



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอน

โคสไปตเตอร์ริงสำหรับงานด้านเคลือบเพื่อความสวยงาม

Preparation of Titanium Carbide Thin Films by DC Magnetron

Co-sputtering for Decorative Coating

อรรถพล เชยสุภเกตต์

ธনীสธา รัตน์ะ

สุรสิงห์ ไชยคุณ

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559

คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

รหัสโครงการ 2559A10802162

สัญญาเลขที่ 97/2559

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอน

โคสปีดเตอริงสำหรับงานด้านเคลือบเพื่อความสวยงาม

Preparation of Titanium Carbide Thin Films by DC Magnetron
Co-sputtering for Decorative Coating

อรรถพล เขยศุภเกตุ

ธนัสถา รัตนะ

สุรสิงห์ ไชยคุณ

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้

จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 97/2559

ชื่อโครงการ:	การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง สำหรับงานด้านเคลือบเพื่อความสวยงาม	
นักวิจัย:	ดร.อรรถพล เขยศุภเกตุ ดร.ธนัสถา รัตน์ะ รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ	หัวหน้าโครงการ นักวิจัย นักวิจัย
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยบูรพา	
คณะ:	วิทยาศาสตร์	ภาควิชา: ฟิสิกส์

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนวัสดุรองรับต่างๆ ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง โดยได้ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม และเวลาในการเคลือบที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วย XRD, SEM, AFM, Raman spectroscopy, XPS และ UV-vis spectrophotometry จากผลการทดลองของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ พบว่า ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก และเมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้น มีผลทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึก ความหนาผิว ขนาดเกรน ความหนาและอัตราส่วนของไทเทเนียมต่อคาร์บอนมีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ เป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่มีสีเทา ส่วนผลการทดลองของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ด้วยเวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่า เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มมีความเป็นผลึก ความหนาผิว ขนาดเกรน ความหนาและค่าการสะท้อนแสงเพิ่มขึ้น แต่ทำให้อัตราส่วนของไทเทเนียมต่อคาร์บอนมีค่าลดลง โดยผลการวัดสีในระบบ CIE L*a*b* พบว่าสีของฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้ที่เวลาต่างๆ อยู่ในโทนสีเทา

คำสำคัญ: ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์/ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง/ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม/ เวลาในการเคลือบ

Research Title: Preparation of Titanium Carbide Thin Films by DC Magnetron
Co-sputtering for Decorative Coating

Researcher: Dr.Attapol Choeysupaket
Dr.Tanattha Rattana
Assoc.Prof.Dr.Surasing Chaiyakun

University: Burapha University

Faculty: Sciences

Department: Physics

Abstract

Titanium carbide (TiC) thin films were deposited on different substrates by DC magnetron co-sputtering technique. The effects of Ti target current and deposition time on physical properties of the deposited films were investigated using XRD, SEM, AFM, Raman spectroscopy, XPS and UV-vis spectrophotometry. In the experiment of Ti target current, the results showed that TiC films with face-centered cubic phase were successfully deposited on Si wafers and glass slides. By increasing Ti target current, it could be observed that the crystallinity, surface roughness, grain size, thickness and Ti/C ratio of films were increased. At the Ti target current of 500 mA, all deposited films on different substrates were TiC compound with grey color. In the experiment of increasing deposition time, the results showed that the crystallinity, surface roughness thickness and optical reflectance of TiC films were increased but on the other hand, the Ti/C ratio of film was decreased. The color measuring of CIE L*a*b* system showed that all deposited films with different deposition time were tone of grey.

Keywords: Titanium carbide thin film/ DC magnetron co-sputtering/ Ti target current/
Deposition time

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อ	ii
ABSTRACT	iii
สารบัญเรื่อง	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญภาพ	vii
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.4 ขอบเขตของการวิจัย	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 กระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2.2 กระบวนการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง	6
2.3 ระบบการเคลือบแบบ ดีซี สปีดเทอริง	7
2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเทอริง	9
2.5 ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเทอริง	12
2.6 การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง	14
2.6.1 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	14
2.6.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	16
2.6.3 กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม	19
2.6.4 X-ray photoelectron spectroscopy	23
2.6.5 รามานสเปกโทรสโกปี	28
2.6.6 Ultraviolet-Visible Spectrophotometry	32
2.7 การวัดสี	34

	หน้า
2.8 ไทเทเนียมคาร์ไบด์	35
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	36
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	
3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	39
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง	40
3.3 การสร้างสภาวะสุญญากาศ	42
3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	44
3.5 แนวทางการทดลอง	45
บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล	
4.1 ผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม	47
4.1.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	47
4.1.2 ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	52
4.1.3 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	60
4.1.4 ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	65
4.2 ผลของเวลาในการเคลือบ	78
4.2.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	78
4.2.2 ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	79
4.2.3 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	84
4.2.4 ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์	88
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผล	93
5.2 ข้อเสนอแนะ	94
เอกสารอ้างอิง	95
ผลผลิต	100
ประวัตินักวิจัย	108

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า	
2-1	โครงสร้างผลึกและแลตทิซพารามิเตอร์ของไทเทเนียมคาร์ไบด์เฟสต่างๆ	35
3-1	เงื่อนไขของการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	45
3-2	เงื่อนไขของการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ	46
4-1	ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	51
4-2	ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	51
4-3	ความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	56
4-4	ความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	57
4-5	ความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	58
4-6	อัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	63
4-7	ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการเคลือบต่างๆ	79
4-8	ความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ	82
4-9	อัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	86

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	7
2-3 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง	8
2-4 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปีดเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	8
2-5 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	10
2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแบบต่าง ๆ	10
2-7 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป่าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปีดเตอริง	11
2-8 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง	12
2-9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบผลึก	15
2-10 ส่วนประกอบต่าง ๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	17
2-11 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของชิ้นงานตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ	18
2-12 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope ในแบบ AFM	20
2-13 ลักษณะของแรงที่กระทำระหว่างอะตอมที่ระยะห่างระหว่างวัตถุต่างกัน	20
2-14 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) แบบ Multimode	21
2-15 การเกิดโฟโตอิเล็กตรอน	24
2-16 สเปกตรัม XPS ของไทเทเนียมคาร์ไบด์	26
2-17 องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง XPS	28
2-18 ไดอะแกรมการกระเจิงแบบรามาน	30
2-19 สเปกตรัมรามานของเอทานอลที่ถูกกระตุ้นด้วยเลเซอร์ความยาวคลื่น 532 nm	31
2-20 ไดอะแกรมของเครื่องรามานสเปกโทรมิเตอร์	32
2-21 ไดอะแกรมของเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer แบบลำแสงคู่	33
2-22 ความสัมพันธ์ของค่า CIE L*a*b* color index ในสามมิติ	34

ภาพที่	หน้า
3-1 เครื่องเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย	41
3-2 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง	41
3-3 ไดอะแกรมระบบเครื่องสุญญากาศของระบบเคลือบสปีดเตอริง	43
4-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	48
4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	48
4-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	49
4-4 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	50
4-5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	52
4-6 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	53
4-7 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	56
4-8 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	57
4-9 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	59

ภาพที่	หน้า
4-25 ความสว่าง L^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	75
4-26 ค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ	76
4-27 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขเวลาในการเคลือบต่างๆ	78
4-28 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ	80
4-29 ภาควัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ	81
4-30 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	83
4-31 Raman spectra ของแผ่นซิลิกอนและฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบ 10 min	84
4-32 Raman spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เวลาในการเคลือบเท่ากับ 20 min และ 30 min	85
4-33 C1s XPS spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	87
4-34 Ti2p XPS spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	87
4-35 ภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	89
4-36 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	90
4-37 ความสว่าง L^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	91
4-38 ค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ	92

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ในปัจจุบันวัสดุหรืออุปกรณ์ในงานด้านอุปกรณ์ที่ใช้ในงานตัดเจาะรวมทั้งชิ้นส่วนของเครื่องจักรกลที่ใช้ในงานที่มีการเสียดสีหรือมีอัตราการสึกหรอของชิ้นงานสูง จำเป็นต้องมีการเคลือบผิวด้วยชั้นฟิล์มเพื่อปกป้องผิวของตัววัสดุ ซึ่งชั้นฟิล์มที่ใช้เคลือบผิวดังกล่าวจำเป็นต้องมีความแข็งแรงที่สูงมากยังต้องมีคุณสมบัติทนต่อสีกหรือที่สูง มีจุดหลอมเหลวที่สูงและมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่ต่ำ โดยฟิล์มที่เป็นใช้เคลือบผิววัสดุในงานดังกล่าวจะเป็นกลุ่มโลหะคาร์ไบด์หรือโลหะไนไตรด์เป็นส่วนใหญ่ โดยเฉพาะฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC) ซึ่งเป็นสารประกอบคาร์ไบด์ตัวหนึ่งที่ถูกนิยมนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เพราะนอกจากจะมีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับใช้ในงานเคลือบเพื่อปกป้องผิววัสดุแล้ว ยังมีคุณสมบัติอีกหลายๆ ด้านที่น่าสนใจ เช่น นำไฟฟ้าได้ดี มีความเสถียรทางเคมีสูง ทำให้ถูกนำไปใช้เป็นขั้วอิเล็กโทรด หรือใช้เป็นตัว Catalysis เป็นต้น (Shanaghi et al., 2013; Groot et al., 1991; Lee et al., 2002; Cozza et al., 2013)

นอกจากนี้ฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ยังถูกนำไปประยุกต์ใช้ในการเคลือบผิววัสดุเพื่อความสวยงาม (Decorative coating) เช่น ใช้เคลือบบนตัวเรือนนาฬิกาหรือตัวเรือนเครื่องประดับที่ทำจากวัสดุสแตนเลส ซึ่งจะช่วยให้ตัวเรือนเครื่องประดับมีสีสันทันที่ดูน่าสนใจและเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับชิ้นงานเครื่องประดับด้วย โดยสีของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์จะมีลักษณะสีอยู่ในโทนสีดำ ซึ่งอุตสาหกรรมเคลือบผิวเครื่องประดับในต่างประเทศได้มีการวิจัยการเคลือบผิวตัวเรือนเครื่องประดับด้วยฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์จนสามารถผลิตเป็นสินค้าเครื่องประดับออกไปจำหน่ายได้แล้ว

ซึ่งกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์สามารถเตรียมได้หลายวิธี ทั้งวิธีไอระเหยทางเคมี (Chemical vapour deposition ; CVD) และวิธีไอระเหยทางฟิสิกส์ (Physical vapour deposition ; PVD) (Shanaghi et al., 2012; Lin et al., 2008; Kusano et al., 1999) โดยการเคลือบผิวโดยวิธี CVD ต้องใช้อุณหภูมิสูงในกระบวนการเคลือบบนวัสดุรองรับ ทำให้มีข้อจำกัดของชนิดวัสดุรองรับที่ใช้เคลือบ ในขณะที่การเคลือบผิวโดยวิธี PVD อุณหภูมิในกระบวนการเคลือบบนวัสดุรองรับมีค่าต่ำ ทำให้สามารถเคลือบบนวัสดุรองรับได้หลากหลายชนิด โดยเทคนิคสเปตเตอริง (Sputtering) เป็นวิธีการเคลือบทาง PVD วิธีหนึ่งที่ยอดนิยมใช้ในการเคลือบฟิล์มบางในเชิงอุตสาหกรรม โดยข้อดีหลายอย่าง เช่น ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราการเคลือบของฟิล์มได้ง่าย สามารถเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับได้หลากหลายชนิดและสามารถปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบ

ฟิล์ม เช่น ความดัน อัตราการไหลของแก๊ส กำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบฟิล์ม และอุณหภูมิของวัสดุรองรับ เป็นต้น

จากรายละเอียดข้างต้น ผู้วิจัยจึงมีความสนใจในการศึกษากระบวนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ลงบนวัสดุที่ใช้เป็นตัวเรือนเครื่องประดับ โดยใช้การเคลือบด้วยวิธีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริงที่ใช้เป้าแบบร่วม (Co-target หรือ Dual target) โดยเป้าสารเคลือบที่ใช้เคลือบเป็นไทเทเนียมและแกรไฟต์ เพื่อศึกษาถึงผลของสัดส่วนปริมาณไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพด้านต่างๆของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ เช่น ทางโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและทางแสง รวมถึงเพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพด้านต่างๆ ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยเช่นกัน โดยคณะผู้วิจัยเชื่อว่าผลการศึกษาในงานวิจัยนี้ จะเป็นแนวทางหนึ่งในการพัฒนาองค์ความรู้ รวมถึงเป็นข้อมูลพื้นฐานในการนำไปประยุกต์ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพของกระบวนการเคลือบผิววัสดุเพื่อความสวยงามในเชิงอุตสาหกรรมให้มีคุณภาพที่ดีขึ้น เพื่อเพิ่มขีดความสามารถแข่งขันของภาคอุตสาหกรรมในประเทศและต่างประเทศต่อไปได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง
2. เพื่อศึกษาผลของปริมาณไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์
3. เพื่อศึกษาผลของเวลาในการเคลือบที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ทราบขั้นตอนและกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง ทราบผลของปริมาณไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์ม และผลของเวลาในการเคลือบ เพื่อหาความสัมพันธ์ของเงื่อนไขการเคลือบที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ รวมถึงเป็นข้อมูลพื้นฐานในการนำไปประยุกต์ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพของกระบวนการเคลือบผิววัสดุเพื่อความสวยงามในเชิงอุตสาหกรรม

1.4 ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน โครสปัตเตอร์ริง โดยใช้เป้าสารเคลือบเป็นไทเทเนียมและแกรไฟต์ ซึ่งทำการเคลือบบนวัสดุรองรับ 3 ชนิด คือแผ่นซิลิกอน แผ่นสแตนเลสสตีล และกระจกสไลด์ ตัวแปรที่ต้องการศึกษาคือ ผลของปริมาณไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มและเวลาใช้ในการเคลือบฟิล์ม ส่วนสมบัติทางกายภาพของฟิล์มที่จะศึกษาคือ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมี ลักษณะสี และคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ โดยใช้เทคนิค XRD, SEM, AFM, XPS, Raman spectroscopy และ UV-Vis spectrophotometer

บทที่ 2

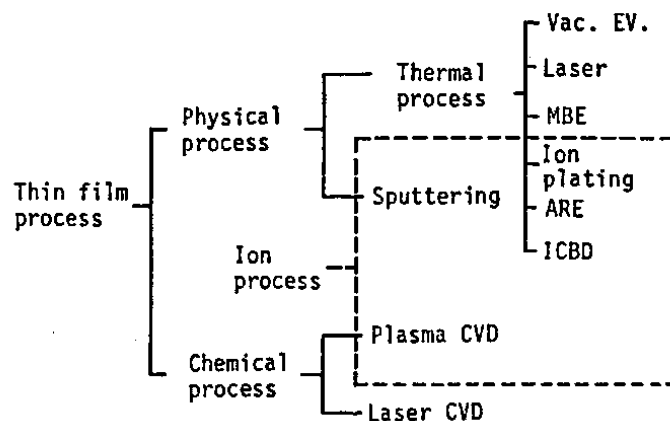
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบาง (Thin film deposition) ในสุญญากาศครั้งแรกทำโดย Bunsen และ Grove ในปี ค.ศ.1852 โดยพื้นฐานแล้วแนวคิดเกี่ยวกับการเคลือบในสุญญากาศหรือการเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางมาก ในระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตร ซึ่งฟิล์มบาง คือ ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ การเคลือบฟิล์มในสุญญากาศแบ่งได้เป็น 2 ประเภท (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่

1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธี Plasma CVD และ วิธี Laser CVD เป็นต้น

2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นต้น



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

การเคลือบในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดจากผิวสารตั้งต้น แล้วฟุ้งกระจายวิ่งไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของ

ฟิล์มในที่สุด แบ่งได้เป็น 2 วิธีหลัก ๆ (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยในสุญญากาศ โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอแล้วฟุ้งกระจายไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบาง การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยาก คือ การให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้า นอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron beam evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc evaporation) และการให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radiofrequency heating)

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ซึ่งการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงจะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

การเคลือบฟิล์มบางเป็นกระบวนการที่ทำให้สารเคลือบตกเคลือบลงบนผิววัสดุรองรับที่ต้องการ ซึ่งสามารถทำได้ทั้งกระบวนการทางเคมีหรือกระบวนการทางฟิสิกส์ โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้ คือ

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) โดยทั่วไปแล้วสารเคลือบอาจอยู่ในรูปของแข็ง ของเหลว ไอหรือแก๊สก็ได้ แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอระเหยเท่านั้น ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) โดยในภาวะสุญญากาศ ไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรงไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

2.2 กระบวนการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-2) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected ion and neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary electron emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 \AA ต่อพลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

1.4 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target material structural rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered surface layer

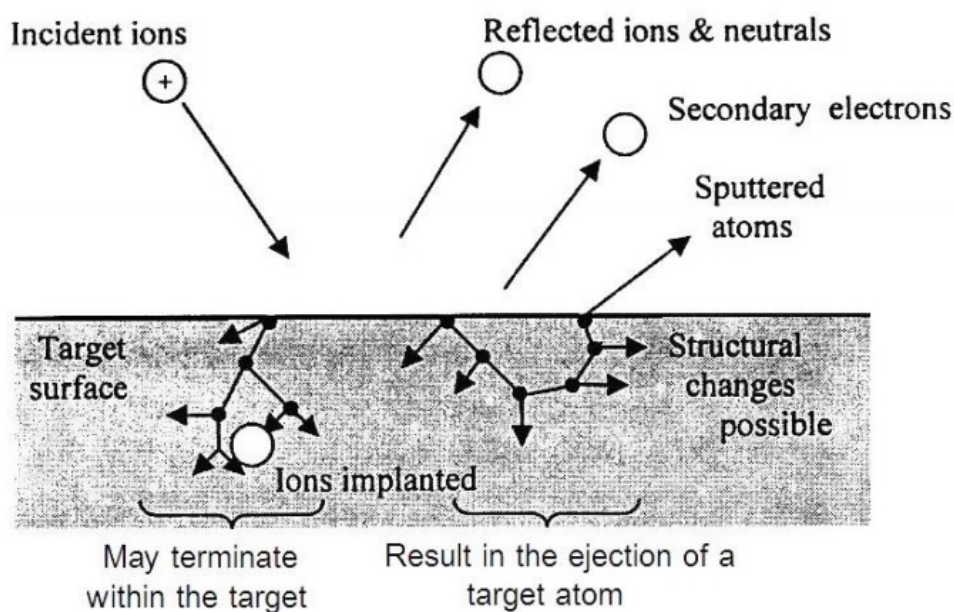
1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอริง

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อุณหภูมิที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบแล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอร์ริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากป็นไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากป็นไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอร์ริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

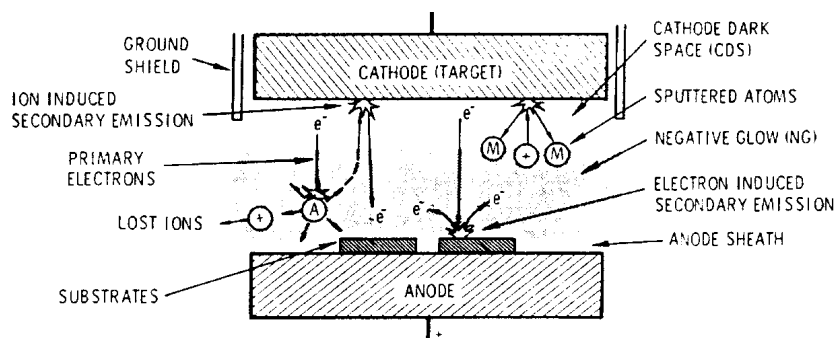


ภาพที่ 2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

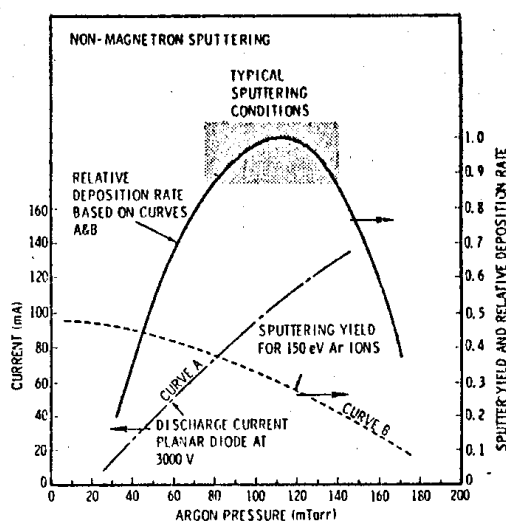
2.3 ระบบการเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง อย่างง่ายที่สุด แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-3 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตน์, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ประกอบด้วยแคโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างแคโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟ

โกลว์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโกลว์ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยิลด์สูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดิสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออนในเซชันจะรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้ตรงที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างแคโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาตรน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโทรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2-3 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง (Bunshah, 1994)



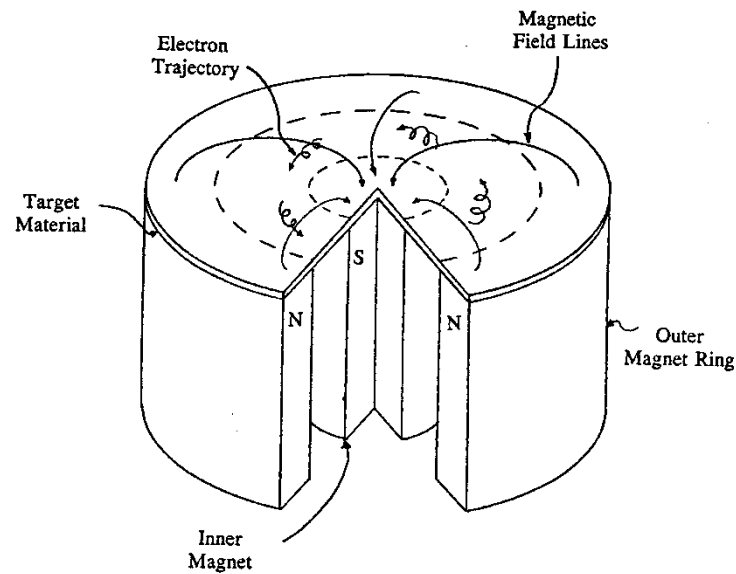
ภาพที่ 2-4 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่ายิลด์และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงในภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลดการชนระหว่าง โมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียนิ่งภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของอีลด์จากการสปัตเตอริงมีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างอีลด์และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่ากระบวนการสปัตเตอริงนิเกิดเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอริงคือบริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$ ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547)

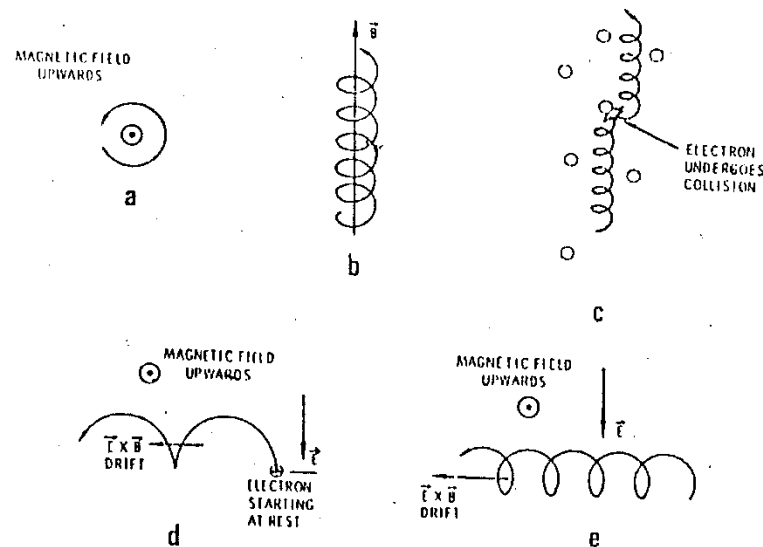
2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง

อัตราการเกิดสปัตเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างอีลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มอีลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปัตเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ 1.33×10^{-5} mbar นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปัตเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาระบบใหม่เรียกว่า ระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศขนานกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-5) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-5 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Rickerby & Matthews, 1991)

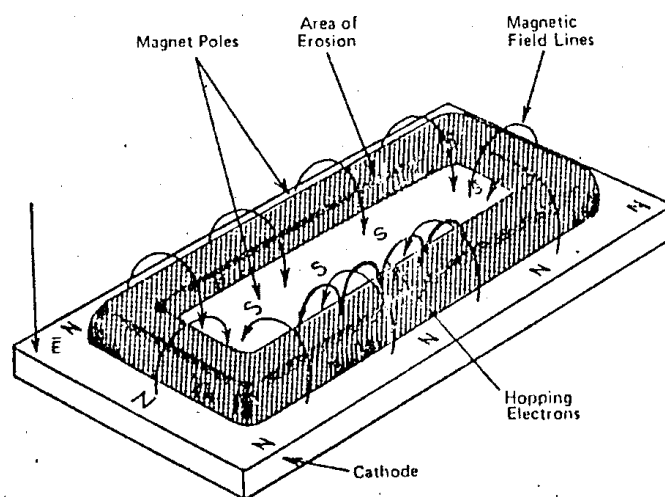


ภาพที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแบบต่าง ๆ (Bunshah, 1994)

ระบบสปัดเตอริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าจะเรียกว่า สนามตามยาวจะทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์ดิสชาร์จเปลี่ยนแปลงไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดีกรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวางโดยกระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้ หลังจากที่ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง

ออกมา อิเล็กตรอนชุดที่สองจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกับภาพที่ 2-6 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักอยู่ในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้แคโทด และเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนตามแนวผิวหน้าของแคโทด (ภาพที่ 2-7) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนตัวใดที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนชุดที่สองมากขึ้นเป็นผลทำให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงมากและเกิดใกล้ผิวแคโทด ทำให้เกิดสเปซชาร์จจากไอออนบวกสูงที่ผิวแคโทด ซึ่งอาจสั้นกว่าระยะปลดการชน ใน ดีซี สปีดเตอริงที่ความดันใช้งานมาก แรงเคลื่อนไฟฟ้าทั้งหมดจะครอบคลุมบริเวณนี้และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซใน ดีซี สปีดเตอริง ขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบแมกนีตรอนสปีดเตอริง ลดลงทั่วไปมีค่าประมาณ 300 - 800 V

ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนที่สูงมากในระบบแมกนีตรอนและพลาสมาที่เกิดขึ้นจะเข้มข้นมาก บริเวณเป้าสารเคลือบทำให้อัตราการสปีดเตอริงของระบบนี้มีค่าสูง ขณะที่ความดันในระบบจะมีค่าต่ำ แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ที่ทุกค่าของอัตราการสปีดเตอริง แมกนีตรอน สปีดเตอริงทรงกระบอกทั่วไปมีอัตราการสปีดเตอริงสูงกว่า $1.0 \mu\text{m}/\text{min}$ และมีอัตราเคลือบสูงกว่า $0.2 \mu\text{m}/\text{min}$ ความหนาแน่นกระแสที่ผิวแคโทด ประมาณ $20.0 \text{ mA}/\text{cm}^2$ แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าระหว่าง 300 - 800 V ที่ความดันประมาณ $5.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ ประสิทธิภาพการเคลือบสูงชันกว่า 10 เท่าตัว นอกจากนี้ยังสามารถขยายสเกลใช้กับระบบสปีดเตอริงขนาดใหญ่ได้ง่ายเมื่อออกแบบใช้งานร่วมกับไดโอดสปีดเตอริง ระบบสามารถเคลือบได้ที่ความดันต่ำถึง 10^{-5} mbar

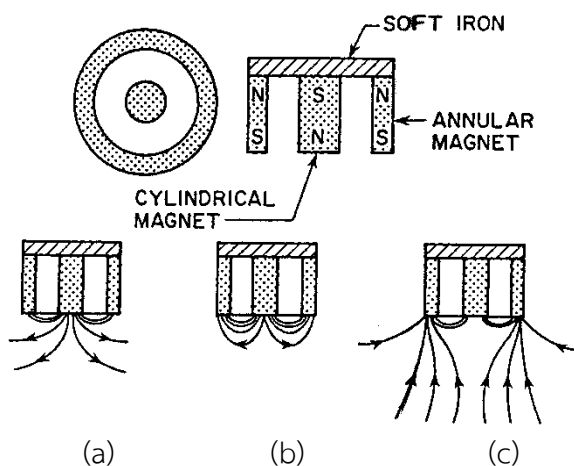


ภาพที่ 2-7 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักกร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปีดเตอริง (Chapman, 1980)

2.5 ระบบเคลือบแบบ อังบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

ในการเคลือบฟิล์มพบว่าถ้าระดมยิงไอออนระหว่างการเกิดฟิล์มจะเป็นการเปลี่ยนแปลงฟิล์มหลายอย่างเช่น พฤติกรรมการเกิดนิวเคลียส (Nucleation behavior) 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) ในเนื้อฟิล์มน้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion) และทนต่อการขัดสี (Wear resistance) มากยิ่งขึ้น โดยการลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้สามารถทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอสให้กับวัสดุรองรับ แต่ก็จะทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (Defects) ภายในเกรน (Grain) ของฟิล์มมากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับลดลง ปัญหานี้สามารถแก้ได้โดยการเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออน (อัตราส่วนของไอออน/อะตอมสารเคลือบ) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอังบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (Unbalanced magnetron sputtering) (Rohde & Munz, 1991; Sproul, 1992)



ภาพที่ 2-8 ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอังบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

(Rickerby & Matthews, 1991)

ระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่า การติดตั้งแม่เหล็กที่แคโทดของระบบ สปีดเตอริงปกติ นั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าหรือน้อยกว่าอีกด้าน หนึ่งแล้วสนามแม่เหล็กที่แคโทดจะมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิง วัสดุรองรับนั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรงการจัดแม่เหล็ก ของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-8 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-8 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-8 (b))

ถ้าจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-8 (a) ไอออนที่ระดมยิงวัสดุรองรับจะมีค่าต่ำ (อัตราส่วนไอออน/ อะตอมสารเคลือบประมาณ 0.25 : 1) ส่วนการจัดแม่เหล็กตามภาพที่ 2-8 (c) ไอออนที่ระดมยิง วัสดุรองรับจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราส่วนไอออน/ อะตอมสารเคลือบมีค่าสูงขึ้นคือประมาณ 2 : 1 (เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบแอสต่ำ) ปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มที่นำแนวคิดนี้ไปประยุกต์ใช้อย่าง แพร่หลาย ซึ่งมีทั้งที่ใช้แม่เหล็กแบบถาวรและแม่เหล็กไฟฟ้า จากการศึกษาของ Musil และ Kadlec ที่ระบบเคลือบใช้อันบาลานซ์พลาสมาแมกนีตรอนเดี่ยวและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า 2 ขด เคลือบ ไทเทเนียมไนไตรด์ที่ระยะเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับประมาณ 200.0 mm โดยใช้ความต่างศักย์ ไบแอสในช่วง -5 ถึง -100 V พบว่าสามารถทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสสูงถึง 6.0 mA/cm² ซึ่งสูง มากพอสำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรม (Munz, 1991)

หากพิจารณาเปรียบเทียบระบบสปีดเตอริงทั้ง 3 ระบบจะพบว่าในกรณีระบบสปีดเตอริงปกติ นั้นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการไอออไนซ์จะวิ่งไปจับที่แอโนดโดยไม่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสปีดเตอริง เลย ดังนั้นเพื่อให้ระบบสปีดเตอริงมีประสิทธิภาพมากขึ้นจึงมีแนวคิดที่จะนำอิเล็กตรอนเหล่านี้เข้ามา ช่วยในกระบวนการสปีดเตอริงซึ่งทำได้โดยการใช้สนามแม่เหล็กช่วยจึงเกิดระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ซึ่งเป็นที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยทำให้เกิดอิเล็กตรอนบริเวณหน้าแคโทดเพิ่มขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอน เหล่านี้จะมีส่วนช่วยทำให้กระบวนการสปีดเตอริงคงอยู่อย่างต่อเนื่อง จากอำนาจของสนามแม่เหล็ก จะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งทำให้เกิดการไอออไนซ์อะตอมแก๊สเฉื่อยสูงขึ้น นอกจากนี้ สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบมี ลักษณะเป็นการชนแบบซ้ำ ๆ ต่อเนื่องกันทำให้เกิดอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมาในปริมาณมากขึ้นซึ่ง ทำให้เกิดการสปีดเตอริงมากตามไปด้วย แต่ก็ยังมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงซึ่งสามารถจะหลุด ออกจากอำนาจของสนามแม่เหล็กนี้ได้ซึ่งจะวิ่งเข้าหาขั้วแอโนดโดยทันที สำหรับในระบบอันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง นั้นอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดออกจากสนามแม่เหล็กจะถูกยึดไว้ด้วยเส้น แรงแม่เหล็กส่วนเกินของระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นทางโค้งไปตามเส้นแรงแม่เหล็กเข้าชนกับอะตอมของ แก๊สเฉื่อยและเกิดการไอออไนซ์เป็นพลาสมาชุดที่สองบริเวณผิวหน้าวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่น กระแสที่วัสดุรองรับมีค่าสูงมากกว่าในระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ปกติมาก (ประมาณ 5.0 - 10.0

mA/cm² ปกติมีค่าน้อยกว่า 1.0 mA/cm²) โดยพลาสมาที่เกิดขึ้นนี้จะมีส่วนช่วยในการเคลือบฟิล์มที่เรียกว่า Ion-assisted deposition ซึ่งจะให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความหนาแน่นสูงและมีการยึดติดดีมาก (Munz, 1991)

2.6 การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

2.6.1 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)

เทคนิคการวิเคราะห์วัสดุด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis) ได้มีการนำมาใช้เพื่อแยกแยะโครงสร้างผลึกของชิ้นงานตัวอย่าง โดยอาศัยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างเทียบกับค่ามาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะอาศัยลำรังสีเอกซ์ (X-ray beam) ที่มีค่าความยาวคลื่นเป็น λ จากแหล่งกำเนิดพุ่งเข้าชนกับผิวเคลือบ ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนเกิดขึ้น ความเข้มของลำรังสีที่เลี้ยวเบนออกมานั้นจะถูกเก็บบันทึกในรูปของฟังก์ชันของมุมการเลี้ยวเบน (Diffracted angle, θ) โดยความเข้มของสัญญาณ (Intensity) จะมีค่าไม่เป็นศูนย์ถ้ามุมของการเลี้ยวเบนเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law)

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

เมื่อ d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (hkl) แต่ละดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices)

n คือ เลขจำนวนเต็มที่แสดง order of diffraction

θ คือ มุมสะท้อนของรังสีเอกซ์

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

ธาตุหรือสารประกอบทั่วไปจะประกอบด้วยอะตอมที่จัดเรียงตัวในแลตทิซ (Lattice) โดยมีรูปทรงและระยะห่างเหมือนกันและมีหน่วยเซลล์ (Unit cell) เป็นหน่วยที่เล็กที่สุดที่บ่งบอกถึงโครงสร้างผลึกของธาตุหรือสารประกอบนั้น ๆ การเรียงตัวอย่างสมมาตรในสามมิตินี้ทำให้ผลึกประพฤติตัวเสมือนเป็นเกรตติงเลี้ยวเบน (Diffraction grating) เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีความถี่ค่าหนึ่งตกกระทบลงบนวัตถุ อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์ที่กระทำกับอิเล็กตรอนในอะตอม จะส่งผลทำให้อิเล็กตรอนสั่นด้วยความถี่เท่ากับความถี่ของรังสีเอกซ์ และปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาในทุกทิศทุกทางด้วยความถี่คงเดิม ถ้าการเลี้ยวเบนเกิดกับอะตอมภายในผลึกที่เรียงตัวห่างเป็นระยะทางเท่า ๆ กัน รังสีเอกซ์ที่ปลดปล่อยออกมานั้นจะเกิดการแทรกสอดกัน สัญญาณที่เกิดการแทรกสอดแบบเสริมกัน

เมื่อมุมตกกระทบมีค่าเท่ากับมุมสะท้อนและที่บางค่ามุม โดยที่การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะเกิดจากอะตอมในระนาบต่าง ๆ ที่ขนานและมีระยะห่างเท่า ๆ กัน ดังภาพที่ 2-9 เราสามารถคำนวณหา d ของระนาบที่เกิดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้ โดยใช้สมการของแบรกก์ดังกล่าวข้างต้น นำค่า d ของหลาย ๆ ระนาบไปคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซได้อีกด้วย

นอกจากนี้ สามารถนำผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ไปคำนวณหาขนาดของเม็ดผลึกหรือเกรน (Grain size) ได้จากสมการของเชอร์เรอร์ (Scherrer's equation) ดังต่อไปนี้

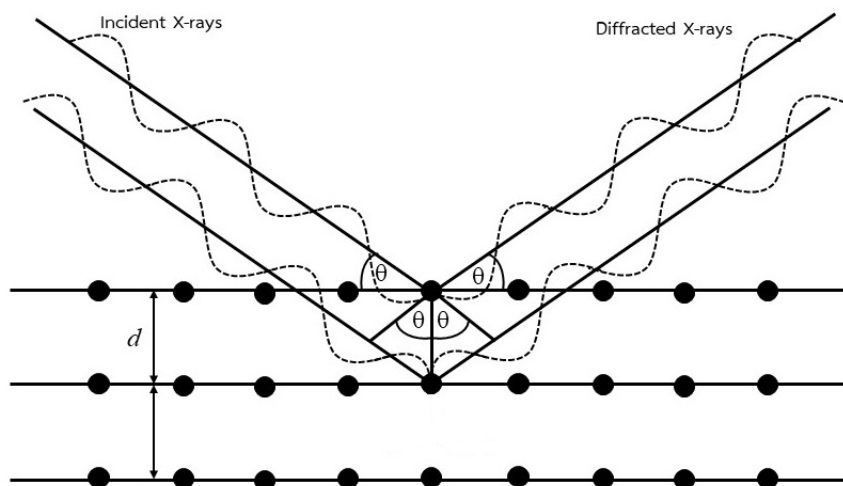
$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-2)$$

เมื่อ L คือ ขนาดของเกรน

k คือ ค่าคงที่ของเชอร์เรอร์ที่ขึ้นกับรูปร่างของผลึก ซึ่งในที่นี้มีค่าเท่ากับ 0.94 สำหรับผลึกทรงกลมที่มีโครงสร้างลูกบาศก์แบบสมมาตร

β คือ ความกว้างที่ครึ่งของความสูงพีค (Full Width at Half Maximum, FWHM)

θ คือ ครึ่งของมุมการเลี้ยวเบนที่ศูนย์กลางพีค



ภาพที่ 2-9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบผลึก

ในการทดสอบบางครั้ง มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์อาจมีการเลื่อนไปในตำแหน่งมุมที่สูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากผลของความเค้นตกค้าง (Residual stress) ในผิวของสารเคลือบ ส่วนความเข้ม (Intensity) ของสัญญาณที่ได้นั้นอาจจะไม่เป็นไปตามค่ามาตรฐาน JCPDS เพราะเกิดการจัดเรียงตัวในทิศทางที่ชอบ (Prefer orientation) ต่างกันของอะตอมในชั้นเคลือบ นอกจากนี้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ยังสามารถให้ข้อมูลที่บ่งบอกถึงส่วนผสมทางเคมีของเฟส (Phase composition) และค่าแลตทิซ (Lattice) อีกด้วย

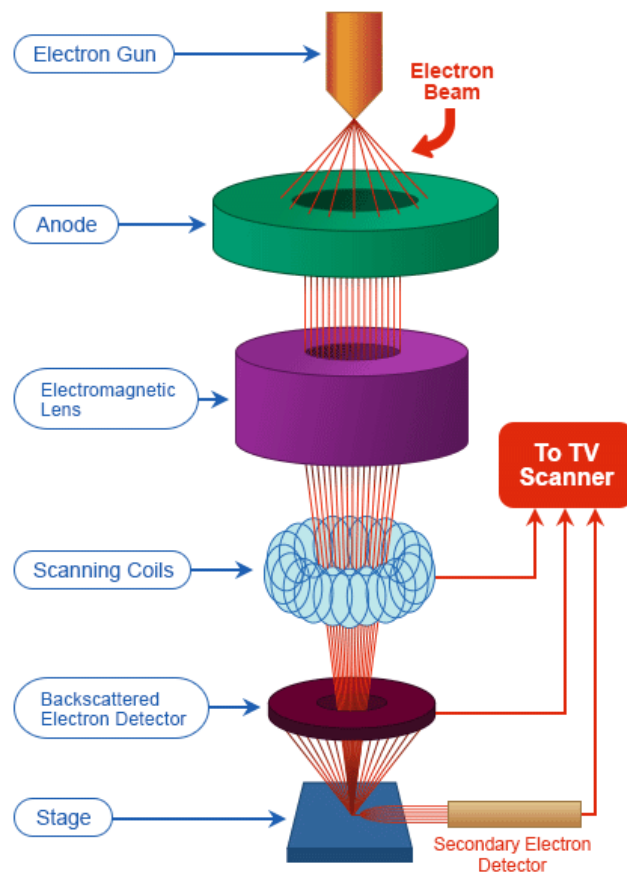
ซึ่งปัจจุบันนิยมใช้วิธี θ - 2θ ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (θ - 2θ Diffractometer method) เทคนิคนี้ใช้ความยาวคลื่นเดียวตกกระทบตัวอย่าง ซึ่งอาจเป็นผลึกเดี่ยวหรือวัสดุหลายผลึกก็ได้ ในเทคนิคนี้ตัวอย่างจะหมุนไปเป็นมุม θ ในขณะที่อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณของรังสีเอกซ์ (X-ray detector) จะเคลื่อนที่ไปเป็นมุม 2θ เพื่อให้การเลี้ยวเบนสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ (บัญชา ธนบุญสมบัติ, 2544)

2.6.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นเครื่องมือที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน ใช้ในการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) หรือโครงสร้างทางจุลภาค (Microstructure) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นเครื่องมือที่มีกำลังขยายมากกว่า 3000 เท่า จนถึงมากกว่า 100000 เท่า โดยการแจกแจงรายละเอียดของภาพมีความเป็นไปได้ถึงประมาณ 1 nm จึงเป็นเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพในการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง เนื่องจากสามารถใช้ศึกษาวิเคราะห์ลักษณะของชิ้นงานตัวอย่างในระดับเล็กที่ไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่า และจำแนกรายละเอียดได้ไม่ว่าจะเป็นการใช้งานทางด้าน การแพทย์ ชีววิทยา เคมี วัสดุศาสตร์ และอื่น ๆ อีกจำนวนมาก

ส่วนประกอบและหลักการทำงานโดยสังเขปของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพที่ 2-10 ด้านบนสุดของเครื่องเป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนที่เรียกว่าปืนอิเล็กตรอน (Electron gun) ทำหน้าที่ผลิตลำอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งให้สแกนลงบนชิ้นงานตัวอย่างที่บรรจุอยู่ในห้องสุญญากาศ ลำอิเล็กตรอนนี้เราเรียกว่าอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) อิเล็กตรอนปฐมภูมินี้จะไปตกกระทบที่บริเวณพื้นผิวของตัวอย่างซึ่งมีสภาพสุญญากาศด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้าเร่ง (Accelerating voltage) ให้เคลื่อนที่ลงมาตามแนวด้านซ้ายไปขวา โดยทิศทางการเคลื่อนที่จะถูกควบคุมด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic lens) และปริมาณของอิเล็กตรอนจะถูกควบคุมโดยช่องเปิด (Aperture) ซึ่งมีขนาดไม่เท่ากันตามลักษณะการใช้งาน โดยกลุ่มของอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าที่เรียกว่าเลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) กลายเป็นลำอิเล็กตรอน (Electron beam) เลนส์คอนเดนเซอร์นับว่าเป็นอุปกรณ์ที่มีความสำคัญที่สุดต่อการควบคุมแสงอิเล็กตรอน (Electron optics) เพราะเป็นเลนส์ที่ทำ

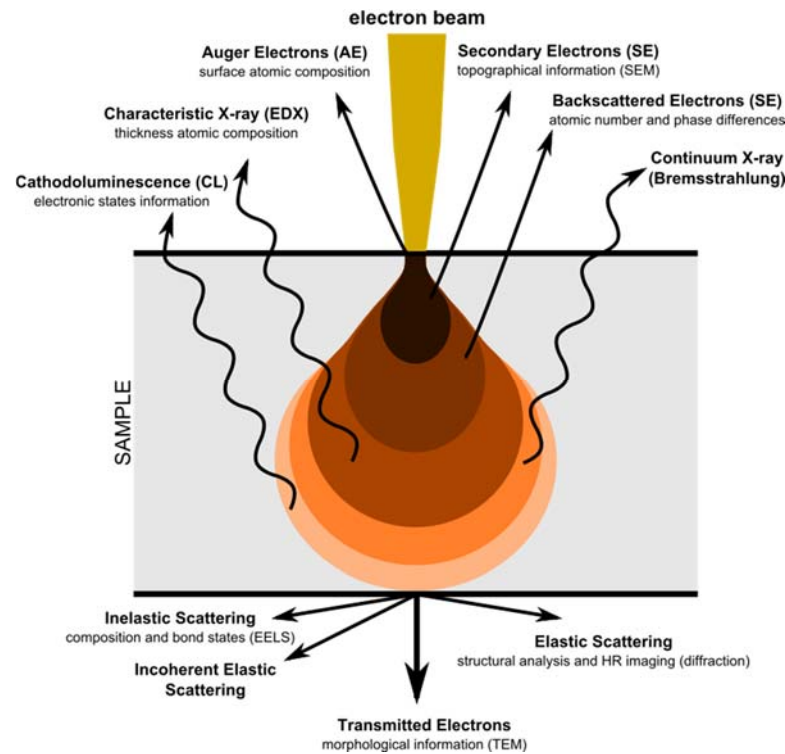
หน้าที่ป้อนลำอิเล็กตรอนที่วิ่งลงมาจากแหล่งกำเนิดให้เป็นลำที่มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเล็กลง หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งผ่านเลนส์วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่จับโฟกัสของลำอิเล็กตรอนให้ไปตกกระทบบนผิวของตัวอย่าง โดยมีคอยล์สแกน (Scanning coil) ทำหน้าที่กวาดลำอิเล็กตรอนไปบนผิวของตัวอย่างภายในกรอบพื้นที่ที่ละเอียดเล็ก ๆ



ภาพที่ 2-10 ส่วนประกอบต่าง ๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (เข้าถึงได้จาก : <http://www.nanoimages.com/sem-technology-overview/>)

ขณะที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุ และเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ออกมาดังภาพที่ 2-11 ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ที่เกิดขึ้น ได้แก่ สัญญาณภาพจาก

อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron image, SEI) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered electron image, BEI) และสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-ray image, XRI)



ภาพที่ 2-11 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของชิ้นงานตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ (เข้าถึงได้จาก : https://en.wikipedia.org/wiki/Electron_microscope)

สัญญาณที่ใช้ในการประมวลผลภาพสามารถแบ่งได้ดังนี้

1) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron image, SEI) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำช่วง 3-5 eV เกิดที่พื้นผิวระดับลึกไม่เกิน 10 nm โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ

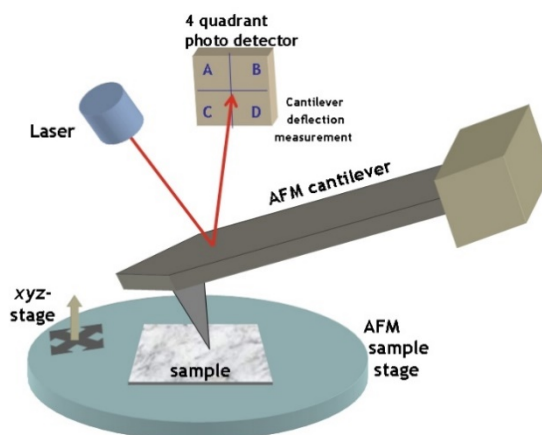
2) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered electron image, BEI) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมาซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 nm

3) สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-ray image, XRI) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่างๆ ถูกกระตุ้น หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรทำให้อะตอมต้องรักษาสภาพสมดุลของโครงสร้างรวมภายในอะตอมโดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจร

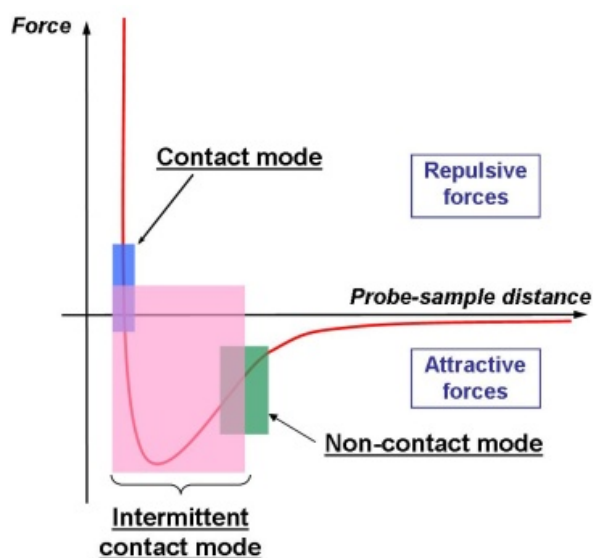
ถัดไปเข้ามาแทนที่ เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนมีพลังงานสูงกว่าจึงต้องลดพลังงานลงโดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพสัญญาณ ภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้ โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการตรวจวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณภาพแต่ละชนิด

2.6.3 กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM)

ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่สำคัญคือ ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม ซึ่งเทคนิคที่นิยมใช้ในการหาลักษณะนี้ คือ กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope) หรือ AFM เป็นกล้องจุลทรรศน์ชนิดหัวอ่านส่องกราด (Scanning Probe Microscopes, SPMs) ชนิดหนึ่ง ซึ่ง จตุพร วุฒิกนกกาญจน์ (2542) ได้อธิบายหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ไว้ดังนี้ คือ AFM เป็นเทคนิคประเภทหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy ซึ่งเป็นเทคนิคที่สามารถใช้ในการดูสภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่าง ๆ ได้ โดยมีหลักการพื้นฐาน คือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็ก (Probe tip) ที่ทำจากวัสดุ Silicon nitride (Si_3N_4) ซึ่งเป็นเข็มขนาดเล็กประมาณ 10 นาโนเมตร เคลื่อนที่สแกน (Scanning) ไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุโดยการควบคุมของตัว Piezoelectric Scanner จะเกิดแรงที่กระทำต่อคาน (Cantilever) ของเข็มตรวจวัด ซึ่งสภาพผิวของวัสดุที่แตกต่างกันไป จะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัด แตกต่างกันไป (ตัวคานที่มีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ (Bending) เกิดขึ้น ทำให้เลเซอร์ที่ยิงไปบนคานของเข็มตรวจวัดเปลี่ยนแปลงตามสภาพพื้นผิวของวัสดุ ซึ่งสามารถถูกตรวจวัดได้โดย Photodetector ดังภาพที่ 2-12 จากนั้นคอมพิวเตอร์ก็จะแปลงสัญญาณออกมาเป็นภาพของพื้นผิวที่ทำการตรวจสอบ จึงทำให้ได้ภาพที่ออกมาสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณ โดย AFM มีความสามารถพิเศษคือสามารถใช้ได้กับพื้นผิวที่หลากหลายทั้งที่เป็นฉนวนและพื้นผิวที่นำไฟฟ้าได้



ภาพที่ 2-12 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope ในแบบ AFM (เข้าถึงได้จาก <http://www.physics.ncsu.edu/wang/>)



ภาพที่ 2-13 ลักษณะของแรงที่กระทำระหว่างอะตอมที่ระยะห่างระหว่างวัตถุต่างกัน (เข้าถึงได้จาก <http://perso.univ-lemans.fr/~bardeau/IMMMPEC/afm/afm-introduction.html>)

สำหรับเทคนิค AFM นั้น สิ่งที่ทำให้คานของเข็มตรวจวัด (Cantilever) นั้นเกิดการโค้งงอเมื่อลากไปบนผิวของวัสดุ คือ แรงที่กระทำระหว่างอะตอม ซึ่งอาจเป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มตรวจวัด (Tip) กับผิววัสดุ ดังแสดงในภาพที่ 2-13

ดังนั้น เทคนิค AFM จึงสามารถที่จะใช้ทำการศึกษได้หลายวิธี อย่างไรก็ตามไม่ว่าจะเป็นการใช้ AFM ในวิธีใด แรงกระทำที่เกิดขึ้น ก็จะมีการเปลี่ยนแปลงไปตามสภาพรูปทรง Topography ของพื้นผิวงาน และทำให้ได้ภาพที่สอดคล้องกับสภาพผิวของวัสดุเช่นกัน

ภาพที่ 2-14 แสดงตัวอย่างเครื่องมือกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope) ซึ่งจากภาพบริเวณตรงกลางก็คือบริเวณที่จะใช้วางชิ้นงานและก็เป็นบริเวณที่จะมีเข็มวัด (Probe tip) วางอยู่ด้วย ส่วนที่บริเวณด้านบนของเครื่องมือจะมีกล้อง Video Microscope ติดตั้งไว้ เพื่อใช้สำหรับดูตำแหน่งของเข็มที่จะทำการวางลงบนบริเวณต่าง ๆ บนผิว ส่วนภาพที่เกิดขึ้นจากกล้องจะแสดงออกมาทางจอแสดงผล นอกจากนี้ทางด้านบนยังมีแหล่งให้กำเนิดแสงเลเซอร์ ที่จะใช้สำหรับเป็นตัวบอกตำแหน่งของเข็มที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการเคลื่อนที่



ภาพที่ 2-14 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) แบบ Multimode (เข้าถึงได้จาก : <https://sjhsrc.wikispaces.com/AFM?responseToken=d0fe8c810e5c9a263a3ddde790eb69f2>)

AFM จะสามารถศึกษาได้อย่างน้อย 4 รูปแบบ (Mode) ที่สำคัญ คือ

1. Contact mode เป็นการวัดรูปทรงของสภาพผิวชิ้นงาน (Topography) โดยการขยับให้เข็มไถ (Slide) ไปบนผิวงานซึ่งจะทำให้มีแรงผลักรู้สึกขึ้น เนื่องจากว่า เข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมาก (ประมาณ 1-2 Angstrom) ซึ่งแรงผลักรู้สึกนี้จะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของผิวงาน (ภาพที่ 2-14) ซึ่งจะทำให้มีการโค้งงอ (Deflection) ของคาน (Cantilever) ที่มีเข็มตรวจวัดยึดเกาะอยู่ที่ปลาย โดยมีขนาดของการเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะรูปทรงของผิวงาน อย่างไรก็ตาม เทคนิคแบบ Contact Mode นี้จะมีข้อเสีย คือ ในการที่จะลากให้เข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไถลข้ามไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน อาจจะทำให้เกิดตำหนิ หรือสภาพพื้นผิววัสดุที่ต่างไปจากสภาพเดิมที่แท้จริง (Artifact) และความเสียหายเกิดขึ้นแก่ผิวงานได้ยกตัวอย่างเช่น ภายใต้สภาวะบรรยากาศปกติ ที่ซึ่งมีอากาศและความชื้นในอากาศ จะเกิดหยดน้ำหรือสิ่งสกปรกติดอยู่บนผิวงาน ซึ่งเมื่อเกิดการเคลื่อนที่สแกนของเข็มตรวจวัดไปสัมผัสกับผิวที่มีชั้นบาง ๆ ของหยดน้ำ และสิ่งสกปรกดังกล่าวเกาะอยู่ จะทำให้มีแรงดึง (แรงไฟฟ้าสถิตย์ และแรงตึงผิว) ดึงให้ตัวคานที่มีเข็มยึดอยู่ที่ปลายเคลื่อนที่ลงมาสัมผัสกับชั้นดังกล่าว ทำให้มีผลต่อค่าแรงระหว่างเข็มกับผิวงานที่เกิดขึ้นโดยรวมเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้ยังทำให้ผิวงานถูกทำลาย เช่น การฉีกขาด จากการลากเข็มไปบนผิวงาน

2. Non-Contact mode เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาดังกล่าวข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคแบบ Non-Contact mode ขึ้นมา โดยในที่นี้ ตัวเข็มปลายแหลม จะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้น คือ ประมาณ 10-100 Angstrom จึงไม่มีปัญหาเรื่อง การทำลายโครงสร้างผิวงาน โดยในกรณีนี้ แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงาน จะเป็นลักษณะแรงดึงดูด (ภาพที่ 2-14) ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิวงานเช่นเดียวกัน อย่างไรก็ตาม วิธีนี้จะมีข้อจำกัดที่เกี่ยวกับความละเอียดของภาพที่เกิดขึ้น คือ แรงดึงดูดประเภท Van der Waals ที่เกิดขึ้นระหว่างเข็มกับพื้นผิว ในกรณีนี้ จะเป็นแรงที่อ่อนกว่าเมื่อเทียบกับแรงผลักรู้สึกที่เกิดขึ้นในกรณีของ Contact Mode (ปกติอยู่ที่ประมาณ 10-12 N) ดังนั้น สัญญาณการเปลี่ยนแปลงจึงอาจจะไว (Sensitive) ต่อสิ่งแปลกปลอมที่อยู่บนผิวงาน อย่างเช่น หยดน้ำที่เกาะอยู่บนผิวงาน

3. Tapping Mode เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดทั้งในแบบของ Contact Mode และ Non-Contact Mode เข้าด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มกับผิวงานในระยะที่ใกล้กันมาก เหมือนกับกรณีของ Contact Mode เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะที่เดียวกัน ก็ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกนไปยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้น จึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลเข็มปลายแหลมซึ่งจะทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้ ดังที่เคยเป็นปัญหาใน Contact Mode

4. Force Modulation Mode สำหรับพื้นผิวของวัสดุ ที่มีองค์ประกอบหลายสถานะ พบว่าการใช้เทคนิค AFM ในวิธีแบบ Force Modulation Mode จะเป็นที่นิยมใช้มาก โดยเทคนิคนี้จะเป็นการวัดและสร้างภาพของพื้นผิวชิ้นงานที่มีความแตกต่างของความแข็ง (Stiffness) ในระหว่างเฟสสูง โดยในกรณีนี้ ตัวเข็มตรวจวัด (Tip) จะถูกสแกนไปในลักษณะที่มีการสั่นในแนวตั้งฉากกับผิววัสดุด้วยแอมพลิจูด (Amplitude) ขนาดเล็กน้อย แต่จะมีความเร็วในการสั่นที่สูงกว่าการเคลื่อนที่สแกนของเข็มตรวจวัด และเมื่อตัวเข็มถูกนำเข้ามาและสัมผัสกับผิววัสดุ ก็จะทำให้เกิดแรงต่อต้านจากผิวของวัสดุที่เกิดจากการสั่น และทำให้ตัวคานงอ และถ้าหากว่าเราให้แรงที่ทำให้ตัวคานสั่นคงที่ พื้นผิวบริเวณที่แข็งกว่าก็จะทำให้เกิดการต่อต้านต่อการสั่นในแนวตั้งของตัวคานมากกว่า และจึงทำให้ตัวคานงอมากกว่า ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูด (Amplitude) ที่เกิดจากการบิดงอ (Deflection) ของตัวคานจึงนำมาใช้วัดเปรียบเทียบความแข็งที่บริเวณต่าง ๆ ของผิวงาน

หลักการของวิธี Tapping Mode กับ Force Modulation Mode จะคล้าย ๆ กันตรงที่มีการสั่นของตัวเข็มตรวจวัดในแนวตั้งพร้อม ๆ กับการสแกน (Scan) ไปบนผิวชิ้นงาน อย่างไรก็ตาม ทั้ง 2 เทคนิค จะมีความแตกต่างกันตรงที่ ในกรณีของ Force Modulation Mode นั้น จะมีการสั่นด้วยความเร็วสูงกว่า (สูงกว่าความเร็วในการสแกน) และการวัดแอมพลิจูดที่เกิดจากการบิดงอของคานจะเป็นการวัดเนื่องมาจากผลของแรงต้านของการสั่นเมื่อมีการสัมผัสของเข็มตรวจวัดกับผิวงาน ในขณะที่ Tapping Mode จะเป็นการวัดการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูดของการสั่นของคานที่เปลี่ยนแปลงไป (ลดลง) เนื่องมาจากมีการสูญเสียพลังงานไป เมื่อมีการสัมผัสผิวงานที่มีระดับความสูงต่ำแตกต่างกัน

2.6.4 X-ray photoelectron spectroscopy

เทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) เดิมทีนั้นชื่อ Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์วัสดุเชิงพื้นผิวแบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non-destructive technique) ซึ่งจัดเป็นเทคนิคทางอเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีที่ใช้รังสีเอกซ์ไปทำให้อิเล็กตรอนจากวงโคจรของระดับพลังงานชั้นใน (inner-shell orbital) หลุดออกมา เรียกว่า โฟโตอิเล็กตรอน ซึ่ง ละอองนวล ศรีสมบัติ (2555) อธิบายหลักการเบื้องต้นของเทคนิค XPS ไว้ว่า เมื่อฉายรังสีเอกซ์แก่สารตัวอย่าง จะทำให้เกิดการถ่ายเทพลังงานของรังสีเอกซ์ให้กับอิเล็กตรอนที่ระดับชั้นพลังงานต่าง ๆ ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่างนั้น ซึ่งอิเล็กตรอนที่ได้รับพลังงานมากพอจะสามารถหลุดออกมาจากวงโคจรของอะตอมได้ เรียกว่า โฟโตอิเล็กตรอน โดยจะมีพลังงานจลน์ (Kinetic Energy, E_k) เท่ากับผลต่างระหว่างพลังงานของรังสีเอกซ์ ($h\nu$) กับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy, E_B) ของอิเล็กตรอน สามารถเขียนเป็นสมการอย่างง่ายได้ดังนี้

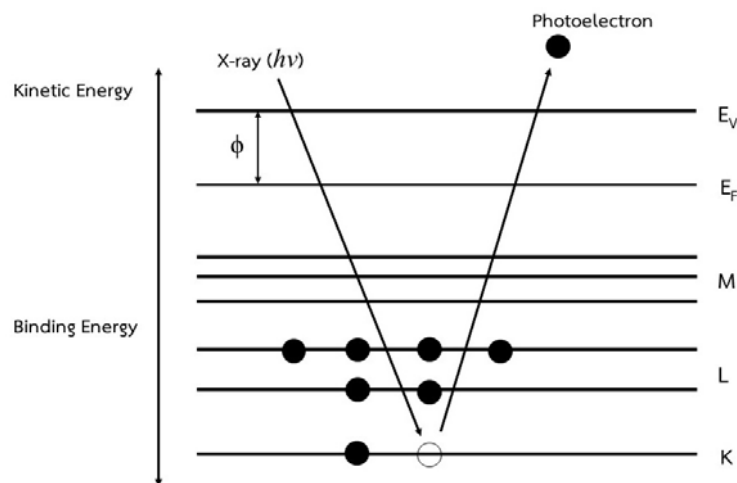
$$E_k = hv - E_B \quad (2-3)$$

- เมื่อ E_k คือ พลังงานจลน์ของโฟโตอิเล็กตรอน
 h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck's constant = 6.626×10^{-34} J·s)
 v คือ ความถี่ของรังสีเอกซ์ที่ใช้กระตุ้น
 E_B คือ พลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอม

หากสารตัวอย่างอยู่ในสถานะแก๊สก็สามารถใช้สมการดังกล่าวได้เลย แต่ถ้าหากตัวอย่างอยู่ในสถานะของแข็งซึ่งพลังงานยึดเหนี่ยวนั้นถูกคิดเทียบกับระดับชั้นพลังงานเฟอร์มี (Fermi level) เพื่อความถูกต้อง จะมีเทอมของพลังงานที่เทียบกับ vacuum level เรียกว่า work function สามารถเขียนเป็นสมการใหม่ได้ดังนี้

$$E_k = hv - E_B - \phi \quad (2-4)$$

เมื่อ ϕ เป็นค่า work function ของเครื่องสเปกโทรมิเตอร์หรือเป็นพลังงานที่อิเล็กตรอนจะต้องสูญเสียไปเพื่อหลุดออกจากอะตอม ซึ่งมีค่าแตกต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดของอะตอม พลังงานของรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ส่วนมากจะเป็น $MgK\alpha$ 1253.6 eV หรือ $AlK\alpha$ 1486.6 eV ซึ่งมีพลังงานมากพอ (มากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยว, E_B ของอิเล็กตรอนในระดับพลังงานชั้น K) ในการไอออไนซ์อะตอมในสารตัวอย่างให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา ดังภาพที่ 2-15



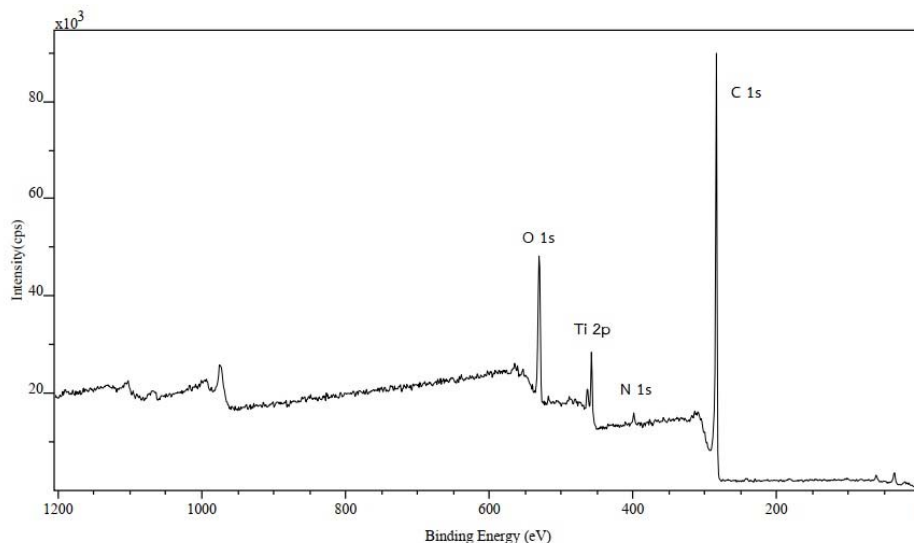
ภาพที่ 2-15 การเกิดโฟโตอิเล็กตรอน

จากภาพที่ 2-15 แสดงการเกิดโฟโตอิเล็กตรอนของคาร์บอนอะตอม เมื่ออิเล็กตรอนที่ระดับพลังงานชั้น K หลุดออกไปเรียกว่า K หรือ 1s โฟโตอิเล็กตรอนหรือโฟโตอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary photoelectron) และทำให้เกิดช่องว่างในระดับพลังงานชั้น K

อิเล็กตรอนในระดับพลังงานชั้น K มีค่าพลังงานไอออไนเซชันที่เป็นสมบัติเฉพาะของแต่ละธาตุมากกว่าค่าพลังงานไอออไนเซชันรวมในโมเลกุล ดังนั้นเทคนิค XPS จึงให้สเปกตรัมเฉพาะตัวของแต่ละธาตุที่มีในสารประกอบ เช่น ถ้ามีการตรวจวัดค่าพลังงานไอออไนเซชันที่พอดีกับการหลุดของอิเล็กตรอนในระดับพลังงานชั้น K แสดงว่ามีธาตุนั้นเป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง

อิเล็กตรอนในระดับพลังงานชั้น K ที่หลุดออกมาจากธาตุเดียวกันแต่มีเลขออกซิเดชันต่างกันจะทำให้โฟโตอิเล็กตรอนสเปกตรัมในตำแหน่งที่มีพลังงานยึดเหนี่ยวต่างกัน เรียกว่าเกิด chemical shift หรือการเปลี่ยนแปลงพลังงานยึดเหนี่ยว เช่น คาร์บอน 1s อิเล็กตรอน มีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวในสถานะพื้นเท่ากับ 284.5 eV แต่ในสถานะที่คาร์บอนอะตอมถูกออกซิไดส์ (มีเลขออกซิเดชันสูงขึ้น) เช่น กรดฟอร์มิก HCOOH ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ 1s อิเล็กตรอนจะเคลื่อนไปที่ 289.0 eV เป็นต้น ดังนั้น จึงสรุปได้ว่า ธาตุที่ไปสร้างพันธะกับธาตุที่มีอิเล็กโตรเนกาติวิตีสูงจะให้โฟโตอิเล็กตรอนสเปกตรัมในตำแหน่งที่มีพลังงานยึดเหนี่ยวสูง

การเกิด chemical shift จะทำให้มีการเลื่อนไปของพลังงานยึดเหนี่ยวประมาณ 0.1 ถึง 10 eV นอกจากนี้ ยังสามารถให้ผลการวิเคราะห์ในเชิงปริมาณได้โดยการพิจารณาจากความเข้มของพีค XPS ที่สอดคล้องกับพลังงานยึดเหนี่ยวของแต่ละธาตุองค์ประกอบ ซึ่งการเกิด chemical shift นั้นไม่เพียงแต่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันเท่านั้น ยังสามารถเกิดจากการที่ธาตุนั้นอยู่ในสภาพแวดล้อมที่ต่างกัน เลขออกซิเดชันไม่เปลี่ยนแปลงแต่องค์ประกอบทางเคมีเปลี่ยนไป (นิพนธ์ ตั้งคณานุรักษ์ และคณิตา ตั้งคณานุรักษ์, 2547) ภาพที่ 2-16 แสดงสเปกตรัม XPS ของไทเทเนียมคาร์ไบด์ ซึ่งพบพีคของสัญญาณที่สอดคล้องกับ C 1s, N 1s, Ti 2p และ O 1s ซึ่งหากต้องการที่จะวิเคราะห์สเปกตรัมของธาตุแต่ละชนิดก็สามารถขยายสเกลเพื่อศึกษาในระดับพลังงานย่อยของพีคนั้น ๆ ได้



ภาพที่ 2-16 สเปกตรัม XPS ของไทเทเนียมคาร์ไบด์

รายละเอียดเกี่ยวกับเครื่อง XPS

องค์ประกอบพื้นฐานที่สำคัญในเครื่อง XPS ประกอบด้วย ระบบสุญญากาศ (Vacuum system) แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray source) และตัววิเคราะห์พลังงานอิเล็กตรอน (Electron energy analyzer) (ละอองนวล ศรีสมบัติ, 2555) ดังแสดงในภาพที่ 2-17

1. ระบบสุญญากาศ

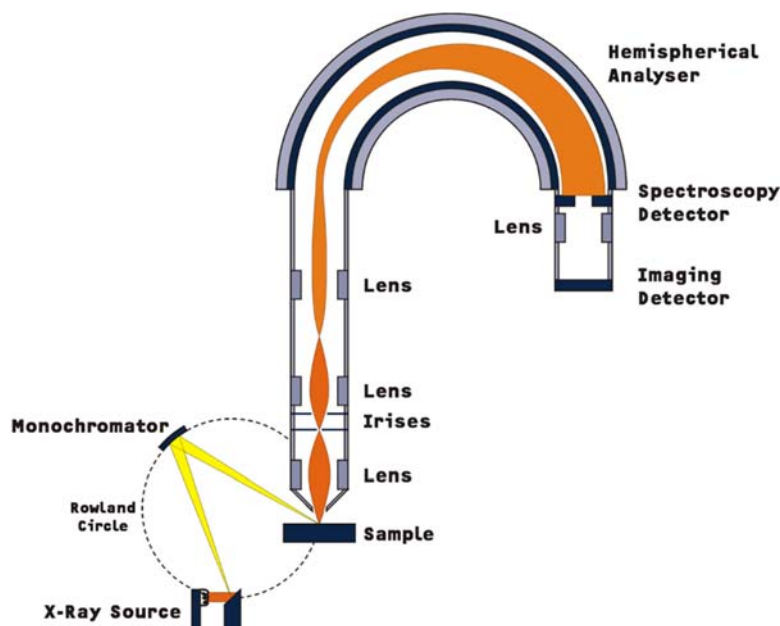
ระบบสุญญากาศเป็นสิ่งที่จำเป็นต่อเครื่อง XPS โดยเฉพาะในห้องวิเคราะห์หลัก หรือ main analytical chamber เนื่องจากโฟโตอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากสารตัวอย่างจะต้องเดินทางไปถึงเครื่องตรวจวัดโดยไม่มีการชนกับอนุภาคใดๆ ระบบสุญญากาศที่ต้องการนั้นขึ้นอยู่กับความไวในการเกิดปฏิกิริยาของสาร สำหรับการใช้งานทั่วไปนั้นจะใช้ระบบสุญญากาศขนาดประมาณ 10^{-10} torr ในขณะที่ถ้าเป็นการศึกษาสารตัวอย่างจำพวกพอลิเมอร์ก็สามารถใช้ระบบสุญญากาศประมาณ 10^{-9} torr ได้ ระบบสุญญากาศที่จำเป็นประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นห้องสำหรับเตรียมตัวอย่าง ก่อนที่จะเข้าสู่ห้องวิเคราะห์หลัก เรียกว่า load – lock chamber หรือ preparation chamber ซึ่งต่อเข้ากับ turbomolecular pump เพื่อทำให้เกิดสุญญากาศซึ่งไม่สูงมากนัก หลังจากนั้นสารตัวอย่างจะถูกนำเข้าสู่ห้องวิเคราะห์หลักที่เชื่อมต่อกันด้วยวาล์วปิด ซึ่งเป็นระบบสุญญากาศสูงมาก (Ultrahigh vacuum)

2. แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์จะถูกผลิตขึ้นที่ขั้วแอโนดนั้นเป็นรังสีแบบฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence X-rays) ซึ่งถูกปลดปล่อยออกมาพร้อมกันกับอิเล็กตรอน ซึ่งในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS นั้นจะต้องใช้รังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเฉพาะค่า (Characteristic X-ray) เท่านั้น ซึ่งมีความจำเพาะขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นขั้วแอโนด เพื่อให้ครอบคลุมช่วงพลังงานอาจมีการใช้แอโนดหลายชนิดแต่โดยส่วนใหญ่จะนิยมใช้แอโนดหนึ่งหรือสองชนิดเท่านั้น การกำเนิดรังสีเอกซ์มักจะมีความร้อนเกิดขึ้นมาด้วย ดังนั้นจึงต้องมีระบบหล่อเย็นด้วยน้ำ เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ต้องการสำหรับการวิเคราะห์ในเทคนิค XPS นั้นต้องเป็นแบบโมโนโครมาติก (monochromatic X-ray) ดังนั้นจึงต้องมีวิธีการกำจัดรังสีกลุ่ม Bremsstrahlung และรังสีเอกซ์ที่มีค่าพลังงานต่ำๆ (Satellite X-ray) ด้วยการใช่มลิกควอตซ์ในการคัดกรองโดยอาศัยหลักการของแบรกก์ (Bragg's principle) นอกจากนี้ความร้อนและอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจากแอโนดก็จะถูกคัดกรองออกไปด้วย อย่างไรก็ตาม วิธีนี้อาจจะทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้นั้นลดลง รังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนสารตัวอย่างนั้นจะมีขนาดของลำรังสีที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ที่ใช้ รังสีที่ตกกระทบบนชิ้นงานตัวอย่างจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1-2 เซนติเมตร แต่ถ้าเป็นการใช้ monochromatic X-ray จะทำให้สามารถลดขนาดของลำรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนผิวสารตัวอย่างได้จนถึงระดับไมโครเมตร

3. ตัววิเคราะห์พลังงาน

ระบบตรวจวัดประกอบด้วย 3 ส่วนคือ collection lens, energy analyzer และ detector โดยที่ collection lens ทำหน้าที่รวบรวมโฟโตอิเล็กตรอน และทำหน้าที่ลดพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนให้เพียงพอที่จะเข้าสู่ energy analyzer ส่วน energy analyzer ที่นิยมใช้ เช่น concentric hemispherical analyzer (CHA) (ภาพที่ 2-17) ซึ่งให้ resolution ที่สูง ประกอบด้วย concentric hemispheres 2 ชุด ที่มีรัศมีความโค้งที่ต่างกัน อิเล็กตรอนจะเบี่ยงเบนภายใต้สนามไฟฟ้าของ hemisphere ทั้งสอง ซึ่งอิเล็กตรอนจะมีช่วงพลังงานหนึ่ง ๆ เท่านั้น และสามารถเคลื่อนที่จาก ช่องเปิดเข้า (Entrance slit) ไปยังช่องเปิดออก (Exit slit) ได้โดยไม่เกิดการชนกับ hemisphere ดังนั้นอิเล็กตรอนที่มีพลังงานต่างกันจะถูกคัดกรองออก โดยอาศัยความต่างศักย์ที่ให้สนามไฟฟ้าแก่ชุด hemisphere ส่วนสุดท้าย คือ detector ซึ่งทำหน้าที่ตรวจนับจำนวนอิเล็กตรอนที่ออกจากตัววิเคราะห์พลังงาน เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ออกมาเป็นช่วงพลังงาน ดังนั้นจึงใช้ระบบ multichannel array เพื่อนับจำนวนอิเล็กตรอนที่ออกจากตัววิเคราะห์ที่พลังงานหนึ่ง ๆ



ภาพที่ 2-17 องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง XPS (เข้าถึงได้จาก : <https://www.nanoanalytics.com/en/services/techniques/x-ray-photoelectron-spectroscopy-xps.html#details>)

2.6.5 รามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)

เทคนิครามานสเปกโทรสโกปีเป็นเทคนิคที่ใช้ในการตรวจยืนยันเอกลักษณ์ของสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการกระเจิง (Scattering) ของแสง ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีลักษณะการกระเจิงของแสงไม่เหมือนกัน ซึ่ง นิพนธ์ ตั้งคณาภรณ์ และคณิตา ตั้งคณาภรณ์ ได้อธิบายว่า การวิเคราะห์วัสดุด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปีเป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการวัดการกระเจิงของคลื่นแสงที่ชนกับโมเลกุลของสารที่กำลังสั่นและหมุนอยู่ โดยการชนสามารถเกิดขึ้นได้สองแบบ คือ การชนแบบยืดหยุ่น (Elastic Collision) เป็นการชนแบบไม่มีการสูญเสียพลังงาน โดยคลื่นแสงที่กระเจิงหลังจากการชนกับโมเลกุลของสารนั้นจะมีพลังงานเท่ากับแสงที่ตกกระทบโมเลกุล การกระเจิงในลักษณะนี้เรียกว่าการกระเจิงแบบเรย์ลี (Rayleigh scattering) และการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) เป็นการชนแบบมีการสูญเสีย (หรือได้รับ) พลังงาน โดยคลื่นแสงที่กระเจิงหลังจากการชนอาจมีพลังงานสูงกว่าหรือต่ำกว่าพลังงานของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุล การกระเจิงในลักษณะนี้เรียกว่าการกระเจิงแบบรามาน (Raman scattering)

ความเข้มข้นของการกระเจิงแบบรามานมีค่าประมาณ $10^{-10} - 10^{-12}$ เท่าของคลื่นแสงที่ตกกระทบโมเลกุลซึ่งทำให้ตรวจวัดได้ยาก จึงต้องใช้คลื่นแสงที่มีความเข้มสูงผ่านไปที่โมเลกุลโดยใช้คลื่นแสงจากเลเซอร์ (laser light source) รามานสเปกตรัมจัดเป็นสเปกตรัมที่ได้จากการวัดการกระเจิง

ของคลื่นแสงในช่วงเลขคลื่น 15,000 ถึง 25,000 cm^{-1} ใช้ศึกษาสูตรโครงสร้างโมเลกุลกับพันธะเคมี ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ใช้ตรวจสอบคุณภาพวิเคราะห์ เช่น องค์ประกอบหลักจากการผสมที่ซับซ้อน ใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และสารชีวโมเลกุล ใช้ศึกษาเพื่อหาส่วนประกอบ โครงสร้างความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อน ค่าคงที่สมดุลของการแตกตัวของกรด เป็นต้น

การกระเจิงแบบรามานเกิดจากคลื่นแสงเลเซอร์ที่มีความถี่เดียว (ν_0) ไปชนกับโมเลกุลและเกิดการกระเจิงจนทำให้โมเลกุลมีพลังงานสูงขึ้นไปอยู่ที่ระดับพลังงานกึ่งสถานะเร้า (quasi-excited state) ซึ่งเป็นระดับพลังงานที่อยู่ระหว่างสถานะพื้น E_0 และสถานะเร้าของระดับพลังงานของอิเล็กตรอน E_1) แล้วกลับสู่ระดับพลังงานสถานะพื้น E_0 และเกิดการกระเจิงแบบรามานขึ้นมา 2 แบบ ได้เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ต่ำกว่าหรือสูงกว่าความถี่ของคลื่นแสงเลเซอร์ (ภาพที่ 2-18) ดังนี้

1. เส้นสโตกส์ (Stoke line) เป็นเส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ต่ำกว่าความถี่ของแสงเลเซอร์เกิดจากการชนกันระหว่างโฟตอนของแสงเลเซอร์กับโมเลกุลที่อยู่ในสถานะพื้นของระดับพลังงานการสั่น ($\nu = 0$) ส่งผลให้โฟตอนมีพลังงานลดลง ส่วนโมเลกุลที่ได้รับพลังงานจากโฟตอนจะอยู่ในสถานะเร้า และกลับลงสู่ระดับพลังงาน E_0 ให้ E_{ST} เป็นพลังงานของเส้นสโตกส์

$$E_{ST} = h\nu_{R^-} = h\nu_0 - h\nu_1 \quad (2-5)$$

ΔE จาก $\nu = 0$ และ $\nu = 1$ จะได้

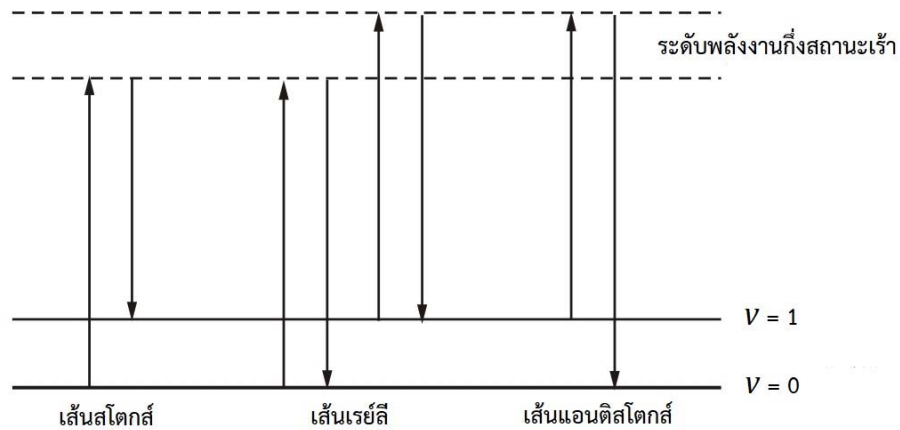
$$\Delta E = h\nu_0 - h\nu_{R^-} = h\nu_1$$

2. เส้นแอนติสโตกส์ (Anti-stoke line) เป็นเส้นสเปกตรัมที่มีความถี่มากกว่าความถี่ของแสงเลเซอร์ เกิดจากการชนกันระหว่างโฟตอนของคลื่นแสงเลเซอร์กับโมเลกุลที่มีอยู่ในสถานะเร้าของระดับพลังงานของการสั่น ($\nu = 1$) ทำให้โฟตอนได้รับพลังงานจากโมเลกุล ส่งผลให้โมเลกุลกลับลงสู่สถานะพื้น E_0 และโฟตอนมีพลังงานเพิ่มขึ้น ให้ E_{AST} เป็นพลังงานของเส้นแอนติสโตกส์

$$E_{AST} = h\nu_{R^+} = h\nu_0 + h\nu_1 \quad (2-6)$$

ΔE จาก $\nu = 0$ และ $\nu = 1$ จะได้

$$\Delta E = h\nu_{R^+} - h\nu_0 = h\nu_1$$

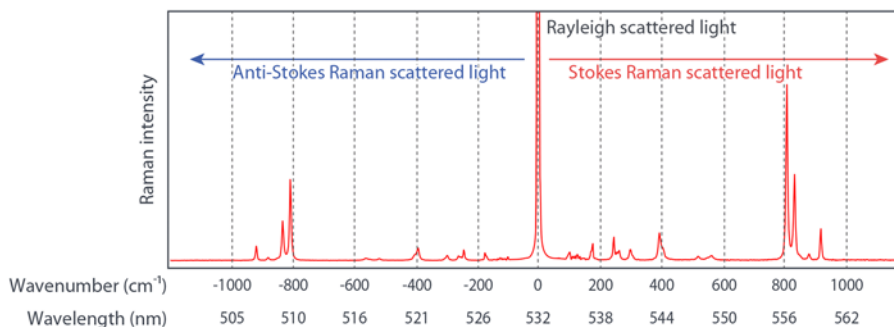


ภาพที่ 2-18 ไดอะแกรมการกระเจิงแบบรามาน

การบันทึกผลการศึกษาด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปีนั้นจะบันทึกเป็นเลขคลื่นของรามานที่เลื่อนไป (Raman Shift) เทียบกับเลขคลื่นของแสงที่ใช้กระตุ้น แสดงได้ดังภาพที่ 2-19 ซึ่งจะเห็นเส้นสเปกตรัมรามาน 2 ชุด อยู่ด้านที่มีความยาวคลื่นสูงกว่าและต่ำกว่าความยาวคลื่นของแสงที่ใช้กระตุ้น นั่นคือ เส้นสโตกส์และเส้นแอนติสโตกส์ ซึ่งแต่ละพีคนั้นมี Raman Shift เท่ากัน โดยปกติแล้วโมเลกุลที่สถานะเร้าจะมีจำนวนน้อยกว่าที่สถานะพื้น ซึ่งเป็นไปตามกฎของโบลต์ซมานน์ ดังนั้นเส้นสโตกส์จึงมีความเข้มมากกว่าเส้นแอนติสโตกส์มาก การศึกษาด้วยรามานสเปกโทรสโกปีส่วนมากจึงใช้เส้นสโตกส์ อัตราส่วนความเข้มของเส้นแอนติสโตกส์ต่อความเข้มของเส้นสโตกส์ มีความสัมพันธ์เป็นไปตามสมการของโบลต์ซมานน์ ดังนี้

$$\frac{I_{AST}}{I_{ST}} = \frac{N_1}{N_0} = e^{-\Delta E/kT} \quad (2-7)$$

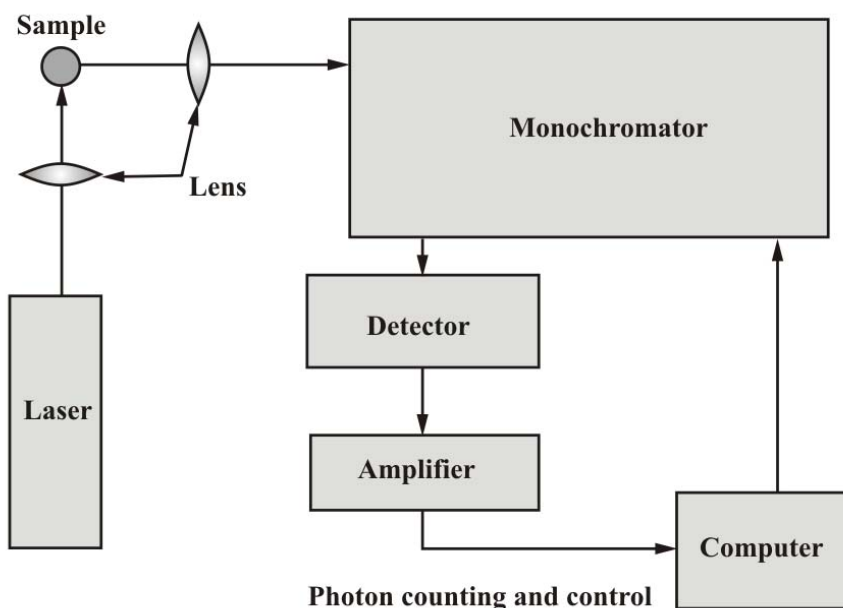
เมื่อ I_{AST} และ I_{ST} คือ ความเข้มของเส้นแอนติสโตกส์และเส้นสโตกส์ ตามลำดับ
 N_1 และ N_0 คือ จำนวนโมเลกุลในสถานะเร้าและสถานะพื้น ตามลำดับ
 ΔE คือ ผลต่างพลังงานระหว่างสถานะเร้าและสถานะพื้น
 k คือ ค่าคงที่โบลต์ซมานน์ มีค่าประมาณ 1.38×10^{-23} J/K
 T คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์



ภาพที่ 2-19 สเปกตรัมรามานของเอทานอลที่ถูกกระตุ้นด้วยเลเซอร์ความยาวคลื่น 532 nm
(เข้าถึงได้จาก : <https://www.nanophoton.net/raman/raman-spectroscopy.html>)

เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์

เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ ประกอบด้วยส่วนที่สำคัญ ได้แก่ แหล่งกำเนิดแสง ระบบเลนส์ ระบบแยกแสง และตัวตรวจวัดสัญญาณ ภาพที่ 2-20 แสดงส่วนประกอบและแผนผังการทำงานของเครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ โดยเริ่มจากแสงเลเซอร์ตกกระทบบนชิ้นงานตัวอย่างซึ่งถูกโฟกัสโดยระบบเลนส์ และกระเจิงเข้าสู่ตัวแยกแสง (Monochromator) เพื่อรวบรวมแสงที่กระเจิงแบบรามานมาที่ช่องแสงผ่านออก แล้วกระจายออกตามความถี่ของคลื่นแสง จากนั้นผ่านออกที่ช่องแสงออกเข้าสู่ตัวตรวจวัดสัญญาณ (Detector) ตัวตรวจวัดสัญญาณที่ใช้ในเครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์มีด้วยกัน 2 แบบ คือ แบบ single channel จะใช้ photomultiplier tube และแบบ multichannel จะใช้ diode array detector หรือ charge coupled device (CCD)



ภาพที่ 2-20 ไดอะแกรมของเครื่องรามานสเปกโทรมิเตอร์

2.6.5. Ultraviolet-Visible Spectrophotometry

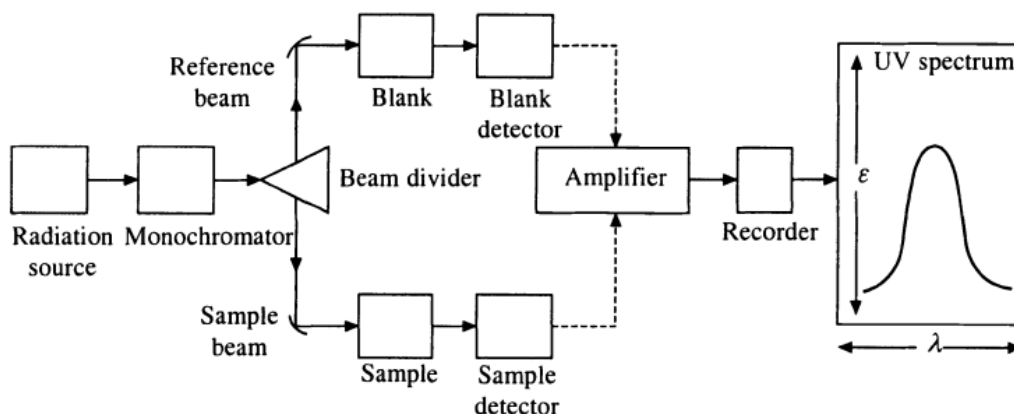
สเปกโทรโฟโตเมทรีในช่วงอัลตราไวโอเล็ตถึงแสงที่มองเห็นได้ (Ultraviolet-Visible or UV-VIS spectrophotometry) นั้นเกี่ยวข้องกับการบันทึกสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (แสง) ในช่วงดังกล่าว แสงอัลตราไวโอเล็ตอยู่ในช่วงความยาวคลื่นจาก 10 ถึง 400 nm ซึ่งแบ่งย่อยได้เป็นช่วง UV ใกล้ (Near UV, 200 – 400 nm) และช่วง UV ไกล (Far UV, 10 – 200 nm) ส่วนแสงที่มองเห็นได้นั้นมีความยาวคลื่นประมาณ 400 – 800 nm การดูดกลืนแสงในช่วง UV และแสงที่มองเห็นได้นั้นทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นจากระดับพลังงานต่ำให้ขึ้นไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้น เนื่องจาก UV-Visible spectrophotometry นั้นเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอน (Electronic transition)

การศึกษาด้วย UV-Visible spectrophotometer นั้น จะบันทึกสเปกตรัมของแสง UV หรือแสงในช่วงที่มองเห็นได้ในรูปแบบของกราฟระหว่างความยาวคลื่นและความเข้มของแสงในเทอมของค่าการดูดกลืน การส่งผ่าน และการสะท้อนแสง

เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

การศึกษาด้วยสเปกโทรโฟโตมิเตอร์โดยหลักการแล้วจะเป็นการศึกษาการดูดกลืนแสงของตัวอย่าง ซึ่งไม่สามารถวัดการดูดกลืนแสงได้โดยตรง ดังนั้น จะอาศัยการเปรียบเทียบความเข้มของแสงที่ส่งผ่านหรือสะท้อน กับแสงตกกระทบ เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้กันในปัจจุบันส่วนใหญ่

เป็นแบบลำแสงคู่ ซึ่งประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ 5 ส่วน ได้แก่ แหล่งกำเนิดคลื่นแสง ตัวเลือกความยาวคลื่นแสง ตัวตรวจจับสัญญาณ ส่วนขยายสัญญาณ และส่วนบันทึกข้อมูล ซึ่งแสดงได้ดังภาพที่ 2-21



ภาพที่ 2-21 ไดอะแกรมของเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer แบบลำแสงคู่ (Yadav, 2005)

1. แหล่งกำเนิดคลื่นแสง (Radiation source) ใช้แหล่งกำเนิดแสงที่มีความเข้มสม่ำเสมอและคงที่ตลอดช่วงความยาวคลื่นที่ใช้งาน ทั่วไปมักจะใช้หลอดไฮโดรเจน (H_2 lamp) สำหรับแสงช่วง UV (180 – 400 nm) แต่ถ้าต้องการความเข้มแสงมากขึ้นจะใช้หลอดดิวเทอเรียม (D_2 lamp) ซึ่งให้ความเข้มแสงมากกว่า 3 – 5 เท่า และช่วงแสงที่มองเห็นได้จะใช้หลอดไส้ทั้งสแตน ซึ่งสามารถให้แสงที่มีความยาวคลื่นถึงช่วงอินฟราเรดใกล้ (350 – 2500 nm)

2. ตัวเลือกความยาวคลื่นแสง (Monochromator) ทำหน้าที่กระจายแสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดออกเป็นความยาวคลื่นเดียว หรือช่วงความยาวคลื่นที่แคบมาก ซึ่งปัจจุบันถูกใช้อย่างกว้างขวาง มีอยู่ 2 ชนิด คือ ปริซึมและเกรตติงที่สร้างขึ้นจากควอตซ์ เนื่องจากควอตซ์ยอมให้แสง UV ผ่านได้ ในขณะที่แก้วจะดูดกลืนแสง UV ไว้ แต่ก็สามารถใช้ในช่วงแสงที่มองเห็นได้ แสงที่กระจายออกจะถูกแบ่งด้วยตัวแบ่งลำแสงเป็นสองลำที่ขนานกันด้วยความเข้มที่เท่ากัน ลำหนึ่งผ่านเซลล์โปร่งใสที่มีตัวอย่างและอีกลำหนึ่งผ่านเซลล์เหมือนกันที่มีตัวทำละลายหรืออากาศ เรียกว่า ลำแสงตัวอย่างและลำแสงอ้างอิงตามลำดับ

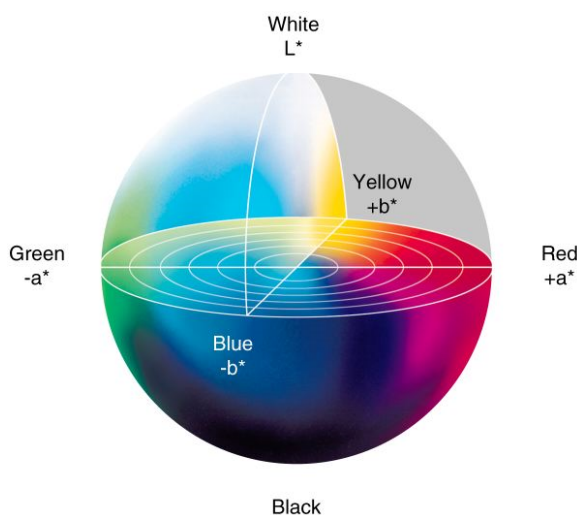
3. ตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector) โดยทั่วไปการตรวจจับสัญญาณนั้นจะเปลี่ยนสัญญาณคลื่นแสงเป็นสัญญาณไฟฟ้าโดยผ่านทรานสดิวเซอร์ (Transducer) ซึ่งจะสร้างแรงดันไฟฟ้าตามสัดส่วนของความเข้มแสงที่ตกกระทบตัวมัน

4. ส่วนขยายสัญญาณ (Amplifier) สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่มีส่วนขยายสัญญาณนั้นจะช่วยลดการดูดกลืนของตัวทำละลายจากการแก้ปัญหาด้วยระบบอิเล็กทรอนิกส์

5 ส่วนบันทึกข้อมูล (Recorder) ในส่วนนี้สเปกตรัมของแสงจะถูกบันทึกโดยอัตโนมัติ ซึ่งจะออกมาในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับค่าการดูดกลืน การส่งผ่าน หรือการสะท้อนของแสง (Yadav, 2005)

2.7 การวัดสี (Color Measurement)

ในปัจจุบันเราใช้ค่าตัวเลขเพื่อสร้างและแสดงสีทั้งในรูปแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ซึ่งเรียกว่า ปริภูมิสี (color space) โดยปกติจะใช้การวัดในระบบ $L^*a^*b^*$ ซึ่งระบบ $L^*a^*b^*$ เป็นมาตรฐานสากลสำหรับการวัดสีที่รับรองโดย Commission Internationale d'Eclairage (CIE) ในปี ค.ศ. 1976 โดยระบบ CIE $L^*a^*b^*$ แบบ 3 มิติ อธิบายได้ ดังภาพที่ 2.22



ภาพที่ 2.22 ความสัมพันธ์ของค่า CIE $L^*a^*b^*$ color index ในสามมิติ (เข้าถึงได้จาก :

<https://www.nazdar.com/en-us/News-events/ArtMID/4165/ArticleID/224>)

โดยแกน a^* ที่เป็นค่าบวกแทนดัชนีที่ระบุค่าโซนสีแดง (red) ส่วนค่าที่เป็นลบแทนดัชนีที่ระบุค่าโซนสีเขียว (green) แกน b^* ที่เป็นค่าบวกแทนดัชนีที่ระบุโซนสีเหลือง (yellow) ส่วนค่าที่เป็นลบแทนดัชนีที่ระบุโซนสีน้ำเงิน (blue) และแกน L^* จะแสดงถึงความมืด-สว่างของแสงที่ส่องผ่านระบบฟิล์ม ซึ่งมีค่าตั้งแต่ 0 จนถึง 100 โดยมีรูปแบบของการนำเสนอดังรูปที่ 2 ซึ่งแสดงเป็นกราฟของการเปลี่ยนแปลงค่าดัชนีสี (a^*, b^*) ในสองมิติ (Leon, Mery, Pedreschi, & Leon, 2006)

2.8 ไทเทเนียมคาร์ไบด์

ไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC_x) เป็นวัสดุที่มีความสำคัญในเชิงพาณิชย์อย่างมากเนื่องจากความแข็งที่เหนือกว่าโลหะคาร์ไบด์อื่น ๆ จุดหลอมเหลวสูง 3065 - 3067 °C มีเสถียรภาพทางความร้อนและเคมีที่ดีเยี่ยม นำไฟฟ้าได้ดี และอัตราการระเหยต่ำ ส่วนใหญ่จะใช้เป็นเซรามิกทนไฟ ดังนั้น มันจึงถูกใช้ในอุตสาหกรรมการบินและอวกาศ และในเครื่องมือที่ทนทานต่อการสึกหรอสูง เช่น เซอร์เมท (cermet) และเคลือบผิววัสดุ (Luo, Yang, & Tian, 2013; Ramos, Senos, Stora, Fernandes, & Bowen, 2017) ไทเทเนียมคาร์ไบด์เป็นสารประกอบที่เป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) โดยที่ x มีค่าในช่วง $0.47 < x < 1.0$ แต่ก็ยังมีความไม่แน่นอนของค่า x นี้ ซึ่งมีการทดลองพบว่าที่ค่า $x = 0.45$ เกิดสารประกอบที่ผสมกันสองเฟสระหว่างไทเทเนียมและไทเทเนียมคาร์ไบด์ อุณหภูมิสูงสุดของจุดหลอมเหลวนั้นขึ้นอยู่กับองค์ประกอบคาร์บอน (ค่า x) สอดคล้องกับค่า $x \approx 1.0$ ไทเทเนียมคาร์ไบด์นั้นมีโครงสร้างผลึกแบบ face centered cubic (fcc) ซึ่งเป็นโครงสร้างเดียวกันกับเกลือแกง (NaCl) และโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) โดยมีแลตทิซพารามิเตอร์ขึ้นอยู่กับปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ซึ่งจากการทดลองพบว่าเมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้นส่งผลให้แลตทิซพารามิเตอร์มีค่าเพิ่มขึ้น (Holt & Munir, 1986)

ตารางที่ 2-1 โครงสร้างผลึกและแลตทิซพารามิเตอร์ของไทเทเนียมคาร์ไบด์เฟสต่างๆ (Predel, 2012)

เฟส	โครงสร้าง	แลตทิซพารามิเตอร์ (nm)	
		a	c
TiC	cubic	0.4313	
TiC_x $x = 0.3 - 1.0$	cubic	0.4260 – 0.4313	
Ti_2C	cubic	0.86	
$Ti_{10}C$	hexagonal	0.2961	0.4696
$Ti_{99}C$	hexagonal	0.2953	0.4696
TiC_2	cubic	0.313	
Ti_8C_5	hexagonal	0.6115	1.490

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Rao et al. (2012) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธีโคแมกนีตรอนสปัตเตอริงโดยใช้เป้าสารเคลือบเป็นไทเทเนียมและแกรไฟท์ พบว่าทิศทางการเรียงตัวของผลึกของฟิล์มจะสัมพันธ์กับสัดส่วนปริมาณคาร์บอนในเนื้อฟิล์ม โดยฟิล์มที่มีสัดส่วนคาร์บอนเป็น 33.7 at.% ฟิล์มมีแนวโน้มของการเรียงตัวของผลึกในระนาบ (220) เมื่อสัดส่วนคาร์บอนในฟิล์มเป็น 56 at.% ฟิล์มมีแนวโน้มของการเรียงตัวของผลึกในระนาบ (111) และเมื่อสัดส่วนคาร์บอนในฟิล์มเพิ่มขึ้นเป็น 62.5 at.% ไทเทเนียมคาร์ไบด์จะฟอร์มตัวเป็นผลึกระดับนาโนกระจายอยู่ในชั้นของเนื้อคาร์บอน ทำให้ฟิล์มที่เคลือบมีค่าความแข็งและค่า Young's modulus ที่สูงที่สุด โดยมีค่าเป็น 30 GPa และ 255 GPa ตามลำดับ และเมื่อเพิ่มสัดส่วนคาร์บอนในฟิล์มให้มีความสูงขึ้นไปอีก ฟิล์มที่เคลือบได้จะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน

Wiklund et al. (2000) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์โดยใช้กระบวนการระเหยสารไทเทเนียมควบคู่กับกระบวนการสปัตเตอริงเป้าคาร์บอน เพื่อศึกษาผลของปริมาณคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีผลต่อโครงสร้างระดับจุลภาค สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไดอิเล็กทริกของฟิล์มบาง โดยพบว่าเมื่อปริมาณคาร์บอนในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 43 เป็น 70 at.% ค่าความแข็งของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 44 GPa เป็น 13 GPa และค่า Young's modulus ของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 430 GPa เป็น 160 GPa นอกจากนี้ฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดจะมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่ค่อนข้างต่ำ โดยมีค่าอยู่ในช่วง 0.14 ถึง 0.20

Zhang et al. (2008) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง บนวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอนโดยให้อุณหภูมิระหว่างเคลือบ 200 องศาเซลเซียส เพื่อศึกษาผลของการศักย์ไฟฟ้าไบแอสที่มีต่อลักษณะโครงสร้างระดับไมโครและสมบัติเชิงกลของฟิล์มบาง โดยทำการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าไบแอสจาก -20 V ถึง -200 V ผลการทดลองพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีลักษณะโครงสร้างเป็นคอลัมน์ โดยขนาดของเกรนผลึกและอัตราการเคลือบของฟิล์มมีค่าลดลง เมื่อศักย์ไฟฟ้าไบแอสมีค่าเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มที่เคลือบได้ยังมีแนวโน้มของการเรียงตัวของผลึกในระนาบ (111) ที่เพิ่มขึ้นตามศักย์ไฟฟ้าไบแอสมีค่าเพิ่มขึ้น

Inoue et al. (2000) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนกระจกสไลด์ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่มีเป้าสารเคลือบเป็นไทเทเนียมและแกรไฟต์ โดยศึกษาผลของสัดส่วนกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าแกรไฟต์ต่อเป้าไทเทเนียมที่มีต่อลักษณะโครงสร้างผลึกของฟิล์ม ซึ่งการเปลี่ยนแปลงค่ากำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าทั้งสองอยู่ระหว่าง 0 – 200 W ผลการทดลองพบว่าเมื่อสัดส่วนกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าแกรไฟต์ต่อเป้าไทเทเนียมให้มีค่าเพิ่มสูงขึ้น ปริมาณคาร์บอนในเนื้อฟิล์มจะมีค่าเพิ่มสูงขึ้น โดยที่สัดส่วนกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าแกรไฟต์ต่อเป้าไทเทเนียมให้มีค่าอยู่ระหว่าง 0 ถึง 0.2 ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเป็นไทเทเนียมในเฟสแอลฟา เมื่อเพิ่มสัดส่วนกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าแกรไฟต์ต่อเป้าไทเทเนียมให้มีค่าอยู่ระหว่าง 0.4 ถึง 4 ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเป็นไทเทเนียมคาร์ไบด์ และฟิล์มมีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน เมื่อสัดส่วนกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าแกรไฟต์ต่อเป้าไทเทเนียมมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 6

Polychronopoulou et al. (2008) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บน 100Cr6 steel ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่มีเป้าสารเคลือบเป็นไทเทเนียม ภายใต้เงื่อนไขการเคลือบที่ใช้อัตราการไหลของแก๊ส Ar ต่อแก๊ส C_2H_2 ที่แตกต่างกัน เพื่อศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณคาร์บอนในเนื้อฟิล์มกับคุณสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ โดยการใช้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction และ X-ray photoelectron spectroscopy พบว่าเมื่อปริมาณคาร์บอนในเนื้อฟิล์มมีค่าเพิ่มสูงขึ้น ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงจากฟิล์มที่มีองค์ประกอบเป็น Sub-stoichiometric nanocrystalline TiC_x กลายเป็นเป็นโครงสร้างฟิล์มที่มีลักษณะเป็น Nanocomposite ที่ประกอบด้วยเฟสของ Stoichiometric nanocrystalline TiC และเฟสของ Amorphous carbon อยู่ในเนื้อฟิล์ม

Shi et al. (2008) ได้ทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ลงบนวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอนเวเฟอร์ระนาบ 100 กับอลูมินาเวเฟอร์ระนาบ 0001 ด้วยวิธี อาร์ เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่มีเป้าสารเคลือบเป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนอลูมินาเวเฟอร์ที่อุณหภูมิห้อง มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบผลึกเดี่ยวที่มีเรียงตัวของผลึกในระนาบ (111) ส่วนฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ ไม่พบโครงสร้างผลึกเดี่ยวดังกล่าว ซึ่งเป็นผลจากไทเทเนียมคาร์ไบด์และอลูมินามีค่าแลคทิทของผลึกที่ไม่แตกต่างกันมาก รวมถึงการให้ศักย์ไฟฟ้าไบแอสที่มีค่าเหมาะสมแก่อลูมินาเวเฟอร์ในระหว่างการเคลือบฟิล์ม

Tschipschin et al. (2007) ได้ศึกษาถึงผลของการยึดเกาะของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนวัสดุรองรับ AISI H13 tool steel ด้วยวิธี Rockwell C tests โดยทำการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธี รีแอกทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ภายใต้สัดส่วนอัตราการไหลของแก๊สมีเทนต่อแก๊สอาร์กอนที่แตกต่างกัน ผลการทดลองพบว่าสัดส่วนของค่าความแข็ง (Hardness) ต่อค่ายังมอดูลัส (Young's modulus) ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าสูงสุดที่อัตราการไหลของแก๊สมีเทนมีค่าเป็น 12 % ของปริมาตรเมื่อเทียบกับต่ออัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน นอกจากนี้ยังพบว่าผลการยึดเกาะของฟิล์มกับวัสดุรองรับจะมีค่าสูงขึ้น เมื่อสัดส่วนของค่าความแข็งต่อค่ายังมอดูลัสของฟิล์มบางและวัสดุรองรับมีค่าที่ใกล้เคียงกัน

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ วัสดุ และอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วน คือ (1) ส่วนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ (2) ส่วนการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ มีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง เป็นเครื่องที่ออกแบบและสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) มี 2 ชนิด

- เป้าสารเคลือบไทเทเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.995 %
- เป้าสารเคลือบแกรไฟต์ มีความบริสุทธิ์ 99.999 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 3 ชนิด

- แผ่นซิลิกอน
- กระจกสไลด์
- แผ่นสแตนเลสสตีล

1.2.3 แก๊ส (Gas) มี 1 ชนิด

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% ใช้เป็นแก๊สสปัตเตอร์

2. ส่วนการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

2.1 X-ray diffractometer (XRD) สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D8 Discover (Bruker AXS)

2.2 Scanning electron microscope (SEM) สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางและความหนาของไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Scanning electron microscope แบบ Field emission รุ่น S-4700 (Hitachi Ltd.)

2.3 Atomic force microscope (AFM) สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.)

2.4 X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) สำหรับศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง XPS รุ่น AXIS Ultra DLD (Kratos analytical Ltd.)

2.5 Raman spectroscopy สำหรับศึกษาโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ โดยทำงานด้วยเลเซอร์ที่มีความยาวคลื่น 532 nm งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Raman spectroscopy แบบ Confocal รุ่น NTEDRA spectra (NT-MDT)

2.6 UV-Vis Spectrophotometer สำหรับวัดค่าการสะท้อนแสงในช่วง 400-700 nm และวัดสีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น UV-VIS 2600 (Shimadzu Co., Ltd)

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง

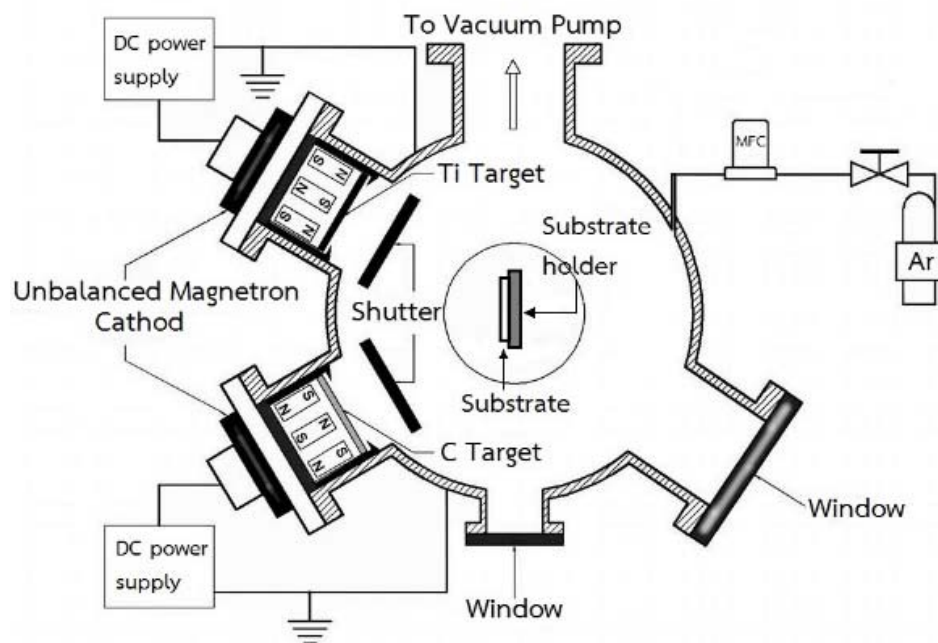
ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง (ภาพที่ 3-1 และ 3-2) ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จึงต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคลสปีดเตอริง ในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum parts) และส่วนของระบบเคลือบ (Coating parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วยห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลสสตีล มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm และสูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบล้างแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำ และมีเครื่องสูบล้างโรตารีเป็นเครื่องสูบล้าง สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่ง รุ่น IKR050

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนในการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด 2 หัว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 54.0 mm และมีการระบายความร้อนด้วยน้ำ โดยแต่ละหัวของคาโทดติดตั้งเป้าสารเคลือบไทเทเนียมและแกรไฟต์ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูง กระแสตรง ใช้แก๊สอาร์กอนเป็นแก๊สสปัตเตอร์ซึ่งการจ่ายแก๊สอาร์กอนในกระบวนการเคลือบถูกควบคุมด้วย Mass flow controller รุ่น 825 Series B (Edwards corporation)



ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-2 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน โคสปีดเตอริง

3.3 การสร้างสถานะสุญญากาศ

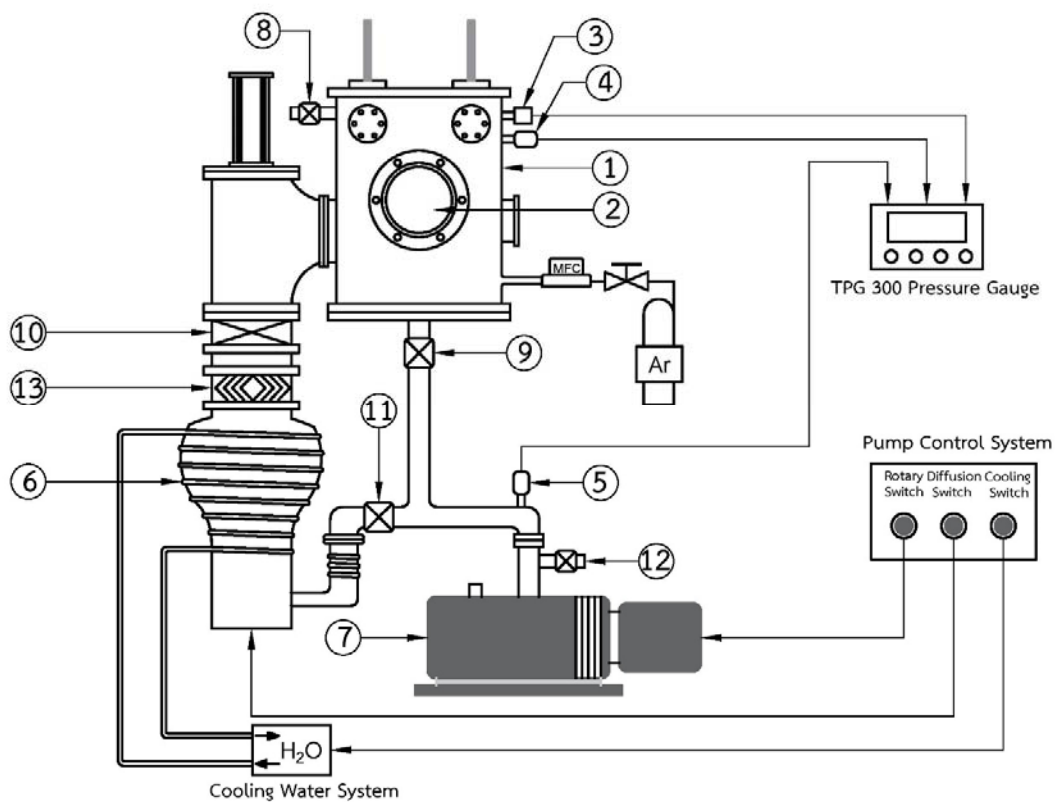
การเคลือบฟิล์มในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง จำเป็นต้องลดความดันในห้องเคลือบให้อยู่ในสถานะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง โดยมีความดันประมาณ $10^{-3} - 10^{-5}$ mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual gas) โดยการสร้างสถานะสุญญากาศใช้ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศประกอบด้วย เครื่องสูบบแบบแพร์ไอหมุนหลังด้วยเครื่องสูบลโรตารี ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิดแสดงดังในภาพที่ 3-3 โดยการสร้างสถานะสุญญากาศในช่วงแรกใช้เครื่องสูบลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศไปที่ความดันประมาณ 10^{-2} mbar จากนั้นจึงใช้เครื่องสูบบแบบแพร์ไอลดความดันต่อจาก 10^{-2} mbar ให้อยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบวาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน
3. สูบอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ โดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบบแบบแพร์ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบบแบบแพร์ไอสามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร์ไอทำงาน เพื่อเป็นการเริ่มต้มน้ำมันซึ่งใช้เวลาประมาณ 20 นาที
4. ระหว่างการต้มน้ำมัน ให้นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันในภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสถานะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศจนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง แล้วปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท
5. สร้างสถานะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลโรตารีสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศจนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูงในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบแล้วเปิดวาล์วห้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูงเพื่อให้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง ซึ่งอยู่ในช่วง $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 3×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางต่อไป



ภาพที่ 3-3 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศของระบบเคลือบสปีดเตอร์ริง

- | | |
|---|---|
| 1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum chamber) | 2. หน้าต่าง (Window) |
| 3. มาตรวัดความดันแบบเพนนิ่ง (Penning gauge) | 4. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani gauge) |
| 5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani gauge) | 6. เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion pump) |
| 7. เครื่องสูบบกลโรตารี (Rotary pump) | 8. วาล์วปล่อย (Vent valve) |
| 9. วาล์วหยาบ (Roughing valve) | 10. วาล์วสุญญากาศสูง (High vacuum valve) |
| 11. วาล์วห้าย (Backing valve) | 12. วาล์วปล่อย (Vent valve) |
| 13. แบลฟเฟิล (Baffle) | |

3.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์แบ่งเป็น 4 ขั้นตอน ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การสร้างสภาวะสุญญากาศ : เริ่มจากนำวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบวางในห้องเคลือบ โดยวางบนแท่นวางชิ้นงานซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบ (d_{s-t}) ได้ตามต้องการ จากนั้นเป็นการสร้างสภาวะสุญญากาศโดยลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้น (P_b) เท่ากับ 5×10^{-5} mbar

2. การทำความสะอาดหน้าเป้า : ขั้นตอนนี้จะเป็นการทำความสะอาดผิวหน้าเป้าสารเคลือบโดยวิธี pre-sputtering ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอนก่อนการเคลือบจริง โดยเลื่อนแผ่นบัง (Shutter) มากั้นระหว่างวัสดุรองรับและเป้าสารเคลือบ เพื่อไม่ให้สารเคลือบที่หลุดออกจากหน้าเป้าขณะทำ pre-sputtering ตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับ ใช้เวลาประมาณ 5 นาที

3. การเคลือบฟิล์มบาง : ขั้นนี้เป็นการเคลือบชิ้นงานตามที่ต้องการภายหลังการทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบโดยการ pre-sputtering แล้ว โดยเริ่มจากการป้อนแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ห้องเคลือบ จากนั้นจึงจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงให้แก่เป้าสารเคลือบ เพื่อสร้างสารเคลือบจากกระบวนการโกลด์ดิสชาร์จ (แผ่นบังยังปิดอยู่ ปรับค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบตามเงื่อนไขในการทดลอง) เมื่อความต่างศักย์และกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้เป้าสารเคลือบไม่เปลี่ยนแปลงจึงเริ่มการเคลือบฟิล์มบางโดยเลื่อนแผ่นบังที่ปิดหน้าเป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางลงบนวัสดุรองรับ พร้อมบันทึกค่ากระแสไฟฟ้า (I) ค่าศักย์ไฟฟ้า (V) และค่าความดันรวม (P_t) ขณะเคลือบ หลังเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์มตามระยะเวลาที่กำหนด (t) ปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ปิดการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบ ปิดวาล์วสุญญากาศสูง แล้วปล่อยอากาศเข้าภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำชิ้นงานที่ได้ ออก

4. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบ แล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อหาสมบัติทางกายภาพด้านอื่น ๆ ต่อไป

3.5 แนวทางการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยได้เตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนวัสดุรองรับ ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ จากนั้นนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพด้านอื่นๆ โดยผู้วิจัยได้แบ่งการทดลองเป็น 2 การทดลอง ซึ่งแต่ละการทดลองมีวิธีการทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลปริมาณของไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนวัสดุรองรับ 3 ชนิด ซึ่งแปรค่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมในกระบวนการเคลือบ เพื่อศึกษาผลปริมาณของไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

2. การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ มาศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบทางเคมี ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์ม

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขของการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป่าสารเคลือบ	ไทเทเนียมและแกรไฟต์
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล
ระยะห่างระหว่างเป่าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ	10 cm
ความดันพื้น	5.0×10^{-5} mbar
ความดันรวมขณะเคลือบ	3.6×10^{-3} mbar
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน	4.2 sccm
เวลาในการเคลือบ	15 min
แรงดันไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบแกรไฟต์	450 V
กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบแกรไฟต์	300 mA
แรงดันไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม	280 – 290 V
กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม	300, 400, 500, 600 mA

การทดลองที่ 2 การศึกษาผลของเวลาในการเคลือบ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของเวลาในการเคลือบที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ สำหรับขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนแผ่นซิลิกอนโดยแปรค่าเวลาในการเคลือบ เพื่อศึกษาผลของเวลาในการเคลือบที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

2. การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ โดยขั้นตอนนี้เป็น การนำฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ มาศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบทางเคมี ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์ม

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขของการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียมและแกรไฟต์
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ	10 cm
ความดันพื้น	5.0×10^{-5} mbar
ความดันรวมขณะเคลือบ	3.6×10^{-3} mbar
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน	4.2 sccm
แรงดันไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบแกรไฟต์	450 V
กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบแกรไฟต์	300 mA
แรงดันไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม	290 V
กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม	600 mA
เวลาในการเคลือบ	10, 20, 30 min

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผล

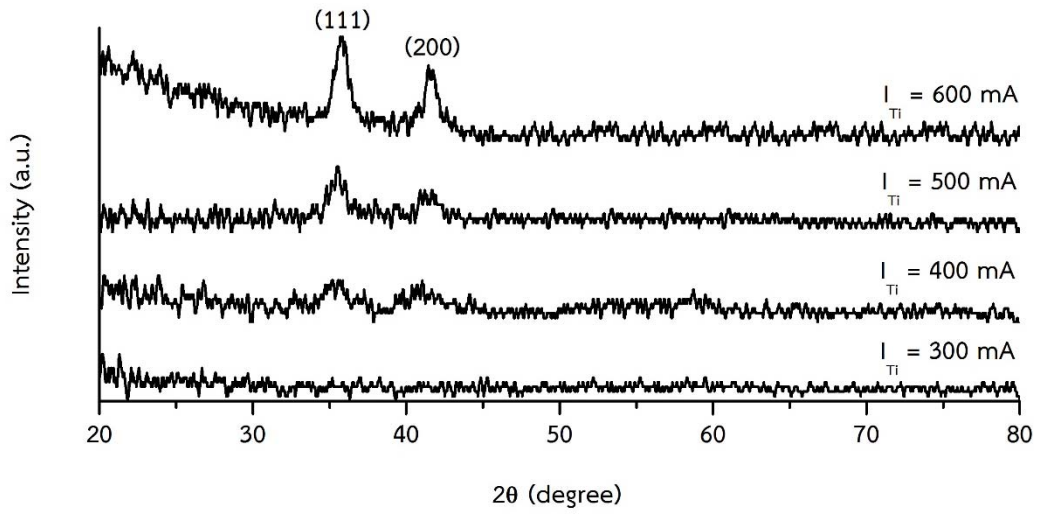
4.1 ผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม

ส่วนนี้เป็นผลการศึกษาของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมสำหรับใช้ในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนวัสดุรองรับ 3 ชนิด ได้แก่ แผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล เพื่อพิจารณาถึงปริมาณของไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ โดยให้ระยะห่างระหว่างเป่าสารเคลือบ (ไทเทเนียมและแกรไฟต์) กับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 4.2 sccm เวลาในการเคลือบเท่ากับ 15 min กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบแกรไฟต์เท่ากับ 300 mA และแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA, 400 mA, 500 mA และ 600 mA ตามลำดับ ซึ่งผลการศึกษาประกอบด้วยการสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมี ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ ดังต่อไปนี้

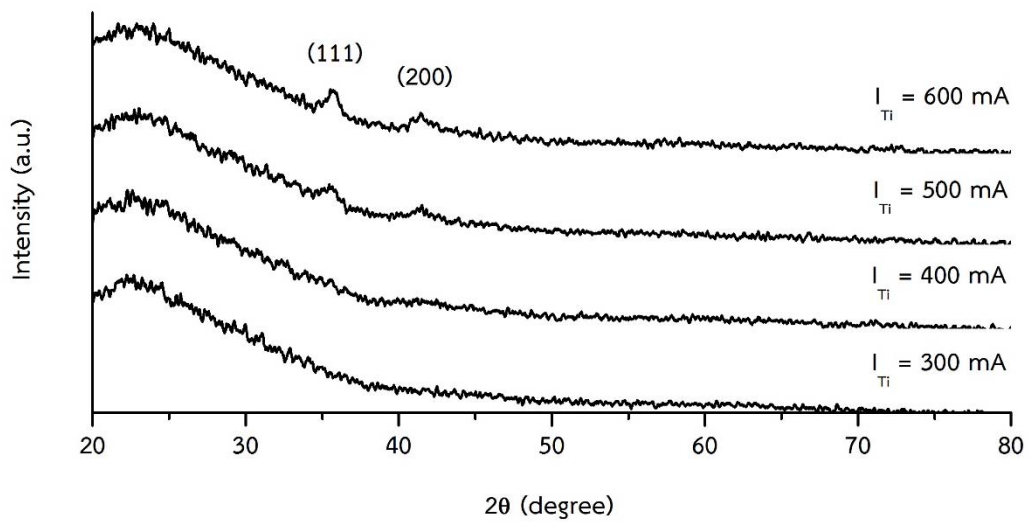
4.1.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Amorphous) และเมื่อกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ขึ้นไป พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก (Face-centered cubic) ที่ระนาบผลึก (111) และ (200) (มาตรฐาน JCPDS เลขที่ 321383) โดยความเป็นผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม

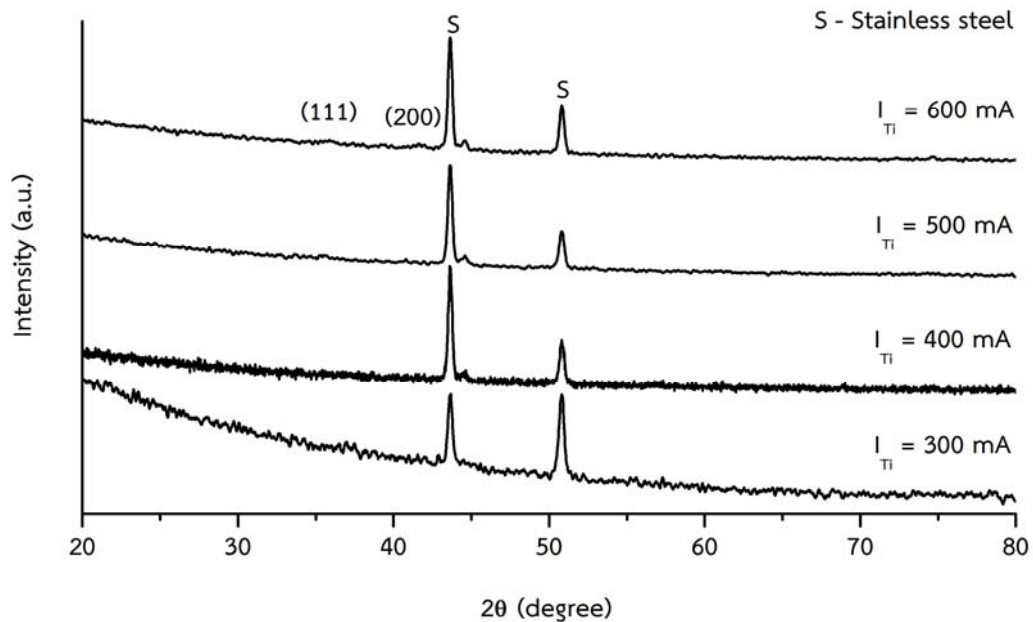
ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA และ 400 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน และกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 500 mA และ 600 mA พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก ที่ระนาบผลึก (111) และ (200) (มาตรฐาน JCPDS เลขที่ 321383) ซึ่งการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของความเป็นผลึกของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์



ภาพที่ 4-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ



ภาพที่ 4-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

ภาพที่ 4-3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ พบว่าที่ทุกค่าของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 300 mA ถึง 600 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครงสร้างแบบออสถึฐาน เนื่องจากไม่พบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์ม พบแต่การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแผ่นสแตนเลสสตีลเท่านั้น โดยการเปลี่ยนแปลงของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไม่มีผลต่อความผลึกของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล ซึ่งมีความแตกต่างกับฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนวัสดุรองรับ 3 ชนิด ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ สามารถอธิบายได้ว่าการเพิ่มขึ้นของความเป็นผลึกของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์มีความสัมพันธ์กับกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ต่ำกว่าในการเคลือบฟิล์ม ทำให้อะตอมของไทเทเนียมที่หลุดออกจากเป่าสารเคลือบไทเทเนียมไม่สามารถรวมกับอะตอมของคาร์บอนที่หลุดออกจากจากเป่าสารเคลือบแกรไฟต์ได้ เนื่องจากมีพลังงานและจำนวนของอะตอมไทเทเนียมที่ต่ำ ซึ่งถ้ามีการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ทำให้อะตอมของไทเทเนียมมีพลังงานและจำนวนเพิ่มขึ้นมากพอ อะตอมของไทเทเนียมจึงสามารถรวมกับอะตอมของคาร์บอนได้เป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ (Wang, Wang, & XUE, 2012)

ความเป็นผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์นอกจากขึ้นอยู่กับกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมแล้ว ความเป็นผลึกของฟิล์มยังสามารถขึ้นอยู่กับลักษณะของวัสดุรองรับ (Hayk, Sung-Nam, Kyoung-Bo, Han-Ki, & Moojin, 2018; Xuemei, Kazuhiro, Yoshihiko, & Noritaka, 2018) และอุณหภูมิของวัสดุรองรับ (Feng & Chen, 2017; Hong, Chan, Dae, & Duck, 2000; Martin, Ulf, & David, 2018) โดยเมื่อพิจารณาผลของ XRD ที่ได้จากฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเดียวกัน พบว่าความเป็นผลึกของฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนมีค่าสูงกว่าฟิล์มที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เนื่องจากแผ่นซิลิกอนมีโครงสร้างแบบผลึกแต่กระจกสไลด์มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน จึงทำให้แผ่นซิลิกอนมีแลตทิซ (Fixed lattice) ที่มากสำหรับอะตอมหรือกลุ่มอะตอมของไทเทเนียมและคาร์บอนที่ตกเคลือบและเกิดการยึดติดบนพื้นผิวของแผ่นซิลิกอนที่โครงสร้างผลึก จนนำไปสู่การเกิด (Nuclei) ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เป็นผลึกมากขึ้นบนแผ่นซิลิกอน

สำหรับในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ ซึ่งพบว่ามีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน เนื่องจากการเคลือบฟิล์มเกิดขึ้นโดยที่อุณหภูมิของแผ่นสแตนเลสสตีลเท่ากับอุณหภูมิห้อง จึงทำให้พลังงานการแพร่ของอะตอม (Atomic diffusion energy) ไทเทเนียมและคาร์บอนบนแผ่นสแตนเลสสตีลมีค่าไม่เพียงพอในการเกิดของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบผลึก ซึ่งความเป็นผลึกของฟิล์มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิของวัสดุรองรับที่เพิ่มขึ้น โดยอุณหภูมิของวัสดุรองรับที่สูงขึ้น พลังงานการแพร่ของอะตอมมีค่าเพิ่มขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกสูงขึ้น

ในการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ ซึ่งขนาดผลึกของฟิล์มคำนวณได้จากสมการของ Scherrer ส่วนกรณีฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลนั้นไม่สามารถหาขนาดของผลึกได้ เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้ที่ทุกค่าของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมทั้งหมดมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน จากตารางที่ 4-1 แสดงขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ พบว่าขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ระนาบผลึก (111) และ (200) มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้น โดยในช่วงของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมจาก 400 mA ถึง 600 mA ขนาดของผลึกที่ระนาบ (111) เปลี่ยนแปลงจาก 5.28 nm เป็น 15.28 nm และที่ระนาบ (200) เปลี่ยนแปลงจาก 4.54 nm เป็น 12.68 nm

ตารางที่ 4-2 แสดงขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ พบว่าที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA และ 400 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้นั้นไม่สามารถหา

ขนาดของผลึกได้ เนื่องจากฟิล์มมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน และที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA และ 600 mA พบว่าขนาดผลึกที่ระนาบผลึก (111) และ (200) ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์มีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน โดยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 500 mA ขนาดผลึกของฟิล์มที่ระนาบ (111) เท่ากับ 14.05 nm และที่ระนาบ (200) เท่ากับ 11.83 nm ส่วนกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 600 mA ขนาดผลึกของฟิล์มที่ระนาบ (111) เท่ากับ 17.43 nm และที่ระนาบ (200) เท่ากับ 13.97 nm โดยเหตุผลเมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ทำให้มีการเพิ่มขึ้นของขนาดผลึกในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ เนื่องจากในฟิล์มมีจำนวนอะตอมของไทเทเนียมที่สูงขึ้น (Raman, Kiran, Ramamurty, & Rao, 2012)

ตารางที่ 4-1 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

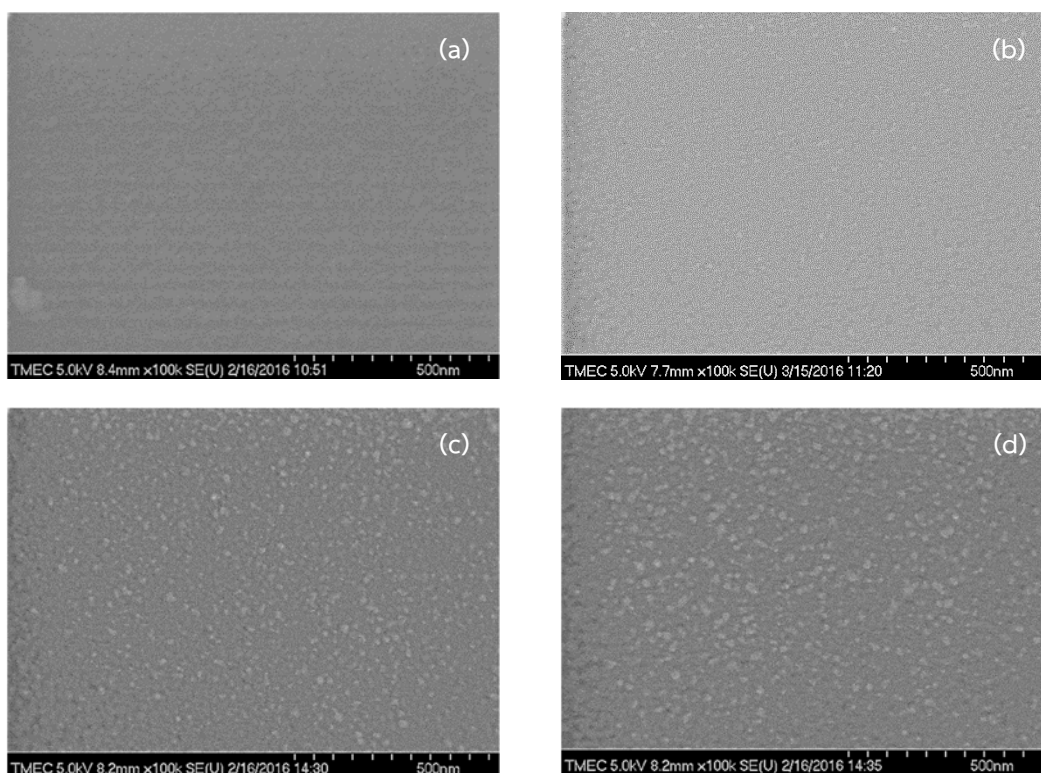
กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ (mA)	ขนาดผลึก (nm)	
	ระนาบ (111)	ระนาบ (200)
300	-	-
400	5.28	4.54
500	12.01	10.76
600	15.85	12.68

ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ (mA)	ขนาดผลึก (nm)	
	ระนาบ (111)	ระนาบ (200)
300	-	-
400	-	-
500	14.05	11.83
600	17.43	13.97

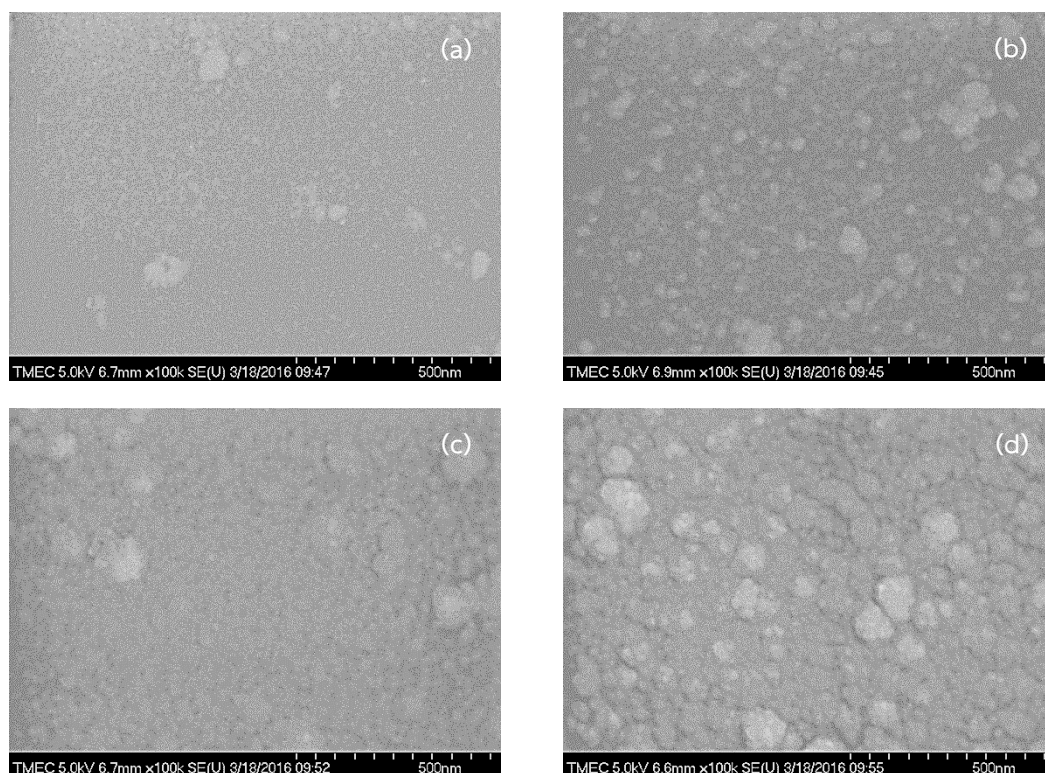
4.1.2 ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-4 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ จากเทคนิค SEM โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีลักษณะผิวที่เรียบและเมื่อกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ขึ้นไป พบว่าผิวของฟิล์มไม่เรียบ โดยมีเกรน (Grain) ที่มีลักษณะกลมมนขนาดเล็กๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม โดยความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าเพิ่มขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม



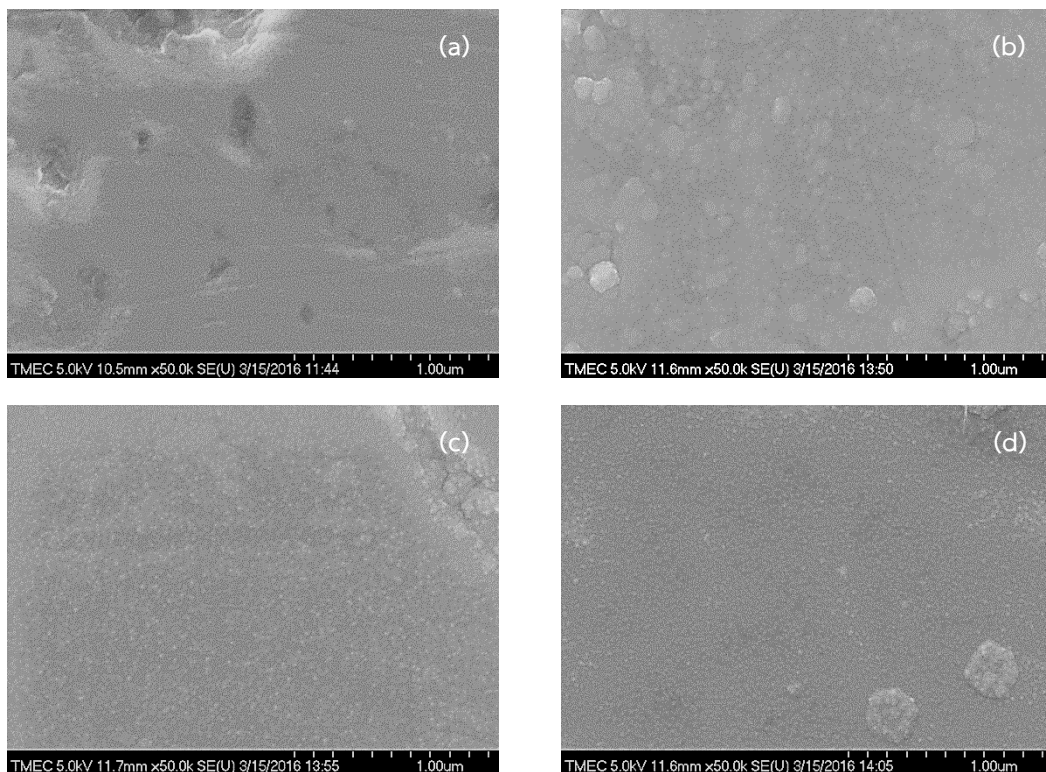
ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA

ภาพที่ 4-5 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ จากเทคนิค SEM โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีลักษณะผิวที่ค่อนข้างเรียบ และในบางบริเวณของผิวฟิล์มมีเกรนขนาดใหญ่เกิดขึ้น สำหรับที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 400 mA และ 500 mA ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีความหยาบผิวเพิ่มขึ้น และพบเกรนขนาดใหญ่เพิ่มขึ้นกระจายอยู่ที่ผิวของฟิล์ม ส่วนกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 600 mA พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีความหยาบผิวมากที่สุด และเกิดเกรนขนาดใหญ่ที่สุดจำนวนมากกระจายอยู่ทั่วผิวของฟิล์ม โดยความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์มีค่าเพิ่มขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม



ภาพที่ 4-5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA

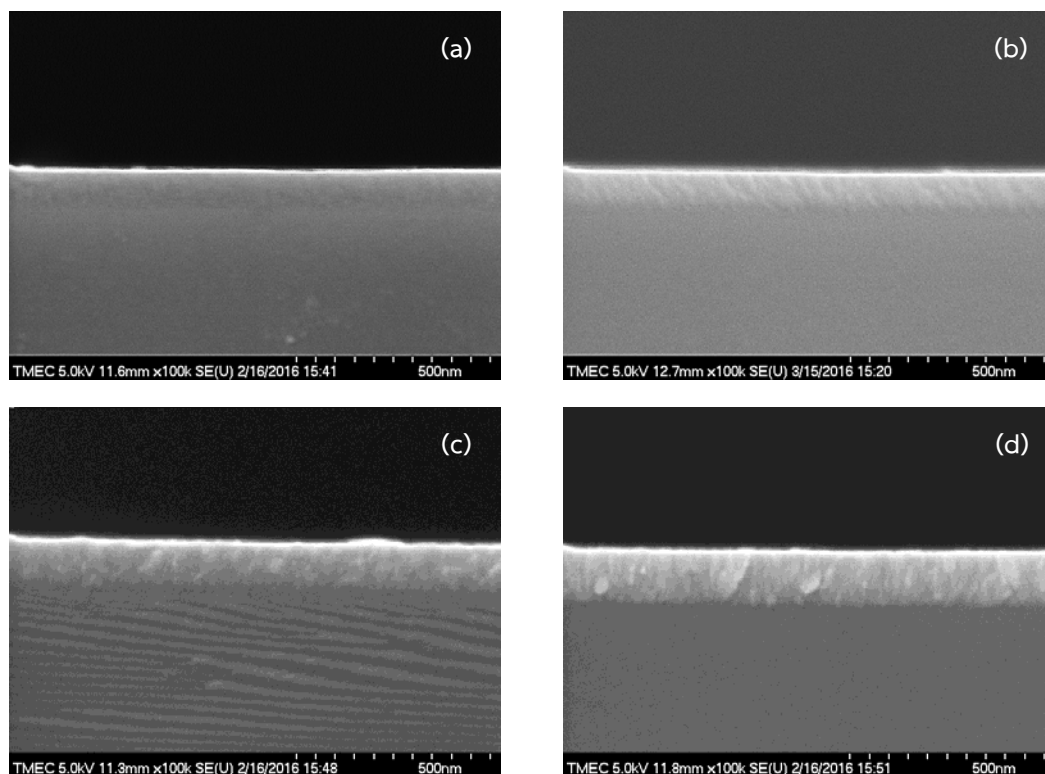
ภาพที่ 4-6 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ จากเทคนิค SEM โดยพบว่าทุกค่าของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีลักษณะผิวส่วนใหญ่ที่ค่อนข้างเรียบ เกิดหลุมและเกรนขนาดใหญ่จำนวนเล็กน้อยในบางบริเวณของผิวฟิล์ม โดยการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล



ภาพที่ 4-6 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน และกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ สามารถอธิบายได้ว่าการเพิ่มขึ้นของความหยาบผิวและขนาดเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้มีความสัมพันธ์กับกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่มีค่าต่ำในการเคลือบฟิล์ม ส่งผลให้เกิดการรวมของอะตอมไทเทเนียมในเมทริกซ์คาร์บอนแบบอสัณฐาน (Amorphous carbon matrix) เพียงเล็กน้อย ซึ่งการรวมกันนี้ไม่สามารถทำลายพันธะระหว่างอะตอมของคาร์บอนได้ จึงทำให้ฟิล์มที่ได้จากเงื่อนไขการเคลือบนี้มีลักษณะผิวที่เรียบและไม่เห็นเกรนของฟิล์ม โดยเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่สูงขึ้น นอกจากทำให้ฟิล์มมีปริมาณของไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้นแล้ว ยังทำให้อะตอมของไทเทเนียมสามารถทำลายพันธะระหว่างอะตอมของคาร์บอนได้ และเกิดการรวมกับอะตอมของคาร์บอนได้เป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ ซึ่งฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีความหยาบผิวและขนาดเกรนเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม (Wang, Wang, & XUE, 2012)

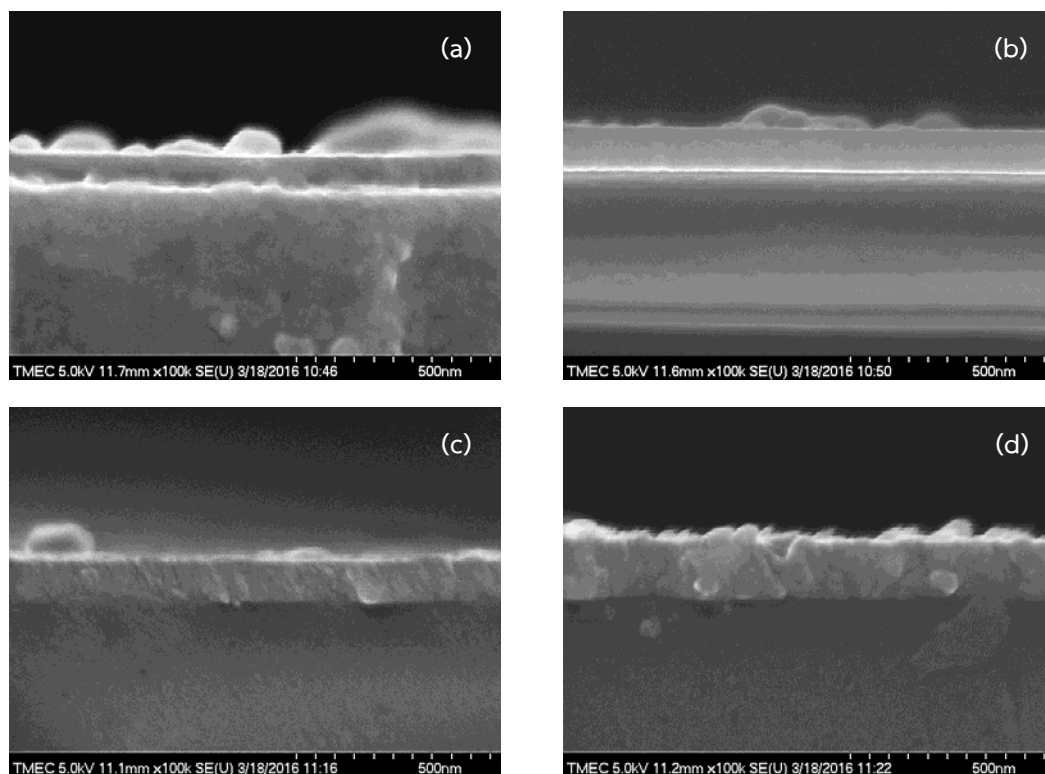
ในการหาความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ที่แปรค่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมด้วยภาคตัดขวางของฟิล์มจากการวิเคราะห์เทคนิค SEM ดังภาพที่ 4-7 และ 4-8 พบว่าความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนวัสดุรองรับทั้งสองชนิดมีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมตารางที่ 4-3 และ 4-4 แสดงความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยในช่วงของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 300 mA ถึง 600 mA พบว่าความหนาของฟิล์มเคลือบบนแผ่นซิลิกอนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 70 nm ถึง 140 nm และความหนาของฟิล์มเคลือบบนกระจกสไลด์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 95 nm ถึง 145 nm ซึ่งความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม เนื่องจากปริมาณการหลุดออกของอะตอมสารเคลือบ (Sputter yield) ขึ้นอยู่กับกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบ โดยเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม ทำให้เกิดการหลุดออกของอะตอมไทเทเนียมจำนวนมากขึ้นเป็นผลให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น (Wang, Wang, & XUE, 2012)



ภาพที่ 4-7 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA

ตารางที่ 4-3 ความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ (mA)	ความหนาของฟิล์ม (nm)
300	70
400	95
500	115
600	140



ภาพที่ 4-8 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA

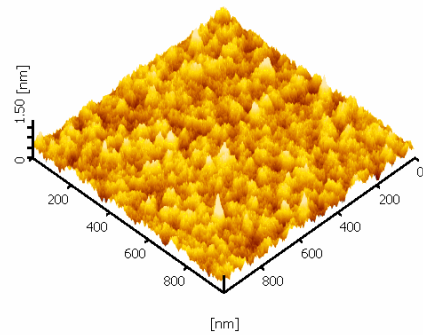
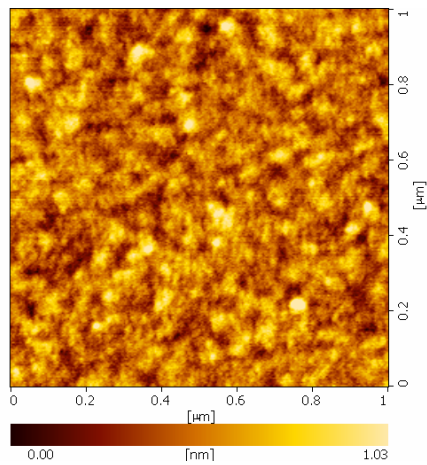
ตารางที่ 4-4 ความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบ (mA)	ความหนาของฟิล์ม (nm)
300	95
400	110
500	115
600	145

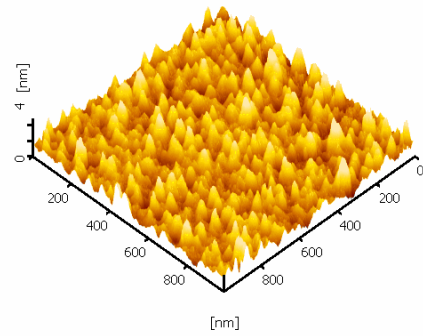
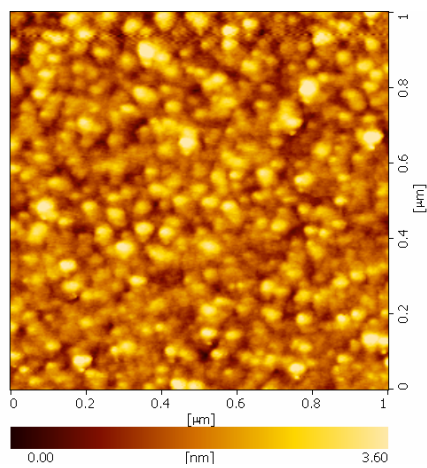
ภาพที่ 4-9 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ จากเทคนิค AFM แบบ 2 มิติ และ 3 มิติ โดยผล การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิค AFM พบว่ามีผลตรงกันกับผลการวิเคราะห์ลักษณะ พื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิค SEM โดยที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA พบว่า พื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ส่วนใหญ่มีลักษณะค่อนข้างเรียบ และเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้า ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ขึ้นไป พบว่าฟิล์มมีความหยาบผิวมากขึ้น โดยความ หยาบผิว (RMS) ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.16 nm ถึง 1.09 nm เมื่อ กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA ถึง 600 mA ดังตารางที่ 4-5

ตารางที่ 4-5 ความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้า ให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

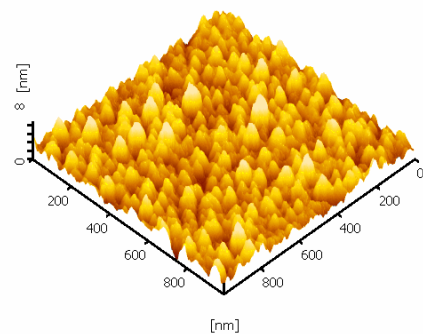
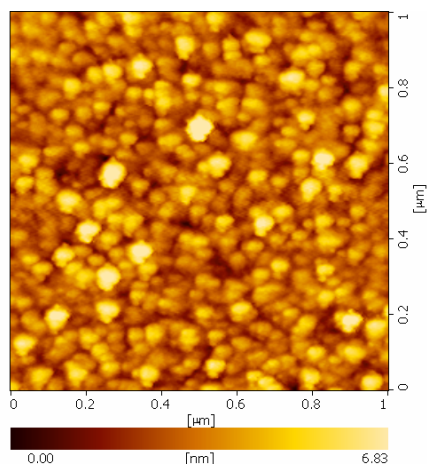
กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป่าสารเคลือบ (mA)	ความหยาบผิวของฟิล์ม (nm)
300	0.16
400	0.58
600	1.09



(a)



(b)

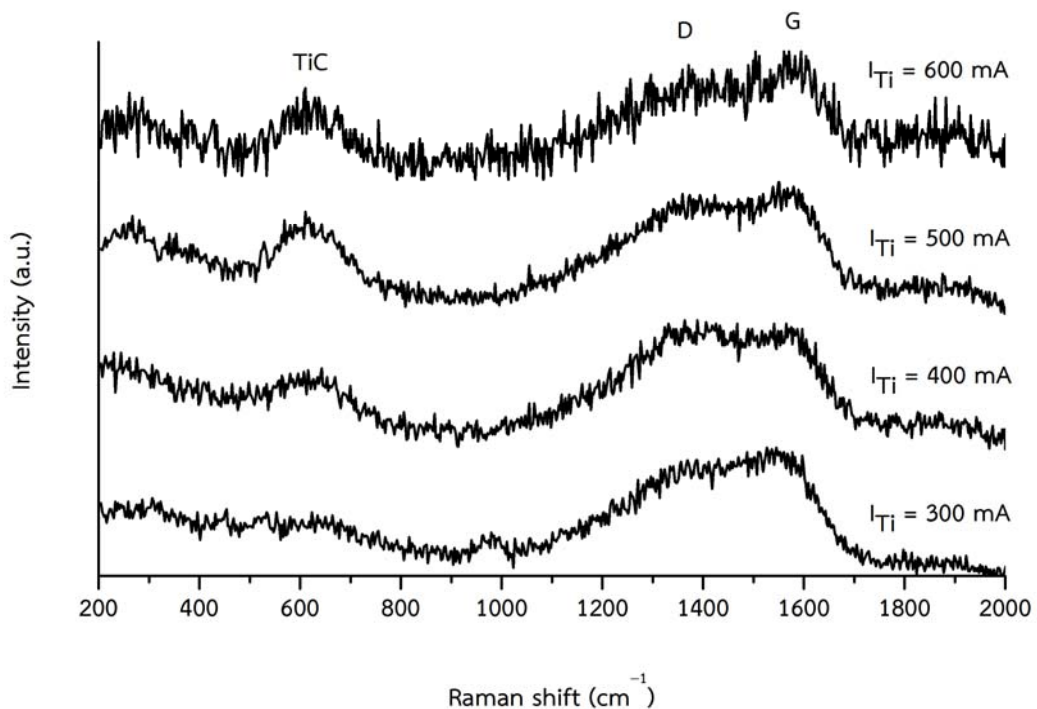


(c)

ภาพที่ 4-9 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA และ (c) 600 mA

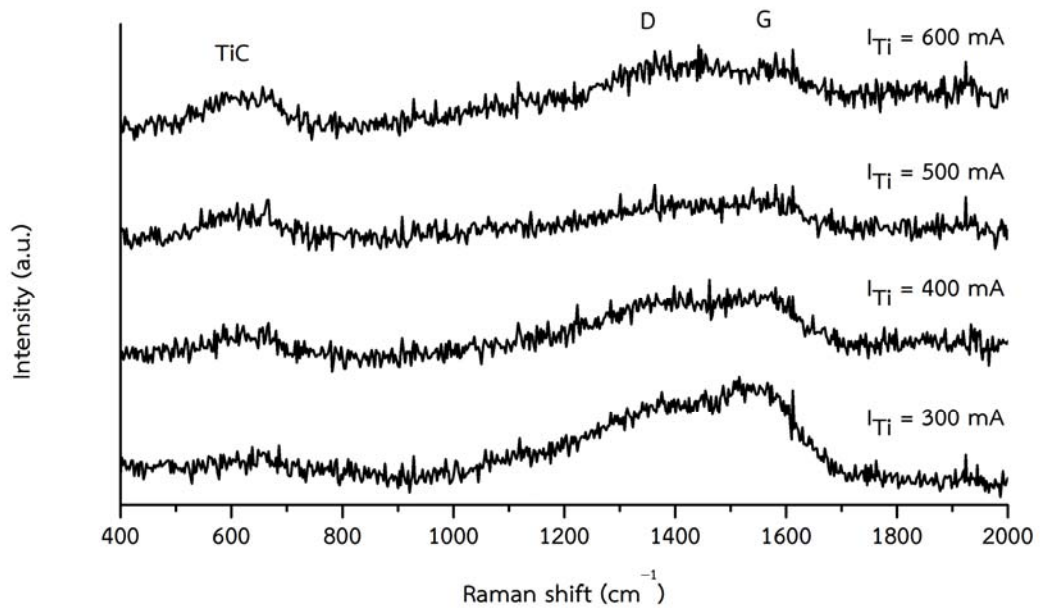
4.1.3 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-10 ถึง 4-12 แสดงโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ จากเทคนิค Raman spectroscopy โดยเมื่อพิจารณาฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA พบว่า Raman spectra ของฟิล์มที่เคลือบได้ประกอบด้วย 2 peak ได้แก่ Raman shift ที่ 1358 cm^{-1} และ 1580 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างคาร์บอนแบบอสัณฐานของแถบ D (Disorder) และ G (Graphitic) ตามลำดับ และเมื่อฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ขึ้นไป พบว่า Raman spectra ของฟิล์มที่เคลือบได้ประกอบด้วย 3 peak ได้แก่ Raman shift ที่ 610 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างของไทเทเนียมคาร์ไบด์ Raman shift ที่ 1358 cm^{-1} และ 1580 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างคาร์บอนแบบอสัณฐานของแถบ D และ G ดังภาพที่ 4-10

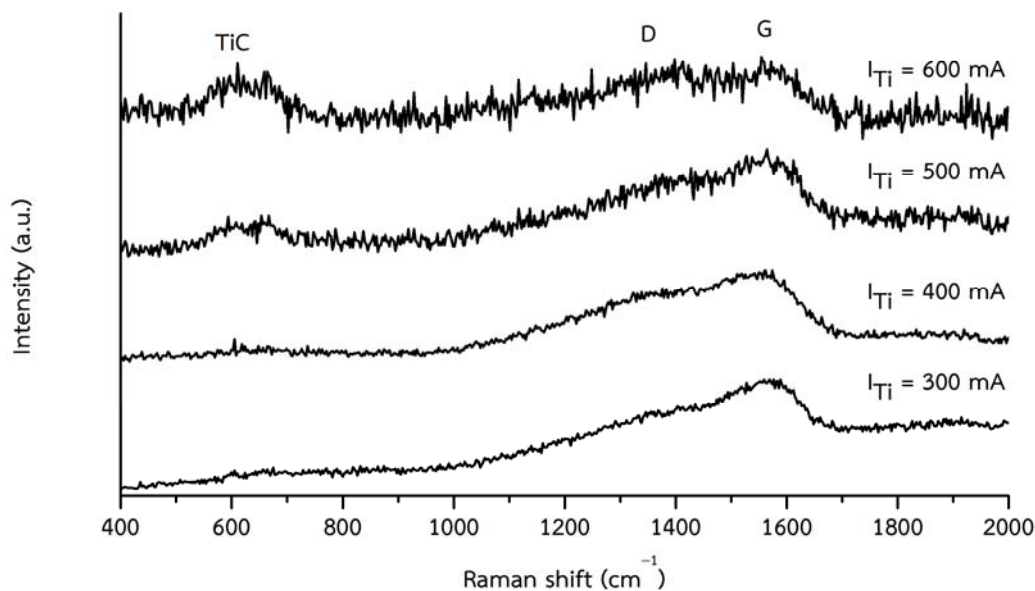


ภาพที่ 4-10 Raman spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

สำหรับกรณีฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์และแผ่นสแตนเลสสตีล ด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA และ 400 mA พบว่า Raman spectra ของฟิล์มที่เคลือบได้ประกอบด้วย 2 peak ตรงกับของโครงสร้างคาร์บอนแบบอสัณฐานของแถบ D และ G ซึ่งอยู่ที่ Raman shift เท่ากับ 1358 cm^{-1} และ 1580 cm^{-1} ตามลำดับ และเมื่อฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์และแผ่นสแตนเลสสตีลด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 500 mA และ 600 mA พบว่า Raman spectra ของฟิล์มที่เคลือบได้ประกอบด้วย 3 peak ซึ่งอยู่ที่ Raman shift เท่ากับ 610 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างของไทเทเนียมคาร์ไบด์ Raman shift เท่ากับ 1358 cm^{-1} และ 1580 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างคาร์บอนแบบอสัณฐานของแถบ D และ G ตามลำดับ ดังภาพที่ 4-11 และ 4-12



ภาพที่ 4-11 Raman spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ



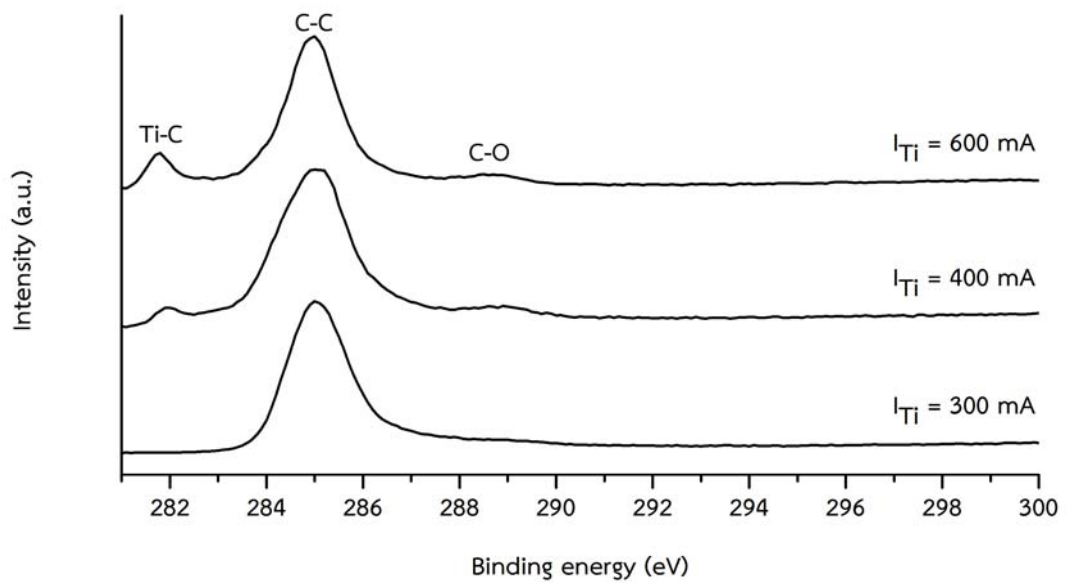
ภาพที่ 4-12 Raman spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

จากผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้น ทำให้ความเข้มของ TiC peak มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ความเข้มทั้ง D peak และ G peak มีค่าลดลง ซึ่งผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มดังกล่าวนี้แสดงถึงการเพิ่มขึ้นของปริมาณไทเทเนียมที่รวมกับเมทริกซ์คาร์บอนแบบอสัณฐานภายในฟิล์มที่เคลือบได้ และนอกจากนี้ผลการวิเคราะห์ฟิล์มด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ช่วยสนับสนุนผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่แสดงการเพิ่มขึ้นของความเป็นผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เนื่องจากกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น (Amina, Nadia, Noureddine, & Abdellatif, 2014; Cai et al., 2016; Wang, Wang, & XUE, 2012)

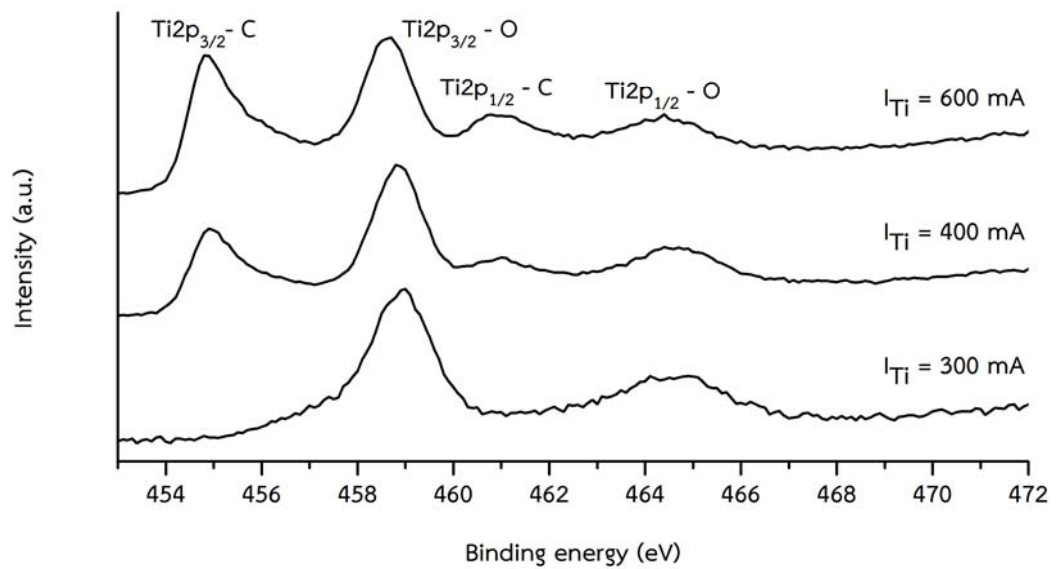
ในการหาลักษณะองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ภาพที่ 4-13 และ 4-14 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของ C1s spectra และ Ti2p spectra ในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ขึ้นไป พบว่า C1s spectra ของฟิล์มประกอบด้วย 3 peak ได้แก่ พลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ในช่วง 281.8 eV ถึง 281.9 eV ตรงกับพันธะ Ti-C พลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 285.0 eV ตรงกับพันธะ C-C และพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 288.6 eV ถึง 288.7 eV ตรงกับพันธะ C-O ดังภาพที่ 4-13 และพบว่า Ti2p spectra ของฟิล์มประกอบด้วย 4 peak ได้แก่ พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 454.8 eV ถึง 454.9 eV ตรงกับพันธะ Ti2p_{3/2}-C พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 458.7 eV ถึง 458.8 eV ตรงกับพันธะ Ti2p_{3/2}-O พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 460.8 eV ถึง 461.0 eV ตรงกับพันธะ Ti2p_{1/2}-C และพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 464.4 eV ตรงกับพันธะ Ti2p_{1/2}-O ดังภาพที่ 4-14 โดยความเข้ม peak ของพันธะ Ti-C พันธะ Ti2p_{3/2}-C และพันธะ Ti2p_{1/2}-C ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าสูงขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม เนื่องจากภายในฟิล์มมีปริมาณของไทเทเนียมมากขึ้น โดยอัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.03 เป็น 0.20 เมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA เป็น 600 mA ดังตารางที่ 4-6 ส่วนการพบ peak ของพันธะ C-O พันธะ Ti2p_{3/2}-O และพันธะ Ti2p_{1/2}-O ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เป็นผลจากการเก็บฟิล์มที่เคลือบได้ไว้ในบรรยากาศทำให้เกิดออกซิเดชันบนผิวฟิล์ม (Rani et al., 2016) โดยผลการวิเคราะห์ฟิล์มด้วยเทคนิค XPS สนับสนุนผลการวิเคราะห์ฟิล์มด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ซึ่งแสดงถึงการทำลายพันธะ C-C (Graphitization effect) ของคาร์บอนแบบอสัณฐานในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม ทำให้เกิดการรวมกันของไทเทเนียมในเมทริกซ์คาร์บอนแบบอสัณฐานเพิ่มมากขึ้น (Wang, Wang, & XUE, 2012)

ตารางที่ 4-6 อัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ (mA)	อัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอน
300	0.03
400	0.14
600	0.20



ภาพที่ 4-13 C1s XPS spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

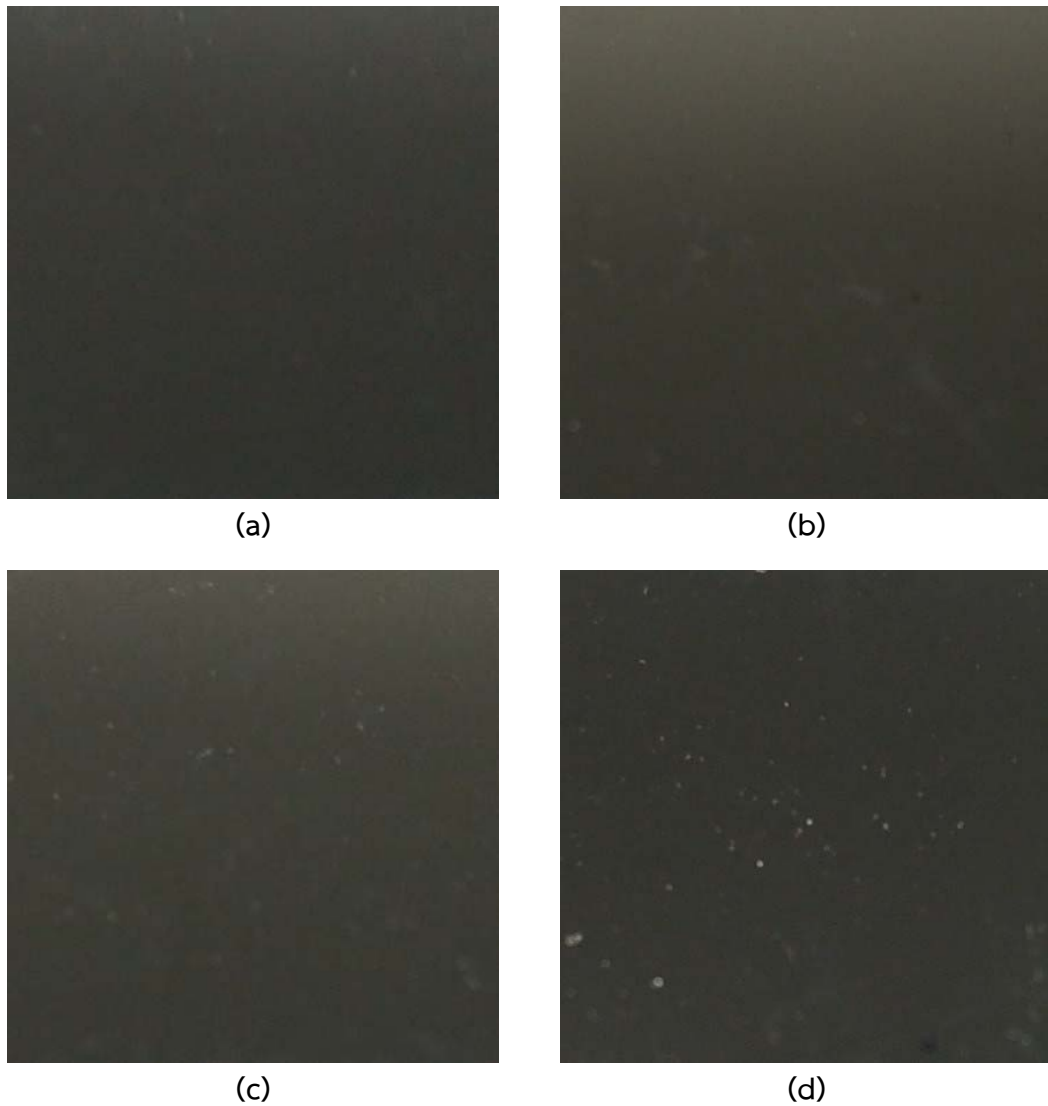


ภาพที่ 4-14 Ti2p XPS spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

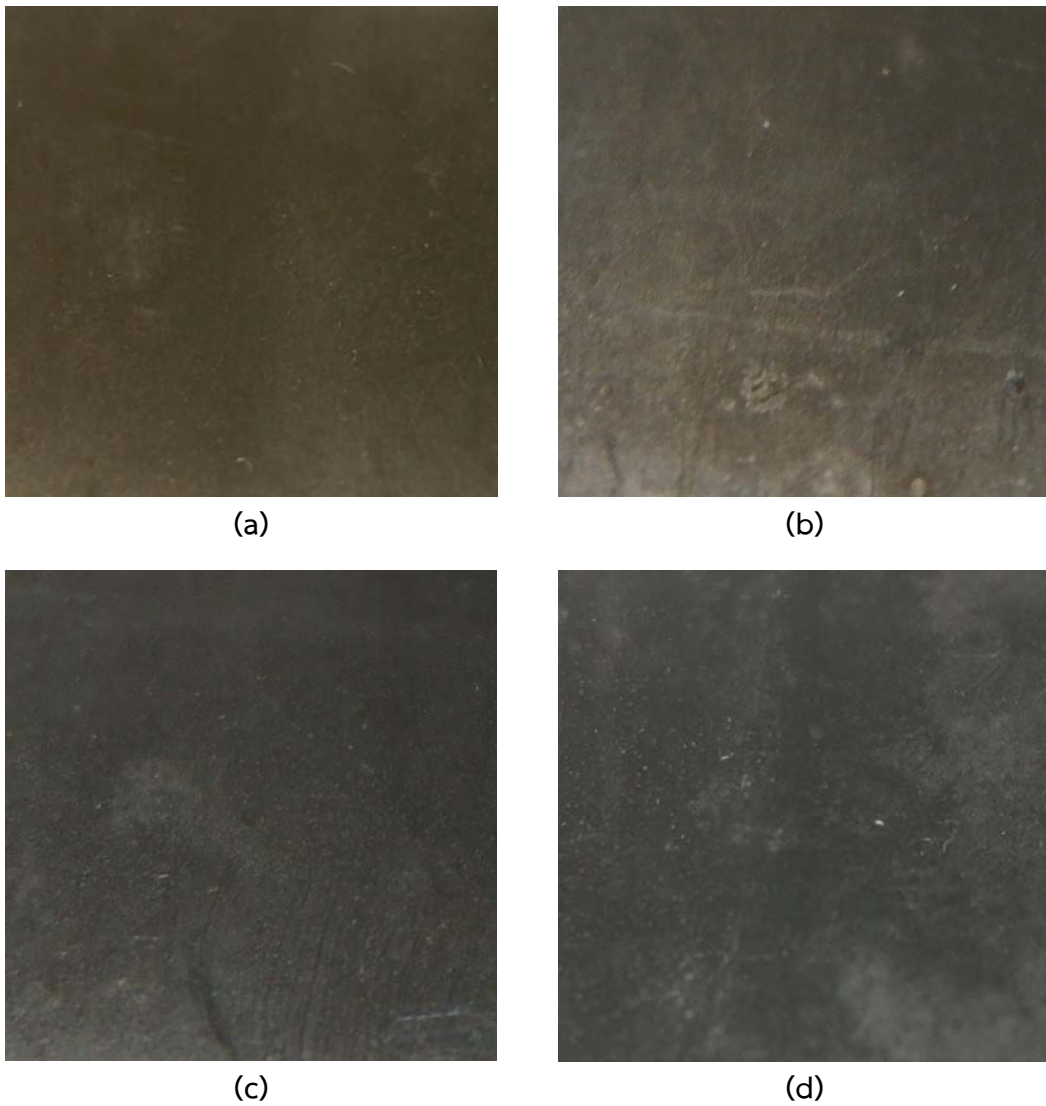
4.1.4 ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-15 ถึง 4-17 แสดงภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม ต่างๆ จากกล้องถ่ายภาพดิจิทัล เมื่อสังเกตภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้บน วัสดุรองรับต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 300 mA ถึง 600 mA พบว่า ฟิล์มเคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนมีสีเทาเข้มที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA และ เมื่อกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ขึ้นไป ฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้มีสีเทา ดังภาพที่ 4-15 โดยเมื่อพิจารณาฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้บนกระจกสไลด์ พบว่าที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 300 mA และ 400 mA สีของฟิล์มบน กระจกสไลด์เป็น สีน้ำตาล และสีน้ำตาลปนเทา ตามลำดับ และที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบ ไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA และ 600 mA สีของฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้เป็นสีเทา ดังภาพที่ 4-16 ส่วนฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่นสแตนเลสสตีล พบว่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสาร เคลือบไทเทเนียมที่ 300 mA และ 400 mA สีของฟิล์มบนแผ่นสแตนเลสสตีลเป็น สีน้ำตาล และ สีน้ำตาลปนเทา ตามลำดับ และกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 500 mA และ 600 mA สีของฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้เป็นสีเทา ดังภาพที่ 4-17

ภาพที่ 4-18 ถึง 4-20 แสดงเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแสงในช่วงแสงที่ตามองเห็น (Visible light) โดยมีความยาวคลื่นตั้งแต่ 400 nm ถึง 700 nm ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบน แผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสาร เคลือบไทเทเนียมต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis spectrophotometry เมื่อพิจารณา คุณสมบัติทางแสงที่เป็นค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้บนวัสดุรองรับ ต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 300 mA ถึง 600 mA พบว่าค่าการ สะท้อนแสงของฟิล์มไม่ได้ขึ้นอยู่กับความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้จากกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสาร เคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยค่าเฉลี่ยของการสะท้อนแสงของฟิล์มเคลือบบนแผ่นซิลิกอนอยู่ในช่วง 22.82% ถึง 31.56% ค่าเฉลี่ยของการสะท้อนแสงของฟิล์มเคลือบบนกระจกสไลด์อยู่ในช่วง 9.32% ถึง 21.78% และค่าเฉลี่ยของการสะท้อนแสงของฟิล์มเคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลอยู่ในช่วง 16.71% ถึง 26.38%



ภาพที่ 4-15 ภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA



ภาพที่ 4-16 ภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA



(a)



(b)

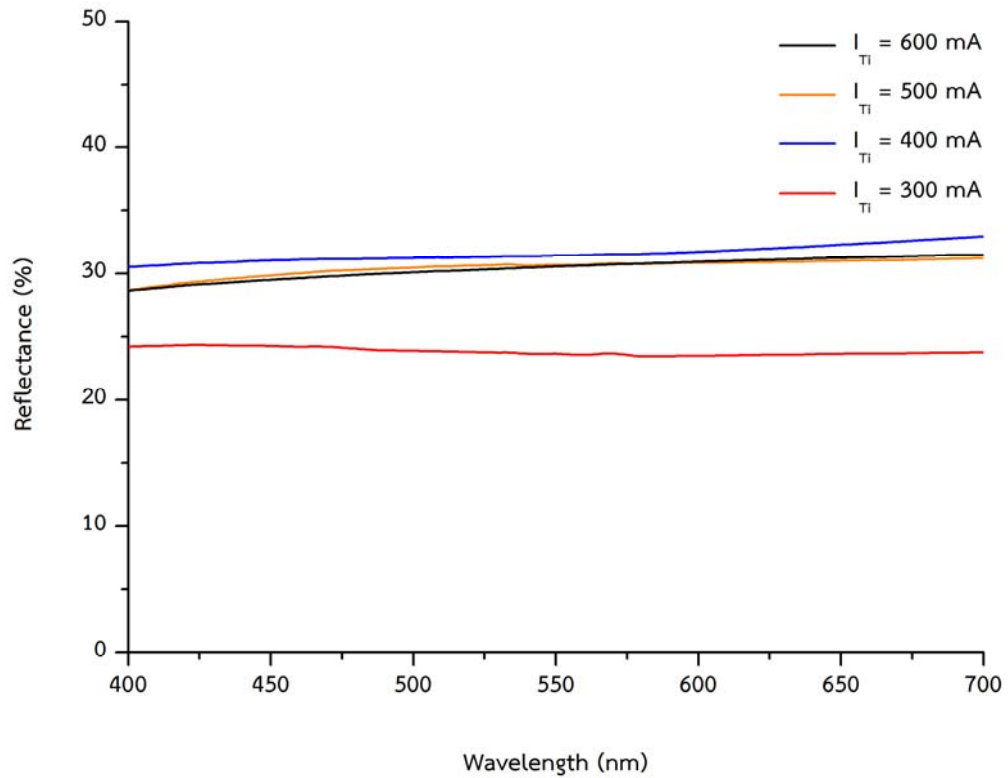


(c)

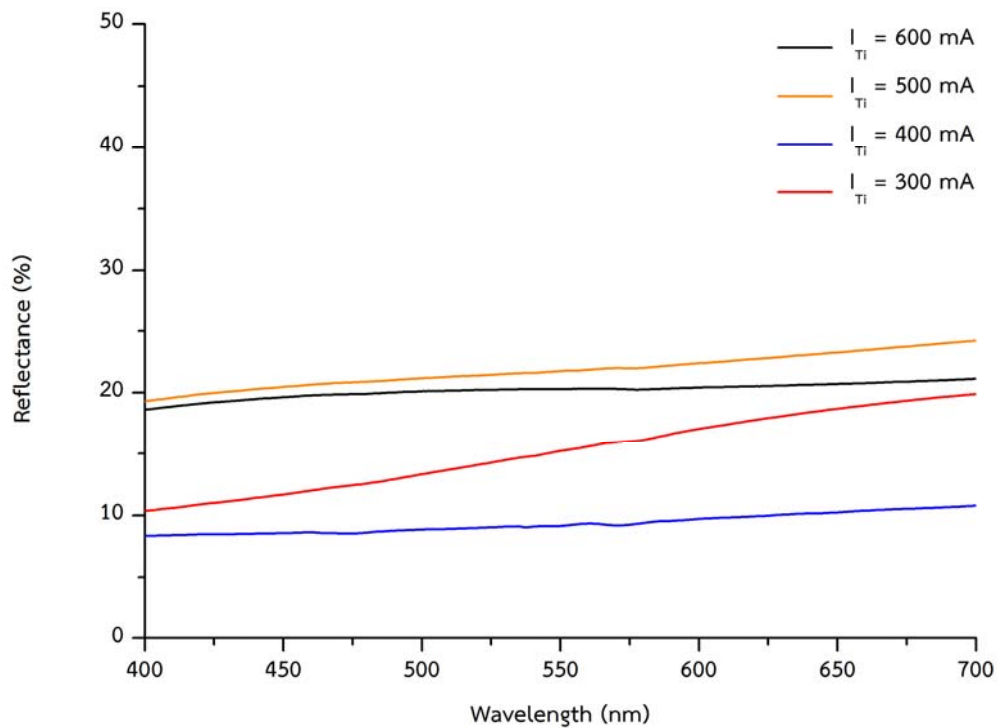


(d)

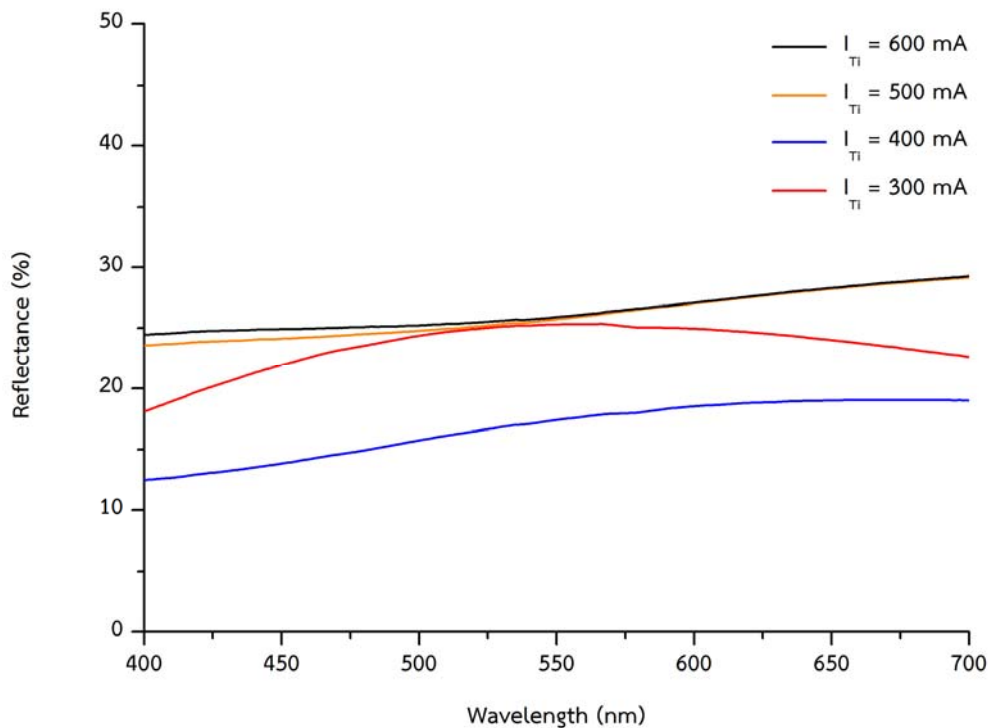
ภาพที่ 4-17 ภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA และ (d) 600 mA



ภาพที่ 4-18 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ



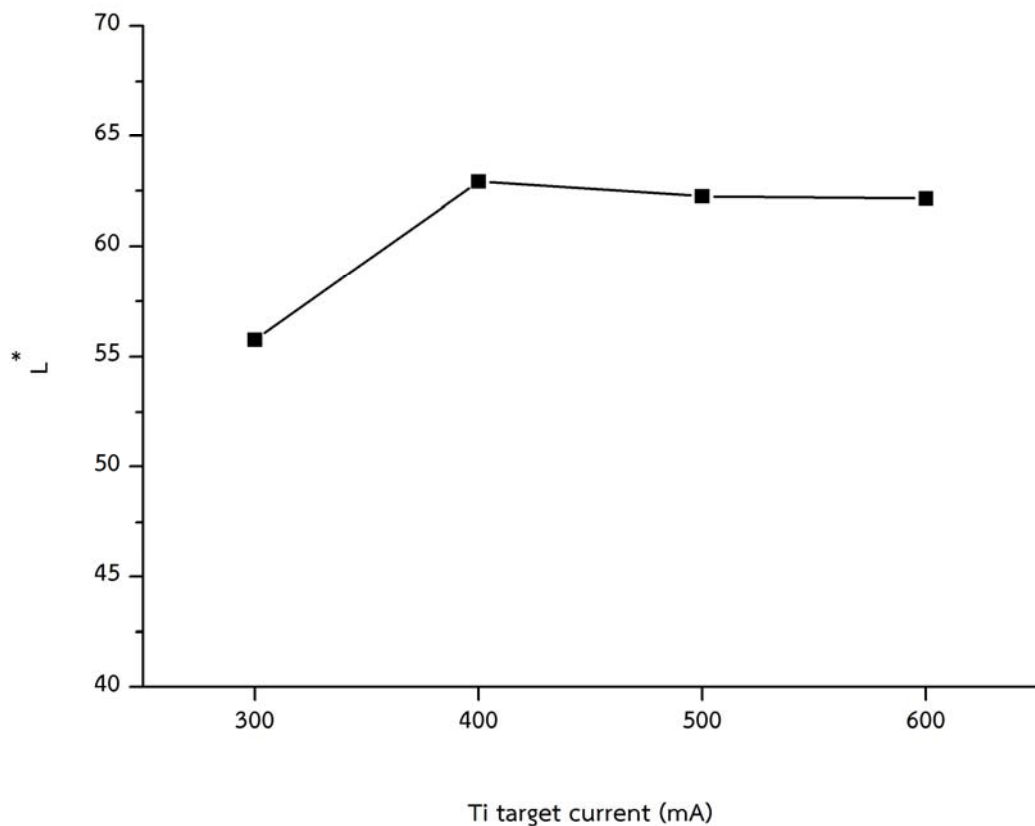
ภาพที่ 4-19 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ



ภาพที่ 4-20 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

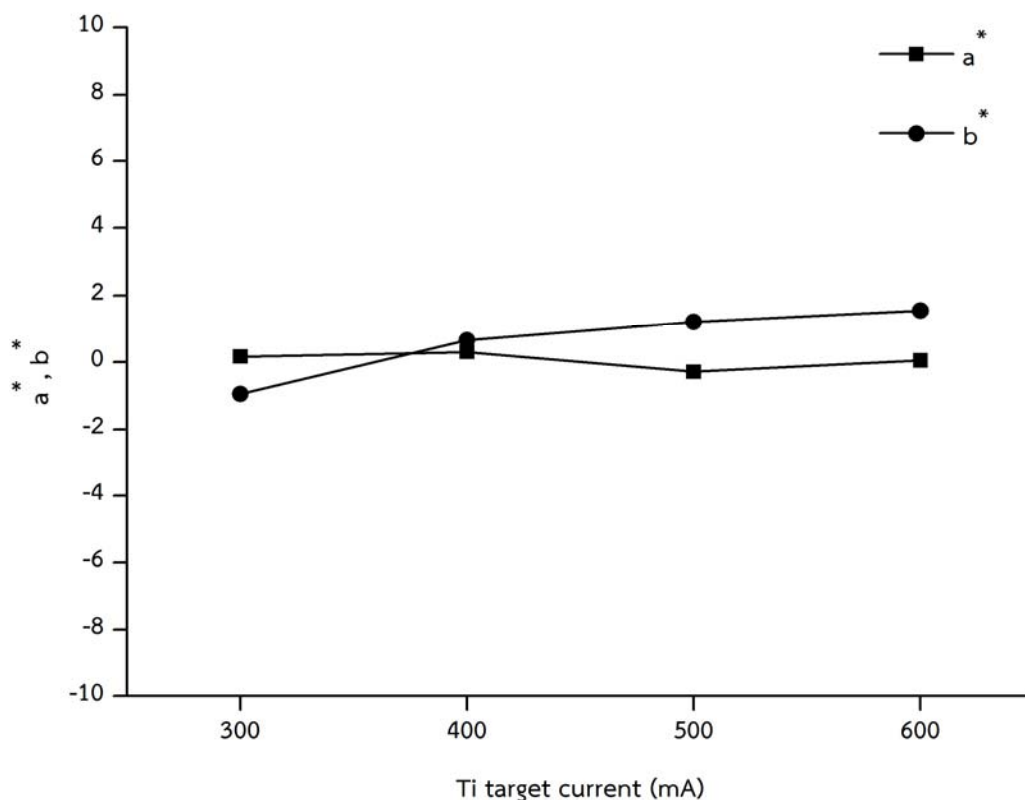
ในการวัดสีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยใช้ COL-UVPC color measurement software ของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer สำหรับแปลงข้อมูลค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มให้เป็นสีของฟิล์ม ซึ่งระบบการวัดสีของฟิล์มที่ใช้เป็นระบบ CIE $L^*a^*b^*$ ประกอบด้วย L^* คือ ความสว่าง ($L^* = 0$ เป็นสีดำ ; $L^* = 100$ เป็นสีขาว) a^* คือ แกนสีที่อยู่ระหว่างสีแดง-เขียว ($a^* = +$ สีไปทางสีแดง ; $a^* = -$ สีไปทางสีเขียว) และ b^* คือ แกนสีที่อยู่ระหว่างสีเหลือง-น้ำเงิน ($b^* = +$ สีไปทางสีเหลือง ; $b^* = -$ สีไปทางสีน้ำเงิน) โดยความเป็นสี (Chromaticity ; C^*) สามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์ของ $C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2}$

ภาพที่ 4-21 แสดงความสว่าง L^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ เมื่อพิจารณาความสว่าง L^* ของฟิล์มเคลือบได้ที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA มีค่าต่ำสุดเท่ากับ 55.74 และความสว่าง L^* ของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 62.92 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 400 mA โดยในช่วง กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมตั้งแต่ 400 mA ถึง 600 mA พบว่าความสว่าง L^* ของ ฟิล์มมีค่าใกล้เคียงกัน



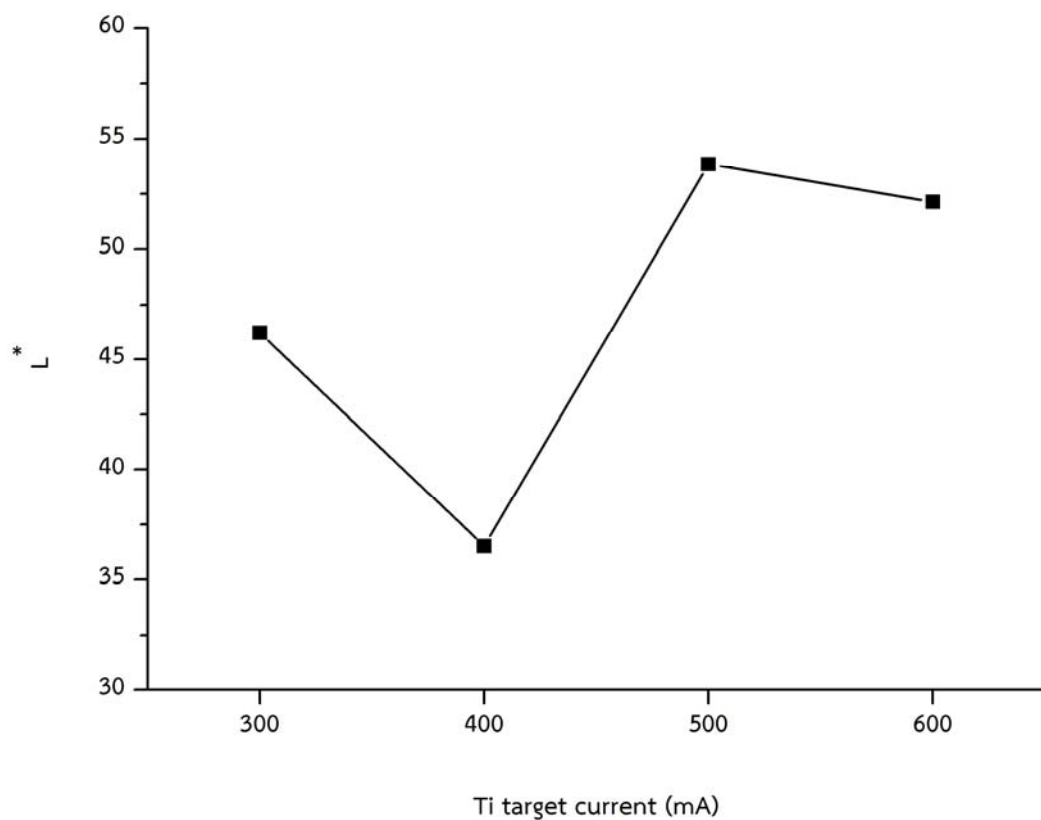
ภาพที่ 4-21 ความสว่าง L^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

ภาพที่ 4-22 แสดงค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ พบว่าค่าสี a^* และ b^* มีค่าอยู่ในช่วงที่ใกล้กัน โดยค่าสี a^* อยู่ในช่วงระหว่าง -0.29 ถึง 0.31 และค่าสี b^* อยู่ในช่วงระหว่าง -0.96 ถึง 1.55 ซึ่งเมื่อ คำนวณหาความเป็นสี C^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ พบว่าความเป็นสี C^* ของฟิล์มมีค่าสูงสุดเท่ากับ 1.55 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 600 mA โดยเมื่อนำค่าความเป็นสี C^* เท่ากับ 1.55 เปรียบเทียบกับค่า ความสว่าง L^* ของฟิล์มเท่ากับ 62.15 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 600 mA ซึ่ง เห็นได้ว่าค่าความเป็นสี C^* มีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับค่าความสว่าง L^* จึงทำให้ค่าความสว่าง L^* เป็น พารามิเตอร์ที่สำคัญมากต่อลักษณะสีของฟิล์ม โดยสีของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่น ซิลิกอนในระบบการวัดสี CIE $L^*a^*b^*$ พบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ อยู่ในโทนสีเทา



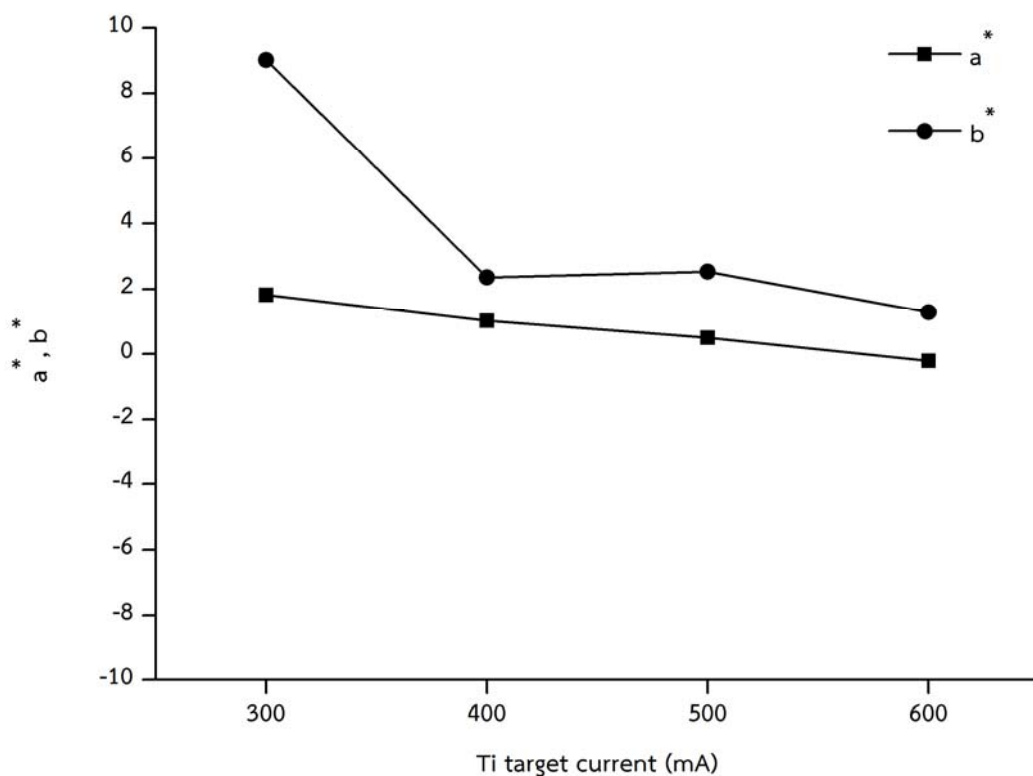
ภาพที่ 4-22 ค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

ภาพที่ 4-23 แสดงความสว่าง L^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ เมื่อพิจารณาความสว่าง L^* ของฟิล์มเคลือบได้ที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA มีค่าเท่ากับ 46.22 และความสว่าง L^* ของ ฟิล์มมีค่าลดลงเป็น 36.50 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 400 mA แต่พบว่า ความสว่าง L^* ของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นอีกครั้งที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 500 mA โดยความสว่าง L^* ของฟิล์มมีค่าเท่ากับ 53.85 และ 52.14 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบ ไทเทเนียม 500 mA และ 600 mA ตามลำดับ



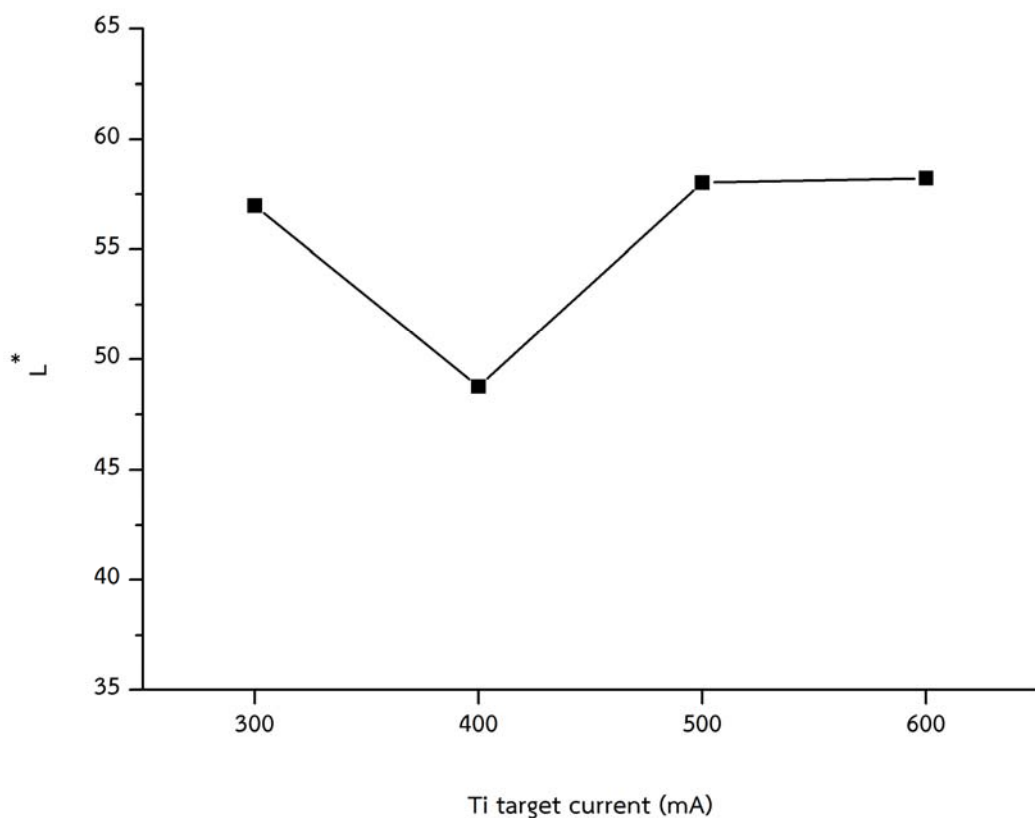
ภาพที่ 4-23 ความสว่าง L^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ภายใต้เงื่อนไข ของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

ภาพที่ 4-24 แสดงค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA พบว่าค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มมีค่าเท่ากับ 1.82 และ 9.02 ตามลำดับ และเมื่อคำนวณหาความเป็นสี C^* มีค่าเท่ากับ 9.20 และนำมาเปรียบเทียบกับความสว่างของฟิล์มเท่ากับ 46.22 และเมื่อพิจารณาค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมในช่วง 400 mA ถึง 600 mA พบว่าค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มมีค่าใกล้เคียงกัน โดยความเป็นสี C^* ของฟิล์มมีค่าเท่ากับ 2.57 2.58 และ 1.30 ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับค่าความสว่าง L^* ของฟิล์มเคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมที่ค่าเดียวกัน จึงเห็นได้ว่าค่าความเป็นสี C^* ไม่มีผลต่อลักษณะสีของฟิล์ม โดยสีของฟิล์มที่วัดได้ด้วยระบบ CIE $L^*a^*b^*$ พบว่าอยู่ในโทนสีเทา



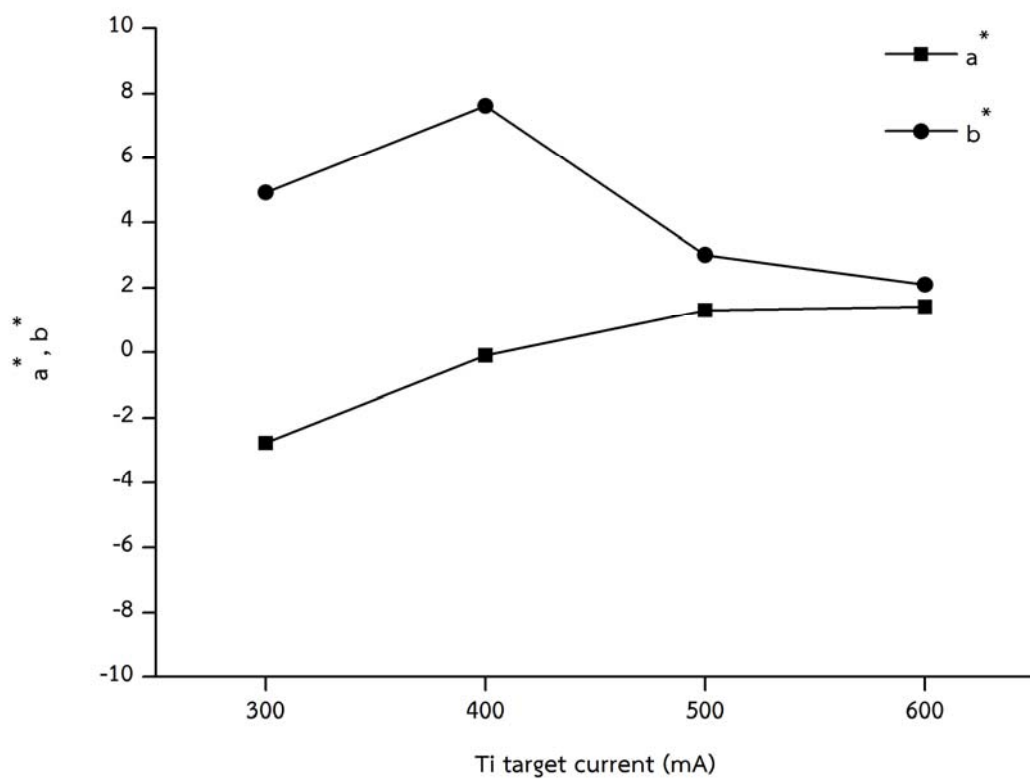
ภาพที่ 4-24 ค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนกระจกสไลด์ภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

ภาพที่ 4-25 แสดงความสว่าง L^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ เมื่อพิจารณาความสว่าง L^* ของฟิล์มเคลือบได้ที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA มีค่าเท่ากับ 56.97 และความสว่าง L^* ของฟิล์มมีค่าลดลงเป็น 48.76 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 400 mA แต่พบว่า ความสว่าง L^* ของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นอีกครั้งที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 500 mA โดยความสว่าง L^* ของฟิล์มมีค่าเท่ากับ 58.03 และ 58.23 ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 500 mA และ 600 mA ตามลำดับ



ภาพที่ 4-25 ความสว่าง L^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

ภาพที่ 4-26 แสดงค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลที่ กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 300 mA พบว่าค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มมีค่าเท่ากับ -2.77 และ 4.92 ตามลำดับ และคำนวณหาความเป็นสี C^* มีค่าเท่ากับ 5.65 ฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 400 mA พบว่าค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มมีค่าเท่ากับ -0.10 และ 7.62 ตามลำดับ และคำนวณหาความเป็นสี C^* มีค่าเท่ากับ 7.62 ในฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียม 500 mA และ 600 mA พบว่าค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มทั้งสองมีค่าใกล้เคียงกัน และคำนวณหาความเป็นสี C^* มีค่าเท่ากับ 3.28 และ 2.52 ตามลำดับ โดยสีของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้บนแผ่นสแตนเลสสตีลที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ ในระบบการวัดสี CIE $L^*a^*b^*$ พบว่าสีของฟิล์มทั้งหมดอยู่ในโทนสีเทา



ภาพที่ 4-26 ค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีลภายใต้เงื่อนไขของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

จากผลการวิเคราะห์การวัดสีด้วยระบบการวัดสี CIE L*a*b* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ แสดงว่าสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ มีความสัมพันธ์กับค่าความสว่าง L* โดยสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีลเป็นโทนสีเทาทั้งหมด (เทาเข้ม เทา เทาอ่อน) โดยงานวิจัยของ Ono et al. (2016) ได้แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนของธาตุต่างๆ ในฟิล์มมีผลต่อสีของฟิล์มที่เคลือบได้ และเมื่อเปรียบเทียบผลการวัดสีด้วยระบบการวัดสี CIE L*a*b* กับสีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนวัสดุรองรับต่างๆ ที่ได้จากภาพถ่ายของกล้องดิจิทัลที่เคลือบด้วยเงื่อนไขกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA และ 600 mA พบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบได้นั้นมีสีเทาเหมือนกัน ซึ่งเมื่อพิจารณาผลโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA และ 600 mA จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy จึงเห็นได้ว่าฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ มีโครงสร้างทางเคมีเป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ ซึ่งผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค Raman spectroscopy สามารถช่วยยืนยันได้ว่าสีเทาของฟิล์มที่เคลือบได้นั้นเป็นสีของสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์

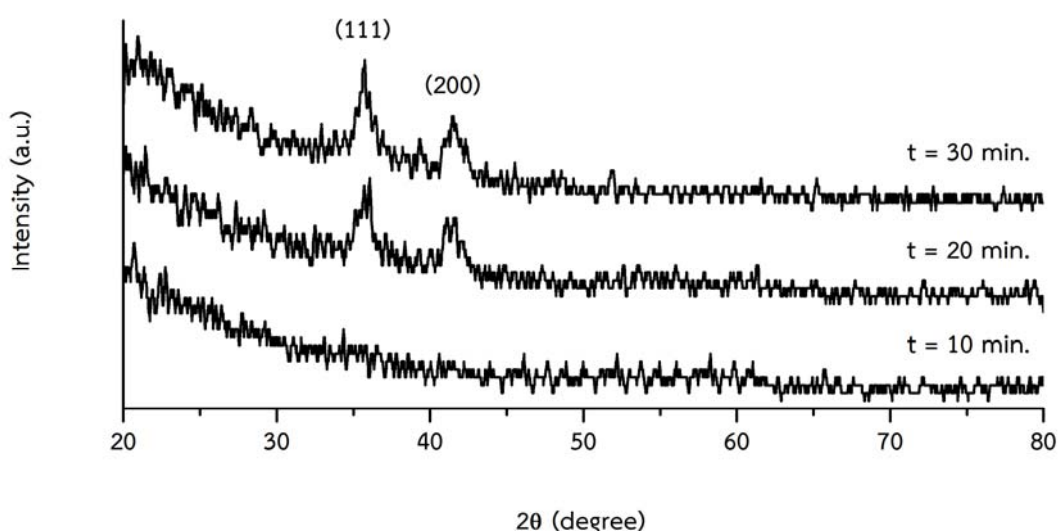
จากผลการทดลองของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ สำหรับใช้ในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนวัสดุรองรับ 3 ชนิด ได้แก่ แผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล เพื่อพิจารณาถึงปริมาณของไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ สรุปได้ว่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่ 500 mA และ 600 mA ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ เกิดเป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ และฟิล์มมีสีเทา ดังนั้นในการทดลองตอนที่ 4.2 คณะผู้วิจัยจึงเลือกใช้เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA เนื่องจากกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA เป็นค่าขีดเริ่มของการเกิดฟิล์มบนวัสดุรองรับต่างๆ ที่ทำให้ได้ฟิล์มเป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ทั้งหมด และคณะผู้วิจัยได้เลือกวัสดุรองรับเป็นแผ่นซิลิกอนในการทดลองตอนที่ 4.2 เนื่องจากแผ่นซิลิกอนมีโครงสร้างแบบผลึกเดี่ยว (Single crystal) ซึ่งสะดวกต่อการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของฟิล์ม โดยเมื่อพิจารณาโครงสร้างทางเคมีและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน กระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสสตีล ที่กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ มีสมบัติดังกล่าวที่ใกล้เคียงกัน

4.2 ผลของเวลาในการเคลือบ

ส่วนนี้เป็นผลการศึกษาของเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์บนแผ่นซิลิกอน เพื่อพิจารณาถึงปริมาณของไทเทเนียมและคาร์บอนในเนื้อฟิล์มที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ โดยให้ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบ (ไทเทเนียมและแกรไฟต์) กับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 4.2 sccm กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบแกรไฟต์เท่ากับ 300 mA กระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 600 mA และแปรค่าเวลาในการเคลือบเท่ากับ 10 min 20 min และ 30 min ตามลำดับ ซึ่งผลการศึกษานี้ประกอบด้วย โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมี ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ ดังต่อไปนี้

4.2.1 โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ โดยพบว่าที่เวลาในการเคลือบ 10 min ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน และเมื่อเวลาในการเคลือบเป็น 20 min และ 30 min พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิกที่ระนาบผลึก (111) และ (200) (มาตรฐาน JCPDS เลขที่ 321383) โดยการเพิ่มขึ้นของเวลาในการเคลือบทำให้ความเข้มการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มมีค่าสูงขึ้น



ภาพที่ 4-27 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการเคลือบต่างๆ

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ แสดงให้เห็นได้ว่าการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของชั้นเคลือบฟิล์มที่เคลือบได้ มีความสัมพันธ์กับเวลาในการเคลือบที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่อใช้เวลาในการเคลือบฟิล์มนานขึ้น ทำให้ฟิล์มมีพลังงานสูงพอในการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบมากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มมีความเข้มข้นของชั้นเคลือบฟิล์มที่เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัย Zoita et al. (2014) พบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบฟิล์มเพิ่มขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความเข้มข้นของชั้นเคลือบฟิล์มที่เพิ่มขึ้น

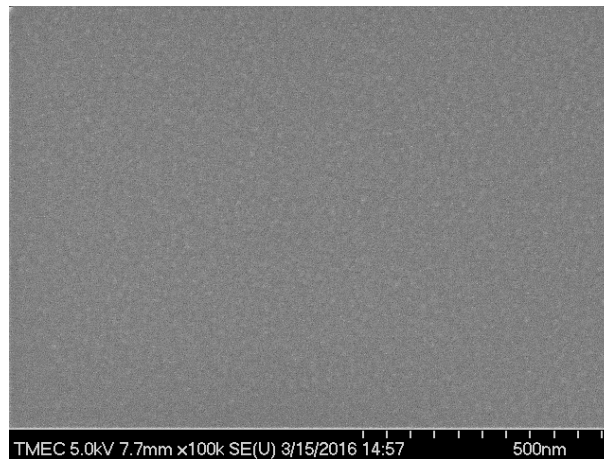
ในการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ โดยขนาดผลึกของฟิล์มคำนวณได้จากสมการของ Scherrer พบว่าขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ระนาบผลึก (111) และ (200) มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4-7

ตารางที่ 4-7 ขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการเคลือบต่างๆ

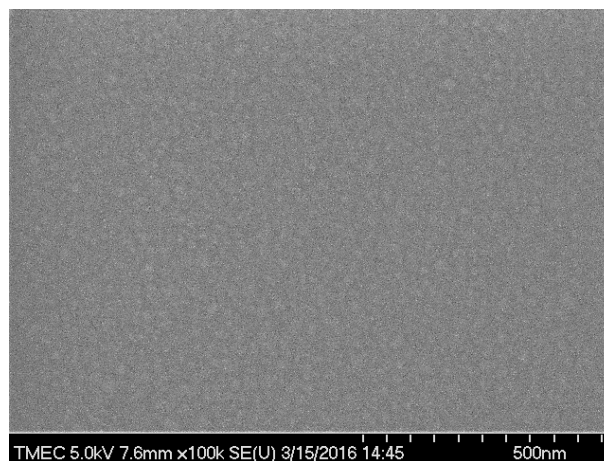
เวลาในการเคลือบ (min)	ขนาดผลึก (nm)	
	ระนาบ (111)	ระนาบ (200)
10	-	-
20	15.16	12.06
30	17.44	12.95

4.2.2 ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

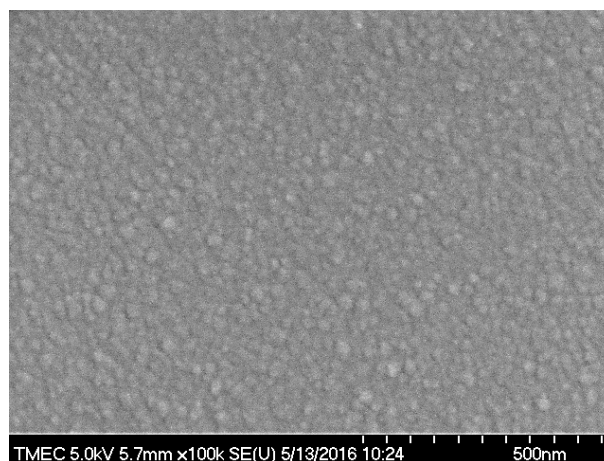
ภาพที่ 4-28 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการเคลือบต่างๆ จากเทคนิค SEM โดยที่เวลาในการเคลือบเท่ากับ 10 min พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีลักษณะผิวที่เรียบ และเมื่อเวลาในการเคลือบเท่ากับ 20 min และ 30 min พบว่าผิวของฟิล์มไม่เรียบ โดยมีเกรน (Grain) ที่มีลักษณะกลมมนขนาดเล็กๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม โดยความหนาของฟิล์มและขนาดเกรนของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าเพิ่มขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของเวลาในการเคลือบฟิล์ม



(a)



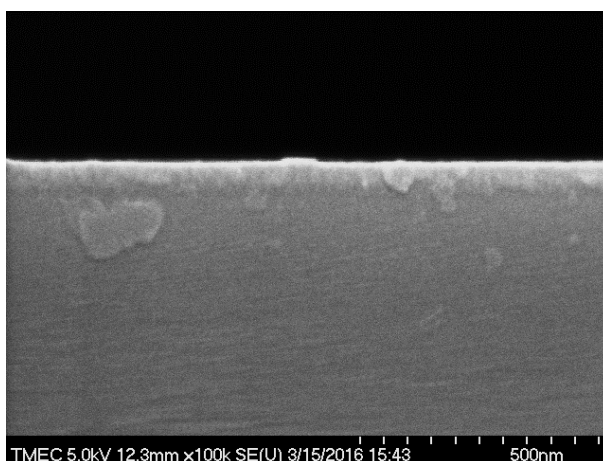
(b)



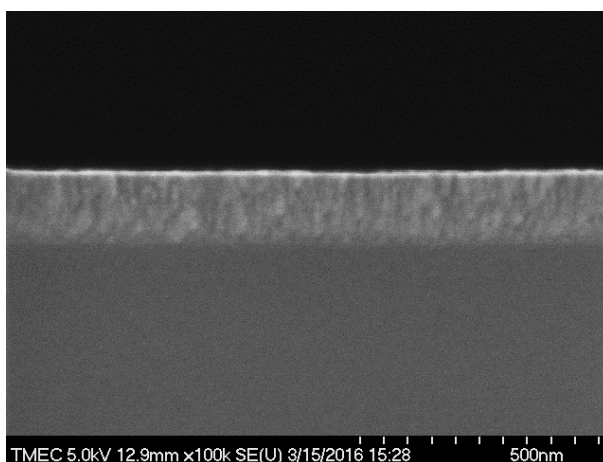
(c)

ภาพที่ 4-28 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ (a) 10 min, (b) 20 min และ (c) 30 min

ในการหาความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่แปรค่าเวลาในการเคลือบด้วยภาคตัดขวางของฟิล์มจากการวิเคราะห์เทคนิค SEM ดังแสดงในภาพที่ 4-29 พบว่าความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลาในการเคลือบ 10 min ฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 65 nm และเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบเป็น 20 min พบว่าฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 165 nm



(a)



(b)

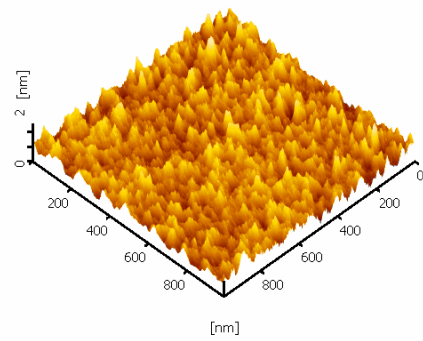
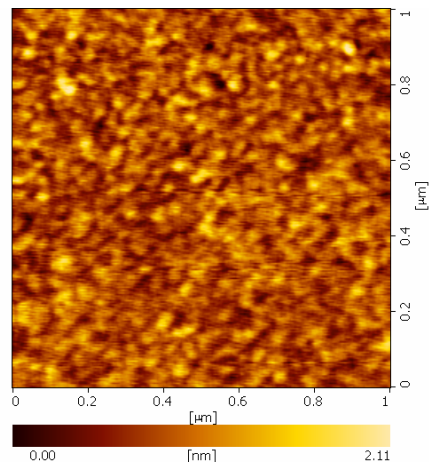
ภาพที่ 4-29 ภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ (a) 10 min และ (b) 20 min

ภาพที่ 4-30 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ จากเทคนิค AFM แบบ 2 มิติ และ 3 มิติ โดยผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิค AFM พบว่ามีผลตรงกันกับผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิค SEM โดยที่เวลาในการเคลือบ 10 min พบว่าผิวของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ส่วนใหญ่มีลักษณะค่อนข้างเรียบ และเมื่อเพิ่มเวลาในการเคลือบตั้งแต่ 20 min ขึ้นไป พบว่าฟิล์มมีความหยาบผิวมากขึ้น โดยความหยาบผิว (RMS) ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.29 nm ถึง 1.04 nm เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นจาก 10 min ถึง 30 min ดังในตารางที่ 4-8

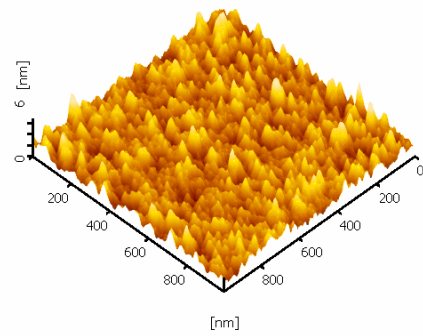
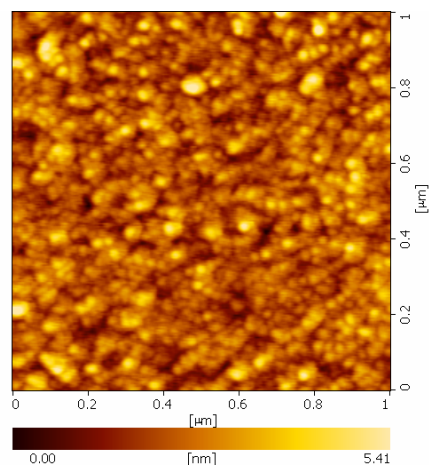
ตารางที่ 4-8 ความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ

เวลาในการเคลือบ (min)	ความหยาบผิวของฟิล์ม (nm)
10	0.29
20	0.74
30	1.04

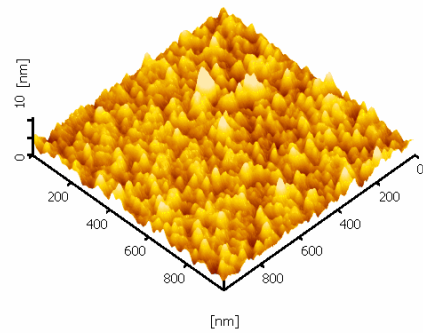
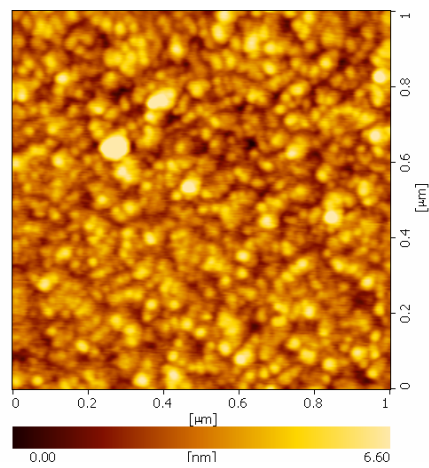
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ AFM ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้จากเวลาในการเคลือบต่างๆ สามารถอธิบายได้ว่าการเพิ่มขึ้นของความหนา ความหยาบผิว และขนาดเกรนของฟิล์มที่เคลือบได้มีความสัมพันธ์กับเวลาในการเคลือบที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่อใช้เวลานานในการเคลือบฟิล์มนานขึ้นทำให้อะตอมของสารเคลือบตกลงบนวัสดุรองรับเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น และเมื่อใช้เวลานานในการเคลือบนานทำให้วัสดุรองรับมีความร้อนสะสม ส่งผลให้อะตอมมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหยาบผิวและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วย (Zoita et al., 2014)



(a)



(b)

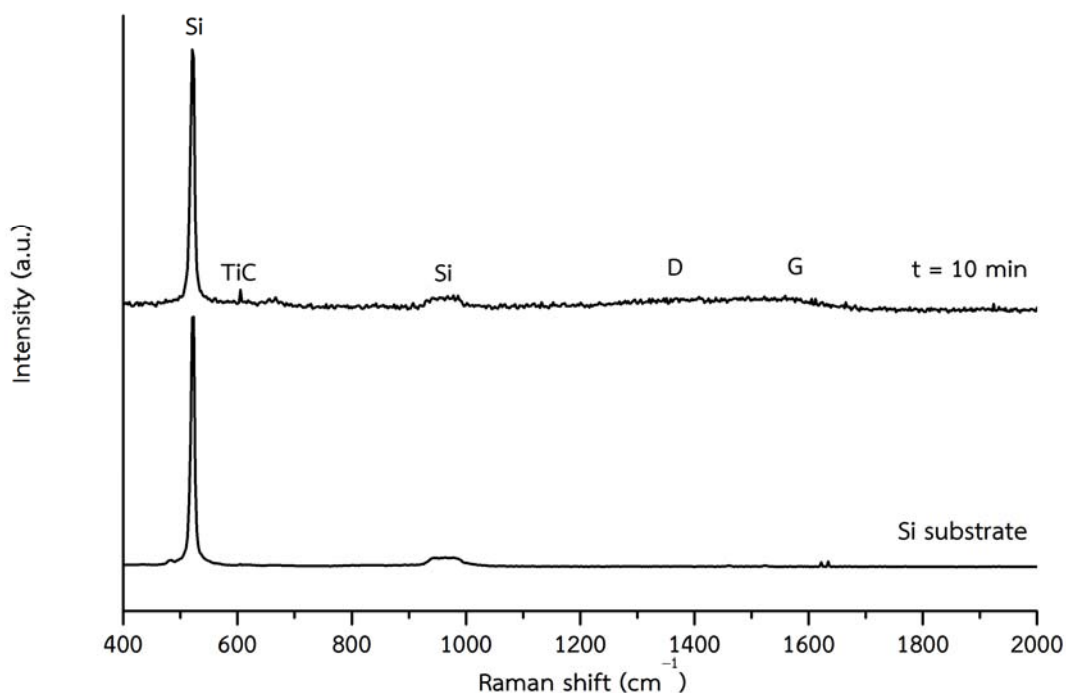


(c)

ภาพที่ 4-30 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM ภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ (a) 10 min, (b) 20 min และ (c) 30 min

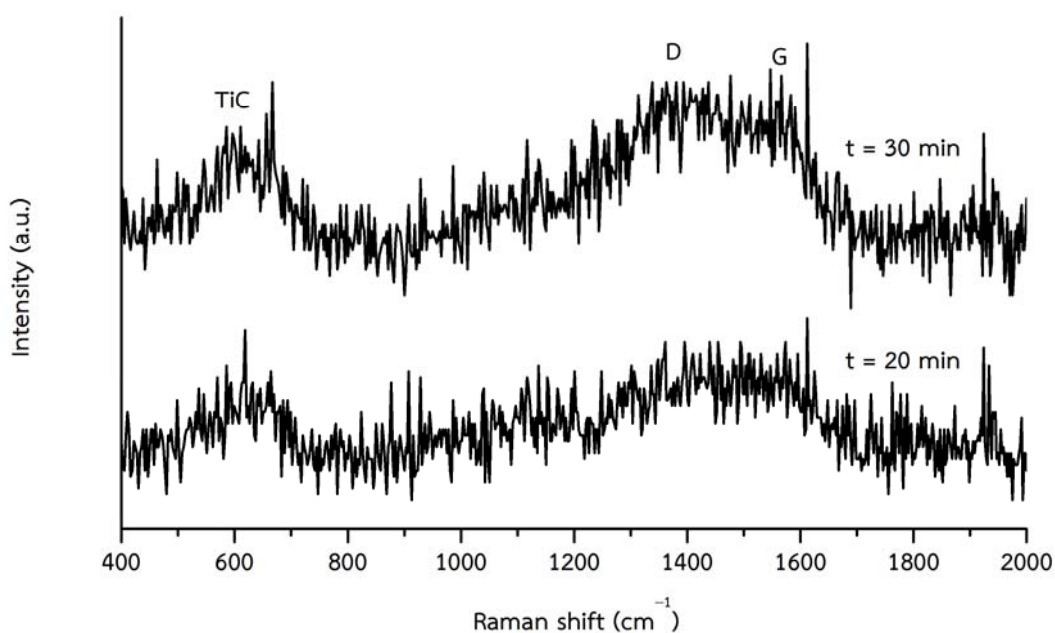
4.2.3 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-31 แสดงโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบ 10 min ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ซึ่งจากผล Raman spectra ของฟิล์มที่เคลือบได้แสดงให้เห็นว่า ไม่พบ peak ของโครงสร้างทางเคมีจากฟิล์มที่เคลือบได้ พบแต่เพียง peak ของโครงสร้างทางเคมีจากแผ่นซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับเท่านั้น เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบ 10 min ความหนาของชั้นฟิล์มมีค่าน้อยประมาณ 65 nm ทำให้แสงเลเซอร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ทะลุผ่านชั้นของฟิล์มไปยังแผ่นซิลิกอน ส่งผลให้เกิด peak โครงสร้างทางเคมีของแผ่นซิลิกอนที่มีความเข้มสูง จนไม่สามารถแสดงผลโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มได้ โดยได้มีการเปรียบเทียบ Raman spectra ของฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบ 10 min และแผ่นซิลิกอนเปล่า ซึ่งพบว่า Raman spectra ของทั้งสองมีลักษณะที่ใกล้เคียงกันมาก



ภาพที่ 4-31 Raman spectra ของแผ่นซิลิกอนและฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบ 10 min

ภาพที่ 4-32 แสดงโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ที่เวลาในการเคลือบเท่ากับ 20 min และ 30 min โดยเมื่อพิจารณา Raman spectra ที่แสดงถึงโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบ 20 min และ 30 min พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างทางเคมีที่เหมือนกัน ซึ่งประกอบด้วย Raman shift ที่ 610 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างของไทเทเนียมคาร์ไบด์ Raman shift ที่ 1358 cm^{-1} และ 1580 cm^{-1} ตรงกับโครงสร้างคาร์บอนแบบอสัณฐานของแถบ D และ G ตามลำดับ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบความเข้ม peak ต่างๆ ของโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบ 20 min และ 30 min จาก Raman spectra พบว่าความเข้มของ TiC peak ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเงื่อนไขเวลาในการเคลือบทั้งสองมีค่าใกล้เคียงกัน แต่ความเข้มของ D peak และ G peak ของฟิล์มมีค่าแตกต่างกัน โดยฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบ 30 min มีความเข้มของ D peak และ G peak ที่สูงกว่าฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบ 20 min ซึ่งความเข้มของ D peak และ G peak ที่สูงขึ้นแสดงถึงปริมาณของคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นในฟิล์มที่เคลือบได้ (Djafer, Saoula, Madaoui, & Zerizer, 2014; Wang, Wang, & XUE, 2012; Zoita et al., 2014)

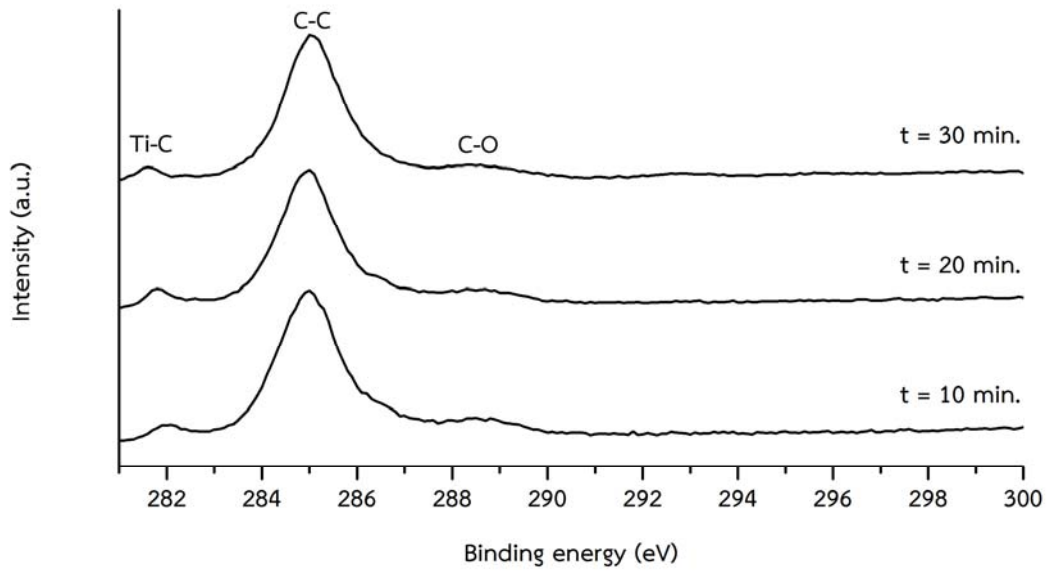


ภาพที่ 4-32 Raman spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เวลาในการเคลือบเท่ากับ 20 min และ 30 min

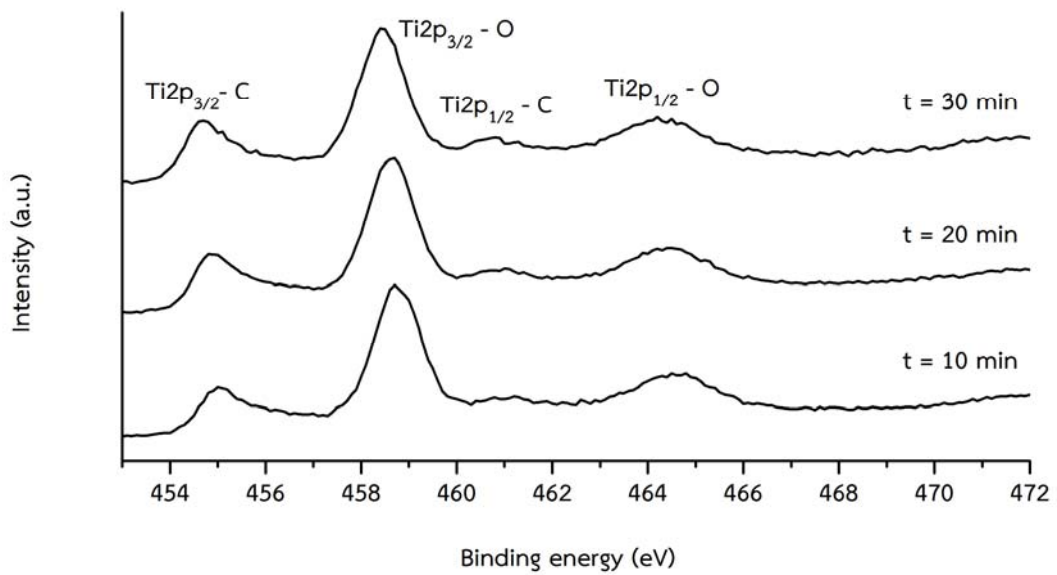
ภาพที่ 4-33 และ 4-34 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของ C1s spectra และ Ti2p spectra ในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ตามลำดับ โดยเมื่อพิจารณา C1s spectra และ Ti2p spectra ที่แสดงถึงองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีองค์ประกอบทางเคมีที่เหมือนกัน โดย C1s spectra ของฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้ประกอบด้วย 3 peak ได้แก่ พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 281.6 eV ถึง 282.1 eV ตรงกับพันธะ Ti-C พลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 285.0 eV ตรงกับพันธะ C-C และพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 288.6 eV ถึง 288.8 eV ตรงกับพันธะ C-O ดังภาพที่ 4-33 ส่วน Ti2p spectra ของฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้ประกอบด้วย 4 peak ได้แก่ พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 454.7 eV ถึง 455.0 eV ตรงกับพันธะ $Ti2p_{3/2}-C$ พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 458.4 eV ถึง 458.7 eV ตรงกับพันธะ $Ti2p_{3/2}-O$ พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 460.8 eV ถึง 461.2 eV ตรงกับพันธะ $Ti2p_{1/2}-C$ และพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 464.2 eV ถึง 464.8 eV ตรงกับพันธะ $Ti2p_{1/2}-O$ ดังภาพที่ 4-34 และเมื่อพิจารณาถึงอัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าอัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าลดลงจาก 0.18 เป็น 0.10 เมื่อเวลาในการเคลือบฟิล์มเพิ่มขึ้นจาก 10 min เป็น 30 min ดังตารางที่ 4-9 ซึ่งจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ ด้วยเทคนิค XPS เป็นการสนับสนุนผลการวิเคราะห์ด้วย Raman spectroscopy ที่แสดงถึงปริมาณของคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นในฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-9 อัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ

เวลาในการเคลือบ (min)	อัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอน
10	0.18
20	0.16
30	0.10



ภาพที่ 4-33 C1s XPS spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ



ภาพที่ 4-34 Ti2p XPS spectra ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ

4.2.4 ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

ภาพที่ 4-35 แสดงภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ จากกล้องถ่ายภาพดิจิทัล เมื่อสังเกตภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบเท่ากับ 10 min พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาปนน้ำตาล และเมื่อเวลาในการเคลือบเท่ากับ 20 min และ 30 min พบว่าฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้มีสีเทา

ภาพที่ 4-36 แสดงเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแสงในช่วงแสงที่ตามองเห็นโดยมีความยาวคลื่นตั้งแต่ 400 nm ถึง 700 nm ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis spectrophotometry เมื่อพิจารณาคุณสมบัติทางแสงที่เป็นค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่พบว่าค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มเพิ่มขึ้นตามเวลาในการเคลือบ เนื่องจากเวลาในการเคลือบที่สูงขึ้นทำให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น โดยค่าเฉลี่ยของการสะท้อนแสงของฟิล์มเพิ่มขึ้นจาก 15.47% เป็น 21.28% เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มจาก 10 min เป็น 30 min



(a)

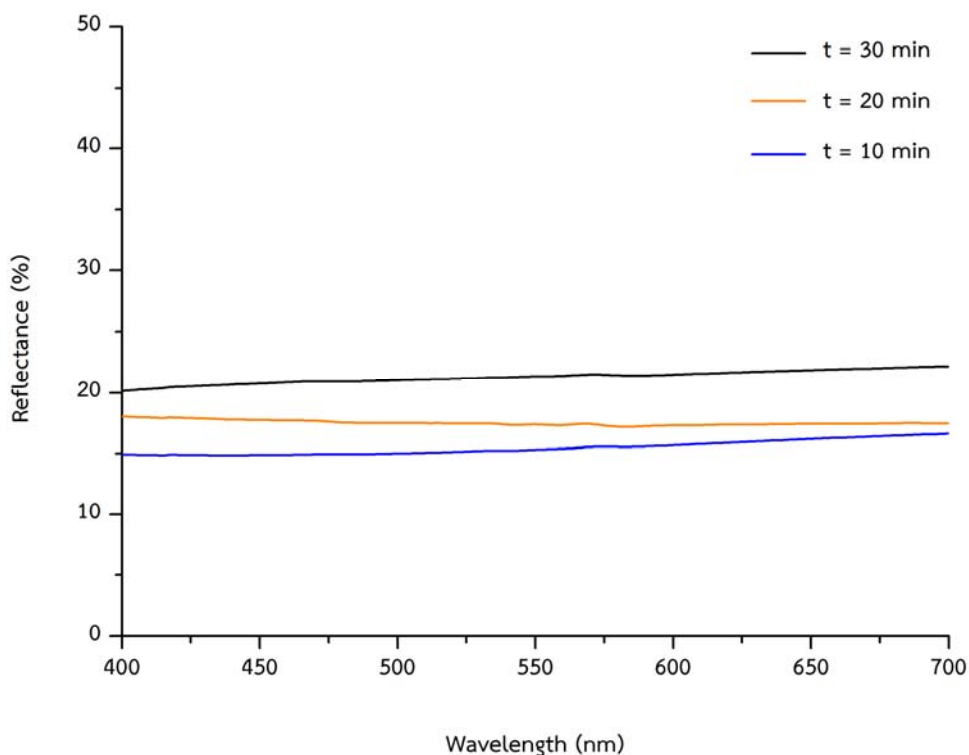


(b)



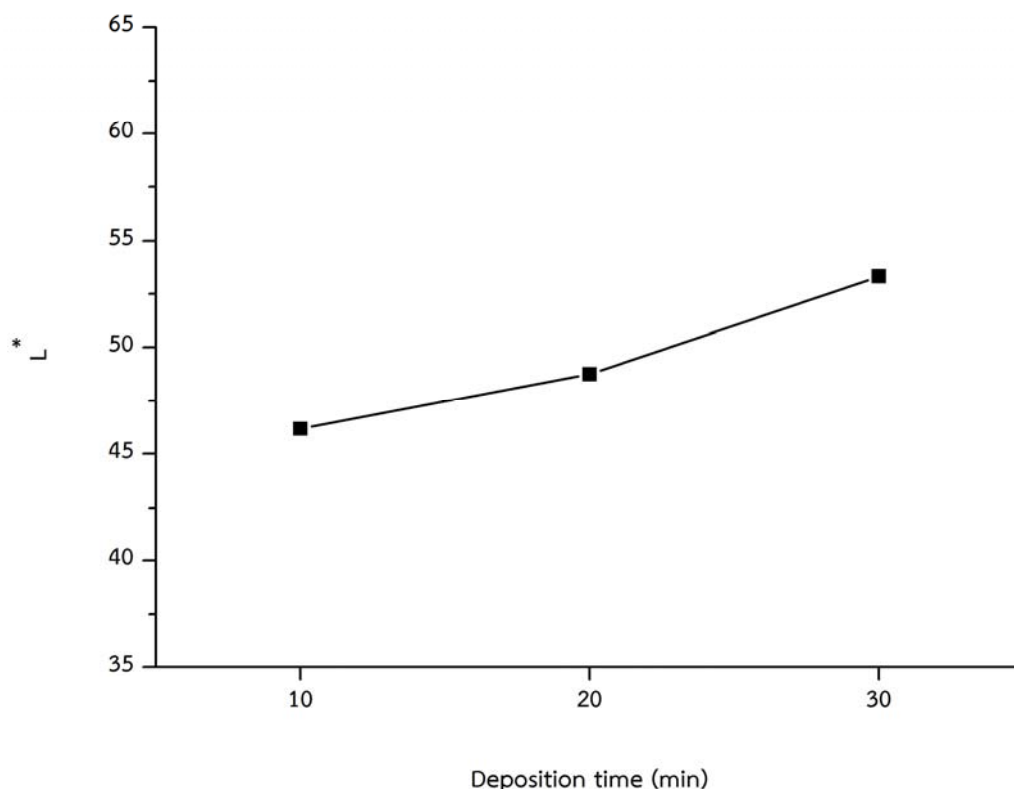
(c)

ภาพที่ 4-35 ภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ (a) 10 min, (b) 20 min และ (c) 30 min



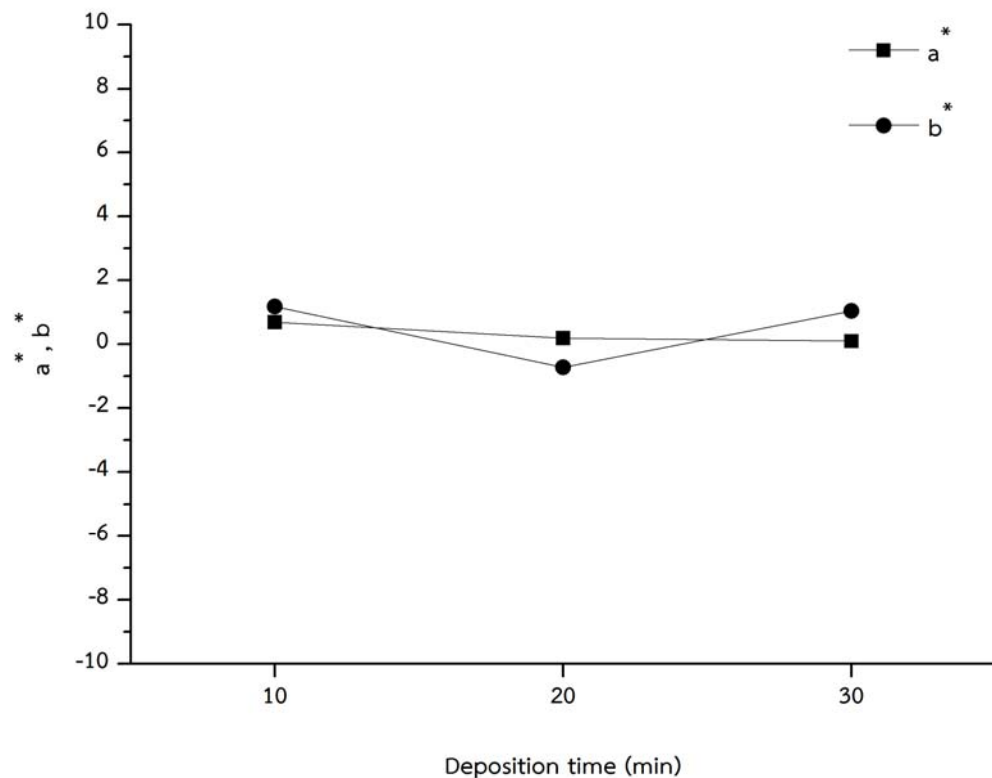
ภาพที่ 4-36 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ

ในการวัดสีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ โดยใช้ COL-UVPC color measurement software ของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer สำหรับแปลงข้อมูลค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มให้เป็นสีของฟิล์ม ซึ่งระบบการวัดสีของฟิล์มที่ใช้เป็นระบบ CIE $L^*a^*b^*$ โดยภาพที่ 4-37 แสดงความสว่าง L^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบด้วยเวลาในการเคลือบต่างๆ เมื่อพิจารณาความสว่าง L^* ของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาในการเคลือบ โดยความสว่าง L^* ของฟิล์มมีจาก 46.18 เป็น 53.31 เมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้นจาก 10 min เป็น 30 min



ภาพที่ 4-37 ความสว่าง L^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ

ภาพที่ 4-38 แสดงค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าค่าสี a^* และ b^* มีค่าอยู่ในช่วงที่ใกล้กัน โดยค่าสี a^* อยู่ในช่วงระหว่าง 0.10 ถึง 0.69 และค่าสี b^* อยู่ในช่วงระหว่าง -0.72 ถึง 1.18 ซึ่งเมื่อกำหนดหาความเป็นสี C^* ของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบด้วยเวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าความเป็นสี C^* ของฟิล์มมีค่าสูงสุดเท่ากับ 1.37 ที่เวลาในการเคลือบ 10 min โดยเมื่อนำค่าความเป็นสี C^* เท่ากับ 1.37 เปรียบเทียบกับค่าความสว่าง L^* ของฟิล์มเท่ากับ 46.18 ที่เวลาในการเคลือบดังกล่าว ซึ่งเห็นได้ว่าค่าความเป็นสี C^* มีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับค่าความสว่าง L^* จึงทำให้ค่าความสว่าง L^* เป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญมากต่อลักษณะสีของฟิล์ม โดยสีของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนในระบบการวัดสี CIE $L^*a^*b^*$ พบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาในการเคลือบต่างๆ อยู่ในโทนสีเทา



ภาพที่ 4-38 ค่าสี a^* และ b^* ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของเวลาในการเคลือบต่างๆ

จากผลการวิเคราะห์การวัดสีด้วยระบบการวัดสี CIE $L^*a^*b^*$ ของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบได้มีความสัมพันธ์กับค่าความสว่าง L^* โดยสีของฟิล์มที่เคลือบได้เป็นโทนสีเทาทั้งหมด (เทาเข้ม เทา) และเมื่อสังเกตภาพถ่ายของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความสว่างสูงขึ้นตามเวลาในการเคลือบที่เพิ่มขึ้น โดยงานวิจัยของ Tuzemen et al. (2009) พบว่าความหนาของชั้นฟิล์มมีผลต่อคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มที่เคลือบได้ ซึ่งความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้นทำให้ความสว่างของฟิล์มสูงขึ้น

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

จากผลการทดลองการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ด้วยวิธีดีซีแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง สำหรับงานเคลือบเพื่อความสวยงาม สามารถสรุปผลตามเงื่อนไขของการเคลือบได้ดังนี้

1. ผลของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม

1.1 กระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมในกระบวนการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนวัสดุรองรับต่างๆ ที่แตกต่างกัน โดยฟิล์มบางที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์เกิดเป็นโครงสร้างผลึกแบบแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิกที่ค่าเริ่มต้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 400 mA และ 500 mA ตามลำดับ โดยขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบมีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม ส่วนฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้บนแผ่นสแตนเลสสตีลมีโครงสร้างแบบออสถุเนียนที่ทุกค่าของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม

1.2 ขนาดเกรนและความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์มีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น ซึ่งแตกต่างกับฟิล์มที่เคลือบได้บนแผ่นสแตนเลสสตีลที่มีลักษณะผิวเรียบ โดยการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบบนแผ่นสแตนเลสสตีล ในส่วนความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบบนแผ่นซิลิกอนและกระจกพบว่ามีความหนาเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียม

1.3 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ พบว่าฟิล์มเกิดเป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์พร้อมกัน เมื่อเคลือบฟิล์มด้วยกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมเท่ากับ 500 mA และอัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมที่เพิ่มขึ้น

1.4 ลักษณะสีและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์ม พบว่าสีของฟิล์มบางที่เป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ได้จากระบบการวัดสี CIE $L^*a^*b^*$ อยู่ในโทนสีเทา โดยสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนวัสดุรองรับต่างๆ มีความสัมพันธ์กับค่าความสว่าง L^* และค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มไม่ได้ขึ้นอยู่กับความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้จากกระแสไฟฟ้าให้กับเป่าสารเคลือบไทเทเนียมต่างๆ

2. ผลของเวลาในการเคลือบ

2.1 ที่เวลาในการเคลือบ 10 min พิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบบอซันฐาน และเมื่อเวลาในการเคลือบเป็น 20 min และ 30 min พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิกที่ระนาบผลึก (111) และ (200) โดยการเพิ่มขึ้นของเวลาในการเคลือบทำให้ความเป็นผลึกของฟิล์มสูงขึ้น

2.2 ขนาดเกรนและความหยาบผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เวลาในการเคลือบเท่ากับ 10 min พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีลักษณะผิวที่เรียบ และเมื่อเวลาในการเคลือบเท่ากับ 20 min และ 30 min พบว่าผิวของฟิล์มไม่เรียบ โดยมีเกรนที่มีลักษณะกลมมนขนาดเล็กๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิวของฟิล์ม โดยความหยาบผิว ขนาดเกรน และความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าเพิ่มขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของเวลาในการเคลือบฟิล์ม

2.3 โครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ พบว่าเกิดเป็นฟิล์มที่เป็นสารประกอบไทเทเนียมคาร์ไบด์ และอัตราส่วนของปริมาณไทเทเนียมต่อคาร์บอนในฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์มีค่าลดลงจาก 0.18 เป็น 0.10 เมื่อเวลาในการเคลือบฟิล์มเพิ่มขึ้นจาก 10 min เป็น 30 min

2.4 ค่าการสะท้อนแสงของฟิล์มเพิ่มขึ้นตามเวลาในการเคลือบ เนื่องจากเวลาในการเคลือบที่สูงขึ้นทำให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น และสีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์เคลือบได้ที่เวลาในการเคลือบต่างๆ จากระบบการวัดสี CIE $L^*a^*b^*$ พบว่าสีของฟิล์มที่เคลือบได้มีความสัมพันธ์กับค่าความสว่าง L^* โดยสีของฟิล์มที่เคลือบได้เป็นโทนสีเทาทั้งหมด

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ และเวลาในการเคลือบต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ โดยสมบัติทางกายภาพของฟิล์มสามารถขึ้นอยู่กับพารามิเตอร์ของการเคลือบฟิล์มอื่นๆ ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงแนะนำว่าควรการศึกษาพารามิเตอร์ของการเคลือบ เช่น การไบแอสวัสดุรองรับ การให้ความร้อนกับวัสดุรองรับ และความดันของแก๊สอาร์กอน ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์

2. สีของฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้อยู่ในโทนสีเทา ซึ่งในการเคลือบฟิล์มบางเพื่อความสวยงามสามารถเติมแก๊สบางชนิด เช่น แก๊สไนโตรเจน และแก๊สออกซิเจน เพื่อให้ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบได้มีลักษณะของสีที่แตกต่างกัน

เอกสารอ้างอิง

- จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. (2542). การศึกษาสภาพพื้นผิวของโพลีเมอร์โดยใช้เทคนิค Atomic Force Microscopy. *วารสารเทคโนโลยีวัสดุ*, (15), 46-50.
- นิพนธ์ ตั้งคณานุรักษ์ และคณิตา ตั้งคณานุรักษ์. (2547). *สเปกโทรสโกปีด้านการวิเคราะห์*. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- บัญชา ธนบุญสมบัติ. (2544). *การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดีฟแฟรกชัน*. กรุงเทพฯ: สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี (ไทย-ญี่ปุ่น).
- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสธา รัตนะ. (2547). *การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสเปคโตรสโกปีตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2. รายงานการวิจัยประจำปี 2547 ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม*. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- ละอองนวล ศรีสมบัติ. (2555). *การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS*. กรุงเทพฯ : ฐานข้อมูลโครงสร้างพื้นฐานภาครัฐด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, technology, and applications*: William Andrew.
- Cai, Y., Wang, R. Y., Liu, H. D., Luo, C., Wan, Q., Liu, Y., Chen, H., Chen, Y. M., Mei, Q.S., & Yang, B. (2016). Investigation of (Ti:N)-DLC coatings prepared by ion source assisted cathodic arc ion-planting with varying Ti target currents. *Diamond & Related Materials*, 69, 183-190.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- Cozza, R. C. (2013). A study on friction coefficient and wear coefficient of coated systems submitted to micro-scale abrasion tests. *Surface & Coatings Technology*, 215, 224–233.
- Djafer, A. Z. A., Saoula, N., Madaoui, N., & Zerizer, A. (2014). Deposition and characterization of titanium carbide thin films by magnetron sputtering using Ti and TiC targets. *Applied Surface Science*, 312, 57-62.

- Feng, C. & Chen, E. (2017). Effect of substrate temperature on microstructure and tribological properties of Ti-Al-Si-Cu-N films deposited by magnetron sputtering. *Rare Metal Materials and Engineering*, 46(6), 1497-1502.
- Groot, P., Van der Laan, J.G., Mack, M., Dvorak, M., & Huber, P. (1991). Plasma-sprayed titanium carbide coatings for first-wall applications in fusion devices. *Journal of Nuclear Materials*, 179–181, 370-374.
- Hayk, K., Sung-Nam, L., Kyoung-Bo, K., Han-Ki, K., & Moojin, K. (2018). Al thin film: The effect of substrate type on Al film formation and morphology. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 112, 109-117.
- Holt, J., & Munir, Z. (1986). Combustion synthesis of titanium carbide: theory and experiment. *Journal of Materials Science*, 21(1), 251-259.
- Hong, T. K., Chan, S. C., Dae, H. H., & Duck, K. P. (2000). Effect of substrate temperature and input power on TiN film deposition by low-frequency (60 Hz) PECVD. *Journal of the Korean Physical Society*, 37(3), 319-323.
- Inoue, S., Wada, Y., & Koterazawa, K. (2000). Deposition of TiC films by dual source dc magnetron sputtering. *Vacuum*, 59, 735-741.
- Kusano, E., Satoh, A., Kitagawa, M., Canto, H., & Kinbara, A. (1999). Titanium carbide film deposition by DC magnetron reactive sputtering using a solid carbon source. *Thin Solid Films*, 343-344, 254-256.
- Lee, C. K., Placido, F., Cochran, S., & Kirk, K. J. (2002). Growth of sputtered AlN thin film on glass in room temperature. *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1119-1122.
- Lee, S. K., Zetterling, C.M., Ostling, M., Palmquis, J.-P., & Jansson, U. (2002). Low resistivity ohmic contacts on 4H-silicon carbide for high power and high temperature device applications. *Microelectronic Engineering*, 60, 261–268.
- Leon, K., Mery, D., Pedreschi, F., & Leon, J. (2006). Color measurement in L* a* b* units from RGB digital images. *Food research international*, 39(10), 1084-1091.

- Lin, J., Moore, J.J., Mishra, B., Pinkas, M., & Sproul, W.D. (2008). Syntheses and characterization of TiC/a:C composite coatings using pulsed closed field unbalanced magnetron sputtering (P-CFUBMS). *Thin Solid Films*, 517, 1131–1135.
- Luo, Y., Yang, L., & Tian, M. (2013). Application of biomedical-grade titanium alloys in trabecular bone and artificial joints. In J. P. Davim (Ed.), *Biomaterials and Medical Tribology* (pp. 181-216): Woodhead Publishing.
- Martin, M., Ulf, H., & David, H. (2018). Effect of substrate temperature on the deposition of Al-doped ZnO thin films using high power impulse magnetron sputtering. *Surface & Coating Technology*, 347, 245-251.
- Münz, W.-D. (1991). The unbalanced magnetron: current status of development. *Surface and Coatings Technology*, 48(1), 81-94.
- Ono, K., Wakabayashi, M., Tsukakoshi, Y., & Abe, Y. (2016). Decorative black TiC_xO_y film fabricated by DC magnetron sputtering without importing oxygen reactive gas. *Applied Surface Science*, 364, 69-74.
- Polychronopoulou, K., Rebholz, C., Theodorou, L., Demas, N.G., Hinder, S.J., Polycarpou, A.A., & Bobel, K. (2008). Nanostructure, mechanical and tribological properties of reactive magnetron. *Diamond & Related Materials*, 17, 2054-2061.
- Predel, B. (2012). C-Ti (Carbon-Titanium). In *B-Ba... Cu-Zr* (pp. 147-149): Springer.
- Raman, K. H. T., Kiran, M. S. R. N., Ramamurthy, U., & Rao, G. M. (2012). Structure and mechanical properties of TiC films deposited using combination of pulsed DC and normal DC magnetron co-sputtering. *Applied Surface Science*, 258(22), 8629-8635.
- Ramos, J. P., Senos, A. M. R., Stora, T., Fernandes, C. M., & Bowen, P. (2017). Development of a processing route for carbon allotrope-based TiC porous nanocomposites. *Journal of the European Ceramic Society*, 37(13), 3899-3908.
- Rani, R., Kumar, N., Kumar, D. D., Panda, K., Srivastava, S.K., Dash, S., & Tyagi, A.K. (2016). Improvement in wear resistance of C⁺ ion implanted DC magnetron sputtered TiC film. *Tribology International*, 104, 121-130.

- Recco, A.A.C., Oliveira, I. C, Massi, M., Maciel, H.S., & Tschiptschin, A.P., (2007). Adhesion of reactive magnetron sputtered TiN_x and TiC_y coatings to AISI H13 tool steel. *Surface & Coatings Technology*, 202, 1078–1083.
- Rickerby, D. S., & Matthews, A. (1991). *Advanced surface coatings: a handbook of surface engineering*.
- Rohde, S. L., & Munz, M. D. (1991). *Advanced Surface Coatings: a Handbook of Surface Engineering*, edited by DS Rickerby and A. Matthews, Blackie & Sons Limited Glasgow and London, 93-129.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-film deposition: principles and practice*: McGraw Hill Professional.
- Sproul, W. D. (1993). Ion-assisted deposition in unbalanced-magnetron sputtering systems. *Materials Science and Engineering: A*, 163(2), 187-192.
- Shi, L.Q., Qi, Q., Zhang, W.Z., Zhang, W.Y., & Zhang, B. (2012). Preparation of single-crystal TiC (111) by radio frequency magnetron sputtering at low temperature. *Thin Solid Films*, 520, 6882–6887.
- Shanaghi, A., Chu, P., Reza Sabour Rouhaghdam, A., Xu, R., & Hu, T. (2013) Structure and corrosion resistance of Ti/TiC coatings fabricated by plasma immersion ion implantation and deposition on nickel–titanium. *Surface and Coatings Technology*, 229, 151-155.
- Shanaghi, A., Rouhaghdam, A., Ahangarani, S., & Chu, P. K. (2012). Effect of plasma CVD operating temperature on nanomechanical properties of TiC nanostructured coating investigated by atomic force microscopy. *Research Bulletin*, 47, 2202–2206.
- Tuzemen, E. S., Eker, S., Kavak, H., & Esen, R. (2009). Dependence of film thickness on the structural and optical properties of ZnO thin films. *Applied Surface Science*, 255, 6195-6200.
- Vossen, J. L., & Kern, W. (1978). *Thin Film Processes*. New York: Academic Press.
- Wang, H., Zhang, S., Li, Y., & Sun, D., (2008). Bias effect on microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered nanocrystalline titanium carbide thin films. *Thin Solid Films*, 516, 5419-5423.

- Wang, Y.-x., Wang, L.-p., & Xue, Q.-j. (2012). Influence of Ti target current on microstructure and properties of Ti-doped graphite-like carbon films. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(6), 1372-1380.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles, technology, and applications*: William Andrew Publishing.
- Wiklund, U., Nordin, M., Wanstrand, O., & Larsson, M. (2000). Evaluation of a flexible physical vapor deposited TiC-C coating system. *Surface & Coatings Technology*, 124, 154-164.
- Xuemei, C., Kazuhiro, G., Yoshihiko, K., & Noritaka, U. (2018). Effect of substrate type on the electrical and structural properties of TiO₂ thin films deposited by reactive DC sputtering. *Journal of Crystal Growth*, 49, 120-125.
- Yadav, L. (2005). Ultraviolet (UV) and visible spectroscopy. In *Organic Spectroscopy* (pp. 7-51): Springer.
- Zoita, N. C., Braic, V., Danila, M., Vlaicu, A.M., Logofatu, C., Grigorescu, C. E. A., & Braic, M. (2014). Influence of film thickness on the morphological and electrical properties of epitaxial TiC films deposited by reactive magnetron sputtering on MgO substrates. *Journal of Crystal Growth*, 389, 92-98.

ผลผลิต

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ

Rattana, T., Chaiyakun, S., & Choeysuppaket, A. (2019). Effects of Ti target current on the crystal structure, morphology and chemical structure of TiC films as deposited by dual-target DC magnetron sputtering technique. *SNRU Journal of Science and Technology*, 11(1), 11-17.



Effects of Ti target current on the crystal structure, morphology and chemical structure of TiC films as deposited by dual-target DC magnetron sputtering technique

Tanattha Rattana, Surasing Chaiyakun, Attapol Choeysuppaket*

Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chonburi, 20131 Thailand

*Corresponding Author: c_attapol@hotmail.com

Received: 30 June 2017 Revised: 19 November 2018; Accepted: 13 December 2018; Available online: 1 January 2019
Paper selected from The 3rd International Conference on Applied Physics and Material Applications 2017 (ICAPMA 2017)

Abstract

TiC films were deposited on silicon wafers by dual-target DC magnetron sputtering technique. The effects of Ti target current on the crystal structure, surface morphology and chemical structure of the films were investigated using X-ray diffraction, field-emission scanning electron microscopy and Raman spectroscopy, respectively. The results showed that the TiC films were deposited with the Ti target current increasing from 400 – 600 mA, the surface roughness, grain size and thickness of films increased. As the Ti target current increased, the crystallinity of TiC films increased, the orientation of TiC crystal structure corresponded to (111) and (200) planes. In addition, the Raman spectra revealed that the increasing of Ti target current had also significantly influenced on chemical structure of TiC films.

Keywords: TiC films; Dual-target DC magnetron sputtering; Ti target current

©2019 Sakon Nakhon Rajabhat University reserved

1. Introduction

Titanium carbide (TiC) is one of the widely used hard coating materials due to its high hardness, good corrosion resistance, low friction coefficient, high chemical and thermal stability [1, 2]. Typical applications include high-performance cutting and forming tools, high corrosion-resistant coatings for molten containers, thermal barriers in fusion and biomedical materials [2 – 4]. TiC films can be deposited by different methods such as physical vapor deposition (PVD) [5 – 8], chemical vapor deposition (CVD) [9, 10] and pulsed laser deposition (PLD) [11, 12]. Among various deposition methods, sputtering is one of the most used techniques of physical vapor deposition coating because it is useful to control the coating properties such as coating density, microstructure and mechanical properties [13, 14].

Dual-target DC magnetron sputtering is another technique of sputtering for depositing TiC films, the advantage of this technique is that the TiC films is deposited without using any gaseous carbon sources such as methane (CH₄) or acetylene (C₂H₄). The properties of deposited TiC films depend on the applied dual-target currents of Ti and C is an important deposition parameter [5, 6]. Therefore, the study of applied dual-target current of Ti and C is useful to understand the properties of the TiC films to develop for desired characteristics. In this work, we present results on TiC films deposited on silicon wafers by dual-target DC magnetron sputtering technique and investigate the effect of Ti target current on the crystal structure, surface morphology and chemical structure of the deposited films.

2. Materials and Methods

The TiC films were deposited on silicon wafers by dual-target DC magnetron sputtering system. Fig. 1 shows the schematic of the apparatus used in this experiment. The dual-target DC magnetron sputtering system was designed and built by the Vacuum Technology and Thin Films Research Laboratory, Faculty of Science, Burapha University. The vacuum chamber had the diameter of 310 mm and the height of 370 mm, and the cathodes used in the experiment were 75 mm diameter magnetron cathodes, using targets of Ti with the purity of 99.995% and graphite with the purity of 99.999% (Kurt J. Lesker Company). The sputtered gas was Ar with the purity of 99.999%, and the flow rate was controlled with a type 1605 flow controller (Edwards Corporation).

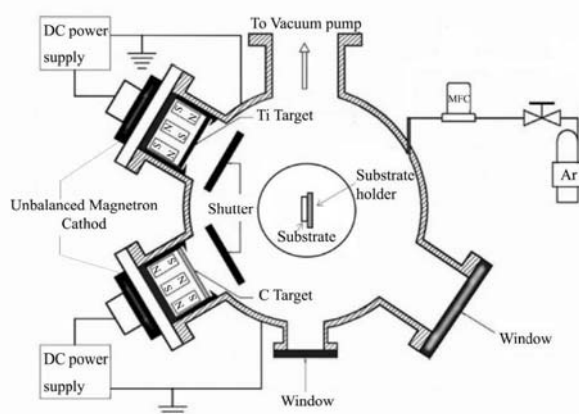


Fig. 1 Schematic of the dual-target DC magnetron sputtering apparatus used.

Deposition procedures, the samples were placed at 10 cm from the targets. The vacuum chamber was then evacuated to a base pressure of about 5×10^{-5} mbar to decrease the contamination in the deposition process, and the process pressure was kept constant at 3.60×10^{-3} mbar with the Ar gas flow rate was fixed at 4.20 sccm. The voltage of graphite target of 450 V, and the current of graphite target of 300 mA were kept constant whereas the currents of Ti target were varied from 300 to 600 mA related to the voltage of Ti target in the range between 280 – 290 V, and the deposition time used for coating was fixed at 15 min. Table 1 is a summation of the deposition parameters used in this study.

The crystal structure of deposited TiC films was characterized using X-ray diffractometer (XRD, Bruker D8 Discover) with Cu $K\alpha$ radiation ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). The crystallite size of the films was determined from Scherrer's formula. The surface morphology and thickness of the films were examined by field-emission scanning electron microscope (FE-SEM, Hitachi S-4700). The chemical structure of the films was investigated by Raman spectroscopy (confocal Raman, NTEDRA spectra NT-MDT), working at wavelength of 532 nm.

Table 1 Detailed deposition parameters for the deposition of TiC films.

Targets	Ti and graphite
Substrate	Si (100) wafer
Target – substrate distance	10 cm
Base pressure	5×10^{-5} mbar
Sputtering pressure	3.60×10^{-3} mbar
Deposition time	15 min
Graphite Target voltage	450 V
Graphite Target current	300 mA
Ti Target voltage	280 – 290 V
Ti Target current	300, 400, 500, 600 mA

3. Results and Discussion

Fig. 2 shows the XRD patterns of the TiC films deposited on silicon wafers at different Ti target currents. At Ti target current of 300 mA, the deposited film is amorphous phase. For Ti target current of 400 to 600 mA, the transformation of the films from amorphous phase to crystalline phase. The XRD patterns of film exhibited a face-centered cubic structure and the orientation of TiC structure corresponded to (111) and (200) planes (JCPDS card no. 321383). The increasing of the crystallinity of TiC films related to the Ti target current increased. When the Ti target current is lower, ions of Ti sputtered from Ti targets cannot bond with ions of C sputtered from graphite target due to their low energy and quantity. Only if the energy and quantity of Ti ions increased to threshold with increasing Ti target current, the Ti bond with C can form compound of TiC [15].

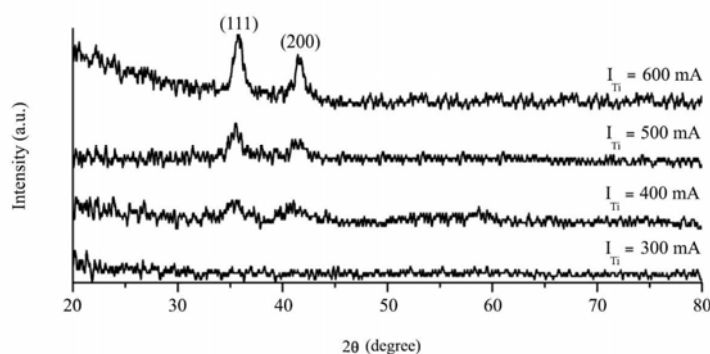
**Fig. 2** XRD patterns of TiC films deposited at different Ti target currents.

Table 2 presents the values of crystallite size of TiC films deposited at different Ti target currents. The crystallite size of (111) and (200) planes of films increased as the increasing Ti target current. For an increase in Ti target currents, the change in crystallite size is 5.28 – 15.85 nm of (111) plane and is 4.54 – 12.68 nm of (200) plane. A decrease in the full width at half maxima (FWHM) of all the crystallographic peaks of TiC films with increasing Ti target current implying that there is an increase in the crystallite size. A reason for the large crystallite size is the presence of a high amount of Ti in the TiC films [13].

Table 2 Crystallite size of TiC films deposited at different Ti target currents.

Ti target current (mA)	Crystallite size (nm)	
	(111) plane	(200) plane
300	–	–
400	5.28	4.54
500	12.01	10.76
600	15.85	12.68

The SEM micrographs of the surface morphology of the TiC films deposited on silicon wafers at different Ti target currents are shown in Fig. 3. The results revealed that the surface roughness and the grain size of TiC films increased with increasing Ti target current. The Ti content as a function of Ti target current resulted in the evolution of the surface morphologies of the deposited TiC films [15]. When Ti target current was low, a little of Ti content incorporating with C in the films, resulting in dense films is shown in Fig. 3(a). For high Ti target current, the surface morphology of deposited TiC films is looser than that deposited with low Ti target current is shown in Fig. 3(b) – (d). The SEM cross-sectional micrographs of TiC films deposited on silicon wafers at different Ti target currents are shown in Fig. 4. The results showed that the thickness of TiC films increasing with increasing Ti target current. The thickness of films deposited at 300, 400, 500 and 600 mA were estimated to approximately 70, 95, 115 and 140 nm, respectively.

In order to investigate the chemical structure of deposited TiC films, Raman spectroscopy was performed in the range between 200 and 2000 cm^{-1} . The Raman spectra of TiC films deposited as a function of Ti target current are shown in Fig. 5. In all cases, the Raman spectra showed three peaks at Raman shifts of 610, 1358 and 1580 cm^{-1} assigned to TiC structure, D (disorder) and G (graphitic) bands of amorphous carbon structure, respectively. The intensity of TiC peak increased with increasing Ti target current which indicate that increasing of Ti content inside the deposited TiC films. This result supported the XRD analysis indicating increasing of the crystallinity of TiC films during the Ti target current increased [8, 15, 16].

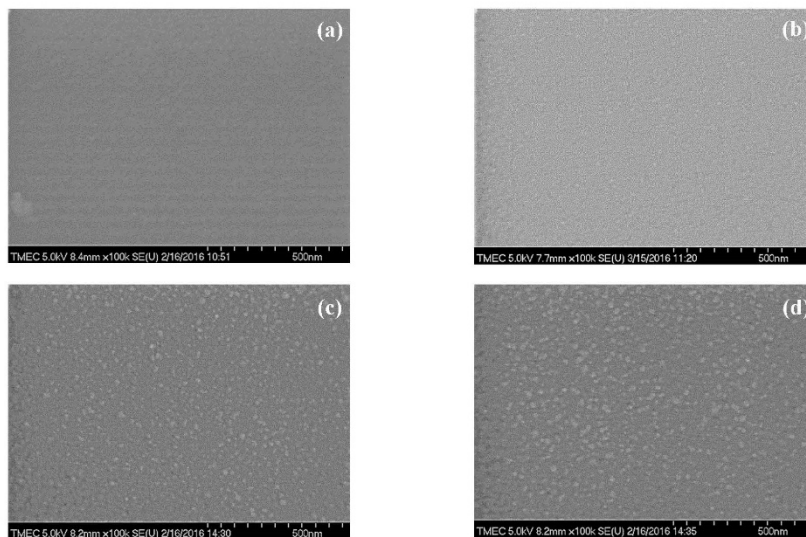


Fig. 3 SEM micrographs of surface morphology of TiC films deposited at different Ti target currents: (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA and (d) 600 mA.

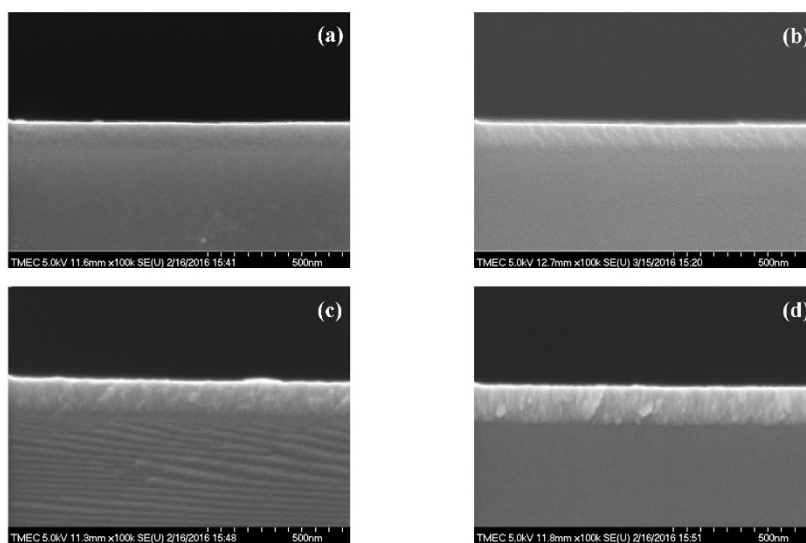


Fig. 4 SEM cross-sectional micrographs of TiC films deposited at different Ti target currents: (a) 300 mA, (b) 400 mA, (c) 500 mA and (d) 600 mA.

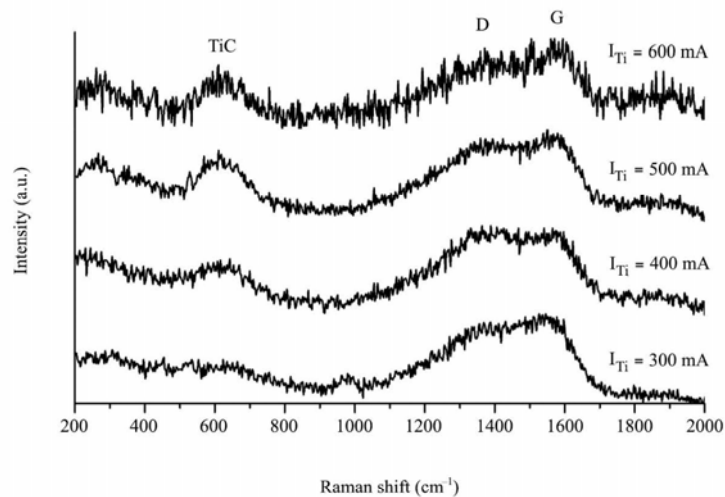


Fig. 5 Raman spectra of TiC films deposited as a function of Ti target current.

4. Conclusion

The effects of Ti target current on the crystal structure, morphology and chemical structure of TiC films deposited on silicon wafers by dual-target DC magnetron sputtering technique were investigated. According to the XRD analysis, the XRD patterns of film exhibited a face-centered cubic structure and the orientation of TiC structure corresponded to (111) and (200) planes. The increasing of the crystallinity and the crystallite size of TiC films related to the Ti target current increased. For the SEM results showed that the surface roughness, grain size and thickness of TiC films increased with increasing Ti target current. The Raman spectra revealed that the increasing of Ti target current had also significantly influenced on chemical structure of deposited TiC films.

5. Suggestions

Although the effects of Ti target current on the crystal structure, morphology and chemical structure of deposited TiC films were investigated in this research. However, it is well known that the properties of deposited TiC films depend on the different deposition parameters such as negative substrate bias, substrate heating and deposition time. We recommended that should the study of different deposition parameters for TiC coating.

6. Acknowledgement

This work was financially supported by the Research Grant of Burapha University through Nation Research Council of Thailand (Grant no. 97/2559).

7. References

- [1] I. Zergioti, A. HatziaPOSTOLOU, E. Hontzopoulos, A. Zervaki, G.N. Haidemenopoulos, Pyrolytic laser-based chemical vapor deposition of TiC coating, *Thin Sol. Film.* 271 (1995) 96 – 100.
- [2] M. Shimozuma, M. Yoshino, N. Otsuka, H. Date, Y. Sakai, H. Tagashira, Deposition of TiC films by low frequency (50 Hz) plasma CVD using a substrate bias circuit, *Int. Symp. Plasma Chem.* 3 (1997) 1131 – 1136.
- [3] K. Polychronopoulou, C. Rebholz, M.A. Baker, L. Theodorou, N.G. Demas, S.J. Hinder, A.A. Polycarpou, C.C. Doumanidis, K. Bobel, Nanostructure, mechanical and tribological properties of reactive magnetron sputtered TiC_x coatings, *Diamond Relat. Mater.* 17 (2008) 2054 – 2061.
- [4] M.L.F. Parames, O. Conde, Growth of TiC films by thermal laser-assisted chemical vapour deposition, *Appl. Surf. Sci.* 109-110 (1997) 554 – 558.
- [5] E. Kusano, A. Sato, N. Kikuchi, H. Nanto, A. Kinbara, Preparation of TiC films by alternate deposition of Ti and C layers using a dual magnetron sputtering source, *Surf. Coat. Technol.* 120 – 121 (1999) 378 – 382.
- [6] S. Inoue, Y. Wada, K. Koterazawa, Deposition of TiC films by dual source dc magnetron sputtering, *Vacuum.* 59 (2000) 735 – 741.
- [7] H. Wang, S. Zhang, Y. Li, D. Sun, Bias effect on microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered nanocrystalline titanium carbide thin films, *Thin Sol. Film.* 516 (2008) 5419 – 5423.
- [8] A.Z.A. Djafer, N. Saoula, N. Madaoui, A. Zerizer, Deposition and characterization of titanium carbide thin films by magnetron sputtering using Ti and TiC targets, *Appl. Surf. Sci.* 312 (2014) 57 – 62.
- [9] I.Y. Konyashin, Thin TiC_x films chemically vapour deposited onto cemented carbides from the TiCl₄-CCl₄-H₂ mixture, *Thin Sol. Film.* 278 (1996) 37 – 44.
- [10] L. Guzman, M. Bonelli, A. Miotello, D.C. Kothari, Process parameters optimization for TiN and TiC formation using reactive ion beam assisted deposition, *Surf. Coat. Technol.* 100 – 101 (1998) 500 – 502.
- [11] F. Santerre, M.A.E. Khakani, M. Chaker, J.P. Dodelet, Properties of TiC thin films grown by pulsed laser deposition, *Appl. Surf. Sci.* 148 (1999) 24 – 33.
- [12] Y. Suda, H. Kawasaki, K. Doi, J. Nanba, T. Ohshima, Preparation of crystalline TiC thin films grown by pulsed Nd:YAG laser deposition using Ti target in methane gas, *Mater. Charact.* 48 (2002) 221 – 228.
- [13] K.H.T. Raman, M.S.R.N. Kiran, U. Ramamurty, G.M. Rao, Structure and mechanical properties of Ti-C films deposited using combination of pulsed DC and normal DC magnetron co-sputtering, *Appl. Surf. Sci.* 258 (2012) 8629 – 8635.
- [14] R.D. Arnell, P.J. Kelly, Recent advances in magnetron sputtering, *Surf. Coat. Technol.* 112 (1999) 170 – 176.
- [15] W.Y. Xin, W.L. Ping, X.Q. Ji, Influence of Ti target current on microstructure and properties of Ti-doped graphite-like carbon films, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 22 (2012) 1372 – 1380.
- [16] Y. Cai, R.Y. Wang, H.D. Liu, C. Luo, Q. Wan, Y. Liu, H. Chen, Y.M. Chen, Q.S. Mei, B. Yang, Investigation of (Ti:N)-DLC coating prepared by ion source assisted cathodic arc ion-plating with varying Ti target currents, *Diam. Relat. Mater.* 69 (2016) 183 – 190.