



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
ที่เคลือบด้วยเทคนิคครีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอร์ริง

Effect of Zirconium Cathode Current on Properties of Chromium Zirconium  
Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron  
Co-Sputtering Technique

สุรสิงห์ ไชยคุณ

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

อดิศร บุรณวงศ์

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้  
จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2557

มหาวิทยาลัยบูรพา

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
ที่เคลือบด้วยเทคนิคครีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง

Effect of Zirconium Cathode Current on Properties of Chromium Zirconium Nitride  
Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering Technique

สุรสิงห์ ไชยคุณ

นิรันดร์ วิทอนันต์

อดิศร บุรณวงศ์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

**ชื่อโครงการ:** ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง

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

## บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง เพื่อศึกษาผลของกระแสสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียมและอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างฟิล์ม ทั้งนี้ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDX และ FE-SEM ผลการศึกษาพบว่า ฟิล์มที่เคลือบได้เป็นสารละลายของแข็งของ (Cr,Zr)N ระนาบ (111) และ (200) โครงสร้างของฟิล์มเปลี่ยนตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนและกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม (1) สำหรับกรณีแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ขนาดผลึกและความหนาฟิล์มมีค่าลดลงจาก 569 nm เป็น 363 nm และ จาก 17.8 nm เป็น 13.4 nm ตามลำดับเมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ค่าคงที่แลตทิซพบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 4.327 Å เป็น 4.425 Å เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน การวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมึลักษณะแน่นมากขึ้นตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ (2) สำหรับกรณีแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ขนาดผลึกมีค่าในช่วง 11.5 – 12.4 nm ค่าคงที่แลตทิซและความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมจาก 4.1704 Å ถึง 4.3274 Å และ 423 nm ถึง 569 nm ตามลำดับ การวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์และมึลักษณะแน่นมากขึ้นเมื่อเพิ่มค่ากระแสไฟฟ้าของเป้า

**คำสำคัญ:** ฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ กระแสสปีดเตอริง รีแอคทีฟโคสปีดเตอริง

**Research Title:** Effect of Zirconium Cathode Current on Properties of Chromium Zirconium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering Technique

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

## Abstract

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited on glass slide and Si by reactive magnetron co-sputtering method. The effect of the N<sub>2</sub> gas flow rate and the zirconium sputtering current on the films' structure was investigated. The as-deposited films were characterized by XRD, AFM, EDX and FE-SEM. The results showed that the as-deposited films were (Cr,Zr)N solid solution with (111) and (200) planes. The structure of the as-deposited films varied with the zirconium sputtering current and the N<sub>2</sub> gas flow rates. (1) In case of varied N<sub>2</sub> gas flow rate, the crystal size and thickness decreased from 569 nm to 363 nm and 17.8 nm to 13.4 nm, respectively, with increasing N<sub>2</sub> gas flow rates. The lattice constant was found to increase from 4.327 Å to 4.425 Å with increasing N<sub>2</sub> gas flow rate. The cross section analysis showed compact columnar and dense morphology as a result of increasing N<sub>2</sub> gas flow rates. (2) In case of varied zirconium sputtering current, the crystal size was in range of 11.5 – 12.4 nm. The lattice constant and thickness were increased with increasing of the zirconium current from 4.1704 Å to 4.3274 Å and 423 nm to 569 nm, respectively. The cross section analysis showed compact columnar and dense morphology as increasing the zirconium current.

**Keywords:** thin film, chromium zirconium nitride, sputtering current, reactive co-sputtering



## กิตติกรรมประกาศ

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ของโครงการวิจัยเรื่อง “ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง” (Effect of Zirconium Cathode Current on Properties of Chromium Zirconium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering Technique) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2557 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (สัญญาเลขที่ 53/2557 ; รหัสโครงการ 93132)

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

สุรสิงห์ ไชยคุณ  
นิรันดร์ วิทิตอนันต์  
อดิศร บุรณวงศ์

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
ABSTRACT	ii
กิตติกรรมประกาศ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญตาราง	vi
สารบัญภาพ	vii
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	<b>1</b>
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา	3
<b>บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	<b>4</b>
2.1 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	4
2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง	6
2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง	8
2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเทอริง	10
2.5 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเทอริง	12
2.6 ระบบเคลือบแบบ อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเทอริง	15
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	17
<b>บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง</b>	<b>20</b>
3.1 วัสดุและเครื่องมือ	20
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกทีฟ ดีซี สปีดเทอริง	21
3.3 การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์	22
3.4 การวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์	23
3.5 แนวทางการทดลอง	24

# สารบัญ

	หน้า
<b>บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล</b>	<b>26</b>
4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน	26
4.2 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	34
<b>บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ</b>	<b>42</b>
5.1 สรุปผล	42
5.2 ข้อเสนอแนะ	43
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	<b>44</b>
<b>ภาคผนวก</b>	<b>47</b>
ภาคผนวก ก ผลผลิต	48
ภาคผนวก ข ประวัตินักวิจัย	78

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	24
3.2	เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	25
4.1	ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	28
4.2	ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	29
4.3	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	31
4.4	ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	37
4.5	ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (200) เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	37
4.6	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	39

# สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2.2	การก่อเกิดฟิล์มบาง	7
2.3	อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ	9
2.4	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศแบบ ดีซี สปีดเตอริง	10
2.5	ผลของความดันในระบบที่มีต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดและกระแสไฟฟ้าในระบบสปีดเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm	11
2.6	การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	11
2.7	การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆ โดย a , b , c เป็นการเคลื่อนที่ของประจุในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคประจุในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าร่วมกันในลักษณะต่างๆ	12
2.8	การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปีดเตอริง	14
2.9	ลักษณะเส้นแรงแม่เหล็กของระบบอานาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง	16
3.1	ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย	21
3.2	เครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัย	21
4.1	ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	26
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน	27
4.3	กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (200) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน	28
4.4	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	30
4-5	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	31
4-6	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	32
4-7	ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน	33
4-8	ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	34

## สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
4-9	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	35
4-10	กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (200) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน	36
4-11	ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	38
4-12	ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	39
4-13	องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	40
4-14	ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม	41

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ในปัจจุบันการเคลือบพื้นผิวด้วยวัสดุที่มีสมบัติพิเศษที่ทำให้วัสดุต่างนั้นมีสมบัติทางด้านความแข็งในการนำไปใช้งานได้รับความนิยมในการผลิตเพื่อใช้ในทางการค้าเพิ่มมากขึ้นเนื่องจากสามารถยืดอายุการใช้งานของชิ้นส่วนเครื่องจักรตลอดจนเครื่องมือต่างๆในกระบวนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรมมากขึ้น ส่งผลให้เครื่องจักรและอุปกรณ์ทำงานได้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น ดังนั้นในการเลือกวัสดุตลอดจนลักษณะของผิวเคลือบที่นำมาเคลือบให้เหมาะสมก็จะช่วยให้สามารถปรับปรุงพื้นผิวของเครื่องมือและเครื่องจักรให้ใช้งานได้ตามที่ต้องการทางด้านอุตสาหกรรมมากขึ้น ดังนั้นจึงได้มีการศึกษาและพัฒนาชั้นเคลือบในลักษณะของฟิล์มบางเพื่อนำมาเคลือบพื้นผิววัสดุซึ่งพบว่ามีความเหมาะสมอย่างยิ่งเพราะตอบโจทย์ในเรื่องของการปรับปรุงลักษณะพื้นผิวให้มีความแข็งเพิ่มมากขึ้นแล้วยังมีลักษณะเป็นฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนโดยมีความหนาของชั้นเคลือบน้อยมากและใช้สารเคลือบในการสร้างฟิล์มบางในปริมาณน้อยโดยเป็นการประหยัดเวลาและใช้ค่าใช้จ่ายในการใช้สารเคลือบต่ำ

ดังนั้นฟิล์มบางที่สามารถใช้เป็นชั้นเคลือบสำหรับการปรับปรุงผิวชั้นเคลือบเครื่องมือ เครื่องจักรตลอดจนอุปกรณ์ที่ใช้งานทางด้านอุตสาหกรรมคือ “ฟิล์มบางโลหะไนไตรด์” โดยเป็นฟิล์มบางที่เกิดจากการรวมตัวกันของโลหะธาตุทรานซิชัน เช่น ไทเทเนียม โครเมียม หรือ เซอร์โคเนียม กับ ธาตุไนโตรเจนจนกลายเป็นสารประกอบโลหะไนไตรด์ หรือ อาจเรียกได้ว่าเป็น “ฟิล์มบางไนไตรด์ที่ประกอบไปด้วยธาตุสองชนิด (binary nitride)” อาทิเช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) โครเมียมไนไตรด์ (CrN) และ เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) (Parameswaran et al., 1992; Hurkmans et al., 1996) ฟิล์มบางดังกล่าวได้มีการพัฒนาและนำมาใช้อย่างแพร่หลายทั้งด้านวิจัยและอุตสาหกรรมเนื่องจากมีความแข็งสูง ด้านทานการสึกหรอและกัดกร่อนดี และมีสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ (Pilloud et al., 2003; Han et al., 2003) โดยฟิล์มบาง CrN ได้รับความนิยมในด้านงานวิจัยพัฒนาและอุตสาหกรรมในหลายด้านเนื่องจาก มีความคงทนทางความร้อน มีความต้านทานการสึกหรอสูง และ มีความต้านทานการสึกหรอดีที่สุดเมื่อเทียบกับฟิล์มบางโลหะไนไตรด์กลุ่มอื่น (Kim et al., 2005)

อย่างไรก็ตามพบว่าฟิล์มบาง CrN มีข้อจำกัดในการใช้งานบางประการในกรณี เช่น high speed machining โดยพบว่าสมบัติเชิงกลเสื่อมสภาพอย่างรวดเร็วเพราะเกิดชั้นออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นรูพรุนในระหว่างการใช้งานตัดเจาะวัสดุที่อุณหภูมิมากกว่า 700 °C นอกจากนี้โครงสร้างภาคตัดขวางของฟิล์มบาง

CrN นั้นมีช่องว่างและข้อบกพร่องของผลึกอยู่ภายในเนื้อฟิล์มบางทำให้ออกซิเดชันกับแก๊สที่อยู่โดยรอบในระหว่างการใช้งานตัดเจาะ (Polcar et al., 2005; Arias et al., 2006) ทำให้ออกซิเจนแพร่เข้าสู่ฟิล์มบางจนเกิดชั้นออกไซด์ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงสภาพจนทำให้เกิดการหลุดลอกและสูญเสียสมบัติในด้านความคงทนและการใช้งานตัดเจาะไปในที่สุด ดังนั้นเพื่อเป็นการแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นจึงมีนักวิจัย ตลอดจนกลุ่มวิจัยได้ทำการปรับปรุงฟิล์มบาง CrN ให้กลายเป็นฟิล์มบาง “ternary nitrides” คือ ฟิล์มบางที่ประกอบไปด้วยธาตุสามชนิดขึ้นมา โดยทำการเพิ่มธาตุอีกหนึ่งชนิดเข้าไปในโครงสร้างของ CrN ส่งผลให้มีสมบัติเชิงกลและสมบัติทางเคมีที่ดีกว่าฟิล์มบาง CrN สำหรับสารเคลือบของฟิล์มบาง ternary nitride ที่ใช้อย่างแพร่หลายในการเคลือบเพื่อเพิ่มอายุการใช้งานอุปกรณ์ตัดเจาะมีอยู่หลายชนิด เช่น CrTiN (Hones et al., 1998), CrWN (Hones et al., 2000), CrAlN (Uchida et al., 2004) และ CrSiN (Martines et al., 2004) โดยเฉพาะฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) (Aouadi et al., 2006; Zhang et al., 2008) นั้นพบว่าธาตุเซอร์โคเนียมสามารถเพิ่มสมบัติเชิงกล ความต้านทานการกัดกร่อน ทนการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงและประสิทธิภาพในการใช้งานได้มากขึ้น นอกจากนี้ยังทำให้ฟิล์มบางที่เตรียมได้มีความหนาแน่นน้อยซึ่งสามารถลดการเสียดสีในระหว่างการใช้งานได้ (Kim et al., 2005)

ทั้งนี้โดยส่วนใหญ่แล้วฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีโครงสร้างรูปของ solid solutions โดยสมบัติต่างของฟิล์มบางชนิดนี้เช่น สมบัติเชิงกล แรงเสียดทาน อัตราการสึกหรอ ความแข็ง และความเหนียวนั้นสามารถปรับเปลี่ยนได้จากการเลือกธาตุ การเกิดโครงสร้างผลึกต่างๆ ตลอดจนองค์ประกอบทางเคมีและตัวแปรที่ใช้ในการเคลือบ ซึ่งทำให้ฟิล์มบางมีสมบัติเปลี่ยนแปลงไปจนสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลายมากขึ้น นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของฟิล์มบางนั้นเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเลือกใช้ตัวแปรในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางที่เหมาะสมซึ่งส่งผลให้โครงสร้างของฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นมีโครงสร้างผลึกในระดับนาโนตามไปด้วย

เมื่อพิจารณาวิธีเตรียมฟิล์มบางพบว่า เทคนิครีแอคทีฟโคสปัตเตอริง (reactive co-sputtering) เป็นวิธีที่นิยมใช้ เนื่องจากมีข้อดีประการ เช่น ให้ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราเคลือบได้ง่าย สามารถเคลือบบนวัสดุรองรับได้หลายชนิด หรือปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบฟิล์มเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและสมบัติต่างๆ สำหรับใช้ปรับปรุงฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในการเคลือบแข็งผิวชิ้นงานได้ อีกทั้งเทคนิค co-sputtering เป็นการใส่เป้าสารเคลือบแบบแยกออกจากกันซึ่งประกอบไปด้วยเป้าสารเคลือบโครเมียมและเซอร์โคเนียม ซึ่งมีตัวแปรที่ใช้ในกระบวนการเคลือบหลากหลายทำให้สามารถปรับเปลี่ยนโครงสร้างผลึกและสมบัติของฟิล์มบางให้เหมาะสมตามต้องการ ทั้งนี้ในการเลือกใช้ตัวแปรในการเคลือบฟิล์มบางนั้นคำนึงจากค่าสปัตเตอริงยิลด์ของโครเมียมและเซอร์โคเนียมซึ่งมีค่าไม่เท่ากัน โดยอาศัยการแปรค่ากระแสคาโทดที่ให้กับเป้าสารเคลือบแต่ละตัว ส่งผลต่อจำนวนอะตอมสารเคลือบที่ตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับ ตลอดจนองค์ประกอบของธาตุแต่ละชนิดในฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ซึ่งส่งผลต่อโครงสร้างผลึกและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในที่สุด



สำหรับในการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้นมีนักวิจัยและกลุ่มวิจัยได้ทำการศึกษา และวิจัยอย่างแพร่หลายตลอดจนมีการตีพิมพ์ผลงานวิจัยอย่างต่อเนื่อง แต่อย่างไรก็ดีพบว่าในการเตรียมฟิล์มบางนี้ส่วนใหญ่มีการให้ความร้อนและการให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับเพื่อให้เกิดโครงสร้างผลึกที่ดี (Martines et al., 2004; Kim et al., 2005; Aouadi et al., 2006; Lee et al., 2010) แต่กรณีกระบวนการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเตอร์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะเป็นการเคลือบด้วยอุณหภูมิต่ำ ไม่มีการให้ความร้อน ไม่มีการไบแอสให้กับวัสดุรองรับส่งผลให้ลดระยะเวลาการผลิตและลดต้นทุนการผลิตได้ตั้งนั้น การเคลือบของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนนั้นทำให้ฟิล์มบางที่ได้มีโครงสร้างผลึกที่ดีและสมบัติเชิงกลที่มีประสิทธิภาพสูงและยังสามารถนำมาใช้เคลือบเครื่องมือตัดเพราะไม่เพียงแต่ลดค่าใช้จ่ายในการรักษาเครื่องจักรกลอันเนื่องมาจากการสึกหรอ การแตกหัก ยังลดขั้นตอนในการเปลี่ยนเครื่องมือตัดเจาะรวมถึงค่าใช้จ่ายในกระบวนการผลิต อีกทั้งยังเป็นอีกแนวทางหนึ่งในการพัฒนาอุตสาหกรรมด้านการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในเชิงพาณิชย์ได้เนื่องจากลดรายจ่ายในการให้ความร้อนและการให้ศักย์ไบแอสอีกด้วย

รายงานวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษาศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์โดยไม่ให้ความร้อนและศักย์ไบแอส เพื่อศึกษาเทคนิคการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอร์ริง เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าเซอร์โคเนียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่เคลือบได้ได้แก่ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการทำวิจัยต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอร์ริง
2. เพื่อศึกษาผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

## 1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่เงื่อนไขต่างๆ ที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิค รีแอคทีฟ แมกนีตรอน โคสปีดเตอร์ริง ซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับ (substrate) 2 ชนิด คือแผ่นซิลิกอนและกระจก ตัวแปรที่ศึกษาคือกระแสเซอร์โคเนียมคาโทด ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่จะศึกษาคือ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRD, AFM, EDX และ FE-SEM ตามลำดับ

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

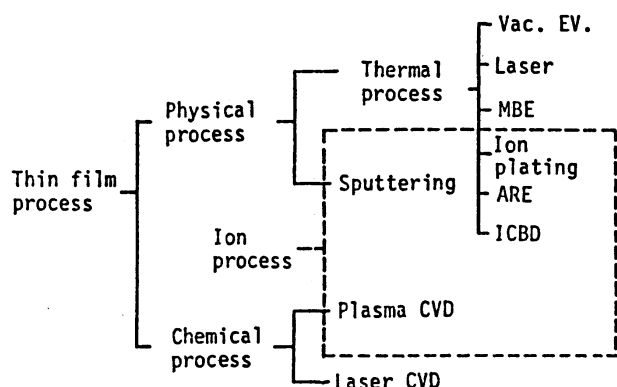
#### 2.1 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

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

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

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ



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

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่

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

2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วพุ่งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นต้น

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

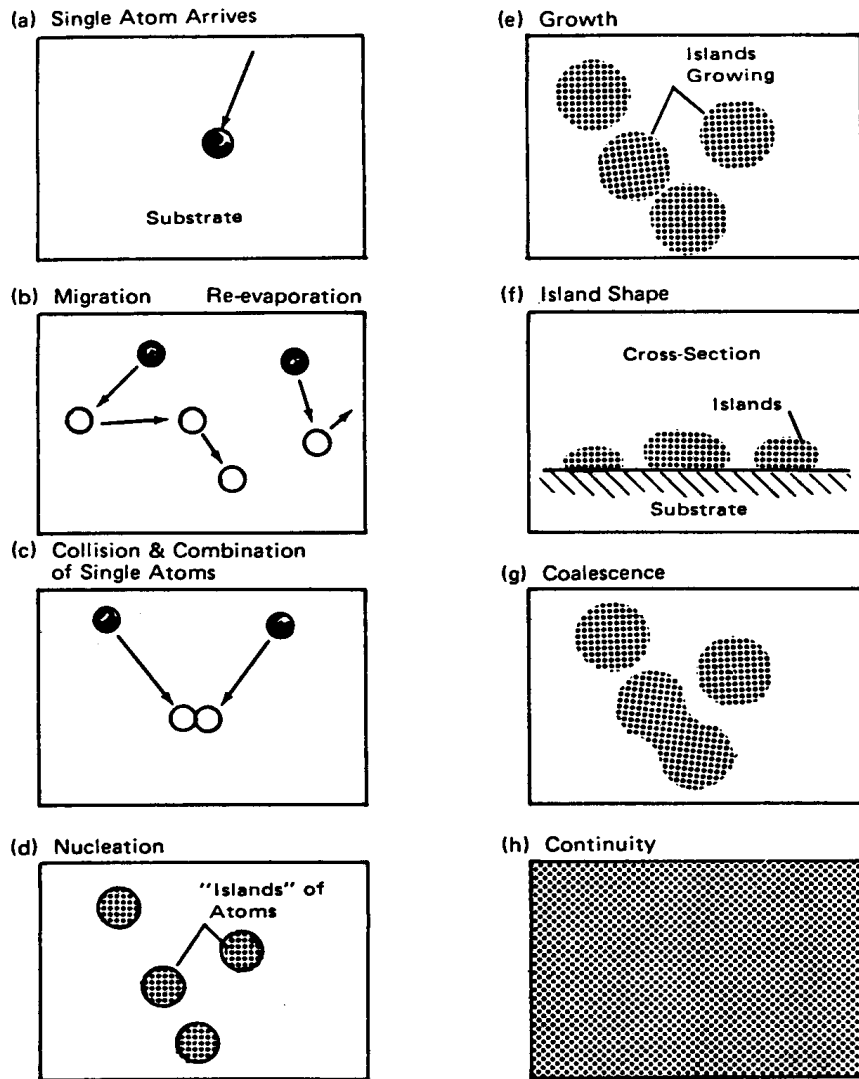
1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะพุ่งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป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

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

## 2.2 การก่อเกิดฟิล์มบาง

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

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



ภาพที่ 2-2 การก่อเกิดฟิล์มบาง (Chapman, 1980)

## 2.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

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

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

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง (ภาพที่ 2-3) อธิบายได้ดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ เมื่อวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังนี้

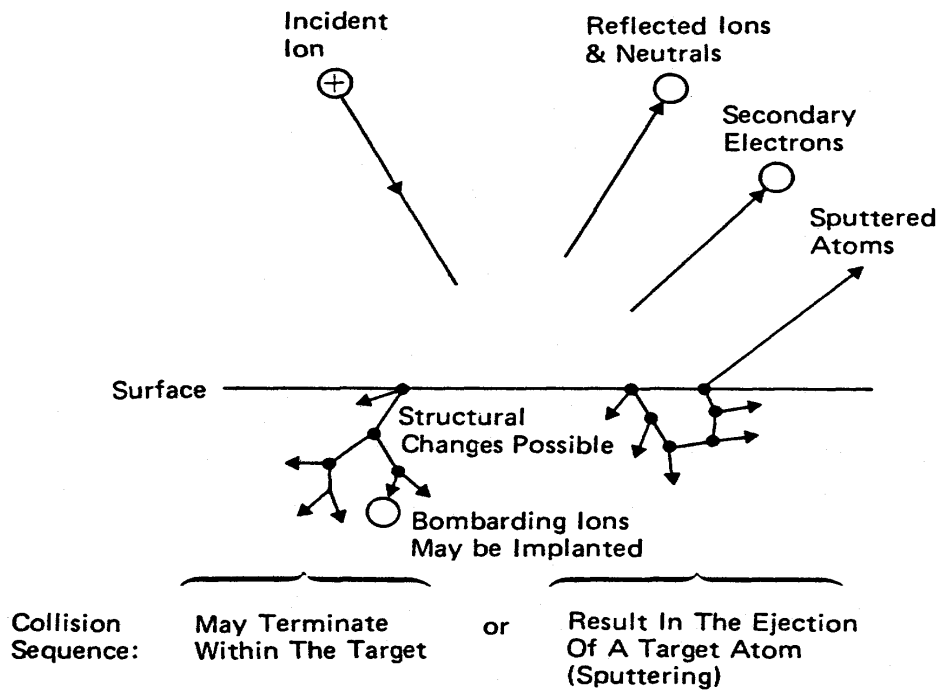
1.1 การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

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

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

1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่า กระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อุณหภูมิที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการสปัตเตอริง คือ

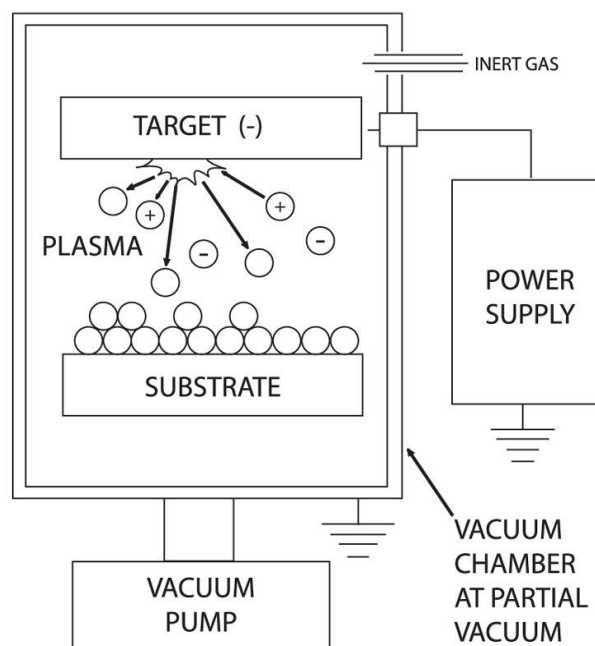
2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ซึ่งวิ่งชนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ โดยการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธี เช่น ใช้ลำอนุภาคจากป้อนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากป้อนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

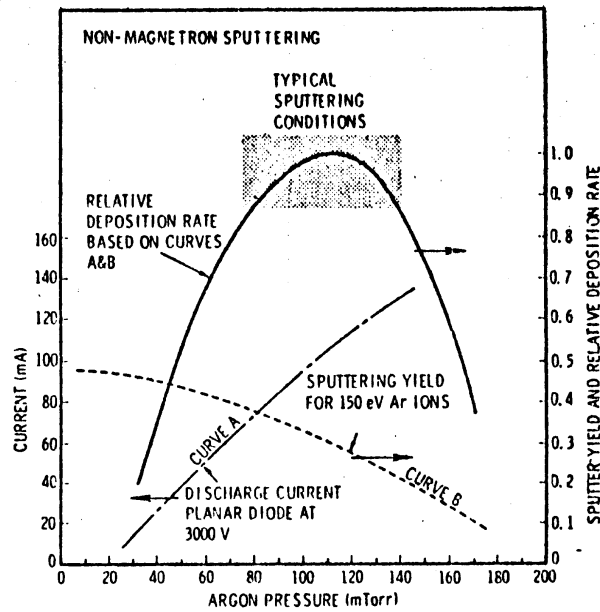
## 2.4 ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง

ระบบเคลือบแบบ ดีซี สปีดเตอริง อย่างง่ายที่สุด แสดงได้ดัง ภาพที่ 2-5 (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสา รัตน์, 2547; Bunshah, 1982; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 cm - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 cm - 4 cm โดยอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลด์ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอนนอร์มอลโกลด์ดิสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลด์ดิสชาร์จ กระบวนการไอออนในเซชั่นจะรักษาสภาพโกลด์ดิสชาร์จไว้ตราบที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่าระยะระหว่างคาโทดและอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปีดเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปีดเตอริงอีก



ภาพที่ 2-4 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบสุญญากาศ แบบ ดีซี สปีดเตอริง





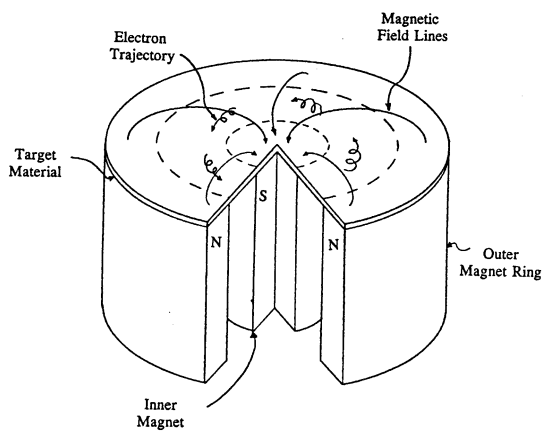
ภาพที่ 2-5 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

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

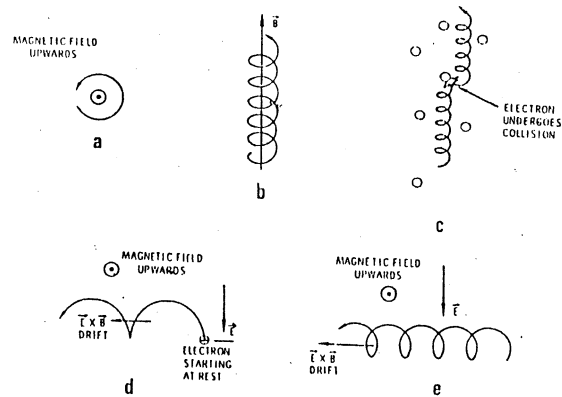
## 2.5 ระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

อัตราการเกิดสปีดเตอริงนั้นจะขึ้นกับผลคูณระหว่างยิลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปีดเตอริงนั้นนอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มยิลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ปกตินั้น ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด หรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1 \text{ mA/cm}^2$  และความดันประมาณ  $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ทั่วไปอะตอมของแก๊สที่จะเกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตน์, 2547)

ต่อมามีการพัฒนาาระบบใหม่คือ ระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธันสถา รัตน์, 2547; Bunshan, 1994; Smith, 1995) ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบและมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง (ภาพที่ 2-6) ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้นซึ่งจะทำให้อัตราการสปีดเตอริงสูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2-6 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก (Bunshah, 1994)



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

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

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

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

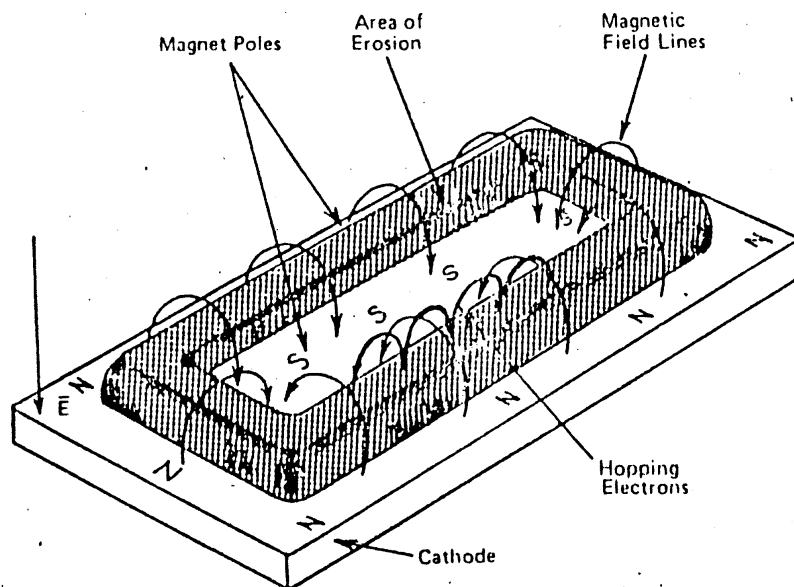
ถ้าพลังงานเฉลี่ยของอิเล็กตรอนในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กมีค่า 10 eV และสนามแม่เหล็กมีค่าความเข้ม 100 gauss รัศมีการหมุนมีค่าเท่ากับ 0.1 cm ด้วยความถี่การหมุนเท่ากับ  $2.8 \times 10^8$  Hz ภาพที่ 2-7 (b) แสดงอิเล็กตรอนมีความเร็วส่วนหนึ่งในแนวขนานกับสนามแม่เหล็กอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่หมุนควงรอบแนวสนามแม่เหล็กด้วยจำนวนเส้นแรงคงที่ค่าหนึ่งระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับ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

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

เมื่อ  $E$  คือสนามไฟฟ้าหน่วยเป็น V/ cm  
 $B$  คือความเข้มสนามแม่เหล็กในหน่วย gauss

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

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



ภาพที่ 2-8 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักคร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาเนียร์แมกนีตรอน สปัตเตอริง (Chapman, 1980)

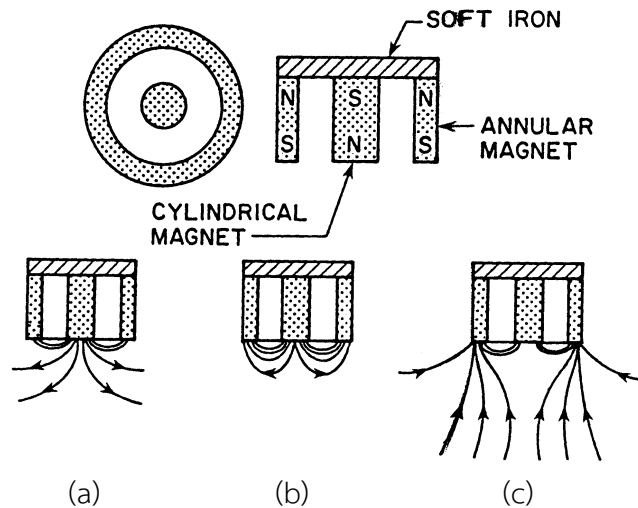
## 2.6 ระบบเคลือบแบบ อัมบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

ในการเคลือบฟิล์มพบว่าถ้าระดมยิงไอออนระหว่างการเกิดฟิล์มจะเป็นการเปลี่ยนแปลงฟิล์มหลายอย่างเช่น พฤติกรรมการเกิดนิวเคลียส (Nucleation Behaviour) สัณฐานวิทยา (Morphology) องค์ประกอบ (Composition) ทิศทางการจัดเรียงตัว และสมบัติเชิงกล เป็นต้น ในกรณีแมกนีตรอน สปีดเตอริง ไอออนที่ใช้ในการระดมยิงวัสดุรองรับจะมาจากประจุไฟฟ้าที่อยู่รอบวัสดุรองรับ ซึ่งทำได้โดยการจ่ายศักย์ลบประมาณ 1 - 500 V ให้กับวัสดุรองรับ อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสที่ฟิล์มหรือผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับ ระบบดีซี แมกนีตรอน ปกติจะมีค่าต่ำประมาณ 0.05 - 0.10 ไอออน/ อะตอมสารเคลือบ แต่การใช้งานจริงต้องมีค่าสูงกว่านี้ (Rohde & Munz, 1991)

สำหรับการเคลือบแข็ง (Hard coating) ฟิล์มบางที่ต้องการนั้นจะต้องมีช่องว่าง (Voids) ในเนื้อฟิล์ม น้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความทนต่อการกัดกร่อน (Corrosion) และทนต่อการขัดสี (Wear Resistance) มากยิ่งขึ้น โดยการลดช่องว่างในเนื้อฟิล์มนี้สามารถทำได้โดยการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอสให้กับวัสดุรองรับ แต่ก็จะทำให้เกิดความเค้นและความบกพร่อง (Defects) ภายในเกรน (Grain) ของฟิล์มมากขึ้นเมื่อความต่างศักย์ไบแอสเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้คุณภาพของฟิล์มและการยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับลดลง ปัญหานี้สามารถแก้ได้โดยการเพิ่มความหนาแน่นของกระแสไอออน (อัตราส่วนของไอออน/ อะตอมสารเคลือบ) ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้ระบบเคลือบแบบอัมบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (Unbalanced Magnetron Sputtering) (Rohde & Munz, 1991; Sproul, 1992)

ระบบอัมบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ได้รับการคิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่โดย Window และ Savvides ครั้งแรกในปี ค.ศ.1986 โดยทั้งสองพบว่าการจัดตั้งแม่เหล็กที่คาโทดของระบบสปีดเตอริงปกติ นั้น ถ้าหากทำให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าอีกด้านหนึ่งแล้ว สนามแม่เหล็กที่คาโทดจะมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนหรือระดมยิงวัสดุรองรับนั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งจะมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรงการจัดแม่เหล็กของระบบนี้อาจแบ่งเป็น 3 แบบ คือความเข้มสนามของแม่เหล็กที่ด้านในมากกว่าด้านนอก (ภาพที่ 2-9 (a)) หรือกลับกัน (ภาพที่ 2-9 (c)) หรือใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 2-9 (b))

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



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

หากพิจารณาเปรียบเทียบระบบสปีดเตอริงทั้ง 3 ระบบจะพบว่าในกรณีระบบสปีดเตอริงปกตินั้น อิเล็กตรอนที่เกิดจากการไอออไนซ์จะวิ่งไปจับที่อานอดโดยไม่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสปีดเตอริงเลย ดังนั้น เพื่อให้ระบบสปีดเตอริงมีประสิทธิภาพมากขึ้นจึงมีแนวคิดที่จะนำอิเล็กตรอนเหล่านี้เข้ามาช่วยในกระบวนการสปีดเตอริงซึ่งทำได้โดยการใช้สนามแม่เหล็กช่วยจึงเกิดระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ซึ่งเป็นที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยทำให้เกิดอิเล็กตรอนบริเวณหน้าคาโทดเพิ่มขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะมีส่วนช่วยทำให้กระบวนการสปีดเตอริงคงอยู่อย่างต่อเนื่อง จากอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งทำให้เกิดการไอออไนซ์อะตอมแก๊สเฉื่อยสูงขึ้น นอกจากนี้สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบมีลักษณะเป็นการชนแบบซ้ำ ๆ ต่อเนื่องกันทำให้เกิดอิเล็กตรอนชุดที่สองออกมาในปริมาณมากขึ้นซึ่งทำให้เกิดการสปีดเตอริงมากตามไปด้วย แต่ก็ยังมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงซึ่งสามารถจะหลุดออกจากอำนาจของสนามแม่เหล็กนี้ได้ซึ่งจะวิ่งเข้าหาขั้วอานอดโดยทันที สำหรับในระบบอับบาลานซ์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง นั้นอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดออกจากสนามแม่เหล็กจะถูกยึดไว้ด้วยเส้นแรงแม่เหล็กส่วนเกินของระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นทางโค้งไปตามเส้นแรงแม่เหล็กเข้าชนกับอะตอมของแก๊สเฉื่อยและเกิดการไอออไนซ์เป็นพลาสมาชุดที่สองบริเวณผิวหน้าของวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่นกระแสที่วัสดุรองรับมีค่าสูงมากกว่าในระบบแมกนีตรอน สปีดเตอริง ปกติมาก (ประมาณ  $5.0 - 10.0 \text{ mA/cm}^2$  ปกติมีค่าน้อยกว่า  $1.0 \text{ mA/cm}^2$ ) โดยพลาสมาที่เกิดขึ้นนี้ จะมีส่วนช่วยในการเคลือบฟิล์มที่เรียกว่า Ion-Assisted Deposition ซึ่งจะให้ฟิล์มบางที่ได้นั้นมีความหนาแน่นสูงและมีการยึดติดดีมาก (Munz, 1991)

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เป็นฟิล์มบางที่ถูกนำไปใช้งานต่างๆ มากมายในปัจจุบัน โดยเฉพาะในงานด้านการเคลือบแข็ง เทคนิครีแอคทีฟ โคสพัตเตอริง (reactive co-sputtering) เป็นวิธีหนึ่งที่ยอมรับใช้ในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในเชิงอุตสาหกรรม โดยมีข้อดีหลายอย่าง เช่น ให้ฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมอัตราการเคลือบของฟิล์มได้ง่าย สามารถควบคุมองค์ประกอบของธาตุที่อยู่ในฟิล์มได้เนื่องจากใช้เป้าสารเคลือบแบบร่วม (co-sputtering target) คือเป็นเป้าสารเคลือบที่แยกออกจากกัน สามารถเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับได้หลากหลายชนิด และสามารถปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบฟิล์ม เช่น ความดัน อัตราไหลของแก๊สรีแอคทีฟ อุณหภูมิของวัสดุรองรับระหว่างเคลือบ เพื่อศึกษาถึงผลกระทบต่อสมบัติด้านต่างๆ โดยเงื่อนไขในการเคลือบ อุณหภูมิของพื้นผิว การไบแอส วัสดุรองรับ ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน กระแสไฟฟ้า กำลังไฟฟ้า และเวลาในการเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึกและสมบัติต่างๆ สำหรับการวิจัยเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีข้อมูลโดยสรุปดังนี้

Kim et al. (2005) เตรียมฟิล์มบาง  $Cr_{1-x}Zr_xN$  ด้วยวิธีอิมบัลานซ์แมกนี ตรอนสปัตเตอริงแบบสนามปิด (CFUBMS) นำฟิล์มบางที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และสมบัติเชิงกลด้วย X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Atomic Force Microscopy (AFM), Nanoindentation และ Wear ผลการศึกษาพบว่าลักษณะทางโครงสร้างผลึกและสมบัติเชิงกลของฟิล์มบางขึ้นกับปริมาณของเซอร์โคเนียม เมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มบางแน่นมากขึ้นและทำให้โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มอัดตัวกันหนาแน่นและความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าลดลงอย่างมาก ดังนั้นสมบัติเชิงกลซึ่งรวมไปถึงความแข็ง โดยมีความแข็งสูงสุดเท่ากับ 34 GPa และสมบัติการสึกหรอจะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อเทียบกับฟิล์มบางโครเมียมไนไตรด์ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงฟิล์ม  $Cr_{1-x}Zr_xN$  มีสมบัติเชิงกลที่สูงขึ้นมาจากกระบวนการ Solid Solution Hardening

Aouadi et al. (2006) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ เคมี เชิงกลและไดรอปโพลีคอลลของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอริง ลงบนซิลิกอน (Si) ระนาบ (111) โดยใช้เป้าโครเมียมและเซอร์โคเนียม เงื่อนไขในการเคลือบฟิล์มบางกำหนดให้กำลังไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 70 W และกำหนดการไหลของแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.5 sccm โดยจะทำการแปรค่ากำลังไฟฟ้าที่ให้กับเป้าโครเมียมตั้งแต่ 0-13 W แล้วฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นจะหาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ส่วนผลจากการวิเคราะห์ด้วย X-ray Diffraction (XRD) พบว่าฟิล์มบางที่ได้มีลักษณะเป็นโครงสร้างนาโนคอมโพสิต ประกอบไปด้วยเฟส 2 เฟส ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อให้กำลังไฟฟ้ากับเป้าโครเมียมเกินกว่า 3W นอกจากนี้โครงสร้างนาโนคอมโพสิตประกอบด้วยโครงสร้างผลึกระดับนาโนของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ขนาด 5-7 nm และฝังอยู่ใน Amorphous Matrix ส่วนค่าคงที่ทางแสงหาได้จากการใช้เทคนิค Ellipsometry และนำมาจำลองโดยใช้แบบจำลองของ Drude-

Lorentz ซึ่งแบบจำลองนี้แสดงให้เห็นว่าความหนาแน่นของอิเล็กตรอนอิสระเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของเป้าโครเมียม ในขณะที่ความต้านทานลดลงเพราะว่ามีการกระจายตัวของขอบเขตของเกรนเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดโครงสร้างนาโนคอมโพสิต สำหรับค่าความแข็ง และโมดูลัสยืดหยุ่น สามารถวัดได้โดยเทคนิค Nanoindentation พบว่ามีความสัมพันธ์กับโครงสร้างระดับจุลภาคของฟิล์มบางและรอยสึกหรอระดับจุลภาค (Microwear) วัดจากการให้แรงกดแบบตั้งฉากและรอยสึกหรอจะถูกถ่ายภาพและประมวลผลโดยโปรแกรม ProScan Image Processing Software และยังคงค่าความลึกที่ยังคงค้างอยู่จากหัวกดปลายแหลมและปริมาณรอยสึกหรอที่องค์ประกอบของฟิล์มบางต่าง ๆ อีกด้วย

Kim et al. (2008) ศึกษาฟิล์มบาง  $Cr_{1-x}Zr_xN$  พบว่ามีความสามารถในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุได้ดีอีกทั้งพื้นผิวของฟิล์มยังมีความหยาบผิวน้อยมากเมื่อเพิ่มปริมาณเซอร์โคเนียมเข้าไปในฟิล์มบาง ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่มีปริมาณของ ค่าต่าง ๆ เมื่ออุณหภูมิสูง หลังจากอบอ่อนด้วยอุณหภูมิ  $500^{\circ}C$  ในอากาศและศึกษาการเปลี่ยนแปลงความหยาบผิว รอยขีดข่วนที่อุณหภูมิสูงและลักษณะการกระแทกเปรียบเทียบกับอุณหภูมิห้อง ผลที่ได้พบว่าค่าความแข็งของฟิล์มหลังจากอบอ่อนที่  $500^{\circ}C$  ขึ้นอยู่กับปริมาณ Zr ในขณะที่อุณหภูมิห้อง ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ Zr ความหยาบผิวของฟิล์มหลังจากอบอ่อนที่  $500^{\circ}C$  จะมีความมากขึ้น แต่กลับตรงกันข้ามกับที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากการออกซิเดชันที่พื้นผิว ค่าของสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานเฉลี่ยของฟิล์ม  $Cr_{1-x}Zr_xN$  ( $x=0.34$ ) ที่อุณหภูมิห้อง  $300^{\circ}C$  และ  $500^{\circ}C$  ที่วัดได้มีค่าโดยประมาณเท่ากับ 0.17, 0.65 และ 0.9 ตามลำดับ โดยค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญกับอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบ เมื่อนำฟิล์มที่อบอ่อนด้วยอุณหภูมิ  $500^{\circ}C$  ไปทำการทดสอบการกระแทกพบว่าเกิด Localized Failure ที่พื้นผิว แสดงว่าการเพิ่มปริมาณ Zr เข้าไปในฟิล์ม CrN จะทำให้ความทนทานต่อแรงกระแทกของฟิล์มลดลง

Lee et al. (2010) ทำการเคลือบฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N ที่มีปริมาณ Zr ค่าต่างๆด้วยระบบรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบพัลส์ดีซีสองขั้วไม่สมมาตร โดยทำการเคลือบฟิล์มบาง Cr-Zr-N โดยไม่มีการเติม Si เพื่อใช้ในการอ้างอิง ในการทดลองศึกษาผลของธาตุ Zr ที่มีต่อส่วนประกอบ โครงสร้างจุลภาค สมบัติเชิงกล สมบัติไทรโบโลจิคอล และสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N สำหรับการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางศึกษาโดยเครื่อง Glancing Angle X-ray Diffractometer (GA-XRD) ศึกษา โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ตามลำดับ ทดสอบความแข็งระดับจุลภาคทำด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบ Vickers และ Pin-On-Disk เพื่อวัดความแข็ง ความเหนียว และสมบัติไทรโบโลจิคอลของฟิล์มบาง ตามลำดับ คุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีทดสอบในสารละลาย NaCl 3.5 wt% ในส่วนของฟิล์ม Cr-Zr-Si-N ให้ปริมาณ Si มีค่าคงที่ประมาณ 6 – 8% และมีปริมาณ Zr ค่าต่าง ๆ โดยเปลี่ยนแปลงจาก 0.5 ถึง 13.6% โดยมีมาจากการแปรค่าความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้าที่เป้า Zr ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มบาง Cr-Zr-N พบว่าเมื่อจะเติม Si เข้าไปประมาณ 7.0% ในฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N มีผลทำให้โครงสร้างคอลัมน์การจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบและทำให้มีสมบัติเชิงกลเพิ่มมากขึ้นคือมีสมบัติในการต่อต้านการกัดกร่อนของสนิม



ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ Zr เพิ่มขึ้น อีกทั้งยังพบโครงสร้างระดับนาโนของฟิล์มบาง ซึ่งมีเกรนขนาดประมาณ 5 – 10 nm เมื่อฟิล์มบางมีองค์ประกอบของธาตุต่างดังนี้ Cr เท่ากับ 13.6% และ Zr เท่ากับ 6.8% Si-N สำหรับฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N นั้นพบว่ามีความแข็ง มีความต้านทานการเปลี่ยนรูปอย่างถาวรและความต้านทานการกัดกร่อนเพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อปริมาณ Zr ในฟิล์มบางเพิ่มขึ้น ฟิล์มบาง Cr-Zr-Si-N ที่ประกอบด้วย Zr 13.6% แสดงให้เห็นว่ามีความแข็งที่สูงขึ้น มีสมบัติเชิงกลที่ดี แสดงสมบัติ ไตรโบโลจิคอลที่พอเหมาะและความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีเยี่ยม

Chantharangi et al. (2012) ทำการเคลือบฟิล์ม CrZrN ด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีซีอันทาลานซ์ แมกนีตรอนโคสปีดเตอริงบนแผ่นซิลิกอนระนาบ (100) และกระแสไหลด์นาน 60 นาที แบบไม่ให้ความร้อน และไม่ให้ศักย์ไบแอสกับวัสดุรองรับ และแปรค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบเซอร์โคเนียมตั้งแต่ 0.2 – 0.8 A เพื่อศึกษาผลที่มีต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุ ฟิล์มบางที่เคลือบได้นำไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) และ energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ตามลำดับ ผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบเซอร์โคเนียมทำให้อัตราการเคลือบเพิ่มขึ้นและปริมาณธาตุเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 6.0 at % เป็น 31.2 at % อีกทั้งฟิล์มบางเกิดโครงสร้างเป็นแบบ solid solution เนื่องจากมีอะตอมเซอร์โคเนียมเข้าไปแทนที่ Cr ในโครงสร้างแลตทิซของ CrN โดยค่าแลตทิซพารามิเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 0.4207 เป็น 0.4357 ในขณะที่ขนาดเกรนลดลงจาก 11.27 nm เป็น 7.412 nm นอกจากนี้มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกทั้งระนาบ (111) และ (200) เมื่อให้กระแสไฟฟ้าเกิน 0.2 A จากเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิวมีความสม่ำเสมอ ค่าความหยาบผิวลดลงจาก 9.471 nm เป็น 2.437 nm เมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ นอกจากนี้ยังทำให้โครงสร้างจุลภาคเกิดการเปลี่ยนแปลงเนื่องมาจากการจัดเรียงตัวของเกรนเมื่อเพิ่มกระแสไฟฟ้าที่ให้กับเป้าสารเคลือบ

## บทที่ 3

### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

#### 3.1 วัสดุและเครื่องมือ

เครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ดังนี้

##### 1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าโครเมียม (Cr)

เป้าสารเคลือบเป็นเป้าเซอร์โคเนียม (Zr)

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

2.2 Atomic Force Microscope ศึกษาลักษณะพื้นผิว ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Park system EX 100

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

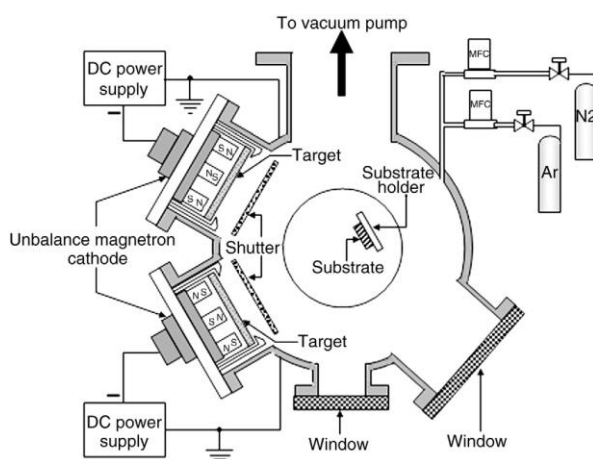
2.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ศึกษาองค์ประกอบของธาตุของฟิล์ม ใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy รุ่น LEO 1450VP

### 3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอกทีฟ ดีซี สปีดเตอริง

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เตรียมจากเครื่องเคลือบระบบดีซีอันทาลานซ์ แมกนีตรอนสปีดเตอริง (ภาพที่ 3-1 และ ภาพที่ 3-2) ด้วยเทคนิครีแอกทีฟโคสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ได้ฟิล์มบางที่มีสมบัติตามที่ต้องการต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ  $10^{-5}$  mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Parts) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating Parts) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนของระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 เซนติเมตร ความสูง 31.0 เซนติเมตร ชุดระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วย เครื่องสูบบแบบแปรไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารี เป็นเครื่องสูบลท้าย วัดความดันด้วยมาตรวัดความดัน PFEIFFER ประกอบด้วย ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

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



ภาพที่ 3-1 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบในสุญญากาศ ระบบสปีดเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบระบบสปีดเตอริงที่ใช้เคลือบในงานวิจัย

### 3.3 การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การเคลือบฟิล์มในงานวิจัยนี้ มีรายละเอียดดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวกกับภาชนะสุญญากาศ เป้าสารเคลือบติดตั้งที่ขั้วคาโทด และต่อกับระบบน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์มี 3 ขั้นตอนซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

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

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

3. การวิเคราะห์ฟิล์มบางเบื้องต้น : ขั้นนี้เป็นการนำชิ้นงานที่เคลือบแล้วออกจากเครื่องเคลือบแล้วพิจารณาลักษณะทางกายภาพและสีของฟิล์มที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าก่อนส่งไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะด้านอื่นๆ ต่อไป

### 3.4 การวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ ลักษณะโครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

#### 1. การศึกษาโครงสร้างผลึก

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

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้ Scherrer Equation

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการ การหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก

#### 2. การศึกษาโครงสร้างจุลภาค ความหนาและลักษณะพื้นผิว

2.1 ลักษณะพื้นผิวและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ศึกษาด้วยเทคนิค AFM โดยนำฟิล์มบางที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope

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

3. การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุทางเคมีของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิค EDX ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscopy เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุทางเคมีบนฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยอาศัยการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด ซึ่งพิจารณาฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนชิ้นงานจากองค์ประกอบของธาตุ Cr Zr N ที่ได้

### 3.5 แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม จากนั้นทำการทดลองแปรค่ากระแสไฟฟ้าให้กับเป้าเซอร์โคเนียมแล้วนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม โดยแบ่งเป็น 2 การทดลองดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างฟิล์ม

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบค่าต่าง ๆ ขั้นนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	4, 8, 12
กระแสไฟฟ้าเซอร์โคเนียม (mA)	900
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

## การทดลองที่ 2 ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างฟิล์ม

### วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมในการเคลือบ เพื่อหากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนคงที่เท่ากับ 10 sccm : 4 sccm และแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ  $5 \times 10^{-3}$  mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 60 นาที (ตารางที่ 3-2)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา ลักษณะพื้นผิว และองค์ประกอบธาตุ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม, เซอร์โคเนียม
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	$5.0 \times 10^{-5}$
ความดันรวม (mbar)	$5.0 \times 10^{-3}$
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	10
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	4
กระแสไฟฟ้าเซอร์โคเนียม (mA)	300, 600, 900
กระแสไฟฟ้าโครเมียม (mA)	300
เวลาเคลือบ (min)	60

## บทที่ 4

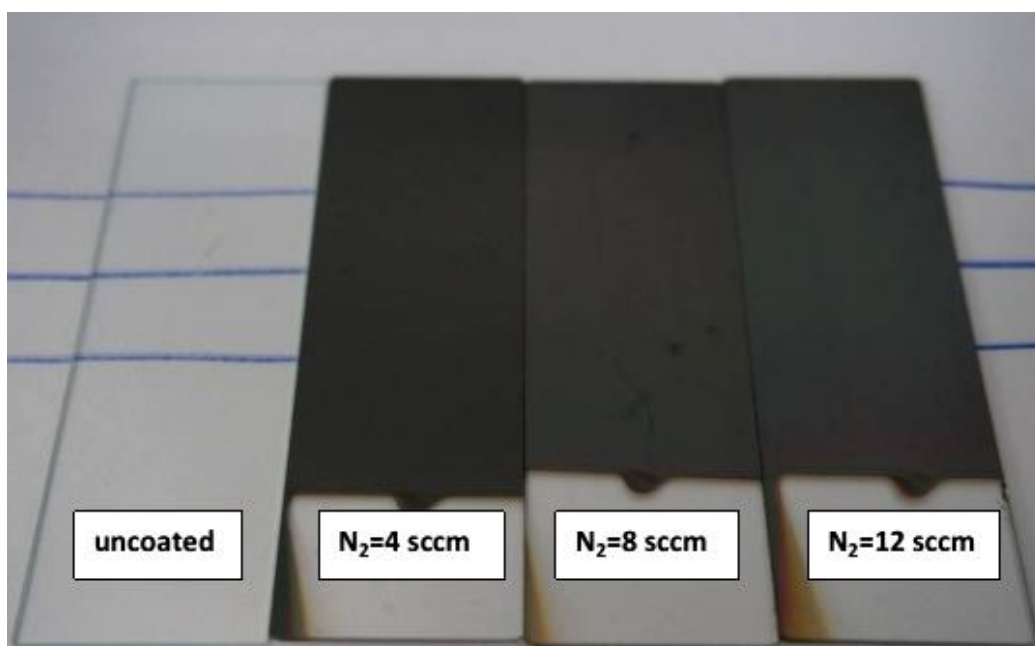
### ผลและอภิปรายผล

#### 4.1 ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบ 3 ค่า คือ 4 sccm, 8 sccm และ 12 sccm ผลการศึกษาประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบ โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้ มีผลการศึกษาดังนี้

##### 1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน จากการสังเกตด้วยตาเปล่า พบว่าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ทึบแสง มีสีเทาเข้ม ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 4-1



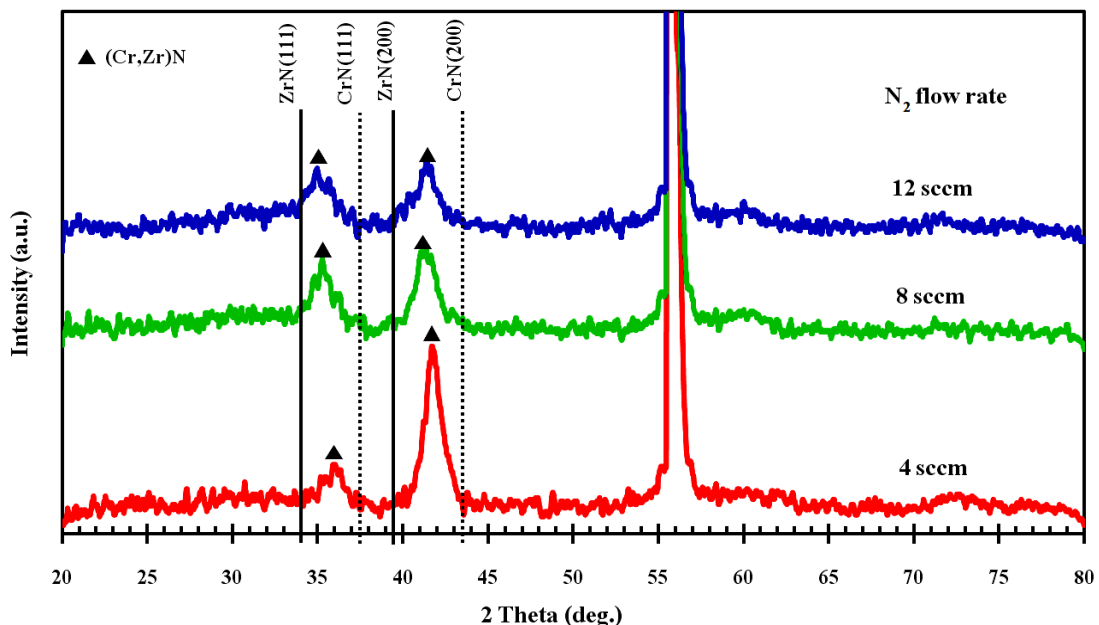
ภาพที่ 4-1 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน



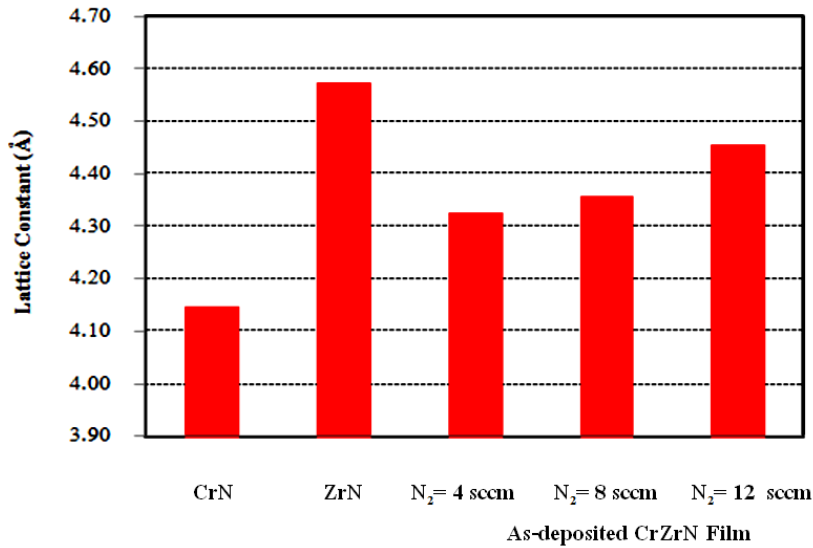
## 2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มที่ได้ในงานวิจัยนี้ เมื่อกำหนดอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm, 8 sccm และ 12 sccm ผลการศึกษาพบว่าเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 4 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $35.9^\circ$  และ  $41.75^\circ$  สอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) ขณะที่เมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 8 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $35.26^\circ$  และ  $41.38^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) และเมื่อใช้อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 12 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $35.08^\circ$  และ  $41.40^\circ$  สอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ ประกอบการพิจารณาว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์หรือไม่นั้น จากผลการศึกษาพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้นั้นอยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ภาพที่ 4-2) จึงกล่าวโดยสรุปได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือ ฟิล์มบางของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111) และ (200) ตามลำดับ



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน



ภาพที่ 4-3 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (200) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

ภาพที่ 4-3 แสดงกราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้ กับค่ามาตรฐานของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ ซึ่งหาได้จากสูตรการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในระบบผลึกที่มีโครงสร้างแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (200) โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.324 Å - 4.456 Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS ดังแสดงในตารางที่ 4-1

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์คำนวณจากสมการ Scherrer โดยอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางในภาพที่ 4-2 พบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นผลึกที่ระนาบ (200) มีค่าในช่วง 13.48 nm ถึง 14.91 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-2 ค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 4-1 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (200) เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)		
	CrN JCPDS No. 770047	ZrN JCPDS No. 311493	4	8	12
a = b = c (Å)	4.148	4.574	4.3247	4.3587	4.4567
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

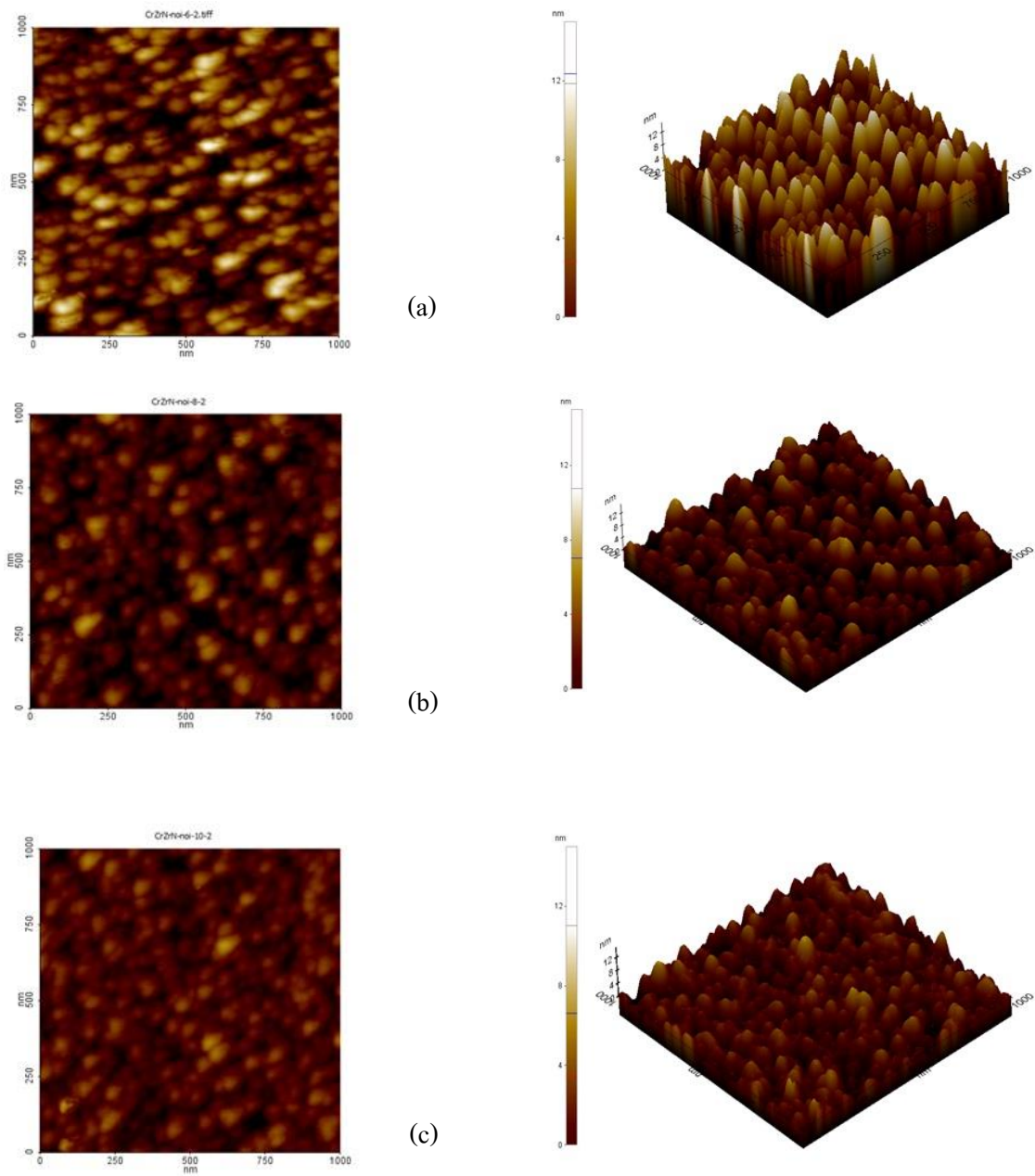
ตารางที่ 4-2 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (200)  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ระนาบ (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
4	0.00952	14.91
8	0.01047	14.15
12	0.01100	13.48

### 3. ลักษณะพื้นผิวและความหนา

ภาพที่ 4-4 สำหรับแสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เคลือบที่อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเปลี่ยนไปตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดใหญ่ที่สุดกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 8 sccm เกรนมีขนาดเล็กลง สุดท้ายเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 12 sccm เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ทั้งนี้ลักษณะเกรนของฟิล์มเล็กลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น เมื่อแก๊สไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้นทำให้อัตราเคลือบของโครเมียมและเซอร์โคเนียมเปลี่ยนแปลงไป รวมถึงไอออนของอาร์กอนและไอออนของไนโตรเจน ส่งผลให้อัตราการสputเตอร์ลดลง เนื่องจากแก๊สไนโตรเจนสูง ๆ จะเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป้าสารเคลือบ ที่เรียกว่า Target Poisoning ทำให้เป้าถูกสputเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมของสารเคลือบตกลงบนวัสดุรองรับน้อยลง ทำให้ความหนาฟิล์มมีค่าลดลงจาก 569 nm เป็น 363 nm ดังแสดงในตารางที่ 4-3 และภาพที่ 4-5

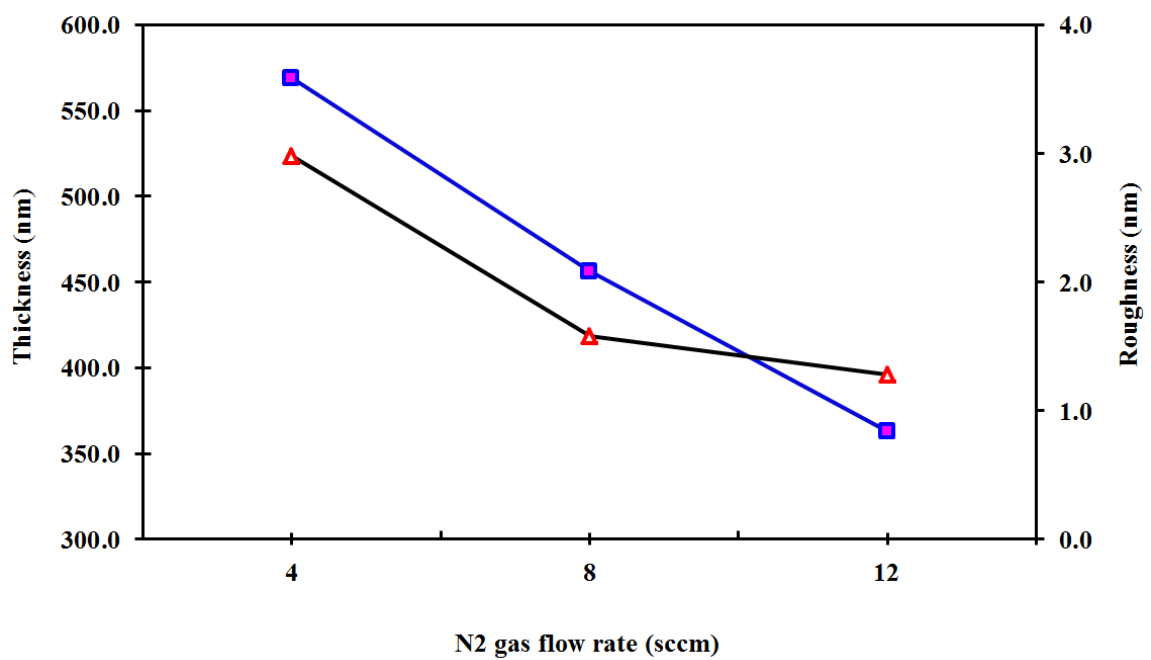
สำหรับความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้พบว่า เมื่อเพิ่มอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนจาก 4 sccm เป็น 12 sccm ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหยาบผิวลดลงจาก 2.98 nm เป็น 1.28 nm ต่างกับงานวิจัยของ Homhuan et al. (2010) ซึ่งพบว่าความหยาบผิวลดลงเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 20% เป็น 50% และเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100% ความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้น สรุปได้ว่าความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อความหยาบผิว ดังแสดงในตารางที่ 4-3 และภาพที่ 4-6



ภาพที่ 4-4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 มิติ และ 3 มิติ ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน  
 (a) 4 sccm      (b) 8 sccm      (c) 12 sccm

ตารางที่ 4-3 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

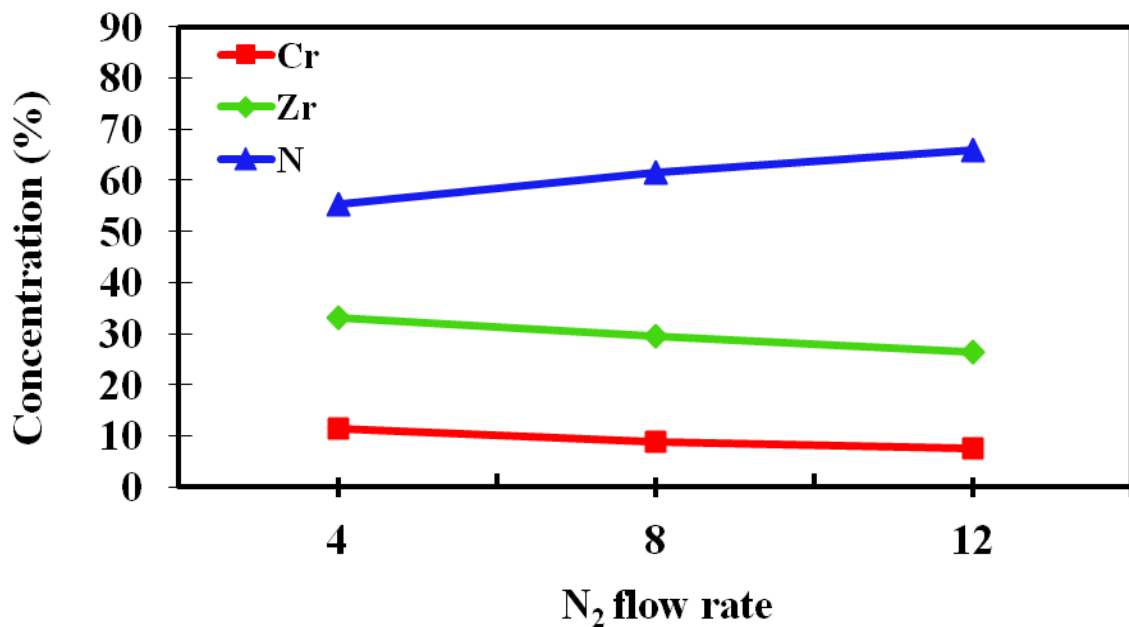
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
4	569	2.98
8	456	1.58
12	363	1.28



ภาพที่ 4-5 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

#### 4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-6 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 4 sccm มีปริมาณโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 11.48% 33.24% และ 55.28% ตามลำดับ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 8 sccm มีปริมาณโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 8.92% 29.56% และ 61.52% ตามลำดับ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 12 sccm ฟิล์มที่ได้มีปริมาณโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ 7.63% 26.47% และ 65.89% ตามลำดับ

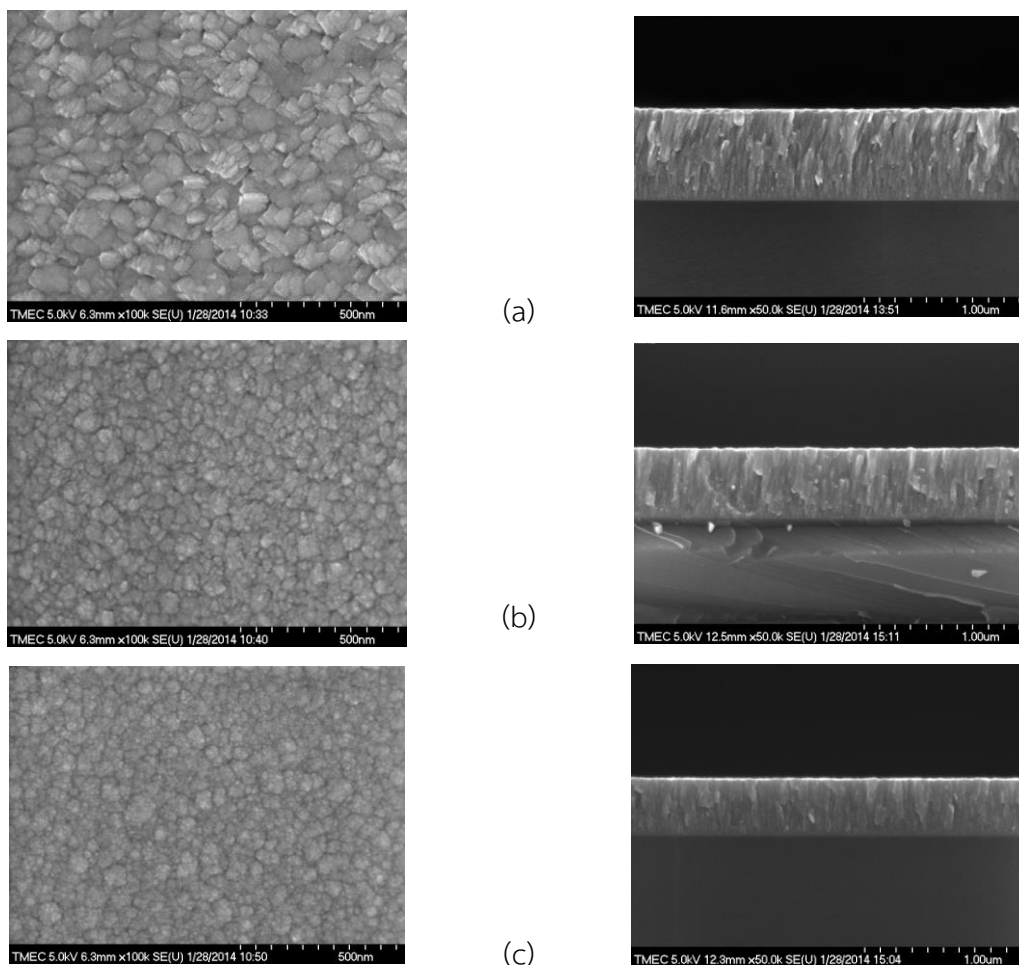


ภาพที่ 4-6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น พิจารณาจากเทคนิค EDX พบว่าสัดส่วนขององค์ประกอบธาตุฟิล์มบางเปลี่ยนไปตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการเคลือบโดย โครเมียม และเซอร์โคเนียม มีค่าลดลงจาก 11.48% เป็น 7.63% และ 33.24% เป็น 26.47% ส่วนไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 55.28% เป็น 65.89% เนื่องจากเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ปริมาณอะตอมของไนโตรเจนที่เข้าร่วมหรือแทรกตัวในโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ปริมาณอะตอมของเซอร์โคเนียมและอะตอมของโครเมียมมีค่าลดลง

## 5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

ภาพที่ 4-7 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM โดยลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์ในไนไตรด์ แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์ และเมื่ออัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้น ลักษณะของฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาลดลง เนื่องจากอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจนสูงๆ จะเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป้าสารเคลือบ หรือที่เรียกว่าปรากฏการณ์ target poisoning ทำให้เป้าสารเคลือบถูกสปัตเตอร์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้น้อยลง จึงทำให้ฟิล์มมีความหนาลดลง ทั้งนี้จากภาคตัดขวางจะเห็นว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบคอลัมน์ และเมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้นด้วย



ภาพที่ 4-7 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

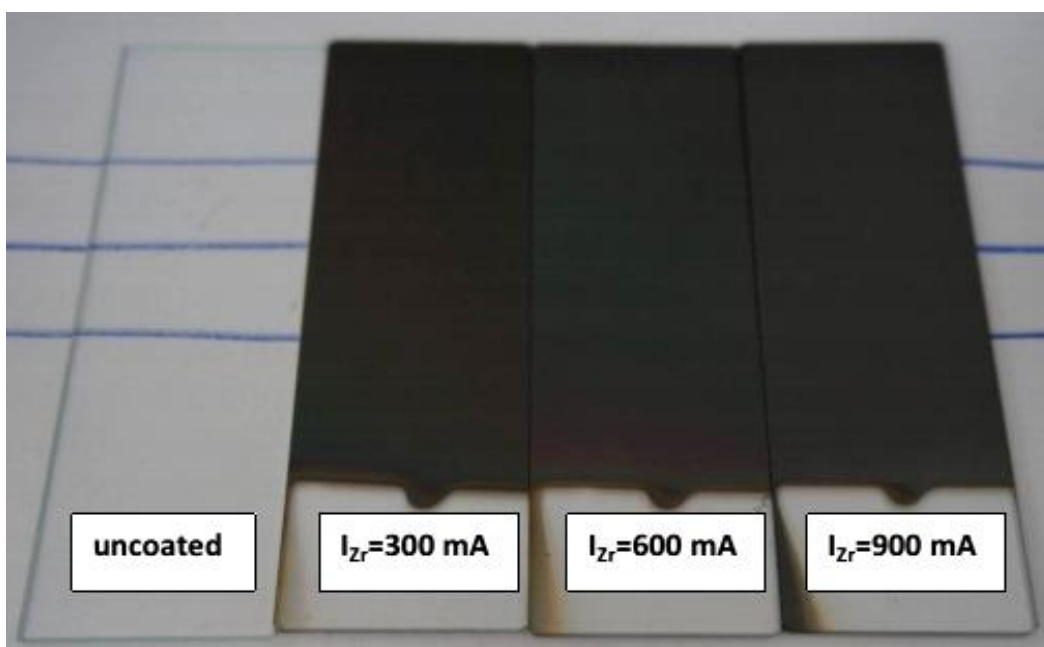
(a) 4 sccm      (b) 8 sccm      (c) 12 sccm

## 4.2 ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

ส่วนนี้เป็นข้อมูลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ โดยแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม 3 ค่า คือ 300 mA, 600 mA และ 900 mA ตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วยลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ขนาดผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหนา ความหยาบ โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางที่เคลือบได้ มีผลการศึกษาดังนี้

### 1. ลักษณะทางกายภาพ

ฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม ในงานวิจัยนี้ จากการสังเกตด้วยตาเปล่า พบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียน ทึบแสง ฟิล์มมีสีเทาเข้ม ทุกเงื่อนไขการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 4-8

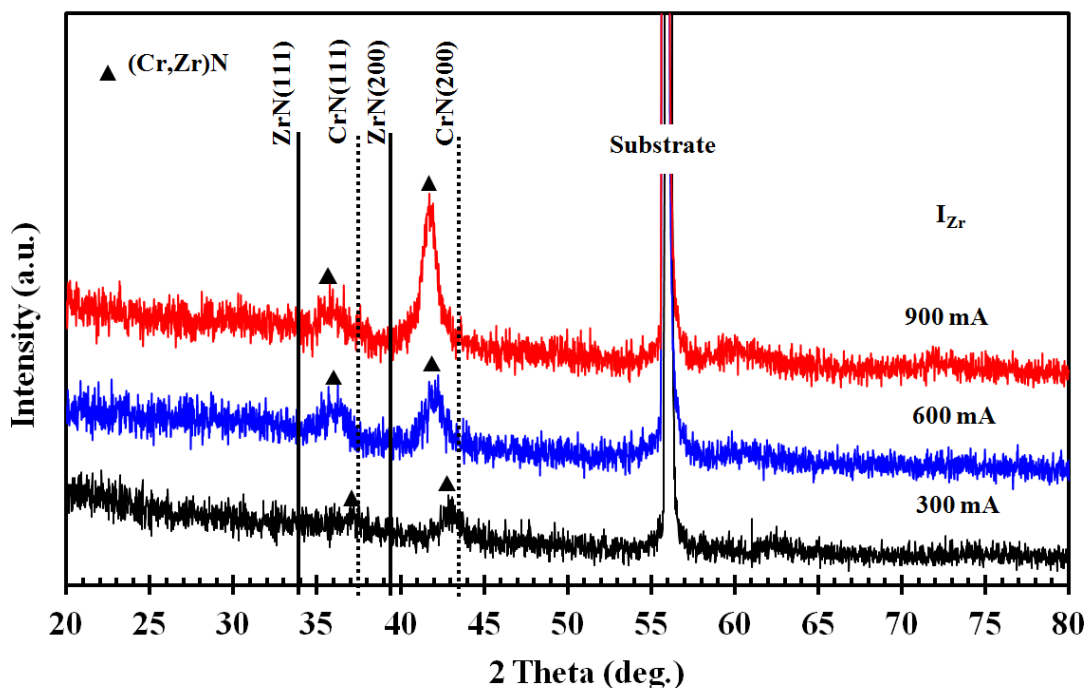


ภาพที่ 4-8 ลักษณะและสีของฟิล์มที่เคลือบได้บนกระจกสไลด์เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม



## 2. โครงสร้างผลึก

ภาพที่ 4-9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ ที่เคลือบเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA, 600 mA และ 900 mA พบว่าเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.30^\circ$  และ  $43.05^\circ$  สอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) ขณะที่เมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $36.00^\circ$  และ  $42.00^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) และเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 900 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $35.90^\circ$  และ  $41.75^\circ$  สอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งพิกของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

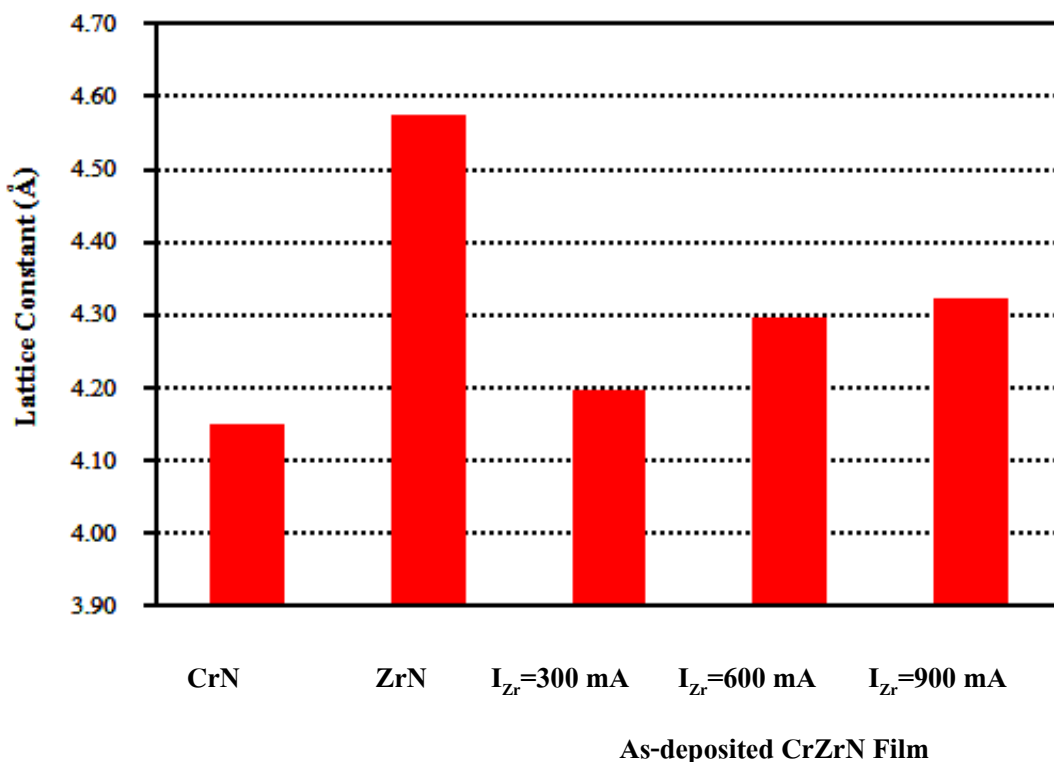


ภาพที่ 4-9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

หากพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ซึ่งใช้เป็นตำแหน่งอ้างอิง จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ สำหรับเปรียบเทียบการเกิดฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ อยู่ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จึงกล่าวได้ว่าฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้คือฟิล์มบางของโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ระนาบ (111) และ (200) ตามลำดับ

ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่ได้ด้วยเทคนิค XRD พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางซ้าย เมื่อเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ที่ใช้ในการอ้างอิงสอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsi et al. (2012) ซึ่งศึกษาโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบโดยวิธีรีแอคทีฟ ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง ได้อธิบายว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) มีขนาดใหญ่กว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียม ซึ่งมีรัศมีอะตอมเท่ากับ 0.161 nm เข้าไปแทนที่อะตอมของโครเมียม ซึ่งมีรัศมีอะตอมเท่ากับ 0.136 nm ในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ซึ่งเป็นผลให้ตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเลื่อนไปทางซ้ายของโครเมียมไนไตรด์

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซเซ็นเตอร์คิวบิก เมื่อนำมาคำนวณค่าคงที่แลตทิซพบว่าโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ มีค่าคงที่แลตทิซลดลงเมื่อเทียบกับเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 311493 (4.574 Å) เนื่องจากการแทนที่อะตอมของโครเมียม ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าเซอร์โคเนียมในโครงสร้างของเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกลดลง ค่าคงที่แลตทิซจึงลดลง และพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าคงที่แลตทิซเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับโครเมียมไนไตรด์ตามฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 (4.148 Å) เนื่องจากการแทนที่ของอะตอมเซอร์โคเนียม ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าโครเมียมในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกเพิ่มขึ้น ค่าคงที่แลตทิซจึงเพิ่มขึ้น Chantharangsi et al. (2012)



ภาพที่ 4-10 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มระนาบ (200) ที่เคลือบได้กับค่ามาตรฐาน

ภาพที่ 4-10 กราฟเปรียบเทียบค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ กับค่ามาตรฐานของโครเมียมไนไตรด์ และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 และ 311493 ตามลำดับ พบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้ในระบบ (200) โดยมีค่าอยู่ในช่วง 4.1972Å - 4.3217Å ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่างค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมไนไตรด์และเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ตามฐานข้อมูล JCPDS (ตารางที่ 4-4)

สำหรับขนาดผลึกของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์หาได้จากสมการของ Scherrer จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่ได้ พบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้น โดยมีค่าในช่วง 13.66 nm ถึง 15.45 nm (ตารางที่ 4-5)

ตารางที่ 4-4 ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (200)

เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

ค่าคงที่แลตทิซ	มาตรฐาน		กระแสเซอร์โคเนียม (mA)		
	CrN	ZrN	300	600	900
JCPDS No.	770047	311493			
a = b = c (Å)	4.148	4.574	4.1972	4.2972	4.3217
$\alpha = \beta = \gamma$ (องศา)	90	90	90	90	90

ตารางที่ 4-5 ขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (200)

เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

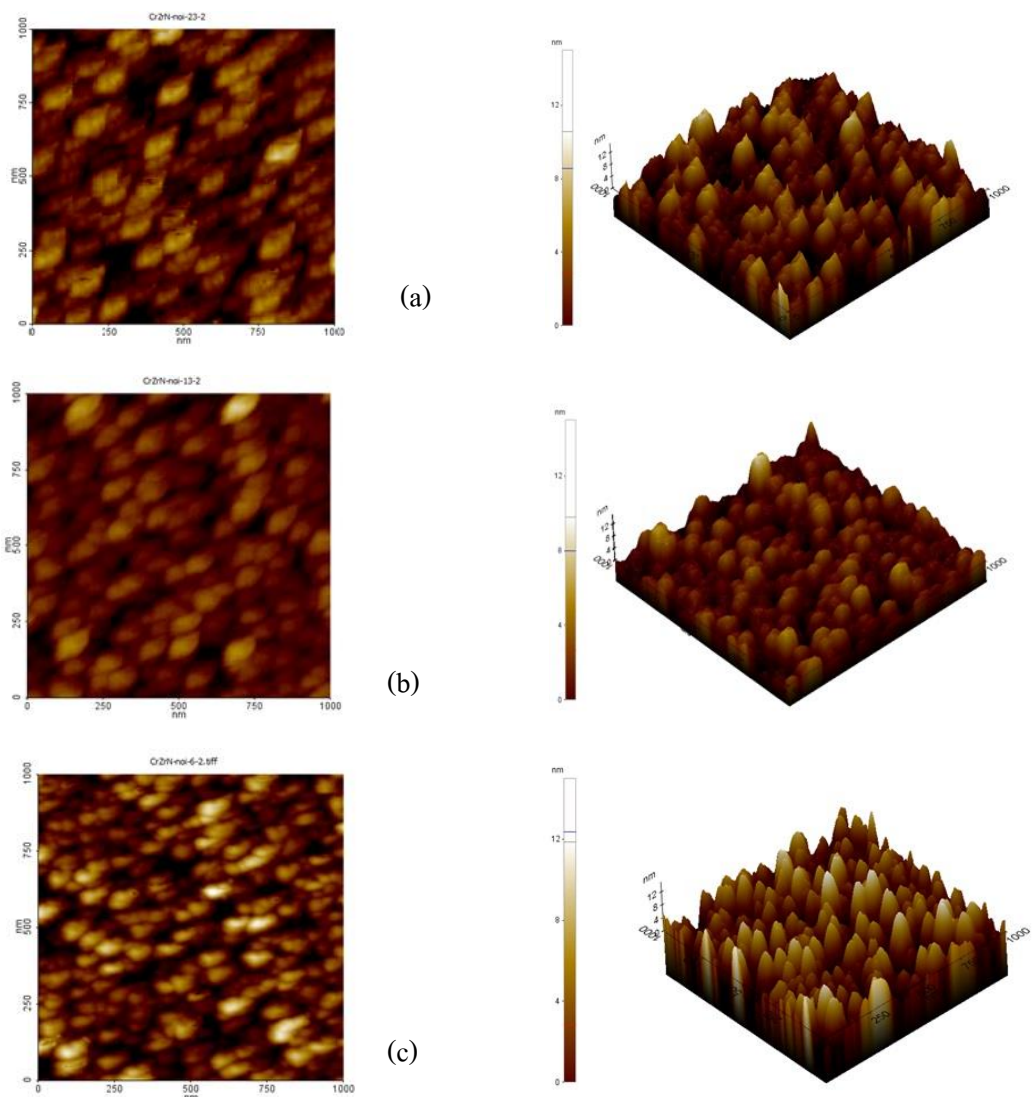
กระแสเซอร์โคเนียม (mA)	ระนาบ (200)	
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)
300	0.0109	13.66
600	0.0104	14.18
900	0.0096	15.45

### 3. ลักษณะพื้นผิวและความหนา

ภาพที่ 4-11 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อใช้กระแสของเป้าเซอร์โคเนียมต่าง ๆ จากเทคนิค AFM พบว่าฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมเล็กกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 600 mA เกรนเริ่มเกาะกลุ่มรวมตัวกันมีลักษณะเป็นเม็ด สูดท้ายเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 900 mA เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดใหญ่ที่สุดกระจายทั่ว

ฟิล์ม ทั้งนี้ลักษณะเกรนของฟิล์มใหญ่ขึ้นตามกระแสเซอร์โคเนียม เนื่องจากกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นเป็นการเพิ่มพลังงานของอะตอมสารเคลือบทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานสูงขึ้นเพียงพอในการรวมกลุ่มจนเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดการเรียงตัวใหม่ของเกรนจนมีขนาดเพิ่มขึ้นตามไปด้วยรวมถึงความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้เพิ่มขึ้นจาก 423 nm เป็น 569 nm สรุปดังตารางที่ 4-3 และภาพที่ 4-12

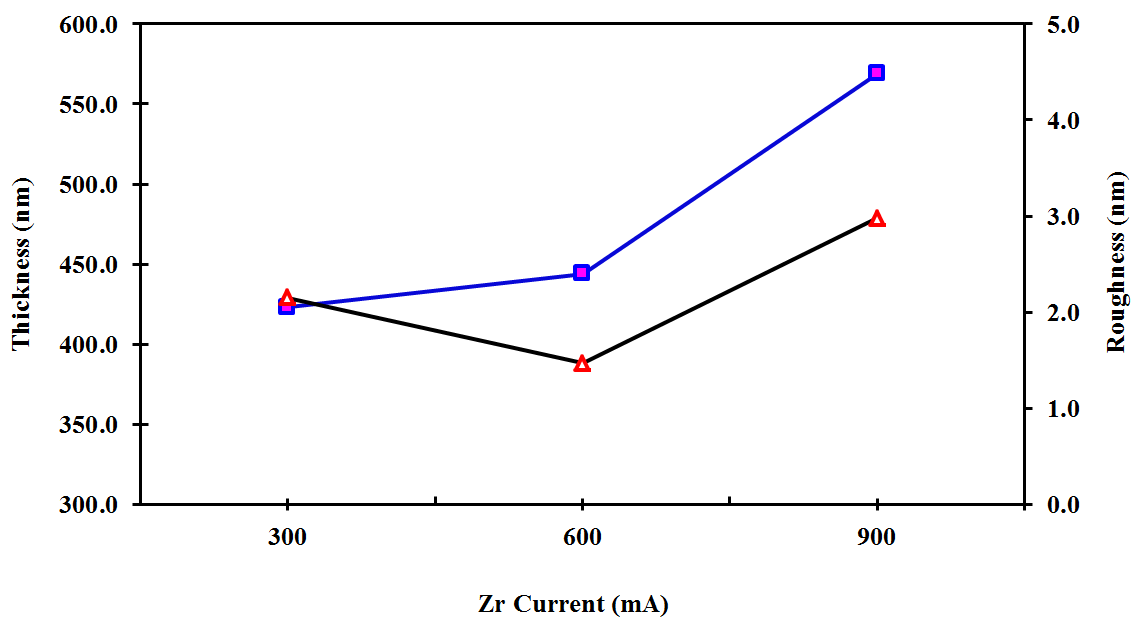
ความหยาบผิว พบว่าเมื่อเพิ่มกระแสของเป้าเซอร์โคเนียมจาก 300 mA เป็น 600 mA ความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 2.15 nm เป็น 1.47 nm ขณะที่กระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 600 mA เป็น 900 mA ความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.47 nm เป็น 2.98 nm ต่างกับงานวิจัยของ Chantharangi et al. (2012) ซึ่งพบว่าความหยาบผิวมีค่าลดลงตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น สรุปได้ว่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อความหยาบผิว สรุปดังตารางที่ 4-3 และภาพที่ 4-12



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

ตารางที่ 4-6 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

กระแสโคเมียม (mA)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)
300	423	2.15
600	444	1.47
900	569	2.98

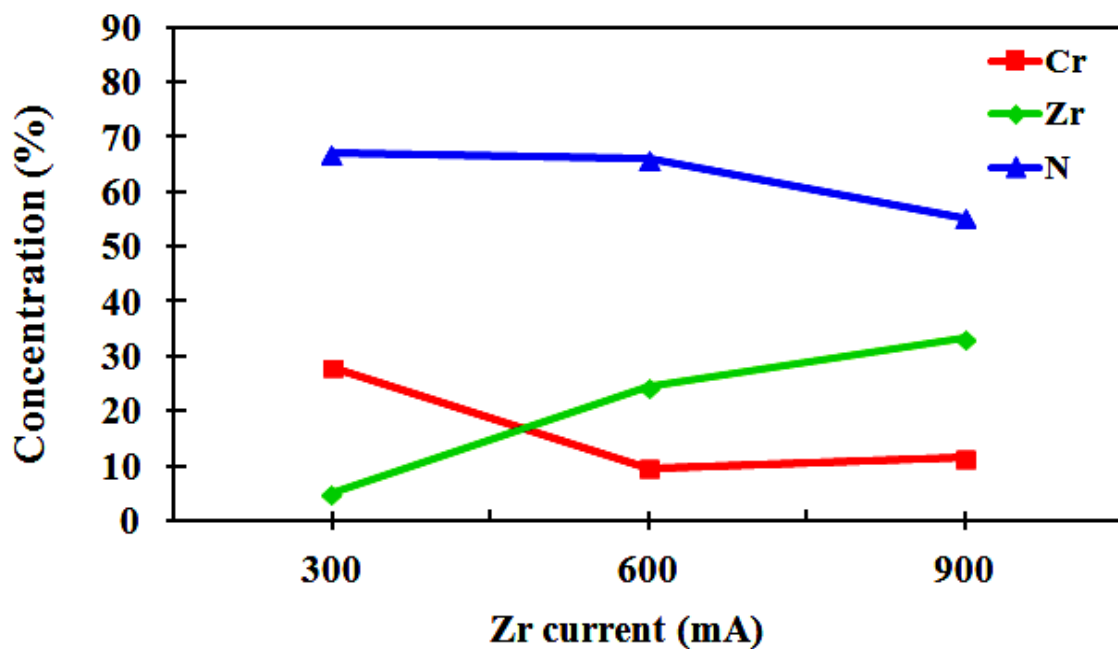


ภาพที่ 4-12 ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้า  
ของเป้าเซอร์โคเนียม

#### 4. องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม

ภาพที่ 4-13 แสดงผลองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ ซึ่งเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้าในการสัปดาห์เร่งเป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้ในกระบวนการเคลือบโดยพบว่าเมื่อกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA เป็น 900 mA องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ โครเมียมมีค่าลดลงจาก 27.96% เป็น 11.48% ส่วนเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 5.02% เป็น 33.24 % เนื่องจากอะตอมเซอร์โคเนียมถูกสัปดาห์เร่งออกจากเป้าสารเคลือบเพิ่มมากขึ้นตามค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมแทนที่อะตอมโครเมียมและไนโตรเจน ในโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ทำให้อัตราส่วนของโครเมียมและไนโตรเจนในฟิล์มมีปริมาณลดลงจาก 27.96% เป็น 11.48% และ 55.28% เป็น 67.02% ตามลำดับ

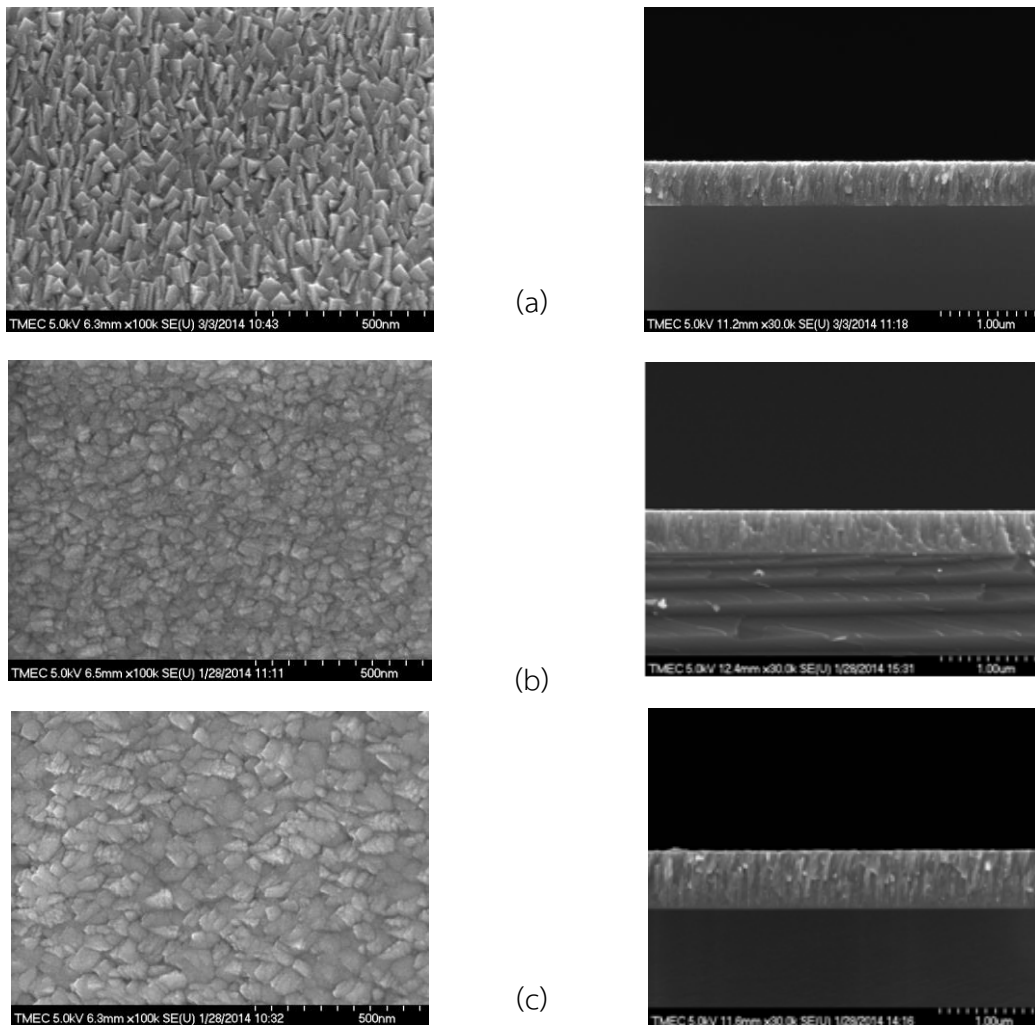
จากการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม พบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ดังนั้นจึงเลือกกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 900 mA ไปใช้ในการทดลองต่อไป



ภาพที่ 4-13 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

## 5. โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

ภาพที่ 4-14 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าโดยลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์และเมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์ของฟิล์มมีลักษณะแน่นมากขึ้น รวมถึงความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากกระแสไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกมาจากเป้าสารเคลือบมากขึ้น ทำให้สารเคลือบตกเคลือบบนวัสดุรองรับได้มาก จึงส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4-14 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ เมื่อแปรค่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม  
(a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA

# บทที่ 5

## สรุปผลและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผล

ผลการศึกษาในงานวิจัยนี้มี 2 ส่วน ได้แก่ ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน และ ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม สรุปได้ดังนี้

#### 1. ผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.1 फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีสีเทาเข้มทุกเงื่อนไขการเคลือบไม่เปลี่ยนแปลงตามอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

1.2 फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก ระบาย (111) และระบาย (200) มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น โดยพบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

1.3 อัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่ได้ เมื่ออัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นความหนาและความหยาบผิวมีค่าลดลงจาก 569 nm เป็น 363 nm และ 2.98 nm เป็น 1.28 nm

1.4 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยไนโตรเจนเพิ่มขึ้นตามอัตราไหลของแก๊สไนโตรเจน โครเมียมและเซอร์โคเนียมมีค่าลดลง

1.5 โครงสร้างจุลภาคของชั้นฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์

#### 2. ผลของกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

2.1 फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีสีเทาเข้มทุกเงื่อนไขการเคลือบไม่เปลี่ยนแปลงตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียม

2.2 फिल्मบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ มีโครงสร้างผลึกแบบเฟซ เซ็นเตอร์ คิวบิก ระบาย (111) และระบาย (200) มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น โดยพบว่ากระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์



2.3 กระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมมีผลต่อความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ เมื่อกระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 423 nm เป็น 569 nm ส่วนความหยาบผิวมีค่าอยู่ในช่วง 1.47 nm ถึง 2.98 nm

2.4 องค์ประกอบธาตุของฟิล์ม พบว่ากระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียมมีผลต่อองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ โดยเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นตามกระแสไฟฟ้าของเป่าเซอร์โคเนียม ส่วนโครเมียมและไนโตรเจนมีค่าลดลง

2.5 โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีการจัดเรียงตัวแบบคอลัมน์นาร์ที่ค่อนข้างแน่น

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ระบบฟิล์มบางที่เตรียมในงานวิจัยนี้เป็นระบบฟิล์มบางที่ประกอบไปด้วยธาตุ 3 ชนิด เพียง 1 ชั้น อย่างไรก็ตามแนวทางหนึ่งในการเพิ่มประสิทธิภาพยังสามารถทำได้โดยการเพิ่มธาตุชนิดที่ 4 หรือเคลือบฟิล์มให้มีลักษณะเป็นระบบฟิล์มหลายชั้นซึ่งจะทำให้ชั้นเคลือบที่ได้มีประสิทธิภาพมากขึ้น

2. ระบบฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิดยังสามารถเคลือบด้วยวิธีอื่นเช่น การเคลือบโดยใช้เป่าสารเคลือบแบบโมเสก หรือ การเคลือบโดยใช้เป่าสารเคลือบแบบอัลลอยด์ ทั้งนี้ควรศึกษาเปรียบเทียบเกี่ยวกับฟิล์มบางของสารประกอบสามชนิดด้วยเทคนิคอื่นแล้วนำมาเปรียบเทียบกัน

3. ในงานวิจัยนี้ใช้แผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์เป็นวัสดุรองรับ อย่างไรก็ตามลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและสมบัติบางประการมีส่วนเกี่ยวข้องกับวัสดุรองรับ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางบนวัสดุรองรับประเภทต่างๆ

4. เครื่องเคลือบที่ใช้มีขนาดเล็กทำให้สามารถเคลือบชิ้นงานได้ครั้งละหนึ่งชิ้น หากต้องการใช้งานจริงเชิงอุตสาหกรรมจำเป็นต้องมีการเคลือบอย่างต่อเนื่องและได้จำนวนมากในการเคลือบแต่ละครั้ง ดังนั้นจึงควรมีการปรับปรุงหรือพัฒนาเครื่องเคลือบที่มีขนาดใหญ่ขึ้น

5. การเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบต่างๆ ด้วยเทคนิครีแอคทีฟสปีดเตอริงนั้นทำได้ค่อนข้างยาก เนื่องจากมีตัวแปรต่างๆ ที่ต้องควบคุมหลายตัวแปร ทั้งนี้เมื่อแปรค่าหรือเงื่อนไขในกระบวนการเคลือบมักส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างและสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เคลือบได้ ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มที่เคลือบได้ เช่น เวลาการเคลือบ ตำแหน่ง ระยะห่างจากหน้าเป่าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ การไบแอสชิ้นงาน การให้ความร้อนขณะเคลือบ เป็นต้น

## เอกสารอ้างอิง

- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตน์. (2547). การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสเปดเตอริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2 รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Aouadi, S. M., Maeruf, T., Twesten, R. D., Mihut, D. M., & Rohde, S. L. (2006). Physical and mechanical properties of chromium zirconium nitride thin films. *Surface and Coatings Technology*, 200, 3411-3417.
- Arias, D. F., Marulanda, D. M., Baena, Alejandra, M., & Devia, A. (2006). Determination of friction coefficient on ZrN and TiN using lateral force microscopy (LFM). *Wear*, 261, 1232-1236.
- Bunshah, R.F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2<sup>nd</sup> ed.). New Jersey, Noyes.
- Chantharangsi, C., Denchitcharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Structure and Surface Morphology of Cr-Zr-N Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 868-874.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York, John Wiley & Sons.
- Han, Z., Tian, J., Lai, Q., Yu, X., & Geyang, L. (2003). Effect of N<sub>2</sub> partial pressure on the microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered Cr<sub>Nx</sub> films. *Surface and Coatings Technology*, 162, 189-193.
- Homhuan, P., Chaiyakun, S., Thonggoom, R., Panich, N., & Tungasmita, S. (2010). Growth and Structural Characterization of Nanostructured Chromium-Zirconium-Nitride Thin Films for Tribological Application. *Materials Transactions*, 51(9), 1651- 1655.
- Hones, P., Sanjinés, R., & Lévy F. (1998). Sputter deposited chromium nitride based ternary compounds for hard coatings. *Thin Solid Films*, 332, 240-246.
- Hones, P., Diserens, M., Sanjinés, R., & Lévy, F. (2000). Electronic structure and mechanical properties of hard coatings from the chromium-tungsten nitride system. *Journal of Vacuum Science Technology B*, 18, 2851-2856.

- 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 (ABST<sup>™</sup>) deposition techniques. *Surface and Coatings Technology*, 86–87, 192-199.
- Kim, G. S., Kim, B. S., Lee, S. Y., & Hahn, J.H. (2005). Structure and mechanical properties of Cr–Zr–N films synthesized by closed field unbalanced magnetron sputtering with vertical magnetron sources. *Surface and Coatings Technology*, 200, 1669–1675.
- Kim, S. M., Kim, G. S., Lee, S. Y., & Lee, B. Y. (2008). Evaluation of the high temperature characteristics of the CrZrN coating. *Surface and Coatings Technology*, 202, 5521-5525.
- Lee, J. W., Chang, S. T., Chen, H. W., Chien, C. H., Duh, J. G., & Wang, C. J. (2010). Microstructure, mechanical and electrochemical properties evaluation of pulsed DC reactive magnetron sputtered nanostructured Cr–Zr–N and Cr–Zr–Si–N thin films. *Surface and Coatings Technology*, 205, 1331-1338.
- 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.
- Munz, W.D. (1991). The Unbalanced Magnetron : Current Status of Development. *Surface and Coating Technology*, 48, 81-94.
- Parameswaran, V. R., Immarigeon, J. P., & Nagy, D. (1992). Titanium nitride coating for aero engine compressor gas path components. *Surface and Coatings Technology*, 52, 251-260.
- Pilloud, D., Dehlinger, A. S., Pierson, J. F., Roman, A., & Pichon, L. (2003). Reactively sputtered zirconium nitride coatings: structural, mechanical, optical and electrical characteristics. *Surface and Coatings Technology*, 174–175, 338-344.
- Polcar T., Kubart T., Novák R., Kopecký L., & Široký P. (2005). Comparison of tribological behaviour of TiN, TiCN and CrN at elevated temperatures. *Surface and Coatings Technology*, 193, pp. 192-199.
- Rickerby, D.S., & Matthews, A. (1991). *Advanced Surface Coatings : a Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.

- Rohde, S.L., & Munz, W.D. (1991). *Sputter Deposition 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.
- Sproul, W.D. (1992). Unbalanced Magnetron Sputtering. 35th Annual Technical Conference Proceedings. *Society of Vacuum Coaters*, 236-239.
- 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.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles, technology and applications*. New Jersey: Noyes.

## ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ผลผลิต

## ผลผลิต

โครงการ ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง  
แหล่งทุน ทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล  
(งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2557 มหาวิทยาลัยบูรพา  
รหัสโครงการ 93132 / สัญญาเลขที่ 53/2557

---

### 1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับชาติ

1. Thunyaphum, P., Buranawong, A., Witit-anun, N., & Chaiyakun. S. 2014. Growth and Characterization of CrZrN Thin Film Deposited by DC Reactive Magnetron Co-Sputtering. In Burapha University International Conference 2014. July 3-4, 2014. Dusit Thani Pattaya, Pattaya, Chonburi. 528-535.
2. พรพิมล ัญญะภูมิ, นรินทร์ วิทิตอนันต์ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ. 2557. ผลของกระแสเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีดีซีรีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปีดเตอริง. ใน การประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ครั้งที่ 3, 17-18 ธันวาคม 2557, ณ ศูนย์ประชุมมหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต, ภูเก็ต. 424-433.

### 2. ผลงานเชิงสาธารณะ

1. การให้ความอนุเคราะห์ภาคอุตสาหกรรม สถาบันการศึกษา  
หน่วยงานและผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 10 ครั้ง
2. การร่วมจัดอบรมถ่ายทอดความรู้ จำนวน 1 ครั้ง
3. การเป็นวิทยากรบรรยายแก่ภาคอุตสาหกรรม จำนวน 3 ครั้ง

### 3. การผลิตบุคลากร

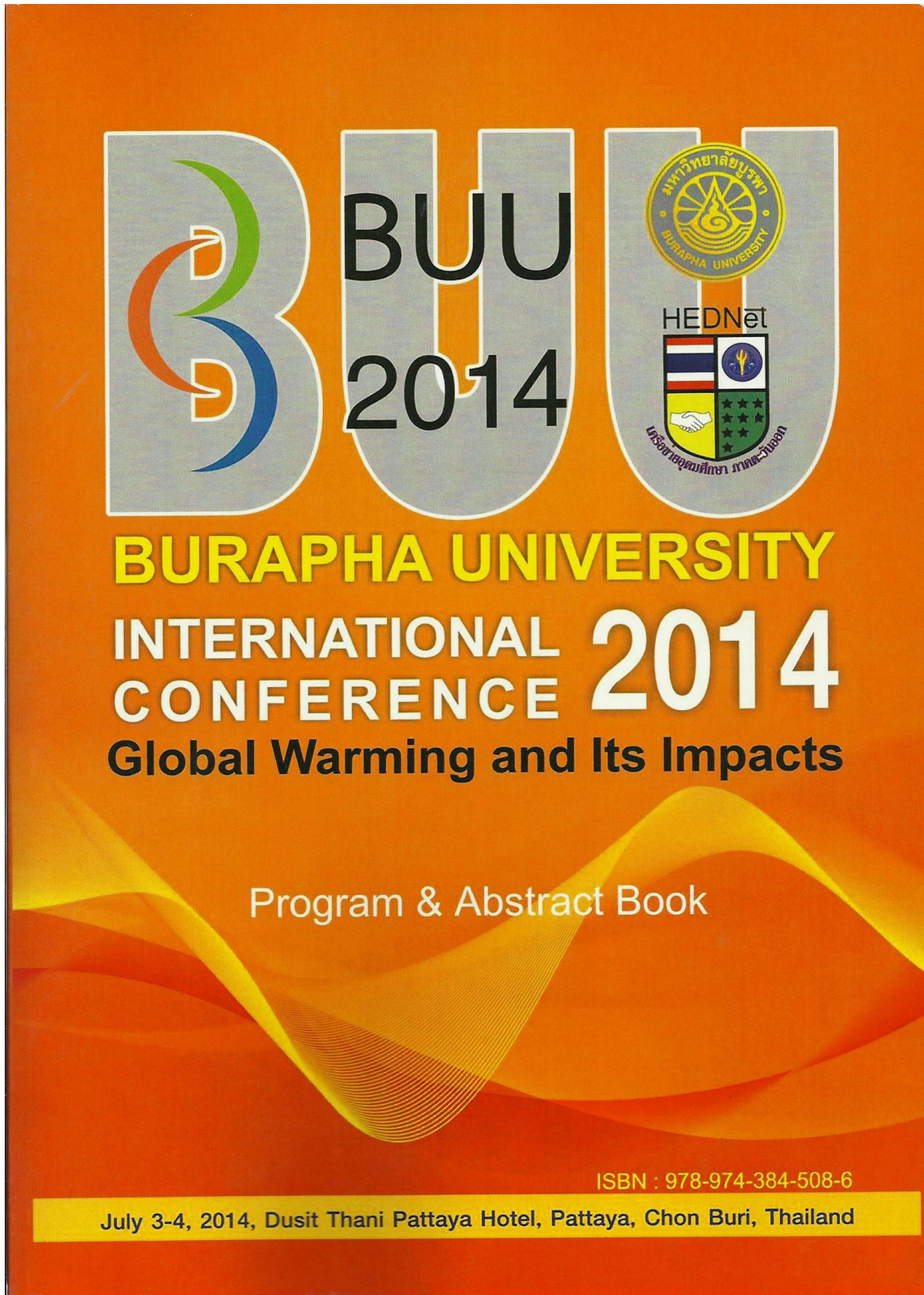
โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับปริญญาโท วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นส.พรพิมล ัญญะภูมิ

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นรินทร์ วิทิตอนันต์

# 1. ผลงานตีพิมพ์ - 1







**PROCEEDINGS OF THE BURAPHA  
UNIVERSITY INTERNATIONAL  
CONFERENCE 2014**

**GLOBAL WRAMING  
AND ITS IMPACTS**

**3 - 4 JULY 2014**

**DUSIT THANI  
PATTAYA, THAILAND**

STP787-30

## Growth and Characterization of CrZrN Thin Film Deposited by DC Reactive Magnetron Co-Sputtering

**P. Thunvaphum<sup>1,2</sup>, A. Buranawong<sup>1,2</sup>, N. Witit-anun<sup>1,2,\*</sup> and S. Chaiyakun<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup>*Vacuum Technology and Thin Films Research Laboratory (VTTF), Department of Physics,  
Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri, Thailand.*

<sup>2</sup>*Plasma for Surface Sciences Research Laboratory (PSS), ThEP Center, CHE, Bangkok, Thailand.*

E-mail: [nirun@buu.ac.th](mailto:nirun@buu.ac.th)

### ABSTRACT

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited by reactive magnetron co-sputtering method on silicon. Cr and Zr metals were used as sputtering targets. The Cr and Zr sputtering current were fixed at 300 mA and 900 mA, respectively. The sputtering gas (Ar) flow rate was fixed at 10 sccm and reactive gas (N<sub>2</sub>) flow rate was varied from 4 sccm to 12 sccm. The effects of nitrogen gas flow rate on the crystal structure, microstructure and thickness of the films were investigated by X-ray diffraction (XRD) and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM). The results show that the as-deposited films were (Cr,Zr)N solid solution. The film thickness and the crystallite size decreased from 569 nm to 363 nm and 17.8 nm to 13.4 nm, respectively, with increasing the nitrogen gas flow rate, while the lattice parameter was found to increase, from 4.327 Å to 4.425 Å, with increasing the nitrogen gas flow rate. Cross section analysis by FE-SEM showed compact columnar and dense morphology as a result of increasing the nitrogen gas flow rate.

**Keywords:** Thin film, chromium zirconium nitride, reactive magnetron co-sputtering

### INTRODUCTION

Surface finishing by hard coating or hard ceramic thin films, based on transition metal nitrides is an important industrial process to protect base materials against wear, corrosion, erosion and other unexpected damage. Nowadays, most of machinery components, cutting tools and forming tools are coated by ceramic thin films, this results in an increase in lifetime and more efficient or productivity compared to uncoated. The binary metal nitrides such as TiN, CrN, and ZrN are known as the first generation of physical vapor deposition (PVD) hard coating for machinery components and tooling (Wang et al., 2000). These metal nitrides possess higher hardness than of high speed steel and cemented carbide due to their superior mechanical and tribological properties (Parameswaran et al., 1992; Kim, et al., 2002).

Among these films, CrN thin film has been extensively studied and frequently used in various industries due to its high thermal stability and good wear resistance as well as superior corrosion

resistance. However, in spite of its excellent properties, CrN thin films still shows inadequate properties for some applications such as high speed machining and high temperature conditions above 700 °C because of the properties of CrN films degraded rapidly by the formation of porous oxides at the film surface (Zeng et al., 2003). In order to overcome these problems and/or improve mechanical and chemical properties of the CrN, the Cr-based ternary nitride films such as CrTiN (Hones et al., 1998), CrAlN (Uchida et al., 2004), CrSiN (Martinez et al., 2004) and CrZrN (Aouadi et al., 2006) were developed, and their excellent properties have been reported in many previous publications, especially CrZrN films.

PVD techniques are the most popular methods to grow these ternary nitride thin films and, among them, sputtering method is the most suitable one due to low-temperature process, use of non-toxic gases and simple process (Shum et al., 2004). However, it is common knowledge that thin films produced by a similar process in different laboratories, or indeed, in different systems of the same laboratory, have different properties. This is because different geometry and conditions give rise to different film structures, so the effect of deposition parameters on the structure and properties still important and necessary to investigated. In order to deposit the CrZrN thin films, most of previous studies used the substrate heating and/or biasing to improve the film structure. These techniques give rise to the heating effects of substrate which lead to higher production cost and not suitable for thermal sensitive substrate. Therefore, it is important study the sputter deposition of these films without heating and biasing.

In this work, the effects of nitrogen gas flow rate on the properties of CrZrN thin films deposited by DC reactive magnetron co-sputtering without heating and bias at low sputtering current. The crystal structure, microstructure and thickness were investigated and discussed.

#### **MATERIALS AND METHODS**

The DC reactive magnetron co-sputtering method, with separate chromium (99.95%) and zirconium (99.95%) targets was used to deposit the CrZrN thin films in the present study. (Cr,Zr)N thin films were deposited with two unbalanced magnetron cathode, independently at a 75° magnetron arrangement. The substrate to target distance ( $d_{st}$ ) was set at 150 mm. The (Cr,Zr)N thin films were deposited on silicon, which were thoroughly cleaned with ethanol and dried before being placed in the vacuum chamber.

The system used in this present study was a homemade deposition unit 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 flow rates of working gas. Before sputtering, the chamber was evacuated to a pressure below  $5 \times 10^{-5}$  mbar. The targets were pre-sputtering with the argon gas for 10 minutes while the substrate was shielded by shutters. The thin films were deposited after working gas was injected into the deposition chamber at constant chromium and zirconium current of 300 mA and 900 mA, respectively. The thin films were deposited at a constant the argon gas flow rate of 10 sccm (standard cubic centimeters per minute). The nitrogen gas flow rate was adjusted as a process variable from 4 to 12 sccm. After completing a film deposition for 60 minutes, 363 to 569 nm thick coatings developed on the substrate. The thickness of thin film was determined by a film cross section of SEM micrograph. The deposition parameters used are summarized in Table 1.

A number of characterization techniques including X-ray diffractometry (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) were used to study the crystal structure, microstructure and thickness. The

phase development and other crystallographic properties of the coatings were examined by XRD technique using a Bruker D8 diffractometer with Cu K $\alpha$  radiation at the incident angle of 3° with 2 $\theta$  scan varied from 20-80°. The average crystallite size can be calculated from the full width at half maximum (FWHM) in the XRD diffraction pattern using Scherrer's equation. The microstructure, thickness and cross-section structure was examined using a Hitachi s4700 field emission SEM. The composition of the thin films was determined by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) using an EDS2006 550i Analyzer.

Table 1. The deposition parameters for CrZrN thin films

Deposition parameters	Details
Sputtering target	Cr (99.95%), Zr (99.95%)
Substrate	Silicon
Substrate temperature	room temperature
Substrate to target distance ( $d_{st}$ )	150 mm
Base pressure	$5.0 \times 10^{-5}$ mbar
Working pressure	$5.0 \times 10^{-3}$ mbar
Cr current	300 mA
Zr current	900 mA
Ar flow rate	10 sccm
N <sub>2</sub> flow rate	4, 8, 12 sccm
Deposition time	60 min

## RESULTS and DISCUSSION

### Deposition rate

The deposition rates of CrZrN thin films deposited at different nitrogen gas flow rate are shown in Fig. 1. The results showed a significant decrease of the deposition rate with increasing nitrogen gas flow rate. As the nitrogen gas flow rate increased from 4 to 12 sccm, the deposition rate of the thin films decreased from 9 nm/min to 6 nm/min, because of exceed nitrogen gas are react with the surface of chromium and/or zirconium target, and form to be the thin nitride layer on the target surface, which called target poisoning, that reduce the chromium and zirconium target sputter rate.

### Chemical composition

An increase of the nitrogen gas flow rate affected the chemical composition (atomic concentrations of Cr, Zr and N) of the as-deposited thin films. In this work, it was found that as the nitrogen gas flow rate increased from 4 to 12 sccm, the chromium content of the films decreased from 11.5 at.% to 7.6 at.%, while the zirconium content decreased from 33.2 at.% to 26.5 at.%, and the nitrogen content increased from 55.3 at.% to 65.9 at.% (Fig. 2).

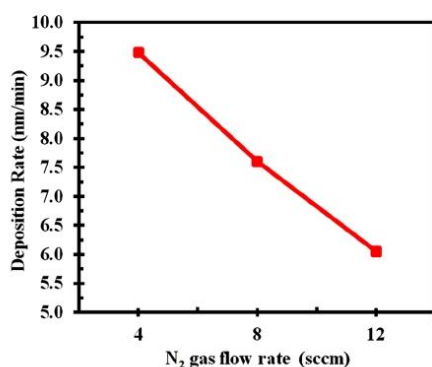


Fig. 1 Effect of nitrogen gas flow rate on the deposition rate of thin films.

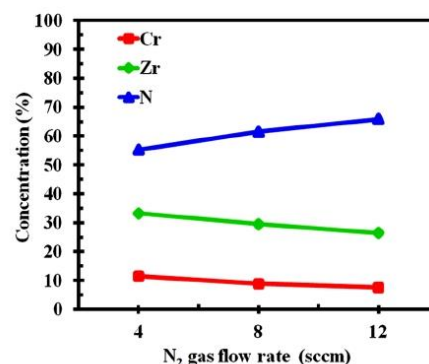


Fig. 2 Effect of nitrogen gas flow rate on the chemical composition of thin films.

#### Phase development and crystallographic properties

XRD patterns of the CrZrN thin films deposited on silicon at different the nitrogen gas flow rate are shown in Fig. 3. The standard  $2\theta$  positions for the (111) and (200) reflections of the ZrN and CrN structure are also included in Fig. 3 for comparison purposes. The XRD analyses of the thin films showed a continuous shift of the peak positions from the standard  $2\theta$  values with increasing nitrogen gas flow rate. As the nitrogen gas flow rate increased from 4 to 12 sccm, the  $2\theta$  values for the (111) and (200) peak reflection of the CrN/CrZrN structure shifted toward the lower  $2\theta$  values. This result suggested that the as-deposited films formed a solid solution (Cr, Zr)N whereby Cr atoms are substituted by Zr atoms.

The results for the calculated crystallite size and the lattice parameters of the as-deposited thin films are shown in Table 2. It was found that as the nitrogen gas flow rate increased from 4 to 12 sccm, the crystallite size calculated for the (111) peak reflections decreased from 17.8 nm to 13.4 nm. The lattice parameters of these films, which were deduced from the (111) peaks, increase from 4.327 Å to 4.425 Å, as shown in Table 2. The increase in the lattice parameters could be the results from the substitution of Cr atom with Zr atom in the CrN lattice since the radius of Zr atom (1.61 Å) is larger than the radius of Cr atom (1.36 Å) (Kim et al., 2005)

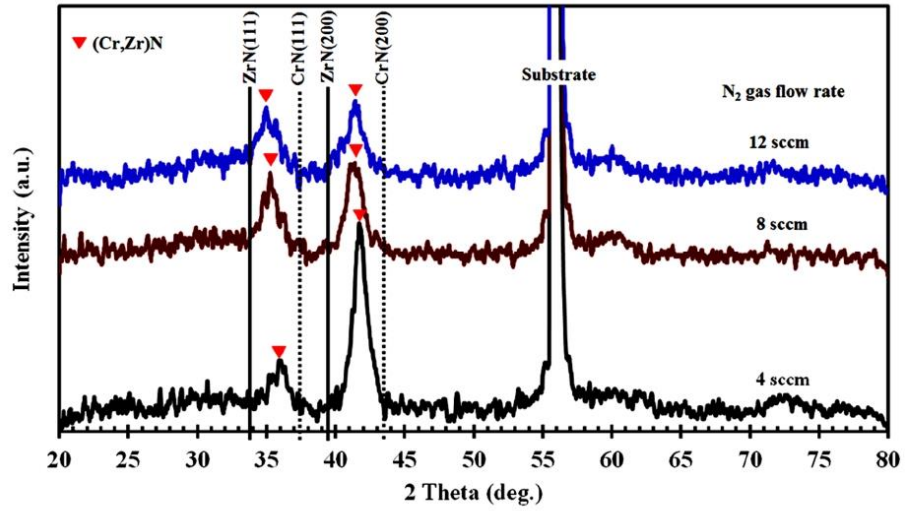


Fig. 3. The XRD patterns of CrZrN thin film deposited at different nitrogen gas flow rate.

Table 2. Deposition conditions and some properties of CrZrN thin film.

N <sub>2</sub> gas flow rates (sccm)	Thickness (nm)	Crystallite size (nm)	Lattice constants (Å)
4	569	17.8	4.327
8	456	14.4	4.403
12	363	13.4	4.425

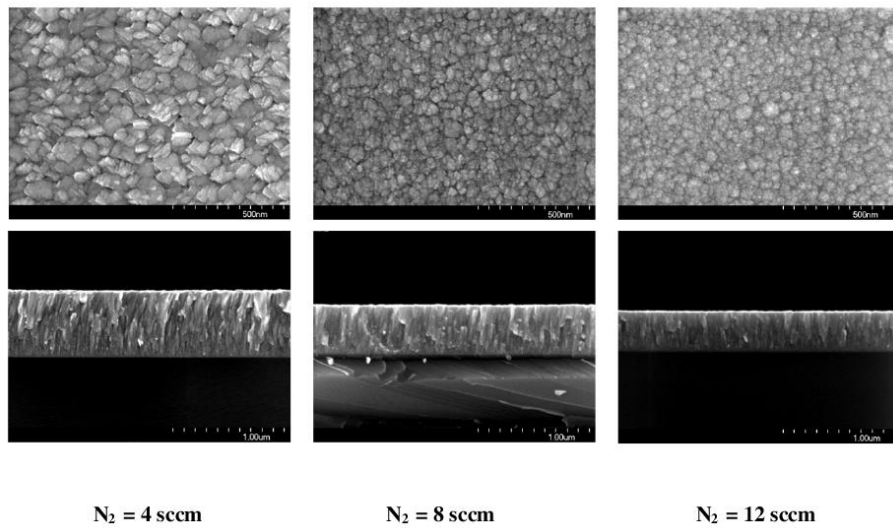


Fig. 4. The SEM micrograph of CrZrN thin film deposited at different nitrogen gas flow rate.

#### Microstructures

The microstructure and the cross-sectional of the CrZrN thin films deposited at different the nitrogen gas flow rate are shown in Fig. 4. The nanocrystalline CrZrN grains were formed mainly of individual grain and compact pattern which are clearly identified from low nitrogen gas flow rate (4 sccm). When the nitrogen gas flow rate increased to 12 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 zirconium atoms. The as-deposited films exhibited smoothing surface with increasing of the nitrogen gas flow rate, corresponded to decreased crystallite size which determined from XRD pattern.

From cross-section analysis were clearly identified that the thickness were decreased from 569 nm to 363 nm resulting from the target poisoning and decreased of mean free path as the nitrogen gas flow rates increased. The cross-section observation apparently reveals the equiaxial structure with also exhibit good columnar pattern. As the nitrogen gas flow rates increased, bombarding with higher energetic particles lead to the microstructure with densely packed fibrous grains which correspond to Zone T in the Thornton's zone model. In addition, the nitrogen atoms added to the films can result in the dense microstructure through the grain refinement.

#### CONCLUSION



The nanocrystalline ternary nitride CrZrN thin films were successfully deposited without external heating and bias at low sputtering current. The effect of the nitrogen gas flow rate on the crystal structure, microstructure and thickness of ternary CrZrN thin films deposited by DC reactive magnetron co-sputtering method was investigated. The crystal structure, microstructure and surface morphology of these films were evaluated as a function of the nitrogen gas flow rate. It was found that increasing the nitrogen gas flow rate caused the deposition rate decrease, the nitrogen content increase while the chromium and zirconium content of the films decreased. The XRD results show that the films composed of (111) and (200) plane with small shift toward the lower  $2\theta$  values. The crystallites sizes decrease from 17.8 nm to 13.4 nm with increasing the nitrogen gas flow rate, whereas the lattice parameters increase from 4.327 Å to 4.425 Å, which higher than the CrN (4.148 Å), which confirm solid solution CrZrN forming. The thickness of the film decreased 569 nm to 363 nm when the nitrogen gas flow rate increases. The FE-SEM results reveal that the nitrogen gas flow rate affect the evolution of the surface morphology and the cross section structure. The surface morphology and cross-sectional micrographs from FE-SEM exhibited the microstructure evolution corresponding to smoothing surface morphology. The increase in the nitrogen gas flow rate leads to increase the nitrogen content and results in formation of a nanocrystalline structure with compact columnar and dense morphology, which favors grain refinement during the growth process.

#### ACKNOWLEDGMENT

This research work supported by Burapha University.

#### REFERENCES

- Wang, W.L., Zhang, R.Q., Liao, K.J., Sun, Y.W. and Wang, B.B. 2000. Nucleation and growth of diamond films on aluminum nitride by hot filament chemical vapor deposition. *Diamond and Related Materials* 9(9-10): 1660-1663.
- Parameswaran, V.R., Immarigeon, J.P. and Nagy, D. 1992. Titanium nitride coating for aero engine compressor gas path components. *Surface and Coatings Technology* 52(3): 251-260.
- Kim, G.S., Lee, S.Y., Hahn, J.H., Lee, B.Y., Han, J.G., Lee, J.H. and Lee, S.Y. 2002. Effects of the thickness of Ti buffer layer on the mechanical properties of TiN coatings. *Surface and Coatings Technology* 171(1-3): 83-90.
- Zeng, X.T., Zhang, S., Sun, C.Q. and Liu, Y.C. 2003. Nanometric-layered CrN/TiN thin films: mechanical strength and thermal stability. *Thin Solid Films* 424(1): 99-102.
- Shum, P.W., Li, K.Y. and Shen, Y.G. 2004. Improvement of high-speed turning performance of Ti-Al-N coatings by using a pretreatment of high-energy ion implantation *Surface and Coatings Technology* 198(1-3): 414-419.
- Hones, P., Sanjinés, R. and Lévy, F. 1998. Sputter deposited chromium nitride based ternary compounds for hard coatings. *Thin Solid Films* 332: 240-246.



- Uchida, M., Nihira, N., Mitsuo, A., Toyoda, K., Kubota, K. and 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.
- Martinez, E., Sanjinés, R., Karimi, A., Esteve, J. and Lévy, F. 2004. Mechanical properties of nanocomposite and multilayered Cr-Si-N sputtered thin films. *Surface and Coatings Technology* 180-181: 570-574.
- Aouadi, S.M., Maeruf, T., Twisten, R.D., Mihut, D.M. and Rohde, S.L. 2006. Physical and mechanical properties of chromium zirconium nitride thin films. *Surface and Coatings Technology* 200(11): 3411-3417.
- Kim, G.S., Kim, B.S., Lee, S.Y. and Hahn, J.H. 2005. Structure and mechanical properties of Cr-Zr-N films synthesized by closed field unbalanced magnetron sputtering with vertical magnetron sources. *Surface and Coatings Technology* 200: 1669-1675.

# 1. ผลงานตีพิมพ์ - 2

บทความฉบับเต็ม  
ภาคบรรยาย

โครงการประชุมวิชาการ การนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต ครั้งที่ 3

“การบูรณาการงานวิจัยไทยเชื่อมโยงกับเครือข่ายสังคมอาเซียน”  
“Integration of Thai Research within the ASEAN Community Network”

ระหว่างวันที่ 17 - 18 ธันวาคม 2557  
ณ ศูนย์ประชุมมหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต

การนำเสนอผลงานวิจัย

01 กลุ่มสาขาสังคมศาสตร์  
และบริหารธุรกิจ

02 กลุ่มสาขาการศึกษา

03 กลุ่มสาขาวิทยาศาสตร์  
และเทคโนโลยี

จัดโดย  
สถาบันวิจัยและพัฒนา  
สำนักงานบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยราชภัฏภูเก็ต  
มหาวิทยาลัยราชภัฏสุราษฎร์ธานี มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา  
มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช มหาวิทยาลัยราชภัฏยะลา  
มหาวิทยาลัยวลัยลักษณ์ (สกอ.ภาคใต้ตอนบน) มหาวิทยาลัยทักษิณ



## ผลของกระแสเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสไปต์เตอริง

Effect of Zirconium Current on Structure of Chromium Zirconium Nitride  
Thin Film Deposited by DC Reactive Magnetron Co-Sputtering Method

พรพิมล ธัญญะภูมิ<sup>1\*</sup> นรินทร์ วิทิตอนันต์<sup>2</sup> สุรสิงห์ ไชยคุณ<sup>3</sup>

<sup>1</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. noyny\_a@hotmail.com

<sup>2</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. nirun@buu.ac.th

<sup>3</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี 20131. s-chaikhun@hotmail.com

### บทคัดย่อ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) เคลือบด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสไปต์เตอริง เพื่อศึกษาผลของกระแสสไปต์เตอริงเป้าเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างฟิล์ม โครงสร้างผลึก ความหนา องค์ประกอบธาตุและโครงสร้างจุลภาค ศึกษาด้วยเทคนิค X-ray diffraction, scanning electron microscopy และ energy dispersive X-ray spectroscopy ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้เป็นสารละลายของแข็งของ (Cr,Zr)N โดยขนาดผลึกมีค่าในช่วง 11.5-12.4 nm ส่วนค่าคงที่แลตทิซและความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามกระแสเซอร์โคเนียมจาก 4.1704 Å เป็น 4.3274 Å และ 423 nm เป็น 569 nm ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ภาคตัดขวางแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์และพื้นผิวที่แน่นขึ้นตามกระแสสไปต์เตอริงเป้าเซอร์โคเนียม

**คำสำคัญ:** ฟิล์มบาง โครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ กระแสสไปต์เตอริง รีแอคทีฟโคสไปต์เตอริง

### Abstract

Chromium zirconium nitride (CrZrN) thin films were deposited by reactive DC magnetron co-sputtering method. The effect of zirconium sputtering current on the film's structure was investigated. The crystal structure, thickness, elemental composition and microstructure were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectroscopy technique, respectively. The results show the as-deposited films were (Cr,Zr)N solid solution. The crystal size was in range of 11.5-12.4 nm. The lattice constant and film's thickness was increased with increasing of the zirconium current from 4.1704 Å to 4.3274 Å and 423 nm to 569 nm, respectively. The cross section analysis showed compact columnar and dense morphology as increasing the zirconium current.

**Keyword:** thin film, chromium zirconium nitride, sputtering current, reactive co-sputtering



## 1. บทนำ

การปรับปรุงผิววัสดุเพื่อเพิ่มความทนทานมากขึ้นแนวทางหนึ่ง คือ การเคลือบผิวในลักษณะของฟิล์มบาง (thin film) ด้วยสารเคลือบไนไตรด์ของธาตุกลุ่มทรานซิชัน เพื่อให้ผิววัสดุทนทานต่อการขีดขูด ชัดสี และ ด้านทานกัดกร่อนของสารเคมี ปัจจุบันชิ้นส่วนของอุปกรณ์และเครื่องจักรประเภทต่างๆ ส่วนใหญ่มีการเคลือบผิวด้วยฟิล์มเซรามิกส์เพื่อเพิ่มความทนทานและยืดอายุการใช้งานเมื่อเทียบกับชิ้นส่วนที่ไม่ได้เคลือบ ในช่วงแรกฟิล์มที่นิยมใช้เคลือบคือไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN), โครเมียมไนไตรด์ (CrN) และ เซอร์โคเนียมไนไตรด์ (ZrN) ซึ่งจัดเป็นฟิล์มบางแข็งของสารประกอบสองชนิด (binary hard coating) (Wang et al., 2000) เนื่องจากมีความแข็งสูง มีสมบัติเชิงกลและไตรโบโลยีดีกว่าเหล็กและวัสดุในกลุ่มคาร์ไบด์ (Kim et al., 2002)

ฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN) จัดเป็นฟิล์มบางแข็งชนิดหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจอย่างกว้างขวาง เพราะมีสมบัติที่ดี แต่มีข้อจำกัดคือ ฟิล์มเสื่อมสภาพเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูงเกิน  $700^{\circ}$  เนื่องจากเกิดออกไซด์ชั้นทำให้ฟิล์มหลุดลอก (Zeng et al., 2003) การแก้ปัญหาแนวทางหนึ่งคือเพิ่มอะตอมของธาตุบางชนิดในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ ที่เรียกว่าเป็นฟิล์มบางแข็งของสารประกอบสามชนิด (ternary hard coating) เช่น CrTiN (Hones et al., 1998), CrAlN (Uchida et al., 2004), CrSiN (Martinez et al., 2004) และ CrZrN (Aouadi et al., 2006) โดยฟิล์มที่กำลังได้รับความสนใจคือฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN)

การเตรียมฟิล์มบางแข็งนั้นทำได้หลายวิธี แต่ที่ได้รับความนิยมคือการเคลือบด้วยไอกายภาพ (physical vapor deposition; PVD) โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ เนื่องจากสามารถเคลือบได้ที่อุณหภูมิต่ำ วิธีที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน (Shum et al., 2004) โดยทั่วไปแล้วสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้จะขึ้นกับเงื่อนไขและปัจจัยต่างๆ ทำให้การศึกษาผลของเงื่อนไขการเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มบางยังคงมีความสำคัญ ทั้งนี้การศึกษาที่ผ่านมาเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์นั้น ส่วนใหญ่ต้องให้ความร้อนหรือสก็ปแอสแกขึ้นงานเพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีโครงสร้างตามต้องการแต่ก็มีขั้นตอนที่ยุ่งยาก บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษากการเตรียมฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิต่ำโดยไม่ต้องให้ความร้อนหรือสก็ปแอสแกขึ้นงานซึ่งเป็นเทคนิคใหม่ที่ยังไม่มีใครศึกษา เพื่อศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าให้กับเป้าเซอร์โคเนียมต่อโครงสร้างผลึก ความหนาและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางเพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานการวิจัยต่อไป

## 2. วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาผลของกระแสสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียม ต่อโครงสร้างผลึก ความหนา องค์ประกอบธาตุและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) ที่เคลือบด้วยวิธีดีซีรีแอกทีฟแมกนีตรอนโคสปีตเตอร์บนซิลิกอน



### 3. วิธีดำเนินการวิจัย

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้เตรียมด้วยวิธีอีพอกทีพีดีซีแมกนีตรอน โครสปีดเตอร์จากเป้าสารเคลือบ 2 ชนิด ได้แก่ Cr (99.95%) และ Zr (99.95%) เครื่องเคลือบ ในงานวิจัยนี้ (ภาพที่ 1) มีห้องเคลือบทรงกระบอก เครื่องสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบน แพรไอและใช้เครื่องสูบลูโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย วัดความดันในห้องเคลือบด้วยระบบวัดความดัน ของ PFEIFFER รุ่น TPG262 ใช้มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251 การเคลือบใช้แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และใช้แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็น แก๊สไวพิกิริยา ควบคุมการจ่ายแก๊สด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D

การเคลือบฟิล์มเริ่มจากนำแผ่นซิลิกอนซึ่งใช้เป็นวัสดุรองรับเข้าห้องเคลือบวางห่างจาก หน้าเป้าสารเคลือบเท่ากับ 15 cm ลดความดันในห้องเคลือบให้เท่ากับ  $5.0 \times 10^{-5}$  mbar แล้วปล่อย แก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบ กำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน เท่ากับ 20.0 sccm และ 1.5 sccm ตามลำดับ ฟิล์มบางแต่ละชุดใช้เวลาการเคลือบนาน 60 นาที ตัว แปรในงานวิจัยนี้คือกระแสสปัตเตอร์เป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้เคลือบในช่วง 300 - 900 mA

ฟิล์มที่ได้นำไปศึกษาโครงสร้างผลึก ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ของ Bruker รุ่น D8 ตรวจวัดแบบ 2 $\theta$ -scan (มุมตกกระทบเฉียง เท่ากับ 2 $^{\circ}$ ) ขนาดผลึกคำนวณจากสมการของ Scherrer สำหรับองค์ประกอบธาตุศึกษาด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectroscope ของ LEO รุ่น LEO 1450VP ส่วนโครงสร้างจุลภาค ความหนาและภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ศึกษาด้วย เครื่อง Field Emission SEM ของ Hitashi รุ่น s4700



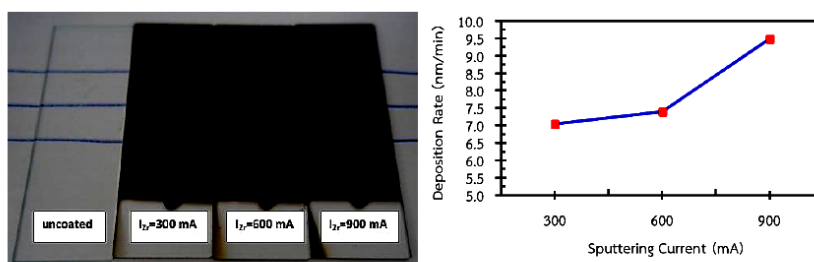
ภาพที่ 1 ลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัย



#### 4. ผลการวิจัยและอภิปรายผล

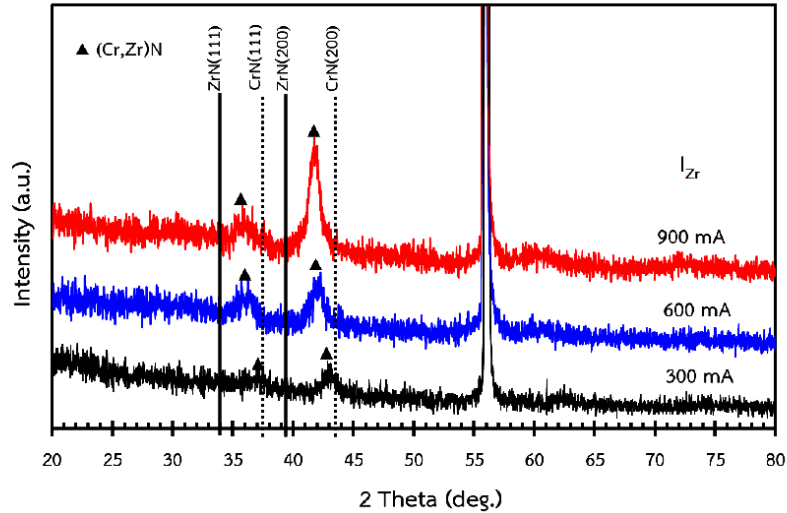
ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ทั้งหมดทุกเงื่อนไขเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าผิวหน้าฟิล์มมีลักษณะเรียบเนียนสารเคลือบกระจายตัวสม่ำเสมอ มีลักษณะทึบแสงฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาแปรตามกระแสไฟฟ้าของเป้าเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในกระบวนการเคลือบ (ภาพที่ 2)

สำหรับอัตราเคลือบของฟิล์มเมื่อแปรกระแสสเปคโตริงเป้าเซอร์โคเนียม ซึ่งคำนวณจากค่าความหนาฟิล์มหารด้วยเวลาในการเคลือบ (ภาพที่ 3) พบว่าเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าในการสเปคโตริงเป้าเซอร์โคเนียมต่ำเท่ากับ 300 mA อัตราเคลือบมีค่าประมาณ 7.2 nm/min และมีค่าเพิ่มขึ้นเท่ากับ 9.5 nm/min เมื่อกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตริงเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นเป็น 900 mA เนื่องจากเมื่อกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตริงเป้าเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ทำให้โอกาสในการสเปคโตริงเป้าเซอร์โคเนียมให้ได้อะตอมของเซอร์โคเนียมหลุดออกมารวมตัวกับอะตอมของโครเมียมและไนโตรเจน แล้วฟอร์มตัวเป็นชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางเคลือบวัสดุรองรับนั้นเพิ่มขึ้น เป็นผลให้อัตราเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ของระบบที่ได้สูงขึ้นด้วย



ภาพที่ 2 ลักษณะและสีของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ภาพที่ 3 อัตราเคลือบของฟิล์มบางที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสเซอร์โคเนียม

ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ทั้งหมดด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังภาพที่ 4 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามกระแสไฟฟ้าในการสเปคโตริงเป้าเซอร์โคเนียม โดยเมื่อใช้กระแสเท่ากับ 300 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $37.30^\circ$  และ  $43.04^\circ$  เมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเป็น 600 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $36.00^\circ$  และ  $42.00^\circ$  สุดท้ายเมื่อกระแสไฟฟ้าเพิ่มเป็น 900 mA พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $35.90^\circ$  และ  $41.74^\circ$  ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมดสอดคล้องกับโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) และ (200) ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มุม  $56.50^\circ$  เป็นตำแหน่งของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ



ภาพที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้เมื่อแปรค่ากระแสเซอร์โคเนียม

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 770047 (ค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ 4.148 Å) สำหรับเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ (ภาพที่ 4) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้มีแนวโน้มที่จะเลื่อนไปทางซ้าย เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ที่ใช้ในการอ้างอิง ผลการศึกษานี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chantharangsri, Denchitcharoen, Chaiyakun, and Limsuwan (2012) ซึ่งพบว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ (CrZrN) มีขนาดใหญ่กว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มโครเมียมไนไตรด์ (CrN) เนื่องจากอะตอมของเซอร์โคเนียม (Zr) ซึ่งมีรัศมีอะตอมเท่ากับ 0.161 nm เข้าไปแทนที่อะตอมของโครเมียม (Cr) ซึ่งมีรัศมีอะตอมเท่ากับ 0.136 nm ในโครงสร้างของโครเมียมไนไตรด์ (CrN) ส่งผลให้ตำแหน่งของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเลื่อนไปทางซ้ายของโครเมียมไนไตรด์



ตารางที่ 1 ค่าความหนา ความหนาผิว ขนาดผลึก ค่าแลตทิซและองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์เมื่อแปรค่ากระแสสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียม

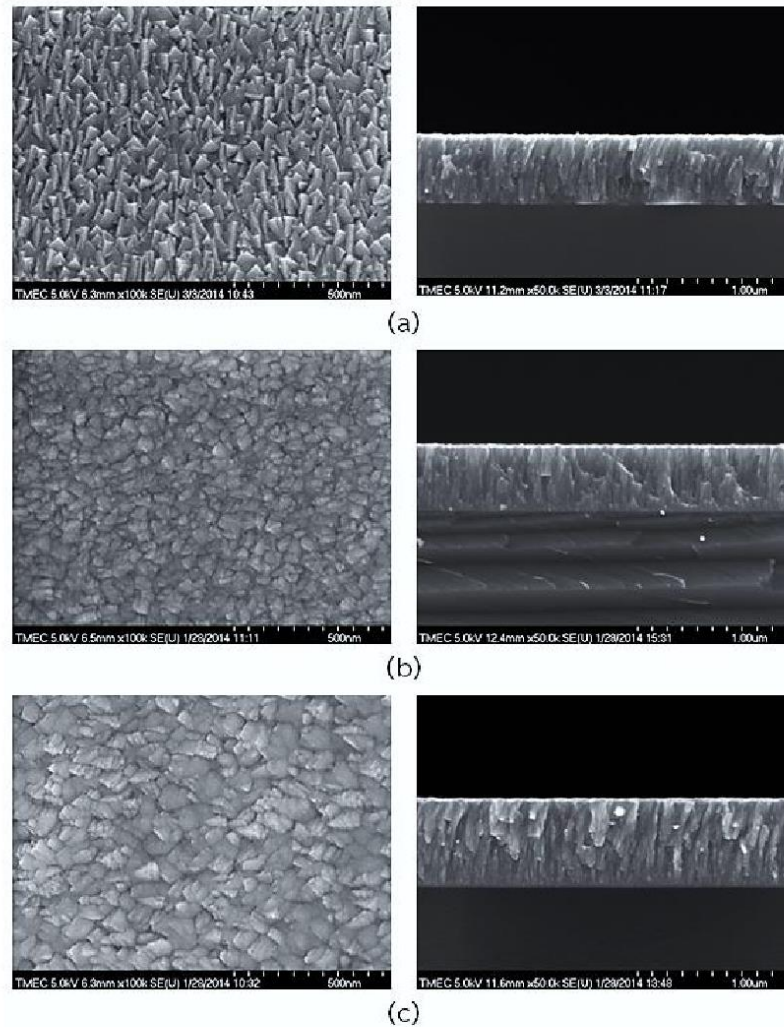
กระแสสปีดเตอริง (mA)	ความหนา (nm)	ความหนาผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าแลตทิซ (Å)	องค์ประกอบธาตุ (%A)		
					Cr	Zr	N
300	423	2.2	11.5	4.1704	27.96	5.02	67.02
600	444	1.5	11.9	4.3158	9.60	24.35	66.04
900	569	2.9	12.4	4.3274	11.48	33.24	55.28

เมื่อนำฟิล์มที่เคลือบได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDX พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้งหมดมีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ซึ่งเปลี่ยนแปลงไปตามค่ากระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียมที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ โดยพบว่าเมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 300 mA เป็น 900 mA องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้คือ โครเมียมลดลงจาก 27.96% เป็น 11.48% ขณะที่เซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นจาก 5.02% เป็น 33.24% ส่วนไนโตรเจนมีค่าค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงโดยมีค่าอยู่ในช่วง 55.28% ถึง 67.02% ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่างานวิจัยนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ต้องเพิ่มเงื่อนไขหรือตัวแปรอื่นๆ ได้สำเร็จ

ภาพที่ 5 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าโครงสร้างจุลภาคซึ่งแสดงลักษณะพื้นผิวตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 300 mA เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมแหลมเล็กกระจายอยู่ทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ส่วนฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าในการสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 600 mA เกรนเริ่มเกาะกลุ่มรวมตัวกันมีลักษณะเป็นเม็ดสุดท้ายฟิล์มที่เคลือบด้วยกระแสไฟฟ้าสปีดเตอริงเป้าเซอร์โคเนียมเท่ากับ 900 mA เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดใหญ่ที่สุดกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม ทั้งนี้ลักษณะเกรนของฟิล์มใหญ่ขึ้นตามกระแสเซอร์โคเนียม เนื่องจากเมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นเป็นการเพิ่มพลังงานของอะตอมสารเคลือบทำให้อะตอมสารเคลือบมีพลังงานสูงขึ้นเพียงพอในการรวมกลุ่มจนมีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของเกรนจนมีขนาดเพิ่มขึ้นตามไปด้วย

ทั้งนี้จากภาคตัดขวางในภาพที่ 5 จะเห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างแบบคอลัมน์ และเมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นพบว่าผิวหน้าและโครงสร้างแบบคอลัมน์ของฟิล์มมีลักษณะเด่นมากขึ้น รวมถึงความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 423 nm เป็น 569 nm ด้วย สรุปในตารางที่ 1





ภาพที่ 5 โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางโพลีเมมเซอร์โคเนียมไนไตรด์  
 เมื่อแปรค่ากระแสเซอร์โคเนียม

(a) 300 mA (b) 600 mA (c) 900 mA



## 5. ข้อเสนอแนะ

ฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ในงานวิจัยนี้เคลือบด้วยวิธีดีซีอาร์ซีที่พแมกนีตรอน โคสปีดเตอร์ริงบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ฟิล์มที่เคลือบได้เรียบเนียนสีเทาเข้ม ทึบแสง ผลการศึกษาพบว่ากระแสเซอร์โคเนียมมีผลต่อโครงสร้างผลึก ความหนา องค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มที่เคลือบได้ ฟิล์มที่เคลือบได้มีลักษณะเป็นสารละลายของแข็งของ (Cr,Zr)N ทั้งนี้เมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นมุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีการเลื่อนไปทางซ้าย เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมไนไตรด์ ที่ระนาบ (111) และ (200) นอกจากนี้เมื่อกระแสเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ค่าคงที่แลตทิซเพิ่มขึ้นจาก 4.1704 Å เป็น 4.3274 Å ความหนามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 423 nm เป็น 569 nm สำหรับองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่เคลือบได้มีโครเมียม (Cr) เซอร์โคเนียม (Zr) และ ไนโตรเจน (N) เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่างๆ ขึ้นกับค่ากระแสเซอร์โคเนียม ทั้งนี้โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบได้เปลี่ยนไปตามกระแสเซอร์โคเนียมโดยมีลักษณะเป็นแบบคอลลิมนาร์ที่แน่นมาก

ข้อมูลที่ได้จากการศึกษาครั้งนี้จัดเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับงานวิจัยด้านเทคโนโลยีฟิล์มบาง โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบแข็งของสารประกอบสามชนิดซึ่งเป็นงานวิจัยใหม่ที่เริ่มได้รับความสนใจ อย่างไรก็ตามผลการศึกษาในครั้งนี้ยังอยู่ในระดับห้องปฏิบัติการวิจัย ควรวิจัยในเชิงลึกในประเด็นผลของเงื่อนไขการเคลือบที่มีต่อโครงสร้างของฟิล์มที่เคลือบได้ รวมถึงยังควรศึกษาสมบัติด้านต่างๆ ของฟิล์มเพิ่มเติม ตลอดจนทดลองเคลือบชิ้นงานจริงเพื่อการประยุกต์ทางอุตสาหกรรมต่อไป

## 6. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2557 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 53/2557 และขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ในการทำวิจัยจนสำเร็จลุล่วงลงได้เป็นอย่างดี

## เอกสารอ้างอิง

- Aouadi, S.M., Maeruf, T., Twesten, R.D., Mihut, D.M., & Rohde, S.L. (2006). Physical and mechanical properties of chromium zirconium nitride thin films. *Surface and Coatings Technology*, 200(11), 3411-3417.
- Chantharangsi, C., Denchitcharoen, S., Chaiyakun, S., & Limsuwan, P. (2012). Structure and Surface Morphology of Cr-Zr-N Thin Films Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering. *Procedia Engineering*, 32, 868-874.



- Hones, P., Sanjinés, R., & Lévy, F. (1998). Sputter deposited chromium nitride based ternary compounds for hard coatings. *Thin Solid Films*, 332, 240-246.
- Kim, G.S., Lee, S.Y., Hahn, J.H., Lee, B.Y., Han, J.G., Lee, J.H., & Lee, S.Y. (2002). Effects of the thickness of Ti buffer layer on the mechanical properties of TiN coatings. *Surface and Coatings Technology*, 171(1-3), 83-90.
- 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.
- Shum, P.W., Li, K.Y., & Shen, Y.G. (2004). Improvement of high-speed turning performance of Ti-Al-N coatings by using a pretreatment of high-energy ion implantation. *Surface and Coatings Technology*, 198(1-3), 414-419.
- 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.
- Wang, W.L., Zhang, R.Q., Liao, K.J., Sun, Y.W., & Wang, B.B. (2000). Nucleation and growth of diamond films on aluminum nitride by hot filament chemical vapor deposition. *Diamond and Related Materials*, 9(9-10), 1660-1663.
- Zeng, X.T., Zhang, S., Sun, C.Q., & Liu, Y.C. (2003). Nanometric-layered CrN/TiN thin films: mechanical strength and thermal stability. *Thin Solid Films*, 424(1), 99-102.

### สรุปผลการวิจัย

ฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์เคลือบด้วยวิธีดีซีรีแอคทีฟสเปคโตรริงบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ฟิล์มที่เคลือบได้ใส ส่งผ่านแสงดี สีของฟิล์มเปลี่ยนไปตามระยะห่างของวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบที่เพิ่มขึ้น ผลจากการวิเคราะห์ฟิล์มที่เคลือบได้พบวาระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบมีผลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์ม โดยที่ระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบน้อยฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส และเปลี่ยนเป็นออสถูนาเมื่อระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้น ความหนาและความหยาบผิวของฟิล์มที่เคลือบได้ AFM พบว่าเมื่อระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มลดลงจาก 142 nm เป็น 50 nm ส่วนความหยาบผิวของฟิล์มมีค่าอยู่ในช่วง 1.6 - 3.5 nm

### เอกสารอ้างอิง

- Babelon, P.; Dequiedt, A.S., Mostéfa-Sba, H., Bourgeois, S., Sibillot, P. and Sacilotti, M. 1998. SEM and XPS studies of titanium dioxide thin films grown by MOCVD. **Thin Solid Films**.
- Brady, G.S.; and Clauser H.R. 1991. **Materials Handbook**. New York : McGraw-Hill.
- Fan, J.C.C. 1981. Sputtered films for wavelength-selective applications. **Thin Solid Films**.
- Li, G.H.; Yang, L., Jin, Y.X., and Zhang, L.D. 2000. Structural and optical properties of TiO<sub>2</sub> Thin film and TiO<sub>2</sub> + 2 wt.% ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> composite film prepared by r.f. sputtering. **Thin Solid Films**.
- Ogawa, H.; Nakamura, A., Tokita, S., Miyazaki, D., Hattori, T. and Takamoto, T. 2008. Growth of TiO<sub>2</sub> thin film by reactive RF magnetron sputtering using oxygen radical. **Journal of Alloys and Compounds**.
- Ritter, E. 1975. Dielectric film materials for optical applications. **Physics of thin films**. New York: Academic Press.
- Witit-Anan, N.; Kasemanankul, P., Chaiyakun, S., Pokaipisit, A., and Limsuwan, P. 2010. Comparison of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> Films Prepared on Unheated Substrates Using Single- and Dual-Cathode DC Unbalanced Magnetron Sputtering Systems. **Japanese Journal of Applied Physics**.
- Wu, K.R.; Wang, J.J., Liu, W.C., Chen, Z.S. and Wu, J.K. 2006. Deposition of graded TiO<sub>2</sub> films featured both hydrophobic and photo-induced hydrophilic properties. **Applied Surface Science**.
- Yamakishi, M.; Kuriki, S., Song, P.K. and Shigesato, Y. 2003. Thin film TiO<sub>2</sub> photocatalyst deposited by reactive magnetron sputtering. **Thin Solid Films**.
- Zhao, X.T.; Sakka, K., Kihara, N., Takada, Y., Arita, M. and Masuda, M. 2005. Structure and photo-induced features of TiO<sub>2</sub> thin films prepared by RF magnetron sputtering. **Microelectronics Journal**.

## 2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 1

1. การให้ความอนุเคราะห์ภาคอุตสาหกรรม สถาบันการศึกษา หน่วยงานและผู้สนใจ เข้าเยี่ยมชมกิจกรรมของโครงการวิจัยฯ จำนวน 10 ครั้ง

### ภาพกิจกรรม

### ข้อมูล



ว-ด-ป 29 ตค. 2556  
หน่วยงาน โรงเรียนนายร้อยพระจุลจอมเกล้า



ว-ด-ป 6 มค 2557  
หน่วยงาน บริษัทสยามคอมเพรสเซอร์อุตสาหกรรมจำกัด  
คุณธงชัย บวรรุ่งเรือง / วิศวกร



ว-ด-ป 31 มค 2557  
หน่วยงาน บริษัท พีริซิสซ่า จำกัด  
คุณสุวิชัย ธรรมศรีสกุล / Project Manager



## ภาพกิจกรรม

## ข้อมูล



ว-ด-ป 26 กพ. 2557  
หน่วยงาน คณะอัญมณี  
มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี



ว-ด-ป 25 เมย. 2557  
หน่วยงาน ศูนย์วิทยาศาสตร์ศึกษา มศว  
รศ. ดร.ณสรณ์ ผลโภาค  
ผู้อำนวยการศูนย์วิทยาศาสตร์ศึกษา



ว-ด-ป 16 พค 2557  
หน่วยงาน บริษัท โอเรียลเต็ลคอปเปอร์ จำกัด  
รายชื่อ คุณวีระศักดิ์ พิรัชชา / KM Manager



ว-ด-ป 3 มีย. 2557  
หน่วยงาน COSMO GROUP PUBLIC CO. LTD.  
คุณสมหมาย กลิ่นหอม / Tooling Manager

## ภาพกิจกรรม

## ข้อมูล



ว-ด-ป 25 มิย. 2557  
หน่วยงาน COSMO GROUP PUBLIC CO. LTD.  
คุณสมศักดิ์ สุวรรณสินธุ์  
(Duputy Plant Manager)  
คุณปิยมิตร มหาโพธิ์  
(Production Manager)



ว-ด-ป 1 กค 2557  
หน่วยงาน มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม  
รายชื่อ ผศ.ดร.จักรพงษ์ แก้วขาว



ว-ด-ป 1 กค 2557  
หน่วยงาน สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า  
เจ้าคุณทหารลาดกระบัง



## 2 – ผลงานเชิงสาธารณะ - 2

2. การร่วมจัดอบรมถ่ายทอดความรู้ จำนวน 1 ครั้ง

ว-ด-ป : 22 เมษายน 2557

หน่วยงาน : คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

รายละเอียด : โครงการอบรม

เรื่อง การปรับปรุงผิวโลหะแผ่นเรียบด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ





## 2 - ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

3. การเป็นวิทยากรบรรยายแก่หน่วยงานภาครัฐและเอกชน จำนวน 3 ครั้ง

ว-ด-ป : 14 พฤศจิกายน 2556

หน่วยงาน : คณะอัญมณี มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตจันทบุรี จังหวัดจันทบุรี

หัวข้อ : งานวิจัยด้านการสร้างฟิล์มบางและการประยุกต์ใช้งาน



## 2 - ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

ว-ด-ป : 20 พฤศจิกายน 2556

หน่วยงาน : คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อ : การพัฒนางานวิจัยเพื่อนำไปใช้ประโยชน์



## 2 - ผลงานเชิงสาธารณะ - 3

ว-ด-ป : 4 กันยายน 2557

หน่วยงาน : คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน

หัวข้อ : การวิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับการประยุกต์ทางอุตสาหกรรมในประเทศไทย



**ภาคผนวก ข**  
**ประวัตินักวิจัย**

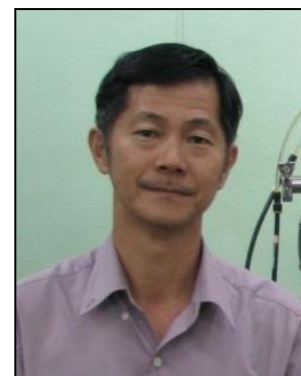
**ประวัติส่วนตัว**  
**นายสุรสิงห์ ไชยคุณ**

---

**หัวหน้าโครงการวิจัย**

**ข้อมูลส่วนตัว**

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



**ประวัติการศึกษา**

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

**สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ**

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน

\*\*\*\*\*



**ประวัตินักวิจัย**  
**นายนิรันดร์ วิทอนันต์**

---

**นักวิจัย**

**ข้อมูลส่วนตัว**

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



**ประวัติการศึกษา**

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

**สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ**

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวมนาโน, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน

\*\*\*\*\*

**ประวัตินักวิจัย**  
**นายอดิศร บุรณวงค์**

---

**นักวิจัย**

**ข้อมูลส่วนตัว**

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



**ประวัติการศึกษา**

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

**สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ**

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, ฟิล์มบางสารประกอบไนไตรด์

\*\*\*\*\*