

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วย วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง Preparation of Chromium Aluminium Nitride Hard Coating by Reactive magnetron Co-Sputtering method

อดิศร บูรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ นิรันดร์ วิทิตอนันต์

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา

รหัสโครงการ 103238 สัญญาเลขที่ 69/2558

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง Preparation of Chromium Aluminium Nitride Hard Coating by Reactive magnetron Co-Sputtering method

อดิศร บูรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ นิรันดร์ วิทิตอนันต์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

บทสรุปสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

ข้าพเจ้า ดร.อดิศร บูรณวงศ์ ได้รับทุนสนับสนุนโครงการวิจัยจากมหาวิทยาลัยบูรพา ประเภท งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) มหาวิทยาลัยบูรพา โครงการวิจัยเรื่อง "การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง" (Preparation of Chromium Aluminium Nitride Hard Coating by Reactive magnetron Co-Sputtering method) รหัสโครงการ 103238 / สัญญาเลขที่ 69/2558 ได้รับงบประมาณรวมทั้งสิ้น 970,000.00 บาท (เก้าแสนเจ็ดหมื่นบาทถ้วน) ระยะเวลาดำเนิน 1 ปี (ระหว่างวันที่ 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558)

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (CrAlN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธี ดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง โดยใช้โครเมียมและอะลูมิเนียมเป็นเป้าสารเคลือบ เพื่อศึกษาผลของ ้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้ ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่า ฟิล์มที่เคลือบได้เป็นสารละลายของแข็งของ (Cr,Al)N ระนาบ (111), (200) และ (220) โครงสร้างของฟิล์ม แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียม (1) สำหรับกรณีแปรค่าอัตรา ์ ไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซมีค่าอยู่ในช่วง 17.7 – 33.5 nm และ 4.139 - 4.162 Å ตามลำดับ ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 400 nm เป็น 244 nm และ 2.8 nm เป็น 1.4 nm เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบ ้คอลัมนาร์ และฟิล์มที่เคลือบได้มีโครเมียม อะลูมิเนียมและไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 45.9 – 70.5 GPa และ (2) สำหรับกรณีแปรค่ากระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียม ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซมีค่าเท่ากับ 39.1 nm และ 3.987 Å ตามลำดับ ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 347 nm เป็น 1047 nm และ 2.8 nm เป็น 3.4 nm ตามลำดับเมื่อเพิ่มค่ากระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลุมิเนียม ผลการ ้วิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมนาร์ และฟิล์มที่เคลือบได้มีโครเมียม อะลูมิเนียมและในโตรเจนเป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรตามค่ากระแสสปัตเตอริงของเป้า ้อะลูมิเนียม ความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 14.1 – 60.3 GPa

Output / Outcome

1. <u>ผลงานตีพิมพ์</u>: การประชุมวิชาการระดับนานาชาติ จำนวน 1 บทความ

Khambum, A., Buranawong, A., Chailyakun, S., & Witit-anun, N. (2015). Growth and Characterization of CrAlN Thin Film Deposited by DC Reactive Co-Sputtering. *In* International Conference on Science and Technology 2015, RMUTT. November 4-6, 2015, 533-537.

<u>ผลงานเชิงสาธารณะ</u>

การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ	จำนวน 3 ครั้ง
การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงและเผยแพร่ผลงานวิจัย	จำนวน 3 ครั้ง
การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย	จำนวน 2 ครั้ง

3. <u>การผลิตบุคลากร</u>

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับบัณฑิตศึกษา ปร.ด.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวอมรรัตน์ คำบุญ
หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียม
	ไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง
	Preparation and Characterization of CrAlN Thin Films by
	Reactive Magnetron Sputtering Method
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

ข้อเสนอแนะ

 เทคนิครีแอคตีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงสำหรับการเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบชนิดต่าง ๆ เป็นการเคลือบที่ให้ฟิล์มคุณภาพสูง การยึดติดดี ไม่มีปัญหาสิ่งแวดล้อม แต่ยังมีข้อจำกัดบางอย่าง เช่น การเคลือบเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติเหมือนเดิมทุกครั้งจำเป็นต้องมีการควบคุมพารามิเตอร์ที่ใช้ใน กระบวนการเคลือบอย่างรัดกุม เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเคลือบล้วนส่งผลโดยตรง ต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มที่เคลือบได้ ดังนั้นจึงควรศึกษาพารามิเตอร์ หรือเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิลมเพิ่มเติม เช่น เวลาการเคลือบ ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้า สารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

 งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มบางของสารประกอบ 3 ชนิด (Ternary Coating) เพียง 1 ชั้น ซึ่งส่งผล ต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์มระดับหนึ่ง อย่างไรก็ดีแนวทางหนึ่งในการเพิ่มประสิทธิภาพของฟิล์มด้านต่าง ๆ นั้น ยังสามารถทำได้โดยการเพิ่มธาตุชนิดที่ 4 (Quaternary Coating) หรือเคลือบฟิล์มให้มีลักษณะเป็นระบบ ฟิล์มหลายชั้น (Multi-layer) ซึ่งจะทำให้ชั้นเคลือบที่ได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น เครื่องเคลือบที่ใช้มีขนาดเล็กสำหรับใช้ในงานวิจัยเป็นหลัก ทำให้สามารถเคลือบชิ้นงานได้ครั้งละ หนึ่งชิ้น ทั้งนี้หากต้องการใช้งานจริงเชิงอุตสาหกรรมจำเป็นต้องมีการเคลือบอย่างต่อเนื่องและได้จำนวน มากในการเคลือบแต่ละครั้ง ดังนั้นจึงควรมีการปรับปรุงหรือพัฒนาเครื่องเคลือบที่มีขนาดใหญ่ขึ้น เพื่อ รองรับและเรียนรู้หลักการหรือเทคนิคต่างๆ สำหรับเคลือบฟิล์มบางในระดับอุตสาหกรรม

4. ฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิดในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเคลือบแบบโคสปัตเตอริง ซึ่งมีข้อดี สำคัญคือสามารถควบคุมอัตราส่วนของอะตอมสารเคลือบแต่ละชนิดได้ค่อนข้างง่าน แต่ระบบจะยุ่งยากขึ้น เนื่องจากต้องมีแหล่งกำเนิดสารเคลือบและภาคจ่ายไฟจำนวน 2 ชุด อย่างไรก็ดีฟิล์มบางในกลุ่มนี้ยัง สามารถเคลือบด้วยวิธีอื่นได้อีก เช่น การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก หรือ การเคลือบโดยใช้เป้า สารเคลือบแบบอัลลอยด์ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเปรียบเทียบเกี่ยวกับเทคนิคและสมบัติของฟิล์มบางของ สารประกอบสามชนิดที่เตรียมด้วยเทคนิคอื่น

5. วัสดุรองรับที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ กระจกสไดล์และแผ่นซิลิกอน สำหรับการศึกษาลักษณะเฉพาะ ของฟิล์มที่เตรียมได้ อย่างไรก็ดีชนิดของวัสดุรองรับก็มีผลต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและ สมบัติบางประการมีส่วนเกี่ยวข้องกับวัสดุรองรับ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบ ฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ

ชื่อโครงการ:การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์
ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริงนักวิจัย:ดร.อดิศร บูรณวงศ์
รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ
ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (CrAlN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟ แมกนีตรอนโคสปัตเตอริง โดยใช้โครเมียมและอะลูมิเนียมเป็นเป้าสารเคลือบ เพื่อศึกษาผลของอัตราไหล แก๊สไนโตรเจนและกระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์ม ทั้งนี้ลักษณะเฉพาะของ ้ฟิล์มที่เคลือบได้ศึกษาด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDS และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่า ฟิล์มที่เคลือบได้เป็น สารละลายของแข็งของ (Cr,Al)N ระนาบ (111), (200) และ (220) โครงสร้างของฟิล์มแปรตามอัตราไหล แก๊สไนโตรเจนและกระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียม (1) สำหรับกรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซมีค่าอยู่ในช่วง 17.7 – 33.5 nm และ 4.139 - 4.162 Å ตามลำดับ ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงจาก 400 nm เป็น 244 nm และ 2.8 nm เป็น 1.4 nm เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบ ้คอลัมนาร์ และฟิล์มที่เคลือบได้มีโครเมียม อะลูมิเนียมและไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน โดยความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 14.1 – 60.3 GPa สำหรับกรณีแปรค่ากระแสสปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียม ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซ และ (2) ี้มีค่าเท่ากับ 39.1 nm และ 3.987 Å ตามลำดับ ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น ้จาก 347 nm เป็น 1047 nm และ 2.8 nm เป็น 3.4 nm ตามลำดับเมื่อเพิ่มค่ากระแสสปัตเตอริงของ เป้าอะลูมิเนียม ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมนาร์ และฟิล์มที่ เคลือบได้มีโครเมียม อะลูมิเนียมและในโตรเจนเป็นองค์ประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ แปรตามค่ากระแส ้สปัตเตอริงของเป้าอะลูมิเนียม ส่วนความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 45.9 – 70.5 GPa

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง โครเนียมอะลูมิเนียมในไตรด์ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน กระแสสปัตเตอริง ดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง

Research Title:	Preparation of Chromium Aluminium Nitride Hard Coating by		
	Reactive magnetron Co-Sputtering method		
Researcher:	Dr.Adisorn Buranawong		
	Assoc.Prof.Dr.Surasing Chaikun		
	Asst.Prof.Dr.Nirun Witit-anun		
	Department of Physics, Faculty of Sciences, Burapha University		

Abstract

Chromium aluminium nitride (CrAlN) thin films were deposited by DC reactive magnetron co-sputtering on glass slide and silicon. Cr and Al metals were used as sputtering targets. The effect of the N₂ gas flow rate and the aluminium sputtering 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 as-deposited films were (Cr,Al)N solid solution with (111), (200) and (220) planes. The structure of the as-deposited films varied with the N_2 gas flow rates and the aluminium sputtering current. (1) In case of varied N_2 gas flow rate, crystal size and lattice constant was in range of 17.7 – 33.5 nm and 4.139 - 4.162 Å, respectively. The thickness and roughness decreased from 400 nm to 244 nm and 2.8 nm to 1.4 nm, respectively, with increasing N_2 gas flow rates. The cross section analysis showed compact columnar. The as-deposited films compose of chromium, aluminium and nitrogen in difference ratio, which varied with the N_2 gas flow rate. . The film hardness was in range of 14.1 - 60.3 GPa. (2) In case of varied aluminium sputtering current, crystal size and lattice constant was 39.1 nm and 3.987 Å, respectively. The thickness and roughness increased from 347 nm to 1047 nm and 2.8 nm to 3.4 nm, respectively, with increasing aluminium sputtering current. The cross section analysis showed compact columnar and dense morphology as a result of increasing aluminium sputtering current. The as-deposited films compose of chromium, aluminium and nitrogen in difference ratio, which varied with the aluminium sputtering current. The film hardness was in range of 45.9 - 70.5 GPa.

Keywords: thin film, chromium aluminium nitride, N₂ gas flow rate, sputtering current,

DC reactive magnetron co-sputtering

กิตติกรรมประกาศ

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ของโครงการวิจัยเรื่อง "การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของโครเมียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง" (Preparation of Chromium Aluminium Nitride Hard Coating by Reactive magnetron Co-Sputtering method) เป็น โครงการวิจัยที่ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปังบประมาณ 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการ การวิจัยแห่งชาติ (สัญญาเลขที่ 69/2558 ; รหัสโครงการ 103238)

โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยดี โดยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ซึ่งคณะผู้วิจัยต้อง ขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้เป็นอย่างสูงได้แก่ มหาวิทยาลัยบูรพาที่ให้การสนับสนุนงบประมาณของโครงการวิจัยนี้ ทำให้คณะผู้วิจัยได้มีโอกาสเริ่มต้นดำเนินการวิจัยและประสบความสำเร็จในที่สุด คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ บุคลากรและเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อ ประสานงานตลอดการดำเนินงาน ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี สำหรับคำปรึกษาที่มีคุณค่าแก่คณะผู้วิจัย จนเสร็จสิ้นโครงการ ท้ายที่สุดขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพาที่สนับสนุน ด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

> อดิศร บูรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ นิรันดร์ วิทิตอนันต์

สารบัญ

vii

บทสรุปสำหร	รับผู้บริหาร (Executive Summary)	
บทคัดย่อ		i
ABSTRACT		,
กิตติกรรมปร	ะกาศ	١
สารบัญ		v
สารบัญตารา	14	i
สารบัญภาพ		:
บทที่ 1 บทน้	ຳ	
1.1	ความสำคัญและที่มาของปัญหา	
1.2	วัตถุประสงค์	
1.3	ขอบเขตการศึกษา	
บทที่ 2 เอกส	สารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1	การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	
2.2	การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง	
2.3	ระบบเคลื่อบแบบดีซีสปัตเตอริง	
2.4	ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง	1
2.5	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	1
บทที่ 3 อุปก	ารณ์และวิธีการทดลอง	1
3.1	วัสดุและเครื่องมือ	1
3.2	เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคตีฟดีซีสปัตเตอริง	1
3.3	การเคลือบฟิล์มบาง	1
3.4	การวิเคราะห์ฟิล์มบาง	1
3.5	แนวทางการทดลอง	1

สารบัญ

			หน้า
บทที่ 4	ผลแ	ละอภิปรายผล	19
	4.1	ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	19
	4.2	ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	28
บทที่ 5	สรุป	ผลและข้อเสนอแนะ	36
	5.1	สรุปผล	36
	5.2	ข้อเสนอแนะ	37
เอกสาร	้อ้างอิ	9	39
ภาคผน	วก		42
	ภาคเ	ผนวก ก ผลผลิตของโครงการ	43
	ภาคเ	ผนวก ข ประวัตินักวิจัย	58

สารบัญตาราง

	หน้า
เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	24
เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	25
ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	22
ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	23
ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	27
ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	30
ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า	31
ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	35
	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	5
2.2	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	7
2.3	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศแบบดีซีสปัตเตอริง	8
2.4	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายีลด์และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอริง	
	ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	9
2.5	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	10
3.1	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย	14
3.2	เครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย	14
4.1	ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	19
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	21
4.3	กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (111) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน	21
4.4	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์	
	ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	24
4-6	ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	26
4-7	ตัวอย่างกราฟแรงกดและความลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	27
4-8	ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์	
	เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	28
4-9	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้	
	เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	29
4-10	กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (111) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน	30
4-11	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์	
	ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	32
4-12	องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	33
4-13	ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้	
	เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม	34
4-14	ตัวอย่างกราฟแรงกดและความลึกของฟิล์มที่เคลือบได้	
	เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าเป้าอะลูมิเนียม	35

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ในปัจจุบันการเคลือบพื้นผิวด้วยวัสดุที่มีสมบัติพิเศษที่ทำให้วัสดุต่างนั้นมีสมบัติทางด้านความแข็งใน การนำไปใช้งานได้รับความสนใจในการผลิตเพื่อใช้ในทางการค้าเพิ่มมากขึ้นเนื่องจากสามารถยืดอายุการใช้ งานของชิ้นส่วนเครื่องจักรตลอดจนเครื่องมือต่างๆในกระบวนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรมมากขึ้น ส่งผลให้เครื่องจักรและอุปกรณ์ทำงานได้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น ดังนั้นในการเลือกวัสดุตลอดจนลักษณะของ ผิวเคลือบที่นำมาเคลือบให้เหมาะสมก็จะช่วยให้สามารถปรับปรุงพื้นผิวของเครื่องมือและเครื่องจักรให้ใช้ งานได้ตามที่ต้องการทางด้านอุตสาหกรรมมากขึ้น ดังนั้นจึงได้มีการศึกษาและพัฒนาชั้นเคลือบในลักษณะ ของฟิล์มบางเพื่อนำมาเคลือบพื้นผิววัสดุซึ่งพบว่ามีความเหมาะสมอย่างยิ่งเพราะตอบโจทย์ในเรื่องของการ ปรับปรุงลักษณะพื้นผิวให้มี ความแข็งเพิ่มมากขึ้นแล้วยังมีลักษณะเป็นฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโน โดยมีความหนาของชั้นเคลือบน้อยมากและใช้สารเคลือบในการสร้างฟิล์มบางในปริมาณน้อยโดยเป็นการ ประหยัดเวลาและใช้ค่าใช้จ่ายในการใช้สารเคลือบต่ำ

ดังนั้นฟิล์มบางที่สามารถใช้เป็นชั้นเคลือบสำหรับการปรับปรุงผิวชั้นเคลือบเครื่องมือ เครื่องจักร ตลอดจนอุปกรณ์ที่ใช้งานทางด้านอุตสาหกรรมคือ "ฟิล์มบางโลหะไนไตรด์" โดยเป็นฟิล์มบางที่เกิดจาก การรวมตัวกันของโลหะธาตุทรานซิชัน เช่น ไทเทเนียม โครเมียม หรือ เซอร์โคเนียม กับ ธาตุไนโตรเจน จนกลายเป็นสารประกอบโลหะไนไตรด์ หรือ อาจเรียกได้ว่าเป็น "ฟิล์มบางไนไตรด์ที่ประกอบไปด้วย ธาตุสองชนิด (binary nitride)" อาทิเช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) โครเมียมไนไตรด์ (CrN) และ เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) (Parameswaran et al, 1992; Hurkmans et al, 1996) ทั้งนี้ฟิล์มบาง ดังกล่าวได้มีการพัฒนาจนนำมาใช้อย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีความแข็งสูง ต้านทานการสึกหรอดี สัมประสิทธ์แรงเสียดทานต่ำ และมีความต้านทานการกัดกร่อนดีเยี่ยม (Pilloud et al, 2003; Jeyachandran et al, 2007; Han et al, 2003) จึงมีการนำฟิล์มบางไนไตรด์ที่ประกอบด้วยธาตุสองชนิด ประยุกต์ใช้เพิ่มขึ้น จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าฟิล์มบางที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบลงบนผิววัสดุคือ "โครเมียมไนไตรด์" เนื่องจากมีสมบัติความต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้ดี สมบัติต้านทานการสึกกร่อนจึง นำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมการขึ้นรูปโลหะและใช้เคลือบแม่พิมพ์สำหรับขึ้นรูปพลาสติก นอกจากนี้ยัง นำไปประยุกต์กับวิศวกรรมด้านอื่น เช่น การเคลือบลงบนส่วนประกอบรถยนต์ เกียร์ และ เพลาเป็นต้น (Khamseh et al, 2010)

ถึงแม้ว่าฟิล์มบาง CrN จะมีข้อดีหลายประการ แต่ยังมีข้อจำกัดเมื่อใช้งาน high speed machining โดยพบว่าสมบัติเชิงกลเสื่อมสภาพอย่างรวดเร็วเพราะเกิดชั้นออกไซด์เมื่ออุณหภูมิในการทำงานมากกว่า 700[°]C ส่งผลให้ออกซิเจนแพร่เข้าสู่ฟิล์มบางจนเกิดชั้นออกไซด์ทำให้มีการเปลี่ยนสภาพจนทำให้เกิดการ หลุดลอกและสูญเสียสมบัติในด้านความคงทนและการใช้งานตัดเจาะไปในที่สุด แสดงว่าสมบัติเชิงกลและ สมบัติไตรโบโลจิคอลของฟิล์มบางนี้ ยังไม่ดีพอและไม่ตอบสนองการใช้งานที่มีความจำเพาะเจาะจง ทั้งนี้ เพื่อเป็นการแก้ปัญหาดังกล่าว นักวิจัยจึงให้ความสนใจในการออกแบบและพัฒนาฟิล์มบางชนิดใหม่ขึ้นมา เพื่อปรับปรุงฟิล์มบาง CrN ให้มีสมบัติเชิงกลและสมบัติไตรโบโลจิคอลดีขึ้นตลอดจนทำให้เพิ่มอายุการใช้ งานอุปกรณ์ตัดเจาะ โดยพัฒนากลายเป็นฟิล์มบาง"ternary nitrides" คือ ฟิล์มบางที่ประกอบไปด้วยธาตุ ้สามชนิดขึ้นมา โดยการเกิดฟิล์มบางนี้มาจากกระบวนการเพิ่มธาตุอีกหนึ่งชนิดเข้าไปในโครงสร้างของ CrN ในระหว่างการเคลือบจนเกิดเป็นฟิล์มบางชนิดใหม่ขึ้นมา ยกตัวอย่างเช่น CrTiN (Hones et al, 1998), CrZrN (Uchida et al, 2004), CrWN (Hones et al, 2000) และ CrSiN (Martinez et al, 2004) โดยเฉพาะฟิล์มบาง "โครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ CrAlN" (Wang et al, 2010; Wang et al, 2012) นั้น พบว่า สามาถต้านทานการเกิดออกซิเดชันได้สูงถึง 900 ⁰C (Kawate et al, 2003) โดยโครงสร้างผลึกและ ้องค์ประกอบทางเคมีไม่มีการเปลี่ยนแปลง เนื่องจากทั้งโครเมียมและอะลูมิเนียมจะสร้างชั้นออกไซด์ขึ้นมา เพื่อยับยั้งไม่ให้ออกซิเจนเข้าไปยังโครงสร้างของฟิล์ม นอกจากนี้มีการนำความร้อนต่ำ มีสมบัติไตรโบโลยีดี ้ยึดติดดี ทนการสึกหรอ มีค่าพลังงานพื้นผิวต่ำและมีความแข็งสูงกว่าฟิล์มบาง CrN ทำให้ฟิล์มบาง CrAlN เหมาะสมสำหรับนำมาใช้แทนฟิล์มบาง CrN (Chunyan et al, 2009)

เมื่อพิจารณาถึงเทคนิคหรือวิธีเตรียมฟิล์มบางนั้นพบว่า เทคนิครีแอคทีพโคสปัตเตอริง (Reactive Co-Sputtering) เป็นวิธีที่นิยมใช้เคลือบฟิล์มโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เนื่องจากมีข้อดีประการ เช่น ให้ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราเคลือบของฟิล์มได้ง่าย สามารถเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับได้ หลายชนิด หรือปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบฟิล์ม เช่น ความดัน อัตราการไหลของแก๊สรีแอคทีพ อุณหภูมิของวัสดุรองรับระหว่างเคลือบ าลา เพื่อทำให้ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึก และลักษณะ พื้นผิวและสมบัติต่างๆ สำหรับใช้ปรับปรุงฟิล์มโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในการในการในการเคลือบแข็ง ผิวขึ้นงานได้ อีกทั้งเทคนิค co-sputtering เป็นการใช้เป้าสารเคลือบแบบแยกออกจากกันซึ่งประกอบไป ด้วยเป้าสารเคลือบโครเมียมและเซอรโคเนียม ซึ่งมีตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการเคลือบหลากหลายทำให้ สามารถปรับเปลี่ยนโครงสร้างผลึกและสมบัติของฟิล์มบางให้เหมาะสมตามต้องการ ทั้งนี้ในการเลือกใช้ ตัวแปรในการเคลือบฟิล์มบางนั้นคำนึงจากค่าสปัตเตอร์ยีลด์ของโครเมียมและอะลูมิเนียม ซึ่งมีค่าไม่เท่ากัน โดยอาศัยการแปรค่ากระแสคาโทดที่ให้กับเป้าสารเคลือบแต่ละตัว ส่งผลต่อจำนวนอะตอมสารเคลือบที่ เคลือบบนวัสดุรองรับ ตลอดจนองค์ประกอบของธาตุแต่ละชนิดในฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ซึ่งส่งผลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบทางเคมีและสมบัติเชิงกล ตัวอย่างเช่น ความแข็ง ของฟิล์มบางที่คลือบได้เมามารถึก ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบทางเคมีและสมบัติเชิงกล ตัวอย่างเช่น ความแข็ง ของฟิล์มบางที่คลอบได้เนิตร์

สำหรับในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์นั้นมีนักวิจัยและกลุ่มวิจัยได้ทำการศึกษา และวิจัยอย่างแพร่หลายตลอดจนมีการตีพิมพ์ผลงานวิจัยมาอย่างต่อเนื่อง แต่อย่างไรก็ดีพบว่าในการเตรียม ฟิล์มบางนี้ส่วนใหญ่มีการให้ความร้อนและการให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับเพื่อให้เกิดโครงสร้างผลึกที่ดี (Barshilia et al, 2006; Chunyan et al, 2009; Wang et al, 2010; Tili et al, 2010; Lv et al, 2012) แต่กรณีกระบวนการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอร์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะเป็นการเคลือบด้วยอุณหภูมิต่ำ ไม่มีการให้ความร้อนและ ไม่มีการไบแอสให้กับวัสดุรองรับ ซึ่งยังไม่พบว่ามีงานวิจัยในลักษณะนี้ โดยผลที่ได้ จากงานวิจัยนี้เป็นแนวทางในการลดระยะเวลาการผลิตและลดต้นทุนการผลิตได้ดังนั้นการเคลือบของฟิล์ม บางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนนั้นทำให้ฟิล์มบางที่ได้มีโครงสร้างผลึกที่ดีและ สมบัติเชิงกลที่มีประสิทธิภาพสูงและยังสามารถนำมาใช้เคลือบเครื่องมือตัดเพราะไม่เพียงแต่ลดค่าใช้จ่ายใน การรักษาเครื่องจักกลอันเนื่องมาจากการสึกหรอ การแตกหัก ยังลดขั้นตอนในการเปลี่ยนเครื่องมือตัดเจาะ รวมถึงค่าใช้จ่ายในกระบวนการผลิต อีกทั้งยังเป็นอีกแนวทางหนึ่งในการพัฒนาอุตสาหกรรมด้านการเคลือบ ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในเชิงพาณิชย์ได้เนื่องจากลดรายจ่ายในการให้ความร้อนและการให้ ศักย์ไบแอสอีกด้วย

รายงานวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่ อุณหภูมิห้อง โดยไม่ให้ความร้อนและศักย์ไบแอสแก่วัสดุรองรับ เพื่อศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคตีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง และเพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับ เป้าอะลูมิเนียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ได้แก่ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการทำวิจัยต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

 เพื่อศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคตีฟแมกนีตรอน โคสปัตเตอริง

2. เพื่อศึกษาผลของกระแสอะลูมิเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของกระแสอะลูมิเนียมคาโทดที่เงื่อนไขต่างๆ ที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบาง โครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิค รีแอคตีฟ แมกนีตรอน โคสปัตเตอริง ซึ่งเคลือบบนวัสดุ รองรับ (substrate) 3 ชนิด คือแผ่นซิลิกอน กระจกและ แผ่น stainless ตัวแปรที่ศึกษาคือกระแส อะลูมิเนียมคาโทด ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่จะศึกษาคือ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว องค์ประกอบ ทางเคมีและความแข็ง ด้วยเทคนิค XRD, AFM, FE-SEM, EDS และ nanoindentation ตามลำดับ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ คือ การเรียงตัวโดยการตกเคลือบของสารเคลือบในลักษณะ อะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางในระดับนาโนเมตร ทั้งนี้ ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบาง ๆ ปัจจุบันมีการนำมาใช้ด้านต่าง ๆ มากมาย โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

 การสร้างสารเคลือบ (Source) ทั้งนี้สารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอ ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

 การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสาร เคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะ ทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะ เคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

 การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็น ขั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสาร เคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่ 1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัย การแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New Species) ตกเคลือบ บนวัสดุรองรับ เช่น วิธี Plasma CVD และ วิธี Laser CVD เป็นต้น

 การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัย การทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของ วัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นต้น



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

โดยการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์นั้นอาศัยการทำให้อะตอมสารเคลือบหลุดจากผิว ของสารตั้งต้นแล้วฟุ้งกระจายไปยึดติดผิววัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางในที่สุด สามารถแบ่ง ได้เป็น 2 วิธีหลักๆ (พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Wasa & Hayakawa, 1992) คือ

 การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะฟุ้งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสาร เคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้า นอกจากนี้ยังมี วิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radio Frequency Heating)

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้ จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการ สปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริงเป็นการทำ ให้อะตอมหลุดจากผิววัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูง ซึ่งมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัม ระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ ไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็ จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัตถุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จะทำ ให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นการพอกพูนของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอร์ ซึ่งเกิดขึ้น เมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ฟุ้งไปจับวัสดุรองรับและพอกพูนโตเป็นฟิล์มบาง กระบวนการสปัตเตอริงคือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงแล้วมี การแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยอนุภาคที่ เข้าชนมีพลังงานสูง ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งกระทบวัสดุรองรับจะฝังลงในเนื้อวัตถุทำให้การยึด เกาะดี (พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ และ ธนัสถา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980) สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับ กระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-2) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับ จากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับ อิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของ ไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลง ในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน ซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/ พลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง

 1.4 การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวหน้าเป้าสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบ ใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered Surface Layer

1.5 การสปัตเตอร์ (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกัน แบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่า กระบวนการสปัตเตอริง

6



ภาพที่ 2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

 กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วย การชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับ อะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ดังนั้นสิ่งที่ จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอม ของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุด ออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการ เร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบ สูงเพียงพอกับความต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้น อย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำ ได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการ โกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริง ทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

2.3 ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอริง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอริงอย่างง่าย ดังภาพที่ 2-3 (พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและอาโนด คือ แท่นวางวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะดาร์คสเปซ อยู่ ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยอาโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกล์ว ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอบนอร์ มอลโกล์วดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยีลด์สูงและไม่ทำปฏิกริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊ส อาร์กอน) ขณะเกิดโกล์วดิสชาร์จ กระบวนการไอออไนเซชั่นจะรักษาสภาพโกล์วดิสชาร์จไว้ตราบที่ระยะ ดาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและอาโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่าง อิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะดาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่ง ผลิตไอออนในระบบมีปริมาตรน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของ ไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10⁻² mbar ระยะดาร์ดสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่าง อิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออก จากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2-3 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบดีซีสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-4 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่ายีลด์และกระแสไฟฟ้าใน ระบบสปัตเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรด ที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะดาร์คสเปชจะหดสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้นและกระบวนการสปัตเตอริงเกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังแสดงใน ภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันภายในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่า ลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสุดรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุล ของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของยีลด์จากการ สปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ดังภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ B ผลรวมระหว่างยีลด์และกระแส ไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่งทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอร์นิเกิลเมื่อใช้ แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ ความดันมีค่าต่ำกว่า 2.6x10⁴ mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6x10⁻⁵ mbar โดยอัตราเคลือบจะมีค่าสูงสุด และลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอริงคือบริเวณที่ให้ อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากภาพที่ 2-4 พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบ คือ 1.0x10⁻⁵ mbar ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/ cm² ด้วยอัตราเคลือบ 0.036 μm/ min ซึ่งค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าค่อนข้างสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

2.4 ระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

อัตราการเกิดสปัตเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างยีลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอร์นั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มยีลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณ ไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบดีซีสปัตเตอริงปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่าง อิเล็กโตรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/ cm² และ ความดันประมาณ 1.33 x10⁻⁵ mbar นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบดี สปัตเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะ เกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัว ในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศขนานกับ ผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-5) ทำให้การไอออไนซ์ เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปัตเตอร์สูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-5 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Bunshah, 1994)

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เป็นฟิล์มบางที่ถูกนำไปใช้งานต่างๆ มากมายในปัจจุบัน โดยเฉพาะในงานด้านการเคลือบแข็ง เทคนิครีแอคทีพ โคสปัตเตอริง (reactive co-sputtering) เป็นวิธี หนึ่งที่นิยมใช้ในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในเชิงอุตสาหกรรม โดยมีข้อดีหลายอย่าง เช่น ให้ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราการเคลือบของฟิล์มได้ง่าย สามารถควบคุมองค์ประกอบของ ธาตุที่อยู่ในฟิล์มได้เนื่องจากใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม (co-sputtering target) คือเป็นเป้าสารเคลือบที่ แยกออกจากกัน สามารถเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับได้หลากหลายชนิด และสามารถปรับเปลี่ยนตัวแปร ต่างๆในการเคลือบฟิล์ม เช่น ความดัน อัตราไหลของแก๊สรีแอคทีพ อุณหภูมิของวัสดุรองรับระหว่างเคลือบ เพื่อศึกษาถึงผลกระทบต่อสมบัติด้านต่างๆ โดยเงื่อนไขในการการเคลือบ อุณหภูมิของพื้นผิว การไบแอส วัสดุรองรับ ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ อัตราการไหลของแก๊สไนโตเจน ความดันย่อย ของแก๊สไนโตรเจน กระแสไฟฟ้า กำลังไฟฟ้า และเวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกและสมบัติต่างๆ สำหรับการวิจัยเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ มีข้อมูลโดยสรุปดังนี้

Barshilia et al (2006) เปรียบเทียบฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์และฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไน ไตรด์ที่เคลือบลงบนวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอนและ mild steel ให้มีความหนา 1.5 µm ด้วยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ฟิล์มบางที่เคลือบได้นำไปศึกษาโครงสร้างผลึกและสมบัติเชิงกลด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) และ nanoindentation ตามลำดับ ศึกษาโครงสร้างพันธะด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) ลักษณะพื้นผิวศึกษาด้วยเทคนิค scanning electron microscopy (SEM) และ atomic force microscopy (AFM) ข้อมูลจากเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มบาง CrN และ CrAlN มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ B1 NaCl ส่วนเทคนิค nanoindentation พบว่าฟิล์มบางมีค่า ความแข็งเท่ากับ 18 GPa และ 33 GPa ตามลำดับ สำหรับผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค AFM และ SEM พบว่าฟิล์มบาง CrAlN มีโครงสร้างจุลภาคแน่นมากกว่าฟิล์มบาง CrN นอกจากนี้ศึกษาความ เสถียรทางความร้อนของฟิล์มบางในอากาศโดยให้อุณหภูมิดั้งแต่ 400 – 900°C ด้วย micro-Raman spectroscopy ซึ่งพบว่าฟิล์มบาง CrN เกิดออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 600°C ในขณะที่ฟิล์มบาง CrAlN ไม่เกิด ออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 800°C เมื่ออุณหภูมิในการอบอ่อนมากกว่า 700°C ฟิล์มบาง CrN มีความแข็งประมาณ 7.5 GPa ฟิล์มบาง CrAlN มีความแข็งสูงประมาณ 22.5 GPa นอกจากนี้ฟิล์มบาง CrAlN มีความต้านทาน การสึกกร่อนดีกว่าฟิล์มบาง CrN

Chunyan et al (2009) เคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ลงบนวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอน และเหล็ก AISI H13 ด้วยระบบลำไอออนร่วมกับแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลการให้ศักย์ไบแอสกับ วัสดุรองรับกับสมบัติต่างๆของฟิล์มบาง จากการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มบางที่ เคลือบได้ทั้งหมดมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ NaCl B1 ที่ระนาบ (111) (200) (220) และ (222) ลักษณะ พื้นผิวศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่าเมื่อเพิ่มค่าศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับจะทำให้ฟิล์มบางมีความหนาแน่น มากขึ้น และยังทำให้ความแข็งจุลภาคและความเหนียวของฟิล์มบางมีค่ามากขึ้นตามไปด้วย ทั้งนี้ในการ ทดสอบ dynamic impact resistance พบว่าฟิล์มบางมีความต้านทานต่อแรงกระแทกดีขึ้นเมื่อค่าศักย์ ใบแอสกับวัสดุรองรับเพิ่มขึ้น ซึ่งมีสาเหตุจากค่าศักย์ใบแอสทำให้ลดการแตกของฟิล์มบางอีกทั้งทำให้ฟิล์ม บางมีความหนาแน่นจนส่งผลให้มีความแข็งและความเหนียวเพิ่มมากขึ้นตามลำดับ

Khamseh et al (2010) ทำการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ด้วยระบบบาลานซ์ แมกนีตรอนสปัตเตอริงโดยการจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงและแบบพัลล์ซึ่งมีความถี่แตกต่างกัน ฟิล์มบางที่เคลือบ ได้นำไปศึกษาองค์ประกอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติเชิงกลกับ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม และความแข็งด้วยเทคนิค nanoindentation จากการศึกษาพบว่าฟิล์มบางที่ เคลือบได้ทั้งหมดมีโครงสร้างเป็นแบบ NaCl-type CrN ทั้งฟิล์มที่เคลือบโดยการจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงและ แบบพัลล์ ค่า plastic hardness, H_{pl} มีค่าอยู่ระหว่าง 15 ถึง 36 GPa ทั้งนี้ฟิล์มบางที่เคลือบแบบใช้พัลล์ จะมีค่าความแข็ง ความเค้นภายใน และขนาดเกรนเล็กกว่าฟิล์มบางที่เคลือบโดยใช้การจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง นอกจากนี้ค่า plastic hardness และค่าความเค้นภายในของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความถี่พัลล์

Tlili et al (2010) ทำการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ลงบนซิลิกอนด้วยเทคนิค PVD โดยใช้เป๋าสารเคลือบโครเมียมและอะลูมิเนียมภายใต้บรรยากาศแก๊สไวปฏิกิริยา และทำการแปรค่า ศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับเป๋าโครเมียมตั้งแต่ 300 – 900 V ฟิล์มบางที่เคลือบได้นำไปศึกษาองค์ประกอบ โครงสร้าง ผลึก สมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค energy dispersive analysis of X-rays, X-ray diffraction, nanoindentation และ การทดลอง "Mirage effect" จากเทคนิค XRD พบว่าฟิล์มบางมี โครงสร้างผลึกแบบ NaCl B1 ระนาบ (111) และ (200) ส่วนลักษณะพื้นผิวศึกษาด้วยเทคนิค AFM พบว่า เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าทำให้ฟิล์มบางรวมตัวหนาแน่นมากขึ้น มีความแข็งสูงขึ้นซึ่งมีค่าสูงสุดเท่ากับ 30 GPa โดย มีองค์ประกอบธาตุอะลูมิเนียมในฟิล์มบางเท่ากับ 30 % นอกจากนี้การที่องค์ประกอบธาตุอะลูมิเนียมมีการ เปลี่ยนแปลงทำให้ลักษณะเกรนเป็นแบบคอลัมนาและมีความพรุน อย่างไรก็ตามสมบัติทางความร้อนได้รับ ผลโดยตรงจากการเปลี่ยนแปลงของลักษณะพื้นผิว

Lv et al (2012) เคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์บนซิลิกอนและเหล็กกล้าไร้สนิมด้วย ระบบอันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของของศักย์ไบแอสต่ออัตราการเคลือบ องค์ประกอบ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและสมบัติของฟิล์มบาง พบว่าเมื่อเพิ่มศักย์ไบแอสทำให้อัตรา การเคลือบลดลงและทำให้ระนาบโครงสร้างผลึกเปลี่ยนจากระนาบ (220) เป็น (200) ขนาดเกรนและความ หยาบผิวเฉลี่ยมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อศักย์ไบแอสมีค่าสูงกว่า -100 V สำหรับลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางที่ได้ เป็นแบบคอลัมนา มีความหนาแน่นโดยมีรูปร่างคล้ายกับแก้วเมื่อเพิ่มศักย์ไบแอสตั้งแต่ -50 V เป็น -250 V ในขณะที่ฟิล์มบางที่เคลือบโดยให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับมีค่าสูงจะมีความต้านทานการสึกกร่อนดีกว่า ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับมีค่าต่ำ ซึ่งการที่ฟิล์มบางมีความต้านทานการสึกกร่อนดีขึ้นมีสาเหตุจากฟิล์มบางมี ความหนาแน่น pinhole ต่ำและมีองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุและเครื่องมือ

เครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ดังนี้

- 1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์
 - 1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบดีซีแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง
 - 1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง
 - 1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าโครเมียม (Cr)

เป้าสารเคลือบเป็นเป้าอะลูมิเนียม (Al)

- 1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) ประกอบด้วย กระจกสไลด์ ซิลิกอน
- 1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ
 - แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999%
 - แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995%
- 2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

2.1 X-Ray Diffractrometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้ เครื่อง X-Ray Diffractrometer ของ Bruker รุ่น D8

2.2 Scanning Electron Microscopy สำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิว ภาคตัดขวางและความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE- SEM) ของ Hitachi รุ่น S-4700

2.3 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope ของ Park รุ่น Park system EX 100

2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy สำหรับศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่ เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscope ของ EDAX ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับ กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของ LEO รุ่น1450VP

2.5 Nanoindentation สำหรับศึกษาความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Nanoindenter ของ Micro materials รุ่น NanoTest

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคตีฟดีซีสปัตเตอริง

ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบดีซีอันบาลานซ์ แมกนีตรอนสปัตเตอริง (ภาพที่ 3-1 และ ภาพที่ 3-2) ด้วยเทคนิครีแอคตีฟโคสปัตเตอริง ซึ่งเป็น กระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติตามที่ต้องการต้องลดความ ดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10⁻⁵ mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงใน งานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ส่วนของระบบ เคลือบ (Coating Parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

 ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสเตนเลส มีเส้นผ่าน ขนาดเส้น31.0 เซนติเมตร ความสูง 31.0 เซนติเมตร ชุดระบบเครื่องสูบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ ประกอบด้วย เครื่องสูบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกลโรตารี เป็นเครื่องสูบ ท้าย วัดความดันด้วยมาตรวัดความดัน PFEIFFER ประกอบด้วย ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัด ความดันชนิด Compact Full Range Gauage รุ่น PKR251

 ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนในการตรียมฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 cm จำนวน 2 หัว ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้า ไททาเนียม (99.97%) และอะลูมิเนียมที่คาโทด (99.97) พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ภาคจ่าย ความต่างศักย์ไบแอส ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ใช้แก๊สไนโตรเจน ความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D







ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงที่ใช้ เคลือบในงานวิจัย

3.3 การเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มในงานวิจัยนี้ มีรายละเอียดดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบ เคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวกกับภาชนะสุญญากาศ เป้าสารเคลือบ ติดตั้งที่ขั้วคาโทด และต่อกับระบบน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่ บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบ ผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊ส อย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่า อัตราการไหลของแก๊สมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มี 3 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้ 1. การสร้างสภาวะสุญากาศ : เริ่มจากนำวัสดุรองรับ (substrage) หรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ เข้าห้องเคลือบ โดยวางบนแท่นวางชิ้นงานซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจากหน้าเป้าสาร เคลือบ (d_{s-t}) ได้ตามต้องการ เลื่อนชัตเตอร์มาปิดระหว่างวัสดุรองรับและเป้าสารเคลือบ จากนั้นเป็นการ สร้างสภาวะสุญญากาศโดย ลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้น (P_b) เท่ากับ 5×10⁻⁵ mbar

 การเคลือบฟิล์มบาง : ขั้นนี้เป็นการเคลือบขึ้นงานตามที่ต้องการภายหลังการทำความสะอาด หน้าเป้าโดยการ pre-sputtering แล้ว โดยเริ่มจากการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบ เพื่อทำการเคลือบ ในขั้นนี้หากต้องการควบคุมความดันรวมขณะเคลือบ (P_t) สามารถทำได้โดยการปรับ วาล์วสุญญากาศสูงของเครื่องเคลือบเพื่อเพิ่มหรือลดอัตราการสูบของเครื่องสูบ เพื่อให้ได้ความดันตาม ต้องการ (ปกติกำหนดให้เท่ากับ 5x10⁻³ mbar) จากนั้นจึงจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงให้แก่คาโทดทั้ง 2 ชุด เพื่อสร้าง สารเคลือบจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังปิดอยู่ ขั้นนี้สามารถกำหนดกำลังไฟฟ้าที่ใช้ ในกระบวนการเคลือบโดยการแปรค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่คาโทด ซึ่งสามารถควบคุม กระแสไฟฟ้าให้คงที่ หรือศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ก็ได้ขึ้นกับเงื่อนไขในการทดลอง) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่าย ให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จึงเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้า เป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมบันทึกค่ากระแสไฟฟ้า (I) ค่าศักย์ไฟฟ้า (V) และค่าความดันรวม (P_t) ขณะเคลือบ หลังเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์มตาม ระยะเวลาที่กำหนด (t) ปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ปิดการจ่ายแก๊สที่ใช้เคลือบแล้วปล่อยอากาศ เข้าภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

 การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบ แล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษา ลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

3.4 การวิเคราะห์ฟิล์มบาง

การวิเคราะห์ฟิล์มบางในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ ลักษณะโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดมีดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึก

 1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์โดยนำฟิล์มที่เคลือบ บนแผ่นซิลิกอนนั้น มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractrometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์ม บางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ Cu-k_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 20[°] - 80 [°] สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เปรียบเทียบค่ามุม 20 ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบ โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

 1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของ ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการของ Seherrer

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ หาจากรูปแบบการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการ การหาระยะห่าง ระหว่างระนาบผลึกของฟิล์ม

2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว

2.1 ลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ศึกษาด้วย เทคนิค AFM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope

2.2 การหาความหนา โครงสร้างจุลภาค ภาคตัดขวาง และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียม อะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยเทคนิค FE-SEM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน ไปวิเคราะห์ด้วย เครื่อง FE-Scanning Electron Microscope

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ด้วยเทคนิค EDS ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุ ทางเคมีบนฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด ซึ่งพิจารณาฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนชิ้นงานจากองค์ประกอบของธาตุ Cr Al N ที่ได้

4. การวัดความแข็งของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้ ด้วย Nanoindenter ซึ่ง ใช้หัวกดเพชรแบบ Berkovich ด้วยแรงกดคงที่เท่ากับ 3 mN วัดซ้ำ 6 ครั้ง

3.5 แนวทางการทดลอง

ผู้วิจัยแบ่งการทดลองเป็น 2 การทดลอง ดังนี้

<u>การทดลองที่ 1</u> การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างฟิล์ม <u>วิธีการทดลอง</u>

 การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ บน กระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ที่ใช้ในการเคลือบ เพื่อหาศึกษาผล ของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยกำหนดให้กระแสไฟฟ้าของเป้าโครเมียม และอะลูมิเนียม คงที่ เท่ากับ 300 mA ทั้งสองเป้า โดยควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่ตลอดการ เคลือบเท่ากับ 5 x 10⁻³ mbar ฟิล์มแต่ละชุดใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที สำหรับอัตราไหลแก๊สอาร์กอนให้ คงที่เท่ากับ 10 sccm และ แปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจำนวน 3 ค่า คือ 2 sccm, 4 sccm และ 6 sccm (ตารางที่ 3-1)

 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่ แลตทิช ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบทางเคมี

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, อะลูมิเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะห่างจากเป้าสารเคลือบ	150 mm
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2, 6, 10
กระแสไฟฟ้าอะลูมิเนียม (mA)	300
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

<u>การทดลองที่ 2</u> ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมต่อโครงสร้างฟิล์ม <u>วิธีการทดลอง</u>

 การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ บน กระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมในการเคลือบ เพื่อหาศึกษาผล ของกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอน เท่ากับ 10 sccm ส่วนอัตราแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม จำนวน 3 ค่า เท่ากับ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้ คงที่เท่ากับ 5 x 10⁻³ mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-2)

 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่ แลตทิช ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, อะลูมิเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ระยะห่างจากเป้าสารเคลือบ	150 mm
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	2
กระแสไฟฟ้าอะลูมิเนียม (mA)	300, 600, 900
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผล

4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นข้อมูลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบ 3 ค่า ได้แก่ 2.0 sccm, 6.0 sccm และ 10.0 sccm และมี ผลการศึกษาประกอบด้วยลักษณะกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิวและ ความหนา ความหยาบผิว องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม โครงสร้างจุลภาค และความแข็งของฟิล์บางที่ เคลือบได้ มีผลการศึกษาดังนี้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน จากการสังเกตด้วย ตาเปล่า พบว่าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ทึบแสง มีสีเทาเข้ม ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 4-1



ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน 3 ค่า คือ 2.0 sccm, 6.0 sccm และ 10.0 sccm ผลการศึกษาพบว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 2.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ มุม 38.97[°], 45.20[°] และ 65.69[°] สอดคล้องกับโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.45[°], 43.59[°] และ 63.32[°] ซึ่งสอดคล้องกับโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (200) สุดท้ายเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเป็น 10.0 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.35[°], และ 43.57[°] ซึ่งสอดคล้องกับโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) สำหรับรูปแบบการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50[°] เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ กับ รูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบโครเมียมในไตรด์ (CrN) และอะลูมิเนียมในไตรด์ (AlN) ซึ่งใช้เป็น ตำแหน่งอ้างอิงจากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 882250 ตามลำดับ พบว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊ส ้ในโตรเจนต่ำ (2.0 sccm) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้นั้นมีค่าอยู่ระหว่างรูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบโครเมียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ทั้งหมด ซึ่งสรุปได้ว่า ฟิล์มที่ได้นี้ คือ ฟิล์มบางของโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (220) (ภาพที่ 4-2) แต่เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 6.0 และ 10.0 sccm พบว่ามุมของรูปแบบการเลี้ยวเบน ้รังสีเอกซ์เลื่อนไปทางซ้าย ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ ระนาบ (111) เนื่องจากเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจะทำให้ปริมาณไนโตรเจนในระบบสูงขึ้น จนมีค่ามากเกินพอใน การฟอร์มตัวเป็นฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ แล้วทำให้เกิดชั้นบาง ๆ ของสารประกอบไนไตรด์ หน้าเป้าสารเคลือบ (ที่เรียกว่า Target Poisoning) ทั้งนี้ หากพิจารณาค่า $-\Delta H_{\rm f}$ (Heat of Formation) ของโครเมียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ พบว่า โครเมียมไนไตรด์มีค่า $-\Delta H_{\rm f}$ เท่ากับ -124.8 kJ mol $^{-1}$ สูงกว่าอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีค่า $-\Delta H_{\rm f}$ เท่ากับ -241.6 kJ mol $^{-1}$ ทำให้เป้าอะลูมิเนียมมีโอกาสเกิดชั้นของ อะลูมิเนียมไนไตรด์บาง ๆ ที่ผิวหน้า ได้ง่ายกว่าเป้าโครเมียม เป็นผลให้อัตราการสปัตเตอร์ของอะลูมิเนียม ลดลงมากกว่าเป้าโครเมียม จนอาจทำให้อะตอมของอะลูมิเนียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาน้อยจนไม่สามารถ ฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ได้ ทำให้ฟิล์มบางที่เคลือบได้เมื่อใช้อัตราไหลแก๊ส ู้ในโตรเจนสูง (6.0 sccm และ 10.0 sccm) มีการฟอร์มตัวเป็นโครเมียมในไตรด์เท่านั้น ดังนั้นในขั้นนี้สรุป ้ได้ว่าฟิล์มบางของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้เกิดขึ้นเมื่อใช้อัตราไหลแก๊ส ไนโตรเจนต่ำเท่านั้น



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (111) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	ขนาดผลึก	ค่าคงที่แลตทิซ
(sccm)	(nm)	(Å)
2.0	17.7	3.999
6.0	33.5	4.154
10.0	23.9	4.165

ตารางที่ 4-1 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

หมายเหตุ : CrN-PDF 77-0047 = 4.148 Å

AlN-PDF 88-2250 = 3.938 Å

ภาพที่ 4-3 แสดงกราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของ โครเมียมไนไตรด์ (JCPDS เลขที่ 770047) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (JCPDS เลขที่ 882250) ซึ่งคำนวณจาก สมการระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก (fcc) พบว่า ค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ในระนาบ (111) มีค่าอยู่ในช่วง 3.999 Å - 4.162 Å ซึ่งเป็นค่าที่อยู่ ระหว่างค่าคงที่แลตทิชของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AIN) ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1 ทั้งนี้หากพิจารณาเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้กับ ค่าคงที่แลตทิชมาตรฐานของอะลูมิเนียมไนไตรด์ (CrN) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AIN) ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1 ทั้งนี้หากพิจารณาเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้กับ ค่าคงที่แลตทิชมาตรฐานของอะลูมิเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 882250 เนื่องจากการ แทนที่อะตอมของโครเมียม (รัศมีของอะตอมประมาณ 139 pm) ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าอะตอมของ อะลูมิเนียม (รัศมีของอะตอมประมาณ 121 pm) ในโครงสร้างของอะลูมิเนียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่าง ระหว่างระนาบของผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น (เมื่อเทียบกับ ค่าคงที่แลตทิชอะลูมิเนียมไนไตรด์) ทำให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีกร เลื่อนไปทางซ้ายของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอะลูมิเนียมไนไตรด์

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์คำนวณด้วยสมการ Scherrer จาก รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในภาพที่ 4-2 พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพิ่มขึ้น ผลึกที่ระนาบ (111) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 17.7 nm เป็น 59.8 nm ขณะที่ระนาบ (220) ขนาดของผลึก มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 21.9 nm เป็น 23.5 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-1 ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหล แก๊สไนโตรเจน

3. ลักษณะพื้นผิวและความหนา

ภาพที่ 4-4 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เคลือบที่อัตรา ไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเปลี่ยนไปตามอัตราไหลของ แก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm เกรนของฟิล์มมีลักษณะ เป็นแท่งเล็กแหลมเรียวกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6.0 sccm เกรนของฟิล์มมีขนาดโตขึ้น สุดท้ายเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 10.0 sccm เกรนมี ลักษณะเป็นแท่งใหญ่ปลายแหลมกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ทั้งนี้ลักษณะเกรนของฟิล์มใหญ่ขึ้นตามการเพิ่ม ของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เนื่องจากเมื่อแก๊สไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราการสปัตเตอร์ของโครเมียม และอะลูมิเนียมเปลี่ยนไป รวมถึงไอออนของอาร์กอนและไอออนของไนโตรเจน ส่งผลให้อัตราการสปัตเตอร์ ลดลง เนื่องจากแก๊สไนโตรเจนสูง ๆ จะเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป๋าสารเคลือบ ที่เรียกว่า Target Poisoning ทำให้เป๋าสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบเคลือบบนวัสดุ รองรับน้อยลง ทำให้ความหนาฟิล์มมีค่าลดลงจาก 400 nm เป็น 244 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-2

สำหรับความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่า เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจาก 2.0 sccm เป็น 10.0 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหยาบผิวลดลงจาก 2.8 nm เป็น 1.4 nm ดังตารางที่ 4-2 และ ภาพที่ 4-4

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	ความหนา	ความหยาบผิว
(sccm)	(nm)	(nm)
2.0	400	2.8
6.0	294	1.9
10.0	244	1.4

ตารางที่ 4-2 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (a) 2.0 sccm (b) 6.0 sccm (c) 10.0 sccm
4. องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม

ภาพที่ 4-5 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ จากเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) อะลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบใน สัดส่วนต่าง ๆ ซึ่งเปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบโดย โครเมียม และอะลูมิเนียม มีค่าลดลงจาก 37.47% เป็น 26.07% และ 11.29% เป็น 9.76% ตามลำดับ ส่วนไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 51.23% เป็น 64.31% เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนที่ เข้ารวมหรือแทรกตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของโครเมียม และอะตอมของอะลูมิเนียมมีค่าลดลง



ภาพที่ 4-5 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

5. โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์ม

ภาพที่ 4-6 แสดงโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ ได้จากเทคนิค FE-SEM พบว่าพื้นผิวของฟิล์มแน่นขึ้นและเกรนมีขนาดเล็กลงเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพิ่มขึ้นซึ่งทำให้ความหยาบผิวลดลง ส่วนภาคตัดขวางของฟิล์มแสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้าง เป็นแบบคอลัมนาร์เมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ลักษณะของฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาลดลง เนื่องจากอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนสูงๆ จะเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป้าสารเคลือบ หรือที่เรียกว่า ปรากฏการณ์ target poisoning ทำให้เป้าสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบที่ เกิดขึ้นมีปริมาณน้อยลงทำให้ฟิล์มมีความหนาลดลง



- (c)
- ภาพที่ 4-6 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

(a) 2.0 sccm (b) 6.0 sccm (c) 10.0 sccm

ความแข็งของฟิล์ม

สำหรับความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 14.1 – 60.3 GPa (ตารางที่ 4-3) ส่วนภาพที่ 4-7 เป็นตัวอย่างกราฟแสดงความสัมพันธ์ของระยะความลึกที่หัวกดเพชรกดลงไปในเนื้อ ของฟิล์มและแรงที่ใช้ในการกดฟิล์ม จากผลการทดลองพบว่า ฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ (2.0 sccm) ฟิล์มมีความแข็งมากที่สุด คือ 60.3 GPa ซึ่งสัมพันธ์กับผลของ XRD ที่แสดงให้เห็นว่าฟิล์มชุดนี้ มีโครงสร้างผลึกสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ส่วนฟิล์มชุดที่ เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูง (6.0 และ 10.0 sccm) ฟิล์มมีความแข็งประมาณ 14.1-15.9 GPa ซึ่งเป็นความแข็งของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	ความแข็ง	
(sccm)	(GPa)	
2.0	60.3	
6.0	15.9	
10.0	14.1	

ตารางที่ 4-3 ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 4-7 ตัวอย่างกราฟแรงกดและความลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

4.2 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม

ส่วนนี้เป็นข้อมูลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม 3 ค่า คือ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ประกอบด้วย ลักษณะกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิช ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนา ความหยาบผิว องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม โครงสร้างจุลภาค และความแข็งของฟิล์บางที่เคลือบได้ มีผลการศึกษาดังนี้

1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมในงานวิจัยนี้ พบว่า ผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ทึบแสง ฟิล์มมีสีเทาเข้ม ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 4-8



ภาพที่ 4-8 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม

2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ในงานวิจัยนี้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม 3 ค่า คือ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ผลการศึกษาพบว่าเมื่อใช้ค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม เท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์ที่มุม 39.07[°], 45.24[°] และ 65.72[°] สอดคล้องกับโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ระนาบ (111), (200) และ (220) แต่เมื่อเพิ่มค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเป็น 600 mA และ 900 mA พบรูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ไม่ชัดเจน แต่มีลักษณะเป็นโดมฐานกว้าง ระหว่างมุม 35.00[°], 47.00[°] สำหรับ รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50[°] เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ กับ รูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบโครเมียมไนไตรด์ (CrN) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ซึ่งใช้เป็น ตำแหน่งอ้างอิงจากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 882250 ตามลำดับ พบว่าเมื่อใช้ค่า กระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมต่ำ (300 mA) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้นั้นมีค่า อยู่ระหว่างรูปแบบ การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบโครเมียมไนไตรด์และอะลูมิเนียมไนไตรด์ทั้งหมด ซึ่งสรุปได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้นี้ คือ ฟิล์มบางของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111), (200) และ (220) (ภาพที่ 4-9) แต่เมื่อค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม เพิ่มขึ้นเป็น 600 mA และ 900 mA ไม่พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ชัดเจน มีเพียงลักษณะที่เป็นโดมฐานกว้าง แสดงให้เห็นว่าเมื่อ กระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นความเป็นผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ลดลง



ภาพที่ 4-9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม



ภาพที่ 4-10 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (111) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

กระแสไฟฟ้า	ขนาดผลึก	ค่าคงที่แลตทิซ
(mA)	(nm)	(Å)
300	39.1	3.987
600	NA	NA
900	NA	NA

ตารางที่ 4-4 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า

ภาพที่ 4-10 แสดงกราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของ โครเมียมไนไตรด์ (JCPDS เลขที่ 770047) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (JCPDS เลขที่ 882250) ซึ่งคำนวณจาก สมการระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก (fcc) พบว่าฟิล์มที่ เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกเฉพาะที่กระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมต่ำ (300 mA) เท่านั้น ส่วนที่กระแสสูง (600 mA และ 900 mA) ฟิล์มมีโครงสร้างผลึกที่ไม่ชัดเจน กรณีนี้ค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ใน ระบาบ (111) มีค่าเท่ากับ 3.987 Å ซึ่งเป็นค่าที่อยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิชของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) และ อะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-4 ทั้งนี้หากพิจารณาเปรียบเทียบ ค่าคงที่แลตทิชของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้กับค่าคงที่แลตทิชมาตรฐานของอะลูมิเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 882250 เนื่องจากการแทนที่อะตอมของโครเมียม (รัศมีของอะตอมประมาณ 139 pm) ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าอะตอมของอะลูมิเนียม (รัศมีของอะตอมประมาณ 121 pm) ในโครงสร้าง ของอะลูมิเนียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น ทำให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ ได้มีค่าเพิ่มขึ้น (เมื่อเทียบกับค่าคงที่แลตทิซอะลูมิเนียมไนไตรด์) ทำให้มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเลื่อนไปทางซ้ายของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอะลูมิเนียมไนไตรด์ สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์คำนวณด้วยสมการ Scherrer จากรูปแบบการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในภาพที่ 4-9 พบว่ามีค่าเท่ากับ 39.1 nm (ตารางที่ 4-4)

3. ลักษณะพื้นผิวและความหนา

ภาพที่ 4-11 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้กระแสของเป้าอะลูมิเนียมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเท่ากับ 300 mA เกรนของฟิล์มมี ลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมเล็กกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของ เป้าอะลูมิเนียมเท่ากับ 600 mA และ 900 mA เกรนเริ่มเกาะกลุ่มรวมตัวกันใหญ่ขึ้น ทั้งนี้เกรนของฟิล์มมี ขนาดใหญ่ขึ้นตามค่ากระแสอะลูมิเนียม เนื่องจากการเพิ่มค่ากระแสอะลูมิเนียม เป็นการเพิ่มพลังงานของ อะตอมสารเคลือบทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานสูงขึ้นเพียงพอในการรวมกลุ่มจนเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น สรุปดังตารางที่ 4-5 สำหรับความหยาบผิว พบว่าเมื่อเพิ่มกระแสของเป้าอะลูมิเนียมจาก 300 mA เป็น 600 mA ความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 2.8 nm เป็น 1.4 nm ขณะที่กระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม เพิ่มขึ้นจาก 600 mA เป็น 900 mA ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.4 nm เป็น 3.4 nm

กระแสไฟฟ้า	ความหนา	ความหยาบผิว
(mA)	(nm)	(nm)
300	347	2.8
600	547	1.4
900	1047	3.4

			1
a	9		ਕ ਾ ਮਾਮ
mn~n M / E	600110110100600110000100	00.000/00/00/00/00/00/00/00/00/00/00/00/	1910119 560050110194940
$9 1 1 1 1 4^{-1}$	""	(161211) (161411) (16141) (1614)	PPI 61 PPI 1 3 61 1 (1 3 2 PPC) PM M 1



ภาพที่ 4-11 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม (a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA

4. องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม

ภาพที่ 4-12 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ จากเทคนิค EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) อะลูมิเนียม (Al) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบใน สัดส่วนต่าง ๆ ซึ่งเปลี่ยนไปตามค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมโดย โครเมียม และ ไนโตรเจน มีค่าลดลง จาก 34.48% เป็น 17.81% และ 54.74% เป็น 28.00% ตามลำดับ ส่วนอะลูมิเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 10.78% เป็น 54.19% เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น จะทำให้อะตอมของ อะลูมิเนียมถูกสปัตเตอร์ออกมารวมตัวกับโครเมียและไนโตรเจนแล้วฟอร์มตัวเป็นฟิล์มได้มากขึ้น เป็นผลให้ ปริมาณอะตอมของโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง



ภาพที่ 4-12 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม

5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

ภาพที่ 4-13 แสดงโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าโดยลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มโครเมียมอะลูมิเนียม ในไตรด์ แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมนาร์ เมื่อกระแสอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น พบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมนาร์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้น รวมถึงความหนาของฟิล์มมีค่า เพิ่มขึ้น เนื่องจากระแสไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกมาจากเป้า สารเคลือบมากขึ้น ทำให้สารเคลือบตกเคลือบบนวัสดุรองรับได้มาก จึงส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4-13 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม (a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA

ความแข็งของฟิล์ม

สำหรับความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 45.9 – 70.5 GPa (ตารางที่ 4-6) ส่วนภาพที่ 4-14 เป็นตัวอย่างกราฟแสดงความสัมพันธ์ของระยะความลึกที่หัวกดเพชรกดลงไปในเนื้อ ของฟิล์มและแรงที่ใช้ในการกดฟิล์ม จากผลการศึกษาพบว่า ฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้า อะลูมิเนียมต่ำ (300 mA) ฟิล์มมีความแข็งมากที่สุด คือ 70.5 GPa ซึ่งสัมพันธ์กับผลของ XRD ที่แสดงให้ เห็นว่าฟิล์มชุดนี้มีโครงสร้างผลึกสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ส่วนฟิล์มชุดที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมสูง (600 และ 900 mA) ฟิล์มมีความแข็ง ประมาณ 45.9 – 46.8 GPa เนื่องจากฟิล์มที่ได้มีความเป็นผลึกไม่ดี

กระแสไฟฟ้า	ความแข็ง	
(mA)	(GPa)	
300	70.5	
600	46.8	
900	45.9	

ตารางที่ 4-6 ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม



ภาพที่ 4-14 ตัวอย่างกราฟแรงกดและความลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าเป้าอะลูมิเนียม

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

ผลการศึกษาในงานวิจัยนี้ มี 2 ส่วน ได้แก่ ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ ผลของกระแสไฟฟ้า ของเป้าอะลูมิเนียมสรุปได้ดังนี้

1. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้มีสีเทาเข้มทุกเงื่อนไขการเคลือบไม่ เปลี่ยนแปลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

 1.2 ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก ระนาบ (111), (200) และ (220) โดยพบว่า ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เกิดขึ้นเมื่อใช้เมื่อใช้ อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่ำ ถ้าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนสูงโครงสร้างผลึกจะเปลี่ยนเป็นโครเมียมไนไตรด์

1.3 ฟิล์มที่เคลือบได้มีขนาดผลึกในช่วง 17.7 – 33.5 nm และมีค่าคงที่แลตทิซ ระนาบ (111) มี ค่าอยู่ในช่วง 3.999 Å - 4.165 Å

 1.4 อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้ เมื่ออัตราไหล แก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 400 nm เป็น 244 nm และ 2.8 nm
เป็น 1.4 nm

 1.5 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม พบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบทางเคมี ของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยปริมาณไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลของแก๊ส ในโตรเจน ส่วนปริมาณโครเมียมและอะลูมิเนียมมีค่าลดลง

 1.6 โครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้ มีการจัดเรียงตัว แบบคอลัมนาร์และมีลักษณะแน่นขึ้นเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น

ความแข็งของฟิล์ม ความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 14.1 – 60.3 GPa
เปลี่ยนแปลงไปตามโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้

2. ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม

2.1 ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้ มีสีเทาเข้มทุกเงื่อนไขการเคลือบ ไม่ เปลี่ยนแปลงตามกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียม

2.2 ฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก ระนาบ (111), (200) และ (220) เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมต่ำ (300 mA) แต่เมื่อเพิ่มค่า กระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมพบว่าความเป็นผลึกของฟิล์มที่ได้หายไป พบรูปแบบการเลี้ยวเบนใน ลักษณะโดมฐานกว้างเท่านั้น

1.3 ฟิล์มที่เคลือบได้มีขนาดผลึกเท่ากับ 39.1 nm และมีค่าคงที่แลตทิซระนาบ (111) เท่ากับ
3.987 Å

1.4 ค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้
เมื่อค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 347 nm เป็น
1047 nm และ 2.8 nm เป็น 3.4 nm

1.5 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่าค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมมีผลต่อองค์ประกอบ ธาตุของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมในไตรด์ โดยปริมาณอะลูมิเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้าของ เป้าอะลูมิเนียม ส่วนปริมาณโครเมียมและในโตรเจนมีค่าลดลง

1.6 โครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีการจัดเรียงตัว แบบคอลัมนาร์และมีลักษณะแน่นขึ้นเมื่อค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น

1.7 ความแข็งของฟิล์ม ความแข็งของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 45.9 – 70.5 GPa
เปลี่ยนแปลงไปตามกระแสไฟฟ้าของเป้าอะลูมิเนียมและโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

 เทคนิครีแอคตีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงสำหรับการเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบชนิดต่าง ๆ เป็นการเคลือบที่ให้ฟิล์มคุณภาพสูง การยึดติดดี ไม่มีปัญหาสิ่งแวดล้อม แต่ยังมีข้อจำกัดบางอย่าง เช่น การเคลือบเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติเหมือนเดิมทุกครั้งจำเป็นต้องมีการควบคุมพารามิเตอร์ที่ใช้ใน กระบวนการเคลือบอย่างรัดกุม เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเคลือบล้วนส่งผลโดยตรง ต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มที่เคลือบได้ ดังนั้นจึงควรศึกษาพารามิเตอร์ หรือเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิลมเพิ่มเติม เช่น เวลาการเคลือบ ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป้า สารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มบางของสารประกอบ 3 ชนิด (Ternary Coating) เพียง 1 ชั้น ซึ่งส่งผล ต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์มระดับหนึ่ง อย่างไรก็ดีแนวทางหนึ่งในการเพิ่มประสิทธิภาพของฟิล์มด้านต่าง ๆ นั้น ยังสามารถทำได้โดยการเพิ่มธาตุชนิดที่ 4 (Quaternary Coating) หรือเคลือบฟิล์มให้มีลักษณะเป็นระบบ ฟิล์มหลายชั้น (Multi-layer) ซึ่งจะทำให้ชั้นเคลือบที่ได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น

3. เครื่องเคลือบที่ใช้มีขนาดเล็กสำหรับใช้ในงานวิจัยเป็นหลัก ทำให้สามารถเคลือบชิ้นงานได้ครั้งละ หนึ่งชิ้น ทั้งนี้หากต้องการใช้งานจริงเชิงอุตสาหกรรมจำเป็นต้องมีการเคลือบอย่างต่อเนื่องและได้จำนวน มากในการเคลือบแต่ละครั้ง ดังนั้นจึงควรมีการปรับปรุงหรือพัฒนาเครื่องเคลือบที่มีขนาดใหญ่ขึ้น เพื่อ รองรับและเรียนรู้หลักการหรือเทคนิคต่างๆ สำหรับเคลือบฟิล์มบางในระดับอุตสาหกรรม

4. ฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิดในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเคลือบแบบโคสปัตเตอริง ซึ่งมีข้อดี สำคัญคือสามารถควบคุมอัตราส่วนของอะตอมสารเคลือบแต่ละชนิดได้ค่อนข้างง่าน แต่ระบบจะยุ่งยากขึ้น เนื่องจากต้องมีแหล่งกำเนิดสารเคลือบและภาคจ่ายไฟจำนวน 2 ชุด อย่างไรก็ดีฟิล์มบางในกลุ่มนี้ยัง สามารถเคลือบด้วยวิธีอื่นได้อีก เช่น การเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบแบบโมเสก หรือ การเคลือบโดยใช้เป้า สารเคลือบแบบอัลลอยด์ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเปรียบเทียบเกี่ยวกับเทคนิคและสมบัติของฟิล์มบางของ สารประกอบสามชนิดที่เตรียมด้วยเทคนิคอื่น

5. วัสดุรองรับที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ กระจกสไดล์และแผ่นซิลิกอน สำหรับการศึกษาลักษณะเฉพาะ ของฟิล์มที่เตรียมได้ อย่างไรก็ดีชนิดของวัสดุรองรับก็มีผลต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและ สมบัติบางประการมีส่วนเกี่ยวข้องกับวัสดุรองรับ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบ ฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ

เอกสารอ้างอิง

- พิเซษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปัตเตอริง ตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 *รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงาน กองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม* กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Barshilia, H.C., Selvakumar, N., Deepthi, B. & Rajam, K. S. (2006). A comparative study of reactive direct current magnetron sputtered CrAlN and CrN coatings, *Surface and Coatings Technology, 201,* 2193-2201.
- 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.
- Chunyan, Y., Linhai, T., Yinghui, W., Shebin, W., Tianbao, L. & Bingshe, Xu. (2009) The effect of substrate bias voltages on impact resistance of CrAlN coatings deposited by modified ion beam enhanced magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, *255*, 4033-4038.
- 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.
- Hones, P., Diserens, M., Sanjinés, R. & Lévy, F. (2000). Electronic structure and mechanical properties of hard coatings from thechromium–tungsten nitride system, *Journal of Vaccum Science Technology B, 18*, 2851-2856.
- Hones, P., Sanjinés, R. & Lévy F. (1998). Sputter deposited chromium nitride based ternary compounds for hard coatings, *Thin Solid Films, 332*, 240-246.
- 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 (ABS[™]) deposition techniques. *Surface and Coatings Technology, 86– 87*, 192-199.
- Jeyachandran, Y.L., Narayandass, Sa. K., Mangalaraj, D., Areva, S. & Mielczarski, J.A. (2007). Properties of titanium nitride films prepared by direct current magnetron sputtering, *Materials Science and Engineering A, 445–446, 223–236.*

- Kawate, M., Hashimoto, A. K. & Suzuki T. (2003). Oxidation resistance of Cr_{1-X}Al_xN and Ti_{1-X}Al_xN films, *Surface and Coatings Technology, 165*, 163–167.
- Khamseh, S., Nose, M., Kawabata, T., Nagae, T., Matsuda, K. & Ikeno, S. (2010). A comparative study of CrAlN films synthesized by dc and pulsed dc reactive magnetron facing target sputtering system with different pulse frequencies, *Journal of Alloys and Compounds, 508*, 191-195.
- Lv, Y., Ji, L., Liu, X., Li, H., Zhou, H. & Chen, J. (2012). Influence of substrate bias voltage on structure and properties of the CrAlN films deposited by unbalanced magnetron sputtering, *Applied Surface Science, 258*, pp. 3864-3870.
- Martinez, E., Sanjinés, R., Karimi, A., Esteve, J. & Lévy F. (2004). Mechanical properties of nanocomposite and multilayered Cr–Si–N sputtered thin films, *Surface and Coatings Technology, 180-181,* 570-574.
- 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., Piersona, 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.
- Rohde, S.L., & Munz, W.D. (1991). Sputter Depostion in Advanced Surface Coatings a Handbook of Surface Engineering.(pp. 103-105). New York: Chapman and Hall.

Smith, D.L. (1995). Thin-film deposition: principle and practice. New York: McGraw-Hill.

- Tlili, B., Mustapha, N., Nouveau, C., Benlatreche, Y., Guillemot, G. & Lambertin, M. (2010). Correlation between thermal properties and aluminum fractions in CrAlN layers deposited by PVD technique, *Vacuum, 84*, 1067-1074.
- Uchida, M., Nihira, N., Mitsuo, A., Toyoda, k., Kubota, k. & Aizawa, T. (2004), Friction and wear properties of CrAlN and CrVN films deposited by cathodic arc ion plating method, *Surface and Coatings Technology*, *177-178*, 627-630.

Vossen, J.L., & Kerns, W. (1978). Thin Film Processes. New York: Academic Press.

Wang, L., Zhang, G., Wood, R. J. K., Wang, S. C. & Xue, Q. (2010), Fabrication of CrAlN nanocomposite films with high hardness and excellent anti-wear performance for gear application, *Surface and Coatings Technology, 204*, 3517-3524.

- Wang, Y. X., Zhang, S., Lee, J. W., Lew, W. S., & Li, B. (2012). Influence of bias voltage on the hardness and toughness of CrAlN coatings via magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology, 20*, 5103-5107.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). Handbook of sputter deposition technology: principles, technology and applications. New Jersey: Noyes.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก ผลผลิตของโครงการ

ผลผลิตของโครงการ

โครงการ การเตรียมชั้นเคลือบแข็งของโครเมียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วย วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง

แหล่งทุน ทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล
(งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 มหาวิทยาลัยบูรพา
รหัสโครงการ 103238 / สัญญาเลขที่ 69/2558

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

Khambum, A., Buranawong, A., Chailyakun, S., & Witit-anun, N. (2015). Growth and Characterization of CrAlN Thin Film Deposited by DC Reactive Co-Sputtering. In International Conference on Science and Technology 2015, RMUTT. November 4-6, 2015, 533-537.

2. ผลงานเชิงสาธารณะ

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

3. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิเ	ต ระดับบัณฑิตศึกษา ปร.ด.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่
ชื่อ-นามสกุล	นางสาวอมรรัตน์ คำบุญ
หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมอะลูมิเนียม
	ไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง
	Preparation and Characterization of CrAlN Thin Films by Reactive
	Magnetron Sputtering Method
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

1. ผลงานตีพิมพ์ - 1



Proceedings 2015 International Conference on Science and Technology

Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Thailand November 4-6, 2015

IEEE Xplore®

The International Conference on Science and Technology

The main topics of TICST2015 include:

Physics, Earth Science, and Applied Physics

Mathematics and Statistics

Chemistry and Chemical Technology

Computer Science and Information Technology

Biology and Biotechnology

Applied Science and other related topics



Jointly Organized by:

Rajamangala University of Technology Thanyaburi (Thailand) National Pingtung University of Science and Technology (Taiwan) Kobe University (Japan) Islamic University of Indonesia (Indonesia) National Food Research Institute (Japan)



International Conference on Science and Technology 2015

November 4-6, 2015 Faculty of Science and Technology Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Thailand

Jointly organized by

- Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi (Thailand)
- National Pingtung University of Science and Technology (Taiwan)
- Kobe University (Japan)
- Islamic University of Indonesia (Indonesia)
- National Food Research Institute (Japan).



Technical support:

- IEEE Computer Society Thailand
- acm Thailand
- IEEE Thailand Section
- IEEE XPlore
- IEEE









Growth and Characterization of CrAlN Thin Film Deposited by DC Reactive Co-Sputtering

Amonrat Khambun Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri, Thailand. amonratja@hotmail.com

Surasing Chaiyakun Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri, Thailand. s-chaikhun@hotmail.com

Abstract-Chromium aluminium nitride (CrAlN) thin films were grown on Si wafers by DC reactive magnetron co-sputtering technique without external heating and biasing to the substrates. The effect of N2 gas flow rate on the structure of the as-deposited films was invested. Cr and Al metals were used as sputtering targets. The Cr and Al sputtering current were fixed at 300 mA. The sputtering gas (Ar) flow rate was fixed at 10 sccm and the reactive gas (N₂) flow rate was varied from 2 sccm to 10 sccm. The crystal structure, thickness, roughness, microstructure, surface morphology, elemental composition and hardness were characterized by glancing angle X-ray diffraction (GAXRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and nanoindentation technique, respectively. The results showed that, all the as-deposited films were formed as a (Cr,Al)N solid solution. The as-deposited films exhibited a nanostructure with a crystallite size of less than 40 nm. The crystal size and lattice constant was in range of 17 - 33 nm and 3.998 - 4.165 Å, respectively. The film thickness and roughness decreased from 400 nm to 244 nm and 2.8 nm to 1.4 nm, respectively, with increasing the N2 gas flow rate. The elemental composition of the as-deposited films varied with the N2 gas flow rate. Cross section analysis by FE-SEM showed compact columnar and dense morphology as increasing the N2 gas flow rate. The film hardness was in range of 14.1 - 60.3 GPa.

Keywords-CrAIN thin films, N2 gas flow rate, co-sputtering

I. INTRODUCTION

The materials surface finishing by hard coating based on transition metal nitrides is an important industrial process. These hard coating help to protect base materials against wear, corrosion and/or erosion. Nowadays, most of machinery parts, cutting and forming tools are coated by hard coating, which increase in lifetime and more efficient compared to uncoated. The binary metal nitrides hard coating such as TiN, CrN, and ZrN are known as the first generation of physical vapor deposition (PVD) hard coating for machinery parts and tooling

978-1-4673-7670-9/15/\$31.00 ©2015 IEEE

Adisorn Buranawong

Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri, Thailand. adisornb@buu.ac.th

Nirun Witit-anun Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri, Thailand. nirun@buu.ac.th

[1]. These metal nitrides possess higher hardness than of high speed steel and cemented carbide due to their superior tribological properties [2,3].

Among these films, CrN thin film has been extensively studied and used due to its high hardness, high thermal stability and good wear resistance as well as excellent corrosion resistance and is widely used in die casting, metal forming, and tool machining applications to increase productivity and tool life [4]. However, CrN thin films still shows inadequate properties such as high speed machining and high temperature above 700 °C because the properties of CrN films degraded rapidly due to the oxidation [5]. For hard protective coatings, thermal stability is important as they are exposed to high temperatures during casting process.In order to overcome these problems and/or improve properties of the CrN, the Cr-based ternary nitride films by incorporation of some element into transition binary CrN coatings, such as CrTiN [6], CrAIN [7], CrSiN [8] and CrZrN [9] were developed, and their excellent properties have been reported in many previous publications, especially CrAIN films.

PVD techniques are the most popular methods to deposited these ternary nitride hard coating and, among them, sputtering method is the most suitable one due to low-temperature process, use of non-toxic gases and simple process [10]. However, it is common knowledge that the properties of films are related to certain characteristics, such as crystal structure, elemental composition, thickness, roughness, microstructure and surface morphology of the desired films which depend on deposition parameters such as gas flow rate, sputtering current, substrate heating, substrate-target distances and substrate bias. Therefore, the study of deposition parameters is useful to understand the structure and properties of the films to develop for desired characteristics. Nowadays, many researcher studies of CrAIN deposition technique have been focused on the influences of the deposition parameters on the structure of CrAIN thin films. In this research work, the effects of N_2 gas flow rate on the structures of CrAlN thin films, deposited by DC reactive magnetron co-sputtering without external heating and biasing substrates at low sputtering current on crystal structure, thickness, roughness, microstructure, surface morphology and elemental composition were investigated in details.

Materals and Methods

CrAlN thin films were deposited on silicon substrate by DC reactive magnetron co-sputtering system (Fig. 1). The system used in this research work was a homemade deposition system equipped with PFEIFFER compact full range gauges (PKR 251), measurement unit (TPG 262) and MKS mass flow controllers (type 247D) to monitor the pressures and control working gas flow rates. The separate metallic Cr (99.95%) and Al (99.95%) targets were used as the sputtering target, at a 75° magnetron cathode arrangement. Pure Ar (99.999%) and N₂ (99.999%) were used as the sputtering and reactive gases, respectively. The substrate to target distance (d_{st}) was set at 150 mm. The deposition conditions as listed in Table 1.

Before sputtering, the chamber was evacuated to a pressure below 5×10^{-5} mbar. The targets were pre-sputtering with the Ar gas atmosphere for 10 minutes while the substrate was shielded by shutters in order to eliminate the target surface contaminant. The thin films were deposited after working gas was injected into the deposition chamber at constant Cr and Al sputtering current of 300 mA. The thin films were deposited at a constant Ar gas flow rate of 10 sccm. N₂ gas flow rate was adjusted as a process variable from 2 to 10 sccm. The working pressure was kept constant at 5.0×10^{-3} mbar during the deposition process.

The crystal structure was determined by glancing angle X-ray diffraction (GAXRD: Bruker D8). The incident angle of 3° with 2 θ -scan varied from 20° - 80° . The crystallite size can be calculated from the full width at half maximum (FWHM) in the XRD pattern using Scherrer's equation. The surface morphology and roughness were evaluated by Atomic Force Microscope (AFM: Nanoscope IV). The films thickness, microstructure, and cross-section structure were investigated by Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM: Hitashi s4700). The elemental composition of the as-deposited films was determined by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS: EDAX). The mechanical property, in term of hardness of the CrAIN films was determined by the penetration depth which recorded by nanoindentation technique. Nanoindentation experiments were conducted at ambient conditions using a nanoindenter (Micro materials-NanoTest) equipped with a pyramid Berkovich diamond tip. Indentation was performed at fixed load of 3mN. Each cycle repeated 6 times. The purpose of repeating was to minimize the potential errors and reduce the variation of each cycle.

TABLE 1. THE THIN FILMS DEPOSITION PARAMETERS

Deposition parameters	Details
Deposition technique	DC Reactive co-sputtering
Sputtering target	Cr (99.95%),
	Al (99.95%)
Substrate	Silicon
Substrate temperature	room temperature
Substrate to target distance	150 mm

Base pressure	5.0x10 ⁻⁵ mbar
Working pressure	5.0x10 ⁻³ mbar
Cr current	300 mA
Al current	300 mA
Ar gas flow rate	10 sccm
N2 gas flow rate	2, 6, 10 sccm
Deposition time	60 min

II. RESULTS AND DISCUSSION

A. Deposition rate

The deposition rates of CrAlN thin films deposited at different the N_2 gas flow rate are shown in Fig. 1. The results showed a significant decrease of the deposition rate with increasing the N_2 gas flow rate. As the N_2 gas flow rate increased from 2 sccm to 10 sccm, the deposition rate of the thin films decreased from 6.6 nm/min to 4.1 nm/min, because of the exceed N_2 gas are react with the surface of Cr and/or Al targets, and form to be the thin nitride layer on the target surface, which called target poisoning, that reduce the Cr and Al target sputter rate.



Figure 1. Effect of N_2 flow rate on the deposition rate of thin films

B. Elemental composition

An increase of the N_2 gas flow rate affected the elemental composition (atomic concentrations of Cr, Al and N) of the as-deposited thin films. In this work, it was found that as the N_2 gas flow rate increased from 2 to 10 sccm, the Cr content of the as-deposited films decreased from 37.5 at.% to 26.1 at.%, while the Al content decreased from 11.3 at.% to 8.4 at.%, and the N content increased from 51.2 at.% to 64.3 at.% (Fig. 2).



Figure 2. Effect of N2 flow rate on the elemental composition of thin films

C. Phase development and crystallographic properties

XRD patterns of the CrAlN thin films deposited on silicon at different the N_2 gas flow rate are shown in Fig. 3. The standard 2 θ positions for the (111), (200) and (220) reflections of the CrN and AlN structure are also included for comparison purposes. The XRD patterns of the as-deposited films showed a continuous shift of the peak positions from the standard 2 θ values with increasing the N₂ gas flow rate. As the N₂ gas flow rate increased from 2 sccm to 10 sccm, the 2 θ values for the (111), (200) and (220) peak reflection of the CrAlN structure shifted toward the lower 2 θ values. This result suggested that the as-deposited the films formed a solid solution (Cr,Al)N whereby Cr atoms in CrN structure were substituted by Al atoms form sputtered of Al target [10,11]. The d-spacing in solid solution thin films were gradually increased, therefore the enhancement of 2 θ values were observed according to the Bragg's law of X-ray diffraction.



Figure 3. XRD patterns of CrAlN films deposited at different N2 flow rate.

The results for the calculated crystallite size and the lattice constants of the as-deposited films are shown in Table 2. It was found that as the N₂ gas flow rate increased from 2 to 10 sccm, not only the crystallite size of the as-deposited films calculated for the (111) peak increased from 17.7 nm to 33.5 nm, but also the lattice constants of these films, which were deduced from the (111) peaks, increase from 3.998 Å to 4.165 Å, as shown in Table 2. The increased in the lattice constants could be the results from the substitution of Cr atom with Al atom in the CrN lattice to form the CrAlN solid solution structure since the radius of Al atom (1.43 Å) is larger than the radius of Cr atom (1.36 Å), therefore, the lattice constants of the as-deposited thin films in this work increased with increasing the N₂ gas flow rate as showed in Table 2.

D. Surface morphology

The two dimension and three dimension AFM images of CrAlN thin films deposited at various N_2 gas flow rate are illustrated in fig. 4. As can be seen from the figure, the small individual with spread across the surface were obtained at 2 sccm (fig. 4a), with increasing of N_2 gas flow rate to 10 sccm, a bigger and aggregations of grains were appeared (fig. 4c). The RMS roughness value of the films deposited at N_2 gas flow rates of 2, 6, 10 sccm are 2.8, 1.9, 1.4 nm, respectively. The alternation of surface morphology with increasing N_2 gas flow rate is attribute to the fact that the films deposited at high N_2 gas flow rate give the target poisoning on both sputtering targets which the deposition rate was decreased then the adatom had enough time to enhance their size.

E. Microstructures

The microstructure and the cross-sectional of the CrAlN thin films deposited at different N₂ gas flow rate are shown in Fig. 5. The nanocrystalline CrAlN grains were formed mainly of individual grain and compact pattern which are clearly identified from low N₂ gas flow rate (2 sccm). When the N₂ gas flow rate increased to 10 sccm, it was found that the surface composed of small nano grains size with less void and denser structure, due to high nitrogen atom can more react with chromium and aluminium atoms. The as-deposited thin films exhibited smoothing surface with increasing of the N₂ gas flow rate, corresponded to the decrease of crystallite size which determined from XRD pattern.

From cross-section analysis were clearly identified that the thickness were decreased from 400 nm to 244 nm resulting formed the target poisoning when the N_2 gas flow rates increased [12]. The cross-section observation apparently reveals the equiaxial structure with also exhibit good columnar pattern. As the N_2 gas flow rates increased, bombarding with higher energetic particles lead to the microstructure with dense packed fibrous grains which correspond to Zone T in the structure Thornton's zone model [13]. In addition, the nitrogen atoms added to the as-deposited films resulting dense microstructure through the grain refinement.

F. Hardness

The hardness of the sputtered CrAlN films as a function of N_2 gas flow rate is obtained from load-unload displacement curve of (fig). 1. A decrease in hardness of the as-deposited CrAlN films from 60.3 to 14.1 GPa is obtained with increasing N_2 gas flow rates. The hardness of the CrN films was lower than the CrAlN with high hardness (60.3 GPa) were obtained at low N_2 gas flow rate but the low hardness of the CrN (14.1-15.9 GPa) were investigated when deposited at high N_2 gas flow rate of 10 sccm (table. 1).

TABLE 2. DEPOSITION CONDITIONS AND SOME PROPERTIES OF THE AS-DSPOSITED THIN FILMS AT DIFFERENT N2 FLOW RATE

N ₂ flow rate	Thickness	Roughness	oughness Crystal size Lattice constan [nm] [nm] [Å]	Lattice constants	Hardness (GPa)	Eleme	ntal compositio	n (at%)
[sccm]	[nm]	[nm]		[A]		Cr	AI	N
2	400	2.8	17.7	4.139	60.3	37.47	11.29	51.23
6	294	1.9	33.5	4.153	15.9	27.32	8.40	64.28
10	244	1.4	23.9	4.162	14.1	26.07	9.76	64.31



Figure 4. AFM images of CrAlN films deposited at different N_2 flow rates of (a) 2 sccm, (b) 6 sccm and (c) 10 sccm.



Figure 5. FE-SEM micrograph of CrAIN films deposited at different N2 flow rates of (a) 2 sccm, (b) 6 sccm and (c) 10 sccm.



Figure 6. Load-displacement curve of CrAlN films prepared at 6 sccm.

III. CONCLUSION

The nano-crystalline ternary nitride CrAIN thin films were successfully deposited on silicon without external heating and biasing substrates. The crystal structure, thickness, roughness, microstructure, surface morphology elemental composition and hardness of these films were evaluated as a function of the N2 gas flow rate. It was found that increasing the N2 gas flow rate caused the deposition rate decrease, the content increase while the Cr and Al content of the films decreased. The XRD results show that the films composed of (111) and (200) plane with small shift toward the lower 2θ values. The film's crystallite size was in range of 17.7 - 33.5 nm. The film thickness, roughness and lattice constant decreased with increasing the N₂ gas flow rate. The microstructure and the cross-sectional analysis by FE-SEM showed compact columnar and dense morphology as increasing the N2 gas flow rate. The hardness of the as-deposited films was decrease from 60.3 GPa to 14.1 GPa which increasing the N2 gas flow rate.

ACKNOWLEDGMENT

This research work financially supported by the Research Grant of Burapha University through National Research Council of Thailand (Grant no. 79/2558).

REFERENCES

- W. L. Wang, R. Q. Zhang, K. J. Liao, Y. W. Sun, and B. B. Wang, "Nucleation and growth of diamond films on aluminum nitride by hot filament chemical vapor deposition," Diam Relat. Mater, vol. 9, pp. 1660-1663, September-October 2000.
- [2] V. R. Parameswaran, J. P. Immarigeon, and D. Nagy, "Titanium nitride coating for aero engine compressor gas path components," Surf. Coat. Tech, vol. 52, pp. 251-260, May 1992.
- [3] G. S. Kim, S. Y. Lee, J. H. Hahn, B. Y. Lee, J. G. Han, J. H. Lee, and S. Y. Lee, "Effects of the thickness of Ti buffer layer on the mechanical properties of TiN coatings," Surf. Coat. Tech, vol. 171, pp. 83-90, July 2003.
- [4] T. Bin, Z. Xiaodong, H. Naisai and H. Jiawen, "Study on the structure and tribological properties of CrN coating by IBED," Surf. Coat. Tech, vol. 131, pp.391-394, September 2000.
- [5] X. T. Zeng, S. Zhang, C. Q. Sun, and Y. C. Liu, "Nanometric-layered CrN/TiN thin films: mechanical strength and thermal stability," Thin Solid Films vol. 424, pp. 99-102, January 2003.
- [6] P. Hones, R. Sanjinés, and F. Lévy, "Sputter deposited chromium nitride based ternary compounds for hard coatings," Thin Solid Films, vol 332, pp. 240-246, November 1998.
- [7] M. Uchida, N. Nihira, A. Mitsuo, K. Toyoda, K. Kubota, and T. Aizawa, "Friction and wear properties of CrAIN and CrVN films deposited by cathodic arc ion plating method," Surf. Coat. Tech, vol. 177-178, pp. 627-630, January 2004.
- [8] E. Martinez, R. Sanjinés, A. Karimi, J. Esteve, and F. Lévy, "Mechanical properties of nanocomposite and multilayered Cr-Si-N sputtered thin films," Surf. Coat. Tech, vol. 180-181, pp. 570-574, March 2004.
- [9] S. M. Aouadi, T. Maeruf, R. D. Twesten, D. M. Mihut, and S. L. Rohde, "Physical and mechanical properties of chromium zirconium nitride thin films," Surf. Coat. Tech, vol. 200, pp. 3411-3417, March 2006.
- [10] P. W. Shum, K. Y. Li, and Y. G. Shen, "Improvement of high-speed turning performance of Ti-Al-N coatings by using a pretreatment of high-energy ion implantation," Surf. Coat. Tech, vol. 198, pp. 414-419, August 2005.
- [11] J. C. Sánchez-López, A. Contreras, S. Domínguez-Meister, A. García-Luis, and M. Brizuela, "Tribological behaviour at high temperature of hard CrAIN coatings doped with Y or Zr," Thin Solid Films, vol. 550, pp. 413–420, January 2014.
- [12] Y. S. Yang, T. P. Cho, and J. H. Lin, "Optimizing hydrophobic and wear-resistant properties of Cr-Al-N coatings," Thin Solid Films, vol. 544, pp. 612-616, October 2013.
- [13] S. Berg, and T. Nyberg, "Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes," Thin Solid Films, vol. 476, pp. 215-230, April 2005.
- [14] J. A. Thornton, "Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings," J. Vac. Sci. Technol, vol. 11 pp. 666-670.

1. การให้ความอนุเคราะห์ผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 3 ครั้ง

ภาพกิจกรรม



ข้อมูล

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

		-	-
		077997	
	VX KVGA	hudha	
3			e.

ว-ด-ป 22 เมย. 2558 หน่วยงาน มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี

		1	-	ว-ด-เ
				หน่วย
6.000	0 0 -0	9 .		
		曲	I	

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

- 2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงและเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง
- **#1 ว-ด-ป** : 30-31 มีนาคม 2558
 - ชื่องาน : การประชุมวิชาการระดับชาติ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 7
 - **ผู้จัดงาน** : มหาวิทยาลัยนเรศวร
 - **เรื่อง** : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ



- 2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงและเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง
- **#2 ว-ด-ป** : 24-27 มิถุนายน 2558
 - ชื่องาน : Surface&Coatings 2015
 - ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.
 - สถานที่ : ศูนย์การประชุมไบเทคบางนา กทม.
 - เรื่อง : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD



- 2. การเข้าร่วมจัดนิทรรศการแสดงและเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 3 ครั้ง
- **#3 ว-ด-ป** : 7-9 กรกฎาคม 2558
 - **ชื่องาน** : บูรพาวิชาการ 2558
 - **ผู้จัดงาน** : มหาวิทยาลัยบูรพา
 - สถานที่ : มหาวิทยาลัยบูรพา
 - **เรื่อง** : การปรับปรุงผิววัสดุด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ



- 2. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง
- **#1 ว-ด-ป** : 24-25 มิถุนายน 2558
 - ชื่องาน : Surface&Coatings 2015
 - ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.
 - สถานที่ : ศูนย์การประชุมไบเทคบางนา กทม.
 - **หัวข้อ** : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD





- 2. การเป็นวิทยากรบรรยายเผยแพร่ผลงานวิจัย จำนวน 2 ครั้ง
- **#2 ว-ด-ป** : 27 มิถุนายน 2558
 - ชื่องาน : Surface&Coatings 2015
 - ผู้จัดงาน : REED TRADEX CO., LTD.
 - สถานที่ : ศูนย์การประชุมไบเทคบางนา กทม.
 - **หัวข้อ** : การเคลือบผิววัสดุด้วยเทคนิค PVD



ภาคผนวก ข

ประวัตินักวิจัย

ประวัตินักวิจัย นายอดิศร บูรณวงศ์

<u>ห้วหน้าโครงการวิจัย</u>

<u>ข้อมูลส่วนตัว</u>

ชื่อ-นามสกุล	นายอดิศร บูรณวงศ์	
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	



<u>ประวัติการศึกษา</u>

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

<u>สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ</u>

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, ฟิล์มบางสารประกอบไนไตรด์

ประวัติส่วนตัว นายสุรสิงห์ ไชยคุณ

<u>นักวิจัย</u>

<u>ข้อมูลส่วนตัว</u>

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	



<u>ประวัติการศึกษา</u>

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

<u>สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ</u>

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน

ประวัตินักวิจัย นายนิรันดร์ วิทิตอนันต์

<u>นักวิจัย</u>

<u>ข้อมูลส่วนตัว</u>

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



<u>ประวัติการศึกษา</u>

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

<u>สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ</u>

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวนศาสตร์, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน
