Buranawong, Witit-anun, Chaiyakun, Pokaipisit, and Limsuwan (2011) ศึกษาผลของ กระแสไททาเนียมต่อโครงสร้างและความแข็งของฟิล์มอะลูมิเนียมไททาเนียมไนไตรด์โดยเทคนิครีแอคทีฟ อันทาลานซ์แมกนีตรอนโคสปีดเตอริง พบผลึกระดับนาโนของฟิล์มบาง อะลูมิเนียมไททาเนียมไนไตรด์ (AlTi<sub>3</sub>N) ที่เคลือบบนซิลิกอน (100) และ กริต โดยไม่มีความร้อนจากภายนอกและการไบแอสที่

อุณหภูมิห้อง โดยเทคนิคอิเล็กโตรไลซิสแบบอานโอดิกสเปคโตรอิเล็กโทรลิซิส ซึ่งใช้เป่าไททาเนียมและอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าไททาเนียม ( $I_T$ ) ต่อโครงสร้างและความแข็งของฟิล์ม ฟิล์มถูกสเปคโตรด้วย อาร์กอนและไนโตรเจน ในอัตราการไหลแก๊ส เท่ากับ 8 และ 4 sccm ตามลำดับ กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าอะลูมิเนียม ( $I_A$ ) เท่ากับ 600 mA และกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าไททาเนียม ( $I_T$ ) แปรค่าจาก 600 ถึง 800 mA เคลือบในช่วง 15 ถึง 60 นาที นำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะและวิเคราะห์โดย X-ray Diffraction (XRD), Atomic Force Microscopy (AFM), Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM) และ Nanoindentation ผลที่ได้ระบุการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างระดับจุลภาค ขึ้นกับเงื่อนไขการเคลือบรูปแบบ XRD แสดงโครงสร้างผลึกกับ Preferred Orientations ในระนาบ (112) (004) และ (153) ตรงกับโครงสร้างมาตรฐานของฟิล์มอะลูมิเนียมไนไตรด์ ( $AlTi_3N$ ) โครงสร้างของ  $AlTi_3N$  ยืนยันโดย TEM แสดงให้เห็นว่า กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าไททาเนียมและเวลาการเคลือบ มีผลต่อปริมาณอะลูมิเนียม ค่าความหนาผิวและความหนาของฟิล์ม การวิเคราะห์ภาคตัดขวางโดย SEM แสดงถึงความหนาแน่น และอัดแน่นของลักษณะพื้นผิวของเกรน ความแข็งของฟิล์มส่วนใหญ่ มีค่าประมาณ 26.24-30.37 GPa

Shetty, Karimi, and Cantoni (2011) ศึกษาเปรียบเทียบโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนซิลิกอน ภายใต้มุมปกติ และมุมเอียง ใช้วิธีพัลส์ดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรอิเล็กโทรลิซิสอุณหภูมิห้องเท่ากับ อุณหภูมิห้อง 400 °C และ 500 °C และจ่ายศักย์ไบแอส 0, -25, -50 และ -80 V ให้กับมุมที่ใช้เคลือบทั้งสอง โครงสร้างและภาคตัดขวางของฟิล์ม ทดสอบได้จาก Scanning Electron Microscopy อุณหภูมิของการเคลือบเพิ่มขึ้น พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยมุมปกติพบผลึกแบบ fcc แต่ฟิล์มที่เคลือบด้วยมุมเอียง (OAD) พบโครงสร้างพัฒนาเป็นแบบ Tiles of Roof หรือ โครงสร้างแบบ Stepwise Structure ซึ่งไม่ใช่โครงสร้างผลึกแบบ fcc การเคลือบด้วยมุมเอียงฟิล์มแสดงโครงสร้างแบบคอลัมน์ คอลัมน์มีทิศทางเอียงไปทางเดียวกับการตกกระทบของฟลักซ์ อุณหภูมิของชั้นงานที่เพิ่มขึ้น คอลัมน์มีลักษณะเอียงเกือบเท่าชั้นงานที่ใช้มุมปกติ ทั้งค่าความแข็งและค่าโมดูลัสของยังลดลง เมื่อมุมของ ฟลักซ์มีการเปลี่ยนแปลงจาก  $\alpha = 0^\circ$  ถึง  $45^\circ$  วัดด้วย Nanoindentation นำผลที่ได้มาพิจารณาประกอบกับผลที่เกิดจากการฟอร์มตัวแบบมีช่องว่าง สมบัติของผลึกที่เคลือบได้ศึกษาจากการสแกนที่มุม  $\theta - 2\theta$  และ Pole Figure X-ray Diffraction ฟิล์มที่เคลือบด้วยมุม  $\alpha = 0^\circ$  แสดงระนาบ (111) และ (200) ด้วยการวางแนวระนาบแบบสุ่ม ในทางกลับกันฟิล์มที่เคลือบด้วยมุม  $\alpha = 45^\circ$  แสดงถึงแนวโน้มที่เปลี่ยนแปลงของ Texture Orientation (111) ซึ่งเกิดจากการเคลื่อนย้ายและจัดเรียงของฟลักซ์ และ มี Orientation ระนาบ (200) เหมือนการเคลือบแบบใช้มุมปกติ แสดงถึงการวางแนวของระนาบได้ชัดเจน

## บทที่ 3

### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

#### 3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (2) การวิเคราะห์ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ และ (3) การทดสอบการกัดกร่อน ดังนี้

##### 1. การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วย

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

##### 1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าไททาเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

เป้าสารเคลือบเป็นเป้าอะลูมิเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) ประกอบด้วย กระจกสไลด์ ซิลิกอน และเหล็ก

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999%

- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995%

##### 2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยเทคนิคต่อไปนี้

2.1 X-Ray Diffractometer ศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์ม ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation)

2.2 Atomic Force Microscope ศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.)

2.3 Scanning Electron Microscopy ศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนา และภาคตัดขวางของฟิล์ม ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE- SEM), Hitachi, S-4700

2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ศึกษาองค์ประกอบของธาตุของฟิล์ม ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO 1450VP

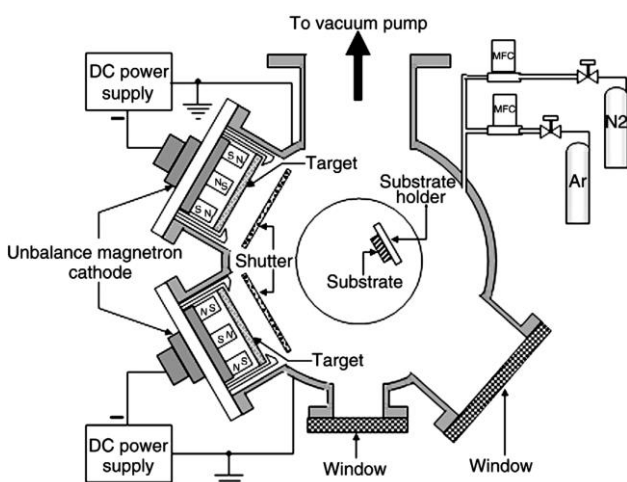
3. การทดสอบการกัดกร่อน งานวิจัยนี้ ศึกษาการกัดกร่อนของฟิล์มบางด้วยเครื่อง Potentiostat ของ Autolab รุ่น PGSTAT 302N ตามมาตรฐาน ASTM standard G44-99

### 3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกทีฟ ดีซี สปีดเตอริง

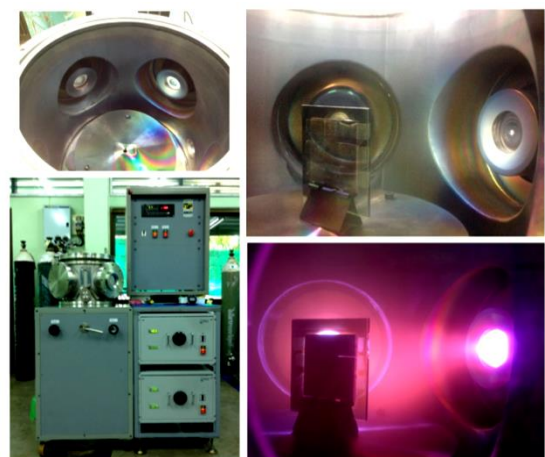
ฟิล์มบางในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศดีซีอินบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอริง (ภาพที่ 3-1 และ ภาพที่ 3-2) ด้วยเทคนิครีแอกทีฟ โคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ  $10^{-5}$  mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบด้วยระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ระบบเคลือบ (Coating Parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm ชุดระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วย เครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารี เป็นเครื่องสูบลทำย วัดความดันด้วยมาตรวัดความดัน PFEIFFER ประกอบด้วย ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนในการเตรียมฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 cm จำนวน 2 หัว ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าไททาเนียม (99.97%) และอะลูมิเนียมที่คาโทด (99.97) พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ภาคจ่ายความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปีดเตอริง ใช้แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-1 โดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-2 ลักษณะของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

### 3.3 การเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์แบ่งเป็น 4 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

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

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

3. การเคลือบฟิล์มบาง : ขั้นนี้เป็นการเคลือบชิ้นงานตามที่ต้องการภายหลังการทำทำความสะอาดหน้าเป้าโดยการ pre-sputtering แล้ว โดยเริ่มจากการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบเพื่อทำการเคลือบ ในขั้นนี้หากต้องการควบคุมความดันรวมขณะเคลือบ ( $P_r$ ) สามารถทำได้โดยการปรับวาล์วสุญญากาศสูงของเครื่องเคลือบเพื่อเพิ่มหรือลดอัตราการสูบของเครื่องสูบ เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ (ปกติกำหนดให้เท่ากับ  $5 \times 10^{-3}$  mbar) จากนั้นจึงจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงให้แก่คาโทดทั้ง 2 ชุดเพื่อสร้าง สารเคลือบจากกระบวนการโกลด์ติสซาร์จ (ชัตเตอร์ยังปิดอยู่ ขั้นนี้สามารถกำหนดกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบโดยการแปรค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่คาโทด ซึ่งสามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าให้คงที่ หรือศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ได้ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขในการทดลอง) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จึงเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมบันทึกค่ากระแสไฟฟ้า (I) ค่าศักย์ไฟฟ้า (V) และค่าความดันรวม ( $P_r$ ) ขณะเคลือบ หลังเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์มตามระยะเวลาที่กำหนด (t) ปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ปิดการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบแล้วปล่อยอากาศเข้าภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

4. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบแล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

### 3.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ ลักษณะโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค และ องค์ประกอบธาตุทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดในการศึกษามีดังนี้

#### 1. การศึกษาโครงสร้างผลึก

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยนำฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนนั้น มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้  $\text{Cu-K}\alpha$  เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง  $20^\circ - 80^\circ$  สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับค่ามุม  $2\theta$  ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้ Scherrer Equation

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการ การหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเพชเชนเตอร์คิวบิก

#### 2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว

2.1 การหาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค AFM โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิกอนไนไตรด์เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

2.2 การหาความหนา ภาคตัดขวาง และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค FE-SEM โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดด้วยเครื่อง FE-Scanning Electron Microscope

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค EDX ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีในฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิดในฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนชิ้นงานได้ซึ่งประกอบด้วย ธาตุ Ti, Al และ N

### 3.5 การทดสอบการกัดกร่อน

การทดสอบความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง Potentiostat ของ Autolab รุ่น PGSTAT 302N ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM standard G44-99 ภายใต้ภาวะการกัดกร่อน ดังนี้ คือ ทำการทดสอบในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) 3.5 % ในน้ำ 96.5 % ซึ่งใช้เป็นตัว ทำละลาย ค่า PH ของสารละลายเท่ากับ 6 ในการศึกษาการกัดกร่อนใช้ระบบขั้วอิเล็กโทรด 3 ขั้ว ประกอบไปด้วย (1) reference electrode ใช้ Ag/AgCl (2) counter electrode ใช้แพลตตินัม และ (3) working electrode เป็นชิ้นงานที่ต้องการทดสอบ (แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมแบบเคลือบและไม่เคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์) ศักย์ไฟฟ้าในการวัดมีค่าในช่วง -1200 mv ถึง +400 mv อัตราในการสแกนเท่ากับ 2 mv/s พื้นที่ในการทดสอบเท่ากับ 0.785 cm<sup>2</sup> จากนั้นนำค่าศักย์ไฟฟ้าของการกัดกร่อนกับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากัดกร่อน ที่วัดได้จากการทดสอบมาสร้างเส้นโค้งโพลาริเซชัน แล้วคำนวณค่าพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องคือ ศักย์ไฟฟ้าของการกัดกร่อนและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากัดกร่อนของชิ้นงานที่ทดสอบ ด้วย วิธี Tafel extrapolation

### 3.6 แนวทางการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบาง ขั้นนี้แบ่งเป็น 2 ตอน ได้แก่ การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างฟิล์ม และ การศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าไททาเนียมต่อโครงสร้างฟิล์ม จากนั้นจึงใช้เงื่อนไขที่ได้มาเคลือบฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนสแตนเลสแล้วจึงนำชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มแล้วไปทดสอบการกัดกร่อน ในตอนที่ 3 โดยแนวทางการทดลองของงานวิจัยนี้มีรายละเอียดดังนี้



## การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างฟิล์ม

### วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเตรียมฟิล์มบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เพื่อหาค่าที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 16 sccm และแปรค่าอัตราไหล แก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4, 6, 8, 10 sccm ใช้ความดันพื้นเท่ากับ  $5.0 \times 10^{-5}$  mbar โดยควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ  $5 \times 10^{-3}$  mbar ใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเท่ากับ 600 mA ส่วนกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเท่ากับ 300 mA และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ฟิล์ม โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ ด้วยเทคนิคต่างๆ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไททาเนียม, อะลูมิเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	13
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	16
<b>อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)</b>	<b>4, 6, 8, 10</b>
กระแสไฟฟ้าไททาเนียม (mA)	600
กระแสไฟฟ้าอะลูมิเนียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

## การทดลองที่ 2 การศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าไททาเนียมต่อโครงสร้างฟิล์ม

### วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเตรียมฟิล์มบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนเมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม เพื่อหาค่าที่เหมาะสมสำหรับเคลือบ ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 16 sccm และอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 10 sccm ใช้ความดันพื้นเท่ากับ  $5.0 \times 10^{-5}$  mbar โดยควบคุม ความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ  $5 \times 10^{-3}$  mbar และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม เท่ากับ 100 W, 230 W และ 360 W และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-2)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ ด้วยเทคนิคต่างๆ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไททาเนียม, อะลูมิเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	13
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	16
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	10
กำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม (W)	100, 230, 360
เวลาเคลือบ (min)	60

### การทดลองที่ 3 การทดสอบการต้านการกัดกร่อนของฟิล์ม

#### วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเตรียมฟิล์มบนเหล็กกล้าไร้สนิมและแผ่นซิลิกอน เมื่อแปรความหนา (โดยการควบคุมเวลาการเคลือบ) สำหรับใช้ในการทดสอบการต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 16 sccm และอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 10 sccm ใช้ความดันพื้นเท่ากับ  $5.0 \times 10^{-5}$  mbar โดยคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ  $5 \times 10^{-3}$  mbar ใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเท่ากับ 900 mA ส่วนกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเท่ากับ 300 mA คงที่ตลอดการเคลือบ และแปรค่าเวลาการเคลือบเท่ากับ 30, 60, 90 นาที (ตารางที่ 3-3)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ ด้วยเทคนิคต่างๆ

3. การทดสอบการกัดกร่อน โดยนำเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่เคลือบและเคลือบฟิล์มที่มีความหนาต่างๆ ไปทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่อง Potentiostat ตามมาตรฐาน ASTM standard G44-99

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไททาเนียม, อะลูมิเนียม
วัสดุรองรับ	เหล็กกล้าไร้สนิมและแผ่นซิลิกอน
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	13
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	16
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	10
กระแสไฟฟ้าไททาเนียม (mA)	900
กระแสไฟฟ้าอะลูมิเนียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	30, 60, 90

# บทที่ 4

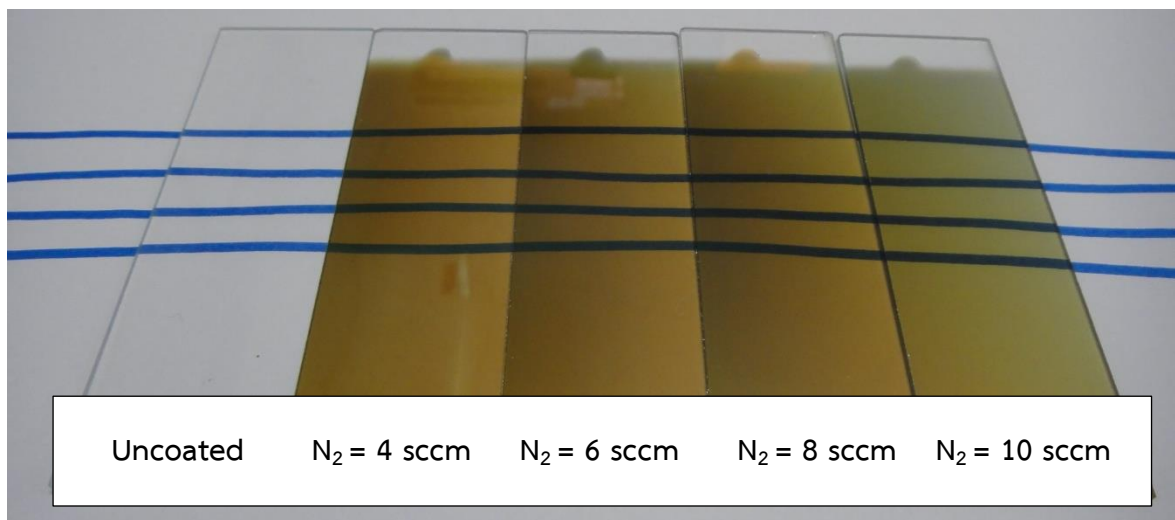
## ผลและอภิปรายผล

### 4.1 การเตรียมฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์: ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

การเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิคครีแอคทีฟนั้น ตัวแปรหนึ่งที่มีความสำคัญคืออัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ซึ่งใช้เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา ส่วนนี้เป็นรายงานผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 4 - 10 sccm ประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบาง

#### 1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มี สีน้ำตาล และส่งผ่านแสงได้บางส่วน โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm ฟิล์มมีสีน้ำตาลอ่อน และจางลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 6, 8 และ 10 sccm ดังแสดงใน ภาพที่ 4-1

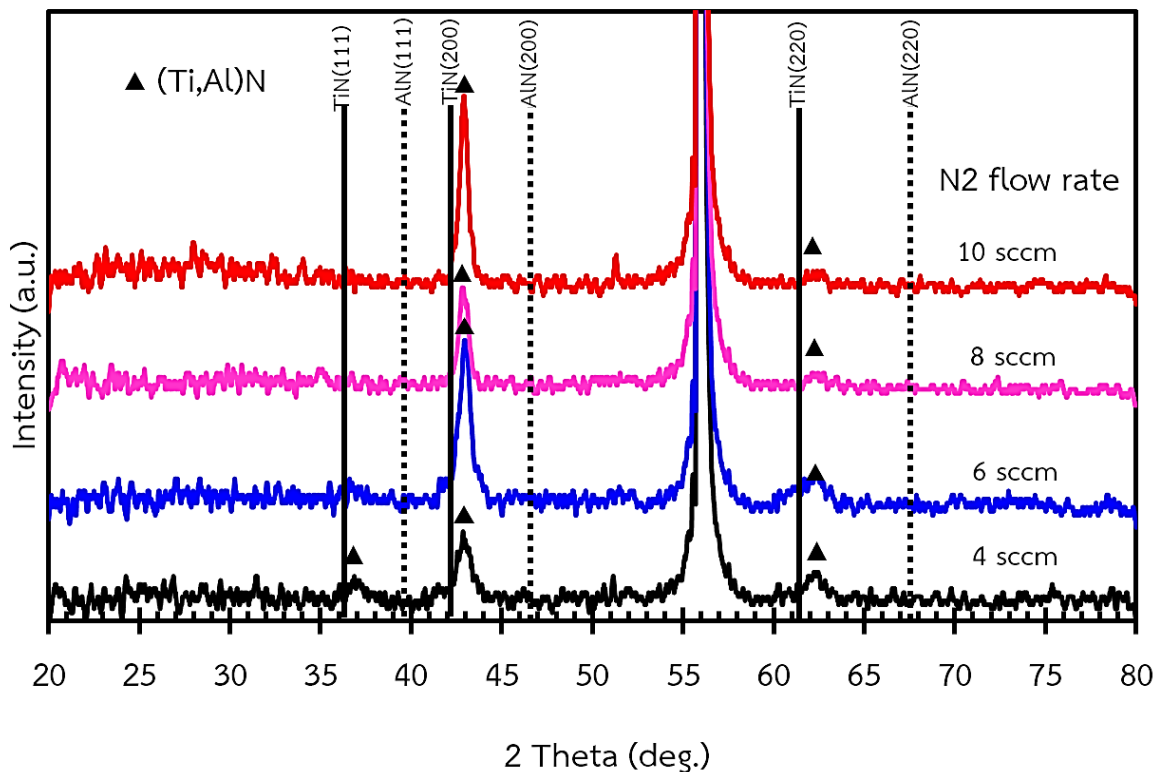


ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

## 2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยที่อัตราอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $36.86^\circ$ ,  $42.76^\circ$  และ  $62.52^\circ$  สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ และเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเป็น 6, 8 และ 10 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $42.74^\circ$ ,  $42.86^\circ$  และ  $42.84^\circ$  สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) และยังพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $62.50^\circ$ ,  $62.44^\circ$  และ  $62.32^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (220) ตามลำดับ โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

ผลการศึกษานี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Shew, Huang, and Lii (1997) ซึ่งพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยน Preferred Orientation จากรนาบ (111) เป็นระนาบ (200) เนื่องจากระนาบ (111) เกิดขึ้นเมื่อระดับพลังงานพื้นผิวต่ำสุดทำให้อะตอมเรียงตัวกันเป็นชั้น ๆ หรือพลังงานของผลึกมีค่าต่ำชานานกับวัสดุรองรับ สัมพันธ์กับความเข้มของการระดมยิง เมื่อไนโตรเจนอะตอม/ อัตราการไหลของไอออนเพิ่มขึ้น การเคลื่อนที่ของอะตอมลดลง



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก เมื่อนำมาคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซพบว่า ไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ มีค่าคงที่แลตทิซลดลงเมื่อเทียบกับไททาเนียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 (4.241 Å) เนื่องจากการแทนที่ของอะตอมอะลูมิเนียม ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าไททาเนียม ในโครงของไททาเนียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกลดลง ค่าคงที่แลตทิซจึงลดลง และพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าคงที่แลตทิซเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับอะลูมิเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 882250 (3.938 Å) เนื่องจากการแทนที่ของอะตอมไททาเนียม ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าอะลูมิเนียมในโครงสร้างของอะลูมิเนียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกเพิ่มขึ้น ค่าคงที่แลตทิซจึงเพิ่มขึ้น (อารีรัตน์ สมหวังสกุล, 2556)

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 และ 882250 ตามลำดับ เพื่อเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไททาเนียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ จึงอาจกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ คือ ฟิล์มบางของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (220) ตามลำดับ

ตารางที่ 4-1 ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

N <sub>2</sub> gas flow rate (sccm)	Thickness (nm)	Roughness (nm)	Crystal size (nm)	Lattice constant (Å)
4	194	2.7	22.8	4.209
6	170	1.8	28.5	4.204
8	147	1.9	31.0	4.210
10	131	2.7	33.5	4.210

หมายเหตุ 1. TiN JCPDS No. 381420 (Lattice constant = 4.241 Å)

2. AlN JCPDS No. 882250 (Lattice constant = 3.938 Å)

สำหรับค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ คำนวณจากสมการระยะห่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์คิวบิก จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระนาบ (200) มีค่าอยู่ในช่วง 4.204 Å - 4.210 Å ซึ่งเป็นค่าระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไททาเนียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1

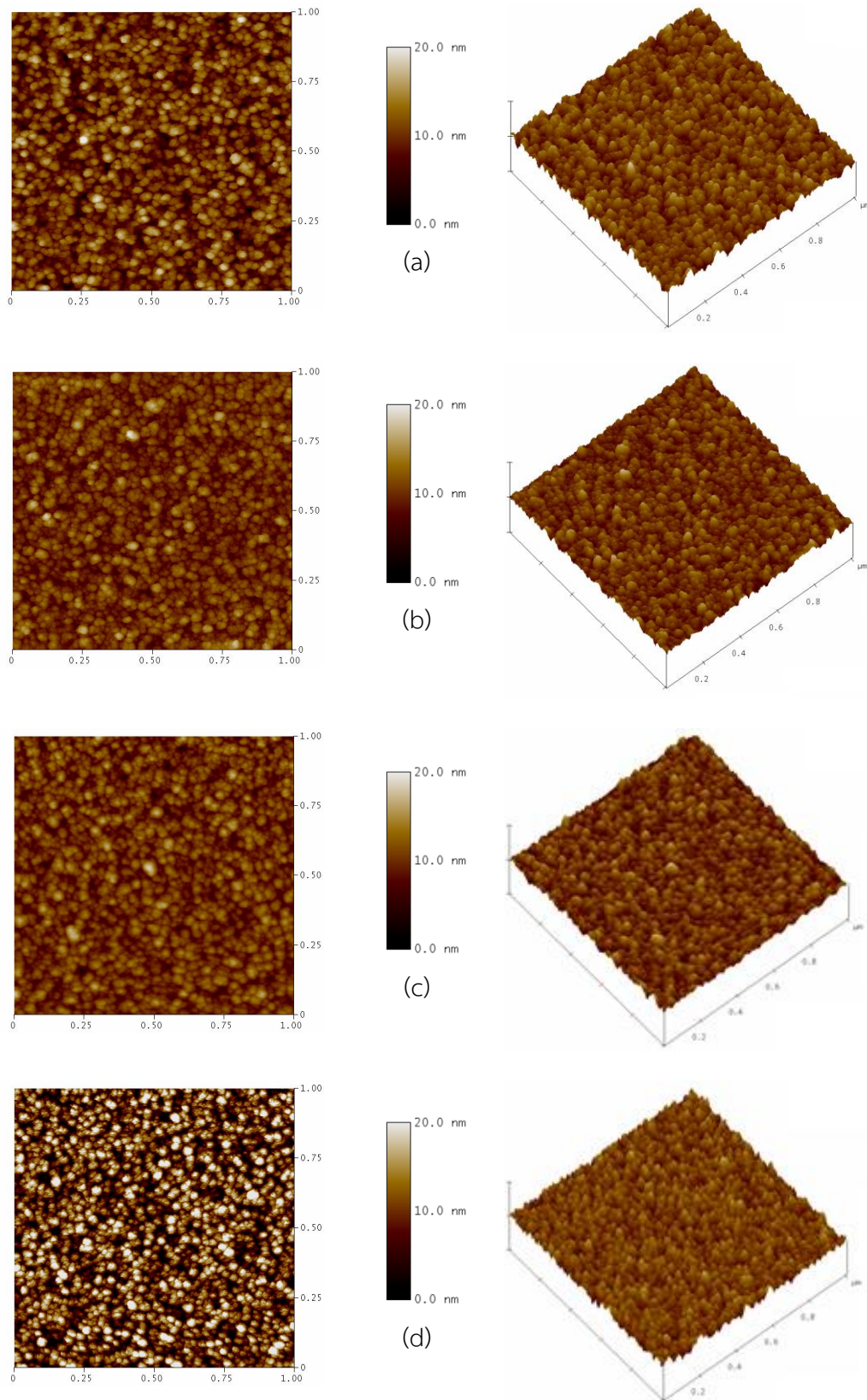
ส่วนขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัย คำนวณจากสมการของ Scherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าอยู่ในช่วง 22.8 nm ถึง 33.5 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-1

### 3. ความหนา ลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-3 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4, 6, และ 8 sccm เกรนของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะปลายแหลมสูงต่ำของเกรนลดลง เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 10 sccm เกรนของฟิล์มมีลักษณะปลายแหลมเล็กกระจายอยู่ทั่วผิวนำฟิล์ม

สำหรับความหนาของฟิล์ม พบว่าที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm ฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 194 nm แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 6 sccm จนถึง 10 sccm ความหนาฟิล์มมีค่าลดลงจาก 170 nm เป็น 131 nm (ตารางที่ 4-1) สอดคล้องงานวิจัยของ Chen et al. (2009) ซึ่งพบว่าความหนาฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น อัตราการสปีดเตอร์ไททาเนียมและอะลูมิเนียมกลับมีค่าลดลง เนื่องจากเกิด Target Poisoning (สารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป้าสารเคลือบ) ทำให้เป้าสารเคลือบถูกสปีดเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบตกลงบนวัสดุรองรับน้อยลง ทำให้ความหนาฟิล์มมีค่าลดลง

ส่วนความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm ฟิล์มมีความหยาบผิวเท่ากับ 2.7 nm ขณะที่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 6 sccm เป็น 8 sccm ความหยาบผิวมีค่าค่อนข้างคงที่ในช่วง 1.8-1.9 nm สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 10 sccm ความหยาบผิวฟิล์มมีค่าเท่ากับ 2.7 nm สรุปดังตารางที่ 4-1



ภาพที่ 4-3 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

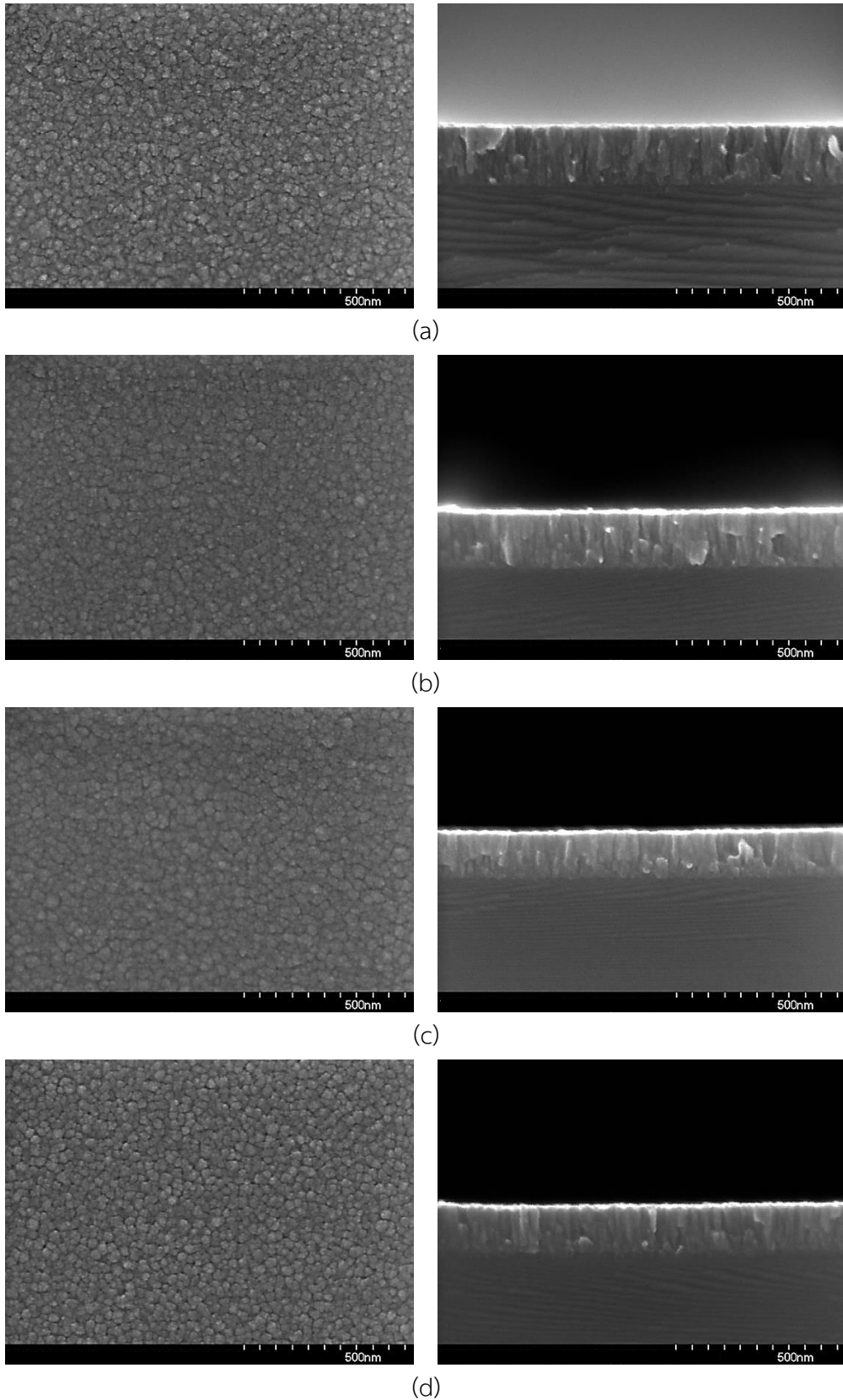
(a) 4 sccm      (b) 6 sccm      (c) 8 sccm      (d) 10 sccm



#### 4. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-4 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm 6 sccm และ 8 sccm ฟิล์มมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนสูงๆ ต่ำๆ กระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 10 sccm พบว่าฟิล์มมีการรวมตัวกันเห็นชัดขึ้น ส่วนลักษณะของภาคตัดขวางของฟิล์มแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์นาร์ โดยลักษณะของคอลัมน์นาร์ลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ลักษณะโครงสร้างจุลภาคและพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM แสดงลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ซึ่งพบว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวเป็นแบบคอลัมน์นาร์ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นลักษณะของฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาลดลง เนื่องจากเกิดปรากฏการณ์ Poisoning จึงส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบตกเคลือบน้อยลง ทำให้ความหนาลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Mei, Shao, Wei, and Li (2005) ที่ศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของฟิล์มอะลูมิเนียมไททาเนียมไนไตรด์ พบว่าที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่ำ อัตราการเคลือบสูง และเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นอัตราการเคลือบลดลงอย่างรวดเร็ว ทำให้อัตราการตกเคลือบของไททาเนียมและอะลูมิเนียมเปลี่ยนแปลงไปรวมถึงไอออนของอาร์กอนและไอออนของไนโตรเจนเป็นผลให้อัตราการสปัตเตอร์ (Sputtering Rate) เปลี่ยนไป เนื่องจากเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป้าสารเคลือบเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนสูง ส่วนผิวหน้าของฟิล์มมีลักษณะคล้ายกันทุกเงื่อนไขการเคลือบ โดยพื้นผิวฟิล์มมีเม็ดลักษณะคล้ายทรงสามเหลี่ยมกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ซึ่งเกิดจากในกรณีใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบต่ำซึ่งทำให้อัตราการเคลือบสูง เป็นผลให้อะตอมของสารเคลือบตกเคลือบไปบนผิววัสดุอย่างรวดเร็ว จึงส่งผลให้ Mobility ของอะตอมสารเคลือบลดลง จึงเกิดการเคลือบในลักษณะสามเหลี่ยมและมีความหยาบผิวมาก



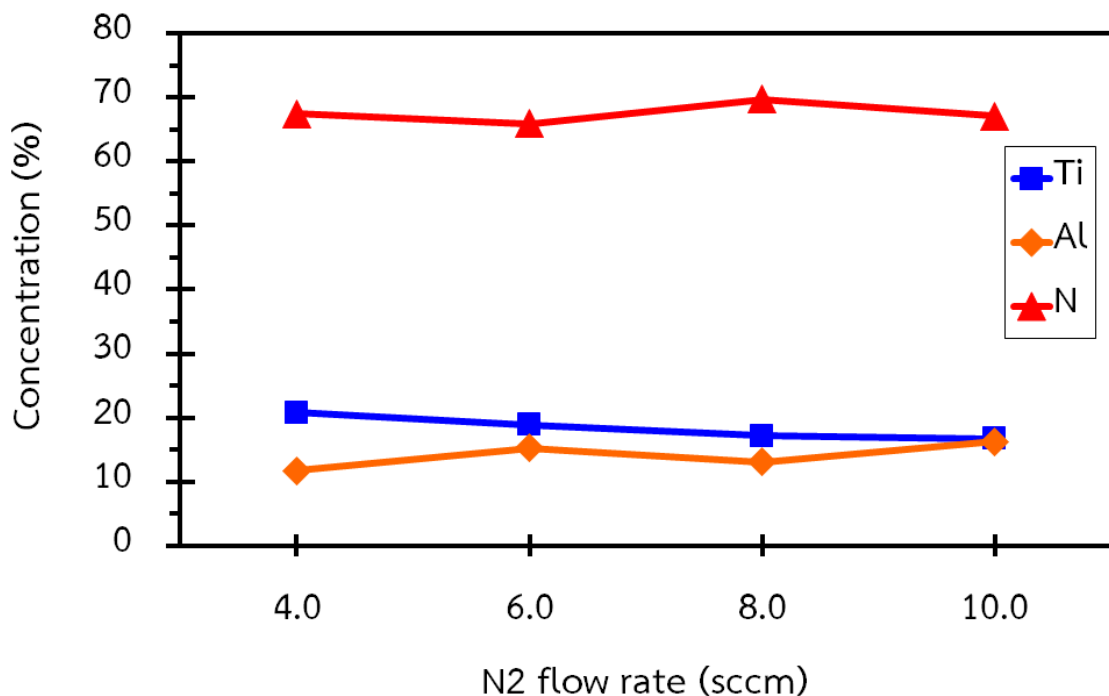
ภาพที่ 4-4 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

(a) 4 sccm      (b) 6 sccm      (c) 8 sccm      (d) 10 sccm

## 5. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-5 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมี ไททาเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่า เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 4 sccm เป็น 10 sccm องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ ไททาเนียมมีค่าลดลงจาก 21.51% เป็น 16.71% ส่วนอะลูมิเนียม และ ไนโตรเจน ค่อนข้างคงที่โดยมีค่าอยู่ในช่วง 11.69% - 16.24% และ 63.85% - 69.74% ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhao, Mei, Dong, and Li (2006) ซึ่งศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน (โดยการควบคุมอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน) ต่อโครงสร้างของฟิล์มอะลูมิเนียมไททาเนียมไนไตรด์ พบว่าองค์ประกอบธาตุของฟิล์มเปลี่ยนตามความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นโดยสัดส่วนไททาเนียมมีค่าลดลงตามความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ขณะที่สัดส่วนอะลูมิเนียมและไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่

ทั้งนี้จากการศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ งานวิจัยนี้จึงเลือกอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 10 sccm สำหรับใช้ในการทดลองต่อไป



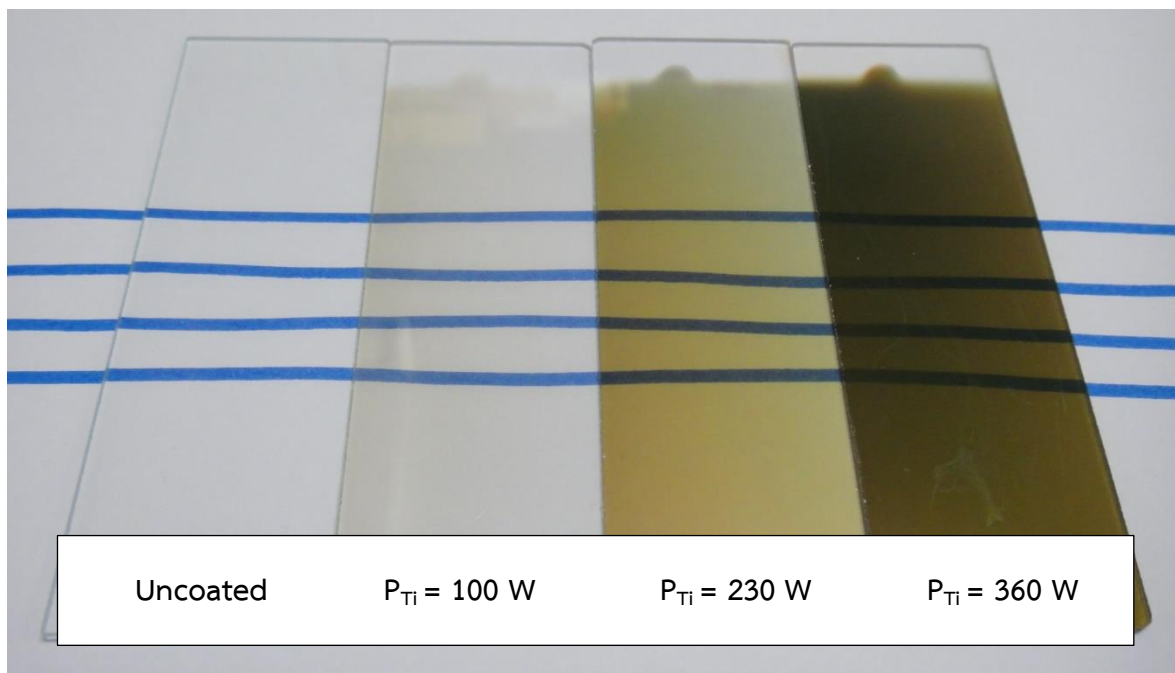
ภาพที่ 4-5 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

## 4.2 การเตรียมฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์: ผลของกำลังไฟฟ้า

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟโคสปีดเตอริง เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททานเนียม 3 ค่า คือ 100 W, 230 W และ 360 W ตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้

### 1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททานเนียมต่าง ๆ ในงานวิจัยนี้ เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน สารเคลือบกระจายตัวสม่ำเสมอ ส่องผ่านแสงได้บางส่วน ฟิล์มที่ได้มีสีน้ำตาลอ่อน น้ำตาลและน้ำตาลเข้ม เมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททานเนียมเพิ่มขึ้นตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 4-6

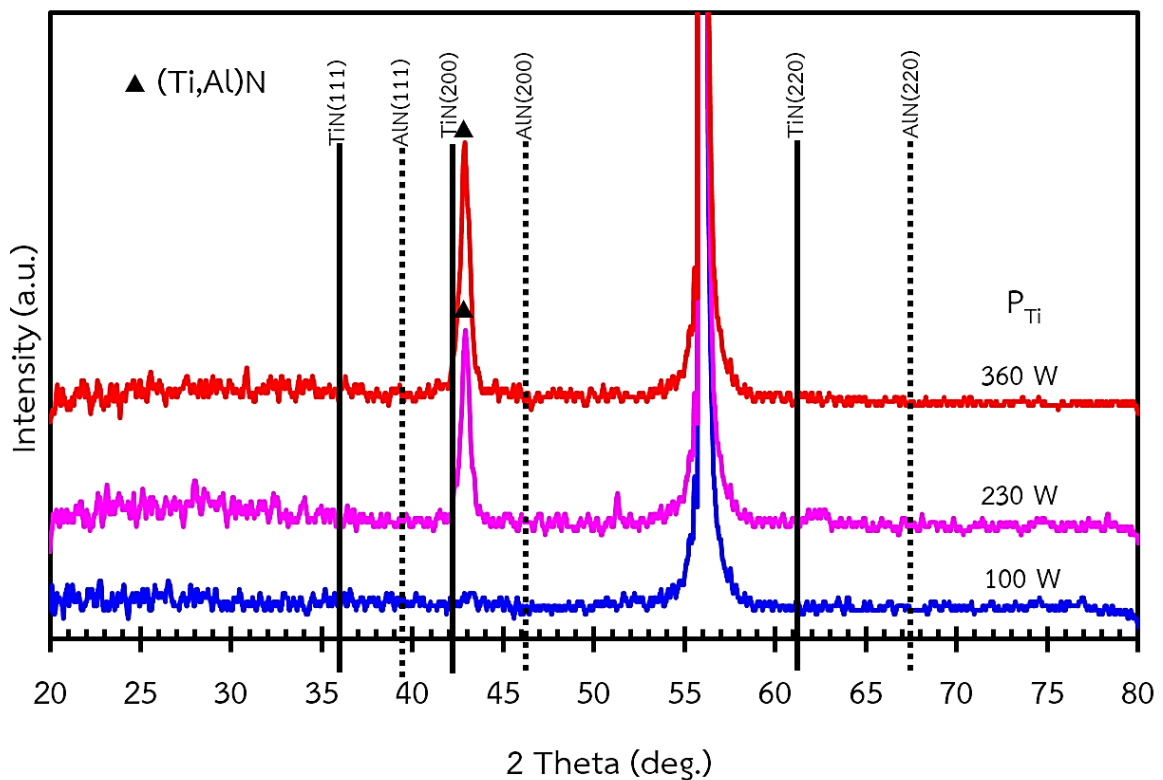


ภาพที่ 4-6 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททานเนียม

## 2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมที่ใช้ในการเคลือบเท่ากับ 100 W, 230 W และ 360 W โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเท่ากับ 100 W ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แต่เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมขึ้นเป็น 230 W และ 360 W พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $42.38^\circ$  และ  $42.82^\circ$  ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

ผลการศึกษานี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Park and Kim (2013) ซึ่งพบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้เป้าสารเคลือบต่ำ ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอสัณฐาน และมีความเป็นผลึกมากขึ้นเมื่อกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้เป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้น เนื่องจากโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้สัมพันธ์กับพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่เพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานมากพอในการฟอร์มตัวเป็นผลึกของฟิล์มบางในที่สุด



ภาพที่ 4-7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม

ทั้งนี้เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไททาเนียมไนไตรด์ (TiN) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 และ 882250 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไททาเนียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ จึงสรุปได้ว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบคือฟิล์มบางของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้

สำหรับค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ คำนวณจากสมการระยะห่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์คิวบิก จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระนาบ (200) มีค่าอยู่ในช่วง 4.210 Å - 4.213 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของไททาเนียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-2

ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก ทั้งนี้เมื่อพิจารณาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้กับค่าคงที่แลตทิซของไททาเนียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 (มีค่าเท่ากับ 4.241 Å) ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าน้อยกว่าค่าคงที่แลตทิซของไททาเนียมไนไตรด์ เนื่องจากเกิดการแทนที่ของอะตอมอะลูมิเนียมซึ่งมีขนาดเล็กกว่าไททาเนียมในโครงสร้างของไททาเนียมไนไตรด์ และถ้านำค่าคงที่แลตทิซไปเทียบกับอะลูมิเนียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 882250 (3.938 Å) พบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมค่าเพิ่มขึ้นจาก 100 W เป็น 360 W ค่าคงที่แลตทิซ ( $a = b = c$ ) ของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่ระนาบ (200) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 4.210 Å เป็น 4.213 Å เนื่องจากอะตอมของไททาเนียมมีขนาดใหญ่เมื่อเทียบกับอะตอมของอะลูมิเนียม และเมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเพิ่มขึ้นทำให้อะตอมของสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ออกมามากขึ้นทำให้มีโอกาสเข้าไปรวมเป็นไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มากขึ้น (อารีรัตน์ สมหวังสกุล, 2556)

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัย หากจากสมการของ Scherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกระนาบ (200) มีค่าลดลงจาก 33.4 nm เป็น 30.4 nm (ตารางที่ 4-2) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Wuhrer and Yeung (2004) ที่พบว่าขนาดเกรนของฟิล์มมีค่าเปลี่ยนไปตามความกำลังไฟฟ้าเป้าสารเคลือบที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ

ตารางที่ 4-2 ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้  
เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าสเปคโตรริง

Sputtering power (W)	Thickness (nm)	Roughness (nm)	Crystal size (nm)	Lattice constant (Å)
100	79	1.3	-	-
230	131	2.7	33.4	4.210
360	226	2.3	30.4	4.213

หมายเหตุ 1. TiN JCPDS No. 381420 (4.241 Å)

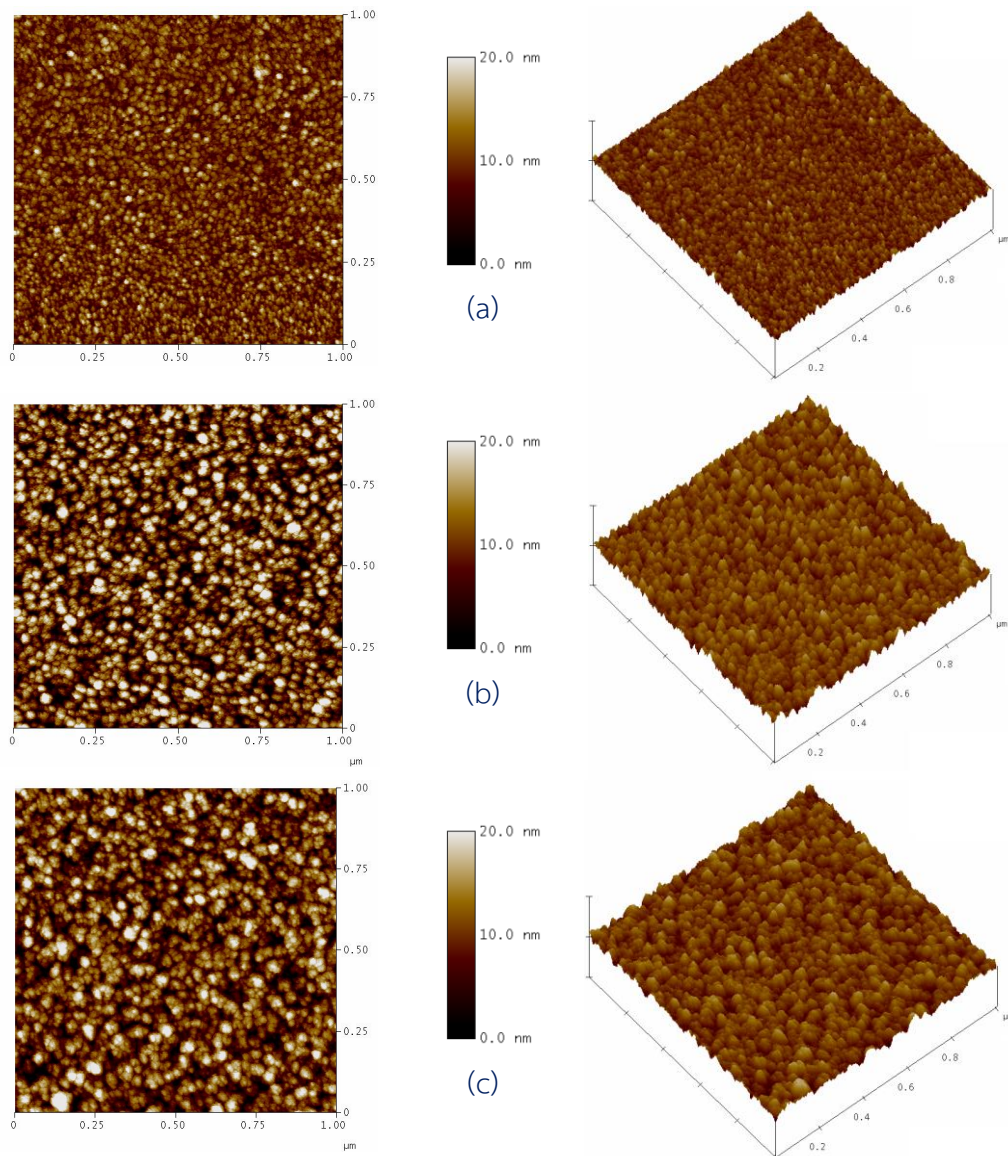
2. AlN JCPDS No. 882250 (3.938 Å)

## 2. ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-8 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่  
กำลังของเป้าไททาเนียมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มชุดที่เคลือบด้วยกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม  
เท่ากับ 100 W เกรนที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้น  
เป็น 230 W เกรนของฟิล์มเริ่มเกาะกลุ่มกันมีขนาดใหญ่ขึ้น สุดท้ายเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มเป็น 360 W  
ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะแหลมสูงและต่ำกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบ

สำหรับความหนาของฟิล์มที่ได้ พบว่าเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมจาก 100 W เป็น  
360 W พบว่าความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 79 nm เป็น 226 nm ตามกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม  
ที่เพิ่มขึ้น (ตารางที่ 4-2) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Wuhrer and Yeung (2004) ซึ่งพบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้า  
เพิ่มขึ้น ทำให้อัตราการสเปคโตรริงไททาเนียมจากเป้าสารเคลือบออกมารวมกับอะลูมิเนียมและไนโตรเจน  
แล้วฟอร์มตัวเป็นฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบบนวัสดุรองรับมีโอกาสสูงขึ้น

ความหยาบผิวของฟิล์ม พบว่าเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมจาก 100 W เป็น 230 W  
ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.3 nm เป็น 2.7 nm และเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม  
เป็น 360 W พบว่าความหยาบผิวของฟิล์มลดลงเป็น 2.3 nm (ตารางที่ 4-2) สอดคล้องกับงานวิจัยของ  
Park and Kim (2013) ซึ่งพบว่าความหยาบผิวมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบ



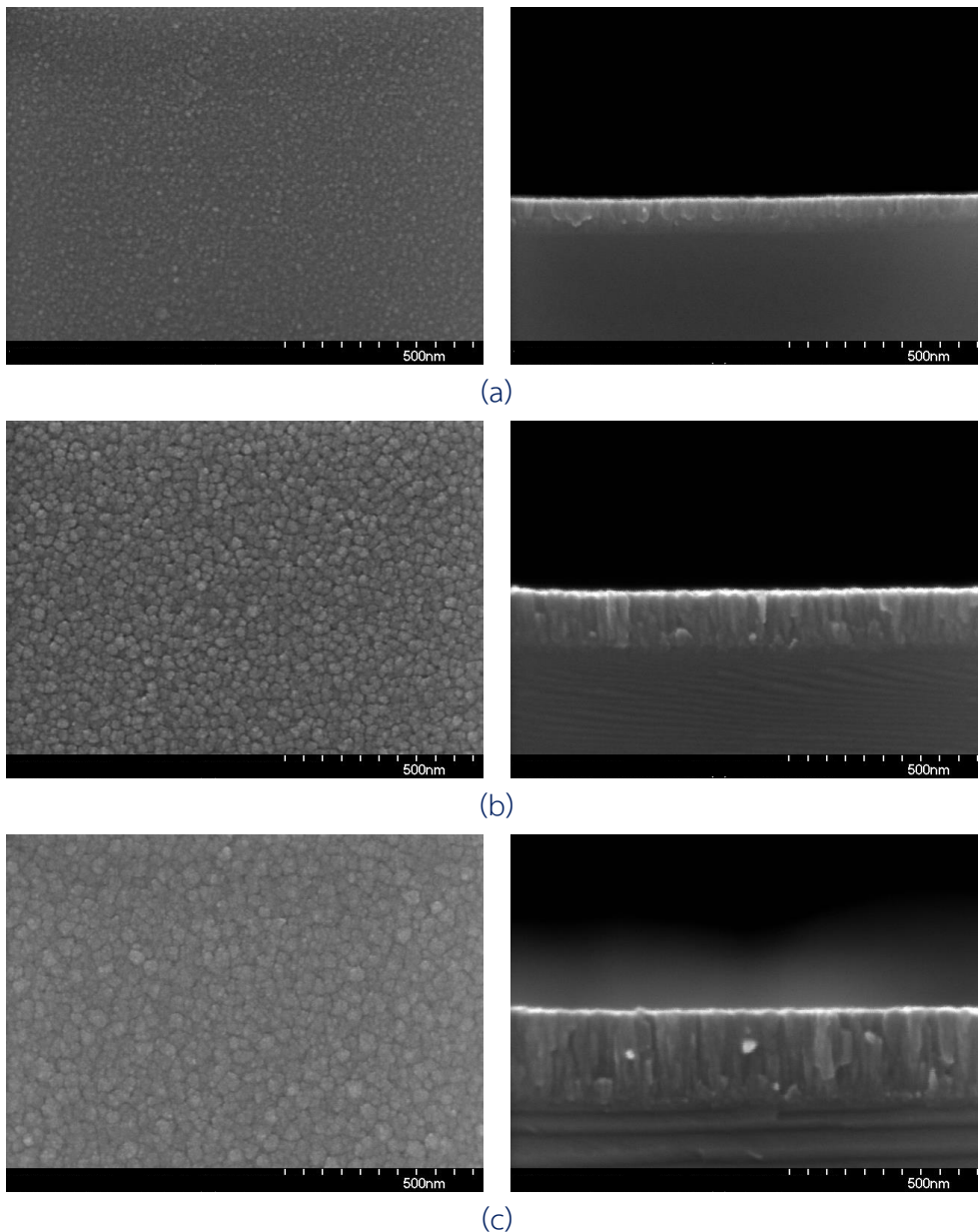
ภาพที่ 4-8 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไททานเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้า

(a) 100 W      (b) 230 W      (c) 360 W



### 3. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-7 แสดงโครงสร้างจุลภาค และ ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าที่ กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 100 W พื้นผิวฟิล์มค่อนข้างเรียบ และเมื่อ กำลังไฟฟ้าเพิ่มเป็น 230 W มีความหยาบผิวเพิ่มขึ้น และลดลง เมื่อกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 360 W ส่วน ภาคตัดขวางของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัว แบบคอลัมน์นาร์ ซึ่งเปลี่ยนไปตามกำลังไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น ส่วนความหยาบผิวมีลักษณะค่อนข้างเรียบ สอดคล้อง กับงานวิจัยของ Park and Kim (2013) ซึ่งพบว่าความหยาบผิวมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้า

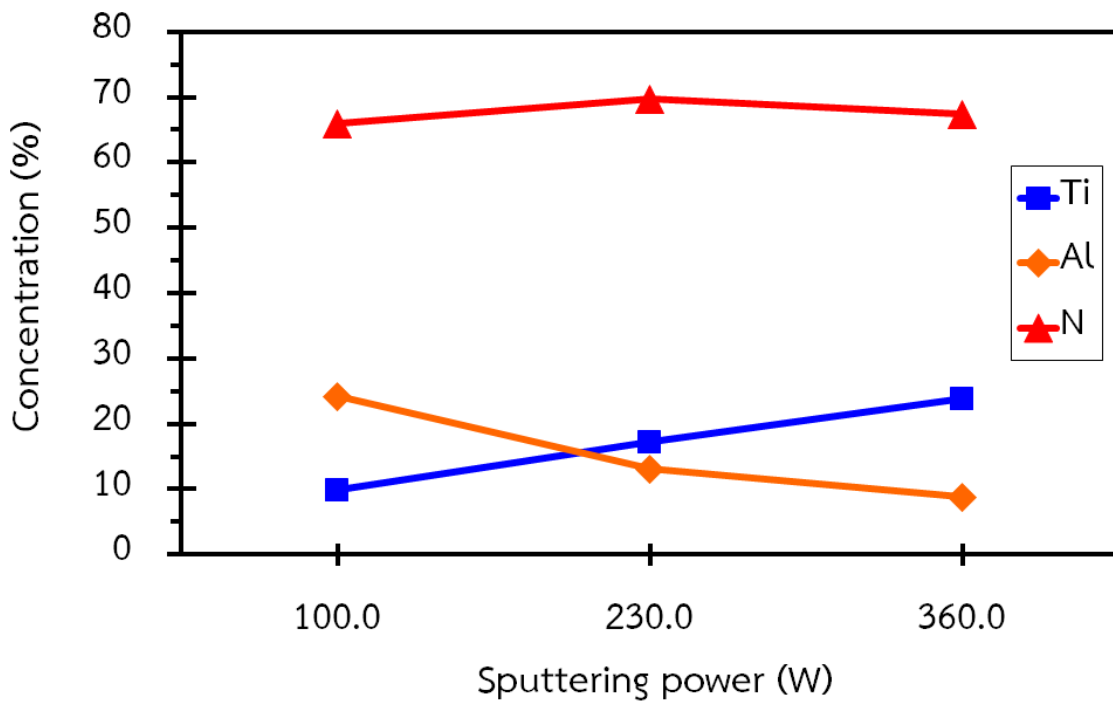


ภาพที่ 4-9 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้า

(a) 100 W      (b) 230 W      (c) 360 W

#### 4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-10 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีไททาเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ โดยพบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเพิ่มขึ้นจาก 100 W เป็น 360 W องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ ไททาเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 9.89% เป็น 23.82% ส่วนอะลูมิเนียมลดลงจาก 24.20% เป็น 8.77% และในขณะที่ไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่ในช่วง 65.91-69.74%



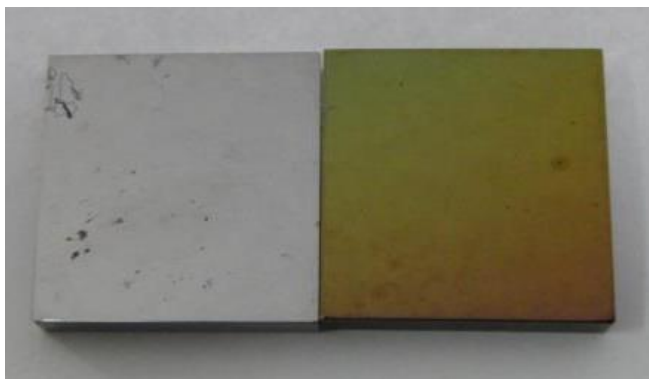
ภาพที่ 4-10 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่ากำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม

### 4.3 การทดสอบการต้านการกัดกร่อนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

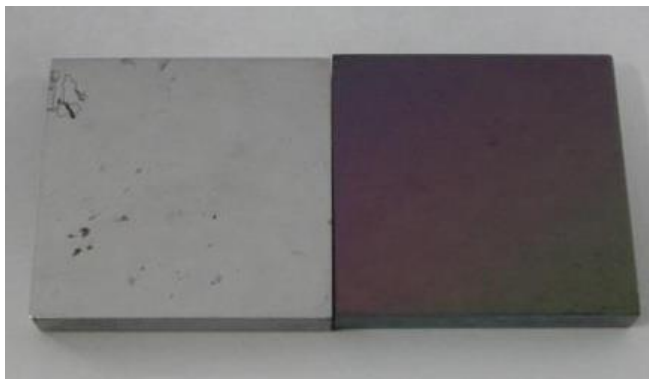
ส่วนนี้เป็นผลทดสอบการต้านการกัดกร่อน ตามมาตรฐาน ASTM standard G44-99 ของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิม เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ 3 ค่า มีผลดังนี้

#### 1. ลักษณะทางกายภาพ

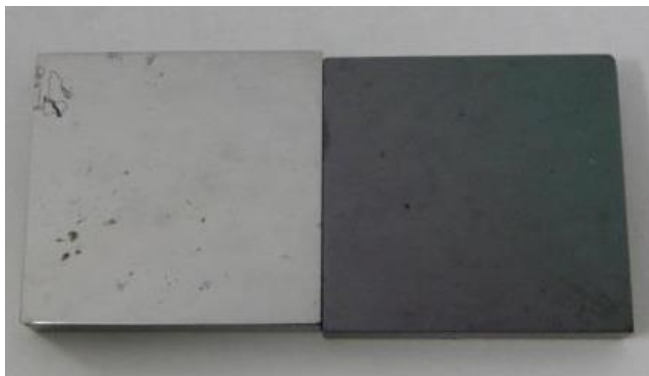
ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเมื่อแปรค่าความหนา พบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามค่าเวลาการเคลือบ โดยฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเหลือง ม่วงอ่อน และม่วงดำ เมื่อใช้เวลาการเคลือบเท่ากับ 30, 60 และ 90 นาที ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 4-11



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-11 ลักษณะและสีของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเมื่อแปรค่าความหนา

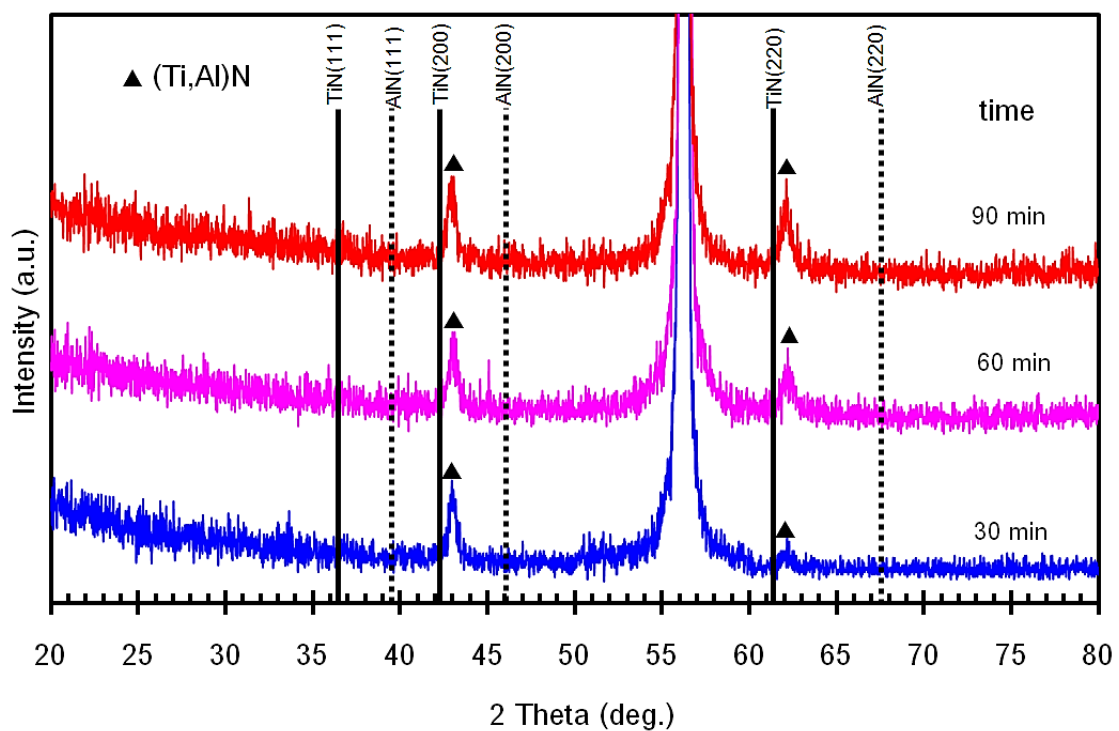
(a) 30 min

(b) 60 min

(c) 90 min

## 2. โครงสร้างผลึก

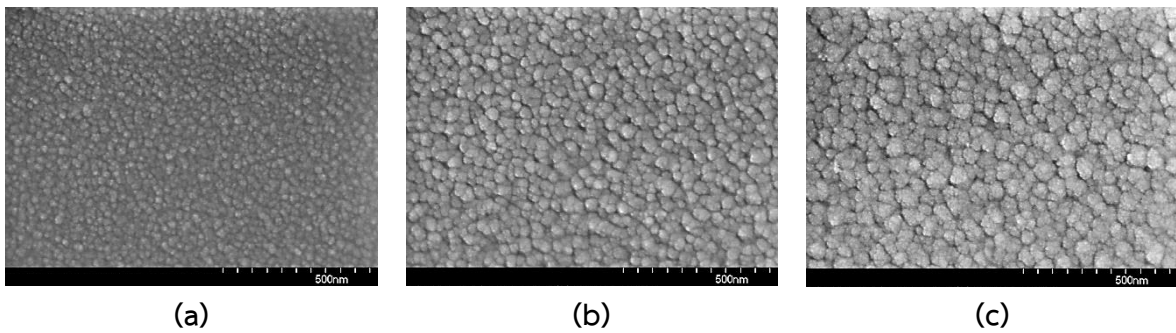
ภาพที่ 4-12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้บนซิลิกอน เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ ในช่วง 30 – 90 นาที พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีรูปแบบเดียวกัน โดยพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ  $42.76^\circ$  และ  $62.52^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (200) และ (220) ตามลำดับ โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ค่อนข้างใกล้เคียงกัน ยกเว้นที่ระนาบ (220) พบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้นตามเวลาที่เคลือบ ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ



ภาพที่ 4-12 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ

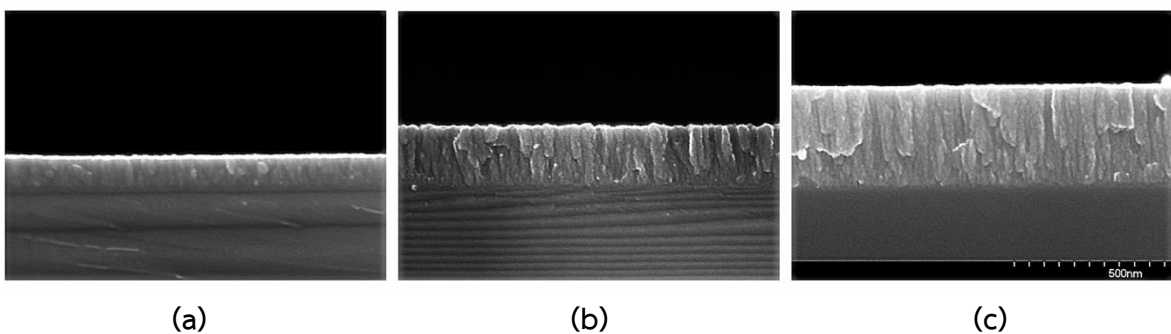
### 3. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-13 แสดงโครงสร้างจุลภาค และ ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าฟิล์มที่เคลือบนาน 30 นาที ลักษณะพื้นผิวฟิล์มค่อนข้างเรียบเกรนมีขนาดเล็ก เมื่อใช้เวลาค่อยเพิ่มขึ้นเป็น 60 นาที และ 90 นาที พบว่าเกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ ส่วนภาพที่ 4.14 แสดงภาคตัดขวางของฟิล์มพบว่าฟิล์มมีลักษณะค่อนข้างแน่น ทึบ ไม่มีช่องว่าง โดยความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้จะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของเวลาที่ใช้เคลือบฟิล์ม โดยฟิล์มที่เคลือบ 30 นาที มีความหนาเท่ากับ 115 nm ขณะที่ฟิล์มเคลือบ 60 นาที มีความหนาเท่ากับ 195 nm และ ฟิล์มเคลือบนาน 90 นาทีมีความหนาเท่ากับ 330 nm



ภาพที่ 4-13 โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ

(a) 30 min (b) 60 min (c) 90 min

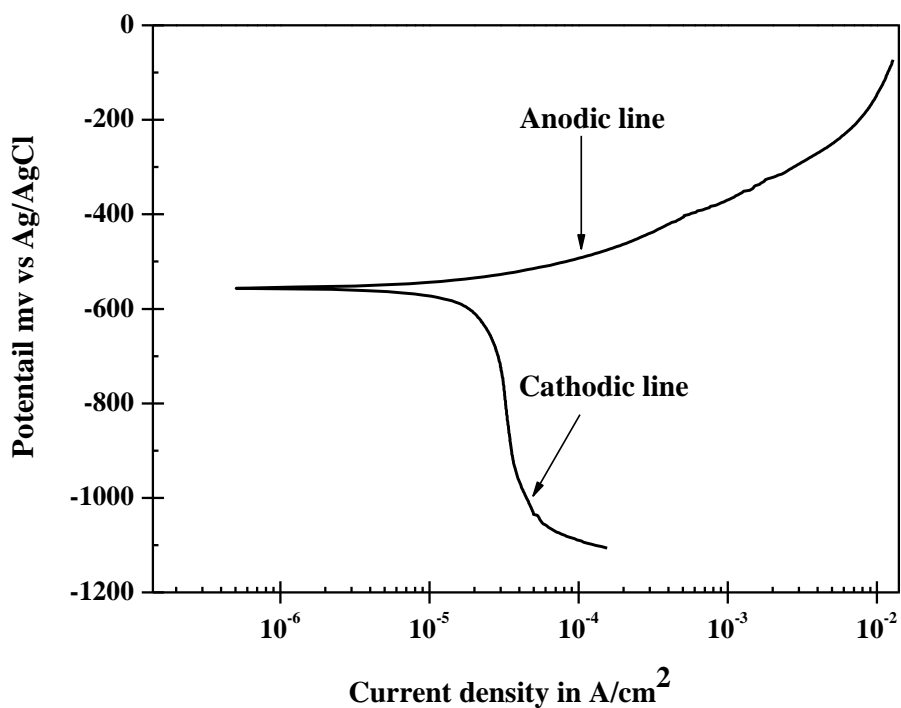


ภาพที่ 4-14 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าเวลาการเคลือบ

(a) 30 min (b) 60 min (c) 90 min

#### 4. การต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์ม

จากการทดสอบการต้านการกัดกร่อนของฟิล์มที่เคลือบได้ ตามมาตรฐาน ASTM standard G44-99 พบว่าศักย์ไฟฟ้าของการกัดกร่อนกับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนแสดงความสัมพันธ์ออกมาเป็นเส้นโค้งโพลาริเซชัน ดังแสดงในภาพที่ 4-15 เส้นโค้งโพลาริเซชันของเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่เคลือบฟิล์มพบว่ามีลักษณะเป็นเส้นโค้งประกอบด้วยเส้นแอโนด (Anodic line : เส้นด้านบน) และ เส้นคาโทด (Cathodic line : เส้นด้านล่าง) จากกราฟเมื่อคำนวณค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ด้วยวิธี Tafel extrapolation พบว่าเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่เคลือบฟิล์ม มีศักย์ไฟฟ้าของการกัดกร่อนเท่ากับ  $-756$  mv และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนเท่ากับ  $8.45 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  (ตารางที่ 4-3)

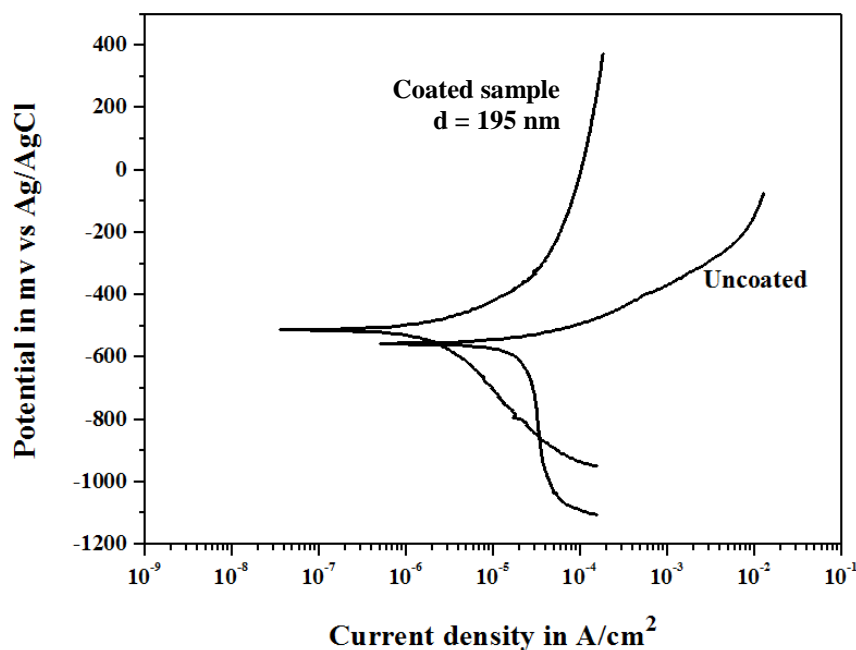


ภาพที่ 4-15 เส้นโค้งโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่เคลือบฟิล์ม

ตารางที่ 4-3 ค่าพารามิเตอร์จากเส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ

ชิ้นงาน	$E_{\text{corr}}$	$I_{\text{corr}} (\mu\text{A}/\text{cm}^2)$
เหล็กกล้าไร้สนิม ไม่เคลือบฟิล์ม	-756.0	8.45
เหล็กกล้าไร้สนิม เคลือบฟิล์มนาน 30 นาที	-528.4	2.06
เหล็กกล้าไร้สนิม เคลือบฟิล์มนาน 60 นาที	-512.4	1.70
เหล็กกล้าไร้สนิม เคลือบฟิล์มนาน 90 นาที	N/A	N/A

ผลการเปรียบเทียบการต้านการกัดกร่อนของชิ้นงานที่เคลือบและไม่เคลือบฟิล์ม มีผลการศึกษา ดังนี้ เมื่อเปรียบเทียบเส้นโค้งโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มกับชิ้นงานที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์หนา 195 nm (ภาพที่ 4-16) พบว่าแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่เคลือบฟิล์มมีค่าความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนเท่ากับ  $8.45 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  และ ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเท่ากับ  $-756 \text{ mV}$  ขณะที่ชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีค่าความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนเท่ากับ  $1.70 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  และ ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเท่ากับ  $-512.4 \text{ mV}$  ทั้งนี้จะเห็นว่าชิ้นงานที่เป็นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนมีค่าต่ำ ขณะที่ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนสูงกว่าชิ้นงานที่ไม่เคลือบฟิล์ม แสดงว่าชิ้นงานที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้มีความสามารถในการทนทานต่อการกัดกร่อนตามวัตถุประสงค์ของงานวิจัย ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yoo et al. (2008) ที่ทดลองโดยเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์แล้วนำไปทดสอบการกัดกร่อน ผลการทดลองระบุว่าชิ้นงานที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีความทนทานการกัดกร่อน พิจารณาได้จากค่าความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนและศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนต่ำกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เคลือบ

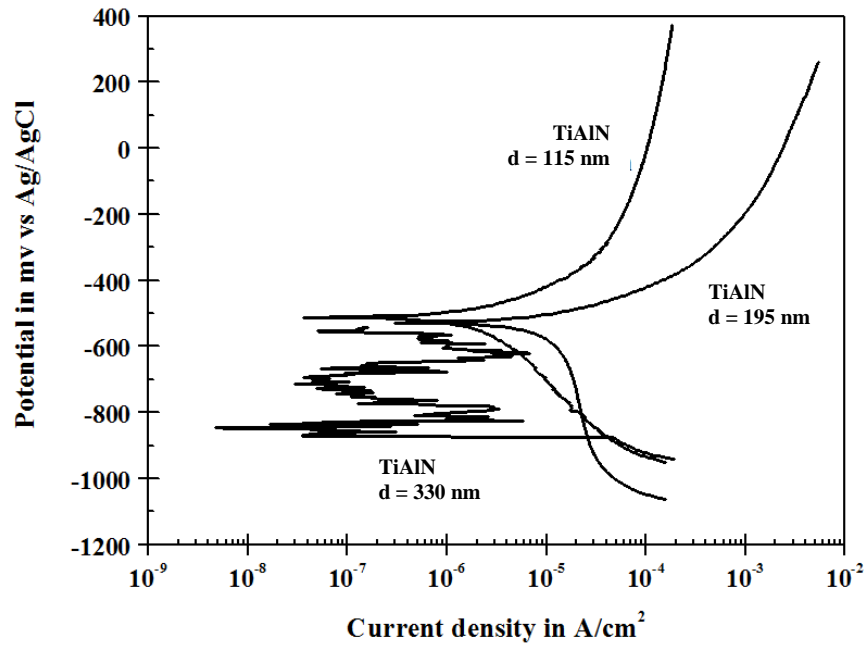


ภาพที่ 4-16 เส้นโค้งโพลาริเซชันของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบและไม่เคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

สำหรับสาเหตุที่ทำให้ชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีความทนทานต่อการกัดกร่อนสูงกว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เคลือบฟิล์ม เพราะภายในเนื้อฟิล์มบางซึ่งมีอะตอมของธาตุไททาเนียมและอะลูมิเนียมอยู่นั้นเมื่อสัมผัสกับธาตุออกซิเจนที่อยู่รอบๆ จะฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบางสารประกอบออกไซด์ปกคลุมผิวฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยฟิล์มบางที่เกิดขึ้นใหม่นี้มีสมบัติในการต้านทานการกัดกร่อนได้ดี (Liu & Duh, 2008) แสดงว่าฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากงานวิจัยนี้เป็นฟิล์มบางที่เมื่อเคลือบลงบนชิ้นงานแล้วแสดงสมบัติในการต้านทานการสึกหรอให้กับชิ้นงานได้ ซึ่งเป็นแนวทางหนึ่งในการช่วยปรับปรุงผิววัสดุเดิมจนมีความต้านทานการกัดกร่อนให้ดีขึ้น

เมื่อศึกษาผลของหนาฟิล์มที่มีต่อความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบางในงานวิจัยนี้พิจารณาจากเส้นโค้งโพลาริเซชัน ซึ่งพบว่าเส้นโค้งโพลาริเซชันมีค่าเปลี่ยนแปลงไปเมื่อเวลาในการเคลือบฟิล์มนานขึ้น (ภาพที่ 4-17) โดยค่าพารามิเตอร์ของการทดสอบการกัดกร่อนที่วิเคราะห์จากเส้นโค้งนี้แสดงดังในตารางที่ 4-3 โดยพบว่าฟิล์มที่เคลือบนาน 30 นาที (ความหนาเท่ากับ 115 nm) มีความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนเท่ากับ  $2.06 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  และ ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเท่ากับ -528.4 mv จากนั้นเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นเป็น 60 นาที (ความหนาเท่ากับ 195 nm) พบว่าค่าความหนาแน่นกระแสการกัดกร่อนลดลงเป็น  $1.70 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  แต่ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเพิ่มขึ้นเป็น -512.4 mv ส่วนผลการทดสอบการกัดกร่อนของฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 90 นาที (ความหนาเท่ากับ 330 nm) กรณีนี้พบว่าไม่สามารถวัดค่าพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องได้ ทั้งนี้จากการทดลองชี้ให้เห็นว่าฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบนาน (ฟิล์มมีความหนาเพิ่มมากขึ้น) จะมีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนได้ดีกว่าฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบน้อย (ฟิล์มมีความหนาไม่มาก) เนื่องจากเมื่อใช้เวลาในการเคลือบนานขึ้น ฟิล์มที่ได้จะมีความหนาเพิ่มขึ้น การกัดกร่อนไปยังผิวโลหะที่ถูกเคลือบทำได้ยาก อีกทั้งปริมาณธาตุอะลูมิเนียมในฟิล์มบางมีมากขึ้นจนเกิดชั้นฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์ปกคลุมชั้นของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งเรียกว่าเป็นชั้น passive ปกคลุมพื้นผิวหน้าฟิล์มบาง ทำหน้าที่ป้องกันเกิดการกัดกร่อนน้อยลง ส่งผลให้มีความเสถียรและคงทนต่อการกัดกร่อนได้เพิ่มขึ้นอีกด้วย สำหรับฟิล์มที่หนาที่สุดในงานวิจัยนี้ (ประมาณ 330 nm) พบว่าไม่สามารถวัดปริมาณทางไฟฟ้าการกัดกร่อนได้ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้เป็นฟิล์มบางของเซรามิกส์ซึ่งไม่นำไฟฟ้าทำให้ไม่สามารถวัดการกัดกร่อนด้วยวิธีนี้





ภาพที่ 4-17 เส้นโค้งโพลาริเซชันของฟิล์มบางไททานเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเวลาต่าง ๆ

# บทที่ 5

## สรุปผลและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผล

1. การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์: ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้พบว่ามีโครงสร้างผลึกแบบเฟส เซ็นเตอร์คิวบิก ระนาบ (111) และ ระนาบ (200) โดยพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ระนาบ (200) มีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มมีค่าอยู่ในช่วง 4.204 Å - 4.210 Å ส่วนขนาดผลึกมีค่าอยู่ในช่วง 22.8 nm ถึง 33.5 nm

1.2 อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความหนามีค่าลดลงจาก 194 nm เป็น 131 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 1.8 nm ถึง 2.7 nm

1.3 โครงสร้างของชั้นฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์

1.4 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยไททาเนียมลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ส่วนอะลูมิเนียมและไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่

2. การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์: ผลของกำลังไฟฟ้า

2.1 ฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้พบว่ามีโครงสร้างผลึกแบบเฟส เซ็นเตอร์คิวบิก ระนาบ (200) โดยพบว่าที่ กำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเท่ากับ 100 W ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แต่เมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเพิ่มขึ้นเป็น 230 W และ 360 W พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมที่เพิ่มขึ้น ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มมีค่าอยู่ในช่วง 4.210 Å - 4.213 Å ส่วนขนาดผลึกมีค่าอยู่ในช่วง 30.4 nm ถึง 33.4 nm

2.2 กำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมเพิ่มขึ้นความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 79 nm เป็น 226 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 1.3 nm ถึง 2.7 nm

2.5 โครงสร้างของชั้นฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์

2.4 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม กำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียมมีผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยไททาเนียมเพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้าของเป้าไททาเนียม อะลูมิเนียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง

### 3. การทดสอบการต้านการกัดกร่อนของฟิล์มบางไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

3.1 ฟิล์มไททาเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเมื่อแปรค่าความหนาพบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามค่าเวลาการเคลือบ และมีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก ระบาย (200) และ (220)

3.2 เวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์ม ฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์าร์ ทึบแน่นไม่มีช่องว่าง เมื่อเวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นเกรนของฟิล์มมีขนาดใหญ่ขึ้น ความหนาเพิ่มขึ้นจาก 115 nm เป็น 330 nm

3.3 ผลการทดสอบการต้านทานการกัดกร่อนพบว่า ชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มมีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนได้ดีกว่าชิ้นงานที่ไม่เคลือบฟิล์ม และความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนของชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มเพิ่มขึ้นตามความหนาฟิล์ม

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. เครื่องเคลือบที่ใช้มีขนาดเล็กทำให้สามารถเคลือบชิ้นงานได้ครั้งละหนึ่งชิ้น หากต้องการใช้งานจริงเชิงอุตสาหกรรมจำเป็นต้องมีการเคลือบอย่างต่อเนื่องและได้จำนวนมากในการเคลือบแต่ละครั้ง ดังนั้นจึงควรมีการปรับปรุงหรือพัฒนาเครื่องเคลือบที่มีขนาดใหญ่ขึ้น

2. ระบบฟิล์มบางในงานวิจัยนี้เป็นระบบฟิล์มบางที่ประกอบไปด้วยธาตุ 3 ชนิดเพียง 1 ชั้น อย่างไรก็ตามก็ตีแนวทางหนึ่งในการเพิ่มประสิทธิภาพยังสามารถทำได้โดยการเพิ่มธาตุชนิดที่ 4 หรือทำการเคลือบฟิล์มให้มีลักษณะเป็นระบบฟิล์มหลายชั้นซึ่งจะทำให้ชั้นเคลือบที่ได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น

3. การเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบด้วยเทคนิคซีพีแอสตีฟสปัตเตอร์ริงทำได้ค่อนข้างยากเนื่องจากเมื่อแปรค่าหรือเงื่อนไขในกระบวนการเคลือบมักส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เคลือบได้ จึงควรศึกษาเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้ เช่น เวลาการเคลือบ ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไปแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

## เอกสารอ้างอิง

- ประทีป วงศ์บัณฑิต. (2543). *การสร้างแผนภูมิพอร์แบบซ์ของเหล็กกล้าไร้สนิม 316L ในสารละลายที่มีคลอไรด์ผสม ด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมี*. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิศวกรรมโลหการ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- พิเชษฐ ลีมสุวรรณ และธเนศ รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปีดเตอริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 *รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม* (หน้า 163-166). กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- ภาณุพงศ์ กอประศรีสวัสดิ์. (2544). *ผลของไนโตรเจนต่อความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดออสเทนนิติกเกรด 304L*. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิศวกรรมโลหการ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- มติ ท่อประทุม. (2548). *การศึกษาฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยการเตรียมด้วยวิธี ดีซี รีแอคทีฟแมกนีตรอน สปีดเตอริง*. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ถาวรธิดา. (2540). การพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเตอริง. *รายงานการวิจัยประจำปี 2540. ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยบูรพา*.
- อารีรัตน์ สมหวังสกุล. (2556). *การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์ในไตรดด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- Armigliato, A., & Valdré, G. (1987). Analytical electron microscopy of Al/TiN contacts on silicon for applications to very large scale integrated devices. *Journal of Applied Physics*, 61, 390-396.
- Barsoum, M. W., Brodtkin, D., & El-Raghy, T. (1997). Layered machinable ceramics for high temperature applications. *Scripta Materialia*, 36, 535-541.
- Bhushan, B. (Ed). (2001). *Modern Tribology Handbook*. Florida: CRD Press LLC.
- Bhushan, B., & Gupta, B. K. (1991). *Handbook of Tribology*. New York: McGraw-Hill.
- Birkholz, M. (2006). *Thin Film Analysis by X-Ray Scattering*. Wiley-VCH.
- Bunshah, R.F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2<sup>nd</sup> ed.). New Jersey, Noyes.

- Buranawong, A., Witit-anun, N., Chaiyakun, S., Pokaipisit, A., & Limsuwan, L. (2011). The Effect of Titanium Current on Structure and Hardness of Aluminium Titanium Nitride Deposited by Reactive Unbalanced Magnetron Co-Sputtering. *Thin Solid Films*, 519, 4963-4968.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- Chen, J. T., Wang, J., Zhang, F., Zhang, G. A., Fan, X. Y., Wu, Z. G., & Yan, P. X. (2009). Characterization and temperature controlling property of TiAlN coatings deposition by reactive magnetron co-sputtering. *Journal of Alloys and Compounds*, 472, 91-96.
- Desmaison, J., Lefort, P., & Billy, M. (1979). Oxidation of titanium nitride in oxygen: Behavior of TiN<sub>0.83</sub> and TiN<sub>0.79</sub> plates. *Oxidation of Metals*, 13, 203-222.
- Devia, D. M., Restrepo-Parra, E., Arango, P. J., Tschiptschin, A. P., & Velez, J. M. (2011). TiAlN coatings deposited by triode magnetron sputtering varying the bias voltage. *Applied Surface Science*, 257, 6181-6185.
- Grzesik, W., Zalisz, Z., Krol, S., & Nieslony, P. (2006). Investigations on friction and wear mechanisms of the PVD-TiAlN coated carbide in dry sliding against steels and cast iron. *Wear*, 261, 1191-1200.
- Harish, C., Barshilia, K. Yogesh, & Rajam, K. S. (2009). Deposition of TiAlN coatings using reactive bipolar-pulsed direct current unbalanced magnetron sputtering. *Vacuum*, 83, 427-434.
- Jeong, J. J., Hwang, S. K., & Lee, C. M. (2002). Nitrogen flow rate dependence of the growth of TiAlN films deposited by reactive sputtering. *Surface Coatings & Technology*, 151-152, 82-85.
- Kim, G. S., Lee, S. Y., & Hahn, J. H. (2005). Properties of TiAlN coating synthesized by closed-field unbalanced magnetron sputtering. *Surface Coatings & Technology*, 193, 213-218.
- Klostermann, H., Böcher, B., Fietzke, F., Modes, T., & Zywitzki, O. (2005). Nanocomposite oxide and nitride hard coatings produced by pulse magnetron sputtering. *Surface Coatings & Technology*, 200, 760-764.
- Knotek, O., & Leyendecker, T. (1987). On the Structure of (Ti,Al)N-PVD Coating. *Journal of Solid State Chemistry*, 70, 318-322.

- Lee, S. Y., Wang, S. C., Chen, J. S., & Huang, J. L. (2007). Effects of nitrogen partial pressure on electrical properties and thermal stability of TiAlN films by ion beam sputter deposition. *Surface and Coatings Technology*, 202, 977-981.
- Liu, T.K., & Duh, G.J. (2008). Grain size effects on the corrosion behavior of Ni<sub>50.5</sub> Ti<sub>49.5</sub> and Ni<sub>45.6</sub> Ti<sub>49.3</sub> Al<sub>5.1</sub> films.. *J. Electroanal. Chem.* 618, 45-52.
- Mayhofer, P. H., Hörling, A., Karlsson, L., Sjöln, J., Larsson, T., Mitterer, C., & Hultman, L. (2003). Self-organized nanostructure in the Ti-Al-N system. *Applied Physics Letters*, 83, 2049-2051.
- McIntyre, D., Greene, J. E., Håkansson, G., Sundgren, J. E., & Münz, W. D. (1990). Oxidation of metastable single-phase polycrystalline Ti<sub>0.5</sub>Al<sub>0.5</sub>N films: Kinetics and mechanisms. *Journal of Applied Physics*, 67, 1542.
- McIntyre, D., Greene, J. E., Håkansson, G., Sundgren, J. E., & Münz, W. D. (1990). Oxidation of metastable single-phase polycrystalline Ti<sub>0.5</sub>Al<sub>0.5</sub>N films: Kinetics and mechanisms. *Journal of Applied Physics*, 67, 1542.
- Mei, F., Shao, N., Wei, L., & Li, G. (2005). Effect of N<sub>2</sub> partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters*, 59, 2210-2213.
- Mortensen, A. (Ed). (2007). *Concise Encyclopedia of Composite Materials* (2<sup>nd</sup> ed.). The Netherlands: AE Amsterdam.
- Münz, W. D. (1986). Titanium aluminum nitride films: A new alternative to TiN coatings. *Journal of Vacuum Sciences & Technology*, 4, 2117.
- Münz, W. D. (1991). The Unbalanced Magnetron: Current Status of Development. *Surface and Coatings Technology*, 48, 81-94.
- Niyomsoan, S., Grant, W., Olson, D. L., & Mishra, B. (2002). Variation of color in titanium and zirconium nitride decorative thin films. *Thin Solid Films*, 415, 187-194.
- Ohnuma, H., Nihira, N., Mitsuo, A., Toyoda, K., Kubota, K., & Aizawa, T. (2004). Effect of aluminum concentration on friction and wear properties of titanium aluminum nitride films. *Surface & Coatings Technology*, 177-178, 623-626.
- Park, M. H., & Kim, S. H. (2013). Temperature coefficient of resistivity of TiAlN films deposited by radio frequency magnetron sputtering. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23, 433-438.

- Porter, D. A., & Easterling, K. E. (1992). *Phase Transformations in Metals and Alloys* (2<sup>nd</sup> ed.). London: Chapman & Hall.
- Procopio, A. T., El-Raghy, T., & Barsoum, M. W. (2000). Synthesis of Ti<sub>4</sub>AlN<sub>3</sub> and Phase Equilibria in the Ti-Al-N System. *Metallurgical and Material Transaction A*, 31, 373-378.
- Rickerby, D. S., & Matthews, I. (1991). *Advanced Surface Coating: a Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman & Hall.
- Rohde, S. L., & Munz, W. D. (1991). *Sputter Deposition in Advanced Surface Coatings: A Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.
- Roquiny, Ph., Bodart, F., & Terwagn, G. (1999). Colour control of titanium nitride coatings produced by reactive magnetron sputtering at temperature less than 100 °C. *Surface and coating Technology*, 116-119, 278-283.
- Schuster, J. C., & Bauer, J. (1984). The ternary system titanium-aluminum-nitrogen. *Journal of Solid State Chemistry*, 53, 260-265.
- Shetty, A. R., Karimi, A., & Cantoni, M. (2011). Effect of deposition angle on the structure and properties of pulsed-DC magnetron sputtered TiAlN thin films. *Thin Solid Films*, 519, 4262-4270.
- Shew, B. Y., Huang, J. L., & Lii, D. F. (1997). Effects of r.f. bias and nitrogen flow rates on the reactive sputtering of TiAlN films. *Thin Solid Films*, 293, 212-219.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-Film Deposition : Principle and Practice*. New York: McGraw-Hill.
- Sproul, W. D. (1992). Unbalanced Magnetron Sputtering. In *35th Annual Technical Conference Proceedings* (pp.236-239). Society of Vacuum Coaters.
- Subramanian, B., Ashok, K., & Jayachandran, M. (2008). Effect of substrate temperature on the structural properties of magnetron sputtered titanium nitride thin films with brush plated nickel interlayer on mild steel. *Applied Surface Science*, 255, 2133-2138.
- Vossen, J. L., & Kerns, W. (1978). *Thin Films Processes*. New York: Academic Press.
- Wuhrer, R., & Yeung, W. Y. (2003). Effect of target–substrate working distance on magnetron sputter deposition of nanostructured titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, 49, 199-205.

- Wuhrer, R., & Yeung, W. Y. (2004). Grain refinement with increasing magnetron discharge power in sputtering deposition of nanostructure titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, *50*, 813-818.
- Yoo, Y. H., Le, D. P., Kim, J. G., Kim, S. K., & Vinh. (2008). Corrosion behavior of TiN, TiAlN, TiAlSiN thin films deposited on tool steel in the 3.5 wt.% NaCl solution. *Thin Solid Films*, *516*, 3544–3548.
- Zabinski, J. S., & Voevodin, A. A. (1890). Recent developments in the design, deposition, and processing of hard coatings. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, *16*, 1890.
- Zhao, S. S., Yang, Y., Li, J. B., Gong, J., & Sun, C. (2008). Effect of deposition processes on residual stress profiles along the thickness in (Ti,Al)N films. *Surface & Coatings Technology*, *202*, 5185-5189.
- Zhao, W., Mei, F., Dong, Y., & Li, G. (2006). Al<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>N hard coatings synthesized by reactive sputtering using mosaic target. *Journal of Materials Processing Technology*, *176*, 179-182.
- Zhou, T., Nie, P., Cai, X., & Chu, P. K. (2009). Influence of N<sub>2</sub> partial pressure on mechanical properties of (Ti,Al)N films deposited by reactive magnetron sputtering. *Vacuum*, *83*, 1057-1059.



**ภาคผนวก ก**  
**ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์**

# ผลงานทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์

\*\*\*\*\*

## ประชุมวิชาการระดับชาติ

พัชรี ภักดีเส่นหา, พรพิมล ฉัญญะภูมิ, สุรสิงห์ ไชยคุณ และ นิรันดร์ วิทิตอนันต์. 2557. ผลของกำลังสปีดเตอริงต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีเอ็กทีฟดีซีโคสปีดเตอริง. ในการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 6, 20-21 มีนาคม 2557, มหาวิทยาลัยบูรพา, ชลบุรี. 223-228.

การประชุมวิชาการระดับชาติวิทยาศาสตร์วิจัย ครั้งที่ 6

THE 6<sup>th</sup> SCIENCE RESEARCH CONFERENCE



รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ  
(Proceedings)

20-21 มีนาคม 2557  
มหาวิทยาลัยบูรพา ชลบุรี

## ผลของกำลังสเปตเตอริงต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีโคสเปตเตอริง

### Effect of Sputtering Power on Structure of Titanium Aluminium Nitride Thin Film Deposited by Reactive DC Co-Sputtering Method

พัชรี ปักดีเสหนะ<sup>1,2</sup>, พรพิมล ธัญญะภูมิ<sup>1,2</sup>, สุรสิงห์ ไชยคุณ<sup>1,2</sup> และ นรินทร์ วิฑิตอนันต์<sup>2\*</sup>

Pacharee Pakdeesahneha<sup>1,2</sup>, Pornpimol Thunyaphum<sup>1,2</sup>, Surasing Chaiyakun<sup>1,2</sup> and Nirun Witit-anun<sup>1,2\*</sup>

<sup>1</sup>ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

<sup>2</sup>ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ (ThEP) สบว. สกอ.

#### บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีโคสเปตเตอริงบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน เพื่อศึกษาผลของกำลังสเปตเตอริงของเป้าไทเทเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุ ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM และ EDX ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่า สีของฟิล์มแปรตามกำลังสเปตเตอริง ฟิล์มที่เคลือบได้แสดงโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) โครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้แปรไปตามกำลังสเปตเตอริง เมื่อกำลังสเปตเตอริงเพิ่มขึ้น พบว่า ขนาดผลึกมีค่าลดลงจาก 33.46 nm เป็น 30.47 nm ความหนาเพิ่มขึ้นจาก 79 nm เป็น 226 nm ขณะที่ความหยาบมีค่าอยู่ในช่วง 1.3 – 2.7 nm โดยองค์ประกอบธาตุในฟิล์มแปรค่าตามกำลังสเปตเตอริง

**คำสำคัญ :** ฟิล์มบาง / ไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ / สเปตเตอริง / รีแอคทีฟดีซีโคสเปตเตอริง

#### Abstract

Titanium aluminium nitride (TiAlN) thin films were deposited by reactive DC co-sputtering method on glass slide and silicon. The effect of titanium sputtering target power on the structure of the as-deposited film was investigated. The crystal structure, surface morphology, thickness and elemental composition were characterized by XRD, AFM and EDX, respectively. The results show that the film's color was varied with the sputtering power. The as-deposited films were composed of TiAlN with (200) planes. The structure of the as-deposited films were varied with the sputtering power, when the sputtering power increased. It was found that the crystal size decreased from 33.46 nm to 30.47 nm, the film's thickness increased from 79 nm to 226 nm, the roughness were in range of 1.3 – 2.7 nm, while the elemental composition of the as-deposited varied with the sputtering power.

**Keywords:** Thin films / titanium aluminium nitride / sputtering / reactive co-sputtering

\*Corresponding author. E-mail: nirun@buu.ac.th

## 1. บทนำ

ปัจจุบันการปรับปรุงผิวของวัสดุโดยการเคลือบด้วยสารที่เหมาะสมในลักษณะฟิล์มบาง (thin film) เพื่อให้มีสมบัติตามที่ต้องการ กำลังได้รับความสนใจจากนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรมทั่วโลก โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบแข็ง (hard coating) ในสภาวะอากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์ (sputtering) ซึ่งเป็นวิธีหนึ่งของการเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition ; PVD) ที่นอกจากให้ฟิล์มคุณภาพสูงแล้วยังเป็นกระบวนการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (environmental friendly) เพราะไม่ใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบ โดยชั้นเคลือบแข็งที่ใช้ในช่วงแรกคือ โทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เนื่องจากมีสมบัติเด่นหลายด้าน เช่น มีสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำ มีเสถียรภาพทางเคมีดี (Liu, Duh, Chung, & Wang, 2005; Su, Lin, Shiau, & Wu, 1993) มีความแข็งสูงประมาณ 20 GPa (Chu, Shum, & Shen, 2006) จึงนิยมนำมาใช้เคลือบเครื่องมืออุปกรณ์ตัดเจาะและเครื่องจักรกลในภาคอุตสาหกรรม (Cunha, Andritschky, Rebouta, & Pischow, 1999)

อย่างไรก็ดีฟิล์มบางโทเทเนียมไนไตรด์มีข้อจำกัดคือเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูงเกิน 500 °C ฟิล์มอาจเกิดออกซิเดชันแล้วหลุดทำให้ความแข็งของฟิล์มลดลง (Shum, Tam, Li, Zhou, & Shen, 2004) ทั้งนี้แนวทางหนึ่งในการแก้ปัญหาคือเติมอะตอมของธาตุบางชนิด เช่น อะลูมิเนียม (Al) ในโครงสร้างของโทเทเนียมไนไตรด์ เพื่อฟอร์มตัวเป็นโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ซึ่งมีคุณภาพดีกว่า ทั้งสมบัติเชิงกล เคมีและความร้อน มีความแข็งสูงประมาณ 35 GPa (Mei, Shao, Wei, & Li, 2005) ทั้งยังสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ถึง 800 °C (Kim, Lee, & Hahn, 2005) ทำให้ฟิล์มบางโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้รับความนิยมอย่างกว้างขวาง

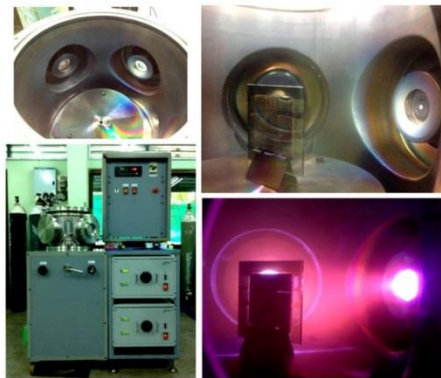
การเตรียมฟิล์มบางโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี แต่วิธีสปัตเตอร์ได้รับความนิยมมากที่สุดเพราะฟิล์มที่ได้มีการยึดติดตัวลวดรองรับดี อีกทั้งยังสามารถควบคุมโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่ได้ค่อนข้างง่าย ที่สำคัญสามารถขยายกระบวนการสู่ระดับอุตสาหกรรมได้อย่างไม่ยุ่งยาก ทั้งนี้การเตรียมฟิล์มบางโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์ยังอาจแบ่งได้เป็น 3 กลุ่ม คือ (1) กลุ่มใช้เป้าสารเคลือบแบบอัลลอยด์ (alloy target) โดยผสมโทเทเนียมและอะลูมิเนียมในอัตราส่วนที่ต้องการแล้วขึ้นรูปเป็นเป้าสารเคลือบ (Liu, Duh, Chung, & Wang, 2005) (2) กลุ่มใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก (mosaic target) โดยตัดอะลูมิเนียมให้มีขนาดต่าง ๆ แล้วอัดฝังลงในเนื้อโทเทเนียมที่เป็นสารเคลือบหลัก (Mei, Shao, Wei, & Li, 2005) และ (3) การใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม (co-target) วิธีนี้ใช้เป้าสารเคลือบของโทเทเนียมและอะลูมิเนียมแยกกันอย่างละหนึ่งชุด (Wuhrer & Yeung, 2003) ทำให้สามารถแปรค่าอัตราส่วนของโทเทเนียมและอะลูมิเนียมในเนื้อฟิล์มได้ตามที่ต้องการ โดยการควบคุมกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบแต่ละชุด

โดยทั่วไปโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่ได้จากวิธีสปัตเตอร์อาจต่างกันไปตามเงื่อนไขการเคลือบ เช่น ความดัน กำลังไฟฟ้า อัตราไหลแก๊ส ฯลฯ ทั้งนี้การเตรียมฟิล์มบางโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เพื่อให้มีโครงสร้างระดับนาโนในส่วนใหญ่ ต้องใช้กระแสและไฟฟ้าสูงหรือ ต้องให้ความร้อนและความดันที่ต่างกันของตัวลวดรองรับ (Ramana, Kumar, David, & Saju, 2004) รวมถึงกำลังสปัตเตอร์ที่จ่ายให้เป้าสารเคลือบส่งผลโดยตรงต่อโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มเป็นอย่างมากอีกด้วย (Wuhrer & Yeung, 2004) ทำให้การศึกษาลักษณะของเงื่อนไขการเคลือบที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มยังสำคัญและจำเป็นต้องการวิจัยด้านฟิล์มบางต่อไป บทความวิจัยนี้เป็นการรายงานการเตรียมฟิล์มบางโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนโดยไม่ให้ความร้อนหรือความดันที่ต่างกันของตัวลวดรองรับด้วยวิธีสปัตเตอร์ที่พิเศษคือสปัตเตอร์ เพื่อศึกษาของเงื่อนไขการเคลือบ ได้แก่ กำลังสปัตเตอร์ของเป้าโทเทเนียมที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD, AFM และ EDX ตามลำดับ สำหรับใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการวิจัยต่อไป

## 2. วิธีการ

ฟิล์มบางโทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานนี้ เตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ที่พิเศษคือสปัตเตอร์ จากเครื่องเคลือบในสภาวะสุญญากาศ (รูปที่ 1) ห้องเคลือบทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm มีเป้าสารเคลือบเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm จำนวน 2 ชุด ได้แก่ โทเทเนียม (99.97%) และ อะลูมิเนียม (99.9995%) สำหรับแก๊สในกระบวนการเคลือบได้แก่ แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และ แก๊สไนโตรเจน (99.999%) เป็นแก๊สไอพริกิริยา การจ่ายแก๊สผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลของ MKS รุ่น type247D เครื่องสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบลมแบบแปร้อและเครื่องสูบลมโรตารีเป็นเครื่องสูบลม ใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER รุ่น TPG262

ขั้นตอนการเคลือบเริ่มจากนำตัวลวดรองรับได้แก่ กระดาษโลหะ ขนาด 2.5x7.5 cm และ ซิลิกอน ขนาด 1.0x1.0 cm<sup>2</sup> เข้าห้องเคลือบ วางห่างจากเป้าสารเคลือบเท่ากับ 10 cm ลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5.0x10<sup>-5</sup> mbar ปล่อยแก๊สเข้าห้องเคลือบผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สในหน่วยลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (Standard Cubic Centimeters per Minute; sccm) โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 16 sccm และแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 10 sccm ให้กำลังสปัตเตอร์เป้าอะลูมิเนียม (Al) คงที่เท่ากับ 65 W และแปรค่ากำลังสปัตเตอร์ของเป้าโทเทเนียม เท่ากับ 100, 230 และ 360 W โดยฟิล์มแต่ละชุดเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 1)



รูปที่ 1 ลักษณะของเครื่องเคลือบและพลาสมาขณะเคลือบ

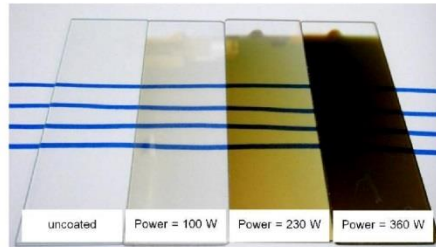
ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบ

พารามิเตอร์	รายละเอียด
วิธีการเคลือบ	Reactive DC co-sputtering
ระยะห่างจากเป้าสารเคลือบ	10 cm
วัสดุรองรับ	Si-wafer, glass slide
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	room temperature
เป้าสารเคลือบ	Ti (99.997%) Al (99.9995%)
กำลังสเปคเตอริง; Ti	100, 230, 360 W
กำลังสเปคเตอริง; Al	65 W
ความดันพื้น	$5.0 \times 10^{-5}$ mbar
ความดันขณะเคลือบ	$5.0 \times 10^{-3}$ mbar
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน	16 sccm
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	10 sccm
เวลาการเคลือบ	60 min

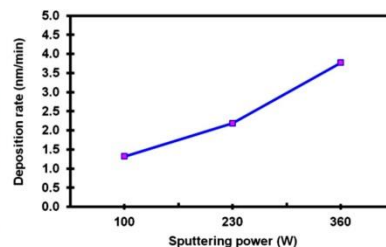
ฟิล์มที่ได้นำไปศึกษาโครงสร้างผลึก ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ของ Bruker รุ่น D8 โดยใช้ Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) ตรวจวัดแบบ 2 $\theta$ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (grazing incident angle) เท่ากับ 2 $^{\circ}$  สแกน 2 $\theta$  จาก 20 $^{\circ}$  ถึง 80 $^{\circ}$  ขนาดผลึก (crystal size) คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ตามสมการของ Scherrer ศึกษาองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO 1450VP สำหรับลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิวศึกษาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope ของ Veeco Instruments Inc. รุ่น Nanoscope IV

### 3. ผลและอภิปราย

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ทั้งหมดทุกเงื่อนไขพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน สารเคลือบกระจายตัวสม่ำเสมอ ส่องผ่านแสงได้บางส่วน ฟิล์มที่เคลือบได้มีสีน้ำตาลอ่อน น้ำตาลและน้ำตาลเข้มซึ่งแปรตามกำลังสเปคเตอริงที่ใช้ในการเคลือบ (รูปที่ 2) สำหรับอัตราเคลือบคำนวณจากความหนาฟิล์มหารด้วยเวลาการเคลือบ (รูปที่ 3) พบว่าเมื่อใช้กำลังสเปคเตอริงของเป้าไทเทเนียมเท่ากับ 100 W อัตราเคลือบมีค่าเท่ากับ 1.3 nm/min และเพิ่มขึ้นเป็น 3.8 nm/min เมื่อกำลังสเปคเตอริงเท่ากับ 360 W สอดคล้องกับงานวิจัยของ Wuhrer and Yeuug (2004) เนื่องจากเมื่อกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการสเปคเตอริงเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ทำให้อัตราการสเปคเตอริงไทเทเนียมจากเป้าสารเคลือบออกมารวมกับอะลูมิเนียมและไนโตรเจน แล้วพอร์มตัวเป็นฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบบนวัสดุรองรับมีโอกาสูงขึ้น เป็นผลให้อัตราเคลือบฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์สูงขึ้นด้วย



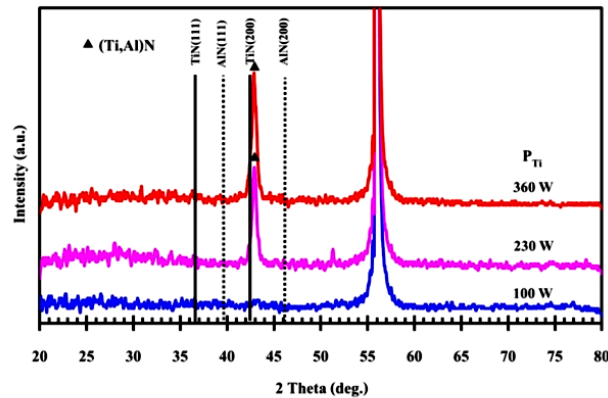
รูปที่ 2 ลักษณะและสีของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกำลังสเปคเตอริงต่างๆ



รูปที่ 3 อัตราเคลือบของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกำลังสเปคเตอริงต่างๆ

สำหรับโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ซึ่งแสดงในรูปที่ 4 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามกำลังสเปคโตริงที่จ่ายให้กับเป้าไทเทเนียม ที่ใช้กำลังสเปคโตริงเท่ากับ 100 W ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้กำลังสเปคโตริงต่ำฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน เมื่อกำลังสเปคโตริงเพิ่มขึ้นเป็น 230 W และ 360 W ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $42.38^\circ$  และ  $42.82^\circ$  ตามลำดับ ซึ่งตรงกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) สอดคล้องกับงานวิจัยของ Park and Kim (2013) ซึ่งพบว่าเมื่อใช้กำลังสเปคโตริงที่จ่ายให้เป้าสารเคลือบต่ำ ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน และเปลี่ยนโครงสร้างเป็นผลึก เมื่อกำลังสเปคโตริงเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้น เนื่องจากโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้สัมพันธ์กับพลังงานของอะตอมสารเคลือบที่เพิ่มขึ้นตามกำลังสเปคโตริงของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานมากพอในการฟอร์มตัวเป็นผลึกของฟิล์มบางในที่สุด

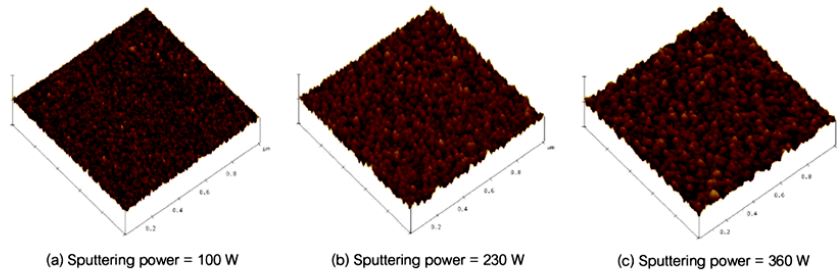
อย่างไรก็ดีเนื่องจากไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีลักษณะเป็นสารละลายของแข็ง (solid solution) การพิจารณาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ใช้การพิจารณาเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ พิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ที่เป็นตำแหน่งอ้างอิงจากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 มีค่าแลตทิซเท่ากับ 4.241 Å เทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ (รูปที่ 4) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เลื่อนไปทางขวา ลักษณะที่ได้เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Liu, Duh, Chung, and Wang (2005) ซึ่งอธิบายว่าค่าแลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีขนาดเล็กกว่าค่าแลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ เนื่องจากอะตอมของอะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่อะตอมของไทเทเนียมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ ทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้มีค่าน้อยกว่าค่ามาตรฐานของไทเทเนียมไนไตรด์ เป็นผลให้ตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเลื่อนไปทางขวานั้นเอง



รูปที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกำลังสเปคโตริงต่างๆ

ตารางที่ 2 ค่าแลตทิซ ขนาดผลึก ความหนาและความหนาผิวของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยสเปคโตริง

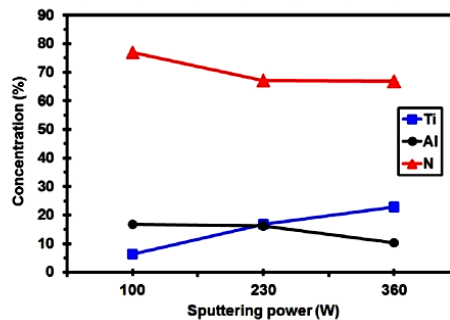
กำลังสเปคโตริง (W)	ค่าแลตทิซ (Å)	ขนาดผลึก (nm)	ความหนา (nm)	ความหนาผิว (nm)
100	-	-	79	1.3
230	4.210	33.46	131	2.7
360	4.213	30.47	226	2.4



รูปที่ 5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกำลังสเปดเตอริงต่างๆ จากเทคนิค AFM

รูปที่ 5 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM แบบ 3 มิติ พบว่าที่กำลังสเปดเตอริงของเป้าไทเทเนียม 100 W เกรนที่ปรากฏมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กกระจายทั่วผิวนำของฟิล์ม เมื่อกำลังสเปดเตอริงเพิ่มขึ้นเป็น 230 W เกรนของฟิล์มเริ่มเกาะกลุ่มกันมีขนาดใหญ่ขึ้น และที่กำลังสเปดเตอริงเพิ่มเป็น 360 W ลักษณะผิวนำของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะแหลมสูงและต่ำกระจายทั่วผิวนำของฟิล์มที่เคลือบ โดยค่าความหยาบผิวของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 1.3 – 2.7 nm ความหนาของฟิล์มเพิ่มจาก 79 nm เป็น 226 nm ตามกำลังไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น ดังตารางที่ 2 จากการศึกษาลักษณะพื้นผิวฟิล์มบางด้วยเทคนิค AFM พบว่า ความหยาบผิว ความหนา ตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงตามกำลังสเปดเตอริงของเป้าไทเทเนียม เนื่องจากการเพิ่มกำลังสเปดเตอริงเป้าไทเทเนียม ส่งผลให้พลังงานของอะตอมสารเคลือบให้มีพลังงานมากพอในการเกาะกลุ่มรวมตัวกัน มีขนาดใหญ่ขึ้นจนทำให้เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นตามไปด้วย นอกจากนี้การเพิ่มกำลังสเปดเตอริงเป้าไทเทเนียมยังทำให้มีไทเทเนียมหลุดจากเป้าสารเคลือบออกมารวมตัวกับอะลูมิเนียมและไนโตรเจน แล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางเคลือบบนวัสดุรองรับมากขึ้น จนฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นตามลำดับ

เมื่อนำฟิล์มที่เคลือบได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มประกอบด้วยไทเทเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ซึ่งเปลี่ยนแปลงไปตามกำลังสเปดเตอริงของเป้าไทเทเนียมดังแสดงในรูปที่ 6 โดยพบว่า เมื่อกำลังสเปดเตอริงของเป้าไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 100 W เป็น 360 W องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ ไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 6.27% เป็น 22.87% ขณะที่อะลูมิเนียมลดลงจาก 16.82% เป็น 10.28% เนื่องจากอะตอมไทเทเนียมถูกสเปดเตอริงออกจากเป้าสารเคลือบเพิ่มมากขึ้นตามกำลังสเปดเตอริงของเป้าไทเทเนียมและแทนที่อะตอมอะลูมิเนียมในโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ทำให้อัตราส่วนของอะลูมิเนียมในฟิล์มมีปริมาณลดลง ปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มบางมีค่าค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลง มีค่าอยู่ในช่วง 66.85% ถึง 76.91% แสดงว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิห้องได้สำเร็จ



รูปที่ 6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยกำลังสเปดเตอริงต่างๆ จากเทคนิค EDX



#### 4. บทสรุป

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ ถูกเตรียมด้วยวิธีรีดอกซ์พีดีซีโคสปีดเตอริง บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ฟิล์มที่เคลือบบนกระจกสไลด์มีลักษณะเรียบเนียนส่งผ่านแสงได้บางส่วน สีของฟิล์มแปรตามกำลังสปีดเตอริงจากสีน้ำตาลอ่อน เป็นน้ำตาล และน้ำตาลเข้ม โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนาและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่ได้แปรตามกำลังสปีดเตอริงของเป้าไทเทเนียม ทั้งนี้เมื่อใช้กำลังสปีดเตอริงต่ำ ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน และเปลี่ยนเป็นผลึกเมื่อกำลังสปีดเตอริงเพิ่มขึ้น ตรงกับไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ระบาย (200) โดยมีค่าคงที่แลตทิซอยู่ในช่วง 4.210 – 4.213 Å ทั้งนี้เมื่อกำลังสปีดเตอริงของเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าลดลงจาก 33.46 nm เป็น 30.47 nm ความหนาเพิ่มขึ้นจาก 79 nm เป็น 226 nm ความหนาผิวมีค่าในช่วง 1.3 – 2.7 nm สำหรับองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่ามีไทเทเนียม (Ti) อะลูมิเนียม (Al) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ขึ้นกับกำลังสปีดเตอริงของเป้าไทเทเนียม

#### 5. กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก "ทุนอุดหนุนการวิจัย งบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) มหาวิทยาลัยบูรพา" ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงลงได้เป็นอย่างดี และขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ในการทำวิจัย

#### 6. เอกสารอ้างอิง

- Chu, K., Shum, P.W. and Shen, Y.G. (2006). Substrate bias effects on mechanical and tribological properties of substitutional solid solution (Ti, Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering. *Materials Science & Engineering B*, 131, 62-71.
- Cunha, L., Andritschky, M., Rebouta, L. and Pischow, K. (1999). Corrosion of CrN and TiAlN coatings in chloride-containing atmospheres. *Surface and Coatings Technology*, 116-119, 1152-1160.
- Mei, F., Shao, N., Wei, L. and Li, G. (2005). Effect of N<sub>2</sub> partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters*, 59, 2210-2213.
- Kim, G., Lee, S. and Hahn, J. (2005). Properties of TiAlN coating synthesized by closed-field unbalanced magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 193, 213-218.
- Liu, G.T., Duh, J.G., Chung, K.H. and Wang, J.H. (2005). Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti,Al)N coatings on dental alloys. *Surface and Coatings Technology*, 200, 2100-2105.
- Park, M.H. and Kim, S.H. (2013). Temperature coefficient of resistivity of TiAlN films deposited by radio frequency magnetron sputtering. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23, 433-438.
- Ramana, J.V., Kumar, S., David, C. and Saju, V.S. (2004). Structure, composition and microhardness of (Ti,Al)N and (Ti,Al)N coatings prepared by DC magnetron sputtering. *Materials Letters*, 58, 2553-2558.
- Shum, P.W., Tam, W.C., Li, K.Y., Zhou, Z.F. and Shen, Y.G. (2004). Mechanical and tribological properties of titanium-aluminium-nitride films deposited by reactive close-field unbalance magnetron sputtering. *Wear*, 257, 1030-1040.
- Su, Y.L., Lin, J.S., Shiau, L.I. and Wu, J.D. (1993). A tribological investigation of physical vapour deposition TiN coatings paired with surface treated steels for machine element applications. *Wear*, 167, 73-83.
- Wuhrer, R. and Yeung, W.Y. (2003). Effect of target-substrate working distance on magnetron sputter deposition of nanostructured titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, 49, 199-205.
- Wuhrer, R. and Yeung, W.Y. (2004). Grain refinement with increasing magnetron discharge power in sputtering deposition of nanostructure titanium aluminium nitride coatings. *Scripta Materialia*, 50, 813-818.

**ภาคผนวก ข**  
**ประวัตินักวิจัย**

**ประวัตินักวิจัย**  
**นายนิรันดร์ วิทอนันต์**

**หัวหน้าโครงการวิจัย**

**ข้อมูลส่วนตัว**

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



**ประวัติการศึกษา**

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

**สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ**

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวมนาโน, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน

\*\*\*\*\*

**ประวัติส่วนตัว**  
**นายสุรสิงห์ ไชยคุณ**

**นักวิจัย**

**ข้อมูลส่วนตัว**

ชื่อ-นามสกุล นายสุรสิงห์ ไชยคุณ  
ตำแหน่งทางวิชาการ รองศาสตราจารย์  
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง  
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา  
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.  
โทรศัพท์/โทรสาร (038) 745-900 ต่อ 3084  
E-mail s-chaikhun@hotmail.com



**ประวัติการศึกษา**

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

**สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ**

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน

\*\*\*\*\*