ภาคผนวก

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

ภาคผนวก ก

สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์และมาตรฐานการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไฮดรอกซีอปาไทท์

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์แสดงดังต่อไปนี้

	Rutile TiO_2	Anatase TiO_2	Brookite TiO_2
Form.Wt.	79.890	79.890	79.890
Z	2	4	8
CrystalSystem	Tet	Tet	Orth
PointGroup	4/mmm	4/mmm	mmm
SpaceGroup	$P4_2/mnm$	$I4_1/amd$	Pbca
UnitCell			
a(Å)	4.5845	3.7842	9.184
b(Å)			5.447
c(Å)	2.9533	9.5146	5.145
Vol	62.07	136.25	257.38
MolarVol	18.693	20.156	19.377
Density	4.2743	3.895	4.123
Thermal Expansion(Volumetric)			
alpha	28.9		
a_0	0.2890		

Crystal properties

Crystal growth method: Verneuil-method

Crystal growth orientation: (001), (110)

Maximum size: Up to Ø 1.25 inch * 2 inch length (conical)

Variations: Doped crystals (on request)

Crystallographic properties

Crystallographic structure: Tetragonal a = b = 4.593 Å c=2.959 Å

Twinning structure: Type a) Optical grade Grain boundary Free

Type b) Electronic grade with low angle grain boundaries

Color: Slight yellow, transparent

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

Physical properties

Density:	4.26 g/cm3	
Melting point:	1825 °C	
Hardness:	6.5-7.0 (Mohs)	
Thermal expansion coefficient:	9.943 * 10-6 K-1	|| c-axis
	7.192 * l0-6 K-1	normal c-axis
Dielectric constant:	190	|| c-axis
	85	normal c-axis
Dielectric loss tangent:	»17 * 10-3	
Specific resistivity:	> 1013 Wcm	

Optical properties

Transmission range:	0.42 to 6.0 μm	
Refractive index:	no = 2.613	Ordinary ray
	ne = 2.909	Extraordinary ray
Dispersion (n~ - Dc):	0.164	Ordinary ray
	0.207	Extraordinary ray
Birefringence (no – ne):	Strong, 0.296	

Titanium-Dioxide – Substrates (continued)

Orientation:	(100), (110), (001), (111), (421), (111)
	Other orientations on request
	Off orientation 2, 3, 5, 10 and 15°
	Edge orientation is standard
Sizes:	10 * 10* 0.5/1.0 (mm)
	10 * 5 * 0.5/1.0 (mm)
	7 * 7 * 0.5/1.0 (mm)
	1" * 1" * 0.5/1.0 mm
	0.5" * 0.5" * 0.5/1.0 mm
	0.25" * 0.25" * 0.5/1.0 mm
	Ø Up to 1.25"

Other shapes on request

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

Tolerances:	± 0.02 mm
Polish:	One or two sides epi pol.
Surface quality:	Scratch free at 800 x
	Measured with Veeco Dektak 8000
	Each shipment with certification
Parallelism:	±0.20
Flatness:	≤ 1 mm /10 mm
Roughness:	Standard
	Ra ≤ 5 Å
	Rq ≤ 6 Å
	TIR ≤ 35 Å

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

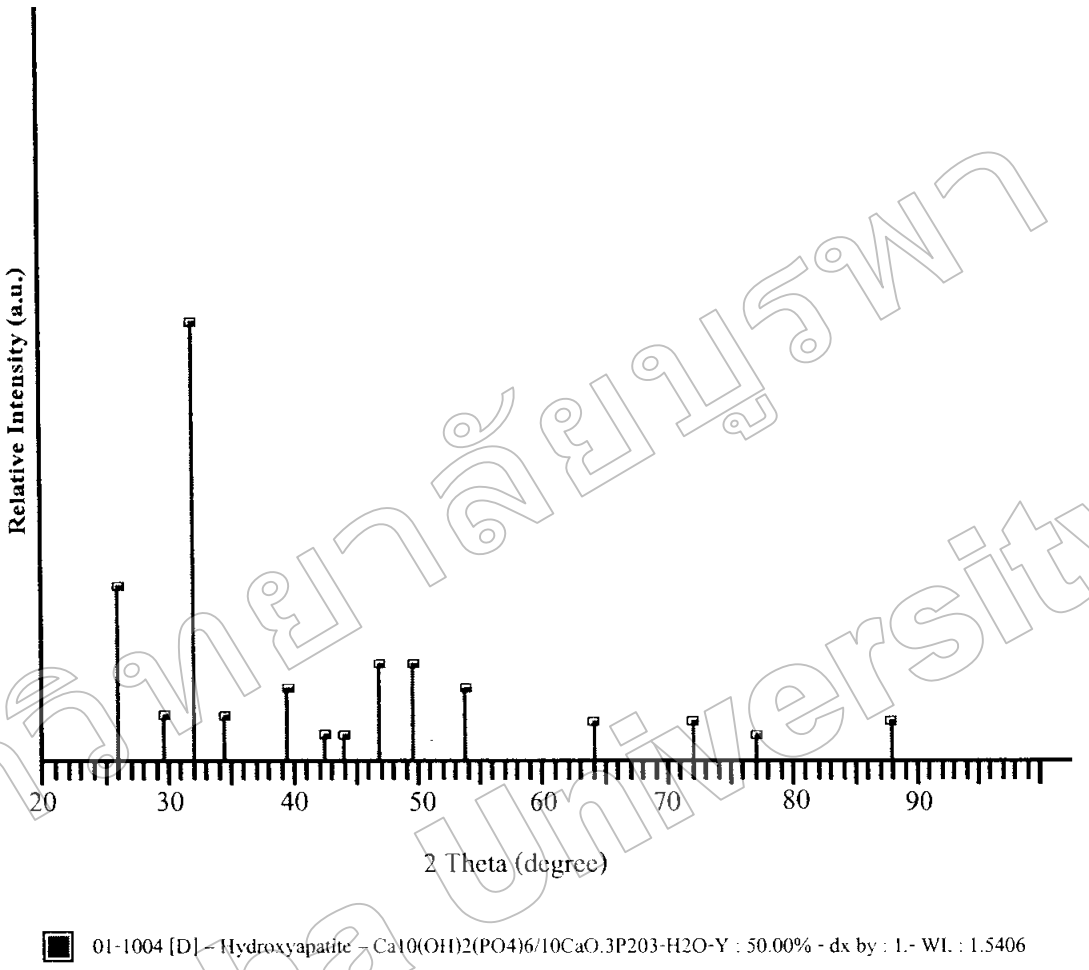
ตาราง ก-1 มาตรฐานการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีอปาไทท์

Pattern: 73-1765			Radiation = 1.540600				
TiO_2 (Rutile/ Titanium Oxide)			d (Å)	Intensity (%)	h	k	l
Lattice: Tetragonal			3.24491	100	1	1	0
S.G.:P42/ mnm (136)		Mol. Weight = 79.90	2.48387	46	1	0	1
a = 4.58900		Volume [CD] = 62.21	2.29450	6	2	0	0
c = 2.95400		Dx = 4.266	2.18442	17	1	1	1
	z = 2		2.05226	5	2	1	0
		I/Icor = 3.45	1.68543	45	2	1	1
			1.62246	14	2	2	0
ICSD COLLECTION CODE: 024277			1.47700	6	0	0	2
TEST FROM ICSD: No R value given			1.45117	6	3	1	0
TEST FROM ICSD: Ac least one TF missing			1.42208	<1	2	2	1
			1.35835	13	3	0	1
			1.34429	7	1	1	2
			1.30249	1	3	1	1
			1.27276	<1	3	2	0
			1.24194	1	2	0	2
			1.19881	1	2	1	2
			1.16388	3	3	2	1
			1.14725	2	4	0	0
			1.11300	1	4	1	0
			1.09221	4	2	2	2

*Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference:

*Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., volume 104, page 358, (1942)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพ ก-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตราฐานของไฮดรอกซีอปาไทท์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาคผนวก ข

ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University

การประชุมเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ ครั้งที่ 9 วันที่ 14–15 มีนาคม 2551 บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยบูรพา

ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วย รีแอคตีฟ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง

EFFECT OF SUBSTRATE BIAS VOLTAGE ON STRUCTURE PROPERTY OF TIO_2 FILMS DEPOSITED BY REACTIVE UNBALANCED MAGNETRON SPUTTERING

อมรรัตน์ คำบุญ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์ และสุรสิงห์ ไชยคุณ[1]

1. ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

Amonrat Khambun, Nirun Witit-Anun and Surasing Chaiyakun[1]

1. Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Bangsaen, Chon Buri, 20131, Thailand

บทคัดย่อ

บทความวิจัยนี้เป็นการรายงานผลการศึกษาผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งเตรียมด้วยวิธี รีแอคตีฟ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง บนแผ่นซิลิกอน จากเป้าสารเคลือบไททาเนียมบริสุทธิ์ อัตราไหลของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 1 ต่อ 4 sccm ที่ความดันรวมขณะเคลือบเท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar โดยแปรค่าความต่างศักย์ไบแอสในช่วง 0 V ถึง -150 V ฟิล์มบางทั้งหมดที่เคลือบได้จะนำไปหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ลักษณะพื้นผิว ความหนา และ ความขรุขระด้วยเทคนิค AFM จากการศึกษาพบว่าความต่างศักย์ไบแอสมีผลต่อการเปลี่ยนเฟส ความหนาและความขรุขระของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้

คำสำคัญ: รีแอคตีฟ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง/ ไททาเนียมไดออกไซด์/ ความต่างศักย์ไบแอส

บทนำ

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารประกอบออกไซด์ชนิดหนึ่งที่นักวิจัยและภาคอุตสาหกรรมให้ความสนใจกันอย่างแพร่หลาย เพราะไททาเนียมไดออกไซด์มีสมบัติน่าสนใจหลายประการ เช่น เป็นฟิล์มใส มีความแข็งสูง ทนต่อการขูดขีด ทนต่อการกัดกร่อน และทนต่อแรงกด จากสมบัติดังกล่าวข้างต้นจึงนิยมนำฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มาใช้อย่างกว้างขวาง เช่น งานด้านทัศนศาสตร์ การเคลือบเพื่อปกป้องผิว การเคลือบกระจกสะท้อนความร้อน (Jin *et al*, 2003) การเคลือบกระจกเพื่อให้กระจกมีสมบัติสามารถทำความสะอาดตัวเองได้ (Tavares *et al*, 2007) หรืองานทางด้านการแพทย์ เช่น การเคลือบสเตนเลส (stainless) เพื่อให้มีสมบัติในการเหนี่ยวนำให้เกิดไฮดรอกซีอปาไทท์ (hydroxyapatite) ซึ่งมีสมบัติคล้ายกระดูกสำหรับประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ (Suda *et al*, 2006)

ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึก 3 แบบ คือ เฟสอนาเทส (anatase) เฟสรูไทล์ (rutile) และเฟสบรูไกท์ (brookite) โดยเฟสอนาเทสและเฟสรูไทล์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล (tetragonal) ส่วนเฟสบรูไกท์ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออทรอรอมบิก (orthorhombic) (Palik, 1991) ปกติแล้วจะไม่พบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ในเฟสบรูไกท์ จะพบเพียงเฟสรูไทล์ อนาเทส และอสัณฐาน เท่านั้น (Löbl *et al*,

1994) อย่างไรก็ดีเฟสของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์แต่ละเฟสจะเหมาะสมสำหรับการใช้งานที่แตกต่างกัน โดยไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทสนั้นจะเหมาะสำหรับนำไปใช้งานด้าน Photocatalytic ขณะที่เฟสรูไทล์เหมาะสำหรับการใช้งานทางด้านทัศนศาสตร์ (Fukushima *et al*, 1999) และเนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์เป็นเฟสที่มีความเสถียรทางเทอร์โมไดนามิคทำให้เริ่มมีการนำมาใช้งานทางการแพทย์มากขึ้น (Svetina *et al*, 2001)

การเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์สามารถทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมี (chemical vapour deposition; CVD) เช่น เทคนิค sol-gel (Keshmiri and Troczynski, 2003) และกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical vapour deposition ; PVD) เช่น เทคนิคสปัตเตอริง (Barnes *et al*,2005) อย่างไรก็ดีการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคสปัตเตอริง มีข้อได้เปรียบคือสามารถคุมอัตราเคลือบและสมบัติของฟิล์มบางได้ง่าย (Zhao *et al*, 2005) อีกทั้งฟิล์มบางที่ได้มีความทนทานและมีการยึดเกาะดี (Wu *et al*, 2006) และสามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ในระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย

ปกติแล้วสมบัติของฟิล์มบางจะเปลี่ยนแปลงหรือขึ้นกับลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางนั้นๆ เช่น ความหนา ลักษณะพื้นผิว และการจัดเรียงโครงสร้างผลึก โดยลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางเหล่านี้จะเปลี่ยนแปลงไปตามเทคนิคกระบวนการเคลือบ ตลอดจนเงื่อนไขการเคลือบ เช่น ความดันรวม ความดันย่อย กำลังไฟฟ้า การให้ความร้อน และการให้ความต่างศักย์ไบแอส จากการศึกษาของ Song *et al* (2006) ซึ่งได้ทดลองเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์บนกระจกและซิลิกอนโดยให้ความต่างศักย์ไบแอสขณะเคลือบ พบว่าที่ความต่างศักย์ไบแอสต่ำฟิล์มมีโครงสร้างผลึกแบบผสมของอนาเทสและรูไทล์ เมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นเฟสอนาเทสลดลงขณะเฟสรูไทล์เพิ่มขึ้น แต่ที่ความต่างศักย์ไบแอสสูงมากเกินไปจะทำให้โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ของฟิล์มบางถูกทำลาย เนื่องจากการชนของไอออนพลังงานสูงในกระบวนการเคลือบที่ตกลงมาชังผิวหน้าของฟิล์มบาง ทำให้โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางเปลี่ยนจาก เฟสรูไทล์มาเป็นอสัณฐาน นอกจากนี้ Zhang *et al* (2007) ยังพบว่าเมื่อเคลือบฟิล์มด้วยความต่างศักย์ไบแอสที่มีค่าสูงจะมีผลต่อลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม กล่าวคือจะทำให้ความขรุขระของฟิล์มลดลง เนื่องจากเกรนของฟิล์มบางจะมีการรวมตัวกันใหญ่ขึ้นทำให้พื้นผิวฟิล์มบางมีลักษณะราบเรียบ ต่างจากในกรณีเคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสต่ำขนาดของเกรนจะใกล้เคียงกันและกระจายทั่วพื้นผิวฟิล์มบางและมีความขรุขระมากกว่าฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสสูง

บทความวิจัยนี้เป็นการรายงานผลความต่างศักย์ไบแอสที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธี รีแอคตีฟ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง โดยจะเน้นผลของความต่างศักย์ไบแอสที่มีต่อโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์สำหรับเป็นข้อมูลพื้นฐานในงานวิจัยต่อไป

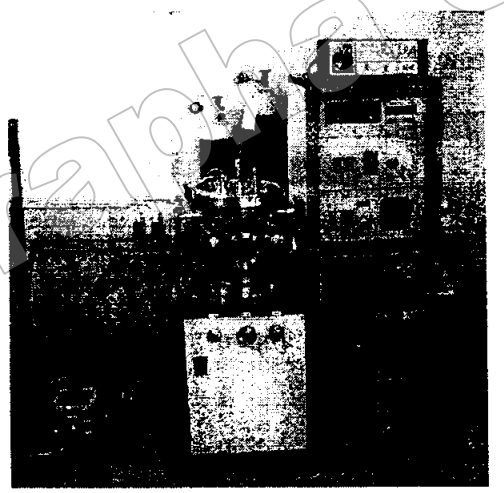
วิธีการวิจัย

ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคตีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง (รูปที่ 1) โดยภาชนะสุญญากาศของเครื่องเคลือบมีลักษณะเป็นทรงกระบอก เส้นผ่าศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ติดตั้งเป้าไททาเนียมบริสุทธิ์ (99.97%) เส้นผ่าศูนย์กลางที่คาโทดขนาด 54.0 mm ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นสปัตเตอร์แก๊ส และใช้แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง

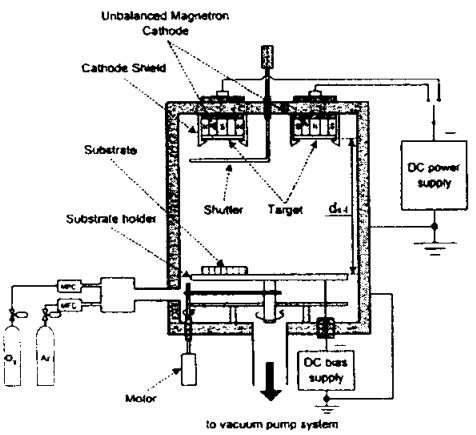
(99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา ระบบเครื่องสูบสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอมีเครื่องสูบกลไรคารีเป็นเครื่องสูบท้าย ความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานีรุ่น TPR010 และ หัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050 ในส่วนของการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย mass flow controller ของ MKS รุ่น type247

ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เริ่มจากนำแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการทำความสะอาดใส่เข้าไปในภาชนะสุญญากาศ แล้วทำการลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้น (base pressure) เท่ากับ 3.0×10^{-5} mbar ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบ โดยการสปัตเตอร์หน้าเป้าสารเคลือบ (pre-sputtering) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที จากนั้นจ่ายความต่างศักย์ไบแอสให้กับวัสดุรองรับ แล้วปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศเพื่อทำการเคลือบในอัตราส่วนของแก๊ส 1:4 sccm โดยขณะเคลือบจะควบคุมความดันรวมให้มีค่าเท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar และกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับคาโทดเท่ากับ 220 W คงที่ตลอด ความต่างศักย์ไบแอสที่จ่ายให้กับวัสดุรองรับอยู่ในช่วง 0 V ถึง -150 V สำหรับเงื่อนไขการเคลือบดังแสดงในตารางที่ 1

ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเคลือบทั้งหมดนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะ โดยในส่วนของการตรวจสอบโครงสร้างผลึกจะศึกษาด้วยเครื่อง X-ray diffractrometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku corporation) ส่วนลักษณะพื้นผิว ความหนา และความขรุขระของฟิล์มบางศึกษาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) สำหรับขนาดของเกรน (grain size) ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ หาจากสมการ Scherrer equation (Cullity and Stock, 2001)



(a)



(b)

รูปที่ 1 เครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัยสำหรับฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

(a) ระบบเคลือบ รีแอคคีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง

(b) ไดอะแกรมของระบบเคลือบ รีแอคคีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

เป้าสารเคลือบ	ไททาเนียมบริสุทธิ์ 99.97%
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น	$3.0x10^{-5}$ mbar
ความดันรวม	$5.0x10^{-3}$ mbar
กำลังไฟฟ้า	220 Watt
อัตราไหลแก๊ส Ar : O_2	1 : 4 sccm
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ	12 cm
เวลาเคลือบ	60 min
ความต่างศักย์ไบแอส	0, -50, -100, -150 V

ผลและอภิปรายผลการวิจัย

ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างผลึก

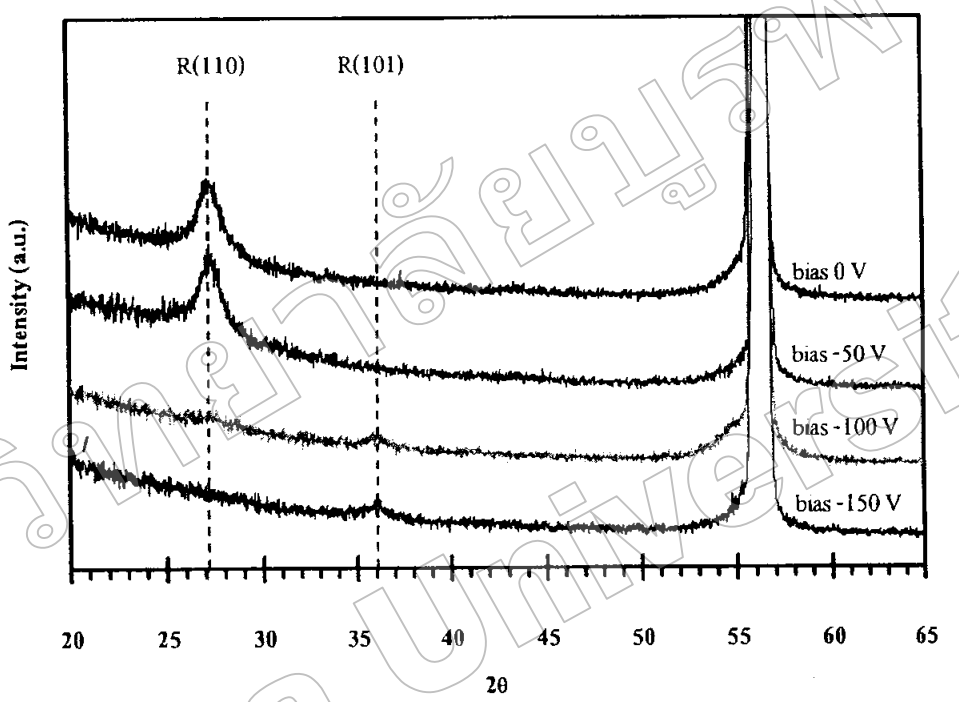
รูปที่ 2 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้เมื่อใช้ความต่างศักย์ไบแอสเท่ากับ 0 V ถึง -150 V พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสเท่ากับ 0 V และ -50 V มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 27.5° ซึ่งเมื่อเทียบกับพีคมาตรฐานของ JCPDS พบว่าตรงกับพีคของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ระนาบ (110) ขณะที่ฟิล์มที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสเท่ากับ -100 V และ -150 V พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 36.1° ซึ่งเมื่อเทียบกับพีคมาตรฐานพบว่าตรงกับพีคของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ระนาบ (101)

จากผลการศึกษาในงานวิจัยนี้จะเห็นว่าความต่างศักย์ไบแอสมีผลทำให้เฟสหรือโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เปลี่ยนไป เมื่อเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยไม่จ่ายความต่างศักย์ไบแอสพบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เฉพาะเฟสรูไทล์ (110) และเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นเป็น -100 V และ -150 V พบว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (110) หายไป แต่เกิดฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (101) แทน นอกจากนี้ยังพบว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (101) ที่ได้มีความเป็นผลึกน้อยกว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (110) อีกด้วย เนื่องจากความต่างศักย์ไบแอสที่จ่ายให้กับวัสดุรองรับจะไปดึงไอออนพลังงานต่ำของแก๊สอาร์กอนลงมาระดมชิงอะตอมของสารเคลือบบนวัสดุรองรับขณะที่กำลังฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบาง ทำให้อะตอมสารเคลือบมีความสามารถในการเคลื่อนที่มากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มบางที่ได้มีความเป็นระเบียบและมีความเป็นผลึกมากขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Song *et al* (2006) แต่อย่างไรก็ดีเมื่อจ่ายความต่างศักย์ไบแอสสูงเพิ่มขึ้นเกินค่าที่เหมาะสมโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จะถูกทำลาย เนื่องจากความต่างศักย์ไบแอสที่สูงขึ้นจะทำให้ไอออนของแก๊สอาร์กอนที่จะระดมชิงสารเคลือบนั้นมีพลังงานสูงขึ้นจะไปทำลายความเป็นผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นเอง

สำหรับขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ พบว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ มีขนาดใกล้เคียงกัน โดยฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอส 0 V และ -50 V เฟสรูไทล์ (110) มีขนาดเกรนเท่ากับ 5.62 nm และ 4.21 nm ตามลำดับ ส่วนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอส -100 V และ -150 V ขนาดเกรนเท่ากับ 5.98 nm และ 5.82 nm ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Uvarov และ Popov (2007)

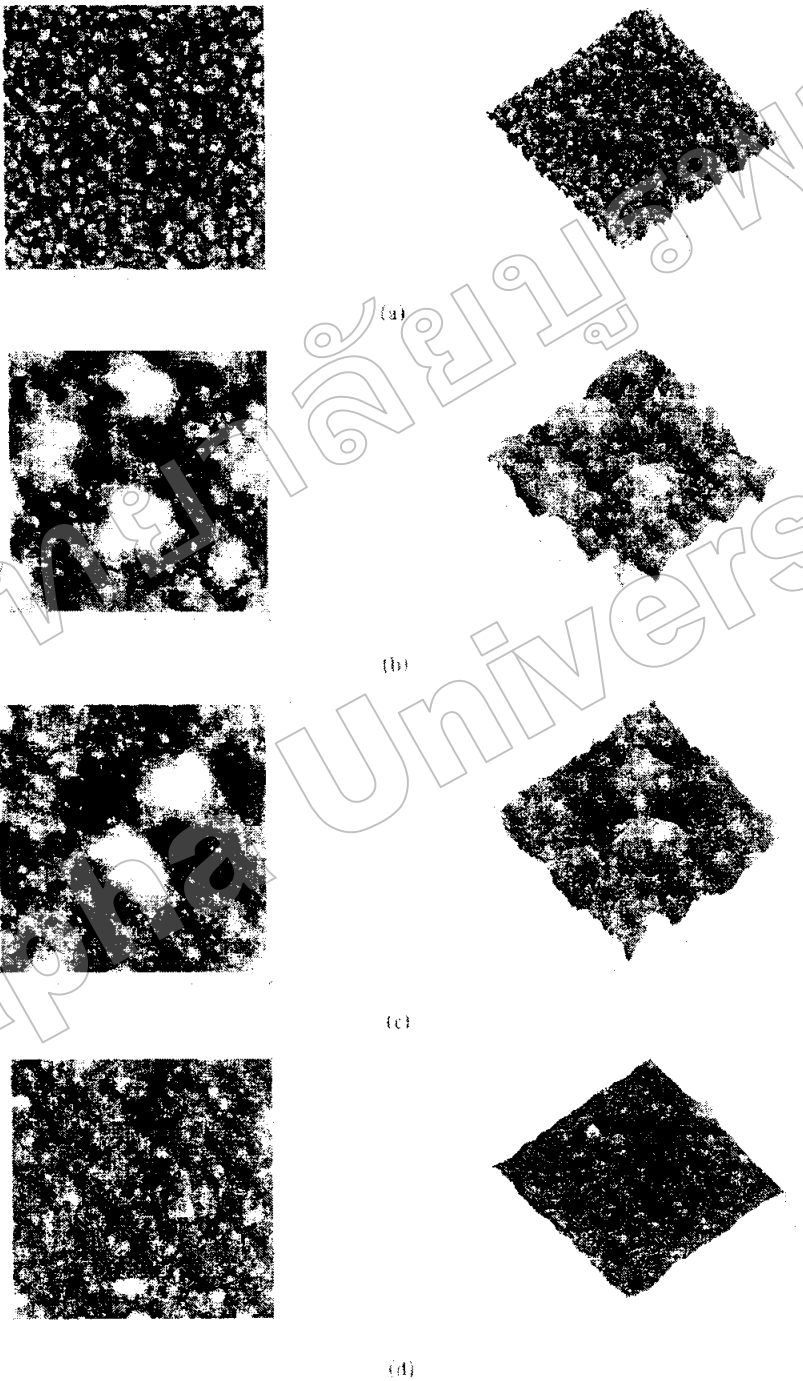


รูปที่ 2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอส 0 V ถึง -150 V

ตารางที่ 2 ขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่ค่าความต่างศักย์ไบแอสต่างกัน

ความต่างศักย์ไบแอส (V)	ขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ (nm)	
	รูไทล์ (110)	รูไทล์ (101)
0	5.62	-
-50	4.21	-
-100	-	5.98
-150	-	5.82

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



(a) (b) (c) (d)

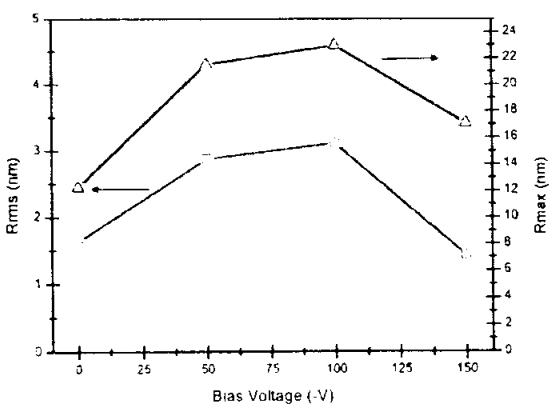
รูปที่ 1 ภาพ AFM ของฟิล์มบางที่ผ่านการให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลาคงที่ 1 ชั่วโมง ที่ [illegible]

ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อลักษณะพื้นผิว

ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้มีความหนาอยู่ในช่วง 80 nm ถึง 89 nm จากการศึกษาพบว่าเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์มลดลง เนื่องจากความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดปรากฏการณ์สปัตเตอริงซ้ำ (re-sputtering) ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่ไอออนจากพลาสมาในกระบวนการเคลือบระดมยิงฟิล์มที่กำลังฟอร์มตัวบนผิวหน้าวัสดุรองรับแล้วหลุดออกไปและทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาลดลงสอดคล้องกับงานวิจัยของ Jiang *et al* (2004)

รูปที่ 3 เป็นผลวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสในช่วง 0 V ถึง -150 V ด้วยเทคนิค AFM ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสเท่ากับ 0 V ผลึกของฟิล์มมีขนาดใกล้เคียงกันกระจายตัวทั่วพื้นผิวของฟิล์มดังรูปที่ 3 (a) สำหรับฟิล์มบางเคลือบที่ความต่างศักย์ไบแอส -50 V และ -100 V ผลึกของฟิล์มบางเริ่มมีการรวมตัวกันเป็นก้อนใหญ่ขึ้นในบางบริเวณดังแสดงในรูปที่ 3 (b) และ (c) ส่วนฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอส -150 V พื้นผิวของฟิล์มบางจะมีลักษณะค่อนข้างราบเรียบเป็นเนื้อเดียวกันเนื่องจากผลึกของฟิล์มบางมีการรวมตัวกันอย่างต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 3 (d) จากผลการศึกษาจะเห็นว่าเมื่อฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสสูง การฟอร์มตัวของผลึกฟิล์มบางจะมีความเป็นระเบียบมากขึ้น ทำให้พื้นผิวของฟิล์มบางมีความเรียบเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhang *et al* (2007)

สำหรับความขรุขระของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสในช่วง 0 V ถึง -150 V แสดงได้ดังรูปที่ 4 พบว่าเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นค่า Rrms และค่า Rmax ลดลง ซึ่งฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นจาก 0 V เป็น -50 V มีค่า Rrms และค่า Rmax มากที่สุด ส่วนฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสในช่วง -100 V และ -150 V ค่า Rrms และค่า Rmax ลดลง สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhang *et al* (2007) ได้อธิบายว่าที่ความต่างศักย์ไบแอสต่ำพื้นผิวของฟิล์มบางมีความขรุขระมาก เนื่องจากอะตอมของสารเคลือบมีเวลาในการเคลื่อนที่ไปยังบริเวณพื้นผิวที่มีพลังงานต่ำสุด จากนั้นบริเวณพื้นผิวที่มีพลังงานต่ำสุดจะถูกปกคลุมไปด้วยอะตอมสารเคลือบที่ตกเคลือบถัดมา ดังนั้นพื้นผิวของฟิล์มจึงมีความขรุขระและมีความหนาแน่นต่ำ และเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นทำให้พื้นผิวของฟิล์มมีความขรุขระลดลง เนื่องจากการระดมยิงของไอออนสารเคลือบและการสปัตเตอริง



รูปที่ 4 ค่า Rms และ Rmax ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ต่อค่าความต่างศักย์ไบแอส ในช่วง 0 ถึง -150 V

สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริงบนซิลิกอน โดยแปรค่าความต่างศักย์ไบแอสที่จ่ายให้กับวัสดุรองรับ จากการศึกษาพบว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้มีความหนาในช่วง 80 - 89 nm ขนาดเกรนของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มีค่าประมาณ 4.21 – 5.98 nm โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้เมื่อศึกษาด้วยเทคนิค XRD พบว่าความต่างศักย์ไบแอสมีผลต่อการเปลี่ยนเฟสของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ โดยฟิล์มบางที่เคลือบด้วยความต่างศักย์ไบแอสเท่ากับ 0 V และ -50 V จะพบพีคของเฟสรูไทล์เฉพาะที่ระนาบ (110) และมีความเป็นผลึกสูงที่สุด ส่วนที่ความต่างศักย์ศักย์ไบแอส -100 V และ -150 V เฟสของรูไทล์ที่ระนาบ (110) จะหายไปแต่กลับพบพีคของเฟสรูไทล์ที่ระนาบ (101) แทน ส่วนผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อความหนาและความขรุขระของฟิล์มบางพบว่าเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นทำให้ค่าความขรุขระและความหนาลดลง

รายการอ้างอิง

Barnes, M.C., S. Kumar, L. Green, N.M. Hwang, and A.R. Gerson. (2005). The mechanism of low temperature deposition of crystalline anatase by reactive DC magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology 57*, 967-971.

Bardos, L., Barankova, H., and L.-E.Gustavsson. (2006). Effect of substrate material and bias on properties of TiN films deposited in the hybrid plasma reactor, *Vacuum Surfaces and Films, 24*, 1655-1659.

Cullity, B.D., & Stock, S.R. (2001). *Elements of X-ray Diffraction*. United States of America: Printed.

Fukushima, A., Hashimoto, K., and Watanabe, T. (1999). *TiO_2 Photocatalysis-Fundamentals and Appications*. Tokyo of Japan: BKC.

Jiang, N., Zhang, H.J., Bao, S.N., Shen, Y.G., and Zhou, Z.F. (2004). XPS study for reactively sputtered titanium nitride thin films deposited under different substrate bias. *Physica, B 352*, p 120.

Jin, P., Miao, L., Tanemura, S., Xu, G., Tazawa, M., and Yoshimura, K. (2003).Formation and characterization of TiO_2 thin films with application to a multifunctional heat mirror. *Applied Surface Science, 212-213*, 775-781.

Keshmiri and Troczynski. (2003). Apatite formation on TiO_2 anatase microspheres. *Non-Crystalline Solids, 324*, 289-294.

Kim, D.J., Hahn, S.H., Oh, S.H., and Kim, E.J. (2002). Influence of calcination temperature on structural and optical thin films prepared by sol–gel dip coating properties of TiO_2. Materials Letters, 57, 355–360.

Löbl, P., Huppertz, M., and Mergel, D. (1994). Nucleation and growth in TiO_2 films prepared by sputtering and evaporation. *Thin Solid Films, 251* , 72.

Palik, E.D. (1991). *Handbook of Optical Constats of Solid II*. Boston of America: Academic Press.

Song, P.K., Irie, Y., and Shigesato. Y. (2006). Crystallinity and photocatalytic activity of TiO_2 films deposited by reactive sputtering with radio frequency substrate bias. *Thin Solid Films, 496*, 121–125.

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

Suda, Y., Kawasaki, H., Ohshima, T., Nakashima, S., Kawazoe, S., and Toma, T. (2006). Hydroxyapatite coatings on titanium dioxide thin films prepared by pulsed laser deposition method. *Thin Solid Films, 506–507*, 115–119.

Svetina, M., Colombi Ciacchi, L., SbaizeRo, O., Meriani, S., and Devita, A. (2001). Deposition of Calcium Ions on Rutile (110): Afirst-Principles Investigation. *Actamater,.49*, 2169–2177.

Tavares, C. J., Vieira, J., Rebouta, L., Hungerford, G., Coutinho, P., Teixeira, V., Carneiro, J.O., and Fernandes, A.J. (2007). Reactive sputtering deposition of photocatalytic TiO_2 thin films on glass substrates. *Materials Science and Engineering. 138*, 139–143.

Uvarov, I., and Popov, V. (2007). Metrological characterization of X-ray diffraction methods for determination of crystallitesizein nano-scalematerials. *Materials Characterization, 58*, 883-891.

Wu, K.R., Wang, J.J., Liu, W.C., Chen, Z.S., and Wu, J.K. (2006). Deposition of graded TiO_2 films featured both hydrophobic and photo-induced hydrophilic properties. *Applied surface Science 255*, 5829-5838.

Zhang, M., Lin, G., Dong, C., and Wen, L. (2007). Amorphous TiO_2 films with high refractive index deposited by pulsed bias arc ion plating. *Surface & Coatings Technology, 201*, 7252 – 7258.

Zhao, X.T., Sakka, K., Kihara, N., Takada, Y., Arita, M., and Masuda, M. (2005). Structure and photo-induced features of TiO_2 thin films prepared by RF magnetron sputtering. *Microelectronics Journal, 36*, 549-551.

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University