



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย
เทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by
Reactive Magnetron Sputtering Technique

สุรสิงห์ ไชยคุณ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

อดิศร บุรณวงศ์

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558

มหาวิทยาลัยบูรพา

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย

เทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by
Reactive Magnetron Sputtering Technique

สุรสิงห์ ไชยคุณ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

อดิศร บุรณวงศ์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ปัจจุบันการเคลือบผิววัสดุเป็นกระบวนการสำคัญในหลายวงการ ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธีทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีจำเป็นต้องใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลักซึ่งมักมีสารละลายเคมีเหลือใช้จำนวนมากที่ยากต่อการกำจัดและทำให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อม แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้วชั้นเคลือบหรือฟิล์มที่ได้ยังมีคุณภาพสูงอีกด้วย โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบแข็ง (Hard Coating) บนเครื่องมือหรืออุปกรณ์ตัดเฉาะ เช่น ดอกสว่าน ด้วยเทคนิค PVD (Physics Vapor Deposited) เนื่องจากชั้นเคลือบที่ได้มีประสิทธิภาพและคุณภาพสูง ทำให้มีการศึกษา วิจัยและพัฒนาชั้นเคลือบในลักษณะของฟิล์มบางเพื่อนำมาเคลือบพื้นผิววัสดุซึ่งพบว่ามีเหมาะสมอย่างยิ่งเพราะตอบโจทย์ในประเด็นการปรับปรุงลักษณะพื้นผิวให้มีความแข็งเพิ่มมากขึ้นที่สำคัญชั้นเคลือบที่มีลักษณะเป็นฟิล์มบางที่มีความหนาของชั้นเคลือบน้อยมากทำให้ขนาดของชิ้นงานไม่เปลี่ยนแปลงมากเกินไป อีกทั้งยังใช้สารเคลือบในปริมาณน้อยยังช่วยให้ประหยัดเวลาและมีค่าใช้จ่ายในการสารเคลือบไม่สูงมากนัก

สำหรับการเคลือบแข็งที่นิยมใช้ในการเคลือบผิวเครื่องมือกลประเภทต่าง ๆ นั้นมักนิยมใช้ชั้นเคลือบในรูปของสารประกอบชนิดต่าง ๆ เช่น ไนไตรด์ (Nitrides) หรือ คาร์ไบด์ (Carbides) ฯลฯ ทั้งนี้จากงานวิจัยพบว่าชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางที่นิยมใช้ในช่วงแรกคือ ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) โครเมียมไนไตรด์ (CrN) เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) (Parameswaran et al., 1992; Hurkmans et al., 1996) ฟิล์มบางดังกล่าวได้มีการพัฒนาและนำมาใช้อย่างแพร่หลายทั้งด้านวิจัยและอุตสาหกรรมเนื่องจากมีความแข็งสูง ด้านทานการสึกหรอ กัดกร่อนดี มีสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ (Pilloud et al., 2003; Han et al., 2003) อย่างไรก็ตาม วานาเดียมไนไตรด์ (VN) ก็เป็นชั้นเคลือบอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจาก วานาเดียมไนไตรด์ มีความแข็งสูง (Suszko et al., 2011) มีสมบัติด้านโทรโบโลยี (Tribological) ได้แก่ (1) ความเสียดทาน (Friction) (2) การสึกหรอ (Wear) และ (3) การหล่อลื่น (Lubrication) ดีมาก (Gassner et al., 2004) ทำให้มีนำมาใช้ในการเคลือบผิวป้องกัน (Protective Coating) เพื่อต้านทานการสึกหรอ อีกทั้งยังช่วยป้องกันการเกิดออกซิเดชันและเพิ่มอายุการใช้งานของเครื่องมือตัดเฉาะได้นานยิ่งขึ้น

การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีเคลือบแบบใช้ลำไอออนช่วย (Ion Beam Assisted Deposition) (Ma et al., 2000) หรือ วิธีระเหยด้วยเลเซอร์แบบพัลส์ (Pulsed Laser Ablation) (D'Anna et al., 2002) วิธีระเหยแบบรีแอคทีฟด้วยลำอิเล็กตรอน (Reactive Electron Beam Evaporation) (Wiklund et al., 2006) และ วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (Reactive Magnetron Sputtering) (Glaser et al., 2007) แต่การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงได้รับความนิยมมากที่สุดเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ๆ เนื่องจากวิธีนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิห้อง อีกทั้งไอออนปริมาณมากที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบซึ่งระดมยิง (bombard) ไปยังฟิล์มที่กำลังโตขึ้นบนผิวหน้าของวัสดุรองรับซึ่งทำให้เกิดความร้อนที่เนื้อฟิล์มขณะเคลือบที่เรียกว่า plasma heating effect ซึ่งทำให้สามารถควบคุมโครงสร้างผลึกของฟิล์มได้ตามต้องการ นอกจากนี้การปรับเปลี่ยนโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้จากวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงยังทำได้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยาก เพียงปรับเงื่อนไขการเคลือบเท่านั้น เช่น ความดัน อัตราไหลแก๊ส กำลังไฟฟ้า ฯลฯ ทำให้การเคลือบด้วยวิธีนี้สามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ระดับอุตสาหกรรมได้ไม่ยากนัก

โดยทั่วไปแล้วสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้มักสัมพันธ์กับลักษณะเฉพาะของฟิล์มเช่น โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว ฯลฯ ดังนั้นการปรับเปลี่ยนลักษณะเฉพาะของฟิล์มเพียงเล็กน้อยก็อาจทำให้สมบัติของฟิล์มเปลี่ยนไป การศึกษาเกี่ยวกับฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ในช่วงที่ผ่านมาส่วนใหญ่เน้นศึกษาเกี่ยวกับสมบัติเชิงกล ไฟฟ้าและแม่เหล็ก แต่การศึกษาถึงผลของเงื่อนไขการเคลือบเช่น กำลังไฟฟ้า การไบแอส อัตราไหลแก๊ส หรือการให้ความร้อน ฯลฯ ต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มยังมีน้อยมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลของอัตราไหลแก๊สที่ใช้เคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้จากการศึกษาของ Gueddaoui et al (2006) พบว่าโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเงื่อนไขและพารามิเตอร์ที่ใช้เคลือบ ดังนั้นการศึกษามลของเงื่อนไขการเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ จึงยังคงมีความสำคัญและจำเป็นที่ต้องศึกษาวิจัยต่อไป

รายงานวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษาศึกษาการเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงบนซิลิกอนที่อุณหภูมิห้อง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้า ต่อโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มที่เตรียมได้เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาศึกษาการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง
2. เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบ ได้แก่ อัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้า ที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับ 2 ชนิด คือแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่จะศึกษาคือ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ตามลำดับ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

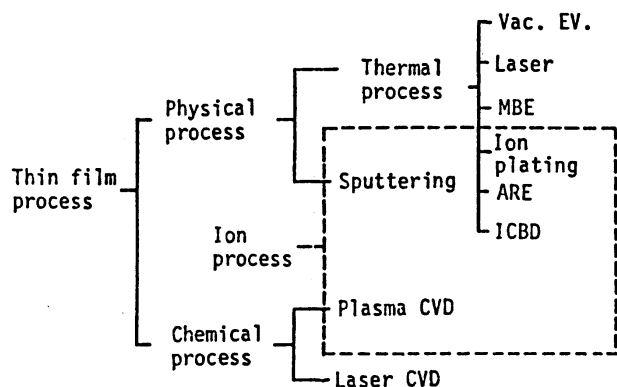
2.1 การเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบในสุญญากาศหรือการเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางในระดับนาโนเมตร ทั้งนี้ “ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ” ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมาย โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) ทั้งนี้สารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอ ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ



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

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม (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

โดยการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้นอาศัยการทำให้อะตอมสารเคลือบหลุดจากผิวของสารตั้งต้นแล้วฟุ้งกระจายไปยึดติดผิววัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธีหลักๆ (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธรรณ รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

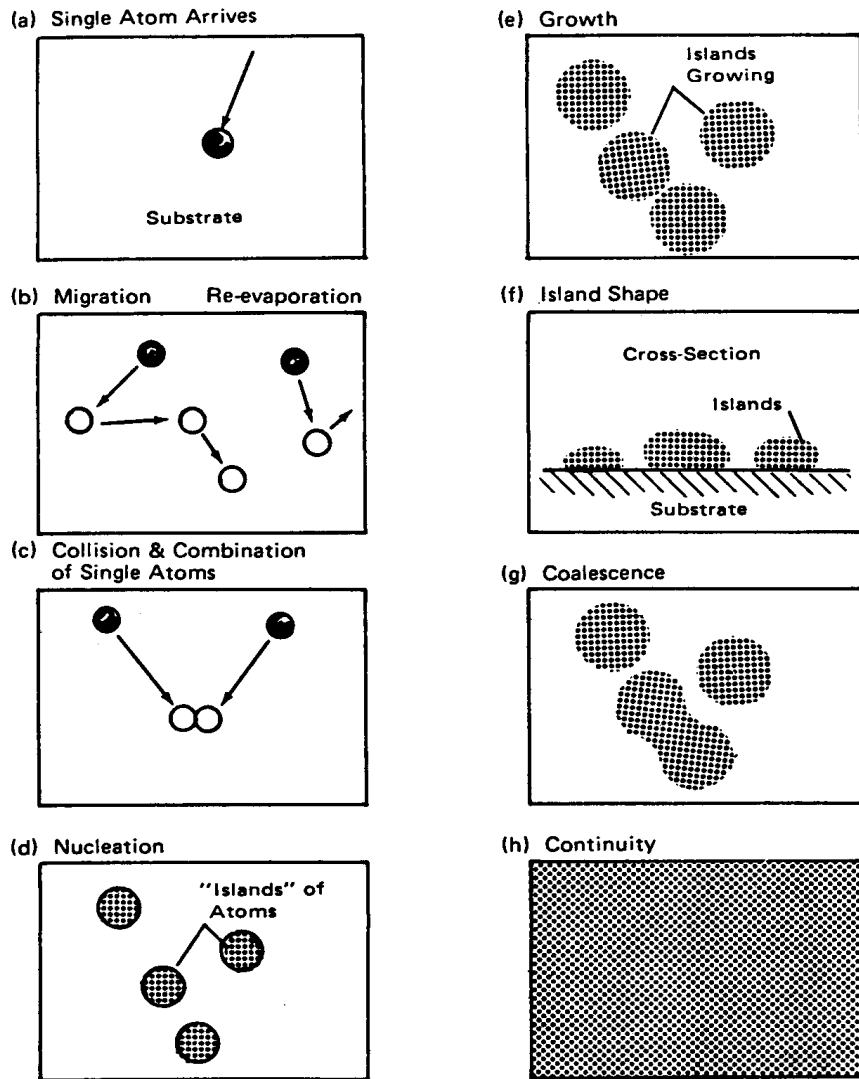
1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะฟุ้งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธีแต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้านอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radio Frequency Heating) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้นิยมใช้เคลือบสารไดอิเล็กทริก (Dielectric) เช่น แมกนีเซียมไดฟลูออไรด์ (MgF_2) หรือ ออกไซด์ (Oxide) ของโลหะที่มีสมบัติโปร่งใสบนวัสดุที่ต้องการเคลือบ เช่น เลนส์กล้องถ่ายรูป แว่นตาและกระจกเลเซอร์ ฯลฯ สำหรับข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอร์ริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง

การเกิดฟิล์มบางจากกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ Chapman (1980) ได้อธิบายไว้ดังนี้ เมื่อสารเคลือบจากแหล่งกำเนิดสารเคลือบเคลื่อนที่มาถึงวัสดุรองรับ สารเคลือบที่กระทบผิววัสดุรองรับส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอะตอมหรือโมเลกุล (ภาพที่ 2-2 (a)) โดยพลังงานพันธะ (Bonding Energy) ระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับวัสดุรองรับและอุณหภูมิของวัสดุรองรับ จะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ (Diffusion) ของสารเคลือบบนผิววัสดุรองรับ อะตอมของสารเคลือบจะตกกระทบผิววัสดุรองรับในตำแหน่งที่เรียกว่าตำแหน่งการดูดจับ (Adsorption Site) ทำให้เกิดการเกาะติดหรือถ้ามีพลังงานมากพอก็อาจกระโดดข้ามกำแพงพลังงานไปยังบริเวณที่อยู่ติดกันหรือหลุดออกจากตำแหน่งนั้นไป (ภาพที่ 2-2 (b)) ในช่วงเวลาหนึ่งอะตอมสารเคลือบอาจเกิดการระเหยกลับและเกิดการรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ด้วยกัน เมื่ออะตอมของสารเคลือบรวมตัวกันอาจเกิดเป็นอะตอมคู่ (ภาพที่ 2-2 (c)) ซึ่งมีความเสถียรมากกว่าอะตอมเดี่ยว (Single Atom) ซึ่งการรวมตัวกันของอะตอมนั้นจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของอะตอมเดี่ยวและอัตราเคลือบ (Deposition Rate) อะตอมคู่อาจรวมตัวกับอะตอมเดี่ยวอื่นแล้วกลายเป็นสามอะตอม (Triplets) หรือ สี่อะตอม (Quadruplets) หรืออื่น ๆ ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า สภาวะการเกิดนิวเคลียส (ภาพที่ 2-2 (d)) ทำให้ได้กลุ่มอะตอมกึ่งเสถียร (Quasi-Stable Islands) จากนั้นกลุ่มอะตอมจะเริ่มโตขึ้นเรียกว่า การโตเป็นกลุ่มก้อน (Island Growth) ขนาดของกลุ่มอะตอมจะใหญ่ขึ้น โดยมีจำนวนอะตอมเท่าเดิม หรือเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ภาพที่ 2-2 (e) และ 2-2 (f)) การโตของกลุ่มอะตอมนี้เกิดขึ้นเรื่อย ๆ จนกระทั่งขอบของแต่ละกลุ่มอะตอมชนกัน เรียกว่า การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอม (Agglomeration หรือ Coalescence) (ภาพที่ 2-2 (g)) จากการศึกษาด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM) พบว่าขณะที่กลุ่มอะตอมรวมกันเป็นก้อนอะตอมจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid-Like Behaviour) และมีการจัดเรียงทิศทางในเชิงผลึกวิทยา (Crystallographic Orientation) ด้วย การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอมจะเกิดขึ้นจนกระทั่งเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่อง (ภาพที่ 2-2 (h)) การเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่องจะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์เมื่อฟิล์มมีความหนาโดยเฉลี่ยประมาณ 0.04 - 0.05 μm ลักษณะผิวของฟิล์มบางขณะเกิดการรวมกลุ่มอะตอมจะดูคล้ายเนินเขาและหุบเขา เมื่อพิจารณาการเกิดฟิล์มในสภาวะที่เป็นกลุ่มอะตอม (Island) พบว่าอาจเป็นกลุ่มของผลึกเดี่ยวหรือกลุ่มของผลึกคู่หรือมากกว่านั้น ซึ่งกลุ่มอะตอมเหล่านี้จะตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นวัสดุหลายผลึก ทิศทางการจัดเรียงตัว (Orientation) ของแต่ละกลุ่มอะตอมนั้นจะเป็นแบบสุ่ม (Random) ทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีโครงสร้างเป็นหลายผลึกด้วย แต่ถ้ากลุ่มอะตอมเหล่านั้นตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นผลึกเดี่ยว การจัดเรียงตัวของฟิล์มก็จะมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว และเรียกรวมการเกิดฟิล์มแบบผลึกเดี่ยวประเภทนี้ว่า เอพิแทกซี (Epitaxy)

ถ้าอะตอมที่ผิวของวัสดุรองรับมีพลังงานเพียงพอ อะตอมเหล่านั้นจะเคลื่อนที่เพื่อเลือกเข้าไปอยู่ในตำแหน่งที่มีพลังงานต่ำกว่าเสมอ ทั้งนี้ความสามารถในการเคลื่อนที่ (Mobility) ของอะตอมจะเพิ่มขึ้น ถ้าอุณหภูมิที่ผิววัสดุรองรับสูงขึ้น นอกจากนี้การลดอัตราเคลือบยังสามารถช่วยให้การโตของผลึกเกิดได้ดียิ่งขึ้น เพราะอะตอมมีเวลาในการโตมากพอ ดังนั้นถ้าอุณหภูมิของวัสดุรองรับสูงและมีอัตราเคลือบต่ำจะได้ฟิล์มที่มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้น มีข้อบกพร่องในเกรนน้อยลงและได้ฟิล์มที่มีความหนาพอสำหรับการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์ ในทางกลับกันถ้าอุณหภูมิวัสดุรองรับต่ำแต่อัตราเคลือบสูงก็จะให้ผลลักษณะเดียวกัน



ภาพที่ 2-2 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นการพอกพูนของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอริง โดยการเคลือบเกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและพอกพูนโตเป็นฟิล์มบาง กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยอนุภาคที่เข้าชนมีพลังงานสูง ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งกระทบวัสดุรองรับจะฝังลงในเนื้อวัสดุ ทำให้การยึดเกาะดีมาก (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และ ธนสถา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

เมื่อผิวหน้าของวัสดุถูกกระทบด้วยอนุภาคพลังงานสูงจะทำให้เกิดการสีกกร่อนและมีอนุภาคที่ผิวหน้าของวัสดุหลุดออกมา เนื่องจากการชนของอนุภาคพลังงานสูงกับอนุภาคที่ผิวหน้า ปรากฏการณ์ที่อนุภาคผิวหน้าวัสดุหลุดออกมานี้เรียกว่า สปัตเตอริง (Sputter) หรือสปัตเตอริง (Sputtering) กระบวนการสปัตเตอริงนี้ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อ 100 กว่าปีที่ผ่านมาโดย grove ซึ่งในขณะนั้นสปัตเตอริงเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดความเสียหายกับคาโทดและกริดในหลอดดิสชาร์จแต่ปัจจุบันมีการนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางเช่น การทำความสะอาดผิวหน้า (Surface Cleaning) การกัดเซาะ (Etching) การวิเคราะห์ชั้นผิวหน้าของวัสดุ (Surface Layer Analysis) และการเคลือบฟิล์มบาง

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-3) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

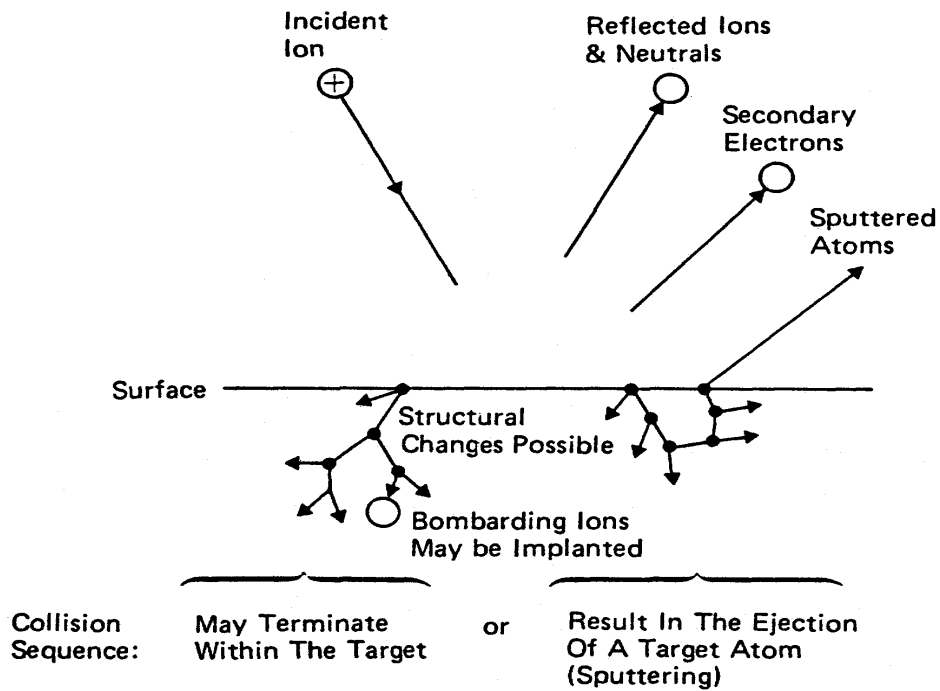
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

1.4 การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวนานี้ว่า Altered Surface Layer

1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่า กระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อุณหภูมิที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ตั้งนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

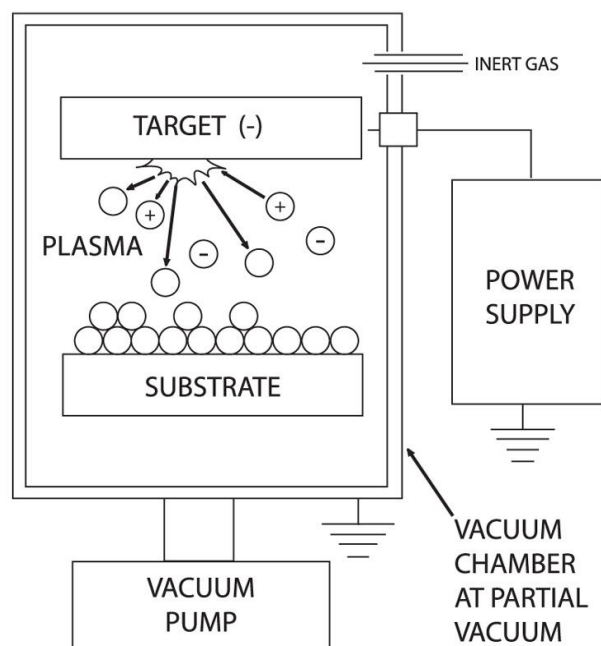
2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

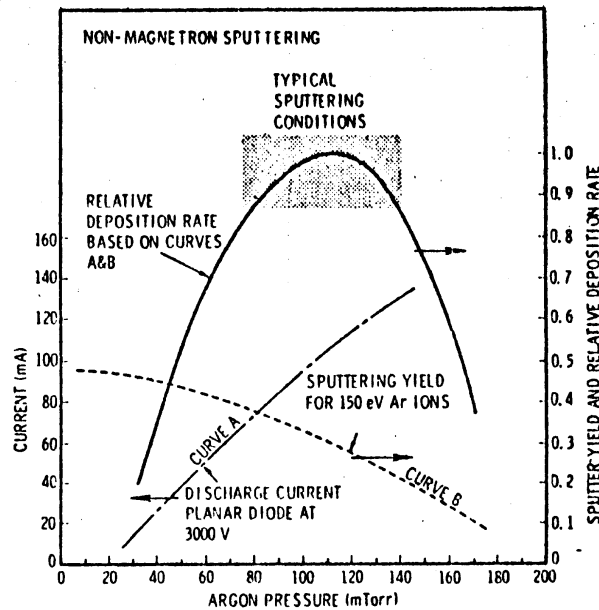
2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากป้อนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากป้อนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้อิออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

2.4 ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์ริง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์ริง อย่างง่าย แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-5 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสภา รัตน์, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนด คือที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติจะห่างกันประมาณ 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ ทั้งนี้โดยทั่วไปแล้วระยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโพลาร์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโพลาร์ ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโพลาร์ดิสชาร์จ กระบวนการไอออไนเซชันจะรักษาสภาพโพลาร์ดิสชาร์จไว้ที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรดและกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2-4 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง



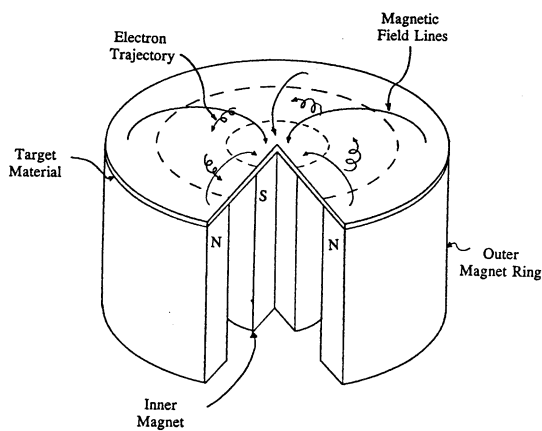
ภาพที่ 2-5 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาณสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์เกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงในภาพที่ 2-5 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของyield จากการสปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-5 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างyield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอร์นิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอร์คือบริเวณที่ให้อัตราการเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$ ซึ่งค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

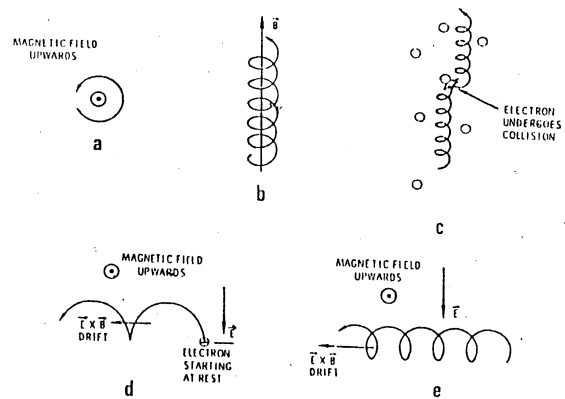
2.5 ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อัตราการเกิดสปัตเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างยิลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มยิลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบดีซีสปัตเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปัตเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสลา รัตน์ะ, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาาระบบใหม่คือ ระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสลา รัตน์ะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-6) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Bunshah, 1994)



ภาพที่ 2-7 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ

โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ (Bunshah, 1994)

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (ภาพที่ 2-7 (a)) ด้วยรัศมี

$$r = \frac{3.37 \sqrt{W}}{B} \quad (2-2)$$

เมื่อ W คือพลังงานของอิเล็กตรอนในหน่วย eV
 B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss หมุนด้วยความถี่ไซโคลตรอน
 $\nu = 2.8 \times 10^6$ Hz

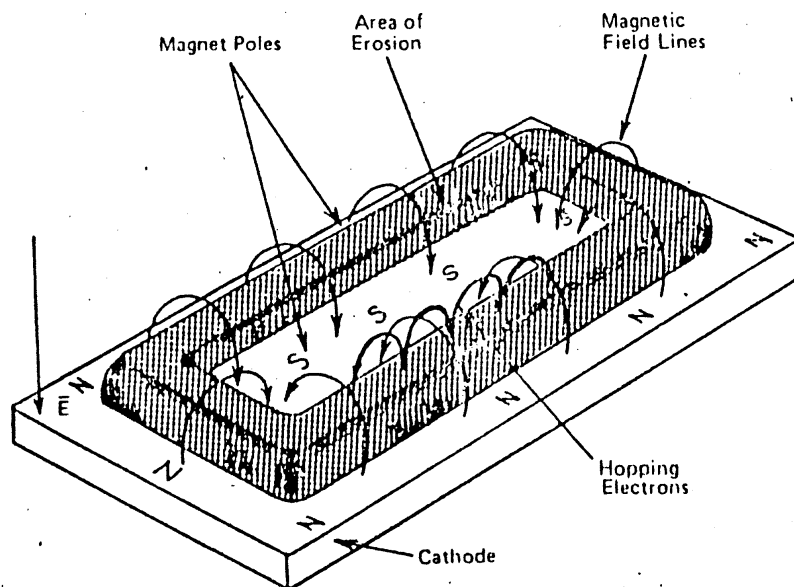
ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ 2.8×10^8 Hz ภาพที่ 2-7 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็กอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส ภาพที่ 2-7 (c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางการตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า เรียกว่าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (Drift motion) มีค่าเท่ากับ

$$V_E = \frac{10^8 E}{B} \quad (2-3)$$

เมื่อ E คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/ cm
 B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss

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

ระบบสปัตเตอริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามยาว (Longitudinal Field) ทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์ดิสชาร์จเปลี่ยนไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวาง (Transverse Field) กระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้หลังจากที่ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมา อิเล็กตรอนชุดที่สองจะเคลื่อนที่ตามภาพที่ 2-7 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้คาโทดและเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนตามแนวผิวหน้าของคาโทด (ภาพที่ 2-8) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสนชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนชุดที่สองมากขึ้น เป็นผลให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงและเกิดโกลด์ดิสชาร์จ ทำให้เกิดสเปซชาร์จจากไอออนบวกสูงที่ผิวคาโทด ซึ่งสั้นกว่าระยะปลดการชน ใน ดีซี สปัตเตอริงที่ความดันสูง แรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซใน ดีซี สปัตเตอริง ขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง ลดลงทั่วไปมีค่าประมาณ 300 - 800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนีตรอนทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอนสปัตเตอริงทรงกระบอก (Cylindrical Magnetron Sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบดีซี สปัตเตอริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า พลาเนียร์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (Planar Magnetron Sputtering)



ภาพที่ 2-8 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักคร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาเนียร์แมกนีตรอน สปัตเตอริง (Chapman, 1980)

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ (VN) เป็นฟิล์มบางกลุ่มฟิล์มแข็งที่นำไปใช้งานอย่างแพร่หลายทางด้านอุตสาหกรรม เนื่องจากมีสมบัติน่าสนใจหลายประการ เช่น แข็ง ทนความร้อน มีความเสถียรภาพทางเคมี นอกจากนี้ยังมีสมบัติด้านโทรโพลยีตี เช่น ทนการเสียดสี ทนการสึกหรอ มีสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ ฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์สามารถเตรียมได้หลายวิธีแต่การเตรียมด้วยเทคนิคอีพิตอกซ์เป็นวิธีหนึ่งที่ยอมรับใช้ในการเคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ในเชิงด้านงานวิจัยรวมทั้งด้านอุตสาหกรรม เพราะมีข้อดีหลายอย่าง เช่น ให้ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราการเคลือบของฟิล์มได้ง่าย ฟิล์มที่ได้มีการยึดเกาะกับวัสดุรองรับได้ดี อีกทั้งยังสามารถปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆในการเคลือบฟิล์มได้ง่าย เช่น ความดัน อัตราไหลของแก๊สรีแอคทีฟ อุณหภูมิของวัสดุรองรับระหว่างเคลือบเพื่อศึกษาถึงผลกระทบต่อคุณสมบัติด้านต่างๆ โดยเงื่อนไขในการเคลือบ อุณหภูมิของพื้นผิว การไหลของแก๊สรีแอคทีฟ ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน กระแสไฟฟ้า กำลังไฟฟ้า และเวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกและคุณสมบัติต่างๆ สำหรับการวิจัยเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ มีข้อมูลโดยสรุปดังนี้

Ma et al (2000) wfhเตรียมฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์และฟิล์มเซอร์โคเนียมไนไตรด์โดยอุณหภูมิของวัสดุรองรับเท่ากับ 150, 300 และ 500 °C พลังงานไอออน ในช่วง 150-1000 eV และมุมตกกระทบเท่ากับ 45° และ 0° ซึ่งผลที่เกิดจากการสปัตเตอริงไอออนและการให้พลังงานกับตัวอย่างที่ใช้เคลือบฟิล์มทำให้เกิด preferred orientation ของวานาเดียมไนไตรด์และฟิล์มเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่แตกต่างกัน ในฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์เกิด preferred orientation ที่ระนาบ (111), (200) ที่อุณหภูมิ 300 °C โดยพลังงานของไอออนมีค่าเท่ากับ 350 eV

D'Anna et al (2002) ได้เคลือบและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ จากเป้าสารเคลือบมีความบริสุทธิ์ 99.8% ใช้แผ่นซิลิกอนระนาบ (111) เป็นวัสดุรองรับ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ศึกษาได้แก่ องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก รวมถึงผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ในช่วง 0.5-200Pa อุณหภูมิวัสดุรองรับ ในช่วง 20-750 °C และระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบถึงแผ่นวัสดุรองรับในช่วง 30-70mm สมบัติที่ดีของวานาเดียมไนไตรด์คือ มีจุดหลอมเหลวสูง, สามารถคงความแข็งแรงสูง และมีความเสถียรภาพทางเคมีด้วย

Gueddaoui et al (2006) ได้เคลือบฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ Polycrystalline บนซิลิกอนระนาบ 100 ด้วยเทคนิคอีพิตอกซ์ฟิลานาแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สตั้งแต่ 0 ถึง 15 sccm และผลของอุณหภูมิวัสดุรองรับเป็น 150 400 และ 650 °C และใช้เทคนิค X-ray diffraction reflectivity, atomic force microscopy และ optical photospectrometry ศึกษาโครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว สมบัติทางแสง ตามลำดับ ผลจากการวัดความหนาพบว่าเมื่ออัตราการไหลแก๊สเท่ากับ 0 sccm มีอัตราเคลือบเท่ากับ 3.5 Å และลดลงเป็น 1.5 Å เมื่ออัตราไหลแก๊สเพิ่มขึ้นเป็น 15 sccm

ทั้งนี้โครงสร้างของฟิล์มบางที่ได้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิวัสดุรองรับ โดยพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สเท่ากับ 0 sccm ฟิล์มบางวานาเดียมเพียงอย่างเดียว มีโครงสร้างเป็นอสังฐานที่อุณหภูมิ 150 และ 450 °C และเปลี่ยนโครงสร้างเป็น α -V ที่อุณหภูมิเท่ากับ 650 °C นอกจากนี้ฟิล์มบางมีโครงสร้างหลักเป็น β - V_2N_{1-x} ที่อัตราไหลแก๊สต่ำ δ - VN_{1-x} และมีโครงสร้างหลักที่ที่อัตราไหลแก๊สสูง ทั้งนี้ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีความเป็น texture สูงซึ่งขึ้นกับอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน จากเทคนิค AFM พบว่าค่าความหยาบผิว root mean square มีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน สุดท้ายพบว่าฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์มีค่าการสะท้อนแสงสูงในช่วงความยาวคลื่นอินฟราเรด

Glaser et al (2007) ได้ศึกษาการเกิดออกซิเดชันของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์และฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ภายใต้ภาวะสุญญากาศสูงด้วยเทคนิค XPS ผลการศึกษาเกิดออกซิเดชันในขณะนั้นพบว่าฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์มีชั้นออกไซด์ผสมอยู่โดยเกิดไอออน V^{3+} และ V^{4+} เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเท่ากับ 600 °C ทั้งนี้เมื่อนำฟิล์มไปไว้ในภาวะที่มีออกซิเจนสูงจะทำให้เกิดชั้นออกไซด์เช่นเดียวกัน กรณีฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์นั้นพบว่าพื้นผิวของฟิล์มบางเกิดการออกซิไดส์อย่างรวดเร็วกลายเป็นเฟสผสมระหว่างไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมออกไซด์ไนไตรด์ โดยลักษณะการเกิดออกซิเดชันนั้นเกี่ยวข้องกับสมบัติทางโทรโบลยีของฟิล์มบาง

Qu et al (2012) ได้เคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ด้วยระบบรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยแปรค่าค่าความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนและการไบอัสวัสดุรองรับเพื่อศึกษาผลของเงื่อนไขในการสปัตเตอริงต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกล จากนั้นจะใช้เทคนิค Grazing incidence X-ray diffraction field emission scanning electron microscopy ซึ่งติดตั้ง energy dispersive X-ray เข้าไปด้วย และ X-ray photoelectron spectroscopy เพื่อศึกษา โครงสร้างจุลภาค นอกจากนี้ยังใช้ nano-hardness tester และ profilometer วัดสมบัติเชิงกล ผลการทดลองพบว่าเมื่อแปรค่าความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.007 Pa เป็น 0.29 Pa ฟิล์มบางแน่นมากขึ้น และมีความแข็งเพิ่มขึ้นจนมีค่าเท่ากับ 22.9 GPa ที่ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.29 Pa นอกจากนี้พบว่าการไบอัสวัสดุรองรับ มีผลอย่างมากต่อความเค้นคงค้างและความแข็งของฟิล์มบาง

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุและเครื่องมือ

เครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอร์ริง

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าวาเนเดียม (V) (99.95%)

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) ประกอบด้วย กระจกสไลด์ ซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999%

- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995%

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer ศึกษาโครงสร้างผลึก ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD), Bruker รุ่น D8

2.2 Atomic Force Microscope ศึกษาลักษณะพื้นผิว ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM), Park systems EX 100

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

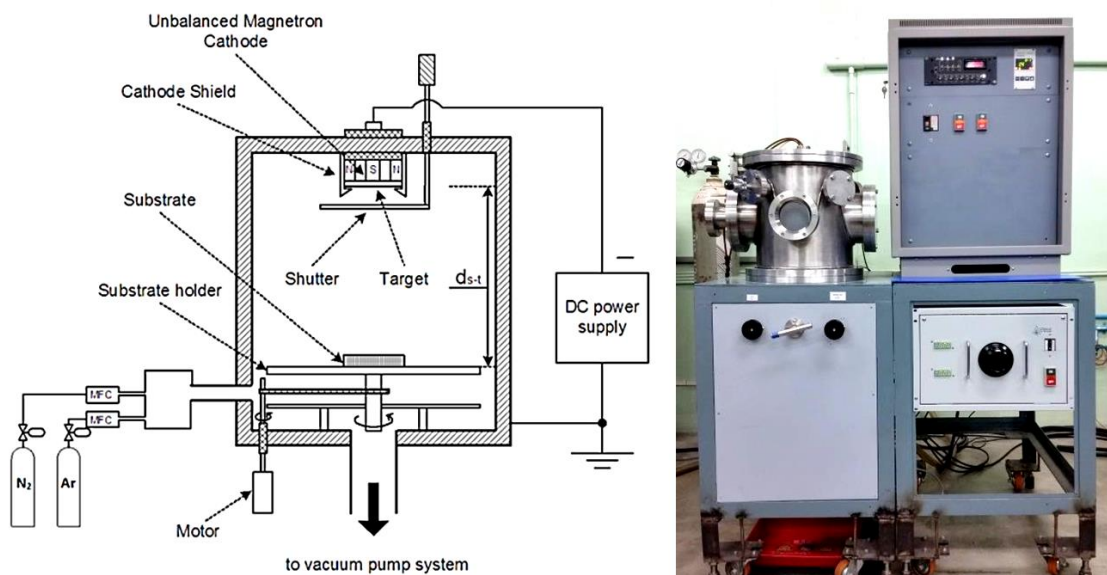
2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ศึกษาองค์ประกอบของธาตุของฟิล์ม ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ของ EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น 1450VP

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคทีฟดีซีสปัตเตอริง

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (ภาพที่ 3-1) ด้วยเทคนิครีแอคทีฟโคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติตามที่ต้องการต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วนคือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating Parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm ความสูง 31.0 cm ชุดระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย วัดความดันด้วยมาตรวัดความดัน PFEIFFER ประกอบด้วยส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และมาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนเตรียมฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าวาเนเดียม (99.95%) พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ภาคจ่ายความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ใช้แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-1 ไดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

3.3 การเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มในงานวิจัยนี้ มีรายละเอียดดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวกกับภาชนะสุญญากาศ เป้าสารเคลือบติดตั้งที่ขั้วคาโทด และต่อกับระบบน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สมิหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์มี 3 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

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

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

3. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบแล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

3.4 การวิเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดมีดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึก

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

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ หาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการของ Scherrer

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการ การหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก

2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว

2.1 ลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ ศึกษาด้วยเทคนิค AFM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope

2.2 การหาความหนา โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวาง และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค FE-SEM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FE-Scanning Electron Microscope

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค EDS ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของวาเนเดียมไนไตรด์บนชิ้นงาน

3.5 แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม จากนั้นทำการทดลองแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าเซอร์โคเนียมแล้วนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม โดยแบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 20.0 sccm กำลังไฟฟ้าสเปคโตรริงเท่ากับ 270 W ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar ใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที และแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน 4 ค่าคือ 2.0, 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม (V) ความบริสุทธิ์ 99.95%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	10
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20.0
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2.0, 4.0, 6.0, 8.0
กำลังสเปคโตรริง (W)	270
เวลาเคลือบ (min)	60

การทดลองที่ 2 ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าในการเคลือบ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 20.0 sccm : 2.0 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าเท่ากับ 300 mA, 500 mA และ 700 mA ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-2)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม (V) ความบริสุทธิ์ 99.95%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	10
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20.0
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2.0
กระแสไฟฟ้า (mA)	300, 500, 700
เวลาเคลือบ (min)	60

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผล

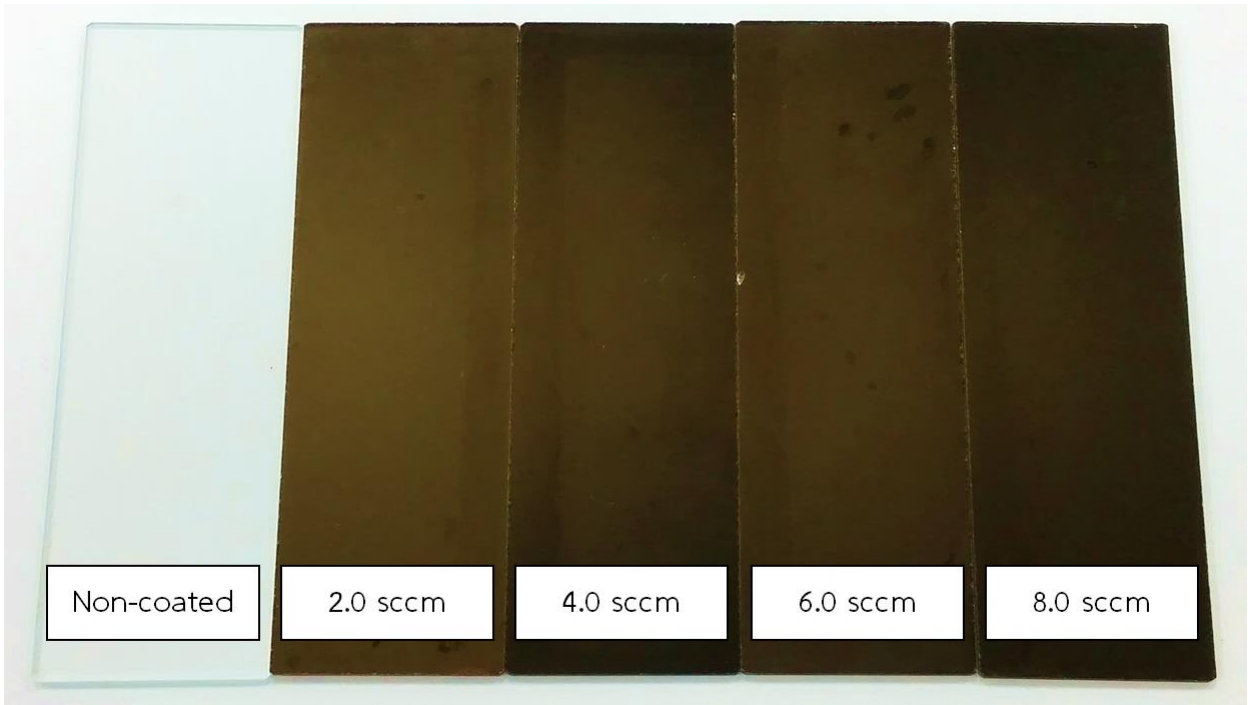
4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่ถูกเคลือบเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm 4 sccm, 8 sccm และ 12 sccm มีผลการศึกษาซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบ โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุ มีรายละเอียดผลการศึกษาดังนี้

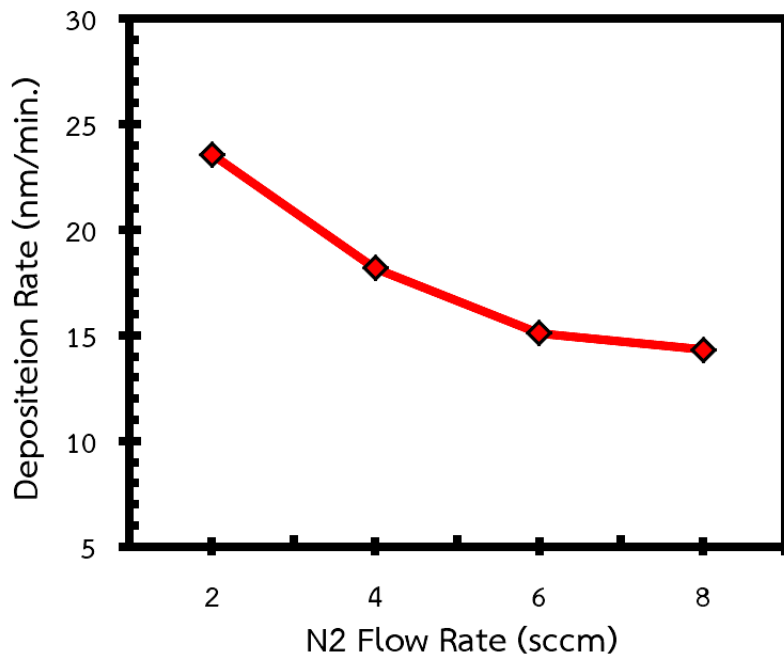
1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี มีสีน้ำตาลอ่อน สีน้ำตาล และสีน้ำตาลเข้ม เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 4-1)

ส่วนอัตราเคลือบของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัย ซึ่งคำนวณจากความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาในการเคลือบ พบว่ามีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 24 nm/min และมีค่าลดลงเป็น 14 nm/min เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 8.0 sccm (ภาพที่ 4-2) เนื่องจากการเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจะทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในห้องเคลือบมีค่าเพิ่มขึ้น จนถึงค่าหนึ่งซึ่งมากเกินไปสำหรับการทำปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมเพื่อฟอร์มตัวเป็นฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ไปเคลือบบนผิววัสดุรองรับ โดยอะตอมของไนโตรเจนส่วนเกินจะทำปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมที่หน้าปัสการเคลือบ จนเกิดเป็นชั้นบาง ๆ ของสารประกอบไนไตรด์ (เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า target poisoning) ซึ่งส่งผลให้ปัสการเคลือบ (วาเนเดียม) ถูกสปัตเตอร์ได้ยากขึ้น (เนื่องจากสารประกอบไนไตรด์มีค่าสปัตเตอร์ยึดต่ำกว่าโลหะบริสุทธิ์) ทำให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาเพื่อฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มมีจำนวนลดน้อยลง เป็นผลให้ความหนาของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) ลดลงตามไปด้วย



ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน

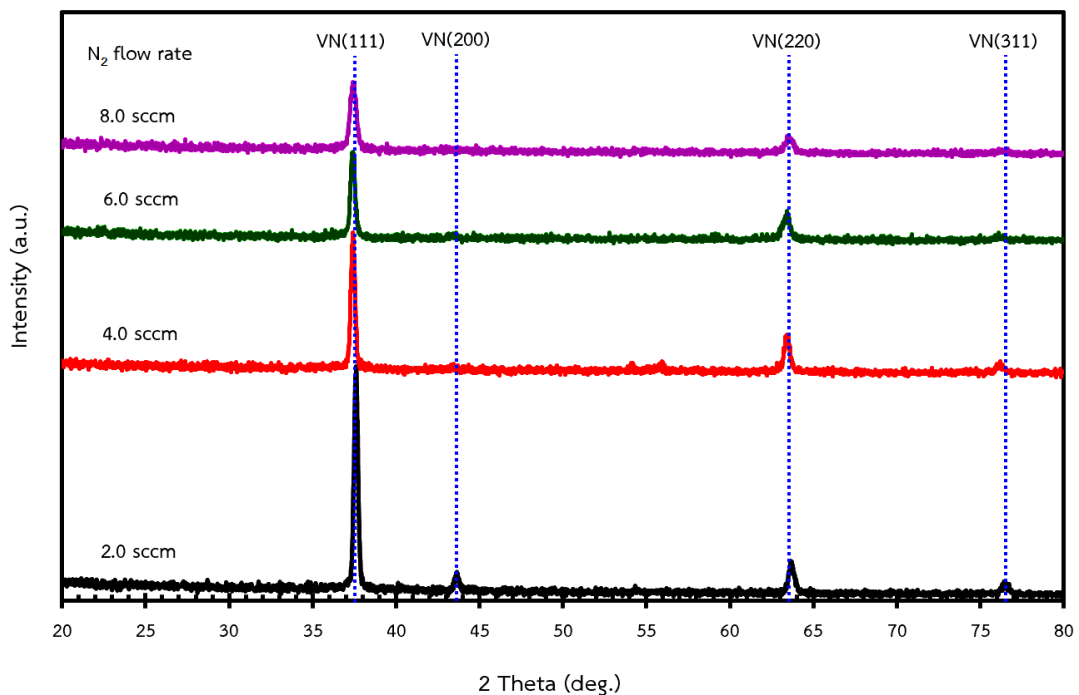


ภาพที่ 4-2 อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดยฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.62° , 43.64° , 63.62° และ 76.42° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 และเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนขึ้นเป็น 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 43.64° หายไป เหลือเพียงมุม 37.42° , 63.62° และ 76.42° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกครบทุกระนาบได้แก่ (111), (200), (220) และ (311) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้นโครงสร้างผลึกระนาบ (200) กลับหายไปขณะที่ระนาบอื่นยังคงมีอยู่ โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกลดลง เนื่องจากอะตอมสารเคลือบที่จะฟอร์มตัวเป็นฟิล์มมีพลังงานต่ำเพราะสูญเสียพลังงานไปกับการชนกับอะตอมอื่น ในห้องเคลือบที่เพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจนระยะปลอดการชนเฉลี่ย (mean free path) ของระบบมีค่าลดลง ทำให้อะตอมต่าง ๆ มีโอกาสชนกันบ่อยขึ้น



ภาพที่ 4-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 4-1 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

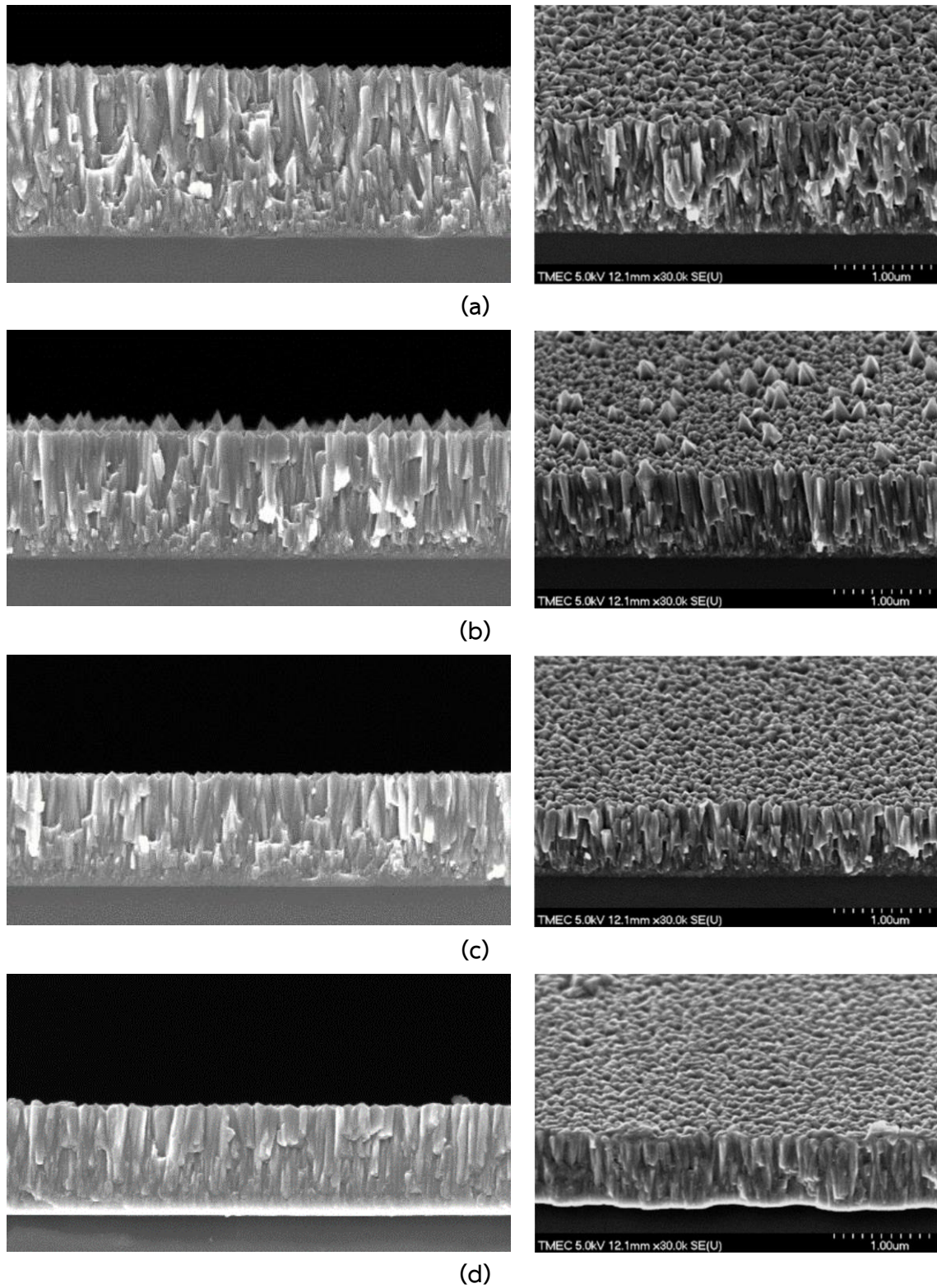
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
2.0	77	4.107
4.0	75	4.126
6.0	65	4.127
8.0	47	4.124

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer ในงานวิจัยนี้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 77 nm เป็น 47 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-1 เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีค่ามาก อะตอมสารเคลือบ (VN) อาจสูญเสียพลังงานจากการชนกับอะตอมอื่น ๆ ในห้องเคลือบ ซึ่งทำให้อะตอมของสารเคลือบเมื่อเคลื่อนที่ไปถึงผิวหน้าของวัสดุรองรับมีพลังงานไม่มากพอในการเคลื่อนไหว (mobility) ทำให้อะตอมสารเคลือบฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มโดยไม่มีการรวมตัวกับอะตอมสารเคลือบอื่น ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีแนวโน้มที่จะเล็กลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 4.107 – 4.127 Å (ตารางที่ 4-1) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å) ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิห้อง

3. โครงสร้างจุลภาค

ภาพที่ 4-4 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์และมีความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ส่วนลักษณะผิวหน้าของฟิล์มพบว่าที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะขรุขระรูปทรงปิรามิดกระจายสม่ำเสมอ และมีแนวโน้มที่เล็กลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้น สำหรับความหนาฟิล์มมีแนวโน้มลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้น เนื่องจากเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนสูงจะเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป่าสารเคลือบ หรือที่เรียกว่า target poisoning ทำให้เป่าสารเคลือบถูกสputterได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้น้อยลงทำให้ฟิล์มมีความหนาลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้จากภาคตัดขวางจะเห็นว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้นด้วย



ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
 (a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm

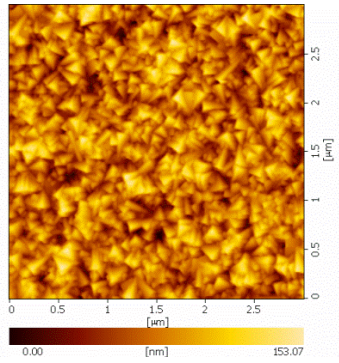
4. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-5 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2.0 sccm) อะตอมของสารเคลือบที่พอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับมีลักษณะเป็นทรงปิรามิดที่มียอดแหลมสูงและร่องลึกกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวสูง (26 nm) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น เป็น 4.0 sccm อะตอมสารเคลือบเริ่มมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนทรงกลมมนขนาดเล็ก แต่ยังคงมีอะตอมสารเคลือบบางส่วนที่มีลักษณะทรงปิรามิดยอดแหลม ความหยาบผิวมีค่าลดลง (22 nm) สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 6.0-8.0 sccm พบว่าในช่วงนี้สารเคลือบทั้งหมดมีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ความหยาบผิวมีค่าต่ำที่สุด (12-15 nm) เนื่องจากอัตราเคลือบฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทำให้การพอร์มตัวของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะค่อยเป็นค่อยไปมีเวลาในการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กมากขึ้น

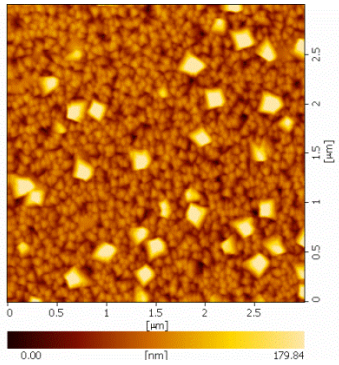
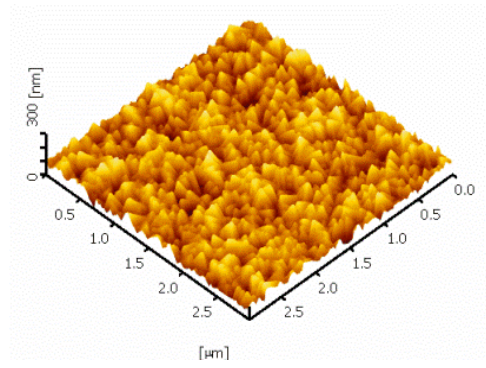
สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้พบว่ามีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 1145 nm เป็น 859 nm ส่วนความหยาบผิวลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm (ตารางที่ 4-2) เพราะเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2 sccm) เป้าสารเคลือบ (วาเนเดียม) ถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนแล้วพอร์มตัวเป็นวาเนเดียมไนไตรด์ตกสะสมพอกพูน (deposit) เป็นชั้นของฟิล์มเคลือบบนผิวหน้าวัสดุรองรับอย่างรวดเร็ว ทำให้ฟิล์มที่ได้ค่อนข้างหนาและมีความหยาบผิวสูง แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนซึ่งทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในระบบเพิ่มมากขึ้น จนถึงค่าหนึ่งที่มีปริมาณมากเกินไปสำหรับการพอร์มตัวเป็นวาเนเดียมไนไตรด์ โดยอะตอมของไนโตรเจนที่มากเกินไปจะไปทำให้เกิด target poisoning ที่หน้าเป้าสารเคลือบส่งผลให้วาเนเดียมถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนได้น้อยลงความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-2 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

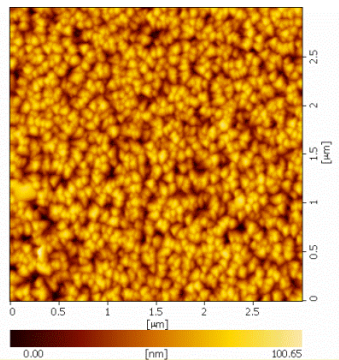
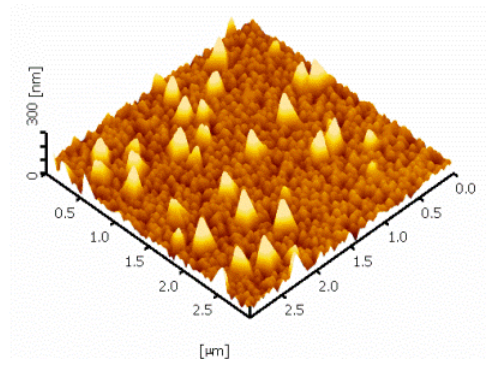
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (Rrms) (nm)
2.0	1415	26
4.0	1091	22
6.0	906	15
8.0	859	12



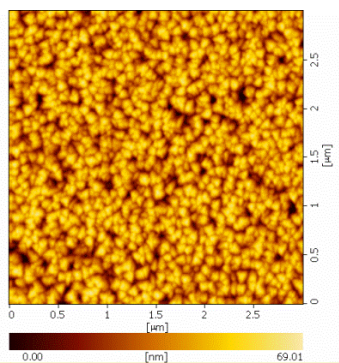
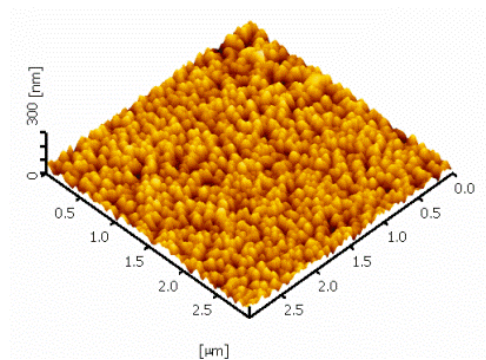
(a)



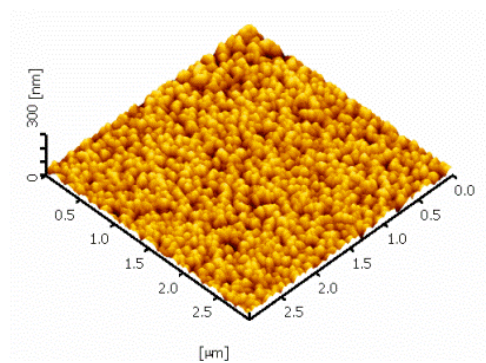
(b)



(c)



(d)



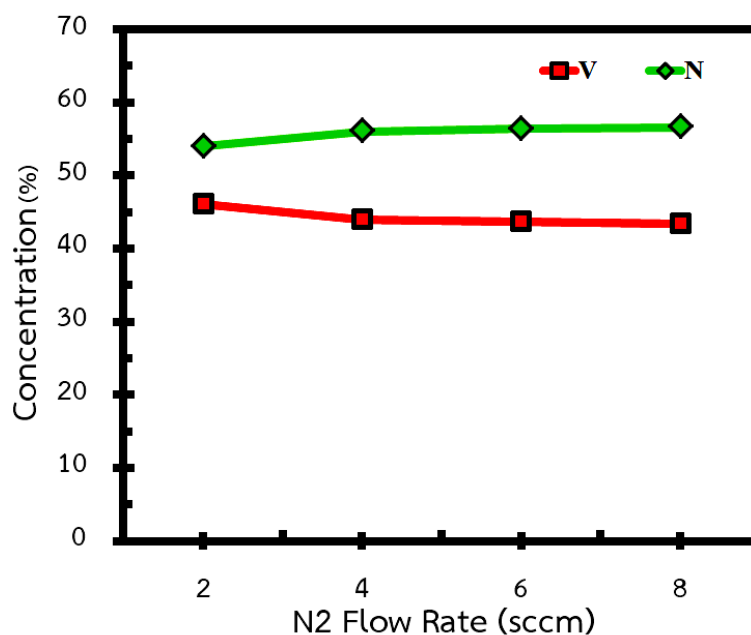
ภาพที่ 4-5 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
 (a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm

5. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-6 แสดงองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 46.1% และ 53.9% เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 8 sccm ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 43.4% และ 56.6% และมีอัตราส่วนระหว่าง วาเนเดียม ต่อไนโตรเจน (V:N) ประมาณ 0.8-0.9 ทั้งนี้จากผลการศึกษพบว่าปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มที่เคลือบได้มีปริมาณเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนที่เข้าร่วมตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมมีแนวโน้มลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-3 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
	V	N	V:N
2.0	46.1	53.9	0.9
4.0	43.9	56.1	0.8
6.0	43.6	56.4	0.8
8.0	43.4	56.6	0.8



ภาพที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

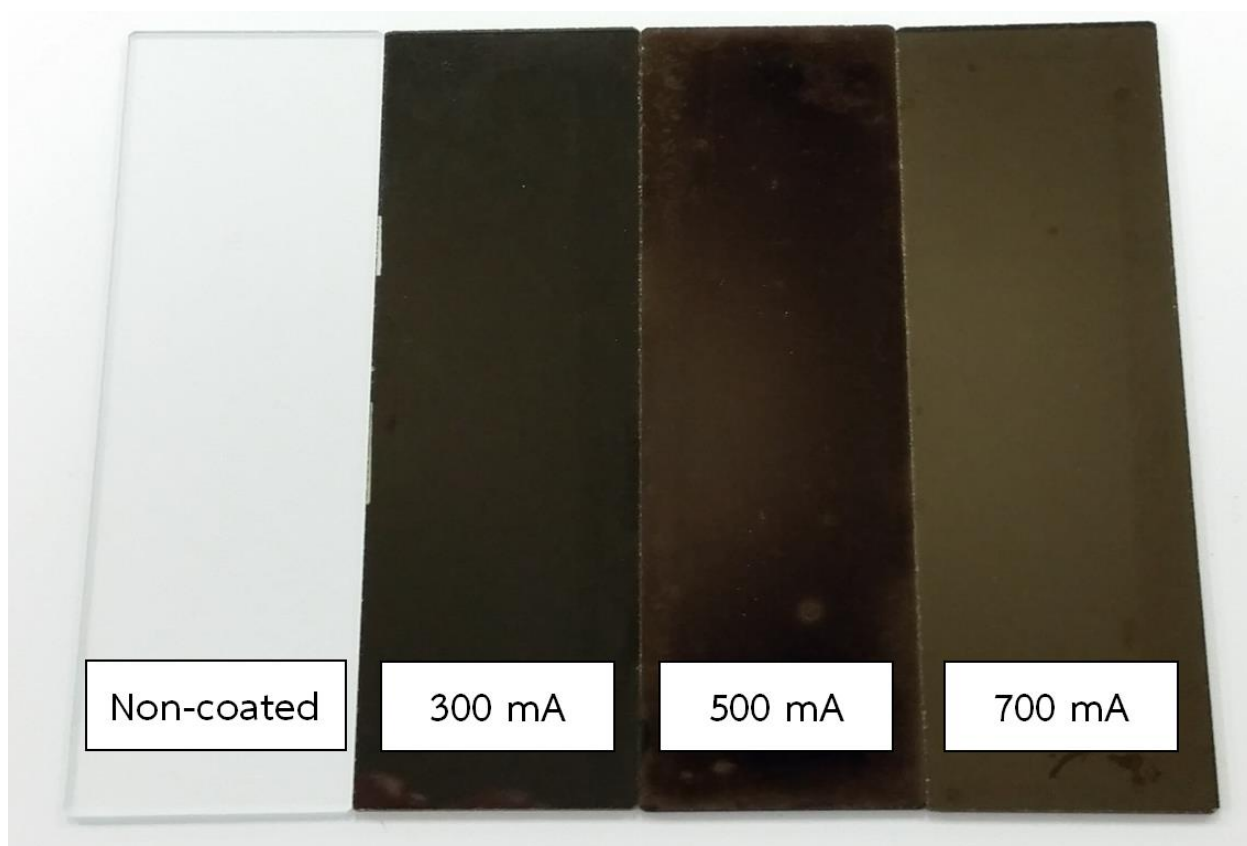
4.2 ผลของกระแสไฟฟ้า

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า 3 ค่า คือ 300 mA, 500 mA และ 700 mA ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบ โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้ มีผลการศึกษาดังนี้

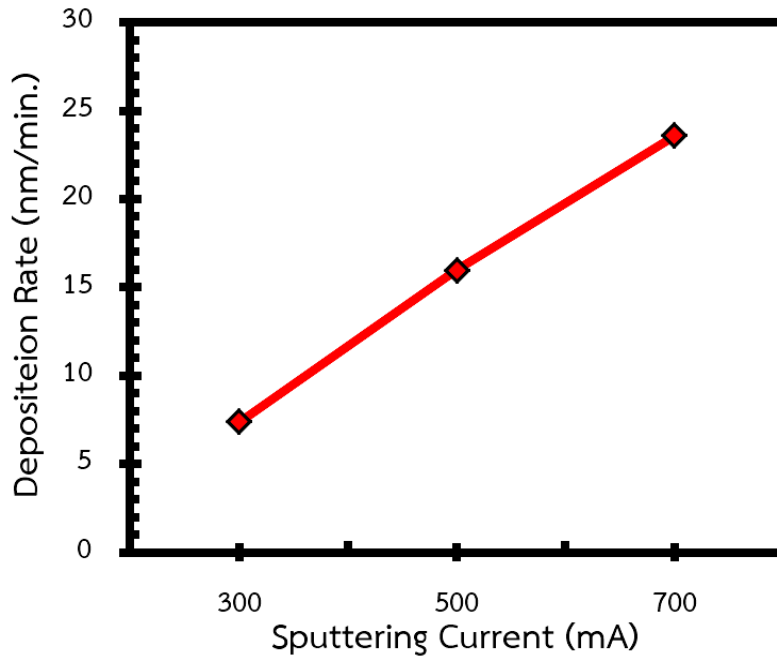
1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า พบว่า ฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี มีสีน้ำตาลเข้ม สีน้ำตาล และสีน้ำตาลอ่อน เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 4-7)

อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า ซึ่งคำนวณจากความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาที่ในการเคลือบ พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น โดยที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 300 mA อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 7 nm/min และมีค่าเพิ่มเป็น 24 nm/min เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 700 mA (ภาพที่ 4-8) เนื่องจากการเพิ่มกระแสไฟฟ้าจะทำให้เป่าสารเคลือบถูกสปีดเตอร์ออกมาเป็นอะตอมวาเนเดียมเพิ่มขึ้น ทำให้โอกาสในการฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบของวาเนเดียมไนไตรด์เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลให้ความหนาของฟิล์มที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) เพิ่มขึ้นตามไปด้วย



ภาพที่ 4-7 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

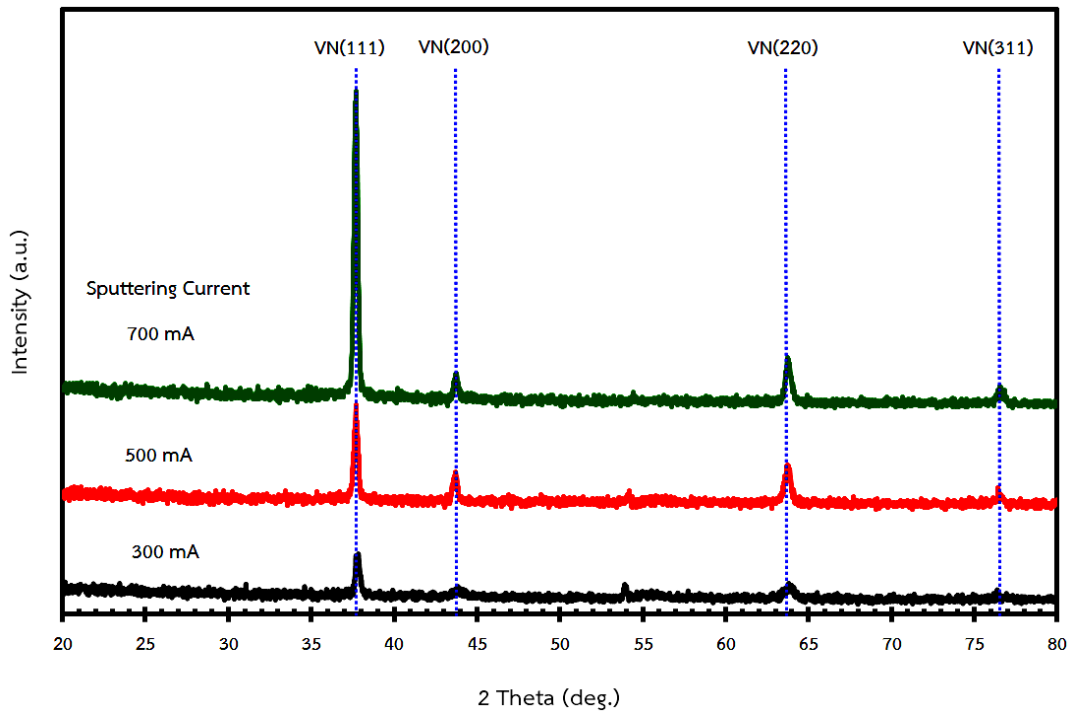


ภาพที่ 4-8 อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้เคลือบ พบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้า โดยฟิล์มที่เคลือบได้สำหรับทุกเงื่อนไขการเคลือบพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.62° , 43.64° , 63.62° และ 76.42° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าเพิ่มขึ้นทุกระนาบตามค่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

จากข้อมูลที่ได้จากการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้เคลือบ ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างผลึกครบทุกระนาบได้แก่ (111), (200), (220) และ (311) และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าเพิ่มขึ้นทุกระนาบ โดยโครงสร้างผลึกระนาบ (111) มีความเข้มสูงสุด ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้า เนื่องจากการทดลองนี้กำหนดให้ใช้เวลาการเคลือบคงที่ แล้วแปรค่ากระแสไฟฟ้า ซึ่งทำให้ความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่ใช้เคลือบ ประกอบกับค่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น มีส่วนทำให้พลังงานของอะตอมสารเคลือบเพิ่มขึ้น ดังนั้นเมื่ออะตอมสารเคลือบเคลื่อนที่ไปถึงวัสดุรองรับจึงยังสามารถเคลื่อนที่ไปรวมกับอะตอมสารเคลือบอื่นข้างเคียงแล้วเกิดการรวมตัวกันทำให้ผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น



ภาพที่ 4-9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ คำนวณจากสมการของ Scherrer พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 58 nm เป็น 76 nm (ตารางที่ 4-4) เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น อะตอมสารเคลือบ (VN) มีพลังงานมากขึ้น เมื่ออะตอมสารเคลือบไปถึงผิวหน้าของวัสดุรองรับยังมีพลังงานมากพอในการเคลื่อนไหว (mobility) ทำให้อะตอมสารเคลือบมีการรวมตัวกับอะตอมอื่นๆ ก่อนฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์ม ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

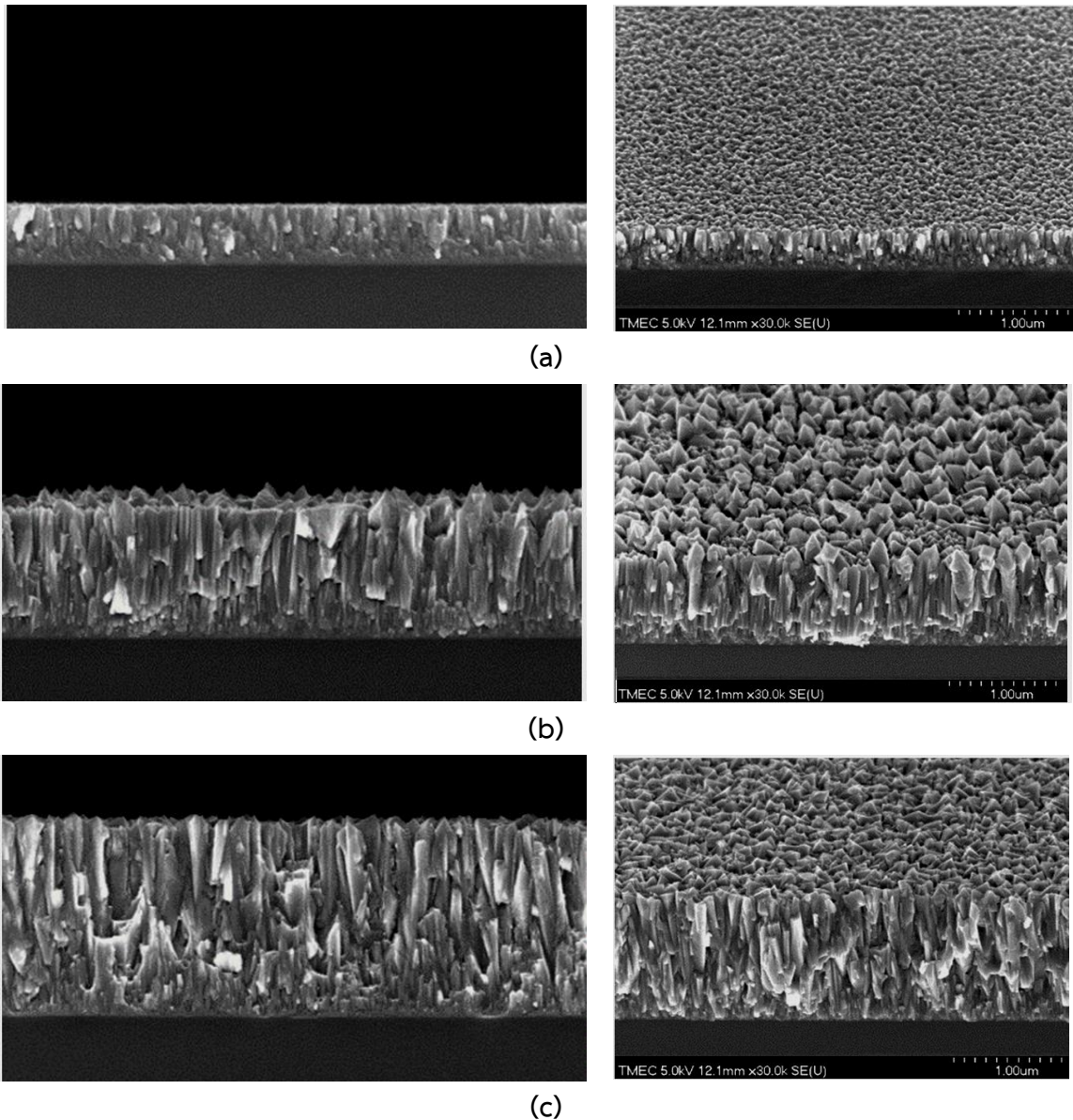
ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 4.107 – 4.118 Å (ตารางที่ 4-4) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å) ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ

ตารางที่ 4-4 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

กระแสไฟฟ้า (mA)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
300	58	4.118
500	62	4.117
700	76	4.107

3. โครงสร้างจุลภาค

ภาพที่ 4-10 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าภาคตัดขวางของฟิล์มแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบทึบแน่นและเปลี่ยนเป็นแบบคอลัมน์นาร์เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ส่วนผิวหน้าของฟิล์มพบว่าที่กระแสไฟฟ้าต่ำมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กกลมมนกระจายสม่ำเสมอและเปลี่ยนเป็นรูปทรงปิรามิดเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น ความหนาฟิล์มมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นเป่าสารเคลือบมีโอกาสถูกสปัตเตอร์ออกมาเป็นอะตอมวาเนเดียมรวมตัวกับไนโตรเจนเป็น วาเนเดียมไนไตรด์เป็นชั้นเคลือบได้มากขึ้น จากภาคตัดขวางพบว่าเมื่อใช้กระแสต่ำฟิล์มมีโครงสร้างแบบทึบแน่น และเปลี่ยนเป็นแบบคอลัมน์นาร์เมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น



ภาพที่ 4-10 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

(a) 300 mA, (b) 500 mA, (c) 700 mA

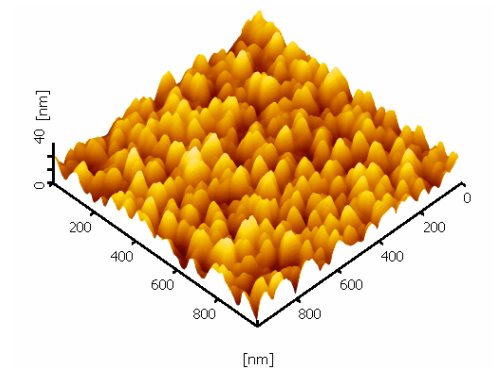
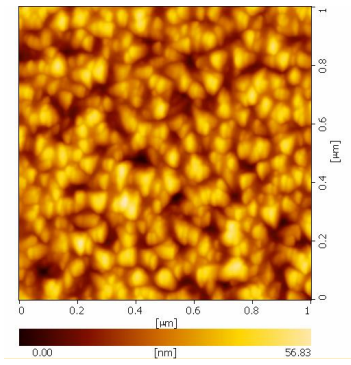
3. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-11 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าต่ำ (300 mA) อะตอมของสารเคลือบที่ฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับมีลักษณะเป็นทรงแหลมสูงและร่องลึกกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวสูง (92 nm) เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เป็น 500 mA ผิวหน้าฟิล์มยังคงมีลักษณะเหมือนเดิมคือมีลักษณะเป็นแท่งแหลมสูง ความหยาบผิวมีค่าลดลง (52 nm) สุดท้ายเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 700 mA พบว่าในช่วงนี้สารเคลือบทั้งหมดมีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ความหยาบผิวมีค่าต่ำที่สุด (20 nm)

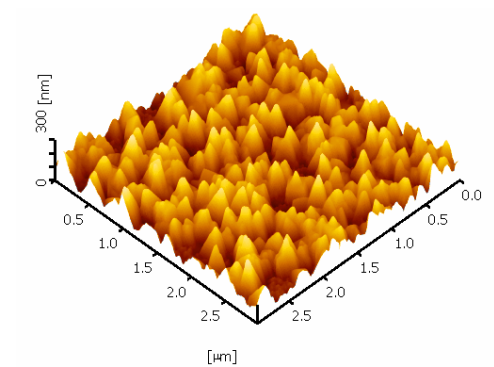
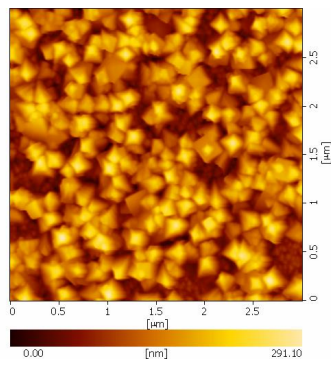
สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้พบว่ามีค่าเปลี่ยนแปลงตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 443 nm เป็น 1415 nm ส่วนความหยาบผิวลดลงจาก 92 nm เป็น 20 nm (ตารางที่ 4-5) เพราะเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นทำให้โอกาสที่เป้าสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ออกมาเป็นอะตอมวาเนเดียมรวมตัวกับไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นอะตอมของวาเนเดียมไนไตรด์ สะสมพอกพูนเป็นชั้นเคลือบของวาเนเดียมไนไตรด์ที่วัสดุรองรับเพิ่มขึ้นเป็นผลให้ความหนาของฟิล์มที่เคลือบเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้า ส่วนความหยาบผิวที่ลดลงตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น เกิดจากอะตอมสารเคลือบ (วาเนเดียมไนไตรด์) ที่รวมตัวกันหน้าผิวของวัสดุรองรับยังคงมีพลังงานมากทำให้อะตอมสารเคลือบมีการเคลื่อนที่ไปรวมตัวกับอะตอมสารเคลือบอื่นข้างเคียงผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบได้จึงค่อนข้างเรียบ ความหยาบผิวจึงมีค่าลดลง

ตารางที่ 4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

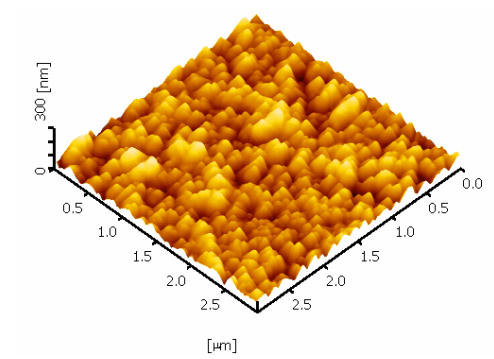
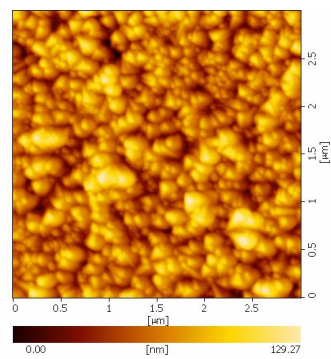
กระแสไฟฟ้า (mA)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (Rrms) (nm)
300	443	92
500	959	52
700	1415	20



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-11 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

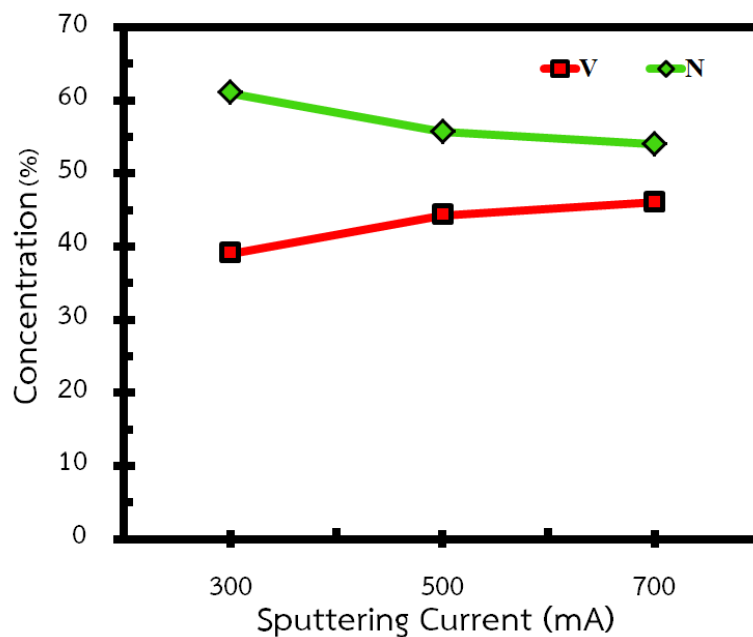
(a) 300 mA, (b) 500 mA, (c) 700 mA

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-12 แสดงองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยเมื่อกระแสไฟฟ้าต่ำเท่ากับ 300 mA ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 39.1% และ 60.9% เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 700 mA ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 46.1% และ 53.9% และมีอัตราส่วนระหว่าง วาเนเดียม ต่อ ไนโตรเจน (V:N) ประมาณ 0.6-0.9 ทั้งนี้จากผลการศึกษพบว่าปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มที่เคลือบได้มีปริมาณเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมในระบบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมารวมกับไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

กระแสไฟฟ้า (mA)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
	V	N	V:N
300	39.1	60.9	0.6
500	44.3	55.7	0.8
700	46.1	53.9	0.9



ภาพที่ 4-12 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

ผลการศึกษาในงานวิจัยนี้มี 2 ส่วน ได้แก่ ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ ผลของกระแสไฟฟ้า ซึ่งมีผลสรุปดังนี้

1. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 สีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.2 อัตราเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์มีค่าลดลงตามการเพิ่มของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.3 ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่ได้ มีโครงสร้างผลึก ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 ทั้งนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่า ระนาบ (200) หายไป และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าลดลง

1.4 ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าลดลง จาก 77 nm เป็น 47 nm ตามการเพิ่มของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ส่วนค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.127 Å ใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å)

1.5 ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้นด้วย

1.6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm

1.7 ฟิล์มที่เคลือบได้มีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ ประมาณ 0.8-0.9 โดยปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณวาเนเดียมมีค่าลดลง ตามการเพิ่มของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

2. ผลของกระแสไฟฟ้า

- 1.1 สีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงตามค่ากระแสไฟฟ้า
- 1.2 อัตราเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์มีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของค่ากระแสไฟฟ้า
- 1.3 ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่ได้ มีโครงสร้างผลึก ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 ทั้งนี้เมื่อค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นพบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าเพิ่มขึ้น
- 1.4 ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น จาก 58 nm เป็น 76 nm เพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้า ส่วนค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.118 Å ใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å)
- 1.5 ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์
- 1.6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้า โดยเมื่อค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 443 nm เป็น 1415 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm
- 1.7 ฟิล์มที่เคลือบได้มีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ ประมาณ 0.6-0.9 โดยปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณวาเนเดียมมีค่าลดลง ตามการเพิ่มของค่ากระแสไฟฟ้า

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ฟิล์มที่เตรียมในงานวิจัยนี้เป็นแบบ Binary Nitride Coating ซึ่งมีความแข็งระดับหนึ่ง ทั้งนี้มีหลายงานวิจัยที่ปรับปรุงสมบัติเชิงกลของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ (VN) โดยเพิ่มอะตอมของ ไทเทเนียม (Ti), โครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในโครงสร้างหลัก ซึ่งทำให้ได้ฟิล์มแบบ Ternary Nitride Coating ซึ่งเป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็งและประสิทธิภาพสูงกว่าชั้นเคลือบแบบ Binary Nitride Coating
2. งานวิจัยนี้ใช้ กระจกสไลด์ และ ซิลิกอน เป็นวัสดุรองรับ สำหรับการเตรียมฟิล์ม อย่างไรก็ตามลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและสมบัติบางประการ มีส่วนเกี่ยวข้องกับลักษณะและโครงสร้างผลึกของวัสดุรองรับ จึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ
3. การเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบด้วยเทคนิครีแอคทีฟสปัตเตอริงทำได้ค่อนข้างยาก เนื่องจากเมื่อแปรค่าพารามิเตอร์การเคลือบ หรือ เงื่อนไข ที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ มักส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้ เช่น กำลังไฟฟ้า ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตน์. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสเปดเตอริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Bunshah, R.F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2nd ed.). New Jersey, Noyes.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York, John Wiley & Sons.
- D'Anna, E., Cristoforo, AD., Fernández, M., Leggieri, G., Luches, A., Majni, G., Mengucci, P. and Nanai, L. (2002). Excimer Laser Reactive Deposition of Vanadium Nitride Thin Films. *Applied Surface Science*. 186(1-4), 496-501.
- Gassner, G., Mayrhofer, P.H., Kutschej, K., Mitterer, C. & Kathrein, M. (2004). A new low friction concept for high temperatures: lubricious oxide formation on sputtered VN coatings. *Tribology Letters*. 17, 751-756.
- Glaser, A., Surnev, S., Netzer, F., Fateh, N., Fontalvo, G., & Mitterer, C. (2007) Oxidation of Vanadium Nitride and Titanium Nitride Coatings. *Surface Science*. 601. 1153-1159.
- Gueddaoui, H., Schmerber, G., Abes, M., Guemaz, M. & Parlebas, J.C. (2006). Effects of experimental parameters on the physical properties of non-stoichiometric sputtered banadium nitrides films. *Catalysis Today*. 113. 270-274.
- Han, Z., Tian, J., Lai, Q., Yu, X., & Geyang, L. (2003). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered Cr_{Nx} films. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189-193.
- Hurkmans, T., Lewis, D. B., Brooks, J. S., & Münz, W.-D. (1996). Chromium nitride coatings grown by unbalanced magnetron (UBM) and combined arc/unbalanced magnetron (ABSTTM) deposition techniques. *Surface and Coatings Technology*, 86-87, 192-199.
- Ma, C.H., Huang, J.H., & Chen, H. (2000). A Study of Preferred Orientation of Vanadium Nitride and Zirconium Nitride Coatings on Silicon Prepared by Ion Beam Assisted Deposition. *Surface and Coatings Technology*. 133-134, 289-94.

- Parameswaran, V. R., Immarigeon, J. P., & Nagy, D. (1992). Titanium nitride coating for aero engine compressor gas path components. *Surface and Coatings Technology*, 52, 251-260.
- Pilloud, D., Dehlinger, A. S., Pierson, J. F., Roman, A., & Pichon, L. (2003). Reactively sputtered zirconium nitride coatings: structural, mechanical, optical and electrical characteristics. *Surface and Coatings Technology*, 174–175, 338-344.
- Qiu, Y., Sam, Z., Bo, L., Jyh-Wei, L., & Dongliang, Z. (2004). Influence of Nitrogen Partial Pressure and Substrate Bias on the Mechanical Properties of VN Coatings *Procedia Engineering*. 36,. 217 – 225.
- Smith, D.L. (1995). *Thin-film deposition: principle and practice*. New York: McGraw-Hill.
- Suszko, T., Gulbiński, W., Urbanowicz, A. & Gulbiński, W. (2011). Preferentially oriented vanadium nitride films deposited by magnetron sputtering. *Materials Letters*, 65, 2146-2148.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles, technology and applications*. New Jersey: Noyes.
- Wiklund, U., Casas, B. and Stavlid, N. (2006). Evaporated Vanadium Nitride as a Friction Material in Dry Sliding Against Stainless Steel. *Wear*. 261. 2–8.
- Vossen, J.L., & Kerns, W. (1978). *Thin Film Processes*. New York: Academic Press.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ผลผลิต

ผลผลิต

- โครงการ** การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง
- แหล่งทุน** ทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล
(งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา
รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558
-

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับชาติ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2558. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง. ใน การประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 7 (7th RMUTNC), “ราชมงคลกับการวิจัยอย่างยั่งยืน”, 1-3 กันยายน 2558, ณ อาคาร 35 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน จ.นครราชสีมา.

2. ผลงานเชิงสาธารณะ

1. การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 3 ครั้ง
2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัยฯ จำนวน 3 ครั้ง
3. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัยฯ จำนวน 2 ครั้ง

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาโท วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.จงรัก บ่อทรัพย์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

1. ผลงานตีพิมพ์ - 1



ที่ ศธ ๐๕๘๖.๑๐๐๐/๓๑๔๔

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
๗๔๔ ถนนสุรนารายณ์ ตำบลในเมือง
อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา ๓๐๐๐๐

๖ สิงหาคม ๒๕๕๘

เรื่อง ขอเชิญเข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับชาติมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ ๗
และการประชุมวิชาการระดับนานาชาติมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ ๖

เรียน คุณนิรันดร์ วิฑิตอนันต์

ตามที่ท่านได้ส่งผลงานวิจัยเรื่อง ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบาง
วานเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีอีพ็อกซีพดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง เข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับชาติ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ ๗ และการประชุมวิชาการระดับนานาชาติมหาวิทยาลัยเทคโนโลยี
ราชมงคล ครั้งที่ ๖ โดยจัดขึ้นระหว่างวันที่ ๑ - ๓ กันยายน ๒๕๕๘ ณ อาคาร ๓๕ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี
ราชมงคลอีสาน อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา ซึ่งผลงานวิจัยเรื่องดังกล่าวของท่านได้ผ่านการพิจารณาให้เข้า
ร่วมการประชุมวิชาการฯ

ในการนี้ผู้จัดงานขอเชิญท่านเข้าร่วมการประชุมวิชาการฯ ระหว่างวันที่ ๑ - ๓ กันยายน ๒๕๕๘
ณ อาคาร ๓๕ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา โดยผู้จัดงานจะแจ้ง
กำหนดการ วันเวลา และสถานที่ในการนำเสนอผลงานของท่าน ผ่านทางเว็บไซต์ <http://www.rmutcon.rmuti.ac.th/>
ภายในวันที่ ๑๕ สิงหาคม ๒๕๕๘ และขอความกรุณาท่านส่งแบบตอบรับเข้าร่วมงานตามแบบฟอร์มที่แนบมาพร้อมนี้
มายังผู้จัดงานทางอีเมล n.oo.kitiya@hotmail.com ภายในวันที่ ๑๐ สิงหาคม ๒๕๕๘

ขอแสดงความนับถือ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์เฉลิมพล เยื้องกลาง)

ประธานกรรมการฝ่ายวิชาการ

สถาบันวิจัยและพัฒนา

โทร. ๐ ๔๔๒๓ ๓๐๖๓ ต่อ ๒๕๕๐

โทรสาร ๐ ๔๔๒๓ ๓๐๖๔

ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง

Effect of N₂ Gas Flow Rate on Structure of VN Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering Method

นิรันดร์ วิทิตอนันต์^{1*}, สุรสิงห์ ไชยคุณ²

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ (VN) เคลือบบนซิลิกอนด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2.0 – 8.0 sccm ต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โครงสร้างผลึก ความหนา ความหยาบผิว ลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ศึกษาด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) และ energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบ fcc ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มมีค่าในช่วง 47 – 77 nm และ 4.107 – 4.127 Å ตามลำดับ ส่วนความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น จาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วย FE-SEM แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมิลักษณะพื้นผิวที่แน่นขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ฟิล์มที่เคลือบได้มีวาเนเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง; วาเนเดียมไนไตรด์; อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน; รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง

¹ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จังหวัดชลบุรี

E-mail : nirun@buu.ac.th

² ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จังหวัดชลบุรี

E-mail : s-chaikhun@hotmail.com

Abstract

Vanadium nitride (VN) thin films were deposited on silicon by reactive DC magnetron sputtering method. The effect of the N₂ gas flow rate, in range of 2.0 – 8.0 sccm, on the structure of the as-deposited films was investigated. The crystal structure, thickness, roughness, surface morphology and chemical composition were characterized by X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), respectively. The results showed that the as-deposited VN thin films was fcc with (111), (200), (220) and (311) plane, which varied with the N₂ gas flow rate. The crystal size and lattice constant were in range of 47 – 77 nm and 4.107 – 4.127 Å, respectively. The film's thickness and roughness decreased with increasing of N₂ gas flow rate, from 1415 nm to 859 nm and 26 nm to 12 nm, respectively. Cross section analysis by FE-SEM showed compact columnar structure and dense morphology as a result of increasing the N₂ gas flow rate. The as-deposited films compose of vanadium and nitrogen in difference ratio, which varied with the N₂ gas flow rate.

Keywords : thin film; vanadium nitride; N₂ gas flow rate; reactive DC magnetron sputtering

บทนำ

ปัจจุบันการปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของวัสดุต่าง ๆ ให้มีประสิทธิภาพดีขึ้นหรือมีสมบัติตามต้องการ เช่น เพื่อให้ผิวของวัสดุมีความแข็งแกร่งต่อการขีดข่วน วัสดุที่มีสมบัติต้านทานการกัดกร่อน ทนความร้อนที่อุณหภูมิสูง หรือ มีสีสวยงาม ฯลฯ สามารถทำได้หลายวิธี ทั้งนี้แนวทางหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรมอย่างมาก คือ การเคลือบสารที่มีสมบัติเหมาะสมบนผิววัสดุในลักษณะของฟิล์มบาง (thin films) โดยการเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition ; PVD) ซึ่งเป็นวิธีเคลือบที่มีประสิทธิภาพสูง เนื่องจากวิธีนี้สามารถควบคุมกระบวนการเกิดขึ้นเคลือบหรือฟิล์มบางได้อย่างแน่นอนและเที่ยงตรง ทั้งในด้านความหนาและองค์ประกอบธาตุทางเคมี ชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางยึดติดกับวัสดุรองรับหรือชิ้นงานดีมาก นอกจากนี้การเคลือบด้วยไอกายภาพยังสามารถเคลือบชิ้นงานหรือวัสดุได้

หลายประเภท ทั้งโลหะ อโลหะ หรือ ของผสม ที่สำคัญการเคลือบด้วยไอกายภาพไม่มีการใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบจึงไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมอีกด้วย ทั้งนี้ช่วงเวลาที่ผ่านมากลุ่มวิจัยและภาคอุตสาหกรรมเริ่มสนใจฟิล์มบางไนไตรด์ของธาตุทรานซิชัน เช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) และโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เพิ่มขึ้นเป็นลำดับ เนื่องจากฟิล์มบางกลุ่มนี้มีสมบัติที่เด่นหลายด้าน เช่น มีความแข็งสูง ทนการขีดข่วน ขัดสีและกัดกร่อนดี นำไฟฟ้าดี จุดหลอมเหลวสูง มีความเสถียรทางเคมีและความร้อนดี (Lim et al., 2000; Shi et al., 2013) จึงมีการนำฟิล์มบางไนไตรด์ของธาตุทรานซิชันเหล่านี้ไปใช้งานอย่างกว้างขวาง

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จัดเป็นฟิล์มของธาตุทรานซิชันอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นหลายประการ เช่น มีความแข็งมาก มีสมบัติไดรบอลอย์ที่ดี นำความร้อนดี มีจุดหลอมเหลวสูง มีค่าสัมประสิทธิ์การเสียดทานต่ำเมื่ออยู่ในบรรยากาศที่มีอุณหภูมิสูง เพราะเกิดขึ้นของออกไซด์ที่ผิวหน้าของฟิล์มซึ่งช่วยลดแรงเสียดทานที่ผิวหน้าฟิล์ม ที่เรียกว่า การหล่อลื่นตัวเอง (self-lubricants) (Lugscheider et al., 2000) ปกติวาเนเดียมไนไตรด์มีเฟสที่เสถียร 2 เฟส คือ เฮกซะโกนอล β -V₂N และ คิวบิก δ -VN (Massalski, 1991) ที่สำคัญวาเนเดียมไนไตรด์ยังจัดเป็นสารประกอบทนไฟ (refractory compound) มีอุณหภูมิทรานซิชัน (transition temperature) ในช่วง 2 ถึง 9 K ซึ่งแปรค่าไปตามปริมาณไนโตรเจนและความเครียดคางในฟิล์ม (Liu et al., 2014) นอกจากสมบัติเชิงกลที่ดีเยี่ยมแล้วฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ยังมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีมาก จึงมีการนำไปใช้ทำขั้วอิเล็กโทรดของแบตเตอรี่ (Sun and Fu, 2008) และซูเปอร์คาปาซิเตอร์ (Choi et al., 2006) อีกด้วย

การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีเคลือบแบบใช้ลำไอออนช่วย (Ion Beam Assisted Deposition) (Ma et al., 2000) หรือ วิธีระเหยด้วยเลเซอร์แบบพัลส์ (Pulsed Laser Ablation) (D'Anna et al., 2002) วิธีระเหยแบบรีแอคทีฟด้วยลำอิเล็กตรอน (Reactive Electron Beam Evaporation) (Wiklun et al., 2006) และ วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (Reactive Magnetron Sputtering) (Glaser et al., 2007) แต่การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงได้รับความนิยมมากที่สุดเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ๆ เนื่องจากวิธีนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิห้อง อีกทั้งไอออนปริมาณมากที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบซึ่งระดมยิง (bombard) ไปยังฟิล์มที่กำลังโตขึ้นบนผิวหน้าของวัสดุรองรับซึ่งทำให้เกิดความร้อนที่เนื้อฟิล์มขณะเคลือบที่เรียกว่า plasma heating effect ซึ่งทำให้สามารถควบคุมโครงสร้างผลึกของฟิล์มได้ตามต้องการ นอกจากนี้การปรับเปลี่ยนโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้จากวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงยังทำได้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยาก เพียงปรับเงื่อนไขการเคลือบเท่านั้น เช่น ความดัน อัตราไหลแก๊ส กำลังไฟฟ้า ฯลฯ ทำให้การเคลือบด้วยวิธีนี้สามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ระดับอุตสาหกรรมได้ไม่ยากนัก

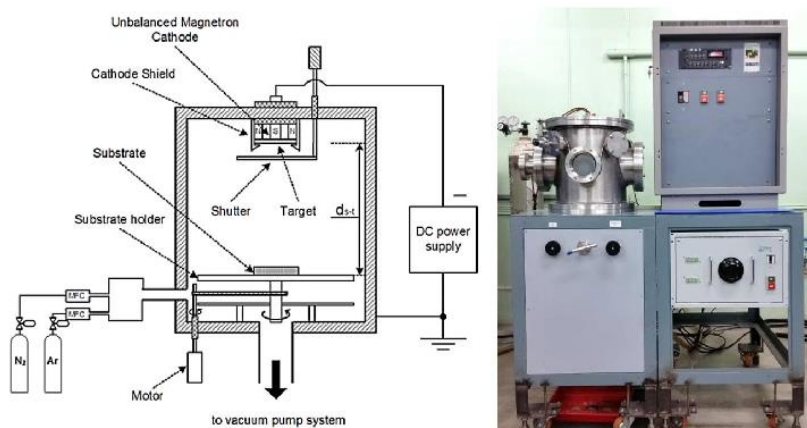
โดยทั่วไปแล้วสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้มักสัมพันธ์กับลักษณะเฉพาะของฟิล์มเช่น โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว ฯลฯ ดังนั้นการปรับเปลี่ยนลักษณะเฉพาะของฟิล์มเพียงเล็กน้อยก็อาจทำให้สมบัติของฟิล์มเปลี่ยนไป การศึกษาเกี่ยวกับฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ในช่วงที่ผ่านมาส่วนใหญ่เน้นศึกษาเกี่ยวกับสมบัติเชิงกล ไฟฟ้าและแม่เหล็ก แต่การศึกษาถึงผลของเงื่อนไขการเคลือบเช่น กำลังไฟฟ้า การไบแอส อัตราไหลแก๊ส หรือการให้ความร้อน ฯลฯ ต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มยังมีน้อยมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลของอัตราไหลแก๊สที่ใช้เคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้จากการศึกษาของ Gueddaoui et al (2006) พบว่าโครงสร้างของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้เคลือบ ดังนั้นการศึกษามูลของเงื่อนไขการเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ จึงยังคงมีความสำคัญและจำเป็นต้องศึกษาวิจัยต่อไป บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการเตรียมฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงบนซิลิกอนที่อุณหภูมิห้อง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มที่เตรียมได้เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานต่อไป

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

ฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ในงานนี้เตรียมด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศ (รูปที่ 1) ซึ่งมีห้องเคลือบเป็นทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm ติดตั้งเป้าสารเคลือบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm ที่แคโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง การเคลือบใช้แก๊ส 2 ชนิด ได้แก่ แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และ แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สไอปฏิกิริยา การจ่ายแก๊สในการเคลือบควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D ระบบเครื่องสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบางแบบแฟรไอ ซึ่งมีเครื่องสูบลูกโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย วัดความดันในห้องเคลือบด้วยมาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

การเคลือบเริ่มจากนำวัสดุรองรับได้แก่ กระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน เข้าห้องเคลือบ ลดความดันในห้องเคลือบให้เท่ากับ 5.0×10^{-5} mbar (ความดันพื้น) จากนั้นจึงปล่อยแก๊สที่ใช้ในระบบการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน) เข้าห้องเคลือบกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 20.0 sccm และแปรค่าอัตราแก๊สไนโตรเจน 4 ค่า ได้แก่ 2.0, 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm โดยควบคุมให้ความดันรวมขณะเคลือบคงที่เท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar การเคลือบกำหนดให้กำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียมเท่ากับ 270 W โดยฟิล์มแต่ละชุดใช้เวลาการเคลือบนาน 60 นาที เงื่อนไขการเคลือบสรุปในตารางที่ 1

ฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้ (1) โครงสร้างผลึก ศึกษาด้วยเทคนิค XRD (Bruker รุ่น D8) ตรวจวัดแบบ 2θ-scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง เท่ากับ 2° (2) ขนาดผลึก คำนวณตามสมการของ Scherrer (3) ลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิว ศึกษาด้วยเทคนิค AFM (SEIKO Instrument รุ่น SPA400) (4) ลักษณะพื้นผิว ความหนา และโครงสร้างจุลภาค ศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM (Hitachi รุ่น s4700) และ (5) องค์ประกอบธาตุ ศึกษาด้วยเทคนิค EDS (EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น 1450VP)



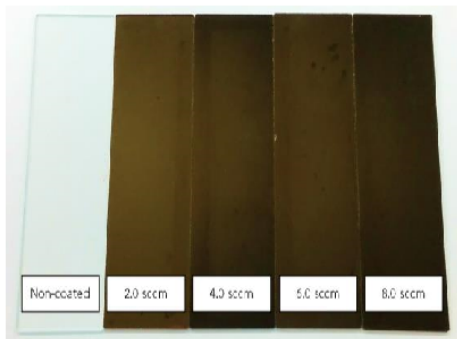
รูปที่ 1 โดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์

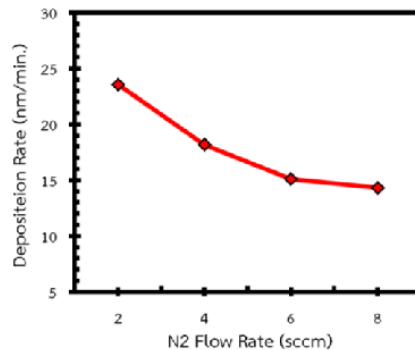
พารามิเตอร์	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	วานาเดียม (V) ความบริสุทธิ์ 99.95%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์, ซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ	10 cm
ความดันพื้น	5.0×10^{-5} mbar
ความดันรวมขณะเคลือบ	5.0×10^{-3} mbar
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน	20.0 sccm
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	2.0, 4.0, 6.0, 8.0 sccm
กำลังสปัตเตอริง	270 W
เวลาการเคลือบ	60 min

ผลและอภิปรายผลการวิจัย

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี มีสีน้ำตาลอ่อน สีน้ำตาล และสีน้ำตาลเข้ม เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (รูปที่ 2) ส่วนอัตราเคลือบของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ซึ่งคำนวณจากความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาที่ใช้ในการเคลือบพบว่า มีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 24 nm/min และมีค่าลดลงเป็น 14 nm/min เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 8.0 sccm (รูปที่ 3) เนื่องจากการเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจะทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในห้องเคลือบมีค่าเพิ่มขึ้น จนถึงค่าหนึ่งซึ่งมากเกินไปพอสำหรับใช้ในการทำปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมเพื่อฟอร์มตัวเป็นฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ไปเคลือบบนผิววัสดุรองรับ โดยอะตอมของไนโตรเจนส่วนเกินจะทำให้ปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมที่หน้าเป้าสารเคลือบ จนเกิดเป็นชั้นบาง ๆ ของสารประกอบไนไตรด์ (เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า target poisoning) ซึ่งส่งผลให้เป้าสารเคลือบ (วาเนเดียม) ถูกสปีดเตอร์ได้ยากขึ้น (เนื่องจากสารประกอบไนไตรด์มีค่าสปีดเตอร์ยี่ลด์ต่ำกว่าโลหะบริสุทธิ์) ทำให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมที่ถูกสปีดเตอร์ออกมาเพื่อฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มมีจำนวนลดน้อยลง เป็นผลให้ความหนาของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) ลดลงตามไปด้วย

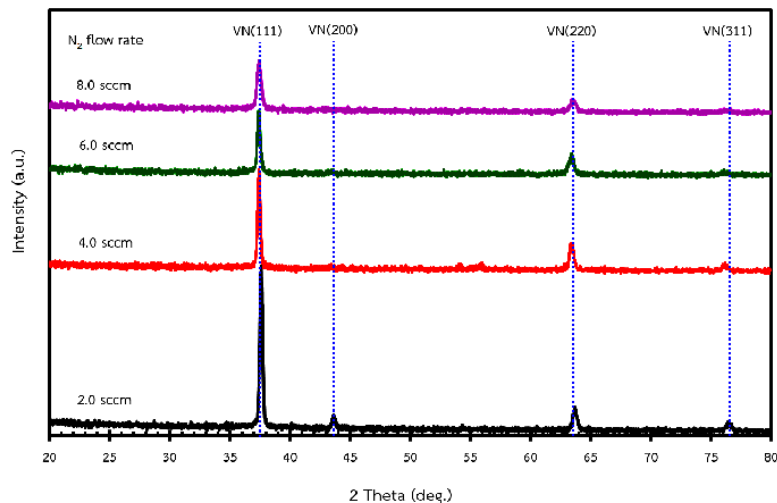


รูปที่ 2 สีของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3 อัตราเคลือบของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

รูปที่ 4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดยฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.62° , 43.64° , 63.62° และ 76.42° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 และเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนขึ้นเป็น 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 43.64° หายไปเหลือเพียงมุม 37.42° , 63.62° และ 76.42° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกครบทุกระนาบได้แก่ (111), (200), (220) และ (311) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้นโครงสร้างผลึกระนาบ (200) กลับหายไปขณะที่ระนาบอื่นยังคงมีอยู่ โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกลดลง เนื่องจากอะตอมสารเคลือบที่จะฟอร์มตัวเป็นฟิล์มมีพลังงานต่ำเพราะสูญเสียพลังงานไปกับการชนกับอะตอมอื่น ในห้องเคลือบที่เพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจนระยะปลอดการชนเฉลี่ย (mean free path) ของระบบมีค่าลดลง ทำให้อะตอมต่าง ๆ จึงมีโอกาสชนกันบ่อยขึ้น



รูปที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 2 ค่าความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
					V	N	V:N
2.0	1415	26	77	4.107	46.0	53.9	0.9
4.0	1091	22	75	4.126	43.9	56.0	0.8
6.0	906	15	65	4.127	43.6	56.4	0.8
8.0	859	12	47	4.124	43.4	56.6	0.8

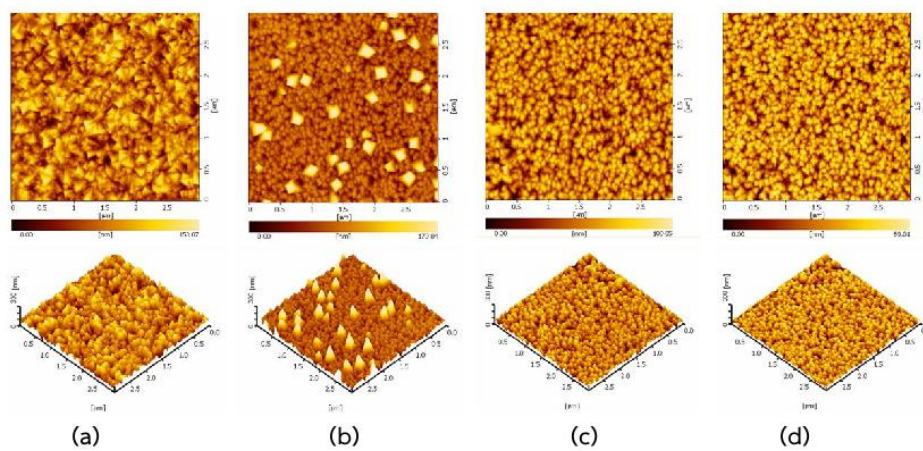
สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยความหนามีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm ส่วนความหยาบผิวลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm (ตารางที่ 2) เพราะเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2 sccm) เป่าสารเคลือบ (วานาเดียม) ถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นวานาเดียมไนไตรด์ตกสะสมพอกพูน (deposit) เป็นชั้นของฟิล์มเคลือบบนผิวหน้าวัสดุรองรับอย่างรวดเร็ว ทำให้ฟิล์มที่ได้ค่อนข้างหนาและความหยาบผิวสูง แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนซึ่งทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในระบบเพิ่มมากขึ้น จนถึงค่าหนึ่งที่มีปริมาณมากเกินไปสำหรับการฟอร์มตัวเป็นวานาเดียมไนไตรด์ โดยอะตอมของไนโตรเจนที่มากเกินไปจะไปทำให้เกิด target poisoning ที่หน้าเป่าสารเคลือบส่งผลให้วานาเดียมถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนได้น้อยลงความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer ในงานวิจัยนี้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 77 nm เป็น 47 nm ดังแสดงในตารางที่ 2 เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีค่ามาก อะตอมสารเคลือบ (VN) อาจสูญเสียพลังงานจากการชนกับอะตอมอื่น ๆ ในห้องเคลือบ ซึ่งทำให้อะตอมของสารเคลือบเมื่อเคลื่อนที่ไปถึงผิวหน้าของวัสดุรองรับมีพลังงานไม่มากพอในการเคลื่อนไหว (mobility) ทำให้อะตอมสารเคลือบฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มโดยไม่มีการรวมตัวกับอะตอมสารเคลือบอื่น ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีแนวโน้มที่จะเล็กลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

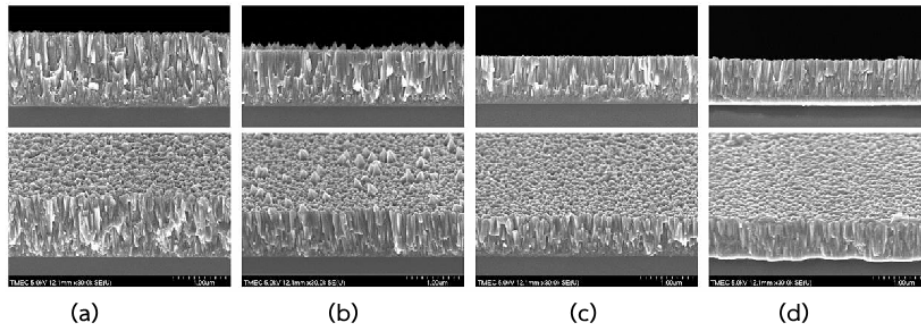
ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 4.107 – 4.127 Å (ตารางที่ 2) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å) ผลการศึกษาชี้ให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิห้อง

องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้มีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของวาเนเดียมต่อไนโตรเจน (V:N) ของฟิล์มที่ได้ พบว่ามีค่าค่อนข้างใกล้เคียงกัน ในช่วง 0.8 – 0.9 แสดงว่าฟิล์มที่ได้ทั้งหมดในงานวิจัยนี้เป็นแบบ stoichiometric โดยองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ตารางที่ 2)

รูปที่ 5 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2.0 sccm) อะตอมของสารเคลือบที่ฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับมีลักษณะเป็นทรงปิรามิดที่มียอดแหลมสูงและร่องลึกกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวสูง (26 nm) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 4.0 sccm อะตอมสารเคลือบเริ่มมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนทรงกลมมนขนาดเล็ก แต่ยังคงมีอะตอมสารเคลือบบางส่วนที่มีลักษณะทรงปิรามิดยอดแหลม ความหยาบผิวมีค่าลดลง (22 nm) สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 6.0-8.0 sccm พบว่าในช่วงนี้สารเคลือบทั้งหมดมีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ความหยาบผิวมีค่าต่ำที่สุด (12-15 nm) เนื่องจากอัตราเคลือบฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทำให้การฟอร์มตัวของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะค่อยเป็นค่อยไปมีเวลาในการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กมากขึ้น



รูปที่ 5 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
 (a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm



รูปที่ 6 โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
 (a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm

รูปที่ 6 แสดงโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่ได้ในงานวิจัยนี้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิว เกรนและโครงสร้างของฟิล์มมีลักษณะเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเป็นเหลี่ยมขรุขระกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และมีขนาดเล็กลงเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4.0 sccm สุดท้ายเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6.0-8.0 sccm พบว่า ผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กหนาแน่นมากขึ้น สำหรับภาคตัดขวางฟิล์มที่เคลือบได้พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์าร์และมีลักษณะแน่นขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น

บทสรุป

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ ถูกเคลือบบนซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่ อุณหภูมิห้องได้เป็นผลสำเร็จ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบ fcc ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ทั้งนี้ความหนา ความหยาบผิวและขนาดผลึก มีค่าลดลงสัมพันธ์กับอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์าร์ และมีวาเนเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบใน อัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558)

เอกสารอ้างอิง

- Choi, D., Blomgre, G.E. and Kumta, P.N. (2006). Fast and Reversible Surface Redox Reaction in Nanocrystalline Vanadium Nitride Supercapacitors. **Advanced Materials**. Vol. 18. pp. 1178-1182.
- D'Anna, E., Cristoforo, AD., Fernández, M., Leggieri, G., Luches, A., Majni, G., Mengucci, P. and Nanai, L. (2002). Excimer Laser Reactive Deposition of Vanadium Nitride Thin Films. **Applied Surface Science**. Vol. 186. no. 1-4. pp. 496-501.
- Glaser, A., Surnev, S., Netzer, F., Fateh, N., Fontalvo, G. and Mitterer, C. (2007) Oxidation of Vanadium Nitride and Titanium Nitride Coatings. **Surface Science**. Vol. 601. pp. 1153-1159.
- Gueddaoui, H., Schmerber, G., Abes, M., Guemmaz, M. and Parlebas, J.C. (2006). Effects of experimental parameters on the physical properties of non-stoichiometric sputtered vanadium nitrides films. **Catalysis Today**. Vol. 113. pp. 270-274.
- Lim, J.W., Park, J.S. and Kang, S.W. (2000). Kinetic Modeling of Film Growth Rates of TiN Films in Atomic Layer Deposition. **Journal of Applied Physics**. Vol. 87. pp. 4632-4634.
- Liu, X., Huibin, L., Meng, H., Kuijuan, J., Guozhen, Y., Hao, N. and Kun, Z. (2014). Epitaxial Growth of Vanadium Nitride Thin Films by Laser Molecule Beam Epitaxy. **Materials Letters**. Vol. 123. pp.38-40.
- Lugscheider, E., Knotek, O., Bobzin, K. and Barwulf, S. (2000). Tribological Properties, Phase Generation and High Temperature Phase Stability of Tungsten- and Vanadium-Oxides Deposited by Reactive MSIP-PVD Process for Innovative Lubrication Applications. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 133-134. pp. 362-368.

- Ma, C.H., Huang, J.H. and Chen, H. (2000). A Study of Preferred Orientation of Vanadium Nitride and Zirconium Nitride Coatings on Silicon Prepared by Ion Beam Assisted Deposition. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 133–134. pp. 289–94.
- Massalski, T.B. (1991). **Binary Alloy Phase Diagrams**. Ohio : ASM Metals Park.
- Shi, P.Z., Wang, J., Tian, C.X., Li, Z.G., Zhang, G.D., Fu, D.J. and B. Yang. (2013). Structure, Mechanical and Tribological Properties of CrN Thick Coatings Deposited by Circular Combined Tubular Arc Ion Plating. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 288. pp. S534-S537.
- Sun, Q. and Fu, Z.W. (2008). Vanadium Nitride as a Novel Thin Film Anode Material for Rechargeable Lithium Batteries. **Electrochimica Acta**. Vol. 54. pp. 403-409.
- Wiklund, U., Casas, B. and Stavlid, N. (2006). Evaporated Vanadium Nitride as a Friction Material in Dry Sliding Against Stainless Steel. **Wear**. Vol. 261. pp. 2–8.

2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 1

1. การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 3 ครั้ง

ภาพกิจกรรม

ข้อมูล



ว-ด-ป 11 กพ. 2558
หน่วยงาน คณะอัญมณี
มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี



ว-ด-ป 22 เมย. 2558
หน่วยงาน มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี



ว-ด-ป 27 เมย. 2558
หน่วยงาน ภาควิชาฟิสิกส์อุตสาหกรรมและ
อุปกรณ์การแพทย์
คณะวิทยาศาสตร์ประยุกต์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า
พระนครเหนือ

2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง

#1 ว-ต-ป : 30-31 มีนาคม 2558

ชื่องาน : การประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 7

ผู้จัดงาน : มหาวิทยาลัยนเรศวร

เรื่อง : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

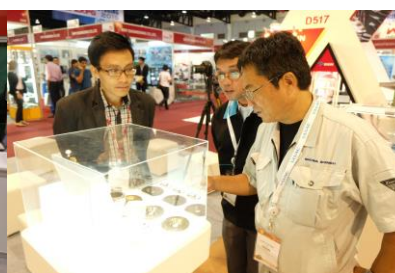
3. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง

#2 ว-ด-ป : 24-27 มิถุนายน 2558

ชื่องาน : Surface&Coatings 2015

ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.

เรื่อง : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

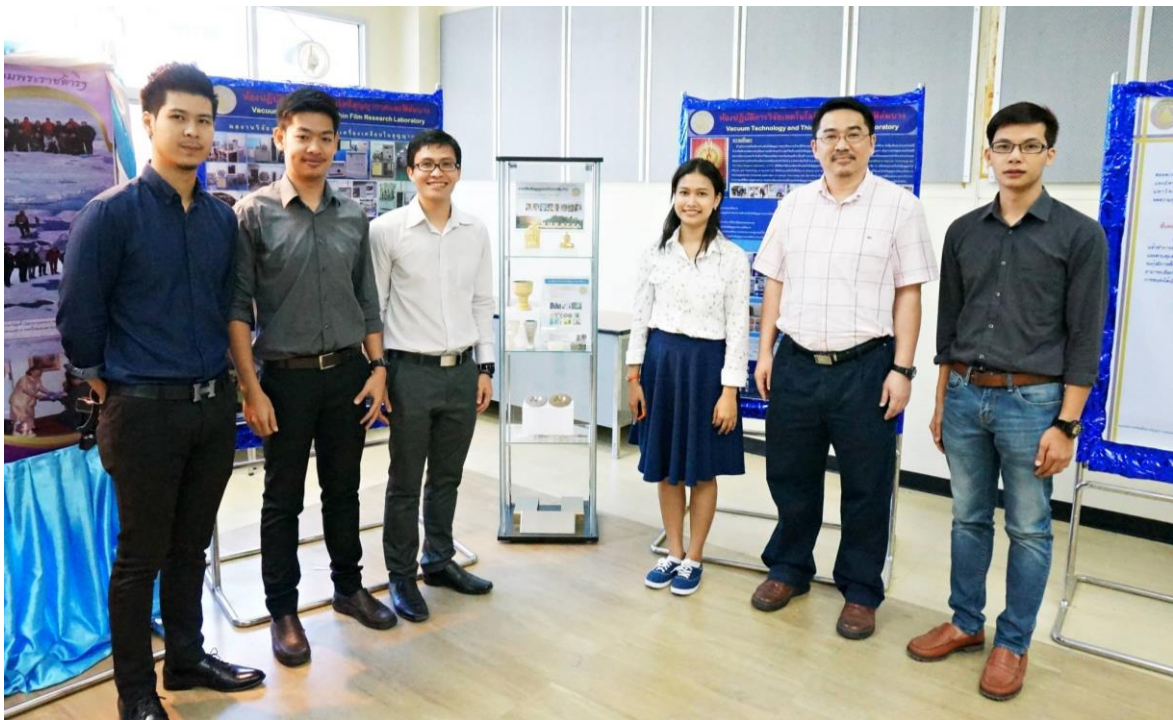
4. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง

#3 ว-ด-ป : 7-9 กรกฎาคม 2558

ชื่องาน : บูรพาวิชาการ 2558

ผู้จัดงาน : มหาวิทยาลัยบูรพา

เรื่อง : การปรับปรุงผิววัสดุด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

5. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง

- #1 ว-ด-ป : 24-27 มิถุนายน 2558
ชื่องาน : Surface&Coatings 2015
ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.
หัวข้อ : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

6. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง

#2 ว-ด-ป : 26 มิถุนายน 2558

ชื่องาน : -

ผู้จัดงาน : มหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี

หัวข้อ : กลยุทธ์การวิจัย ให้มีทั้งปริมาณและคุณภาพ: ข้อคิดจากประสบการณ์



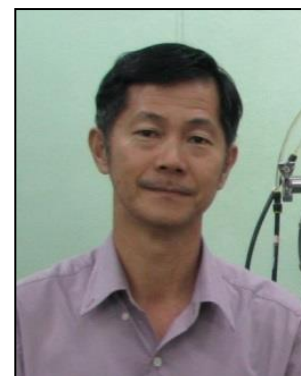
ภาคผนวก ข
ประวัตินักวิจัย

ประวัติส่วนตัว
นายสุรสิงห์ ไชยคุณ

หัวหน้าโครงการวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายสุรสิงห์ ไชยคุณ
ตำแหน่งทางวิชาการ รองศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail s-chaikhun@hotmail.com



ประวัติการศึกษา

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

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน

ประวัตินักวิจัย
นายนิรันดร์ วิทอนันต์

นักวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายนิรันดร์ วิทอนันต์
ตำแหน่งทางวิชาการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลสมสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail nirun@buu.ac.th



ประวัติการศึกษา

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

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวมนาโน, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน

ประวัตินักวิจัย
นายอดิศร บุรณวงค์

นักวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายอดิศร บุรณวงค์
ตำแหน่งทางวิชาการ อาจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail adisornb@buu.ac.th



ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สถาบัน	ปี	สาขา
ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2553	ฟิสิกส์
วท.ม.	มหาวิทยาลัยบูรพา	2550	ฟิสิกส์
วท.บ.	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2546	ฟิสิกส์

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, ฟิล์มบางสารประกอบไนไตรด์



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย
เทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by
Reactive Magnetron Sputtering Technique

สุรสิงห์ ไชยคุณ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

อดิศร บุรณวงศ์

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558

มหาวิทยาลัยบูรพา

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย

เทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by
Reactive Magnetron Sputtering Technique

สุรสิงห์ ไชยคุณ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

อดิศร บุรณวงศ์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

บทสรุปสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

ข้าพเจ้า รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ ได้รับทุนสนับสนุนโครงการวิจัยจากมหาวิทยาลัยบูรพา ประเภทงบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) มหาวิทยาลัยบูรพา โครงการวิจัยเรื่อง “การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง” (Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Sputtering Technique) รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558 ได้รับงบประมาณรวมทั้งสิ้น 900,000.00 บาท (เก้าแสนบาทถ้วน) ระยะเวลาดำเนิน 1 ปี (ระหว่างวันที่ 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558)

บทคัดย่อ

ฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ (VN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก (fcc) ที่ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 โครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดย (1) กรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกมีค่าลดลงจาก 77 nm เป็น 47 nm เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ส่วนความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm ตามลำดับ โดยค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.127 Å ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมึลักษณะแน่นมากขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ฟิล์มที่เคลือบได้มีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ (2) กรณีแปรค่ากระแสไฟฟ้า ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 58 nm เป็น 76 nm เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้า ส่วนความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 443 nm เป็น 1415 nm ขณะที่ความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm โดยค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.118 Å ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์ ฟิล์มที่เคลือบได้มีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามกระแสไฟฟ้า

Output / Outcome

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับชาติ

นรินทร์ วิทิตอนันต์ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2558. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง. ในการประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 7 (7th RMUTNC), “ราชมงคลกับการวิจัยอย่างยั่งยืน”, 1-3 กันยายน 2558, ณ อาคาร 35 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน จ.นครราชสีมา.

2. ผลงานเชิงสาธารณะ

การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ	จำนวน 3 ครั้ง
การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลและเผยแพร่ผลงานวิจัย	จำนวน 3 ครั้ง
การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย	จำนวน 2 ครั้ง

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาโท วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.จรงค์ บ่อทรัพย์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นรินทร์ วิทิตอนันต์

ข้อเสนอแนะ

1. ฟิล์มที่เตรียมในงานวิจัยนี้เป็นแบบ Binary Nitride Coating ซึ่งมีความแข็งระดับหนึ่ง ทั้งนี้มีหลายงานวิจัยที่ปรับปรุงสมบัติเชิงกลของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ (VN) โดยเพิ่มอะตอมของ ไทเทเนียม (Ti), โครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในโครงสร้างหลัก ซึ่งทำให้ได้ฟิล์มแบบ Ternary Nitride Coating ซึ่งเป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็งและประสิทธิภาพสูงกว่าชั้นเคลือบแบบ Binary Nitride Coating

2. งานวิจัยนี้ใช้ กระจกสไลด์ และ ซิลิกอน เป็นวัสดุรองรับ สำหรับการเตรียมฟิล์ม อย่างไรก็ตามลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและสมบัติบางประการ มีส่วนเกี่ยวข้องกับลักษณะและโครงสร้างผลึกของวัสดุรองรับ จึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ

3. การเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีสปัตเตอริงทำได้ค่อนข้างยาก เนื่องจากเมื่อแปรค่าพารามิเตอร์การเคลือบ หรือ เงื่อนไข ที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ มักส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ ดังนั้นจึงควรศึกษาเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้ เช่น กำลังไฟฟ้า ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

ชื่อโครงการ: การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

นักวิจัย: รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ
ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์
ดร.อดิสร บุรณวงศ์
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ (VN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก (fcc) ที่ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 โครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดย (1) กรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกมีค่าลดลงจาก 77 nm เป็น 47 nm เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ส่วนความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm ตามลำดับ โดยค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.127 Å ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมึลักษณะแน่นมากขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ฟิล์มที่เคลือบได้มีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ (2) กรณีแปรค่ากระแสไฟฟ้า ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 58 nm เป็น 76 nm เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้า ส่วนความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 443 nm เป็น 1415 nm ขณะที่ความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm โดยค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.118 Å ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์ ฟิล์มที่เคลือบได้มีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามกระแสไฟฟ้า

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง วานาเดียมไนไตรด์ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน กระแสไฟฟ้า รีแอคทีฟสปัตเตอริง

Research Title: Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film
Deposited by Reactive Magnetron Sputtering Technique

Researcher: Assoc.Prof.Dr.Surasing Chaikun
Asst.Prof.Dr.Nirun Witit-anun
Dr.Adisorn Buranawong
Department of Physics, Faculty of Sciences, Burapha University

Abstract

Vanadium nitride (VN) thin films were deposited on glass slide and silicon by reactive magnetron sputtering method. The effect of the N₂ gas flow rate and the current on the films' structure was investigated. The as-deposited films were characterized by XRD, AFM, EDS and FE-SEM. The results showed that the crystallite structure of the as-deposited films was face center cubic (fcc) with (111), (200), (220) and (311) plane with corresponding to JCPDS No. 89-5265. The structure of the as-deposited films varied with the N₂ gas flow rates and the current. (1) In case of varied the N₂ gas flow rate, the crystal size and thickness decreased from 77 nm to 47 nm. The thickness and roughness decreased from 1415 nm to 859 nm and 26 nm to 12 nm, respectively, with increasing N₂ gas flow rates. The lattice constant was in range of 4.107 – 4.127 Å. The cross section analysis showed compact columnar and dense morphology as a result of increasing the N₂ gas flow rates. The as-deposited films compose of vanadium and nitrogen in difference ratio, which varied with the N₂ gas flow rate. (2) In case of varied the current, the crystal size increased 58 nm to 76 nm. The thickness increased from 443 nm to 1415 nm, while roughness decreased from 26 nm to 12 nm, respectively, with increasing the current. The lattice constant was in range of 4.107 – 4.118 Å. The cross section analysis showed compact columnar. The as-deposited films compose of vanadium and nitrogen in difference ratio, which varied with the N₂ gas flow rate.

Keywords: thin film, vanadium nitride, N₂ gas flow rate, current, reactive sputtering

กิตติกรรมประกาศ

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์เรื่อง “การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง” (Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Sputtering Technique) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558)

โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยดี โดยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ซึ่งคณะผู้วิจัยต้องขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้เป็นอย่างสูงได้แก่ มหาวิทยาลัยบูรพาที่ให้การสนับสนุนงบประมาณของโครงการวิจัยนี้ ทำให้คณะผู้วิจัยได้มีโอกาสเริ่มต้นดำเนินการวิจัยและประสบความสำเร็จในที่สุด คณะผู้วิจัยขอขอบคุณบุคลากรและเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดการดำเนินงาน ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.พิเชษฐ ลีมสุวรรณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี สำหรับคำปรึกษาที่มีคุณค่าแก่คณะผู้วิจัยจนเสร็จสิ้นโครงการ ท้ายที่สุดขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพาที่สนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

สุรสิงห์ ไชยคุณ
นิรันดร์ วิทิตอนันต์
อดิศร บุรณวงศ์

สารบัญ

	หน้า
บทสรุปสำหรับผู้บริหาร	i
บทคัดย่อ	iii
ABSTRACT	iv
กิตติกรรมประกาศ	v
สารบัญ	vi
สารบัญตาราง	viii
สารบัญภาพ	ix
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 การเคลือบฟิล์มบาง	4
2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง	6
2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง	8
2.4 ระบบเคลือบแบบดีซีสปีดเทอริง	10
2.5 ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอน สปีดเทอริง	12
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	15
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	
3.1 วัสดุและเครื่องมือ	17
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคทีฟดีซีสปีดเทอริง	18
3.3 การเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์	19
3.4 การวิเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์	20
3.5 แนวทางการทดลอง	21

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล	
4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน	23
4.2 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	34
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผล	38
5.2 ข้อเสนอแนะ	39
เอกสารอ้างอิง	40
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก ผลผลิต	43
ภาคผนวก ข ประวัตินักวิจัย	64

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3-1	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	21
3-2	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	22
4-1	ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	26
4-2	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	28
4-3	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	30
4-4	ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	33
4-5	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	35
4-6	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	37

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2-1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2-2	การก่อเกิดฟิล์มบาง	7
2-3	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับผิววัสดุ	9
2-4	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศแบบ ดีซี สปีดเตอริง	10
2-5	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปีดเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	11
2-6	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	12
2-7	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ	12
2-8	การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาอาร์แมกนีตรอน สปีดเตอริง	14
3-1	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย	18
3-2	เครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย	21
4-1	ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	24
4-2	อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	24
4-3	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	25
4-4	ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	27
4-5	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	29
4-6	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	30
4-7	ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	31
4-8	อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	32
4-9	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	33
4-10	ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	34
4-11	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	36
4-12	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	37

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ปัจจุบันการเคลือบผิววัสดุเป็นกระบวนการสำคัญในหลายวงการ ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธีทั้งจากกระบวนการทางเคมีและกระบวนการทางฟิสิกส์ แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมีจำเป็นต้องใช้สารละลายเคมีเป็นส่วนประกอบหลักซึ่งมักมีสารละลายเคมีเหลือใช้จำนวนมากที่ยากต่อการกำจัดและทำให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อม แต่การเคลือบด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศนั้น นอกจากจะไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมแล้วชั้นเคลือบหรือฟิล์มที่ได้อาจมีคุณภาพสูงอีกด้วย โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบแข็ง (Hard Coating) บนเครื่องมือหรืออุปกรณ์ตัดเฉาะ เช่น ดอกสว่าน ด้วยเทคนิค PVD (Physics Vapor Deposited) เนื่องจากชั้นเคลือบที่ได้มีประสิทธิภาพและคุณภาพสูง ทำให้มีการศึกษา วิจัยและพัฒนาชั้นเคลือบในลักษณะของฟิล์มบางเพื่อนำมาเคลือบพื้นผิววัสดุซึ่งพบว่ามีเหมาะสมอย่างยิ่งเพราะตอบโจทย์ในประเด็นการปรับปรุงลักษณะพื้นผิวให้มีความแข็งเพิ่มมากขึ้น ที่สำคัญชั้นเคลือบที่มีลักษณะเป็นฟิล์มบางที่มีความหนาของชั้นเคลือบน้อยมากทำให้ขนาดของชิ้นงานไม่เปลี่ยนแปลงมากเกินไป อีกทั้งยังใช้สารเคลือบในปริมาณน้อยยังช่วยให้ประหยัดเวลาและมีค่าใช้จ่ายในการสารเคลือบไม่สูงมากนัก

สำหรับการเคลือบแข็งที่นิยมใช้ในการเคลือบผิวเครื่องมือกลประเภทต่าง ๆ นั้นมักนิยมใช้ชั้นเคลือบในรูปของสารประกอบชนิดต่าง ๆ เช่น ไนไตรต์ (Nitrides) หรือ คาร์ไบด์ (Carbides) ฯลฯ ทั้งนี้จากงานวิจัยพบว่าชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางที่นิยมใช้ในวงแรกคือ ไทเทเนียมไนไตรต์ (TiN) โครเมียมไนไตรต์ (CrN) เซอร์โคเรียมไนไตรต์ (ZrN) (Parameswaran et al., 1992; Hurkmans et al., 1996) ฟิล์มบางดังกล่าวได้มีการพัฒนาและนำมาใช้อย่างแพร่หลายทั้งด้านวิจัยและอุตสาหกรรมเนื่องจากมีความแข็งสูง ด้านทานการสึกหรอ กัดกร่อนดี มีสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ (Pilloud et al., 2003; Han et al., 2003) อย่างไรก็ตาม วานาเดียมไนไตรต์ (VN) ก็เป็นชั้นเคลือบอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจาก วานาเดียมไนไตรต์มีความแข็งสูง (Suszko et al., 2011) มีสมบัติด้านโทรโบโลยี (Tribological) ได้แก่ (1) ความเสียดทาน (Friction) (2) การสึกหรอ (Wear) และ (3) การหล่อลื่น (Lubrication) ดีมาก (Gassner et al., 2004) ทำให้มีนำมาใช้ในการเคลือบผิวป้องกัน (Protective Coating) เพื่อต้านทานการสึกหรอ อีกทั้งยังช่วยป้องกันการเกิดออกซิเดชันและเพิ่มอายุการใช้งานของเครื่องมือตัดเฉาะได้นานยิ่งขึ้น

การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีเคลือบแบบใช้ลำไอออนช่วย (Ion Beam Assisted Deposition) (Ma et al., 2000) หรือ วิธีระเหยด้วยเลเซอร์แบบพัลส์ (Pulsed Laser Ablation) (D'Anna et al., 2002) วิธีระเหยแบบรีแอคทีฟด้วยลำอิเล็กตรอน (Reactive Electron Beam Evaporation) (Wiklund et al., 2006) และ วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (Reactive Magnetron Sputtering) (Glaser et al., 2007) แต่การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงได้รับความนิยมมากที่สุดเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ๆ เนื่องจากวิธีนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิห้อง อีกทั้งไอออนปริมาณมากที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบซึ่งระดมยิง (bombard) ไปยังฟิล์มที่กำลังโตขึ้นบนผิวหน้าของวัสดุรองรับซึ่งทำให้เกิดความร้อนที่เนื้อฟิล์มขณะเคลือบที่เรียกว่า plasma heating effect ซึ่งทำให้สามารถควบคุมโครงสร้างผลึกของฟิล์มได้ตามต้องการ นอกจากนี้การปรับเปลี่ยนโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้จากวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงยังทำได้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยาก เพียงปรับเงื่อนไขการเคลือบเท่านั้น เช่น ความดัน อัตราไหลแก๊ส กำลังไฟฟ้า ฯลฯ ทำให้การเคลือบด้วยวิธีนี้สามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ระดับอุตสาหกรรมได้ไม่ยากนัก

โดยทั่วไปแล้วสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้มักสัมพันธ์กับลักษณะเฉพาะของฟิล์มเช่น โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว ฯลฯ ดังนั้นการปรับเปลี่ยนลักษณะเฉพาะของฟิล์มเพียงเล็กน้อยก็อาจทำให้สมบัติของฟิล์มเปลี่ยนไป การศึกษาเกี่ยวกับฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ในช่วงที่ผ่านมาส่วนใหญ่เน้นศึกษาเกี่ยวกับสมบัติเชิงกล ไฟฟ้าและแม่เหล็ก แต่การศึกษาถึงผลของเงื่อนไขการเคลือบเช่น กำลังไฟฟ้า การไบแอส อัตราไหลแก๊ส หรือการให้ความร้อน ฯลฯ ต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มยังมีน้อยมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลของอัตราไหลแก๊สที่ใช้เคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้จากการศึกษาของ Gueddaoui et al (2006) พบว่าโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเงื่อนไขและพารามิเตอร์ที่ใช้เคลือบ ดังนั้นการศึกษามลของเงื่อนไขการเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ จึงยังคงมีความสำคัญและจำเป็นที่ต้องศึกษาวิจัยต่อไป

รายงานวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษาศึกษาการเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงบนซิลิกอนที่อุณหภูมิห้อง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้า ต่อโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มที่เตรียมได้เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาศึกษาการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง
2. เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมและลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์การเคลือบ ได้แก่ อัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้า ที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับ 2 ชนิด คือแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่จะศึกษาคือ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ตามลำดับ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

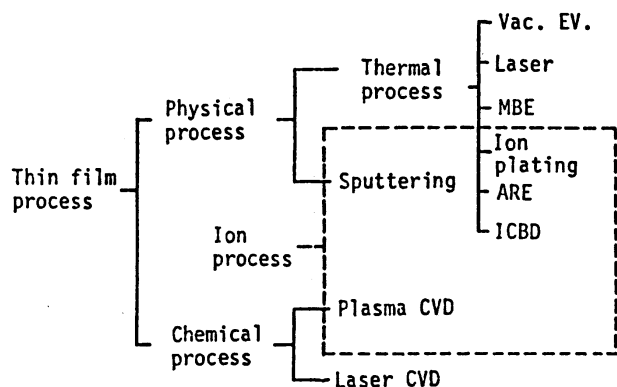
2.1 การเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบในสุญญากาศหรือการเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) โดยการตกเคลือบ (Deposition) ของสารเคลือบในลักษณะอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางในระดับนาโนเมตร ทั้งนี้ “ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ” ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมาย โดยพื้นฐานแล้ว กระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) ทั้งนี้สารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอ ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ



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

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม (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

โดยการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้นอาศัยการทำให้อะตอมสารเคลือบหลุดจากผิวของสารตั้งต้นแล้วฟุ้งกระจายไปยึดติดผิววัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธีหลักๆ (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธรรณ รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

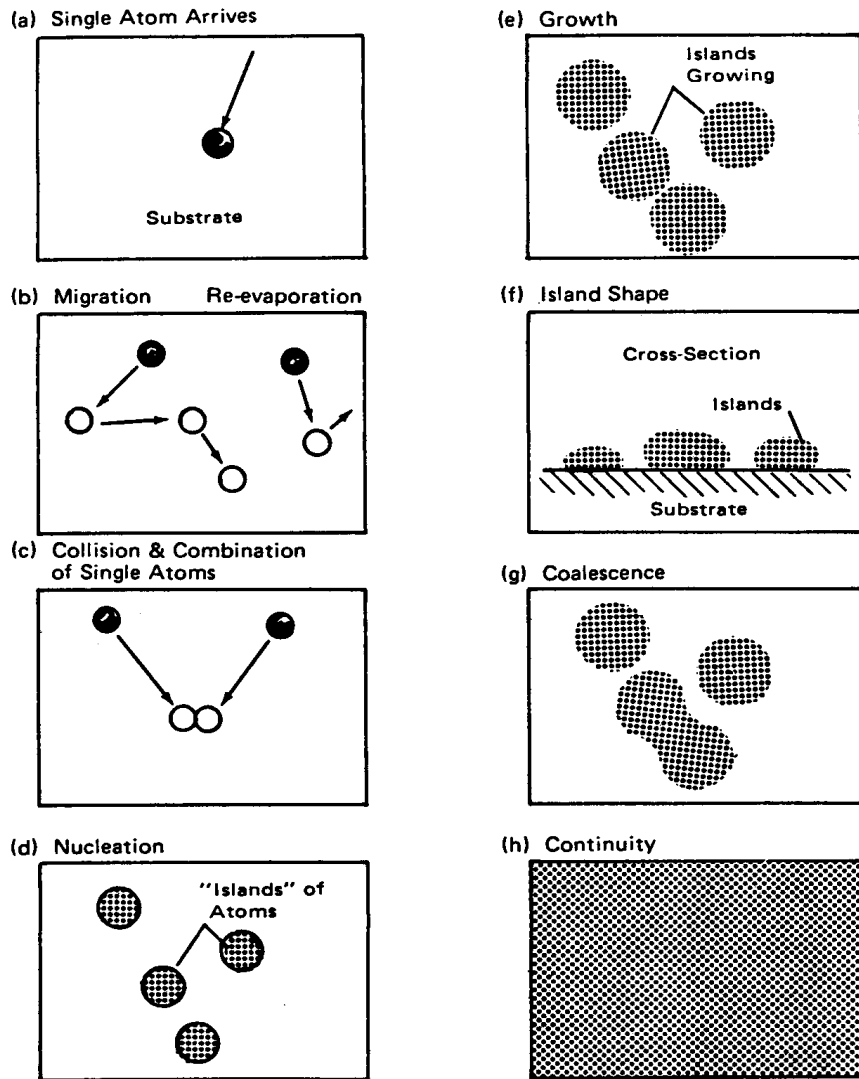
1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะฟุ้งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธีแต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้านอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radio Frequency Heating) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีนี้นิยมใช้เคลือบสารไดอิเล็กทริก (Dielectric) เช่น แมกนีเซียมไดฟลูออไรด์ (MgF_2) หรือ ออกไซด์ (Oxide) ของโลหะที่มีสมบัติโปร่งใสบนวัตถุที่ต้องการเคลือบ เช่น เลนส์กล้องถ่ายรูป แว่นตาและกระจกเลเซอร์ ฯลฯ สำหรับข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่างสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอร์ริง คือ การทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง

การเกิดฟิล์มบางจากกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ Chapman (1980) ได้อธิบายไว้ดังนี้ เมื่อสารเคลือบจากแหล่งกำเนิดสารเคลือบเคลื่อนที่มาถึงวัสดุรองรับ สารเคลือบที่กระทบผิววัสดุรองรับส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอะตอมหรือโมเลกุล (ภาพที่ 2-2 (a)) โดยพลังงานพันธะ (Bonding Energy) ระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับวัสดุรองรับและอุณหภูมิของวัสดุรองรับ จะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ (Diffusion) ของสารเคลือบบนผิววัสดุรองรับ อะตอมของสารเคลือบจะตกกระทบผิววัสดุรองรับในตำแหน่งที่เรียกว่าตำแหน่งการดูดซับ (Adsorption Site) ทำให้เกิดการเกาะติดหรือถ้ามีพลังงานมากพอก็อาจกระโดดข้ามกำแพงพลังงานไปยังบริเวณที่อยู่ติดกันหรือหลุดออกจากตำแหน่งนั้นไป (ภาพที่ 2-2 (b)) ในช่วงเวลาหนึ่งอะตอมสารเคลือบอาจเกิดการระเหยกลับและเกิดการรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ด้วยกัน เมื่ออะตอมของสารเคลือบรวมตัวกันอาจเกิดเป็นอะตอมคู่ (ภาพที่ 2-2 (c)) ซึ่งมีความเสถียรมากกว่าอะตอมเดี่ยว (Single Atom) ซึ่งการรวมตัวกันของอะตอมนั้นจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของอะตอมเดี่ยวและอัตราเคลือบ (Deposition Rate) อะตอมคู่อาจรวมตัวกับอะตอมเดี่ยวอื่นแล้วกลายเป็นสามอะตอม (Triplets) หรือ สี่อะตอม (Quadruplets) หรืออื่น ๆ ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า สภาวะการเกิดนิวเคลียส (ภาพที่ 2-2 (d)) ทำให้ได้กลุ่มอะตอมกึ่งเสถียร (Quasi-Stable Islands) จากนั้นกลุ่มอะตอมจะเริ่มโตขึ้นเรียกว่า การโตเป็นกลุ่มก้อน (Island Growth) ขนาดของกลุ่มอะตอมจะใหญ่ขึ้น โดยมีจำนวนอะตอมเท่าเดิม หรือเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ภาพที่ 2-2 (e) และ 2-2 (f)) การโตของกลุ่มอะตอมนี้เกิดขึ้นเรื่อย ๆ จนกระทั่งขอบของแต่ละกลุ่มอะตอมชนกัน เรียกว่า การรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอม (Agglomeration หรือ Coalescence) (ภาพที่ 2-2 (g)) จากการศึกษาด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM) พบว่าขณะที่กลุ่มอะตอมรวมกันเป็นก้อนอะตอมจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid-Like Behaviour) และมีการจัดเรียงทิศทางในเชิงผลึกวิทยา (Crystallographic Orientation) ด้วยการรวมกันเป็นก้อนของกลุ่มอะตอมจะเกิดขึ้นจนกระทั่งเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่อง (ภาพที่ 2-2 (h)) การเชื่อมต่อกันอย่างต่อเนื่องจะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์เมื่อฟิล์มมีความหนาโดยเฉลี่ยประมาณ 0.04 - 0.05 μm ลักษณะผิวของฟิล์มบางขณะเกิดการรวมกลุ่มอะตอมจะดูคล้ายเนินเขาและหุบเขา เมื่อพิจารณาการเกิดฟิล์มในสภาวะที่เป็นกลุ่มอะตอม (Island) พบว่าอาจเป็นกลุ่มของผลึกเดี่ยวหรือกลุ่มของผลึกคู่หรือมากกว่านั้น ซึ่งกลุ่มอะตอมเหล่านี้จะตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นวัสดุหลายผลึก ทิศทางการจัดเรียงตัว (Orientation) ของแต่ละกลุ่มอะตอมนั้นจะเป็นแบบสุ่ม (Random) ทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีโครงสร้างเป็นหลายผลึกด้วย แต่ถ้ากลุ่มอะตอมเหล่านั้นตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นผลึกเดี่ยว การจัดเรียงตัวของฟิล์มก็จะมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว และเรียกรวมการเกิดฟิล์มแบบผลึกเดี่ยวประเภทนี้ว่า เอพิแทกซี (Epitaxy)

ถ้าอะตอมที่ผิวของวัสดุรองรับมีพลังงานเพียงพอ อะตอมเหล่านั้นจะเคลื่อนที่เพื่อเลือกเข้าไปอยู่ในตำแหน่งที่มีพลังงานต่ำกว่าเสมอ ทั้งนี้ความสามารถในการเคลื่อนที่ (Mobility) ของอะตอมจะเพิ่มขึ้น ถ้าอุณหภูมิที่ผิววัสดุรองรับสูงขึ้น นอกจากนี้การลดอัตราเคลือบยังสามารถช่วยให้การโตของผลึกเกิดได้ดียิ่งขึ้น เพราะอะตอมมีเวลาในการโตมากพอ ดังนั้นถ้าอุณหภูมิของวัสดุรองรับสูงและมีอัตราเคลือบต่ำจะได้ฟิล์มที่มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้น มีข้อบกพร่องในเกรนน้อยลงและได้ฟิล์มที่มีความหนาพอสำหรับการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์ ในทางกลับกันถ้าอุณหภูมิวัสดุรองรับต่ำแต่อัตราเคลือบสูงก็จะให้ผลลักษณะเดียวกัน



ภาพที่ 2-2 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นการพอกพูนของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอริง โดยการเคลือบเกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและพอกพูนโตเป็นฟิล์มบาง กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยอนุภาคที่เข้าชนมีพลังงานสูง ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งกระทบวัสดุรองรับจะฝังลงในเนื้อวัสดุ ทำให้การยึดเกาะดีมาก (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และ ธนสถา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

เมื่อผิวหน้าของวัสดุถูกกระทบด้วยอนุภาคพลังงานสูงจะทำให้เกิดการสีกกร่อนและมีอนุภาคที่ผิวหน้าของวัสดุหลุดออกมา เนื่องจากการชนของอนุภาคพลังงานสูงกับอนุภาคที่ผิวหน้า ปรากฏการณ์ที่อนุภาคผิวหน้าวัสดุหลุดออกมานี้เรียกว่า สปัตเตอริง (Sputter) หรือสปัตเตอริง (Sputtering) กระบวนการสปัตเตอริงนี้ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อ 100 กว่าปีที่ผ่านมาโดย grove ซึ่งในขณะนั้นสปัตเตอริงเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดความเสียหายกับคาโทดและกริดในหลอดดิสชาร์จแต่ปัจจุบันมีการนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางเช่น การทำความสะอาดผิวหน้า (Surface Cleaning) การกัดเซาะ (Etching) การวิเคราะห์ชั้นผิวหน้าของวัสดุ (Surface Layer Analysis) และการเคลือบฟิล์มบาง

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-3) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

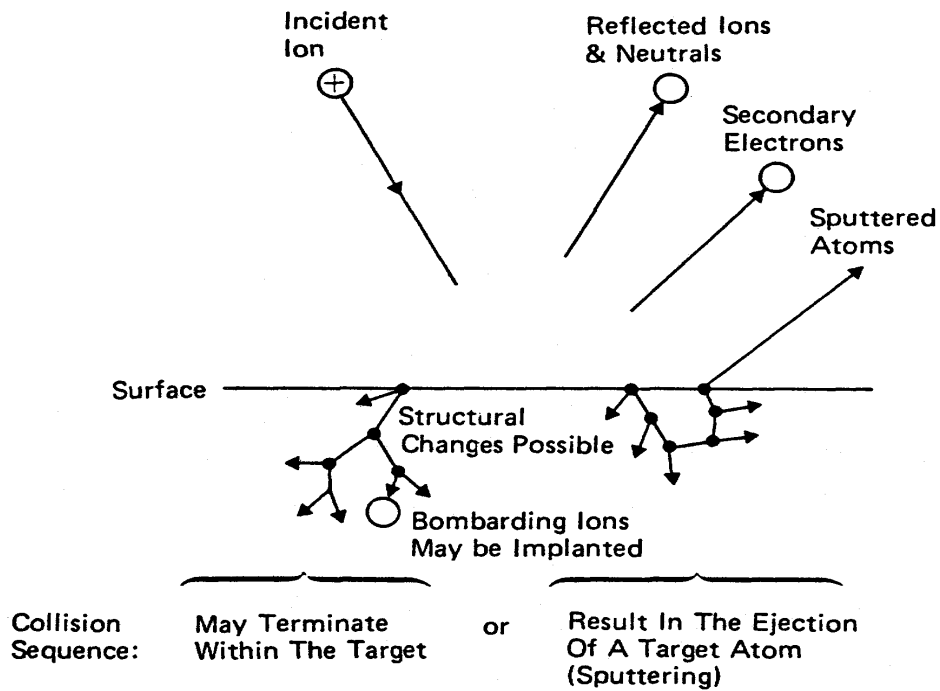
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

1.4 การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวนานี้ว่า Altered Surface Layer

1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่า กระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อุณหภูมิที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ตั้งนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

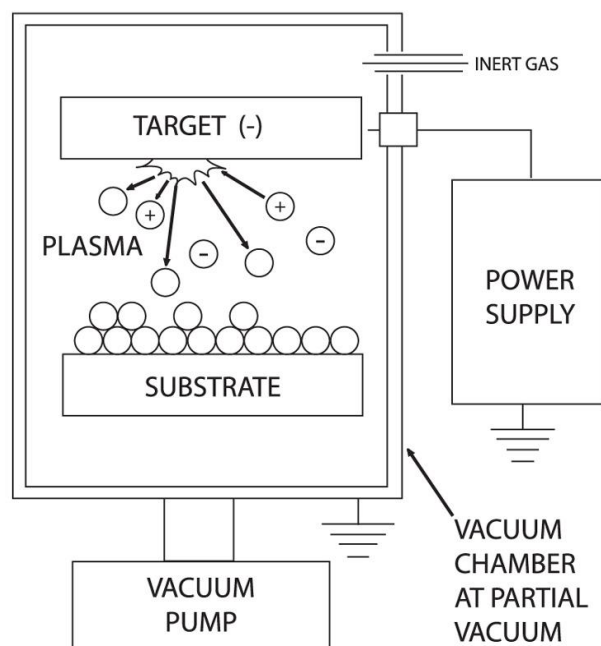
2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

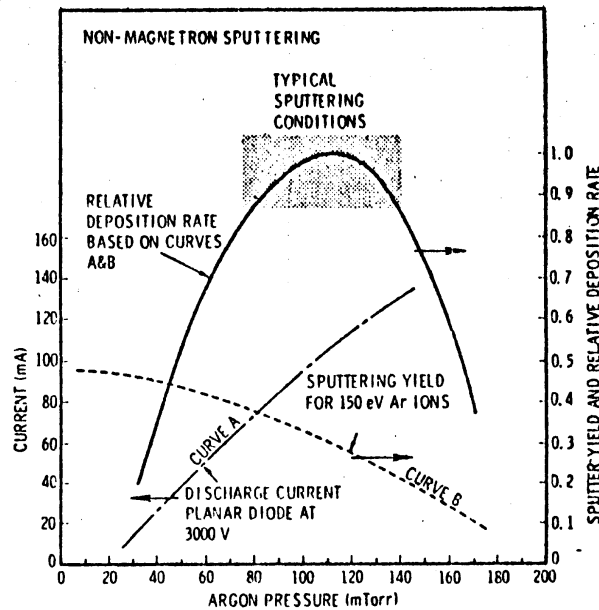
2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากป็นไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ เนื่องจากป็นไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้อิออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

2.4 ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์ริง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์ริง อย่างง่าย แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-5 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสภา รัตน์, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนด คือที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติจะห่างกันประมาณ 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ ทั้งนี้โดยทั่วไปแล้วระยะดาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโพล์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโพล์ ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโพล์ดิสชาร์จ กระบวนการไอออไนเซชันจะรักษาสภาพโพล์ดิสชาร์จไว้ที่ระยะดาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะดาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะดาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโทรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2-4 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง



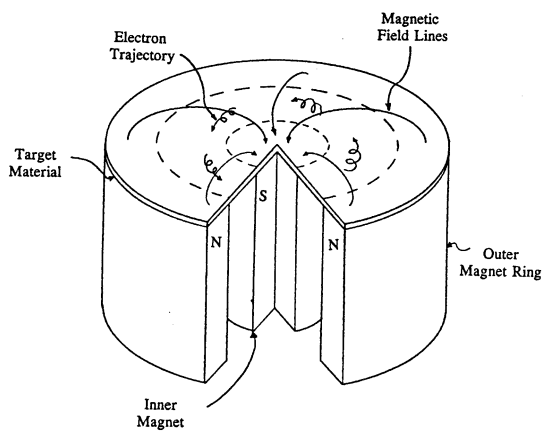
ภาพที่ 2-5 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปจจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาณสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอร์เกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงในภาพที่ 2-5 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของyield จากการสปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-5 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างyield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอร์นิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอร์คือบริเวณที่ให้อัตราการเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-10 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \text{ } \mu\text{m/min}$ ซึ่งค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสกา รัตนะ, 2547)

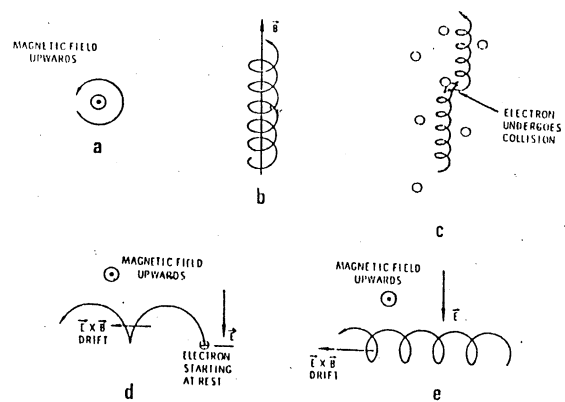
2.5 ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อัตราการเกิดสปัตเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างยิลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มยิลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบดีซีสปัตเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm^2 และความดันประมาณ $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปัตเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสลา รัตน์, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาาระบบใหม่คือ ระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสลา รัตน์, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-6) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Bunshah, 1994)



ภาพที่ 2-7 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ (Bunshah, 1994)

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคประจุนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม (ภาพที่ 2-7 (a)) ด้วยรัศมี

$$r = \frac{3.37 \sqrt{W}}{B} \quad (2-2)$$

เมื่อ W คือพลังงานของอิเล็กตรอนในหน่วย eV
 B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss หมุนด้วยความถี่ไซโคลตรอน
 $\nu = 2.8 \times 10^6$ Hz

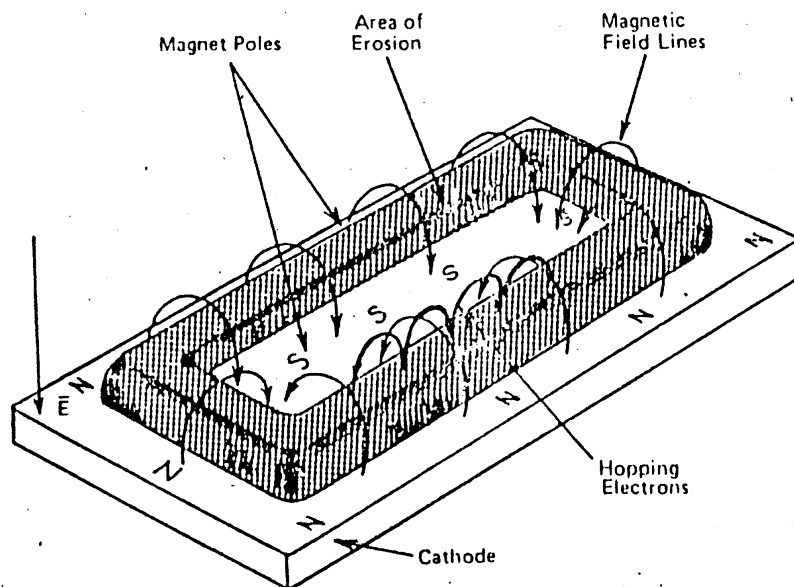
ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ 2.8×10^8 Hz ภาพที่ 2-7 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็กอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมแก๊ส ภาพที่ 2-7 (c) แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไป ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศทางการตั้งฉากกัน อำนาจของสนามทั้งสองนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้งแล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า เรียกว่าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (Drift motion) มีค่าเท่ากับ

$$V_E = \frac{10^8 E}{B} \quad (2-3)$$

เมื่อ E คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/ cm
 B คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss

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

ระบบสปัตเตอริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามยาว (Longitudinal Field) ทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนักแต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์ดิสชาร์จเปลี่ยนไปและยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าเรียกว่า สนามตามขวาง (Transverse Field) กระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นดังนี้หลังจากที่ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบและเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมา อิเล็กตรอนชุดที่สองจะเคลื่อนที่ตามภาพที่ 2-7 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกกักในบริเวณสนามแม่เหล็กใกล้คาโทดและเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนตามแนวผิวหน้าของคาโทด (ภาพที่ 2-8) ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสนชนกับโมเลกุลแก๊สบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้นจนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊สจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนชุดที่สองมากขึ้น เป็นผลให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงและเกิดโกลด์ดิสชาร์จ ทำให้เกิดสเปซชาร์จจากไอออนบวกสูงที่ผิวคาโทด ซึ่งสั้นกว่าระยะปลดการชน ใน ดีซี สปัตเตอริงที่ความดันสูง แรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้และมีค่าสนามไฟฟ้าสูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซใน ดีซี สปัตเตอริง ขณะไม่มีสนามแม่เหล็กมากทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง ลดลงทั่วไปมีค่าประมาณ 300 - 800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนีตรอนทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอนสปัตเตอริงทรงกระบอก (Cylindrical Magnetron Sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบดีซี สปัตเตอริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า พลาเนียร์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (Planar Magnetron Sputtering)



ภาพที่ 2-8 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักกร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาเนียร์แมกนีตรอน สปัตเตอริง (Chapman, 1980)

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ (VN) เป็นฟิล์มบางกลุ่มฟิล์มแข็งที่นำไปใช้งานอย่างแพร่หลายทางด้านอุตสาหกรรม เนื่องจากมีสมบัติน่าสนใจหลายประการ เช่น แข็ง ทนความร้อน มีความเสถียรภาพทางเคมี นอกจากนี้ยังมีสมบัติด้านโทรโพลยีตี เช่น ทนการเสียดสี ทนการสึกหรอ มีสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ ฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์สามารถเตรียมได้หลายวิธีแต่การเตรียมด้วยเทคนิคอีพิตอกซ์เป็นวิธีหนึ่งที่ยอมรับใช้ในการเคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ในเชิงด้านงานวิจัยรวมทั้งด้านอุตสาหกรรม เพราะมีข้อดีหลายอย่าง เช่น ให้ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราการเคลือบของฟิล์มได้ง่าย ฟิล์มที่ได้มีการยึดเกาะกับวัสดุรองรับได้ดี อีกทั้งยังสามารถปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆในการเคลือบฟิล์มได้ง่าย เช่น ความดัน อัตราไหลของแก๊สรีแอคทีฟ อุณหภูมิของวัสดุรองรับระหว่างเคลือบเพื่อศึกษาถึงผลกระทบต่อคุณสมบัติด้านต่างๆ โดยเงื่อนไขในการเคลือบ อุณหภูมิของพื้นผิว การไหลของแก๊สรีแอคทีฟ ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน กระแสไฟฟ้า กำลังไฟฟ้า และเวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกและคุณสมบัติต่างๆ สำหรับการวิจัยเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ มีข้อมูลโดยสรุปดังนี้

Ma et al (2000) wfhเตรียมฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์และฟิล์มเซอร์โคเนียมไนไตรด์โดยอุณหภูมิของวัสดุรองรับเท่ากับ 150, 300 และ 500 °C พลังงานไอออน ในช่วง 150-1000 eV และมุมตกกระทบเท่ากับ 45° และ 0° ซึ่งผลที่เกิดจากการสปัตเตอริงไอออนและการให้พลังงานกับตัวอย่างที่ใช้เคลือบฟิล์มทำให้เกิด preferred orientation ของวานาเดียมไนไตรด์และฟิล์มเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่แตกต่างกัน ในฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์เกิด preferred orientation ที่ระนาบ (111), (200) ที่อุณหภูมิ 300 °C โดยพลังงานของไอออนมีค่าเท่ากับ 350 eV

D'Anna et al (2002) ได้เคลือบและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ จากเป้าสารเคลือบมีความบริสุทธิ์ 99.8% ใช้แผ่นซิลิกอนระนาบ (111) เป็นวัสดุรองรับ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ศึกษาได้แก่ องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก รวมถึงผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจน ในช่วง 0.5-200Pa อุณหภูมิวัสดุรองรับ ในช่วง 20-750 °C และระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบถึงแผ่นวัสดุรองรับในช่วง 30-70mm สมบัติที่ดีของวานาเดียมไนไตรด์คือ มีจุดหลอมเหลวสูง, สามารถคงความแข็งสูง และมีความเสถียรภาพทางเคมีด้วย

Gueddaoui et al (2006) ได้เคลือบฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบ Polycrystalline บนซิลิกอนระนาบ 100 ด้วยเทคนิคอีพิตอกซ์ฟิลานาแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สตั้งแต่ 0 ถึง 15 sccm และผลของอุณหภูมิวัสดุรองรับเป็น 150 400 และ 650 °C และใช้เทคนิค X-ray diffraction reflectivity, atomic force microscopy และ optical photospectrometry ศึกษาโครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว สมบัติทางแสง ตามลำดับ ผลจากการวัดความหนาพบว่าเมื่ออัตราการไหลแก๊สเท่ากับ 0 sccm มีอัตราเคลือบเท่ากับ 3.5 Å และลดลงเป็น 1.5 Å เมื่ออัตราไหลแก๊สเพิ่มขึ้นเป็น 15 sccm

ทั้งนี้โครงสร้างของฟิล์มบางที่ได้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิวัสดุรองรับ โดยพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สเท่ากับ 0 sccm ฟิล์มบางวานาเดียมเพียงอย่างเดียว มีโครงสร้างเป็นอสังฐานที่อุณหภูมิ 150 และ 450 °C และเปลี่ยนโครงสร้างเป็น α -V ที่อุณหภูมิเท่ากับ 650 °C นอกจากนี้ฟิล์มบางมีโครงสร้างหลักเป็น β - V_2N_{1-x} ที่อัตราไหลแก๊สต่ำ δ - VN_{1-x} และมีโครงสร้างหลักที่ที่อัตราไหลแก๊สสูง ทั้งนี้ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีความเป็น texture สูงซึ่งขึ้นกับอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน จากเทคนิค AFM พบว่าค่าความหยาบผิว root mean square มีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน สุดท้ายพบว่าฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์มีค่าการสะท้อนแสงสูงในช่วงความยาวคลื่นอินฟราเรด

Glaser et al (2007) ได้ศึกษาการเกิดออกซิเดชันของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์และฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ภายใต้ภาวะสุญญากาศสูงด้วยเทคนิค XPS ผลการศึกษาเกิดออกซิเดชันในขณะนั้นพบว่าฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์มีชั้นออกไซด์ผสมอยู่โดยเกิดไอออน V^{3+} และ V^{4+} เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเท่ากับ 600 °C ทั้งนี้เมื่อนำฟิล์มไปไว้ในภาวะที่มีออกซิเจนสูงจะทำให้เกิดชั้นออกไซด์เช่นเดียวกัน กรณีฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์นั้นพบว่าพื้นผิวของฟิล์มบางเกิดการออกซิไดส์อย่างรวดเร็วกลายเป็นเฟสผสมระหว่างไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมออกไซด์ไนไตรด์ โดยลักษณะการเกิดออกซิเดชันนั้นเกี่ยวข้องกับสมบัติทางโทรโบลยีของฟิล์มบาง

Qu et al (2012) ได้เคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ด้วยระบบรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยแปรค่าค่าความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนและการไบอัสวัสดุรองรับเพื่อศึกษาผลของเงื่อนไขในการสปัตเตอริงต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกล จากนั้นจะใช้เทคนิค Grazing incidence X-ray diffraction field emission scanning electron microscopy ซึ่งติดตั้ง energy dispersive X-ray เข้าไปด้วย และ X-ray photoelectron spectroscopy เพื่อศึกษา โครงสร้างจุลภาค นอกจากนี้ยังใช้ nano-hardness tester และ profilometer วัดสมบัติเชิงกล ผลการทดลองพบว่าเมื่อแปรค่าความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.007 Pa เป็น 0.29 Pa ฟิล์มบางแน่นมากขึ้น และมีความแข็งเพิ่มขึ้นจนมีค่าเท่ากับ 22.9 GPa ที่ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.29 Pa นอกจากนี้พบว่าการไบอัสวัสดุรองรับ มีผลอย่างมากต่อความเค้นคงค้างและความแข็งของฟิล์มบาง

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุและเครื่องมือ

เครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอร์ริง

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าวาเนเดียม (V) (99.95%)

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) ประกอบด้วย กระจกสไลด์ ซิลิกอน

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999%

- แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995%

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractometer ศึกษาโครงสร้างผลึก ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD), Bruker รุ่น D8

2.2 Atomic Force Microscope ศึกษาลักษณะพื้นผิว ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM), Park systems EX 100

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

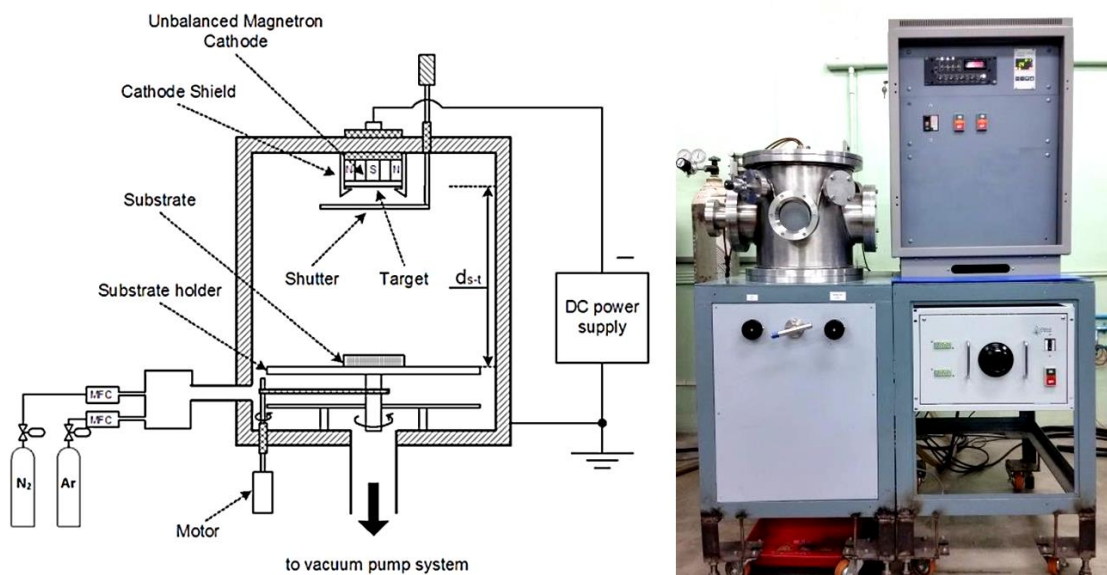
2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ศึกษาองค์ประกอบของธาตุของฟิล์ม ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) ของ EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น 1450VP

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคทีฟดีซีสปีดเตอริง

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง (ภาพที่ 3-1) ด้วยเทคนิครีแอคทีฟโคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติตามที่ต้องการต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วนคือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating Parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm ความสูง 31.0 cm ชุดระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย วัดความดันด้วยมาตรวัดความดัน PFEIFFER ประกอบด้วยส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และมาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนเตรียมฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ ประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าวาเนเดียม (99.95%) พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ภาคจ่ายความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปีดเตอริง ใช้แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-1 ไดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

3.3 การเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มในงานวิจัยนี้ มีรายละเอียดดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวกกับภาชนะสุญญากาศ เป้าสารเคลือบติดตั้งที่ขั้วคาโทด และต่อกับระบบน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สมิหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์มี 3 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

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

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

3. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบแล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

3.4 การวิเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดมีดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึก

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

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ หาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการของ Scherrer

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการ การหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก

2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว

2.1 ลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ ศึกษาด้วยเทคนิค AFM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope

2.2 การหาความหนา โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวาง และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค FE-SEM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FE-Scanning Electron Microscope

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค EDS ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของวาเนเดียมไนไตรด์บนชิ้นงาน

3.5 แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม จากนั้นทำการทดลองแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าเซอร์โคเนียมแล้วนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม โดยแบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 20.0 sccm กำลังไฟฟ้าสเปคเตอร์เท่ากับ 270 W ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar ใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที และแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน 4 ค่าคือ 2.0, 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม (V) ความบริสุทธิ์ 99.95%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	10
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20.0
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2.0, 4.0, 6.0, 8.0
กำลังสเปคเตอร์ (W)	270
เวลาเคลือบ (min)	60

การทดลองที่ 2 ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์ม ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าในการเคลือบ เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 20.0 sccm : 2.0 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าเท่ากับ 300 mA, 500 mA และ 700 mA ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-2)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม (V) ความบริสุทธิ์ 99.95%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	10
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20.0
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2.0
กระแสไฟฟ้า (mA)	300, 500, 700
เวลาเคลือบ (min)	60

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผล

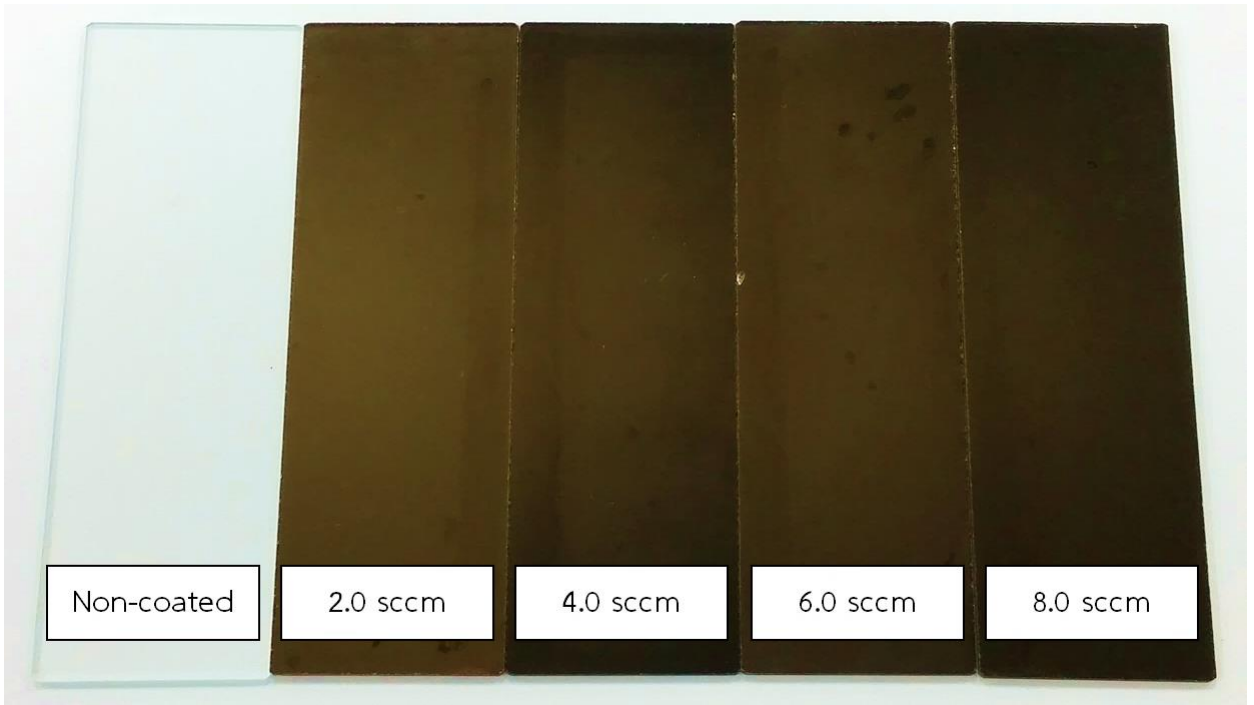
4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่ถูกเคลือบเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm 4 sccm, 8 sccm และ 12 sccm มีผลการศึกษาซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบ โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุ มีรายละเอียดผลการศึกษาดังนี้

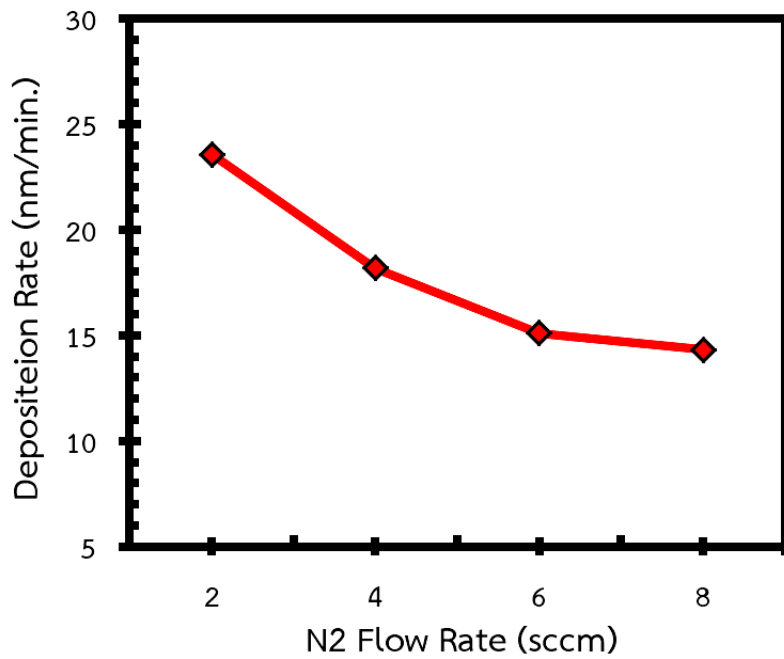
1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี มีสีน้ำตาลอ่อน สีน้ำตาล และสีน้ำตาลเข้ม เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 4-1)

ส่วนอัตราเคลือบของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัย ซึ่งคำนวณจากความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาที่ในการเคลือบ พบว่ามีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 24 nm/min และมีค่าลดลงเป็น 14 nm/min เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 8.0 sccm (ภาพที่ 4-2) เนื่องจากการเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจะทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในห้องเคลือบมีค่าเพิ่มขึ้น จนถึงค่าหนึ่งซึ่งมากเกินไปสำหรับการทำปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมเพื่อฟอร์มตัวเป็นฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ไปเคลือบบนผิววัสดุรองรับ โดยอะตอมของไนโตรเจนส่วนเกินจะทำปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมที่หน้าปัสการเคลือบ จนเกิดเป็นชั้นบาง ๆ ของสารประกอบไนไตรด์ (เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า target poisoning) ซึ่งส่งผลให้ปัสการเคลือบ (วาเนเดียม) ถูกสปัตเตอร์ได้ยากขึ้น (เนื่องจากสารประกอบไนไตรด์มีค่าสปัตเตอร์ยึดต่ำกว่าโลหะบริสุทธิ์) ทำให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาเพื่อฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มมีจำนวนลดน้อยลง เป็นผลให้ความหนาของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) ลดลงตามไปด้วย



ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน

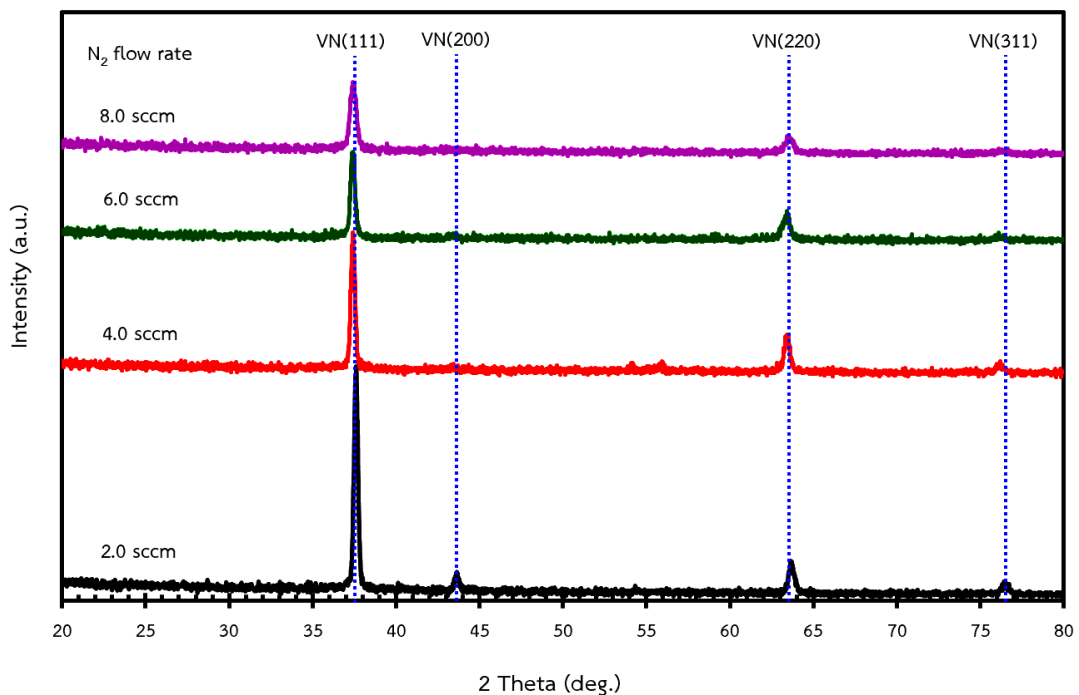


ภาพที่ 4-2 อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดยฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.62° , 43.64° , 63.62° และ 76.42° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 และเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนขึ้นเป็น 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 43.64° หายไป เหลือเพียงมุม 37.42° , 63.62° และ 76.42° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกครบทุกระนาบได้แก่ (111), (200), (220) และ (311) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้นโครงสร้างผลึกระนาบ (200) กลับหายไปขณะที่ระนาบอื่นยังคงมีอยู่ โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกลดลง เนื่องจากอะตอมสารเคลือบที่จะฟอร์มตัวเป็นฟิล์มมีพลังงานต่ำเพราะสูญเสียพลังงานไปกับการชนกับอะตอมอื่น ในห้องเคลือบที่เพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจนระยะปลอดการชนเฉลี่ย (mean free path) ของระบบมีค่าลดลง ทำให้อะตอมต่าง ๆ มีโอกาสชนกันบ่อยขึ้น



ภาพที่ 4-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 4-1 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

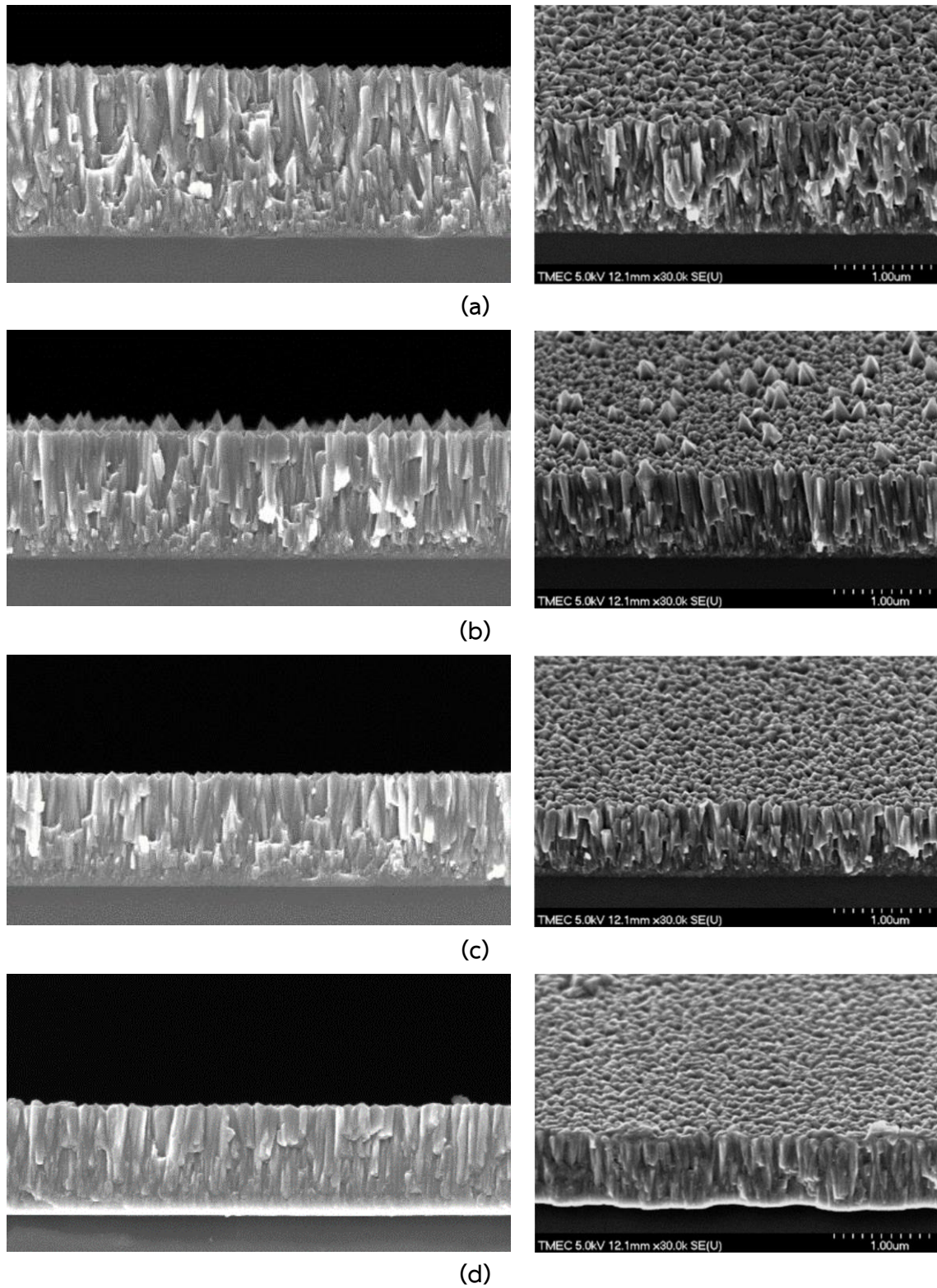
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
2.0	77	4.107
4.0	75	4.126
6.0	65	4.127
8.0	47	4.124

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer ในงานวิจัยนี้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 77 nm เป็น 47 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-1 เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีค่ามาก อะตอมสารเคลือบ (VN) อาจสูญเสียพลังงานจากการชนกับอะตอมอื่น ๆ ในห้องเคลือบ ซึ่งทำให้อะตอมของสารเคลือบเมื่อเคลื่อนที่ไปถึงผิวหน้าของวัสดุรองรับมีพลังงานไม่มากพอในการเคลื่อนไหว (mobility) ทำให้อะตอมสารเคลือบฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มโดยไม่มีการรวมตัวกับอะตอมสารเคลือบอื่น ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีแนวโน้มที่จะเล็กลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 4.107 – 4.127 Å (ตารางที่ 4-1) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å) ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิห้อง

3. โครงสร้างจุลภาค

ภาพที่ 4-4 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์และมีความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ส่วนลักษณะผิวหน้าของฟิล์มพบว่าที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะขรุขระรูปทรงปิรามิดกระจายสม่ำเสมอ และมีแนวโน้มที่เล็กลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้น สำหรับความหนาฟิล์มมีแนวโน้มลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้น เนื่องจากเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนสูงจะเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป่าสารเคลือบ หรือที่เรียกว่า target poisoning ทำให้เป่าสารเคลือบถูกสputterได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้น้อยลงทำให้ฟิล์มมีความหนาลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้จากภาคตัดขวางจะเห็นว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้นด้วย



ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
 (a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm

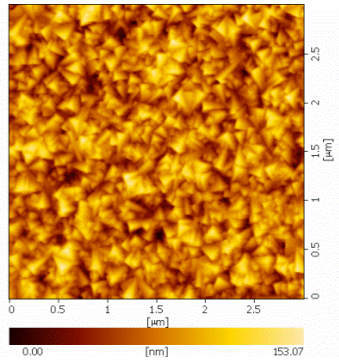
4. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-5 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2.0 sccm) อะตอมของสารเคลือบที่พอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับมีลักษณะเป็นทรงปิรามิดที่มียอดแหลมสูงและร่องลึกกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวสูง (26 nm) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น เป็น 4.0 sccm อะตอมสารเคลือบเริ่มมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนทรงกลมมนขนาดเล็ก แต่ยังคงมีอะตอมสารเคลือบบางส่วนที่มีลักษณะทรงปิรามิดยอดแหลม ความหยาบผิวมีค่าลดลง (22 nm) สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 6.0-8.0 sccm พบว่าในช่วงนี้สารเคลือบทั้งหมดมีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ความหยาบผิวมีค่าต่ำที่สุด (12-15 nm) เนื่องจากอัตราเคลือบฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทำให้การพอร์มตัวของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะค่อยเป็นค่อยไปไม่เวลาในการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กมากขึ้น

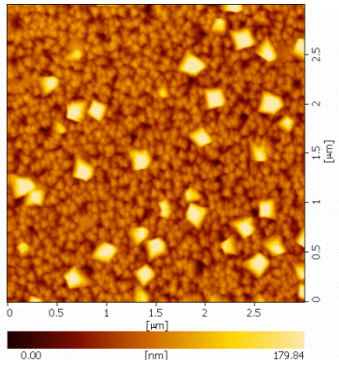
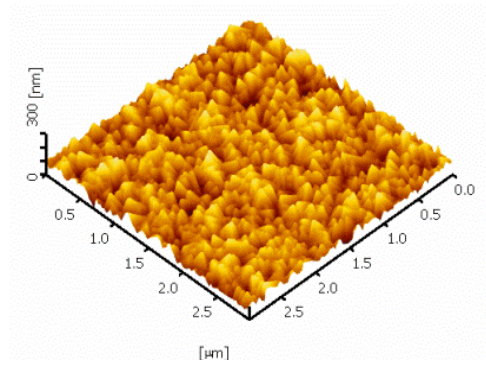
สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้พบว่ามีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 1145 nm เป็น 859 nm ส่วนความหยาบผิวลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm (ตารางที่ 4-2) เพราะเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2 sccm) เป้าสารเคลือบ (วาเนเดียม) ถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนแล้วพอร์มตัวเป็นวาเนเดียมไนไตรด์ตกสะสมพอกพูน (deposit) เป็นชั้นของฟิล์มเคลือบบนผิวหน้าวัสดุรองรับอย่างรวดเร็ว ทำให้ฟิล์มที่ได้ค่อนข้างหนาและมีความหยาบผิวสูง แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนซึ่งทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในระบบเพิ่มมากขึ้น จนถึงค่าหนึ่งที่มีปริมาณมากเกินไปสำหรับการพอร์มตัวเป็นวาเนเดียมไนไตรด์ โดยอะตอมของไนโตรเจนที่มากเกินไปจะไปทำให้เกิด target poisoning ที่หน้าเป้าสารเคลือบส่งผลให้วาเนเดียมถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนได้น้อยลงความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-2 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

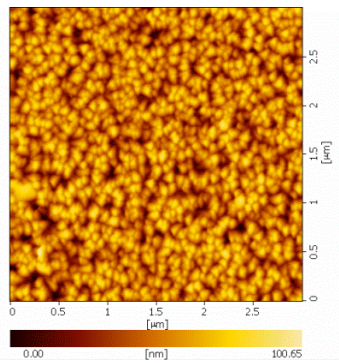
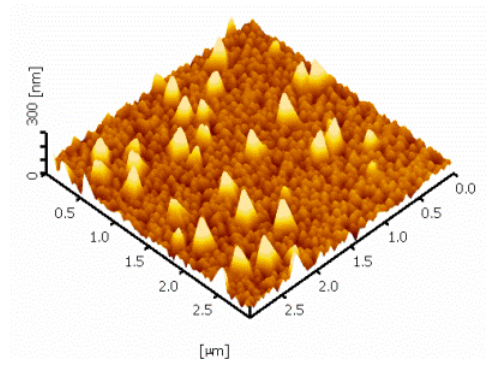
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (Rrms) (nm)
2.0	1415	26
4.0	1091	22
6.0	906	15
8.0	859	12



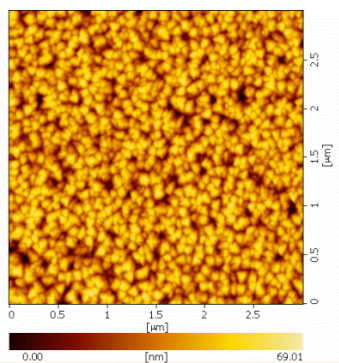
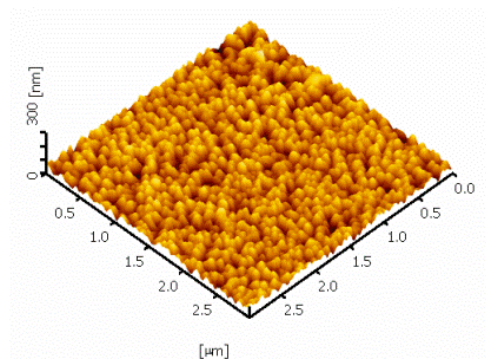
(a)



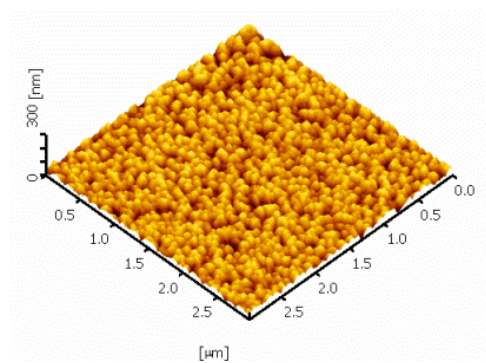
(b)



(c)



(d)



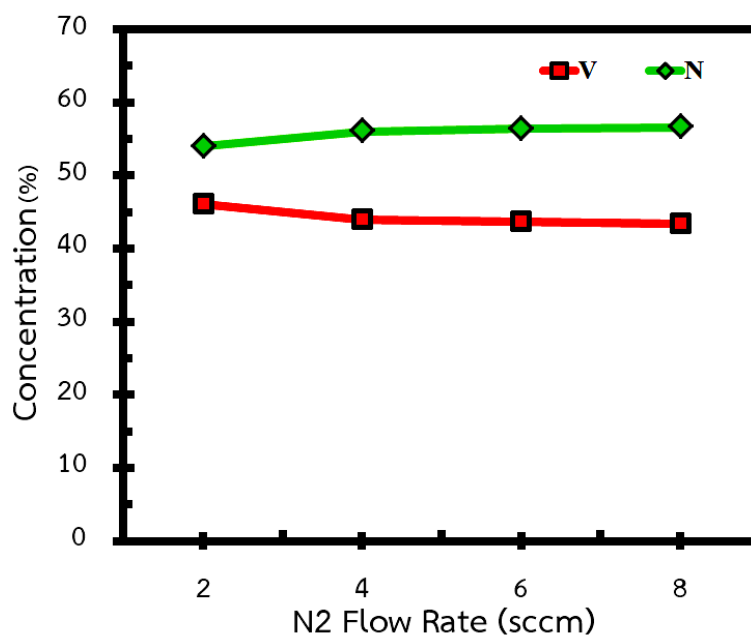
ภาพที่ 4-5 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
(a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm

5. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-6 แสดงองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 46.1% และ 53.9% เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 8 sccm ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 43.4% และ 56.6% และมีอัตราส่วนระหว่าง วาเนเดียม ต่อไนโตรเจน (V:N) ประมาณ 0.8-0.9 ทั้งนี้จากผลการศึกษพบว่าปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มที่เคลือบได้มีปริมาณเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนที่เข้าร่วมตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมมีแนวโน้มลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-3 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
	V	N	V:N
2.0	46.1	53.9	0.9
4.0	43.9	56.1	0.8
6.0	43.6	56.4	0.8
8.0	43.4	56.6	0.8



ภาพที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

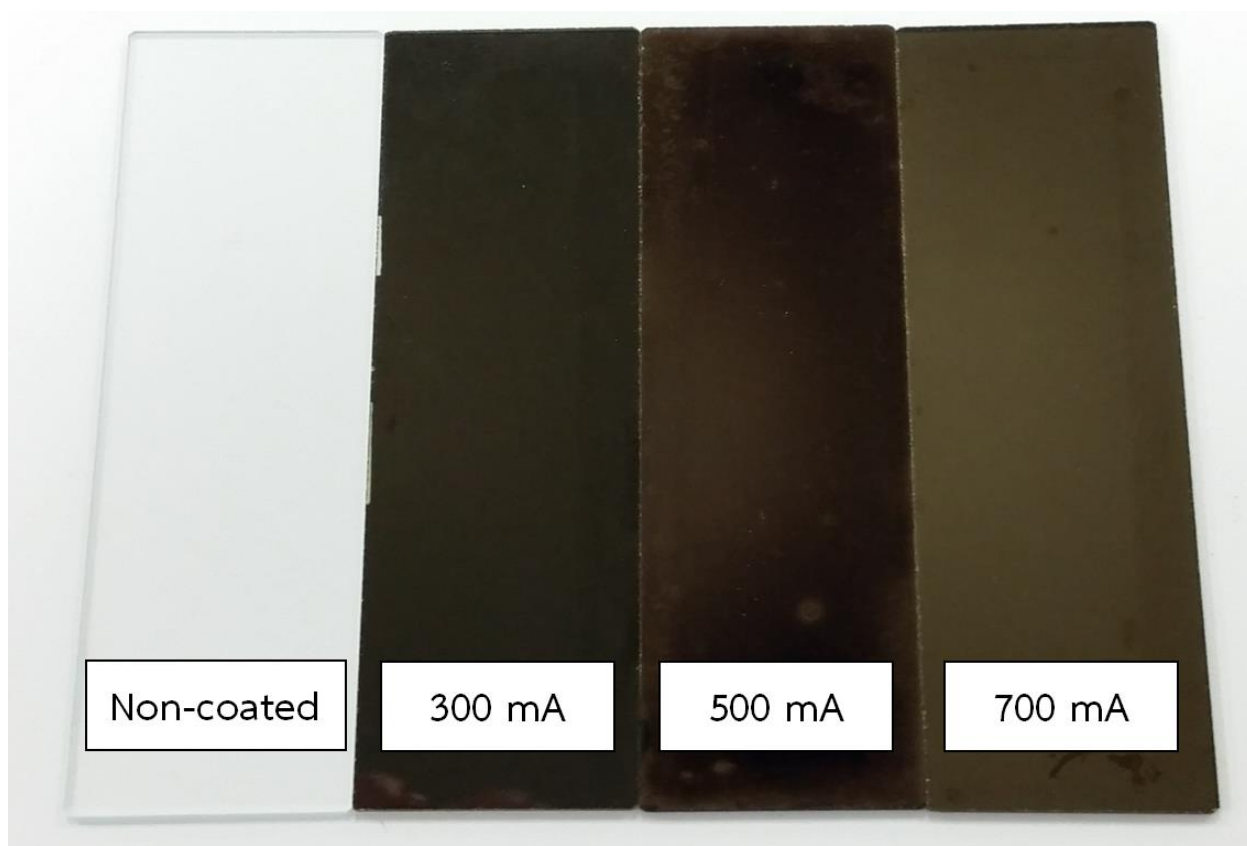
4.2 ผลของกระแสไฟฟ้า

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า 3 ค่า คือ 300 mA, 500 mA และ 700 mA ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบ โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้ มีผลการศึกษาดังนี้

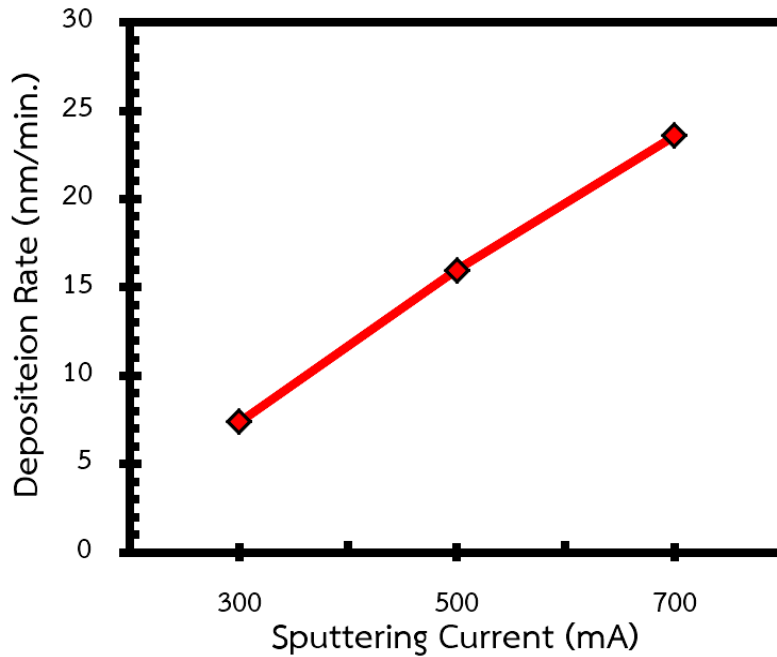
1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า พบว่า ฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี มีสีน้ำตาลเข้ม สีน้ำตาล และสีน้ำตาลอ่อน เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 4-7)

อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า ซึ่งคำนวณจากความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาที่ในการเคลือบ พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น โดยที่กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 300 mA อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 7 nm/min และมีค่าเพิ่มเป็น 24 nm/min เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 700 mA (ภาพที่ 4-8) เนื่องจากการเพิ่มกระแสไฟฟ้าจะทำให้เป่าสารเคลือบถูกสปีดเตอร์ออกมาเป็นอะตอมวาเนเดียมเพิ่มขึ้น ทำให้โอกาสในการฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบของวาเนเดียมไนไตรด์เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลให้ความหนาของฟิล์มที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) เพิ่มขึ้นตามไปด้วย



ภาพที่ 4-7 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

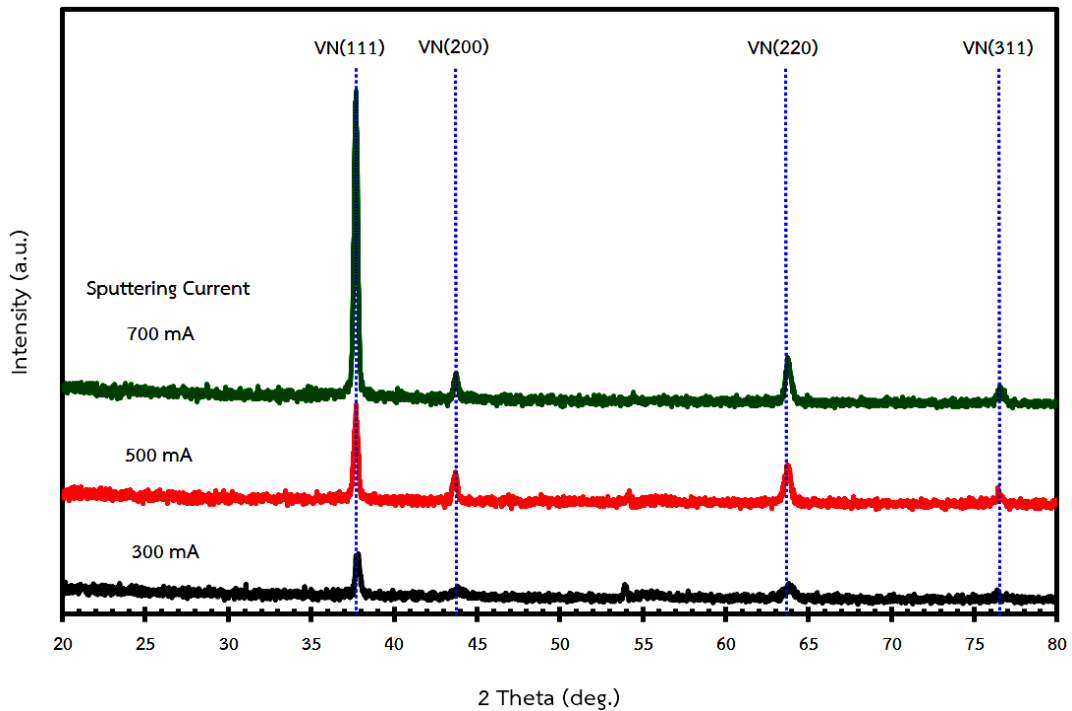


ภาพที่ 4-8 อัตราเคลือบของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้เคลือบ พบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้า โดยฟิล์มที่เคลือบได้สำหรับทุกเงื่อนไขการเคลือบพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.62° , 43.64° , 63.62° และ 76.42° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าเพิ่มขึ้นทุกระนาบตามค่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

จากข้อมูลที่ได้จากการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้เคลือบ ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างผลึกครบทุกระนาบได้แก่ (111), (200), (220) และ (311) และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าเพิ่มขึ้นทุกระนาบ โดยโครงสร้างผลึกระนาบ (111) มีความเข้มสูงสุด ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้า เนื่องจากการทดลองนี้กำหนดให้ใช้เวลาการเคลือบคงที่ แล้วแปรค่ากระแสไฟฟ้า ซึ่งทำให้ความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่ใช้เคลือบ ประกอบกับค่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น มีส่วนทำให้พลังงานของอะตอมสารเคลือบเพิ่มขึ้น ดังนั้นเมื่ออะตอมสารเคลือบเคลื่อนที่ไปถึงวัสดุรองรับจึงยังสามารถเคลื่อนที่ไปรวมกับอะตอมสารเคลือบอื่นข้างเคียงแล้วเกิดการรวมตัวกันทำให้ผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น



ภาพที่ 4-9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ คำนวณจากสมการของ Scherrer พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 58 nm เป็น 76 nm (ตารางที่ 4-4) เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น อะตอมสารเคลือบ (VN) มีพลังงานมากขึ้น เมื่ออะตอมสารเคลือบไปถึงผิวหน้าของวัสดุรองรับยังมีพลังงานมากพอในการเคลื่อนไหว (mobility) ทำให้อะตอมสารเคลือบมีการรวมตัวกับอะตอมอื่นๆ ก่อนฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์ม ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

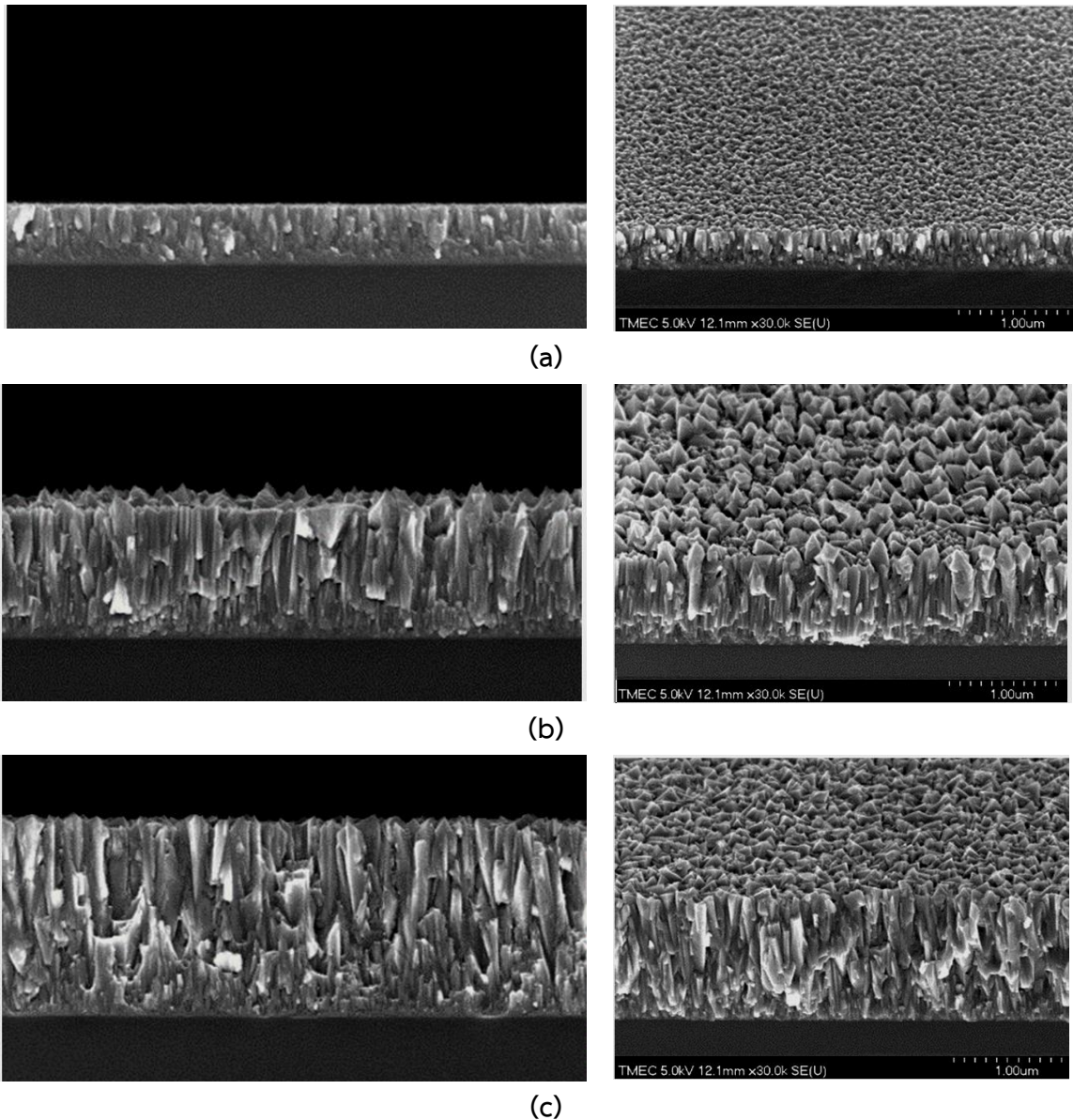
ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 4.107 – 4.118 Å (ตารางที่ 4-4) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å) ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ

ตารางที่ 4-4 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

กระแสไฟฟ้า (mA)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
300	58	4.118
500	62	4.117
700	76	4.107

3. โครงสร้างจุลภาค

ภาพที่ 4-10 แสดงโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าภาคตัดขวางของฟิล์มแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบทึบแน่นและเปลี่ยนเป็นแบบคอลัมน์นาร์เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ส่วนผิวหน้าของฟิล์มพบว่าที่กระแสไฟฟ้าต่ำมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กกลมมนกระจายสม่ำเสมอและเปลี่ยนเป็นรูปทรงปิรามิดเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น ความหนาฟิล์มมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นเป่าสารเคลือบมีโอกาสถูกสปัตเตอร์ออกมาเป็นอะตอมวาเนเดียมรวมตัวกับไนโตรเจนเป็น วาเนเดียมไนไตรด์เป็นชั้นเคลือบได้มากขึ้น จากภาคตัดขวางพบว่าเมื่อใช้กระแสต่ำฟิล์มมีโครงสร้างแบบทึบแน่น และเปลี่ยนเป็นแบบคอลัมน์นาร์เมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น



ภาพที่ 4-10 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

(a) 300 mA, (b) 500 mA, (c) 700 mA

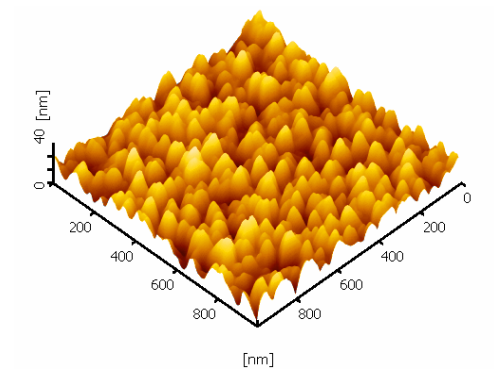
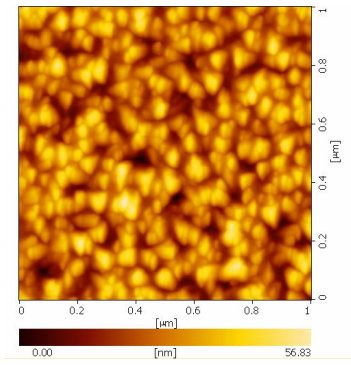
3. ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ภาพที่ 4-11 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าต่ำ (300 mA) อะตอมของสารเคลือบที่ฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับมีลักษณะเป็นทรงแหลมสูงและร่องลึกกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวสูง (92 nm) เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เป็น 500 mA ผิวหน้าฟิล์มยังคงมีลักษณะเหมือนเดิมคือมีลักษณะเป็นแท่งแหลมสูง ความหยาบผิวมีค่าลดลง (52 nm) สุดท้ายเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 700 mA พบว่าในช่วงนี้สารเคลือบทั้งหมดมีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ความหยาบผิวมีค่าต่ำที่สุด (20 nm)

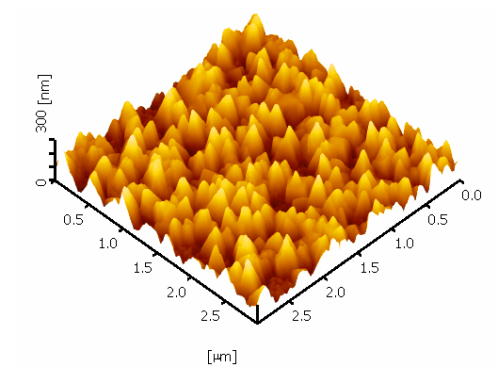
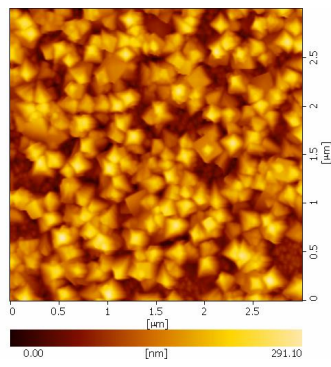
สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้พบว่ามีค่าเปลี่ยนแปลงตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 443 nm เป็น 1415 nm ส่วนความหยาบผิวลดลงจาก 92 nm เป็น 20 nm (ตารางที่ 4-5) เพราะเมื่อกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นทำให้โอกาสที่เป้าสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ออกมาเป็นอะตอมวาเนเดียมรวมตัวกับไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นอะตอมของวาเนเดียมไนไตรด์ สะสมพอกพูนเป็นชั้นเคลือบของวาเนเดียมไนไตรด์ที่วัสดุรองรับเพิ่มขึ้นเป็นผลให้ความหนาของฟิล์มที่เคลือบเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้า ส่วนความหยาบผิวที่ลดลงตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น เกิดจากอะตอมสารเคลือบ (วาเนเดียมไนไตรด์) ที่รวมตัวกันหน้าผิวของวัสดุรองรับยังคงมีพลังงานมากทำให้อะตอมสารเคลือบมีการเคลื่อนที่ไปรวมตัวกับอะตอมสารเคลือบอื่นข้างเคียงผิวหน้าของฟิล์มที่เคลือบได้จึงค่อนข้างเรียบ ความหยาบผิวจึงมีค่าลดลง

ตารางที่ 4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

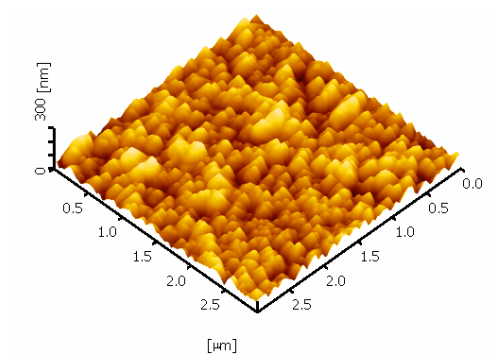
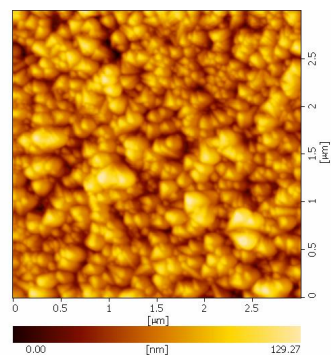
กระแสไฟฟ้า (mA)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (Rrms) (nm)
300	443	92
500	959	52
700	1415	20



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 4-11 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

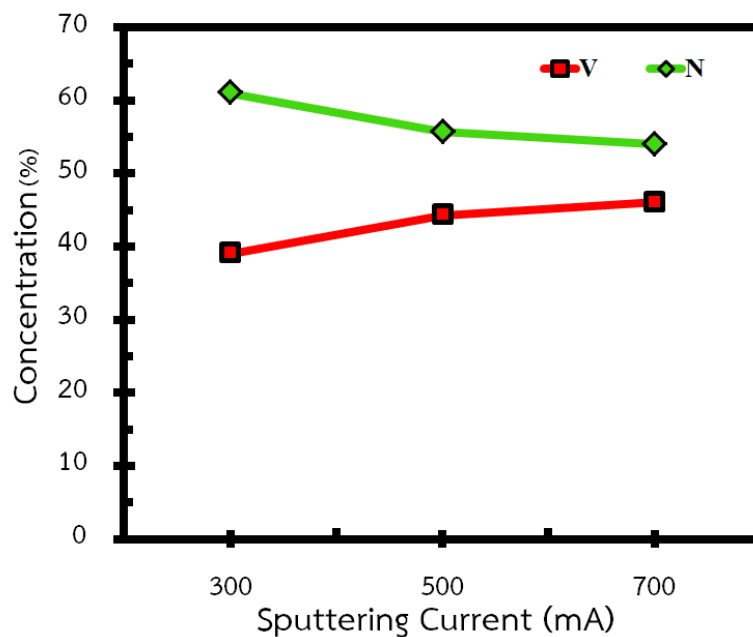
(a) 300 mA, (b) 500 mA, (c) 700 mA

4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-12 แสดงองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยเมื่อกระแสไฟฟ้าต่ำเท่ากับ 300 mA ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 39.1% และ 60.9% เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 700 mA ฟิล์มมีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 46.1% และ 53.9% และมีอัตราส่วนระหว่าง วาเนเดียม ต่อ ไนโตรเจน (V:N) ประมาณ 0.6-0.9 ทั้งนี้จากผลการศึกษพบว่าปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มที่เคลือบได้มีปริมาณเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมในระบบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมารวมกับไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

กระแสไฟฟ้า (mA)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
	V	N	V:N
300	39.1	60.9	0.6
500	44.3	55.7	0.8
700	46.1	53.9	0.9



ภาพที่ 4-12 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

ผลการศึกษาในงานวิจัยนี้มี 2 ส่วน ได้แก่ ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ ผลของกระแสไฟฟ้า ซึ่งมีผลสรุปดังนี้

1. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 สีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.2 อัตราเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์มีค่าลดลงตามการเพิ่มของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.3 ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่ได้ มีโครงสร้างผลึก ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 ทั้งนี้เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่า ระนาบ (200) หายไป และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าลดลง

1.4 ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าลดลง จาก 77 nm เป็น 47 nm ตามการเพิ่มของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ส่วนค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.127 Å ใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å)

1.5 ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์นาร์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้นด้วย

1.6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm

1.7 ฟิล์มที่เคลือบได้มีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ ประมาณ 0.8-0.9 โดยปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณวาเนเดียมมีค่าลดลง ตามการเพิ่มของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

2. ผลของกระแสไฟฟ้า

- 1.1 สีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงตามค่ากระแสไฟฟ้า
- 1.2 อัตราเคลือบฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์มีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของค่ากระแสไฟฟ้า
- 1.3 ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่ได้ มีโครงสร้างผลึก ระบุ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 ทั้งนี้เมื่อค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นพบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าเพิ่มขึ้น
- 1.4 ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น จาก 58 nm เป็น 76 nm เพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้า ส่วนค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.118 Å ใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวาเนเดียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å)
- 1.5 ลักษณะผิวหน้าของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์
- 1.6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้า โดยเมื่อค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 443 nm เป็น 1415 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm
- 1.7 ฟิล์มที่เคลือบได้มีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ ประมาณ 0.6-0.9 โดยปริมาณไนโตรเจนในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นขณะที่ปริมาณวาเนเดียมมีค่าลดลง ตามการเพิ่มของค่ากระแสไฟฟ้า

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ฟิล์มที่เตรียมในงานวิจัยนี้เป็นแบบ Binary Nitride Coating ซึ่งมีความแข็งระดับหนึ่ง ทั้งนี้มีหลายงานวิจัยที่ปรับปรุงสมบัติเชิงกลของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ (VN) โดยเพิ่มอะตอมของ ไทเทเนียม (Ti), โครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในโครงสร้างหลัก ซึ่งทำให้ได้ฟิล์มแบบ Ternary Nitride Coating ซึ่งเป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็งและประสิทธิภาพสูงกว่าชั้นเคลือบแบบ Binary Nitride Coating
2. งานวิจัยนี้ใช้ กระจกสไลด์ และ ซิลิกอน เป็นวัสดุรองรับ สำหรับการเตรียมฟิล์ม อย่างไรก็ตามลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและสมบัติบางประการ มีส่วนเกี่ยวข้องกับลักษณะและโครงสร้างผลึกของวัสดุรองรับ จึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ
3. การเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบด้วยเทคนิครีแอคทีฟสปัตเตอร์ริงทำได้ค่อนข้างยาก เนื่องจากเมื่อแปรค่าพารามิเตอร์การเคลือบ หรือ เงื่อนไข ที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ มักส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้ เช่น กำลังไฟฟ้า ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตน์. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสเปดเตอริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Bunshah, R.F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2nd ed.). New Jersey, Noyes.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York, John Wiley & Sons.
- D'Anna, E., Cristoforo, AD., Fernández, M., Leggieri, G., Luches, A., Majni, G., Mengucci, P. and Nanai, L. (2002). Excimer Laser Reactive Deposition of Vanadium Nitride Thin Films. *Applied Surface Science*. 186(1-4), 496-501.
- Gassner, G., Mayrhofer, P.H., Kutschej, K., Mitterer, C. & Kathrein, M. (2004). A new low friction concept for high temperatures: lubricious oxide formation on sputtered VN coatings. *Tribology Letters*. 17, 751-756.
- Glaser, A., Surnev, S., Netzer, F., Fateh, N., Fontalvo, G., & Mitterer, C. (2007) Oxidation of Vanadium Nitride and Titanium Nitride Coatings. *Surface Science*. 601. 1153-1159.
- Gueddaoui, H., Schmerber, G., Abes, M., Guemaz, M. & Parlebas, J.C. (2006). Effects of experimental parameters on the physical properties of non-stoichiometric sputtered banadium nitrides films. *Catalysis Today*. 113. 270-274.
- Han, Z., Tian, J., Lai, Q., Yu, X., & Geyang, L. (2003). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered CrN_x films. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189-193.
- Hurkmans, T., Lewis, D. B., Brooks, J. S., & Münz, W.-D. (1996). Chromium nitride coatings grown by unbalanced magnetron (UBM) and combined arc/unbalanced magnetron (ABSTTM) deposition techniques. *Surface and Coatings Technology*, 86-87, 192-199.
- Ma, C.H., Huang, J.H., & Chen, H. (2000). A Study of Preferred Orientation of Vanadium Nitride and Zirconium Nitride Coatings on Silicon Prepared by Ion Beam Assisted Deposition. *Surface and Coatings Technology*. 133-134, 289-94.

- Parameswaran, V. R., Immarigeon, J. P., & Nagy, D. (1992). Titanium nitride coating for aero engine compressor gas path components. *Surface and Coatings Technology*, 52, 251-260.
- Pilloud, D., Dehlinger, A. S., Pierson, J. F., Roman, A., & Pichon, L. (2003). Reactively sputtered zirconium nitride coatings: structural, mechanical, optical and electrical characteristics. *Surface and Coatings Technology*, 174–175, 338-344.
- Qiu, Y., Sam, Z., Bo, L., Jyh-Wei, L., & Dongliang, Z. (2004). Influence of Nitrogen Partial Pressure and Substrate Bias on the Mechanical Properties of VN Coatings *Procedia Engineering*. 36,. 217 – 225.
- Smith, D.L. (1995). *Thin-film deposition: principle and practice*. New York: McGraw-Hill.
- Suszko, T., Gulbiński, W., Urbanowicz, A. & Gulbiński, W. (2011). Preferentially oriented vanadium nitride films deposited by magnetron sputtering. *Materials Letters*, 65, 2146-2148.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles, technology and applications*. New Jersey: Noyes.
- Wiklund, U., Casas, B. and Stavlid, N. (2006). Evaporated Vanadium Nitride as a Friction Material in Dry Sliding Against Stainless Steel. *Wear*. 261. 2–8.
- Vossen, J.L., & Kerns, W. (1978). *Thin Film Processes*. New York: Academic Press.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ผลผลิต

ผลผลิต

- โครงการ** การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง
- แหล่งทุน** ทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล
(งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา
รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558
-

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับชาติ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2558. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง. ใน การประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 7 (7th RMUTNC), “ราชมงคลกับการวิจัยอย่างยั่งยืน”, 1-3 กันยายน 2558, ณ อาคาร 35 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน จ.นครราชสีมา.

2. ผลงานเชิงสาธารณะ

1. การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 3 ครั้ง
2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง
3. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาโท วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.จงรัก บ่อทรัพย์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์
ที่เคลือบด้วยรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

1. ผลงานตีพิมพ์ - 1



ที่ ศธ ๐๕๘๖.๑๐๐๐/๓๑๔๔

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
๗๔๔ ถนนสุรนารายณ์ ตำบลในเมือง
อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา ๓๐๐๐๐

๖ สิงหาคม ๒๕๕๘

เรื่อง ขอเชิญเข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับชาติมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ ๗
และการประชุมวิชาการระดับนานาชาติมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ ๖

เรียน คุณนิรันดร์ วิฑิตอนันต์

ตามที่ท่านได้ส่งผลงานวิจัยเรื่อง ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบาง
วานเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีอีพ็อกซีพดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง เข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับชาติ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ ๗ และการประชุมวิชาการระดับนานาชาติมหาวิทยาลัยเทคโนโลยี
ราชมงคล ครั้งที่ ๖ โดยจัดขึ้นระหว่างวันที่ ๑ - ๓ กันยายน ๒๕๕๘ ณ อาคาร ๓๕ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี
ราชมงคลอีสาน อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา ซึ่งผลงานวิจัยเรื่องดังกล่าวของท่านได้ผ่านการพิจารณาให้เข้า
ร่วมการประชุมวิชาการฯ

ในการนี้ผู้จัดงานขอเชิญท่านเข้าร่วมการประชุมวิชาการฯ ระหว่างวันที่ ๑ - ๓ กันยายน ๒๕๕๘
ณ อาคาร ๓๕ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา โดยผู้จัดงานจะแจ้ง
กำหนดการ วันเวลา และสถานที่ในการนำเสนอผลงานของท่าน ผ่านทางเว็บไซต์ <http://www.rmutcon.rmuti.ac.th/>
ภายในวันที่ ๑๕ สิงหาคม ๒๕๕๘ และขอความกรุณาท่านส่งแบบตอบรับเข้าร่วมงานตามแบบฟอร์มที่แนบมาพร้อมนี้
มายังผู้จัดงานทางอีเมล n.oo.kitiya@hotmail.com ภายในวันที่ ๑๐ สิงหาคม ๒๕๕๘

ขอแสดงความนับถือ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์เฉลิมพล เยื้องกลาง)

ประธานกรรมการฝ่ายวิชาการ

สถาบันวิจัยและพัฒนา

โทร. ๐ ๔๔๒๓ ๓๐๖๓ ต่อ ๒๕๕๐

โทรสาร ๐ ๔๔๒๓ ๓๐๖๔

ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอริง

Effect of N₂ Gas Flow Rate on Structure of VN Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering Method

นิรันดร์ วิทิตอนันต์^{1*}, สุรสิงห์ ไชยคุณ²

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ (VN) เคลือบบนซิลิกอนด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2.0 – 8.0 sccm ต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โครงสร้างผลึก ความหนา ความหยาบผิว ลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์ม ศึกษาด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) และ energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบ fcc ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มมีค่าในช่วง 47 – 77 nm และ 4.107 – 4.127 Å ตามลำดับ ส่วนความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น จาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางด้วย FE-SEM แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมิลักษณะพื้นผิวที่แน่นขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ฟิล์มที่เคลือบได้มีวาเนเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง; วาเนเดียมไนไตรด์; อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน; รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปตเตอริง

¹ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จังหวัดชลบุรี

E-mail : nirun@buu.ac.th

² ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จังหวัดชลบุรี

E-mail : s-chaikhun@hotmail.com

Abstract

Vanadium nitride (VN) thin films were deposited on silicon by reactive DC magnetron sputtering method. The effect of the N₂ gas flow rate, in range of 2.0 – 8.0 sccm, on the structure of the as-deposited films was investigated. The crystal structure, thickness, roughness, surface morphology and chemical composition were characterized by X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), respectively. The results showed that the as-deposited VN thin films was fcc with (111), (200), (220) and (311) plane, which varied with the N₂ gas flow rate. The crystal size and lattice constant were in range of 47 – 77 nm and 4.107 – 4.127 Å, respectively. The film's thickness and roughness decreased with increasing of N₂ gas flow rate, from 1415 nm to 859 nm and 26 nm to 12 nm, respectively. Cross section analysis by FE-SEM showed compact columnar structure and dense morphology as a result of increasing the N₂ gas flow rate. The as-deposited films compose of vanadium and nitrogen in difference ratio, which varied with the N₂ gas flow rate.

Keywords : thin film; vanadium nitride; N₂ gas flow rate; reactive DC magnetron sputtering

บทนำ

ปัจจุบันการปรับปรุงสมบัติเชิงผิวของวัสดุต่าง ๆ ให้มีประสิทธิภาพดีขึ้นหรือมีสมบัติตามต้องการ เช่น เพื่อให้ผิวของวัสดุมีความแข็งแกร่งต่อการขีดข่วน วัสดุที่มีสมบัติต้านทานการกัดกร่อน ทนความร้อนที่อุณหภูมิสูง หรือ มีสีสวยงาม ฯลฯ สามารถทำได้หลายวิธี ทั้งนี้แนวทางหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรมอย่างมาก คือ การเคลือบสารที่มีสมบัติเหมาะสมบนผิววัสดุในลักษณะของฟิล์มบาง (thin films) โดยการเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition ; PVD) ซึ่งเป็นวิธีเคลือบที่มีประสิทธิภาพสูง เนื่องจากวิธีนี้สามารถควบคุมกระบวนการเกิดขึ้นเคลือบหรือฟิล์มบางได้อย่างแน่นอนและเที่ยงตรง ทั้งในด้านความหนาและองค์ประกอบธาตุทางเคมี ชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางยึดติดกับวัสดุรองรับหรือชิ้นงานดีมาก นอกจากนี้การเคลือบด้วยไอกายภาพยังสามารถเคลือบชิ้นงานหรือวัสดุได้

หลายประเภท ทั้งโลหะ อโลหะ หรือ ของผสม ที่สำคัญการเคลือบด้วยไอกายภาพไม่มีการใช้สารเคมีในกระบวนการเคลือบจึงไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมอีกด้วย ทั้งนี้ช่วงเวลาที่ผ่านมากลุ่มวิจัยและภาคอุตสาหกรรมเริ่มสนใจฟิล์มบางไนไตรด์ของธาตุทรานซิชัน เช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) และโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เพิ่มขึ้นเป็นลำดับ เนื่องจากฟิล์มบางกลุ่มนี้มีสมบัติที่เด่นหลายด้าน เช่น มีความแข็งสูง ทนการขีดข่วน ขัดสีและกัดกร่อนดี นำไฟฟ้าดี จุดหลอมเหลวสูง มีความเสถียรทางเคมีและความร้อนดี (Lim et al., 2000; Shi et al., 2013) จึงมีการนำฟิล์มบางไนไตรด์ของธาตุทรานซิชันเหล่านี้ไปใช้งานอย่างกว้างขวาง

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จัดเป็นฟิล์มของธาตุทรานซิชันอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นหลายประการ เช่น มีความแข็งมาก มีสมบัติไดรบอลอย์ที่ดี นำความร้อนดี มีจุดหลอมเหลวสูง มีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำเมื่ออยู่ในบรรยากาศที่มีอุณหภูมิสูง เพราะเกิดขึ้นของออกไซด์ที่ผิวหน้าของฟิล์มซึ่งช่วยลดแรงเสียดทานที่ผิวหน้าฟิล์ม ที่เรียกว่า การหล่อลื่นตัวเอง (self-lubricants) (Lugscheider et al., 2000) ปกติวาเนเดียมไนไตรด์มีเฟสที่เสถียร 2 เฟส คือ เฮกซะโกนอล β -V₂N และ คิวบิก δ -VN (Massalski, 1991) ที่สำคัญวาเนเดียมไนไตรด์ยังจัดเป็นสารประกอบทนไฟ (refractory compound) มีอุณหภูมิทรานซิชัน (transition temperature) ในช่วง 2 ถึง 9 K ซึ่งแปรค่าไปตามปริมาณไนโตรเจนและความเครียดคางในฟิล์ม (Liu et al., 2014) นอกจากสมบัติเชิงกลที่ดีเยี่ยมแล้ว ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ยังมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีมาก จึงมีการนำไปใช้ทำขั้วอิเล็กโทรดของแบตเตอรี่ (Sun and Fu, 2008) และซูเปอร์คาปาซิเตอร์ (Choi et al., 2006) อีกด้วย

การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีเคลือบแบบใช้ลำไอออนช่วย (Ion Beam Assisted Deposition) (Ma et al., 2000) หรือ วิธีระเหด้วยเลเซอร์แบบพัลส์ (Pulsed Laser Ablation) (D'Anna et al., 2002) วิธีระเหยแบบรีแอคทีฟด้วยลำอิเล็กตรอน (Reactive Electron Beam Evaporation) (Wiklun et al., 2006) และ วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (Reactive Magnetron Sputtering) (Glaser et al., 2007) แต่การเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงได้รับความนิยมมากที่สุดเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ๆ เนื่องจากวิธีนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิห้อง อีกทั้งไอออนปริมาณมากที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบซึ่งระดมยิง (bombard) ไปยังฟิล์มที่กำลังโตขึ้นบนผิวหน้าของวัสดุรองรับซึ่งทำให้เกิดความร้อนที่เนื้อฟิล์มขณะเคลือบที่เรียกว่า plasma heating effect ซึ่งทำให้สามารถควบคุมโครงสร้างผลึกของฟิล์มได้ตามต้องการ นอกจากนี้การปรับเปลี่ยนโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้จากวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงยังทำได้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยาก เพียงปรับเงื่อนไขการเคลือบเท่านั้น เช่น ความดัน อัตราไหลแก๊ส กำลังไฟฟ้า ฯลฯ ทำให้การเคลือบด้วยวิธีนี้สามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ระดับอุตสาหกรรมได้ไม่ยากนัก

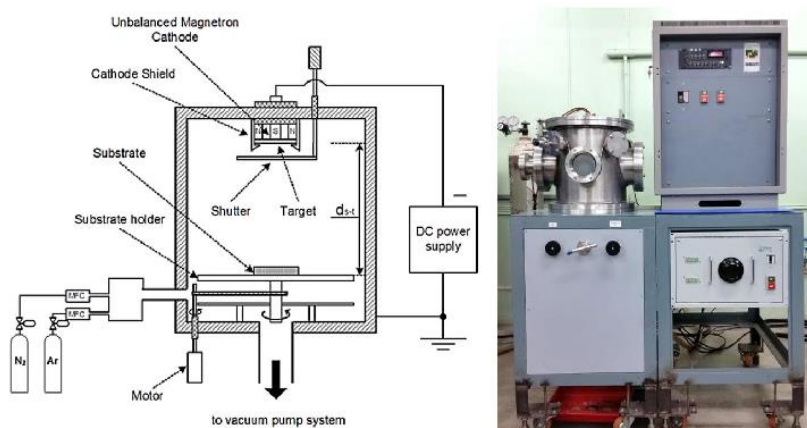
โดยทั่วไปแล้วสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้มักสัมพันธ์กับลักษณะเฉพาะของฟิล์มเช่น โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว ฯลฯ ดังนั้นการปรับเปลี่ยนลักษณะเฉพาะของฟิล์มเพียงเล็กน้อยก็อาจทำให้สมบัติของฟิล์มเปลี่ยนไป การศึกษาเกี่ยวกับฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ในช่วงที่ผ่านมาส่วนใหญ่เน้นศึกษาเกี่ยวกับสมบัติเชิงกล ไฟฟ้าและแม่เหล็ก แต่การศึกษาถึงผลของเงื่อนไขการเคลือบเช่น กำลังไฟฟ้า การไบแอส อัตราไหลแก๊ส หรือการให้ความร้อน ฯลฯ ต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มยังมีน้อยมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลของอัตราไหลแก๊สที่ใช้เคลือบต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้จากการศึกษาของ Gueddaoui et al (2006) พบว่าโครงสร้างของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้เคลือบ ดังนั้นการศึกษามูลของเงื่อนไขการเคลือบต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ จึงยังคงมีความสำคัญและจำเป็นต้องศึกษาวิจัยต่อไป บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการเตรียมฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงบนซิลิกอนที่อุณหภูมิห้อง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มที่เตรียมได้เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานต่อไป

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

ฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ในงานนี้เตรียมด้วยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศ (รูปที่ 1) ซึ่งมีห้องเคลือบเป็นทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm ติดตั้งเป้าสารเคลือบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm ที่แคโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง การเคลือบใช้แก๊ส 2 ชนิด ได้แก่ แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และ แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สไอปฏิกิริยา การจ่ายแก๊สในการเคลือบควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D ระบบเครื่องสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพรว์ไอ ซึ่งมีเครื่องสูบลอโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย วัดความดันในห้องเคลือบด้วยมาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

การเคลือบเริ่มจากนำวัสดุรองรับได้แก่ กระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน เข้าห้องเคลือบ ลดความดันในห้องเคลือบให้เท่ากับ 5.0×10^{-5} mbar (ความดันพื้น) จากนั้นจึงปล่อยแก๊สที่ใช้ในระบบการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน) เข้าห้องเคลือบกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 20.0 sccm และแปรค่าอัตราแก๊สไนโตรเจน 4 ค่า ได้แก่ 2.0, 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm โดยควบคุมให้ความดันรวมขณะเคลือบคงที่เท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar การเคลือบกำหนดให้กำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียมเท่ากับ 270 W โดยฟิล์มแต่ละชุดใช้เวลาการเคลือบนาน 60 นาที เงื่อนไขการเคลือบสรุปในตารางที่ 1

ฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้ (1) โครงสร้างผลึก ศึกษาด้วยเทคนิค XRD (Bruker รุ่น D8) ตรวจวัดแบบ 2θ-scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง เท่ากับ 2° (2) ขนาดผลึก คำนวณตามสมการของ Scherrer (3) ลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิว ศึกษาด้วยเทคนิค AFM (SEIKO Instrument รุ่น SPA400) (4) ลักษณะพื้นผิว ความหนา และโครงสร้างจุลภาค ศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM (Hitashi รุ่น s4700) และ (5) องค์ประกอบธาตุ ศึกษาด้วยเทคนิค EDS (EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น1450VP)



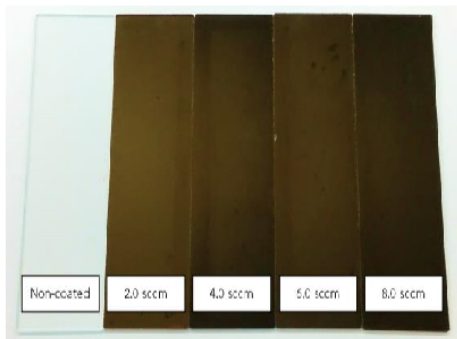
รูปที่ 1 โดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์

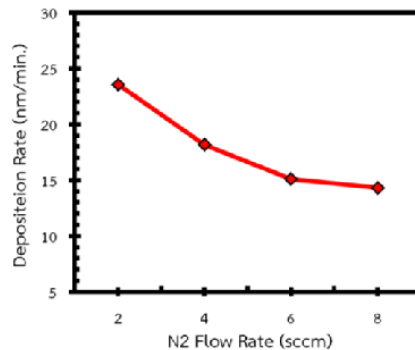
พารามิเตอร์	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	วานาเดียม (V) ความบริสุทธิ์ 99.95%
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์, ซิลิกอน
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ	10 cm
ความดันพื้น	5.0×10^{-5} mbar
ความดันรวมขณะเคลือบ	5.0×10^{-3} mbar
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน	20.0 sccm
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	2.0, 4.0, 6.0, 8.0 sccm
กำลังสปัตเตอริง	270 W
เวลาการเคลือบ	60 min

ผลและอภิปรายผลการวิจัย

ฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมด มีลักษณะเรียบเนียน สะท้อนแสงดี มีสีน้ำตาลอ่อน สีน้ำตาล และสีน้ำตาลเข้ม เปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (รูปที่ 2) ส่วนอัตราเคลือบของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ซึ่งคำนวณจากความหนาของฟิล์มหารด้วยเวลาที่ใช้ในการเคลือบพบว่า มีค่าลดลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 24 nm/min และมีค่าลดลงเป็น 14 nm/min เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 8.0 sccm (รูปที่ 3) เนื่องจากการเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจะทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในห้องเคลือบมีค่าเพิ่มขึ้น จนถึงค่าหนึ่งซึ่งมากเกินไปพอสำหรับใช้ในการทำปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมเพื่อฟอร์มตัวเป็นฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ไปเคลือบบนผิววัสดุรองรับ โดยอะตอมของไนโตรเจนส่วนเกินจะทำให้ปฏิกิริยากับอะตอมของวาเนเดียมที่หน้าเป้าสารเคลือบ จนเกิดเป็นชั้นบาง ๆ ของสารประกอบไนไตรด์ (เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า target poisoning) ซึ่งส่งผลให้เป้าสารเคลือบ (วาเนเดียม) ถูกสปีดเตอร์ได้ยากขึ้น (เนื่องจากสารประกอบไนไตรด์มีค่าสปีดเตอร์ยี่ลด์ต่ำกว่าโลหะบริสุทธิ์) ทำให้ปริมาณอะตอมของวาเนเดียมที่ถูกสปีดเตอร์ออกมาเพื่อฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มมีจำนวนลดน้อยลง เป็นผลให้ความหนาของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบบนผิวหน้าของวัสดุรองรับในหนึ่งหน่วยเวลา (อัตราเคลือบ) ลดลงตามไปด้วย

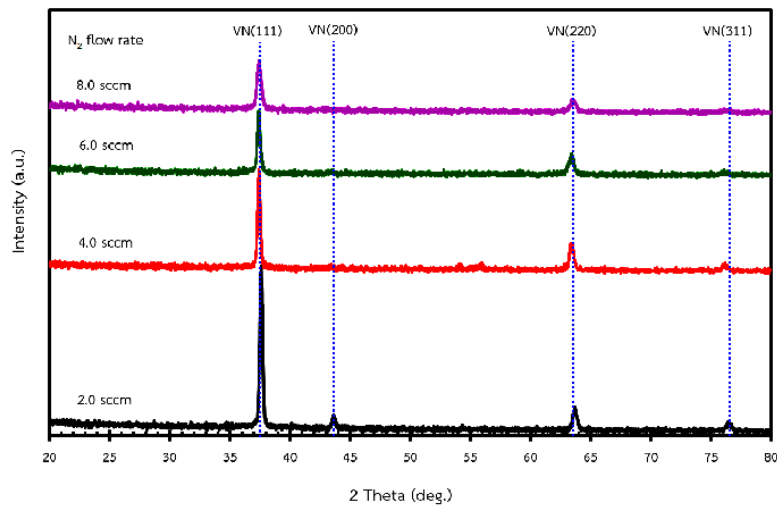


รูปที่ 2 สีของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3 อัตราเคลือบของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

รูปที่ 4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดยฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.62° , 43.64° , 63.62° และ 76.42° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 และเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนขึ้นเป็น 4.0, 6.0 และ 8.0 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 43.64° หายไปเหลือเพียงมุม 37.42° , 63.62° และ 76.42° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกครบทุกระนาบได้แก่ (111), (200), (220) และ (311) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้นโครงสร้างผลึกระนาบ (200) กลับหายไปขณะที่ระนาบอื่นยังคงมีอยู่ โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทุกระนาบมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกลดลง เนื่องจากอะตอมสารเคลือบที่จะฟอร์มตัวเป็นฟิล์มมีพลังงานต่ำเพราะสูญเสียพลังงานไปกับการชนกับอะตอมอื่น ในห้องเคลือบที่เพิ่มขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจนระยะปลอดการชนเฉลี่ย (mean free path) ของระบบมีค่าลดลง ทำให้อะตอมต่าง ๆ จึงมีโอกาสชนกันบ่อยขึ้น



รูปที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 2 ค่าความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
					V	N	V:N
2.0	1415	26	77	4.107	46.0	53.9	0.9
4.0	1091	22	75	4.126	43.9	56.0	0.8
6.0	906	15	65	4.127	43.6	56.4	0.8
8.0	859	12	47	4.124	43.4	56.6	0.8

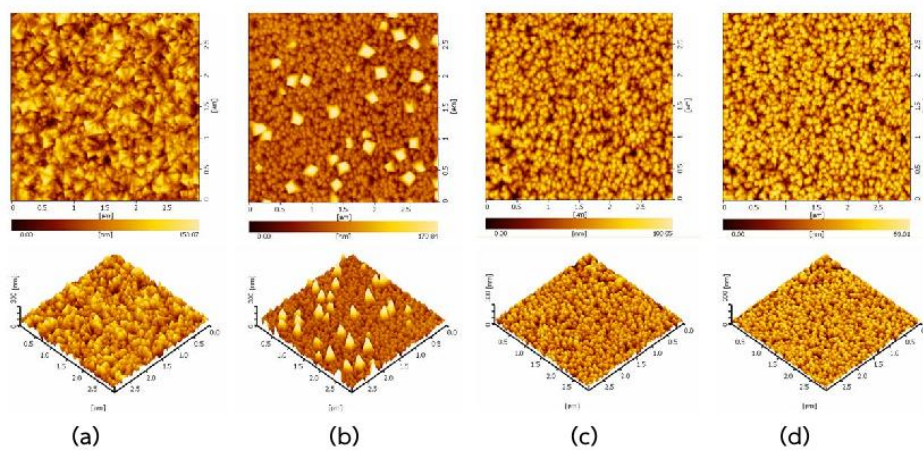
สำหรับความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยความหนามีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm ส่วนความหยาบผิวลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm (ตารางที่ 2) เพราะเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2 sccm) เป่าสารเคลือบ (วานาเดียม) ถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นวานาเดียมไนไตรด์ตกสะสมพอกพูน (deposit) เป็นชั้นของฟิล์มเคลือบบนผิวหน้าวัสดุรองรับอย่างรวดเร็ว ทำให้ฟิล์มที่ได้ค่อนข้างหนาและความหยาบผิวสูง แต่เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนซึ่งทำให้ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนในระบบเพิ่มมากขึ้น จนถึงค่าหนึ่งที่มีปริมาณมากเกินไปสำหรับการฟอร์มตัวเป็นวานาเดียมไนไตรด์ โดยอะตอมของไนโตรเจนที่มากเกินไปจะไปทำให้เกิด target poisoning ที่หน้าเป่าสารเคลือบส่งผลให้วานาเดียมถูกสปัตเตอร์ออกมาทำปฏิกิริยากับอะตอมของไนโตรเจนได้น้อยลงความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ ซึ่งคำนวณจากสมการของ Scherrer ในงานวิจัยนี้ พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าลดลง จาก 77 nm เป็น 47 nm ดังแสดงในตารางที่ 2 เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีค่ามาก อะตอมสารเคลือบ (VN) อาจสูญเสียพลังงานจากการชนกับอะตอมอื่น ๆ ในห้องเคลือบ ซึ่งทำให้อะตอมของสารเคลือบเมื่อเคลื่อนที่ไปถึงผิวหน้าของวัสดุรองรับมีพลังงานไม่มากพอในการเคลื่อนไหว (mobility) ทำให้อะตอมสารเคลือบฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มโดยไม่มีการรวมตัวกับอะตอมสารเคลือบอื่น ขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้จึงมีแนวโน้มที่จะเล็กลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น

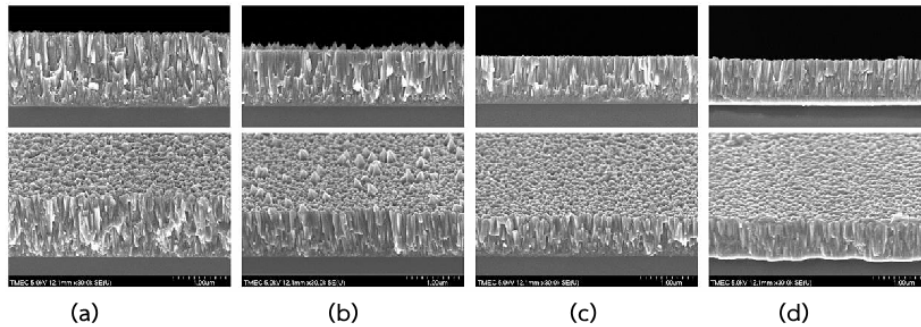
ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 4.107 – 4.127 Å (ตารางที่ 2) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่แลตทิซของสารประกอบวานาเดียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 (มีค่าเท่ากับ 4.130 Å) ผลการศึกษาชี้ให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเตรียมฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ได้ที่อุณหภูมิห้อง

องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้มีวาเนเดียม (V) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของวาเนเดียมต่อไนโตรเจน (V:N) ของฟิล์มที่ได้ พบว่ามีค่าค่อนข้างใกล้เคียงกัน ในช่วง 0.8 – 0.9 แสดงว่าฟิล์มที่ได้ทั้งหมดในงานวิจัยนี้เป็นแบบ stoichiometric โดยองค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (ตารางที่ 2)

รูปที่ 5 แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2.0 sccm) อะตอมของสารเคลือบที่ฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับมีลักษณะเป็นทรงปริมาตรที่มียอดแหลมสูงและร่องลึกกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์มทำให้ฟิล์มมีความหยาบผิวสูง (26 nm) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 4.0 sccm อะตอมสารเคลือบเริ่มมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนทรงกลมมนขนาดเล็ก แต่ยังคงมีอะตอมสารเคลือบบางส่วนที่มีลักษณะทรงปริมาตรยอดแหลม ความหยาบผิวมีค่าลดลง (22 nm) สุดท้ายเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มเป็น 6.0-8.0 sccm พบว่าในช่วงนี้สารเคลือบทั้งหมดมีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ความหยาบผิวมีค่าต่ำที่สุด (12-15 nm) เนื่องจากอัตราเคลือบฟิล์มมีค่าลดลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ทำให้การฟอร์มตัวของฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะค่อยเป็นค่อยไปมีเวลาในการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กมากขึ้น



รูปที่ 5 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2D และ 3D ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
(a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm



รูปที่ 6 โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน
 (a) 2.0 sccm, (b) 4.0 sccm, (c) 6.0 sccm, (d) 8.0 sccm

รูปที่ 6 แสดงโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่ได้ในงานวิจัยนี้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิว เกรนและโครงสร้างของฟิล์มมีลักษณะเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน โดยเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเป็นเหลี่ยมขรุขระกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม และมีขนาดเล็กลงเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4.0 sccm สุดท้ายเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6.0-8.0 sccm พบว่า ผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กหนาแน่นมากขึ้น สำหรับภาคตัดขวางฟิล์มที่เคลือบได้พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลลัมน์าร์และมีลักษณะแน่นขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น

บทสรุป

ฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ ถูกเคลือบบนซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ อุณหภูมิห้องได้เป็นผลสำเร็จ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบ fcc ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ทั้งนี้ความหนา ความหยาบผิวและขนาดผลึก มีค่าลดลงสัมพันธ์กับอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น ฟิล์มทั้งหมดที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบคอลลัมน์าร์ และมีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบใน อัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558)

เอกสารอ้างอิง

- Choi, D., Blomgre, G.E. and Kumta, P.N. (2006). Fast and Reversible Surface Redox Reaction in Nanocrystalline Vanadium Nitride Supercapacitors. **Advanced Materials**. Vol. 18. pp. 1178-1182.
- D'Anna, E., Cristoforo, AD., Fernández, M., Leggieri, G., Luches, A., Majni, G., Mengucci, P. and Nanai, L. (2002). Excimer Laser Reactive Deposition of Vanadium Nitride Thin Films. **Applied Surface Science**. Vol. 186. no. 1-4. pp. 496-501.
- Glaser, A., Surnev, S., Netzer, F., Fateh, N., Fontalvo, G. and Mitterer, C. (2007) Oxidation of Vanadium Nitride and Titanium Nitride Coatings. **Surface Science**. Vol. 601. pp. 1153-1159.
- Gueddaoui, H., Schmerber, G., Abes, M., Guemmaz, M. and Parlebas, J.C. (2006). Effects of experimental parameters on the physical properties of non-stoichiometric sputtered vanadium nitrides films. **Catalysis Today**. Vol. 113. pp. 270-274.
- Lim, J.W., Park, J.S. and Kang, S.W. (2000). Kinetic Modeling of Film Growth Rates of TiN Films in Atomic Layer Deposition. **Journal of Applied Physics**. Vol. 87. pp. 4632-4634.
- Liu, X., Huibin, L., Meng, H., Kuijuan, J., Guozhen, Y., Hao, N. and Kun, Z. (2014). Epitaxial Growth of Vanadium Nitride Thin Films by Laser Molecule Beam Epitaxy. **Materials Letters**. Vol. 123. pp.38-40.
- Lugscheider, E., Knotek, O., Bobzin, K. and Barwulf, S. (2000). Tribological Properties, Phase Generation and High Temperature Phase Stability of Tungsten- and Vanadium-Oxides Deposited by Reactive MSIP-PVD Process for Innovative Lubrication Applications. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 133-134. pp. 362-368.

- Ma, C.H., Huang, J.H. and Chen, H. (2000). A Study of Preferred Orientation of Vanadium Nitride and Zirconium Nitride Coatings on Silicon Prepared by Ion Beam Assisted Deposition. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 133–134. pp. 289–94.
- Massalski, T.B. (1991). **Binary Alloy Phase Diagrams**. Ohio : ASM Metals Park.
- Shi, P.Z., Wang, J., Tian, C.X., Li, Z.G., Zhang, G.D., Fu, D.J. and B. Yang. (2013). Structure, Mechanical and Tribological Properties of CrN Thick Coatings Deposited by Circular Combined Tubular Arc Ion Plating. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 288. pp. S534-S537.
- Sun, Q. and Fu, Z.W. (2008). Vanadium Nitride as a Novel Thin Film Anode Material for Rechargeable Lithium Batteries. **Electrochimica Acta**. Vol. 54. pp. 403-409.
- Wiklund, U., Casas, B. and Stavlid, N. (2006). Evaporated Vanadium Nitride as a Friction Material in Dry Sliding Against Stainless Steel. **Wear**. Vol. 261. pp. 2–8.

2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 1

1. การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 3 ครั้ง

ภาพกิจกรรม

ข้อมูล



ว-ด-ป 11 กพ. 2558
หน่วยงาน คณะอัญมณี
มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี



ว-ด-ป 22 เมย. 2558
หน่วยงาน มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี



ว-ด-ป 27 เมย. 2558
หน่วยงาน ภาควิชาฟิสิกส์อุตสาหกรรมและ
อุปกรณ์การแพทย์
คณะวิทยาศาสตร์ประยุกต์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า
พระนครเหนือ

2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง

#1 ว-ด-ป : 30-31 มีนาคม 2558

ชื่องาน : การประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 7

ผู้จัดงาน : มหาวิทยาลัยนเรศวร

เรื่อง : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

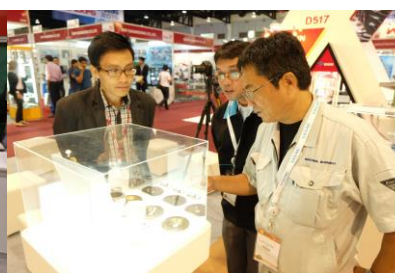
3. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง

#2 ว-ด-ป : 24-27 มิถุนายน 2558

ชื่องาน : Surface&Coatings 2015

ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.

เรื่อง : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

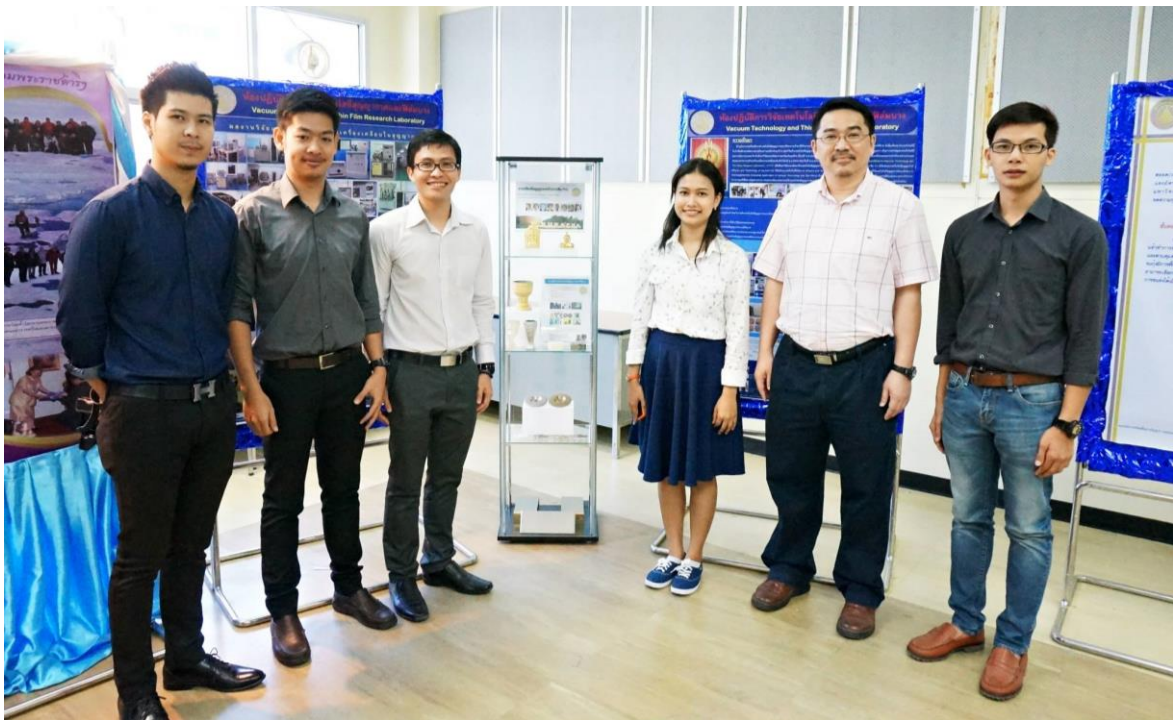
4. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง

#3 ว-ด-ป : 7-9 กรกฎาคม 2558

ชื่องาน : บูรพาวิชาการ 2558

ผู้จัดงาน : มหาวิทยาลัยบูรพา

เรื่อง : การปรับปรุงผิววัสดุด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

5. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง

- #1 ว-ด-ป : 24-27 มิถุนายน 2558
ชื่องาน : Surface&Coatings 2015
ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.
หัวข้อ : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD



2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

6. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง

#2 ว-ด-ป : 26 มิถุนายน 2558

ชื่องาน : -

ผู้จัดงาน : มหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี

หัวข้อ : กลยุทธ์การวิจัย ให้มีทั้งปริมาณและคุณภาพ: ข้อคิดจากประสบการณ์



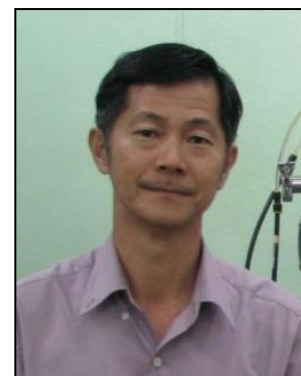
ภาคผนวก ข
ประวัตินักวิจัย

ประวัติส่วนตัว
นายสุรสิงห์ ไชยคุณ

หัวหน้าโครงการวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายสุรสิงห์ ไชยคุณ
ตำแหน่งทางวิชาการ รองศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail s-chaikhun@hotmail.com



ประวัติการศึกษา

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

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน

ประวัตินักวิจัย
นายนิรันดร์ วิทอนันต์

นักวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายนิรันดร์ วิทอนันต์
ตำแหน่งทางวิชาการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลสมสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail nirun@buu.ac.th



ประวัติการศึกษา

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

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวมนาโน, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน

ประวัตินักวิจัย
นายอดิศร บุรณวงค์

นักวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายอดิศร บุรณวงค์
ตำแหน่งทางวิชาการ อาจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail adisornb@buu.ac.th



ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สถาบัน	ปี	สาขา
ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2553	ฟิสิกส์
วท.ม.	มหาวิทยาลัยบูรพา	2550	ฟิสิกส์
วท.บ.	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2546	ฟิสิกส์

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, ฟิล์มบางสารประกอบไนไตรด์

บทสรุปสำหรับผู้บริหาร

(Executive Summary)

ข้าพเจ้า รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ ได้รับทุนสนับสนุนโครงการวิจัยจากมหาวิทยาลัยบูรพา ประเภทงบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) มหาวิทยาลัยบูรพา โครงการวิจัยเรื่อง “การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง” (Preparation and Characterization of Vanadium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Sputtering Technique) รหัสโครงการ 177561 / สัญญาเลขที่ 70/2558 ได้รับงบประมาณรวมทั้งสิ้น 900,000.00 บาท (เก้าแสนบาทถ้วน) ระยะเวลาดำเนิน 1 ปี (ระหว่างวันที่ 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558)

บทคัดย่อ

ฟิล์มวานาเดียมไนไตรด์ (VN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าต่อโครงสร้างฟิล์ม ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก (fcc) ที่ระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 89-5265 โครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดย (1) กรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกมีค่าลดลงจาก 77 nm เป็น 47 nm เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ส่วนความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 1415 nm เป็น 859 nm และ 26 nm เป็น 12 nm ตามลำดับ โดยค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.127 Å ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมึลักษณะแน่นมากขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ฟิล์มที่เคลือบได้มีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ (2) กรณีแปรค่ากระแสไฟฟ้า ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 58 nm เป็น 76 nm เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้า ส่วนความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 443 nm เป็น 1415 nm ขณะที่ความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 26 nm เป็น 12 nm โดยค่าคงที่แลตทิซมีค่าในช่วง 4.107 – 4.118 Å ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์ ฟิล์มที่เคลือบได้มีวานาเดียมและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรค่าตามกระแสไฟฟ้า

Output / Outcome

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับชาติ

นรินทร์ วิทิตอนันต์ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2558. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง. ในการประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 7 (7th RMUTNC), “ราชมงคลกับการวิจัยอย่างยั่งยืน”, 1-3 กันยายน 2558, ณ อาคาร 35 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน จ.นครราชสีมา.

2. ผลงานเชิงสาธารณะ

การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ	จำนวน 3 ครั้ง
การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงผลและเผยแพร่ผลงานวิจัย	จำนวน 3 ครั้ง
การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย	จำนวน 2 ครั้ง

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาโท วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.จรงค์ บ่อทรัพย์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวาเนเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นรินทร์ วิทิตอนันต์

ข้อเสนอแนะ

1. ฟิล์มที่เตรียมในงานวิจัยนี้เป็นแบบ Binary Nitride Coating ซึ่งมีความแข็งระดับหนึ่ง ทั้งนี้มีหลายงานวิจัยที่ปรับปรุงสมบัติเชิงกลของฟิล์มวาเนเดียมไนไตรด์ (VN) โดยเพิ่มอะตอมของ ไทเทเนียม (Ti), โครเมียม (Cr) หรือ เซอร์โคเนียม (Zr) เข้าไปในโครงสร้างหลัก ซึ่งทำให้ได้ฟิล์มแบบ Ternary Nitride Coating ซึ่งเป็นชั้นเคลือบที่มีความแข็งและประสิทธิภาพสูงกว่าชั้นเคลือบแบบ Binary Nitride Coating

2. งานวิจัยนี้ใช้ กระจกสไลด์ และ ซิลิกอน เป็นวัสดุรองรับ สำหรับการเตรียมฟิล์ม อย่างไรก็ตามลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและสมบัติบางประการ มีส่วนเกี่ยวข้องกับลักษณะและโครงสร้างผลึกของวัสดุรองรับ จึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ

3. การเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีสปัตเตอริงทำได้ค่อนข้างยากเนื่องจากเมื่อแปรค่าพารามิเตอร์การเคลือบ หรือ เงื่อนไข ที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ มักส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ ดังนั้นจึงควรศึกษาเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้ เช่น กำลังไฟฟ้า ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

รายงานสรุปการเงิน

เลขที่โครงการระบบบริหารงานวิจัย 2558A10802366 สัญญาเลขที่ 70/2558

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ.2558

มหาวิทยาลัยบูรพา

ชื่อโครงการ การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางวานาเดียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วย
เทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ

รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2557 – 30 กันยายน 2558

ระยะเวลาดำเนินการ 1 ตุลาคม 2557 – 30 กันยายน 2558

รายรับ

จำนวนเงินที่ได้รับ

งวดที่ 1 (50%) 450,000.00 บาท เมื่อ 14 พย. 57

งวดที่ 2 (40%) 360,000.00 บาท เมื่อ 14 พค. 58

งวดที่ 3 (10%) 90,000.00 บาท เมื่อ

รวม

รายจ่าย

รายการ	งบประมาณที่ตั้งไว้	งบประมาณที่ใช้จริง	จำนวนเงินคงเหลือ/เกิน
1. ค่าตอบแทน	75,000.00	75,000.00	-
2. ค่าจ้าง	180,000.00	180,000.00	-
3. ค่าวัสดุ	30,000.00	30,032.00	-320.00
4. ค่าใช้สอย	255,000.00	255,750.00	-750.00
5. ค่าครุภัณฑ์	-	-	-
6. ค่าใช้จ่ายอื่นๆ ค่าธรรมเนียมอุดหนุนสถาบัน	90,000.00	90,000.00	-
รวม	900,000.00	901,070.00	-1,070.00


.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ)

ลงนามหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน