



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์โดยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกเนตรอน
สปีเตอร์ริงเพื่อความแข็งแรงและป้องกันไฟฟ้าสถิตย์
The Study of Titanium-oxycarbide Thin Films Deposited by DC
Reactive Magnetron Sputtering for Hardness and ESD Safe

นายราชศักดิ์ ตักदानุภาพ

RDH

ร 4271

2558

b. 1274749X
i.

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน..... 140730
รับเดือนปี 24 มิ.ย. 2559

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2558

วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญภาพ	VII
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	4
2.1.1 เทคนิคการเคลือบฟิล์มบาง	4
2.2 เทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอริง (Magnetron Sputtering)	5
2.2.1 กระบวนการเกิดการสปัตเตอริง	5
2.2.2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ	6
2.3 ทฤษฎีเบื้องต้นในการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์ม	8
2.3.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer: XRD)	8
2.3.2 เทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM)	10
2.3.3 เทคนิคโพรบวัดสี่ขั้ว (4-point probe)	11
2.4 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	13
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	16
3.2 วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	16
3.3 สถานที่ดำเนินงานวิจัย	23
3.4 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง	23
3.4.1 การเตรียมวัสดุรองรับ	25
3.4.2 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์คาร์ไบด์	26
3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมออกไซด์คาร์ไบด์	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลอง	
4.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง	31
4.2 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม	35
4.3 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม	36
4.4 สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์ม	37
4.5 กลไกการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน	38
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	39
บรรณานุกรม/เอกสารอ้างอิง	40
ประวัติผู้วิจัย	42



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย)// การศึกษาฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์โดยวิธี ดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอริงเพื่อความแข็งแรงและป้องกันไฟฟ้าสถิตย์
แหล่งเงิน// โครงการวิจัยเงินรายได้ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล
ประจำปีงบประมาณ 2558 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 85,000 บาท
ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558
ชื่อ-สกุล หัวหน้าโครงการ และผู้ร่วมโครงการวิจัย พร้อมระบุ หน่วยงานต้นสังกัด
นายราชศักดิ์ ศักดานภาพ (หัวหน้าโครงการ) สังกัดวิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ค้นพบการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน จากกระบวนการเตรียมฟิล์มบาง TiC ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอริง โดยสมบัติของฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนจะสัมพันธ์กับปริมาณก๊าซอะเซทิลีนสำหรับทำปฏิกิริยาในกระบวนการเคลือบฟิล์ม ฟิล์มตัวอย่างได้ถูกเตรียมลงบนแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ โดยการเปลี่ยนเงื่อนไขสัดส่วนความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) ต่อก๊าซอาร์กอน (Ar) ในช่วงระหว่าง 5%-20% โดยให้กำลังไฟฟ้าและความดันทำงานคงที่ ฟิล์มตัวอย่างที่ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ โครงสร้างพันธะด้วยเทคนิครามานสเปคโตรสโกปีและองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน จากผลการวิเคราะห์พบว่า ที่สัดส่วนความดันย่อย 5% ฟิล์มยังคงแสดงโครงสร้างผลึกแบบพหุผลึก (polycrystalline) ของ TiC และมีสัดส่วนอะตอมของ Ti:C ประมาณ 25:75% แต่เมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนความดันย่อยเพิ่มขึ้นเป็น 10% ฟิล์มเริ่มแสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบอะมอร์ฟัสโดยที่มีสัดส่วนอะตอมของคาร์บอนประมาณ 94 % จากนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนความดันย่อยเพิ่มขึ้นเป็น 15%-20% ฟิล์มแสดงโครงสร้างผลึกแบบอะมอร์ฟัสและสัดส่วนอะตอมของคาร์บอนเพิ่มขึ้นเป็น 99.5 % จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมรามานของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างอะมอร์ฟัส พบส่วนประกอบของโครงสร้างแกรไฟต์ (Graphite structure) และโครงสร้างไร้ระเบียบ (disordered structure) ซึ่งแสดงลักษณะของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร โดยมีสัดส่วนของ ID/IG ในช่วง 1.03-1.32 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงสัดส่วน sp^3 ไฮบริดไตเซชัน ที่ประมาณ 30%-40% ของโครงสร้างคาร์บอนภายในฟิล์ม นอกจากนี้ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มและค่าความต้านทานแผ่นของฟิล์มสามารถวิเคราะห์ได้จากการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและการวัดแบบสี่ขั้ว ตามลำดับ ฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนมีพื้นผิวที่เรียบและมีเกรนขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร โดยฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนมีค่าความต้านทานแผ่นสูงมากกว่า $10^9 \Omega/\square$

คำสำคัญ : อะมอร์ฟัสคาร์บอน รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอริง รามานสเปคโตรสโกปี และ sp^3 ไฮบริดไตเซชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

Research Title: The study of titanium-oxycarbide thin films deposited by dc reactive magnetron sputtering for hardness and ESD safe

Researcher: Mr.Rachsak Sakdanuphab

College of Data Storage Innovation, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

ABSTRACT

In this work, we found amorphous carbon structure in the deposition process of TiC thin film by reactive dc magnetron sputtering. The amorphous carbon film properties depend on the reactive C_2H_2 gas during the deposition process. All deposited films were grown on silicon wafer by varying the partial pressure of acetylene (C_2H_2) to argon (Ar) gases from 5% - 20% while keeping the sputtering power and working pressure. The crystal structure, bonding structure, and atomic chemical composition of the films were characterized by X-ray diffraction, Raman spectroscopy and Energy dispersive X-ray spectroscopy, respectively. It was found that the film shows polycrystalline structure of TiC at the partial pressure of 5%. Then the films change to the amorphous structure with increasing of the partial pressures. The atomic concentration of carbon into the film was about 94% at the partial pressure of 10% and it increases about 99.5% at the partial pressure of 15%-20%. The Raman spectra of the amorphous carbon films indicate the diamond like carbon structure consisting of graphite structure and disordered structure. The amorphous carbon films have ID/IG ratio in the range of 1.03-1.32 that can be determined to the sp^3 hybridization of 30%-40%. In addition, the surface morphology and sheet resistance of the films were obtained by atomic force microscope and 4-point probe measurement, respectively. The amorphous carbon films show smooth surface with nano-grain size. The sheet resistance of the amorphous carbon films is more than $10^9 \Omega/\square$

Keywords : amorphous carbon / reactive magnetron sputtering / Raman spectroscopy / sp^3 hybridization

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

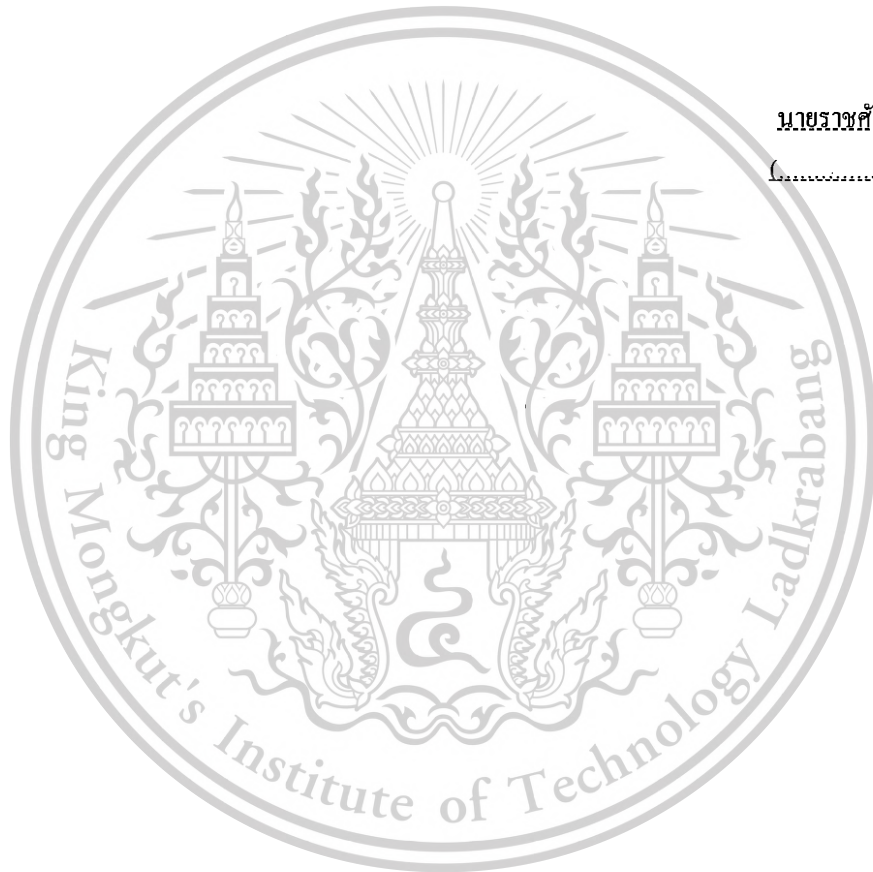
Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

กิตติกรรมประกาศ

ข้าพเจ้าขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริเดช บุญแสง...คณบดีวิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล ที่เล็งเห็นถึงความสำคัญและให้การสนับสนุนโครงการวิจัยนี้ ตลอดจนขอขอบคุณบุคลากรของวิทยาลัย ฯ ทุกคนที่คอยช่วยเหลือ การวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จากแหล่งทุนเงินรายได้ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูลประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2557

นายราชศักดิ์ สักคานุภาพ

(.....)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สารบัญตาราง

ตารางที่

4.1 ค่าความต้านทานผิวของฟิล์มกับอัตราส่วนความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีน

หน้า

16



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	4
2.2 กลไกการเกิดสปีตเตอร์ริง	6
2.3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ	7
2.4 การเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	7
2.5 ตำแหน่งในการวางตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD	8
2.6 หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ภายในโครงผลึกตามเงื่อนไขของ Bragg's Law	9
2.7 a) X-ray diffraction b) Intensity peak ที่แสดงถึงระนาบผลึกของวัสดุในตำแหน่งที่มีการสะท้อนแสง	9
2.8 แสดงหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์	10
2.9 แสดงหลักการเกิดรังสีเอ็กซ์	10
2.10 แสดงส่วนประกอบต่างๆในการทำงานของเครื่อง AFM	11
2.11 แสดง Constant Current Source	12
2.12 แสดง Digital Multimeter	12
2.13 แสดง 4-point probe	13
3.1 ชุดเครื่องเคลือบฟิล์มบางสปีตเตอร์ริง	17
3.2 อ่างล้างความถี่สูง Elmasonic	19
3.3 ตู้ดูดอากาศ	19
3.4 ตู้ดูดความชื้น	20
3.5 เครื่องผลิตน้ำปราศจากไอออน	21
3.6 เครื่องวัดความหนาฟิล์ม	21
3.7 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	22
3.8 เครื่องวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	22
3.9 ชุดเครื่องมือวัดโพรมิเตอร์วัดสีชี้	23
3.10 (a) วัสดุรองรับซิลิกอน เวเฟอร์	25
3.11 แผนภาพไดอะแกรมแสดงการทำความสะอาดชิ้นงานซิลิกอน เวเฟอร์	26
4.1 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบาง ที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ 5%, 10%, 15%, และ 20% ตามลำดับ	33
4.2 สเปกตรัมรามานของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบอะมอร์ฟัสโดยมี เงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อย $C_2H_2:Ar$ เท่ากับ 10%, 15%, และ 20% ตามลำดับ	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
4.3 EDS spectrum ของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ (a) 5%, (b) 10%, (c) 15% และ (d) 20% ตามลำดับ	36
4.4 ภาพ AFM ของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ (a) 5%, (b) 10%, (c) 15% และ (d) 20% ตามลำดับ	37



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในภาคอุตสาหกรรมการผลิต เครื่องจักรและอุปกรณ์ต่างๆ ในโรงงานอุตสาหกรรมมีความสำคัญโดยตรงต่อสายการผลิต และรวมถึงต้นทุนของการผลิต ปัญหาอย่างหนึ่งที่ตามมานั้นคืออายุการใช้งานที่จำกัดของเครื่องจักรและอุปกรณ์ต่างๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมการตัดเจาะแบบแห้งและขึ้นรูปที่ใช้ความเร็วในการตัดสูง เกิดการเสียดสีและกัดกร่อนทำให้เกิดความร้อนส่งผลให้อายุการใช้งานของเครื่องจักรและอุปกรณ์นี้ลดลง [1,2] การปรับปรุงเชิงผิวของวัสดุแนวทางหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจจากภาคอุตสาหกรรมและนักวิจัยคือการเคลือบแข็ง (Hard coating) การเคลือบสารที่มีคุณสมบัติตามที่ต้องการในลักษณะของฟิล์มบางด้วยการเคลือบในสุญญากาศ (Vacuum coating) โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้วยเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical vapor deposition process, PVD) ซึ่งมีหลายวิธี เช่น วิธีระเหยสาร (Thermal process, Arc vapor deposition) และวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) โดยวิธีการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงนั้น อาศัยการทำให้อะตอมสารเคลือบหลุดออกจากผิวสารเคลือบด้วยการถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมแล้วพุ่งกระจายเข้าจับและยึดติดกับผิววัสดุรองรับ ไม่ทำให้วัสดุเสียรูปทรงหรือเสียความแข็งแรงเนื่องจากสามารถเคลือบที่อุณหภูมิต่ำ ไม่ทำให้ส่วนคมหรือขนาดของวัสดุผิดไป เพราะการเคลือบหนาเพียง 2-5 μm การเคลือบซึ่งเตรียมในสภาวะสุญญากาศ ดังนั้นจึงให้การยึดเกาะที่ดีมากกว่าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และการเคลือบโดยวิธีสปัตเตอร์ริงไม่ก่อให้เกิดมลภาวะใด ๆ ต่อสิ่งแวดล้อม

วิธีการเคลือบฟิล์มบางด้วยสปัตเตอร์ริงถูกนำไปประยุกต์ใช้ในงานอุตสาหกรรมด้านต่างๆ อีกมากมาย เช่น

- การเตรียมฟิล์มบางในอุตสาหกรรมด้าน microelectronics
- การเคลือบเพื่อเพิ่มความคงทนของวัสดุให้มีความแข็ง ทนการสึกหรอ (wear resistance) เช่น มีดกลึง และดอกสว่าน
- การเคลือบเพื่อให้นทนการกัดกร่อน (protective coating) เพื่อให้ทนต่อการกัดกร่อนทั้งแบบ corrosion และ erosion
- การเคลือบเพื่อความสวยงามที่คงทน (decorative coating) เช่น แหวน, กำไล, สร้อยคอ, สายนาฬิกา, ปลอกปากกา, กรอบแว่นตา เป็นต้น
- การเคลือบสารตัวนำโปร่งแสง (transparent conductive coating) เพื่อใช้ในการทำ addressing ของระบบ display
- ใช้ในการเคลือบฟิล์มบางของ transducers เช่น piezoelectric transducers และ temperature transducers

ฟิล์มบางที่ได้รับการยอมรับมาอย่างต่อเนื่องว่าเหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมเคลือบแข็งคือ ฟิล์มบางไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC) และ ดีแอลซี (DLC) เนื่องจากมีสมบัติดีเยี่ยมหลายประการ เช่น มีความแข็งสูง มีเสถียรภาพทางเคมีและทนความร้อนได้สูง สามารถทนการกัดกร่อนและมีสมบัติเชิงกลที่ดี นิยมใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการใช้ในเชิงการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

เคลือบเครื่องมืออุปกรณ์ตัดเจาะในภาคอุตสาหกรรม [3] แต่อย่างไรก็ตามการเคลือบผิวให้มีคุณสมบัติที่แข็งแรงและสมบัติการ ESD นั้นจำเป็นที่จะต้องมีการศึกษาซึ่งเป็นการรวมคุณสมบัติของวัสดุสองชนิดนี้เข้าไว้ด้วยกัน

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษากระบวนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์โดยวิธี ดีซี รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

1.2.2. เพื่อศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเคลือบผิวชิ้นงานเพื่อให้มีสภาพการยึดติดที่ดี มีความแข็งแรงและมีสมบัติป้องกันไฟฟ้าสถิตย์

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1.3.1 ศึกษาวิธีการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์และศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในกระบวนการเตรียมฟิล์มต่าง ๆ

1.3.2 ทดสอบสภาพการยึดติด (adhesion) และความแข็ง (hardness) และสภาพความต้านทานของผิวเคลือบ

1.3.3 ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำผลงานวิจัยไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม

1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

1.4.1 ทบทวนและสำรวจวรรณกรรม

1.4.2 เตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์ ลงบน Si wafer โดยวิธี ดีซี รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

1.4.3 เตรียมฟิล์มบาง ไททาเนียมออกไซด์ โดยใช้เงื่อนไขของการเตรียมที่แตกต่างกัน ได้แก่ กำลังไฟฟ้า ปริมาณอัตราส่วนแก๊สชนิดต่าง ๆ

1.4.4 ตรวจสอบสมบัติเชิงโครงสร้างและองค์ประกอบโดยเทคนิค XRD และ EDX ของฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์

1.4.5 รายงานความก้าวหน้าครั้งที่ 1

1.4.6 ตรวจสอบสมบัติของพื้นผิวโดยเทคนิค SEM และ AFM ของฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์

1.4.7 ตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กของฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์

1.4.8 สรุปความก้าวหน้าครั้งที่ 2 และเขียนบทความบทความตีพิมพ์เผยแพร่

แผนการดำเนินงานโครงการวิจัย (ให้ระบุขั้นตอนอย่างละเอียด)

การดำเนินงาน	ระยะเวลา											หมายเหตุ	
	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.	ส.ค.		ก.ย.
ทบทวนวรรณกรรม													
เตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์													

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

บทที่ 2

แนวคิด ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง/การทบทวนวรรณกรรม

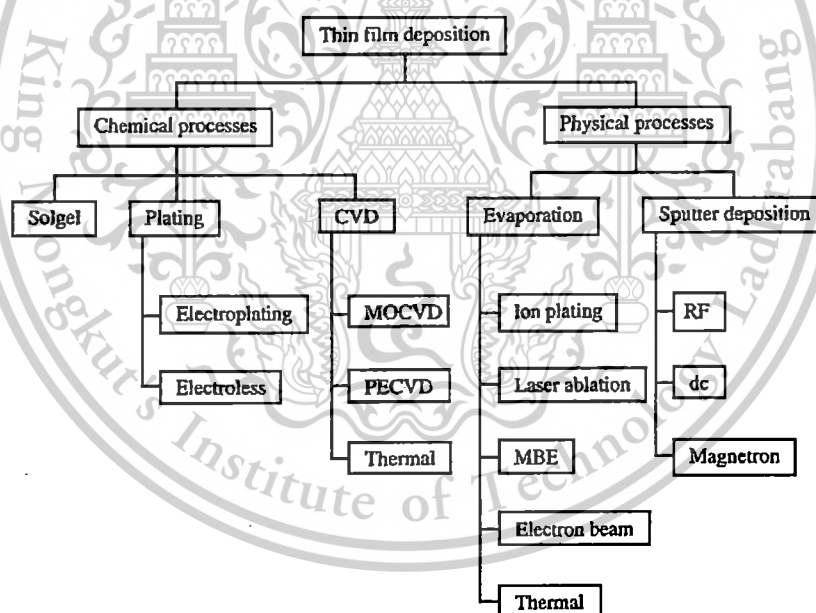
2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย

2.1.1 เทคนิคการเคลือบฟิล์มบาง

วิธีการเตรียมฟิล์มบางมีหลายแบบ (กมล เอี่ยมพนาภิจ. 2547: 9) ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับเทคโนโลยี ปริมาณ และคุณภาพของฟิล์มบาง สำหรับเทคโนโลยีในการเตรียมฟิล์มบางนั้นแบ่งได้ 2 วิธีดังรูป 2.1 คือ

1. วิธีทางเคมี (Chemical process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของก๊าซ และเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ตกเคลือบบนแผ่นรองรับ ซึ่งรวมถึงการพ่นสเปรย์ ไพโรไลซิส (Spray pyrolysis) กระบวนการเคลือบไอเคมี (Chemical vapor deposition) และวิธี โซลเจล (Sol-gel)

2. วิธีทางกายภาพ (Physical process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของแผ่นรองรับ โดยการใช้ความร้อน (Thermal) และระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron beam evaporation) รวมถึงวิธีการใช้แสงเลเซอร์ (Laser ablation) และวิธีการสปัตเตอริง (Sputtering)



รูปที่ 2.1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

ที่มา: Milton Ohring. (1997). *The Materials Science of Thin Films*. p 2. 12

ในส่วนของวิธีทางกายภาพสามารถแบ่งออกเป็น 2 วิธีหลัก ๆ ดังต่อไปนี้

1. การเคลือบฟิล์มโดยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ โดยการใช้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอสารเคลือบนี้จะฟุ้งไปกระทบกับวัสดุที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป ข้อเสียของการเคลือบวิธีนี้คือแรงยึดติดระหว่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สารเคลือบและแผ่นรองรับจะไม่สูง นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทาภาชนะ สารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

2. การเคลือบฟิล์มโดยวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอร์ริง ซึ่งการเคลือบด้วยวิธีนี้จะเกิดขึ้นเมื่อไอออนสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอร์ริงวิ่งชนแผ่นรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบาง เนื่องจากไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอร์ริงเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่อไอออนของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นรองรับก็ฝังตัวแน่นลงในแผ่นรองรับมากกว่าวิธีการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับแผ่นรองรับดีกว่า

2.2 เทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (Magnetron Sputtering)

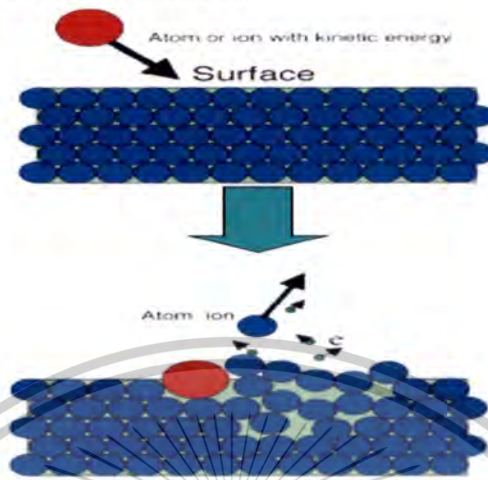
2.2.1 กระบวนการเกิดการสปัตเตอร์ริง

กระบวนการสปัตเตอร์ริงเป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุที่ต้องการทำฟิล์มบางถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังรูปที่ 2.2 (กมล เอี่ยมพนากิจ, 2547: 10) แต่เนื่องจากในการทำอนุภาคที่เป็นกลางทางไฟฟ้าให้มีพลังงานสูงเพื่อใช้ในกระบวนการสปัตเตอร์ริงทำได้ค่อนข้างยาก จึงนิยมใช้วิธีเร่งอนุภาคที่มีประจุภายใต้สนามไฟฟ้าซึ่งยังสามารถควบคุมระดับพลังงานของไอออน ได้ตามต้องการ อนุภาคพลังงานสูงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้ต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มสารเคลือบตามต้องการซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี เช่น โดยการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออน (ion gun) ที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือผลิตได้จากใช้กระบวนการโกลดิสชาร์จ (glow discharge) ซึ่งนำไปใช้ในกระบวนการเคลือบฟิล์มด้วยวิธี ดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (dc magnetron sputtering) เป็นต้น ดังนั้นสิ่งที่จำเป็นในกระบวนการ สปัตเตอร์ริง คือ

- มีสารเคลือบเป็นเป้า (Target) ให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงบนแผ่นวัสดุรองรับ
- มีอนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ โดยปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ แต่การทำให้อนุภาคที่เป็นกลางมีพลังงานสูงเกิน 10 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) เพื่อใช้ในกระบวนการสปัตเตอร์ริงนั้นทำได้ค่อนข้างยาก วิธีการหนึ่งที่ยอมรับทั่วไปคือการเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมระดับพลังงานของไอออนได้ตามต้องการ อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคประจุชนิดหนึ่งที่ย่อยต่อการผลิตและเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าอะตอมของสารเคลือบมาก ทำให้การถ่ายโอนพลังงานและโมเมนตัมต่ออะตอมสารเคลือบเป็นไปอย่างไม่มีประสิทธิภาพ และไม่สามารถทำให้กระบวนการสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นได้ตามทฤษฎีทางฟิสิกส์ การชนระหว่าง 2 อนุภาค ที่ให้การส่งถ่ายพลังงานและโมเมนตัมดีที่สุดเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากัน ดังนั้นเราจึงเลือกการเร่งไอออนของก๊าซในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการ
- อนุภาคพลังงานสูงนี้ต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาของฟิล์มบางเคลือบตามต้องการซึ่งสามารถทำได้โดยการใช้ลำอนุภาค

เอกสารนี้เป็นเอกจากปืนไอออน (Iron gun) เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูง และให้ไอออนได้ในพื้นที่แคบ ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการสปัตเตอริงทั่ว ๆ ไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ (Glow discharge) ในการให้อิออนในกระบวนการเคลือบ



รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดสปัตเตอริง

ที่มา: G.J. Mankey, Lecture 9. Sputter Deposition

2.2.2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ

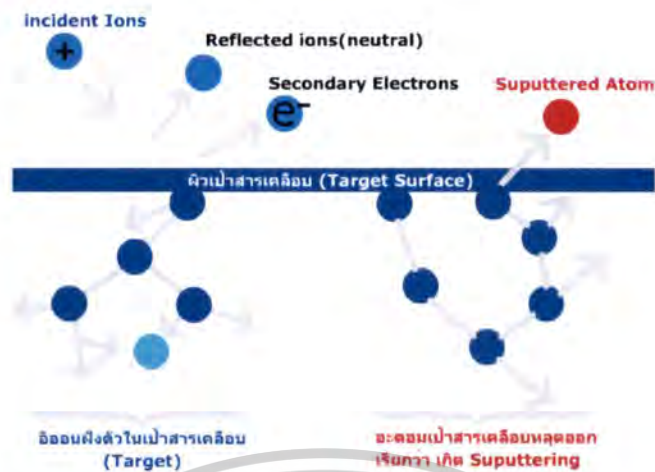
เมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งเข้าชนผิวหน้าของเป้าสารเคลือบจะเกิดปรากฏการณ์ต่างๆ ดังรูปที่ 2.3 ดังนี้

- การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected ions and neutrals) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้าอันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ
- การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary electron emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ
- การฝังตัวของไอออน (Ion implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นไอออนอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออนซึ่งมีค่าประมาณ 10 อังสตรอมต่อพลังงานไอออน (1 keV) สำหรับไอออนของก๊าซอาร์กอนที่ฝังตัวบนเป้าสารเคลือบ CoFeB
- การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวสารเคลือบ การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (Lattice defect) เราเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered surface layers
- การสปัตเตอริง การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าสารเคลือบอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่ากระบวนการ สปัตเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

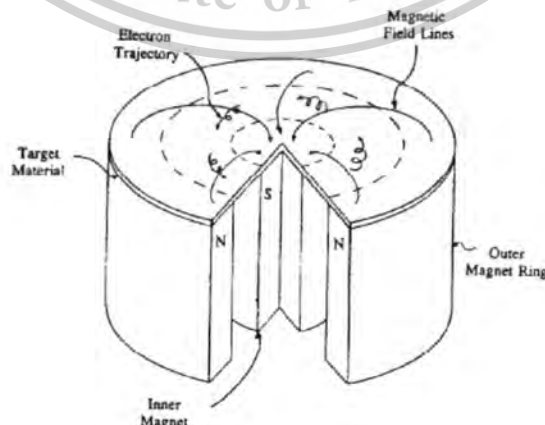
This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 2.3 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ
ที่มา: Chapman, B. (1980). Glow discharge processes: Sputtering and plasma etching.

ในการเคลือบฟิล์มบาง CoFeB นั้นจะอาศัยการสปัตเตอริงดังกล่าวข้างต้น โดยมีเป้าสารเคลือบเป็น วัสดุ CoFeB สำหรับก๊าซที่ใช้ในระบบคือก๊าซอาร์กอนโดยที่ไอออนของก๊าซเฉื่อยอาร์กอนจะมีหน้าที่ทำให้เกิดการสปัตเตอริงขึ้น โดยหากเราจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางขนานกับผิวหน้าของเป้าสารเคลือบและมีทิศทางตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าจะช่วยกักทางเดินของอิเล็กตรอนให้อยู่บนผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ อำนาจของสนามแม่เหล็กทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นแนวโค้ง ดังรูปที่ 2.4 ทำให้การไอออไนซ์ที่เกิดจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับก๊าซเฉื่อยมีค่าสูงขึ้น นอกจากนี้สนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้เกิดความต่อเนื่องที่มากขึ้นในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนซึ่งเป็นลักษณะการชนผิวเป้าสารเคลือบซ้ำ ๆ ที่ทำให้เกิด Secondary electron ในปริมาณที่มากขึ้น และยังพบว่าการเพิ่มสนามแม่เหล็กด้วยความเข้มสนามเพียง เก้าซี ทำให้ไอออนในระบบ 500 เพิ่มขึ้นผลคือระบบมีอัตราการเคลือบสูงกว่าเดิม เท่า ในขณะที่สภาวะดีสชาร์จเกิดได้ที่ความดัน 10^{-3} - 10^{-2} ต่ำประมาณ 10^{-2} - 10^{-3} ทอร์ อันมีผลทำให้ฟิล์มมีความบริสุทธิ์สูงขึ้น มีปริมาณก๊าซเฉื่อยแทรกตัวในฟิล์มน้อยลง การเพิ่มสนามแม่เหล็กให้กับระบบการเคลือบแบบนี้เรียกว่า แมกนีตรอน สปัตเตอริง (Magnetron Sputtering)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
รูปที่ 2.4 การเคลื่อนที่ของอนุภาคคืออิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ที่มา: Vossen, J.L.; & Kerns W. (1978). Thin Film Processes. p 552

2.3 ทฤษฎีเบื้องต้นในการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์ม

ฟิล์มที่เตรียมได้จากการทดลองจะนำมาวัดสมบัติต่างๆดังนี้

2.2.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer: XRD)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน โดยการวางตัวอย่างชิ้นงานตามตัวอย่างดังรูปที่ 2.20 ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง



รูปที่ 2.5 ตำแหน่งในการวางตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ที่มา: http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/Picture_XRD1.htm

1. หลักการและวิธีการวิเคราะห์

วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับธรรมชาติของผลึก W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดที่ว่า เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ รังสีเอ็กซ์บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน เท่ากับมุมตกกระทบ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่างๆ ได้ถูกเสนอในรูปสมการ ของ Bragg's Law (สมการ 2.2) ดังนี้

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.2)$$

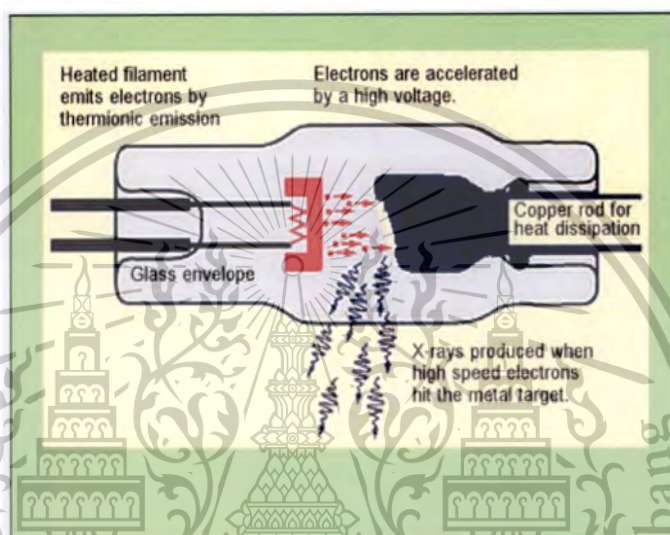
เมื่อ d_{hkl} คือระยะห่างระหว่างระนาบของแลตทิซที่มีดัชนีมิลเลอร์ (Miller Indices) ของระนาบ hkl โดยที่เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะอาศัยลำรังสีเอ็กซ์ (X-ray Beam) ที่มีค่าความยาวคลื่นเป็น λ จากแหล่งกำเนิดพุ่งชนกับผิวเคลือบ เกิดการเลี้ยวเบนขึ้น ความเข้มของลำรังสีที่เลี้ยวเบนออกมานั้นจะถูกเก็บบันทึกในรูปของฟังก์ชันของมุมการเลี้ยวเบน (Diffracted Angle, θ) โดยความเข้มของสัญญาณ (Intensity) จะมีค่าไม่เป็นศูนย์ถ้ามุมของการเลี้ยวเบนเป็นไปตาม Bragg's Law

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

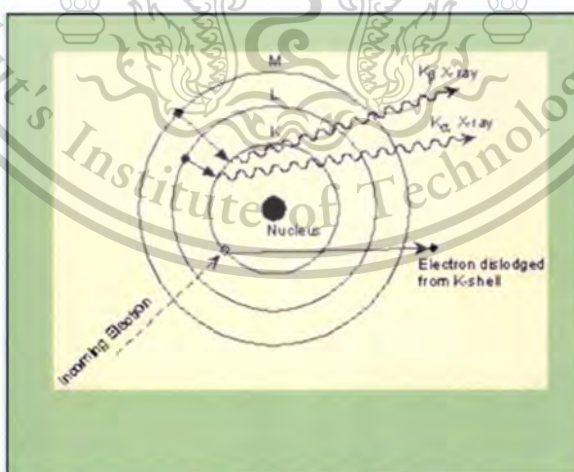
Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

กำเนิดรังสีเอ็กซ์ ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้เคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทด ด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา M และ L Shell เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังแสดงในรูปที่ 2.9 รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับ รังสีเอ็กซ์



รูป 2.8 แสดงหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์

ที่มา: http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf_XRD1.htm



รูปที่ 2.9 แสดงหลักการเกิดรังสีเอ็กซ์

ที่มา: http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf_XRD1.htm

2.2.2 เทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

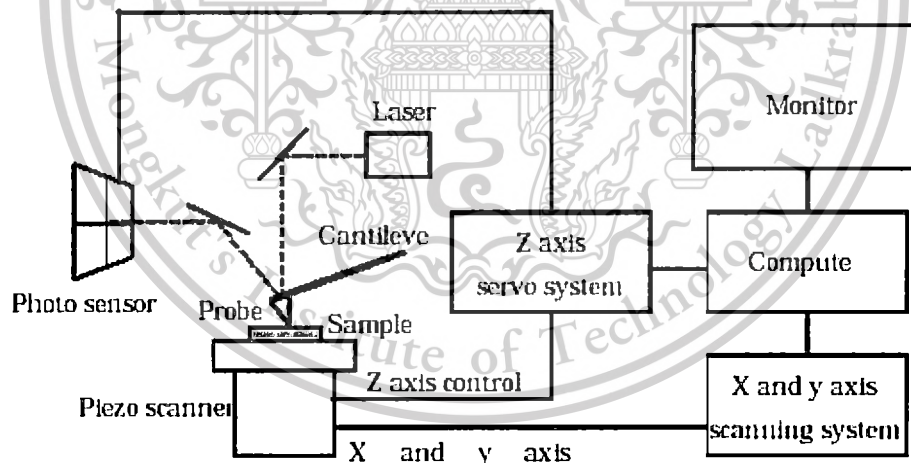
ใช้ในการศึกษาพื้นผิวและความหนาจริงของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการวิจัย สำหรับการดำเนินงานแสดงในรูปแบบที่ 2.10 นั้นแสดงให้เห็นถึงเข็มที่ใช้ในการสแกนจะติดแน่นกับปลายด้านหนึ่งของคานซึ่งจะถูกควบคุมให้เคลื่อนที่ในแนว X และ Y โดยเริ่มต้นจะทำการปรับให้แสงเลเซอร์ตกกระทบบที่คาน และสะท้อนไปยังโฟโตดีเทคเตอร์ซึ่งประกอบด้วยโฟโตไดโอด 4 ตัวและเมื่อเลื่อนชิ้นงานหรือเข็มมาสัมผัสหรือเข้าใกล้กันจะมีแรงกระทำระหว่างอะตอมของเข็มกับอะตอมของชิ้นงานซึ่งมีขนาดในระดับนาโนนิวตัน คานจะเคลื่อนที่ขึ้นลงตามแนว Z ทำให้ตำแหน่งของแสงที่ตกกระทบบเซ็นเซอร์เปลี่ยนแปลง และสัญญาณนี้จะส่งเข้าสู่เครื่องคอมพิวเตอร์แล้วเครื่องคอมพิวเตอร์จะประมวลผลสัญญาณที่ได้รับออกมาเป็นภาพ 3 มิติบนจอแสดงผลสำหรับการทำงานของเครื่อง AFM นี้โดยทั่วไปจะแบ่งการทำงานเป็น 2 โหมด ได้แก่

1. Static mode

การทำงานในโหมดนี้ เข็มที่ติดกับส่วนคานจะถูกสแกนไปบนพื้นผิวของวัตถุ โดยแรงดึงดูดและแรงผลักที่กระทำต่อเข็มจะทำให้ส่วนของคานเกิดการเบี่ยงเบน และขนาดของการเบี่ยงเบนนี้จะสัมพันธ์กับแรงกระทำระหว่างเข็มกับพื้นผิวของวัตถุ การทำงานในโหมดนี้ปลายเข็มอาจจะสัมผัสหรือไม่สัมผัสกับพื้นผิวของวัตถุที่ถูกสแกนก็ได้

2. Dynamic mode

การทำงานในโหมดนี้ ส่วนของคานจะสั่นด้วยความถี่ธรรมชาติ และเมื่อเข็มสแกนไปบนพื้นผิวอันตรกิริยาระหว่างปลายเข็มกับพื้นผิวของวัตถุจะทำให้แอมพลิจูด, เฟสหรือความถี่ของการสั่นของส่วนคานมีการเปลี่ยนแปลง ในระหว่างสแกน ปลายเข็มอาจสัมผัส (tapping) หรือไม่สัมผัสกับพื้นผิวของวัตถุ (non-contact)



รูปที่ 2.10 แสดงส่วนประกอบต่างๆในการทำงานของเครื่อง AFM

ที่มา: พัฒนา เทพชโลธร (2548). การเคลือบฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์ด้วยวิธีดีซีซีแมกนีตรอน สปีดเตอริง, หน้า 36

2.2.3 เทคนิคโพรบวัดสี่ขั้ว (4-point probe)

โพรบวัดสี่ขั้วนี้เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับการวัดสภาพความต้านทานของฟิล์มตัวอย่างที่เป็นสารกึ่งตัวนำ โครงสร้างของโพรบวัดสี่ขั้วประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าเรียงกัน 4 ขั้วซึ่งมีระยะห่างระหว่างขั้วเท่ากัน ซึ่งชุดโพรบวัดสี่ขั้วมาตรฐานที่นำมาใช้ในโรงงานพิเศษนี้เป็นของบริษัท Signatone โดยการป้อนกระแสให้กับขั้วไฟฟ้าคู่หนึ่งด้วยแหล่งกำเนิดกระแสที่แม่นยำสูง แล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานในเชิงพาณิชย์ การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตถือว่าผิดกฎหมาย การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตถือว่าผิดกฎหมาย การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตถือว่าผิดกฎหมาย

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ทำการวัดโวลต์เตจตกคร่อมขั้วไฟฟ้าคูใดจะทำให้สามารถคำนวณหาค่าสภาพความต้านทานของพื้นผิวของสารตัวอย่างได้ ซึ่งในการทำงานของโพรบวัดสี่ขั้วนี้ต้องอาศัยการทำงานร่วมกันของอุปกรณ์ทั้งหมด 3 ประเภทด้วยกันคือ

1. Constant Current Source เป็นเครื่องที่ผลิตจาก Keithley รุ่น Model 220 Programmable Current Source ดังแสดงในรูปที่ 2.11 โดยหลักการทำงานของเครื่องนี้คือ เป็นเครื่องที่ใช้สำหรับจ่ายกระแสโดยต่อกับโพรบคู่นอก กระแสที่ค่าของกระแสมากที่สุดที่สามารถใช้ได้จะขึ้นอยู่กับสมการ $V=IR$



รูป 2.11 แสดง Constant Current Source ที่มา: วตาพร สีสาทตะ (2553). การพัฒนาระบบการวัดสมบัติของสารกึ่งตัวนำด้วย 4-Point Probe, หน้า 22

2. Multimeter ผลิตจาก HP รุ่น Hewlett Packard 34401A Multimeter ดังแสดงในรูปที่ 2.12 เครื่องนี้ใช้สำหรับวัดค่า V ที่ได้จากการหักการทดลองโดยจะต่อเครื่องนี้เข้ากับโพรบคู่ในของตัว 4-point probe



รูปที่ 2.12 แสดง Digital Multimeter ที่มา: วตาพร สีสาทตะ (2553). การพัฒนาระบบการวัดสมบัติของสารกึ่งตัวนำด้วย 4-Point Probe, หน้า 24

3. 4-point probe ผลิตมาจาก Signatone ดังแสดงในรูปที่ 2.13 มีระยะห่างจากขั้ว 1-4 = 50 ml แรงกดสปริง 45 g ขั้วของโพรบทำมาจาก Tungsten Carbide

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 2.13 แสดง 4-point probe ที่มา: วตาพร สีสภาพตะ (2553). การพัฒนาระบบการวัดสมบัติของสารกึ่งตัวนำด้วย 4-Point Probe, หน้า 25

2.4 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ฟิล์มไททานเนียมคาร์ไบด์ (TiC) เป็นวัสดุที่มีความแข็งสูงมากสามารถป้องกันการกัดกร่อนได้ดี มีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำและค่าการนำไฟฟ้าสูง จึงได้มีการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุเคลือบเพื่อป้องกันการสึกหรอ โดยเฉพาะในงานวัสดุตัดเฉาะ (cutting tool) และเป็นวัสดุชีวการแพทย์ (biomedical) เนื่องจากมีสเถียรภาพทางความร้อนและทางเคมีที่ดี (Zouina *et al.*, 2014; Shimozama *et al.*, 1997; Polychronopoulou *et al.*, 2008) ในกระบวนการปลูกฟิล์มไททานเนียมคาร์ไบด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงเคมี (CVD), กระบวนการเคลือบโดยพัลส์ เลเซอร์ (PLD) และ กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงฟิสิกส์ (PVD) โดยสมบัติของฟิล์มขึ้นอยู่กับเงื่อนไขและเทคนิคที่ใช้ในการเคลือบ โดยวิธีที่เป็นที่ยอมรับและสามารถพัฒนาต่อยอดเป็นอุตสาหกรรม คือ วิธี PVD โดยใช้เทคนิคแมกนีตรอนสปัสเตอร์ริง ซึ่งให้อัตราการเคลือบสูง สามารถขยายขนาดได้และควบคุมสมบัติของฟิล์มได้อย่างมีประสิทธิภาพ เช่น ความหนาแน่นฟิล์ม โครงสร้างระดับจุลภาค และสมบัติเชิงกลได้อย่างมีประสิทธิภาพ (Casiraghi, 2005; Kassavetis, 2011)

ไททานเนียมคาร์ไบด์จัดอยู่ในกลุ่มของสารประกอบคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (cubic structure) โดยจะพบโครงสร้างของ TiC_x ช่วงกว้างตั้งแต่ $x = 0.47$ ถึง 0.98 ที่ตำแหน่ง stoichiometry ในโครงสร้างผลึกของไททานเนียมจะมีอะตอมคาร์บอนไปแทรกได้พอดีช่องว่างภายในผลึกไททานเนียม โดยโครงสร้างจะมีการเปลี่ยนแปลงจาก hexagonal α -Ti, space group P63/mmc, ไปเป็น face-centered cubic δ -TiC, space group Fm-3m, เมื่อปริมาณของอะตอมคาร์บอนเข้าไปอยู่ในตำแหน่ง octahedral sites ของแลตทิซไททานเนียมเมื่อจำนวนคาร์บอนเพิ่มมากขึ้น แต่สำหรับกระบวนการ PVD ในกรณีของแมกนีตรอนสปัสเตอร์ริง เป็นกระบวนการ thermodynamically non-equilibrium, α -Ti lattice อาจจะถูกบังคับให้รับคาร์บอนได้เพิ่มมากขึ้นเนื่องจากกีดขวางการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่ถูกเคลือบ ในกระบวนการรีแอทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอร์ริงนิยมใช้ก๊าซมีเทน (CH_4) และก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) สำหรับทำปฏิกิริยา (reactive gas) ซึ่งจะส่งผลถึงปริมาณสัดส่วนของคาร์บอนภายในฟิล์ม การเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลและสภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์ม (Buijsters, 2011)

ในงานวิจัยนี้มีความสนใจในกระบวนการรีแอทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอร์ริง โดยศึกษาถึงเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สงวนไว้เพื่อใช้ในการเรียนการสอนและการทำวิจัยเท่านั้น ไม่สามารถนำเนื้อหาไปใช้ในการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร หรือ Diamond Like Carbon (DLC) ซึ่งมีสมบัติที่โดดเด่นกว่าฟิล์ม TiC ในด้านของความแข็ง มีเสถียรภาพต่อปฏิกิริยาเคมี ความเสียดทานต่ำ มีการส่องผ่านแสงได้ดีในช่วงอินฟราเรด และมีสมบัติเป็นฉนวน ด้วยสมบัติข้างต้นจึงได้มีการนำฟิล์มไปประยุกต์ใช้ในงานต่าง ๆ มากมาย เช่น เคลือบป้องกันหัวอ่านเขียนฮาร์ดดิสก์เคลือบเพื่อป้องกันการสึกหรอ และใช้ในงานด้านอุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ นอกจากนี้ยังเริ่มมีความสำคัญมากขึ้นในงานด้านชีววิทยาและชีวเคมีอีกด้วย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้จะกล่าวถึงวิธีการดำเนินการวิจัยโดยให้ข้อมูลเกี่ยวกับการทดลอง ได้แก่ เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี วิธีการเตรียมฟิล์มบาง การศึกษา การวัดและการวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4)
2. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)
3. อะซิโตน (Acetone)
4. เมทานอล
5. น้ำยาล้างจาน
6. ก๊าซอาร์กอนความบริสุทธิ์ (99.999%) จากบริษัท ที ไอ จี จำกัด ซึ่งจะใช้เป็นก๊าซสำหรับสปัตเตอร์ (Sputter Gas)
7. น้ำกลั่นปราศจากไอออน (Deionized water) หรือทั่วไปเรียกกันว่าน้ำ DI เป็นน้ำที่ผ่านการกรองไอออน ใช้เรซินเป็นตัวกรอง โดยผ่าน Ion Exchange เพื่อจับทั้งไอออนบวกและไอออนลบออกจากน้ำ จึงทำให้ได้น้ำที่ไม่มีไอออนหลงเหลืออยู่ และเป็นน้ำที่มีความบริสุทธิ์สูงอย่างแท้จริง เพราะโมเลกุลที่เหลืออยู่จะมีเพียงโมเลกุลของน้ำ H_2O เท่านั้น โดยใช้น้ำชนิดนี้ในขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นรองรับแก้วและซิลิกอนในห้องปฏิบัติการ เพราะเป็นน้ำที่มีความบริสุทธิ์สูง

3.2 วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

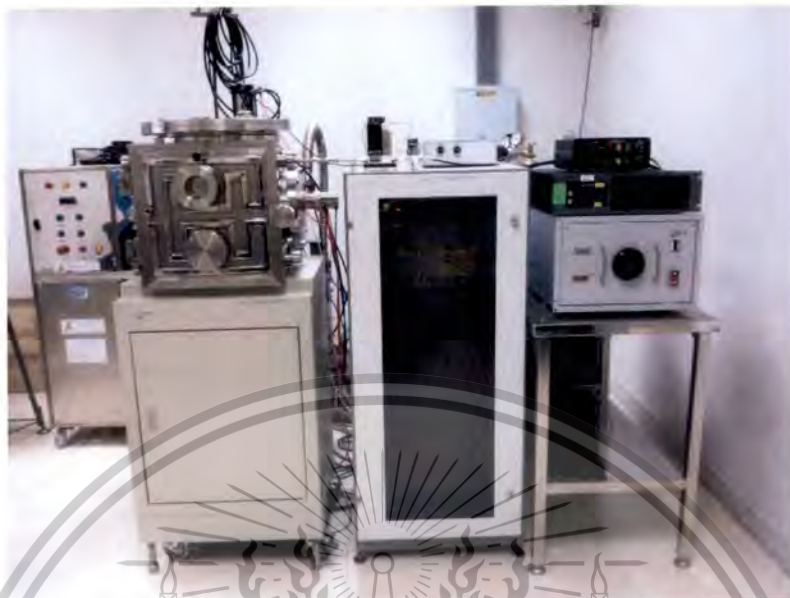
1. ปีกเกอร์ขนาดต่างๆ
2. ถังมือยางแบบไม่มีแปง (ไร้ฝุ่น)
3. กระดาษทรายเบอร์ 100
4. คีมปากคีบ
5. ถังบรรจุก๊าซไนโตรเจนพร้อมหัวเป่า
6. ภาชนะเก็บชิ้นงาน
7. นาฬิกาจับเวลา
8. มัลติมิเตอร์แบบเข็ม (Analog Multimeter)
9. วัสดุรองรับเป็นวัสดุที่ใช้เคลือบฟิล์มบาง ใช้กระจกสไลด์ใสและซิลิกอน เวเฟอร์ (100) มีผิวเรียบขนาด 1x1 นิ้ว
10. เป้าสารเคลือบไททาเนียม (Target) มีลักษณะเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว หนา 1/4 นิ้ว มีความบริสุทธิ์ 99.995%

11. เครื่องสปัตเตอร์ ระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง ของวิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล

เอกสารนี้สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ขอสงวนสิทธิ์ในเนื้อหา ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องเคลือบฟิล์มบางสปีดเตอริง

ที่มา: หน่วยวิจัยและบริการเครื่องมือกลาง วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

มีส่วนประกอบสำคัญ คือ

ก. ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ

ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศทำหน้าที่สูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบล 2 ชนิด คือเครื่องสูบลสุญญากาศโรตารี (Rotary pump) มีหน้าที่ในการสร้างสุญญากาศขั้นต้นให้กับภาชนะสุญญากาศและขับเคลื่อนการทำงานของปั๊มแพรอไดนามิก สามารถสร้างสุญญากาศภายในภาชนะสุญญากาศให้มีความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar และเครื่องสูบลแพรอไดนามิกมีหน้าที่สูบลอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศสามารถลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศลงได้ อยู่ในระดับ $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar

ข. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum chamber)

การเคลือบฟิล์มบางจะกระทำอยู่ในภาชนะสุญญากาศ ซึ่งทำมาจากเหล็กกล้าโดยมีฝาปิด/เปิดเพื่อใส่ชิ้นงานอยู่ด้านบน มีช่องหน้าต่างกระจกเพื่อใช้สังเกตดูระหว่างกระบวนการสปีดเตอริงเพื่อสามารถควบคุมการทำงานระหว่างกระบวนการสปีดเตอริงได้

ค. อิเล็กโทรดและหัวแมกนีตรอน

หัวแมกนีตรอนเป็นแบบทรงกระบอกมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว ประกอบด้วยแม่เหล็กถาวรและขั้วอิเล็กโทรดซึ่งทำจากทองแดง และส่วนทองแดงนี้จะใช้สำหรับติดตั้งเป้าสารเคลือบโดยมีตัวยึดทำจากเหล็กกล้ามีลักษณะเป็นวงแหวนยึดด้วยสกรูโดยรอบจำนวน 6 จุด มีซิลด์ซึ่งทำจากเหล็กกล้ามีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 3 นิ้ว ครอบอยู่เพื่อป้องกันหัวแมกนีตรอนระคายความร้อนด้วยน้ำโดยมีแผ่นปิดอยู่ด้านหลังของเป้าสารเคลือบ และใช้เป้าสารเคลือบและแท่นจับวัสดุรองรับเป็นอิเล็กโทรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ระบบหอสมุดกลางให้บริการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ระบบหล่อเย็นนี้เป็นระบบหล่อเย็นด้วยน้ำสามารถปรับอุณหภูมิของน้ำได้ต่ำถึง 15 องศาเซลเซียส ทำหน้าที่ระบายความร้อนให้กับเครื่องสูบแปรไอน้ำมัน หัวแมกนีตรอนและเป่าสารเคลือบ โดยการต่อท่อน้ำจากด้านหลังของถังน้ำหล่อเย็นเข้าสู่ระบบน้ำหล่อเย็นทางด้านล่างของระบบสุญญากาศ และปั๊มแปรไอน้ำมัน เพื่อให้เกิดการไหลเวียนของน้ำเย็นระหว่างเครื่องสูบแปรไอน้ำมัน หัวแมกนีตรอนและเป่าสารเคลือบกับถังน้ำหล่อเย็น

จ. ระบบจ่ายกำลังไฟฟ้า

ระบบจ่ายกำลังไฟฟ้า จะเป็นแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงแรงสูงแบบฟูลเวฟ สามารถปรับความต่างศักย์ได้ 0-700 โวลต์ กระแสไฟฟ้า 0-2 แอมแปร์ ใช้ในการจ่ายกำลังไฟฟ้าแก่ส่วนหัวแมกนีตรอนคาโทด เพื่อทำให้เกิดการโกลดิสซาร์จ)ก๊าซอาร์กอนแตกตัวเป็นไอออน (และสนามไฟฟ้านี้จะเร่งไอออนที่เกิดขึ้นนำไปสู่การเกิดกระบวนการสปัตเตอริง มีโหมดการทำงานแบ่งเป็น 3 โหมด คือ Power regulate, Current regulate และ Voltage regulate มีระบบป้องกันการอาร์คโดยการตรวจวัดสถานะของโกลด

ฉ. ระบบป้อนแก๊ส

ประกอบด้วยวาล์ว 2 ทางทำหน้าที่ในการควบคุมอัตราการไหลหรือเปิด/ปิดการจ่ายก๊าซเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยมีส่วน Mass flow controller ที่ควบคุมการทำงานโดยผ่านตัว Control Unit ทำหน้าที่เป็นตัวควบคุมปริมาณของแก๊สที่ปล่อยเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยแก๊สอาร์กอนและออกซิเจนที่เข้าสู่ระบบจะถูกป้อนจากถังแก๊สผ่านวาล์ว 2 ทางไปยัง Mass Flow Controller ก่อนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ซึ่งแก๊สทั้งสองชนิดจะไหลผ่านท่อที่แยกออกจากกัน แก๊สอาร์กอนจะไหลเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศบริเวณอิเล็กโทรดและหัวแมกนีตรอน ทำให้แก๊สอาร์กอนที่ป้อนเข้าสู่ระบบฟุ้งกระจายอยู่บริเวณด้านหน้าเป่าสารเคลือบอย่างสม่ำเสมอ ทำให้เกิดกระบวนการสปัตเตอริงที่ผิวหน้าของเป่าสารเคลือบอย่างทั่วถึง ส่วนแก๊สออกซิเจนจะไหลเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศบริเวณแท่นรองชิ้นงานเพื่อที่สามารถทำปฏิกิริยากับอะตอมของสารเคลือบที่ตกไปยังชิ้นงานที่ได้ดียิ่งขึ้น

12. อ่างล้างความถี่สูง (Ultrasonic Bath) ยี่ห้อ Elmasonic รุ่น E30H วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เป็นระบบทำความสะอาดอุปกรณ์เครื่องใช้โดยใช้ระบบเสียง Ultrasound ซึ่งเป็นเสียงที่อยู่ในระดับความถี่ 15-400 KHz และต้องใช้สารละลายที่เหมาะสมพร้อมกันด้วย การทำความสะอาดโดยระบบนี้จำเป็นต้องมีสารละลายทำความสะอาดที่เหมาะสมเพราะหลักการทำงานของเครื่องคือ การช่วยให้สารละลายที่จะทำการชะล้างทำความสะอาดมีประสิทธิภาพสูงสุด เครื่อง Ultrasonic นั้นมีหลักการทำงานคือ ส่งคลื่นความถี่สูงลงสู่สารละลายที่ใช้ชะล้าง การส่งคลื่นความถี่สูงลงไปนั้นส่งผลให้โมเลกุลของของเหลวเกิดการบีบอัดสั้นสะเทือน เป็นผลให้มีฟองอากาศสุญญากาศเล็ก ๆ จำนวนมากผุดขึ้น เรียกลักษณะดังกล่าวว่ากระบวนการ Cavitation แต่เนื่องจากฟองอากาศดังกล่าวไม่ใช่ฟองอากาศที่เกิดจากการตีน้ำธรรมดา เพราะเกิดจากคลื่นความถี่สูง จากรายงานพบว่าจะทำให้ฟองอากาศ Collapse ต้องใช้อุณหภูมิ 10,000K ความดัน 50,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้วเพราะฉะนั้นฟองอากาศเล็ก ๆ ดังกล่าวจึงมีพลังงานแฝงอยู่ ซึ่ง (สามารถจะชะล้างคราบหรือสิ่งฝังที่อยู่บนผิวอุปกรณ์ได้โดยไม่ทำลายชิ้นงาน ทั้งนี้เนื่องจากฟองอากาศมี

เป็นจำนวนมาก จึงสามารถเข้าซอกซอนในทุกซอกมุมเล็ก ๆ ได้ด้วย เครื่องที่สามารถผลิตคลื่นความถี่ได้ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

สูงเท่าไร มีผลให้เกิดฟองอากาศดังกล่าวได้มากและพลังแฝงมาก ซึ่งก็จะมีผลให้การทำความสะอาดดีขึ้นด้วย



รูปที่ 3.2 อ่างล้างความถี่สูง Elmasonic รุ่น E30H

13. ตู้ดูดอากาศ (Fume Hood) วิทยาลัยวิศวกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เป็นอุปกรณ์ภายในห้องปฏิบัติการที่ทำหน้าที่ ป้องกันผู้ปฏิบัติการจากอันตรายของสารเคมีหรือสารระเหย (Volatile Organic Compounds, VOCs) อาทิเช่น Acetone และ Ethanol เป็นต้น ระหว่างการทำงานไม่ว่าจะเป็นจากการสัมผัสกับผิวหนังโดยตรง หรือทางการหายใจก็ตาม อีกวัตถุประสงค์รองลงมาคือเพื่อป้องกันผลกระทบของการหกหรือกระเด็นในส่วนพื้นที่ปฏิบัติงาน โดยมีหลักการทำงานคือเริ่มจากการดูดอากาศภายในบริเวณที่เครื่องนี้ตั้งอยู่ ผ่านทางด้านหน้าของเครื่องไปทางผนังด้านหลัง และไหลไปตามท่อลมนอกเครื่อง จนส่งออกสู่ภายนอกอาคารในที่สุด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

รูปที่ 3.3 ตู้ดูดอากาศ ที่มา: หน่วยวิจัยและบริการเครื่องมือกลาง วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

14. ตู้ดูดความชื้น (Electronic Dry Cabinet) ยี่ห้อ WEIFO รุ่น DRY-60 วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ภายในตู้ดูดความชื้น ประกอบด้วย Shape memory alloy & IC Timer และซีโอไลต์(Zeolite) เมื่อค่าความชื้นภายในตู้ไม่เป็นไปตามค่าที่กำหนด IC Timer ซึ่งทำหน้าที่ตรวจจับความชื้นภายในตู้ จะสั่งการให้ Shape memory alloy ทำปฏิกิริยากับกระแสไฟฟ้า ทำให้ขดลวดคลายตัว และวาล์วเปิดออกให้อากาศภายในตู้เข้ามาที่กล่องดูดความชื้น เพื่อเข้ากระบวนการดูดซับ โดยซีโอไลต์จะทำหน้าที่ในการดูดซับความชื้นและปล่อยออกนอกตู้ เมื่อค่าความชื้นเป็นไปตามค่าที่เรากำหนด IC Timer จะสั่งให้ Shape memory alloy หยุดทำงาน ขดลวดจะหดตัว เพื่อให้วาล์วปิด การทำงานจะวนเวียนอยู่ แบบนี้อย่างอัตโนมัติ เพื่อรักษาระดับความชื้นภายในตู้ ขั้นตอนในการลดความชื้นทั้งหมดจะไม่มีความร้อนเข้ามาเกี่ยวข้อง และไม่เกิดหยดน้ำขึ้นภายในตู้ จึงทำสิ่งของที่เรเก็บคงสภาพอยู่ได้อย่างยาวนาน โดยไม่เสื่อมสภาพ



รูปที่ 3.4 ตู้ดูดความชื้น ที่มา: หน่วยวิจัยและบริการเครื่องมือกลาง วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

15. เครื่องผลิตน้ำปราศจากไอออน (Deionization Water) ยี่ห้อ WATER PRO PS รุ่น LABCONCO 9000502 วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อาศัยหลักการของไฟฟ้าเพื่อสร้างให้เกิดความต่างศักย์ที่ปลายขั้วทั้งสองข้างของแผ่น Anode และ Cathode โดยมีสารกรอง Mixed Resin ซึ่งถูกประกบด้วย Cation Membrane และ Anion Membrane วางเรียงซ้อนกันเหมือนแซนวิชประกบเป็นคู่ ๆ เมื่อมีน้ำไหลผ่านเข้าไปในช่องของ Mixed Resin สนามไฟฟ้าประจุบวกจะดึงประจุลบในน้ำผ่าน Anion Membrane และสนามไฟฟ้าประจุลบจะดึงประจุบวกผ่าน Cation Membrane ประจุของสารละลายจะมารวมกันในช่องของ Concentrate ซึ่งจะทำให้น้ำในส่วนนี้มีความเข้มข้นสูงขึ้นไปและปล่อยออกทิ้ง ขณะเดียวกันจะเกิดการแตกตัวของ H^+ และ OH^- ในโมเลกุลของน้ำในบริเวณที่ Cation Resin และ Anion Resin สัมผัสกันทำให้เกิดการล้างคืนรูปสารกรอง Resin ไปพร้อมกัน ทำให้น้ำที่ออกจากส่วนของสารกรองเป็นน้ำบริสุทธิ์ไม่จำเป็นต้องล้างคืนรูปสารกรองอีกต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 3.5 เครื่องผลิตน้ำปราศจากไอออน ที่มา: หน่วยวิจัยและบริการเครื่องมือกลาง วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

16. เครื่องวัดความหนาฟิล์ม (Surface profiler) รุ่น Veeco-Dektak 150 เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวัดค่าคุณสมบัติความหนาของพื้นผิว (Surface thickness) โดยใช้ปลายวัด (Stylus) ซึ่งทำด้วยเพชร ลากไปยังบริเวณพื้นผิวที่ต้องการวัดในระยะทางที่กำหนด จากนั้นเครื่องจะเปลี่ยนกระแสไฟฟ้าเป็นค่าคุณสมบัติของผิว (Surface parameter) ซึ่งเครื่องจะทำการคำนวณและแปลผลออกมาให้อยู่ของกราฟ



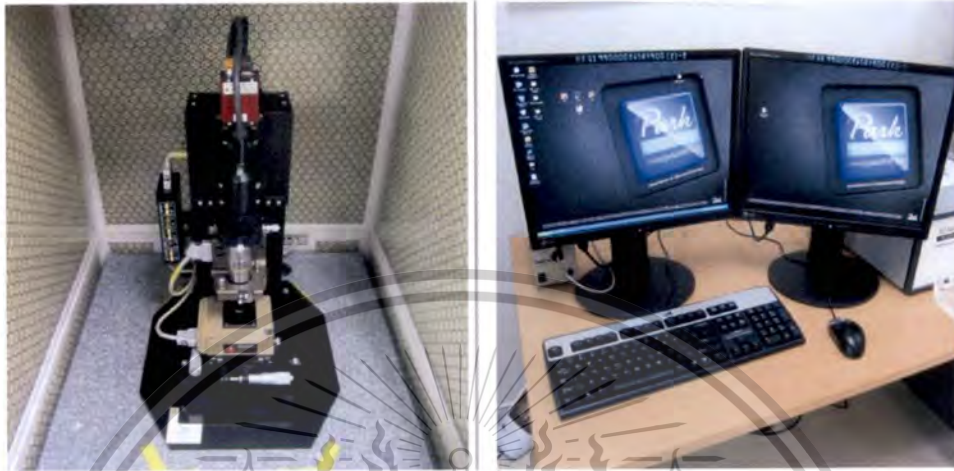
รูปที่ 3.6 เครื่องวัดความหนาฟิล์ม ที่มา: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

17. กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy) รุ่น Park system XE 100 วิทยาลัย เอกสารนี้เป็นนวัตกรรมที่จัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังไปเป็นเครื่องมือที่ใช้ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

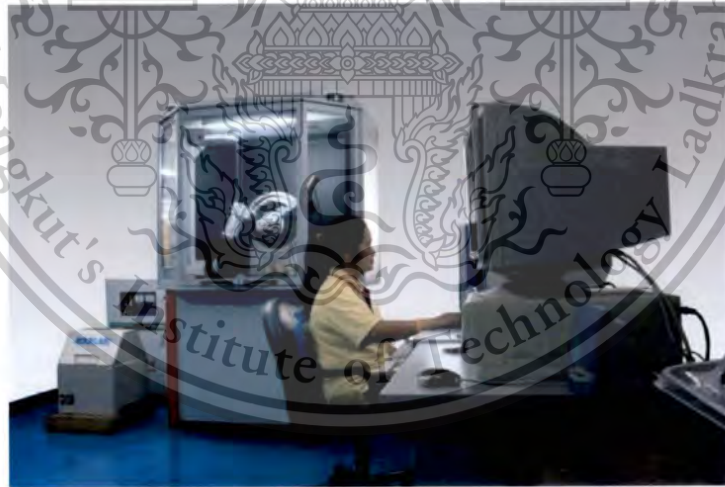
Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ในการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน โดยอาศัยหลักการของอันตรกิริยาของแรงระหว่างอะตอม ระหว่างหัวเข็มวัดในระดับนาโนกับพื้นผิวของสาร และจะทำการประมวลผลออกในลักษณะของภาพพื้นผิว



รูปที่ 3.7 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ที่มา: หน่วยวิจัยและบริการเครื่องมือกลาง วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

18. เครื่องวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่น D8 Advance ภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



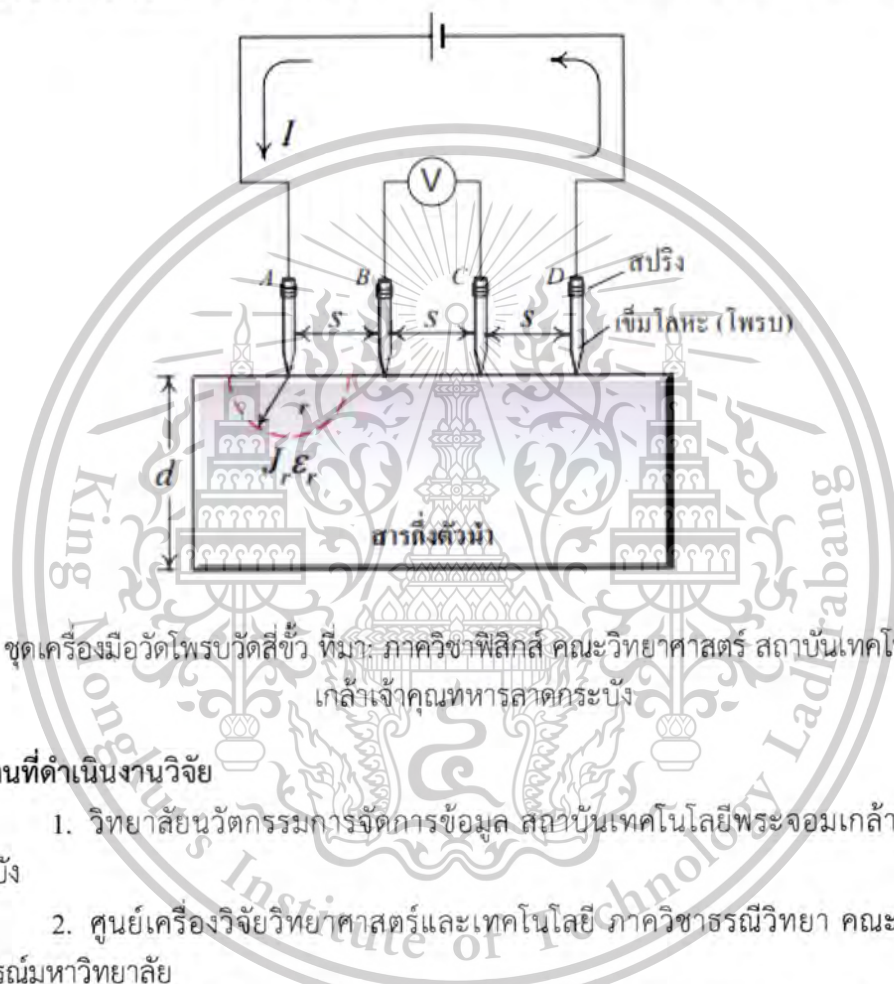
รูป 3.8 เครื่องวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่มา: ศูนย์เครื่องวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

19. ชุดเครื่องมือวัดโพรบวัดสี่ขั้ว (4-point probe) พร้อมชุดจับยึดและขับเคลื่อนที่ได้ โดยการคิดค้นและพัฒนาของภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โพรบวัดสี่ขั้วนี้เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับการวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มตัวอย่างที่เป็นสารกึ่งตัวนำ อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดและทดลอง ประกอบด้วยเข็มโลหะจำนวน 4 เข็ม มีปลายแหลม 4 เข็มนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

และอาจมีสปริงช่วยทำให้ปลายของเข็มถูกกดและสามารถสัมผัสกับระนาบผิวหน้าด้านที่เคลือบฟิล์มบางของชิ้นงานสารกึ่งตัวนำได้เป็นอย่างดี เข็มทั้ง 4A, B, C และเข็ม D อยู่ห่างกันเป็นระยะ s เท่า ๆ กัน ซึ่งในทางปฏิบัติทุกๆไป จะมีค่าราว มม ดังแสดงในรูปที่ 1 - 0.53.10 และอยู่ในแนวระนาบเดียวกัน ในการวัดจะเริ่มจากการปล่อยกระแสคงที่เข้าไปที่เข็มนอกสุด คือเข็ม A และ D ทำให้มีกระแสไหลจากขั้ว A ผ่านเนื้อสารกึ่งตัวนำไปยังเข็ม D จึงเกิดมีแรงดันตกคร่อมเนื้อสารและถูกวัดออกมาที่ขั้ว B และ C หลังจากนั้นนำค่ากระแสคงที่ I และแรงดัน V ที่วัดได้มาคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าได้



รูปที่ 3.9 ชุดเครื่องมือวัดโพรบวัดสี่ขั้ว ที่มา: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

3.3 สถานที่ดำเนินงานวิจัย

1. วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
2. ศูนย์เครื่องวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
4. หน่วยวิจัยเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
5. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

3.4 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

ฟิล์มตัวอย่างได้ถูกปลูกลงบนแผ่นรองรับ Si (100) ขนาด $3 \times 3 \text{ cm}^2$ โดยใช้เทคนิครีเอกทีฟดีซีแมกนิตรอนสปัสเตอริง จากเป้าไททาเนียม ขนาด 99.99 ความบริสุทธิ์) นิ้ว 35% จาก Kurt J. Lesker Company (โดยใช้กำลังไฟฟ้าคงที่ 150 W จากดีซีเพาเวอร์ซัพพลาย) Advanced Energy Industries,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้า ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

Fort Collins, CO, USA ในโหมดควบคุมกำลังไฟฟ้าคงที่ () power regulation ก๊าซอาร์กอน ((Ar) และ ก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) ความบริสุทธิ์ 99.999% ถูกใช้ในกระบวนการสปัสเตอร์ริงถูกควบคุมด้วยอุปกรณ์ Mass Flow Controller ก่อนการเคลือบฟิล์มแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ถูกล้างทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลายอะซิโตนและเมทานอล จากนั้นกำจัดออกไซด์ที่ผิวหน้าของแผ่นรองรับ (SiO_2) โดยจุ่มลงในกรดไฮโดรฟลูออริกเจือจางนาน 30 นาที ทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออนและเป่า นาที่ 1 ให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน จากนั้นจึงนำแผ่นรองรับเข้าห้องเคลือบสุญญากาศ กำหนดระยะระหว่างแผ่นรองรับถึงเป้าเท่ากับ 1 เซนติเมตร อากาศภายในห้องสุญญากาศถูกสูบออกจนมีความดันพื้นเท่ากับ 3×10^{-5} mbar จากนั้นทำการลดปริมาณแก๊สที่หลงเหลือในระบบ (residual gases) โดยการใส่ก๊าซอาร์กอนที่ความดันทำงาน 4×10^{-3} mbar เป็นเวลา นาที่ ต่อจากนั้นทำความสะอาดผิวหน้าเป้าโดยการสปัสเต 15 150 อริงที่ กำลังไฟฟ้า W เวลา นาที่ ที่ความดันเดียวกัน 15

ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาผลของปริมาณก๊าซอะเซทิลีนที่มีต่อการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอนภายในฟิล์ม โดยได้กำหนดปริมาณก๊าซอะเซทิลีนในสัดส่วนความดันย่อยเทียบกับความดันทำงานที่ 4×10^{-3} mbar มีค่าเท่ากับ 5%, 10%, 15% และ 20% ใช้เวลาทั้งหมดในการปลูก นาที่ จากนั้นจึงนำฟิล์มที่ 60 คคลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ได้ไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค (GIXRD, BRUKER AXS: D8 DISCOVER) และเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี (Thermo scientific DXR SmartRaman) โดยใช้เลเซอร์ที่มีความยาวคลื่น 532 nm ทำการวัดในช่วง 1000cm^{-1} ถึง 2000cm^{-1} การวิเคราะห์สัดส่วนทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (EDS Oxford Instrument: SDD X-Max) ขนาดเกรนและพื้นผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM Park systems : XE100) ค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มถูกวัดโดยวิธี 4-point probe (Keithley 2410)

ในการวิเคราะห์โครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน จะใช้ผลการวิเคราะห์สัดส่วนของปริมาณโครงสร้าง sp^3 ต่อ sp^2 ไฮบริดเซชันของคาร์บอนทางอ้อม โดยสามารถคำนวณได้จากพื้นที่ใต้กราฟของสัญญาณพีคที่แทนโครงสร้างของแกรไฟต์หรือ sp^2 ซึ่งให้รามานพีคอยู่ที่ประมาณ 1550cm^{-1} (G-band) และความเข้มพีคที่แทนโครงสร้างของแกรไฟต์แบบผลึกหลายรูปที่ประมาณ 1355cm^{-1} ซึ่งเป็นดีสออเดอร์จากโหมดการสั่นที่ขอบเขตเกรนของแกรไฟต์ให้เข้าสู่โครงสร้าง sp^3 (D-band) โดยจากรายงานการทดลองของ (Liang *et al.*, 2012) พบว่าค่าอัตราส่วน I_D/I_G สามารถบ่งบอกถึงสัดส่วนโครงสร้าง sp^3 ได้ กล่าวคือ ถ้าค่า I_D/I_G มีค่าน้อยแสดงว่าสัดส่วนโครงสร้าง sp^3 จะมีค่ามาก เช่นเดียวกับฟิล์มประเภทเตตระฮีดรอล อะมอร์ฟัสคาร์บอน (tetrahedral amorphous carbon, ta-C) ทั้งนี้เนื่องจาก D-band เกิดจากการสั่นที่เป็นการสั่นแบบหดขยายของวงอะโรมาติก (aromatic) ซึ่งเป็นโครงสร้างแบบ sp^2 ที่มีลักษณะเป็นวง ส่วน G-band นั้นเกิดจากการสั่นที่เป็นการสั่นของกลุ่มคาร์บอนโครงสร้างแบบ sp^2 ที่ถูกล้อมรอบด้วยโครงสร้าง sp^3 โดยปกติแล้วถ้าเป็นแกรไฟต์แบบไพโรไลติก (pyrolytic) สเปกตรัมรามานจะปรากฏตำแหน่ง 1580cm^{-1} เท่านั้นไม่เป็นแถบและไม่มี D-band นอกเสียจากการแตกออกเป็นเกรน (grain) แยกกัน เช่น กรณีถูกฉายด้วยไอออนพลังงานสูง หรือในกรณีผลึกพหุแกรไฟต์จะเริ่มปรากฏตำแหน่ง D-band (Asari, 2000) ดังนั้นถ้า D-band มีพื้นที่ใต้ยอดคลื่นน้อยแสดงว่าโครงสร้าง sp^2 แบบวงอะโรมาติกมีน้อย ยอดคลื่นมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่หรือใช้

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

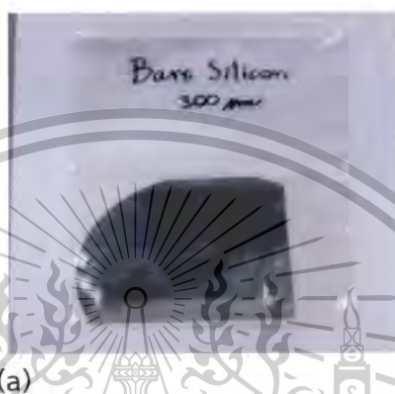
This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

Robertson, 2002) ด้วยเหตุนี้จึงทำให้สามารถหาสัดส่วนโครงสร้าง sp^3 จากค่าอัตราส่วน I_D/I_G ได้ (นฤทธิ, 2012)

1. การเตรียมวัสดุรองรับ

วัสดุรองรับที่ใช้ในการทดลองเป็นซิลิกอน เวเฟอร์ ขนาด 1×1 นิ้ว หนา 300 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.10 (a)



รูป 3.10 (a) วัสดุรองรับซิลิกอน เวเฟอร์ ที่มา: วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

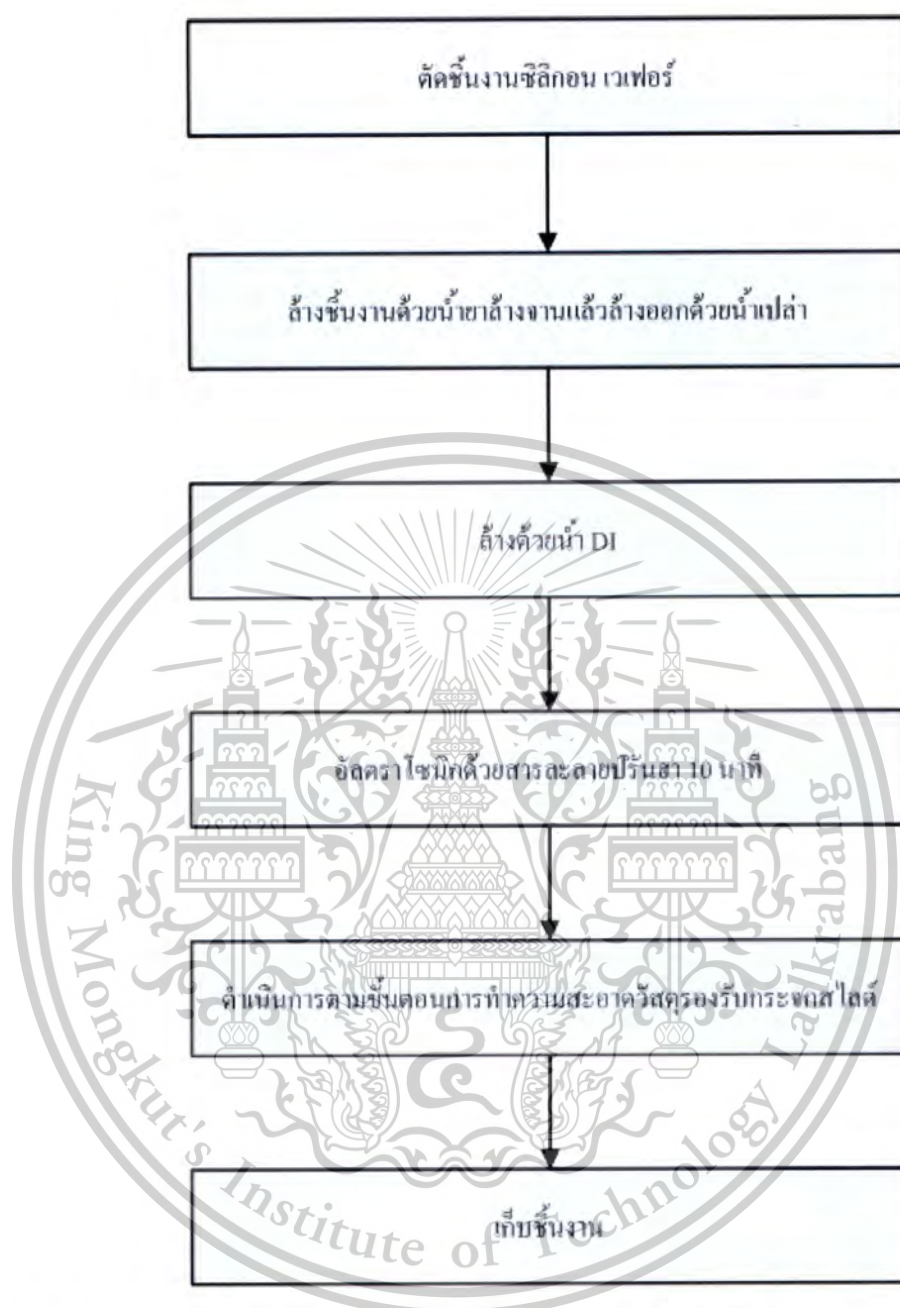
ซึ่งวัสดุรองรับเหล่านี้ก่อนนำมาศึกษาหรือเคลือบฟิล์มจะต้องนำมาทำความสะอาดสิ่งสกปรกที่อยู่บนผิวของวัสดุรองรับให้ปราศจากคราบฝุ่นไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ เพื่อให้ได้ผิวกระจกสไลด์และซิลิกอนเวเฟอร์ที่สะอาดทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิววัสดุรองรับทั้งสอง ซึ่งจะส่งผลกระทบต่อสมบัติที่ดีของฟิล์มด้วย ดังนั้นจึงมีขั้นตอนการทำความสะอาดแบ่งตามประเภทของวัสดุรองรับ ดังนี้

การทำความสะอาดวัสดุรองรับซิลิกอน เวเฟอร์
เริ่มจากตัดชิ้นงานซิลิกอน เวเฟอร์ให้มีขนาด 1×1 นิ้ว นำชิ้นกระจกสไลด์ล้างด้วยน้ำยาล้างจาน เพื่อขจัดฝุ่นและคราบไขมันแล้วล้างออกด้วยน้ำเปล่า แล้วล้างออกด้วยน้ำกลั่น (DI) จากนั้นนำชิ้นงานไปอัลตราโซนิกด้วยสารละลายปิรันฮา (Piranha solvent) ซึ่งเป็นสารผสมระหว่างกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ในอัตราส่วน ($H_2SO_4: H_2O_2 = 3:1$) เพื่อกำจัดอนุภาคปนเปื้อนที่เป็นสารอินทรีย์ออกจากพื้นผิวแผ่นซิลิกอน เป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นดำเนินการตามขั้นตอนเดียวกันกับการทำความสะอาดวัสดุรองรับกระจกสไลด์ดังกล่าวข้างต้นในหัวข้อที่ 1.1 (การทำความสะอาดวัสดุรองรับกระจกสไลด์) โดยขั้นตอนการล้างวัสดุรองรับซิลิกอน เวเฟอร์แสดงดังรูปที่ 3.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูป 3.11 แผนภาพไดอะแกรมแสดงการทำความสะอาดชั้นงานซิลิกอน เวเฟอร์

หมายเหตุ ควรนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว ไปทำการเคลือบฟิล์มทันทีหากเป็นไปได้ ไม่ควรเก็บวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดแล้วไว้เป็นเวลานานเกินไป เพราะอาจมีสิ่งปนเปื้อนต่าง เช่นฝุ่นชนิดต่างๆ ไออน้ำ และสารเคมีจับผิวหน้าวัสดุรองรับได้ แม้จะเก็บไว้ในภาชนะที่ป้องกันอย่างดีก็ตาม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับโครงการวิจัยเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ โดยวิธี ดีซี รีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (DC Magnetron Sputtering) จากเป้าไททาเนียมเคลือบบนวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอน เวเฟอร์ และใช้ก๊าซอาร์กอน (Ar) 99.995 % กับก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) เป็นก๊าซพลาสมา โดยควบคุมการไหลของก๊าซด้วย mass flow controller ในการทดลองจะมีพารามิเตอร์ที่สำคัญต่าง ๆ ของการเคลือบฟิล์มที่ต้องพิจารณา ได้แก่ ความดันก๊าซอาร์กอน กำลังไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบ และระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับ เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยได้ควบคุมระยะห่างระหว่างเป้ากับวัสดุรองรับที่ 3 เซนติเมตร แล้วนำฟิล์มที่เตรียมตามสภาวะเงื่อนไขต่าง ๆ ไปศึกษาสมบัติโครงสร้าง สมบัติพื้นผิว สมบัติการยึดเกาะ สมบัติการนำไฟฟ้า และสมบัติความเป็นแม่เหล็ก โดยมีรายละเอียดการเตรียมฟิล์มดังนี้

1. ทำความสะอาดภายในภาชนะสุญญากาศ (Chamber) โดยเก็บเศษฝุ่นผง และเช็ดทำความสะอาดสะอาดคราบสกปรกภายในที่เกิดขึ้นขณะสปัตเตอริงในครั้งที่ผ่านมามากให้หมด ใช้แอลกอฮอล์ล้างทำความสะอาดในภาชนะสุญญากาศเพื่อป้องกันคราบติดตามผนังขณะสปัตเตอริง

2. นำวัสดุรองรับที่เตรียมไว้ในข้อ 1 มาวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ งขึ้นงาน (ทั้งกระจกสไลด์) รองรับ ซึ่งอยู่ด้านล่างของภาชนะสุญญากาศ และเป็นขั้วบวก (Anode) เพื่อใช้เป็นขั้วงานเคลือบ โดยมีเป้าไททาเนียมที่ติดอยู่ด้านบนและเป็นขั้วลบ (Cathode) ดังแสดงในรูปที่ 3.14 กำหนดระยะห่างระหว่างเป้ากับวัสดุรองรับเป็น 3 เซนติเมตร ก่อนทำการสปัตเตอริงต้องปิดเป้าด้วยชัตเตอร์ (Shutter)

3. เปิดสวิตช์เครื่องทำความเย็นและระบบน้ำหล่อเย็นเพื่อระบายความร้อนของเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion pump : DF) และขั้วลบ (Cathode) ขณะทำการสปัตเตอริง

4. เปิดสวิตช์ควบคุมเครื่องสปัตเตอริง เปิดระบบปั๊มเริ่มจากเปิดสวิตช์เครื่องสูบลูก (Rotary pump : RP) เปิดเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion pump : DF) สร้างสภาวะสุญญากาศในภาชนะสุญญากาศจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 8.5×10^{-6} mbar ซึ่งจะใช้เป็นค่าความดันเริ่มต้น (Base Pressure) ของระบบก่อนที่จะทำการเคลือบฟิล์ม

5. เปิดระบบก๊าซอาร์กอน (Ar) หมุนเปิดวาล์วที่ถึงก๊าซและปรับปริมาตรการปล่อยก๊าซ เพื่อปล่อยก๊าซอาร์กอนจากถังบรรจุก๊าซเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยปรับวาล์วจนความดันภายในภาชนะสุญญากาศมีค่าตามสภาวะเงื่อนไขที่ต้องการ โดยการปรับผ่าน mass flow controller ควบคุมความดันก๊าซอาร์กอนจนกว่าจะคงที่

6. เปิดแหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้า หมุนปรับเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้า (Volt) แล้วปรับกำลังไฟฟ้าตามที่ต้องการตามเงื่อนไขที่กำหนด เพื่อป้องกันกำลังไฟฟ้าให้แก่คาโทด จนกระทั่งเกิดกระบวนการไอออไนซ์ขึ้นในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน โดยชัตเตอร์ยังคงปิดกั้นระหว่างคาโทดกับชิ้นงาน

7. ทำการพรีสปัตเตอริง (Pre-sputtering) บริเวณผิวหน้าของเป้าไททาเนียมโดยไม่ต้องเปิด ชัตเตอร์เพื่อเป็นการทำความสะอาดผิวหน้าเป้าก่อนการเคลือบเป็นเวลาประมาณ 5 นาที หรือรองจนกว่าค่าความดันก๊าซอาร์กอนที่ตั้งไว้ในขั้นตอนที่ 5 นั้นจะคงที่ บันทึกผลค่า (V_{pre}) และ (I_{pre}) ที่เกิดขึ้นจากโวลต์มิเตอร์และแอมป์มิเตอร์แสดงบนแหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้า

8. เริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ โดยทำการป้องกันกำลังไฟฟ้าให้แก่คาโทดตามสภาวะเงื่อนไขที่ต้องการ และทำการเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าสารเคลือบออก เพื่อเริ่ม

กระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนชิ้นงาน พร้อมทั้งบันทึกผลค่าต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความดัน (P_{coat}) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มทำการเคลือบฟิล์ม

9. ทำการเคลือบฟิล์มตามเวลา (t) ที่กำหนด

10. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดชัตเตอร์ ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดระบบน้ำหล่อเย็น และปิดแก๊สอาร์กอน รอให้ภายในภาชนะสุญญากาศค่อย ๆ เย็นลงแล้วจึงเปิดอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศเพื่อเปิดเอาชิ้นงานออกมา

11. นำชิ้นงานฟิล์มบางออกจากภาชนะสุญญากาศ และทำการวิเคราะห์ตรวจสอบสมบัติต่างๆ ต่อไป

3. การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์

หลังจากเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ซิลิกอน เวเฟอร์แล้ว นำฟิล์มบางที่ได้มาทำการวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ โดยแบ่งการวิเคราะห์ตามสถานะเงื่อนไขในการเตรียมทั้ง 2 สถานะดังต่อไปนี้ ฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ที่เตรียมได้ภายใต้สถานะเงื่อนไขอัตราส่วนก๊าซ $\text{Ar}:\text{C}_2\text{H}_2$ ที่กำลังต่างกัน

- การวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้าง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ Raman Spectroscopy และ X-Ray Diffraction: XRD
- การวิเคราะห์สมบัติพื้นผิว โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม
- การวิเคราะห์องค์ประกอบเชิงเคมีด้วย EDS
- การวิเคราะห์สมบัติไฟฟ้า โดยใช้เครื่องวัดความต้านทานไฟฟ้า (HP Digital Multimeter) ชนิด 4 โพรบ (4-point probe)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

บทที่ 4

ผลการทดลอง

ในบทนี้ จะนำเสนอผลการศึกษาการกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมคาร์ไบด์โดยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอริงโดยกำหนด อัตราส่วนความดันย่อยของรีแอคทีฟแก๊สอะเซทิลีนในช่วง %20-%5 จากผลการทดลองพบว่า ค่าความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีนส่งผลโดยตรงต่อสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์ม ได้แก่ สมบัติเชิงโครงสร้างผลึก การเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน อัตราส่วนของไททานเนียมและคาร์บอน ภายในฟิล์ม พื้นผิวของฟิล์มและสมบัติการนำไฟฟ้า ดังนี้

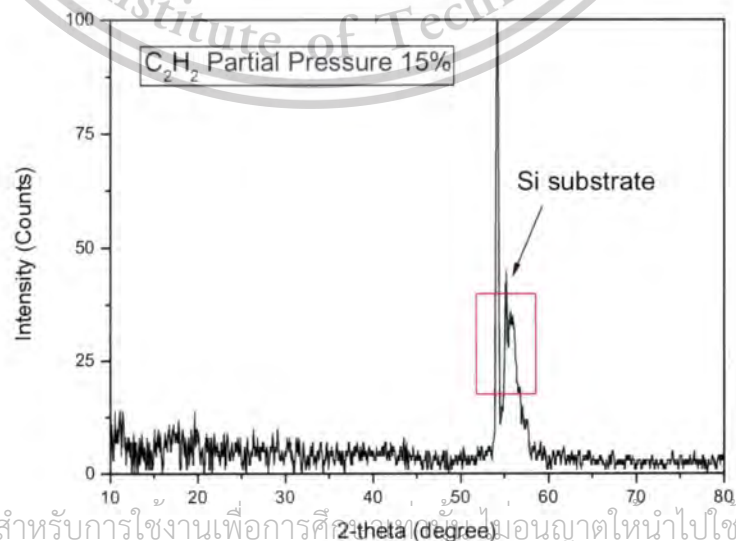
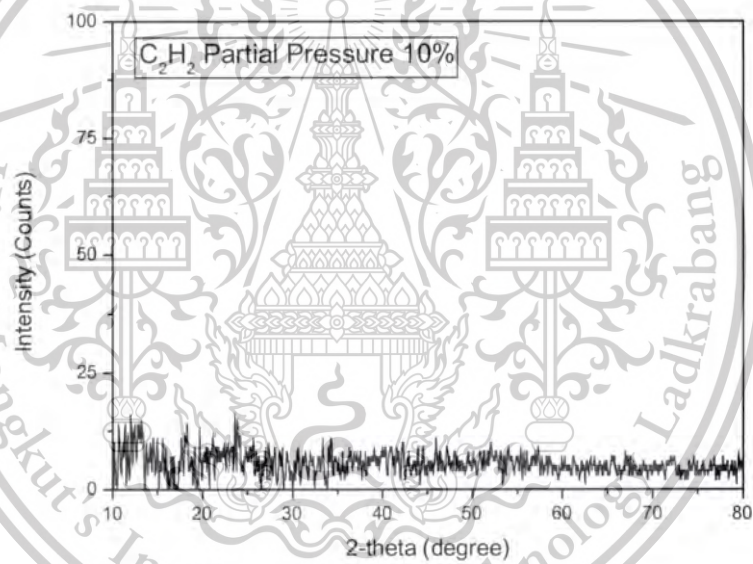
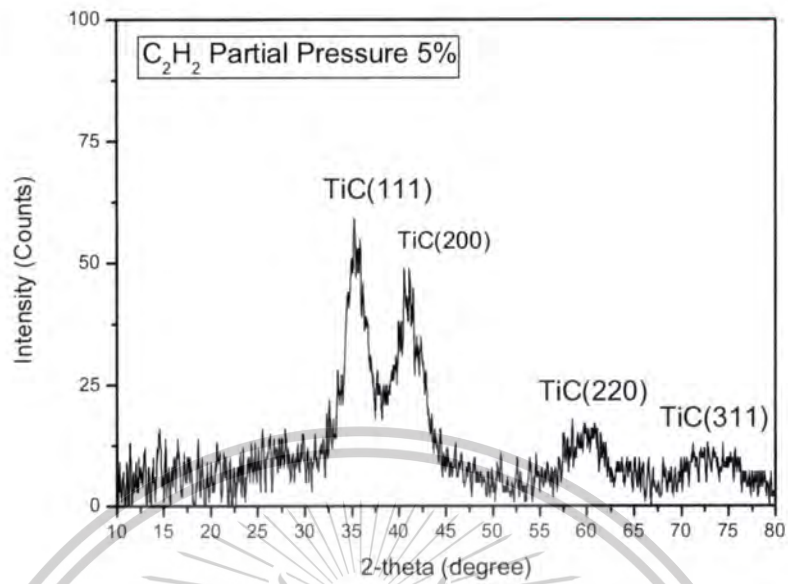
4.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง

จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แบบ Grazing X-ray diffraction พบว่า ที่อัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ 5% ฟิล์มที่ได้มี มีโครงสร้างแบบร็อคซอลท์ (NaCl type) แบบ face-centered cubic (fcc) ของ TiC โดยพบการเกิดระนาบ (111)(200) (220) และ จากการเปรียบเทียบฐานข้อมูล (311)JCPDS Card No. 73-0472 ดังรูปที่ 1(a) พีคมีลักษณะกว้าง (broad peaks) เกิดขึ้นเนื่องจากความเค้นสูงภายในฟิล์มหรืออาจเกิดจากพันธะระหว่างคาร์บอนและไฮโดรเจน (C-H bonds) ภายในฟิล์ม การเกิดระนาบโดดเด่น (111) สอดคล้องกับผลการทดลองของ (Wang et al., 2008), ซึ่งได้อธิบายกลไกการเกิดระนาบจากพลังงานพื้นผิว (surface energy) ในกระบวนการเคลือบฟิล์ม ที่สถานะพลังงานพื้นผิว (surface energy) ที่ต่ำที่สุด จะทำให้เกิดโครงสร้างของระนาบ (111) เนื่องจากความสามารถในการเคลื่อนที่ของอะตอมเพิ่มมากขึ้นระหว่างการเคลือบทำให้ฟิล์มมีการคลายตัว (relaxation) ส่งผลถึงระดับพลังงานที่ลดลง เมื่อเพิ่มอัตราส่วนความดันย่อยมากขึ้นฟิล์มแสดงลักษณะโครงสร้างแบบอะมอร์ฟัสดังรูปที่ 1(b), 1(c) และ 1(d) เนื่องจากที่อัตราส่วนความดันย่อย C_2H_2 เท่ากับ 15% และ 20% ฟิล์มมีความหนาแน่น จึงทำให้พบสเปกตรัมของ Si-wafer จากการวัด Grazing X-ray diffraction ซึ่งไม่สามารถระบุโครงสร้างภายในของฟิล์มได้ แต่สันนิษฐานได้ว่าน่าจะเกิดโครงสร้างของอะมอร์ฟัสคาร์บอน จึงต้องอาศัยการวิเคราะห์รามานสเปกโทรสโกปี เห็นได้ว่าปริมาณก๊าซอะเซทิลีนจึงมีความสำคัญอย่างมากต่อการเกิดโครงสร้างผลึกของ TiC ในกระบวนการรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

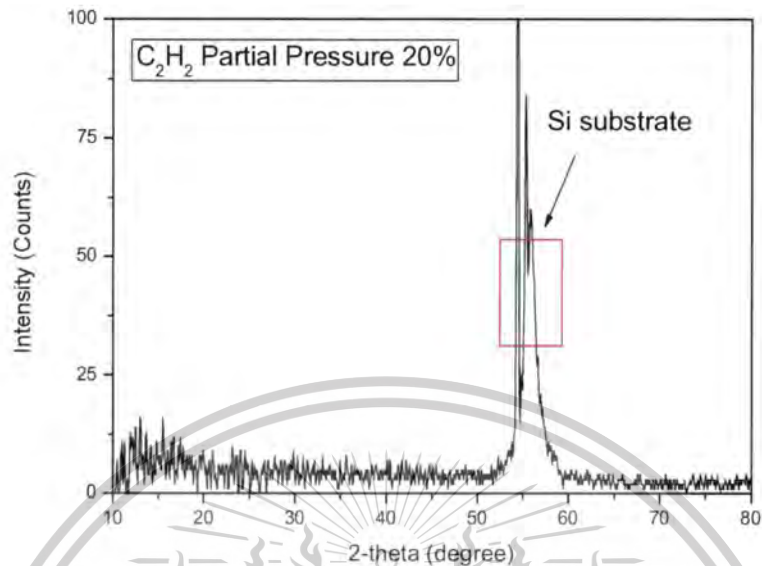
Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



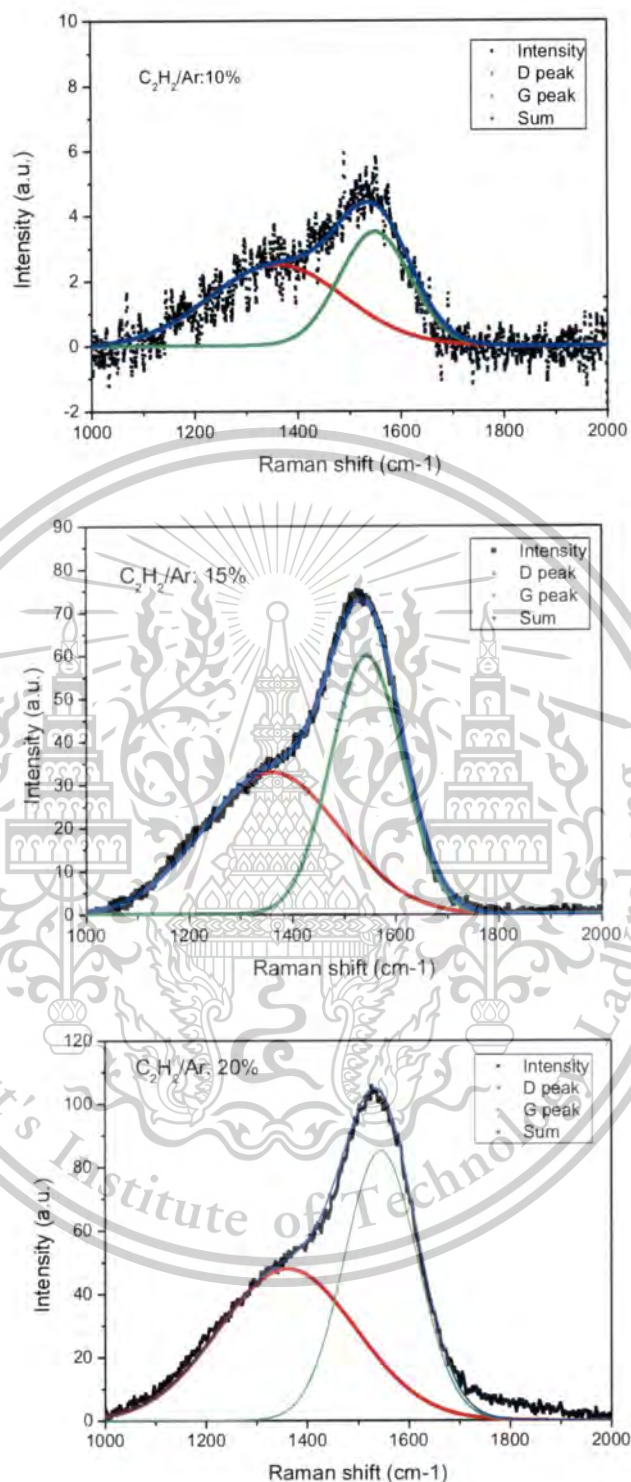
รูปที่ 4.1 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบาง ที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ 5%, 10%, 15% และ 20% ตามลำดับ

จากการวิเคราะห์ฟิล์มตัวอย่างที่มีโครงสร้างแบบอะมอร์ฟัส (10%, 15% และ 20%) โดยวิธี Dispersive Raman spectroscopy พบสเปกตรัมของรามานที่ตำแหน่งประมาณ 1360 cm^{-1} และที่ตำแหน่งประมาณ 1560 cm^{-1} โดยอาศัย Gaussian fitting ค่า FWHM ของ G-band มีค่าประมาณ 170 cm^{-1} โดยกราฟเส้นสีแดงแสดงพีกของ D-band กราฟเส้นสีเขียวแทนพีกของ G-band ซึ่งสามารถระบุได้เป็นโครงสร้าง Disorder carbon (D-band) และ Graphite carbon (G-band) (Robertson, 1993) ดังแสดงได้ในรูปที่ 2 ทำให้ทราบว่าฟิล์มที่เตรียมด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อย 10%, 15% และ 20% มีโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร หรือ Diamond Like Carbon (DLC) โดยเมื่อเพิ่มปริมาณอัตราส่วนความดันย่อย 10%-20% ฟิล์มมีโครงสร้างของอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่ชัดเจนขึ้น สังเกตได้จากค่าความเข้มของสเปกตรัมที่สูงขึ้น นอกจากนี้หากพิจารณาค่าอัตราส่วนความเข้มของพีก I_D/I_G ซึ่งจะสามารถระบุถึงโครงสร้าง ของอัตราส่วน $sp^3:sp^2$ ไฮบริดเซชันโดยทางอ้อม พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จะมีอัตราส่วนความเข้มของพีก I_D/I_G อยู่ระหว่าง สามารถระบุถึงโครงสร้าง ของ 1.32-1.03 อัตราส่วน $sp^3:sp^2$ ไฮบริดเซชัน ประมาณ 40-30% จะเห็นได้ว่าปริมาณก๊าซอะเซทิลีนจึงมีความสำคัญอย่างมากต่อการเกิดโครงสร้าง DLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 4.2 สเปกตรัมรามานของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบอะมอร์ฟัสโดยมี เจือปนไฮโดรคาร์บอนความเข้มข้นน้อย C₂H₂:Ar เท่ากับ 10%, 15% และ 20% ตามลำดับ

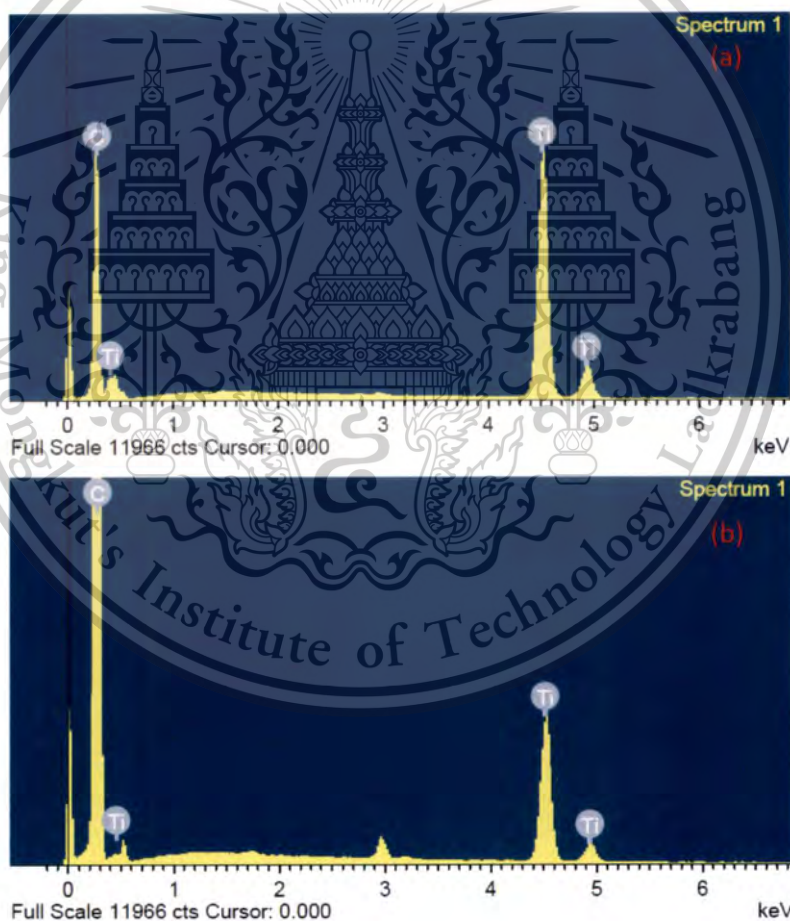
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

4.2 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม

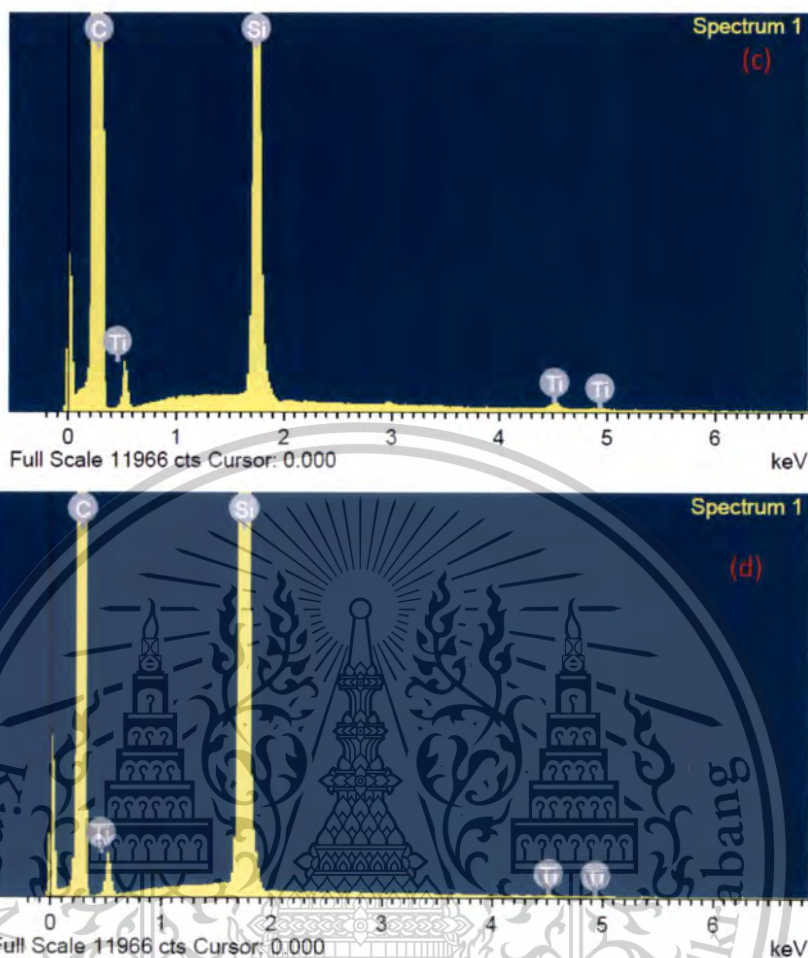
จากการวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มโดยวิธีการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (EDS) ลำอิเล็กตรอน 20kV บนพื้นที่ขนาด $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ ดังแสดงในรูปที่ 3 พบว่า ที่อัตราส่วนความดันย่อยที่ 5% ฟิล์มมีส่วนประกอบของไททาเนียมและคาร์บอนประมาณ 25:75 at.% แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนความดันย่อยที่ 10% จะส่งผลให้ปริมาณของคาร์บอนเพิ่มขึ้นอย่างมากถึง 6:94 at.% และที่อัตราส่วนความดันย่อยที่ 15% และ 20% จะมีองค์ประกอบเกือบทั้งหมดเป็นคาร์บอน (0.5:99.5 at.%) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าฟิล์มคาร์บอนที่สมบูรณ์ สอดคล้องกับผลการวัดรามานสเปกโทรสโกปี ซึ่งแสดงว่าที่อัตราส่วนดังกล่าวลักษณะของการเกิดฟิล์มเป็นกระบวนการเคลือบแบบ poisoning mode และ หรือ/gas plasma deposition ซึ่งทำให้โครงสร้างของฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอน เนื่องจากฟิล์มที่เตรียมด้วยอัตราส่วนความดันย่อยที่ 15% และ 20% มีความหนาแน่นน้อยกว่า กঠมของแผ่นรองรับซิลิคอน สอดคล้องกับผลการวัดไมโครเมตร จึงทำให้พบสเป 1 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 4.3 EDS spectrum ของฟิล์มบาง ที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ (a) 5%, (b) 10%, (c) 15% และ (d) 20% ตามลำดับ

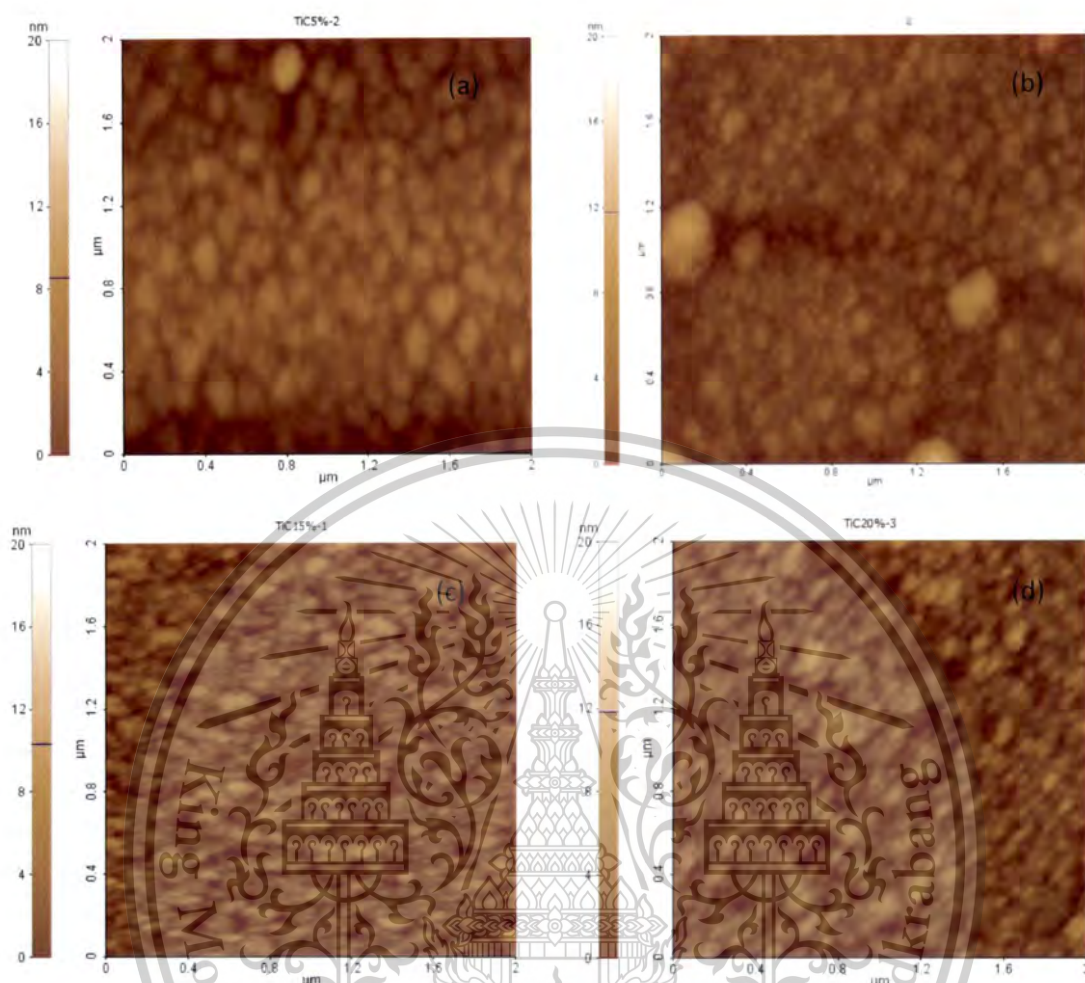
4.3 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

จากการวัดพื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) บนพื้นที่ขนาด $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้มีพื้นผิวที่เรียบในระดับนาโนเมตร โดยที่อัตราส่วนความดันย่อย 5% พบขนาดของเกรนใหญ่ที่สุดและมีความสม่ำเสมอ จากนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณอัตราส่วนความดันย่อย 10% ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยลดลง ฟิล์มมีความไม่สม่ำเสมอของเกรนมากขึ้น หลังจากนั้นที่อัตราส่วนความดันย่อย 15% และ 20% พบเกรนมีขนาดเล็กลงและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น ดังแสดงตามภาพในรูปที่ 4 ซึ่งสอดคล้องกับสมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มที่มีการเปลี่ยน โครงสร้างแบบพหุสัณฐานโหนดไปเป็นโครงสร้างแบบอะมอร์ฟัสคาร์บอนและองค์ประกอบของฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่สมบูรณ์ขึ้นตามปริมาณสัดส่วนความดันย่อยที่มากขึ้น โดยมีเกรนขนาดเล็ก นอกจากนี้ค่าความหยาบ (roughness) ของฟิล์มยังมีแนวโน้มลดลงตามการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน ในระดับ มีค่าในช่วง 2-1nm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



รูปที่ 4.4 ภาพ AFM ของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความเข้มข้นเท่ากับ (a) 5%, (b) 10%, (c) 15% และ (d) 20% ตามลำดับ

4.4 สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์ม

ความต้านทานแผ่น (sheet resistance) ถือเป็นสมบัติที่สำคัญอย่างหนึ่งในการประยุกต์ใช้กับอุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ เราสามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์ของค่าความต่างศักย์และค่ากระแสไฟฟ้าในการวัดฟิล์มโดยวิธี 4-point probe จากผลการทดลองพบว่าฟิล์มตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางไฟฟ้าจากตัวนำไฟฟ้า (conductor) ไปเป็นกึ่งตัวนำไฟฟ้า (semiconductor) และไม่นำไฟฟ้า (non-conductor) เมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนความเข้มข้นในกระบวนการเคลือบฟิล์ม โดยการนำไฟฟ้าจะแปรผันกับลักษณะเชิงโครงสร้างกับองค์ประกอบทางเคมีภายในฟิล์ม ซึ่งฟิล์มที่มีโครงสร้างของไททาเนียมคาร์ไบด์และมีอัตราส่วนไททาเนียมสูงจะมีการนำไฟฟ้าที่ดีสอดคล้องกับสมบัติพื้นฐานของไททาเนียมคาร์ไบด์ แต่เมื่อเริ่มเกิดโครงสร้างของอะมอร์ฟัสคาร์บอนภายในฟิล์มการนำไฟฟ้าจะลดลงอย่างมากจนไม่นำไฟฟ้าหรือเป็นฉนวนไฟฟ้าเมื่อมีโครงสร้างคล้ายเพชรมากขึ้น เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องวัดทำให้ไม่สามารถวัด

ค่าความต้านทานแผ่นได้ ซึ่งมีค่ามากกว่า $10^9 \Omega/\square$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ตารางที่ 4.1 ค่าความต้านทานผิวของฟิล์มกับอัตราส่วนความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีน

อัตราส่วนความดันย่อย	Sheet Resistance (Ω/\square)
5%	5.97
10%	3.86×10^3
15%	$> 10^9$
20%	$> 10^9$

4.5 กลไกการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน

กลไกการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอนสามารถอธิบายได้จากกระบวนการรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัสเตอริง ก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) จะเริ่มเกิดการทำปฏิกิริยาในพลาสมาดีสชาร์จเนื่องจากการชนกับอนุภาคพลังงานสูง จากนั้นจึงเกิดการแยกตัวออกเป็นอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น C และอะตอมที่มีประจุ เช่น C^+ , C^- จากนั้นจึงมีการจับตัวกันของคาร์บอนที่บริเวณผิวหน้าของเป้าไททาเนียมหรือเรียกปรากฏการณ์ (poisoning target) โดยปริมาณการจับตัวขึ้นอยู่กับสัดส่วนความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีนที่ใช้กระบวนการเคลือบฟิล์ม หลังจากนั้นก๊าซอาร์กอน ซึ่งจะแตกตัวไอออนเช่นกันจึงพุ่งชนที่ผิวหน้าของเป้าไททาเนียมที่มีคาร์บอนสะสมอยู่จึงทำให้อะตอมของคาร์บอนตกเคลือบเป็นฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอน นอกจากนี้คาร์บอนที่แตกตัวอยู่ในพลาสมายังสามารถเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของแผ่นรองรับทำให้เกิดฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนได้เช่นเดียวกัน เรียกกระบวนการ gas plasma deposition กระบวนการที่ทำให้เกิดฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนจำเป็นจะต้องควบคุมกำลังไฟฟ้าและความดันทำงานให้เหมาะสม ซึ่งจะสัมพันธ์กับอัตราการตกเคลือบของอะตอมและพลังงานของสปัสเตอร์อะตอมที่จับกันบนแผ่นรองรับจึงจะสามารถได้ฟิล์มที่มีคุณภาพดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

โครงการวิจัยนี้ได้ศึกษาเพื่อศึกษาเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ โดยเทคนิคดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาสมบัติเชิงโครงสร้าง ความแข็งและค่าความต้านทานไฟฟ้าฟิล์มไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ ที่เตรียมโดยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง และวิเคราะห์สภาวะเงื่อนไขในกระบวนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ ที่เหมาะสมต่อสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางไททาเนียมออกไซด์คาร์ไบด์ เช่น สมบัติเชิงโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิวและสมบัติความต้านทานไฟฟ้า จากผลการทดลองพบว่า ปัจจัยที่ส่งผลต่อคุณภาพฟิล์ม ได้แก่ สภาวะเงื่อนไขในการเคลือบฟิล์มและอัตราส่วนก๊าซ $Ar:C_2H_2$ ในขณะเคลือบฟิล์ม ในงานวิจัยนี้ได้ค้นพบการเกิดโครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอน จากกระบวนการเตรียมฟิล์มบาง TiC ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยสมบัติของฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนจะสัมพันธ์กับปริมาณก๊าซอะเซทิลีนสำหรับทำปฏิกิริยาในกระบวนการเคลือบฟิล์ม ฟิล์มตัวอย่างได้ถูกเตรียมลงบนแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ โดยการเปลี่ยนเงื่อนไขสัดส่วนความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) ต่อก๊าซอาร์กอน (Ar) ในช่วงระหว่าง 5%-20% โดยให้กำลังไฟฟ้าและความดันทำงานคงที่ ฟิล์มตัวอย่างที่ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ โครงสร้างพันธะด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปีและองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน จากผลการวิเคราะห์พบว่า ที่สัดส่วนความดันย่อย 5% ฟิล์มยังคงแสดงโครงสร้างผลึกแบบพหุผลึก (polycrystalline) ของ TiC และมีสัดส่วนอะตอมของ Ti:C ประมาณ 25:75% แต่เมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนความดันย่อยเพิ่มขึ้นเป็น 10% ฟิล์มเริ่มแสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบอะมอร์ฟัสโดยที่มีสัดส่วนอะตอมของคาร์บอนประมาณ 94% จากนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนความดันย่อยเพิ่มขึ้นเป็น 15%-20% ฟิล์มแสดงโครงสร้างผลึกแบบอะมอร์ฟัสและสัดส่วนอะตอมของคาร์บอนเพิ่มขึ้นเป็น 99.5 % จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมรามานของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างอะมอร์ฟัส พบส่วนประกอบของโครงสร้างแกรไฟต์ (Graphite structure) และโครงสร้างไร้ระเบียบ (disordered structure) ซึ่งแสดงลักษณะของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร โดยมีสัดส่วนของ I_D/I_G ในช่วง ซึ่งแสดงให้ 1.32-1.03 เห็นถึงสัดส่วน sp^3 ไฮบริดไดเซชัน ที่ประมาณ 30%-40% ของโครงสร้างคาร์บอนภายในฟิล์ม นอกจากนี้ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มและค่าความต้านทานแผ่นของฟิล์ม สามารถวิเคราะห์ได้จากการวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและการวัดแบบสี่ขั้ว ตามลำดับ ฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนมีพื้นผิวที่เรียบและมีเกรนขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร โดยฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนมีค่าความต้านทานแผ่นสูงมากกว่า $10^9 \Omega/\square$

เราได้ค้นพบการเกิดฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชรจากกระบวนการเตรียมฟิล์ม TiC โดยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยสัดส่วนความดันย่อยของก๊าซ C_2H_2 ส่งผลต่อการเกิดโครงสร้างฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอน เราสามารถระบุโครงสร้างของฟิล์มได้จากการวิเคราะห์รามานสเปกโทรสโกปี โดยฟิล์มอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่สมบูรณ์จะมีสัดส่วนของ sp^3 ไฮบริดไดเซชันสูง มีพื้นผิวเรียบ เกรนมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร และมีค่าความต้านทานแผ่นที่สูง เราสามารถใช้กระบวนการนี้ในการปรับปรุงสมบัติของฟิล์ม TiC ให้มีความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้นและมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

บรรณานุกรมเอกสารอ้างอิง

- [1] Zouina, A., Djafer, A., Saoula, N., Madaoui, N., & Zerizer, A. (2014). Deposition and characterization of titanium carbide thin films by magnetron sputtering using Ti and TiC targets. *Applied Surface Science*, 312, 57-62.
- [2] Shimozuma, M., Yoshino, M., Otsuka, N., Date, H., Sakai, Y., & Tagashira, H. (1997). Deposition of TiC films by low frequency (50Hz) Plasma CVD using a substrate bias circuit. *International Symposium on Plasma Chemistry*, 3, 1131-1136.
- [3] Polychronopoulou, K., Rebholz, C., Baker, M. A., Theodorou, L., Demas, N.G., Hinder, S.J., Polycarpou, A.A., Doumanidis, C.C., Böbel, K. (2008). Nanostructure, mechanical and tribological properties of reactive magnetron sputtered TiC_x coating. *Diamond and Related Materials*, 17, 2054-2061.
- [4] Casiraghi, C., Piazza, F., Ferrari, A.C., Grambole, D., Robertson, J. (2005) Bonding in hydrogenated diamond-like carbon by Raman spectroscopy. *Diamond and Related Materials*, 14, 1102-1098
- [5] Kassavetis, S., Laskarakis, A., & Logothetidis, S. (2011) Effect of ion bombardment and hydrogen pressure during deposition on the optical properties of hydrogenated amorphous carbon thin films. *Diamond and Related Materials*, 20, 114-109
- [6] Buijsters, J.G., Camero M., Vázquez, L., Agulló-Rueda, F., Gago, R., & Jiménez I, et al. (2011) Tribological study of hydrogenated amorphous carbon films with tailored microstructure and composition produced by bias-enhanced plasma chemical vapour deposition. *Diamond and Related Materials*, 19, 1102-1093
- [7] Liang, H., Delian, L., Xian, C., Li, Y., & Yuqing, Z. (2012) The deposition of a thick tetrahedral amorphous carbon film by argon ion bombardment. *Applied Surface Science*, 258, 4800-4794
- [8] Asari E. (2000). An effect of the extended cascade on the Raman spectra of ion-irradiated graphite. *Carbon*, 38, 1857–1861.
- [9] Ferrari, A.C., Robertson, J. (2000) Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Physical Review B*, 61, 14095–14107
- [10] Robertson, J. (2002) Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering R*, 37, 281-129

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

- [11] นฤทธิ ฝ้ายบุตร และ วิทยา อมรกิจบำรุงผลของอัตราส่วนผสมระหว่างก๊าซมีเทนกับก๊าซ (2555). ไฮโดรเจนต่อปริมาณธาตุไฮโดรเจนในฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนวารสารวิจัย มสค, (2)5, 53-63.
- [12] Wang, H., Zhang, S., Li, Y., & Sun, D. (2008). Bias effect on microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered nanocrystalline titanium carbide thin film. *Thin Solid Films*, 516, 5419-5423.
- [13] Robertson, J. (1993). Deposition mechanisms for promoting sp^3 bonding in diamond-like carbon. *Diamond and Related Materials*, 2, 984-989.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ข้อมูลประวัติคณะผู้วิจัย

ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นายราชศักดิ์ ศักดานุภาพ.....

ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วทบ.	ฟิสิกส์ 1 (เกียรตินิยมฯ))	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	2545
วทม.	ฟิสิกส์	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2548
วทด.	ฟิสิกส์	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2553

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) ฟิสิกส์ของฟิล์มบาง วัสดุศาสตร์.....

รางวัลด้านวิชาการ/ด้านวิจัย/งานสร้างสรรค์ ที่ได้รับ (ด้านศิลปะ หรืออื่นๆ)

ปี พ.ศ.	ชื่อรางวัล	สถาบันที่ให้
2553	Best paper award in materials for energy session, MSAT 6, 2010	MTEC & WD

ทุนการศึกษาและทุนวิจัยที่เคยได้รับ

ปี พ.ศ.	ทุนการศึกษาและทุนวิจัย	สถาบันที่ให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

ราชศักดิ์ คักตานภาพ และ อาภาภรณ์ สุกุลภาวะเว...“อิทธิพลของก๊าซอะเซทิลีนที่มีต่อการเกิด
โครงสร้างอะมอร์ฟัสคาร์บอนในกระบวนการเคลือบฟิล์ม TiC โดยวิธีรีเอกทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง”...
submitted in วารสารวิทยาศาสตร์บูรพา...ฐานข้อมูล)TCI กลุ่ม 1(



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

1 อิทธิพลของก๊าซอะเซทิลีนที่มีต่อการเกิดโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนภายใต้
2 กระบวนการเคลือบฟิล์ม TiC โดยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง
3 Influence of C₂H₂ gas on the formation of amorphous structure of carbon under
4 deposition process of TiC films by reactive DC magnetron sputtering

6 ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ¹ อภาภรณ์ สกุลภาวะ²

7 Rachsak Sakdanuphab¹, Aparporn Sakulkalavek²

8 ¹ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

9 ² ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

10 ¹ College of Data Storage Innovation, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

11 ² Department of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

12
13 บทคัดย่อ

14 ในงานวิจัยนี้ได้ค้นพบการเกิดโครงสร้างคาร์บอนอสัณฐาน จากกระบวนการเตรียมฟิล์มบาง TiC ด้วยวิธีแอคทีฟดีซี
15 แมกนีตรอนสเปคโตรริง โดยสมบัติของฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานจะสัมพันธ์กับปริมาณก๊าซอะเซทิลีนซึ่งเป็นก๊าซทำปฏิกิริยาใน
16 กระบวนการเคลือบฟิล์ม ฟิล์มตัวอย่างได้ถูกเตรียมลงบนแผ่นซิลิคอน โดยการเปลี่ยนเงื่อนไขสัดส่วนความดันย่อยของก๊าซ
17 อะเซทิลีน (C₂H₂) ต่อก๊าซอาร์กอน (Ar) ในช่วงระหว่าง 5-20% โดยให้กำลังไฟฟ้าและความดันทำงานคงที่ ฟิล์มตัวอย่างที่ได้
18 ถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ โครงสร้างพันธะด้วยเทคนิครามานสเปคโทรสโกปีและ
19 องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานด้วยรังสีเอกซ์ จากผลการวิเคราะห์พบว่าที่สัดส่วนความดันย่อย
20 5% ฟิล์มยังคงแสดงโครงสร้างผลึกแบบพหุผลึก (polycrystalline) ของ TiC และมีสัดส่วนอะตอมของคาร์บอนประมาณ 75%
21 แต่เมื่อเพิ่มความดันย่อยเป็น 10% ฟิล์มเริ่มแสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐาน โดยที่มีสัดส่วนอะตอมของคาร์บอน
22 ประมาณ 94% จากนั้นเมื่อปริมาณสัดส่วนความดันย่อยเพิ่มขึ้นเป็น 15-20% ฟิล์มแสดงโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานและ
23 สัดส่วนอะตอมของคาร์บอนเพิ่มขึ้นเป็น 99.5% จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมรามานของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างอ
24 สัณฐาน พบส่วนประกอบของโครงสร้างแกรไฟต์ (graphite structure) และโครงสร้างไร้ระเบียบ (disordered structure) ซึ่ง
25 แสดงลักษณะของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร โดยมีสัดส่วนของ I_G/I_G ในช่วง 1.03-1.32 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงสัดส่วน
26 sp³ ไฮบริดไดเซชัน ที่ประมาณ 30-40% ของโครงสร้างคาร์บอนภายในฟิล์ม นอกจากนี้ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มและค่าความ
27 ต้านทานแผ่นของฟิล์ม สามารถวิเคราะห์ได้จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและการวัดความต้านทานแบบสี่ขั้ว
28 ตามลำดับ ฟิล์มอสัณฐานคาร์บอนมีพื้นผิวที่เรียบและมีเกรนขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร โดยฟิล์มอสัณฐานคาร์บอนมีค่า
29 ความต้านทานแผ่นสูงมากกว่า 10⁹ Ω/□

30
31 คำสำคัญ : อสัณฐานคาร์บอน รีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง รามานสเปคโทรสโกปี และ sp³ ไฮบริดไดเซชัน

32
33 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

Abstract

In this work, amorphous carbon structure was found under the deposition process of TiC thin films by reactive DC magnetron sputtering. The amorphous carbon film properties depend on the reactive C_2H_2 gas content during the deposition process. All deposited films were grown on silicon wafer by varying the partial pressure of acetylene (C_2H_2) to argon (Ar) gases from 5-20% while keeping constant of the sputtering power and working pressure. The crystal structure, bonding structure, and chemical composition of the films were characterized by x-ray diffraction, Raman spectroscopy and energy dispersive x-ray spectroscopy, respectively. It was found that the film shows polycrystalline structure of TiC with the atomic concentration of carbon about 75% at the partial pressure of 5%. Then the films change to the amorphous structure with increasing of the partial pressures. The atomic concentration of carbon in the film was about 94% at the partial pressure of 10% and it increases about 99.5% at the partial pressure of 15-20%. The Raman spectra of the amorphous carbon films indicate the diamond like carbon structure consisting of graphite structure with disordered structure. The amorphous carbon films have I_D/I_G ratio in the range of 1.03-1.32 that can be determined to the sp^3 hybridization of 30-40%. In addition, the surface morphology and sheet resistance of the films were obtained by atomic force microscope and 4-point probe measurement, respectively. The amorphous carbon films show smooth surface with nano-grain size. The sheet resistance of the amorphous carbon films is greater than $10^9 \Omega/\square$.

Keywords : amorphous carbon / reactive magnetron sputtering / Raman spectroscopy / sp^3 hybridization

*Corresponding author. E-mail : ksrachsa@kmitl.ac.th

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

71 บทนำ

72 ฟิล์มไททาเนียมคาร์ไบด์ (TiC) เป็นวัสดุที่มีความแข็งสูงมาก สามารถป้องกันการกัดกร่อนได้ดี มีค่าสัมประสิทธิ์ความ
73 เสียดทานต่ำ ค่าการนำไฟฟ้าสูง มีเสถียรภาพทางความร้อนและทางเคมีที่ดี จึงได้มีการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุเคลือบเพื่อ
74 ป้องกันการสึกหรอ โดยเฉพาะในงานวัสดุตัดเฉาะ (cutting tool) และเป็นวัสดุชีวการแพทย์ (biomedical) (Zouina *et al.*,
75 2014; Shimozama *et al.*, 1997; Polychronopoulou *et al.*, 2008) ในกระบวนการปลูกฟิล์มไททาเนียมคาร์ไบด์สามารถทำ
76 ได้หลายวิธี เช่น กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงเคมี (Chemical Vapor Deposition : CVD) กระบวนการเคลือบโดยพัลส์เลเซอร์
77 (Pulsed Laser Deposition : PLD) และ กระบวนการเคลือบโดยไอเชิงฟิสิกส์ (Physical Vapor Deposition : PVD) โดยสมบัติ
78 ของฟิล์มขึ้นอยู่กับเงื่อนไขและเทคนิคที่ใช้ในการเคลือบ วิธีที่เป็นที่ยอมรับและสามารถพัฒนาต่อยอดในระดับอุตสาหกรรม คือ
79 วิธี PVD โดยใช้เทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอร์ ซึ่งให้อัตราการเคลือบสูง สามารถขยายขนาดได้และควบคุมสมบัติของฟิล์ม เช่น
80 ความหนาแน่น โครงสร้างระดับจุลภาค และสมบัติเชิงกลได้อย่างมีประสิทธิภาพ (Casiraghi, 2005; Kassavetis, 2011)

81 ไททาเนียมคาร์ไบด์จัดอยู่ในกลุ่มของสารประกอบคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (cubic structure) โดยจะพบ
82 โครงสร้างของ TiC_x ช่วงกว้างตั้งแต่ $x = 0.47$ ถึง 0.98 ซึ่งสัดส่วนองค์ประกอบในโครงสร้างผลึกของไททาเนียมจะมีอะตอม
83 คาร์บอนไปแทรกได้พอดี เมื่อปริมาณของอะตอมคาร์บอนเข้าไปอยู่ในตำแหน่งออกตะฮีดรอลของแลตทิซไททาเนียมเพิ่มมาก
84 ขึ้น จะทำให้โครงสร้างมีการเปลี่ยนแปลงจาก α -Ti เฮกซะโกนอล (hexagonal) ในกลุ่มปริภูมิ (space group) $P6_3/mmc$ ไป
85 เป็น δ -TiC เพชเซ็นเตอร์คิวบิก (face-centered cubic) ในกลุ่มปริภูมิ $Fm-3m$ แต่สำหรับกระบวนการ PVD ในกรณีของ
86 แมกนีตรอนสปัตเตอร์ จะเป็นกระบวนการความไม่สมดุลทางอุณหพลศาสตร์ (thermodynamically non-equilibrium)
87 แลตทิซ α -Ti อาจจะถูกบังคับให้รับคาร์บอนได้เพิ่มมากขึ้น เนื่องจากการกีดขวางการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่ถูกเคลือบ ใน
88 กระบวนการที่ฟลักแมกนีตรอนสปัตเตอร์นิยมใช้ก๊าซมีเทน (CH_4) และก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) สำหรับทำปฏิกิริยา (reactive
89 gas) ซึ่งจะส่งผลถึงปริมาณสัดส่วนของคาร์บอนภายในฟิล์ม การเกิดโครงสร้างอสังฐานของคาร์บอนส่งผลต่อสมบัติเชิงกล
90 และสภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์ม (Buijnsters, 2011)

91 ในงานวิจัยนี้สนใจกลไกการเกิดโครงสร้างของฟิล์มคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายเพชร (Diamond Like Carbon :
92 DLC) ในกระบวนการที่ฟลักแมกนีตรอนสปัตเตอร์ โดยศึกษาถึงปริมาณของก๊าซอะเซทิลีนที่ส่งผลถึงปริมาณคาร์บอน
93 ภายในฟิล์ม ซึ่งโครงสร้างคล้ายเพชรของฟิล์มคาร์บอนมีสมบัติที่โดดเด่นกว่าฟิล์ม TiC ในด้านของความแข็ง มีเสถียรภาพต่อ
94 ปฏิกิริยาเคมี ความเสียดทานต่ำ มีการส่องผ่านแสงได้ดีในช่วงอินฟราเรด และมีสมบัติเป็นฉนวน ด้วยสมบัติข้างต้นจึงได้มีการ
95 นำฟิล์มไปประยุกต์ใช้ในงานต่าง ๆ มากมาย เช่น เคลือบป้องกันหัวอ่านเขียนไดรฟ์ฮาร์ดดิส เคลือบเพื่อป้องกันการสึกหรอ และ
96 ใช้ในงานด้านอุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ นอกจากนี้ยังเริ่มมีความสำคัญมากขึ้นในงานด้านชีววิทยาและชีวเคมีอีกด้วย

97

98 วิธีการวิจัย

99 ฟิล์มตัวอย่างได้ถูกปลูกลงบนแผ่นรองรับ Si (100) ขนาด $3 \times 3 \text{ cm}^2$ โดยใช้เทคนิคที่ฟลักแมกนีตรอนสปัตเตอร์
100 จากเป้าไททาเนียม ขนาด 3 in (ความบริสุทธิ์ 99.995% จาก Kurt J. Lesker Company) โดยใช้กำลังไฟฟ้าคงที่ 150W จากดี
101 ซีเพอร์เวอร์ซัพพลาย (Advanced Energy Industries, Fort Collins, CO, USA) ในโหมดควบคุมกำลังไฟฟ้าคงที่ (power
102 regulation) ก๊าซอาร์กอน (Ar) และก๊าซอะเซทิลีน (C_2H_2) ความบริสุทธิ์ 99.999% ถูกใช้ในกระบวนการสปัตเตอร์และถูก
103 ควบคุมด้วยอุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ (Mass Flow Controller) ก่อนการเคลือบฟิล์มแผ่นซิลิคอนถูกล้างทำความสะอาด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

104 สะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลายอะซิโตนและเมทานอล จากนั้นกำจัดซิลิคอนออกไซด์ (SiO₂) ที่ผิวหน้าของแผ่น
105 รองรับ โดยจุ่มลงในกรดไฮโดรฟลูออริกเจือจางนาน 1 min ซึ่ล้างทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออนและเป่าให้แห้งด้วย
106 ก๊าซไนโตรเจน จากนั้นจึงนำแผ่นรองรับเข้าห้องเคลือบสุญญากาศ กำหนดระยะระหว่างแผ่นรองรับถึงเป้าเท่ากับ 3 เซนติเมตร
107 อากาศภายในห้องสุญญากาศถูกสูบออกจนมีความดันพื้น (base pressure) เท่ากับ 1×10^{-5} mbar ทำการลดปริมาณแก๊สที่
108 หลงเหลือในระบบ (residual gases) โดยการใส่ก๊าซอาร์กอนที่ความดันทำงาน 4×10^{-3} mbar เป็นเวลา 15 min ต่อจากนั้นทำ
109 ความสะอาดผิวหน้าเป้าโดยการสับเตอริงที่กำลังไฟฟ้า 150 W เวลา 15 min ที่ความดันเดียวกัน

110 ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาปริมาณก๊าซอะเซทิลีนที่มีผลต่อการเกิดโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนภายในฟิล์ม
111 โดยได้กำหนดปริมาณก๊าซอะเซทิลีนเท่ากับ 5 10 15 และ 20% ของความดันทำงาน ใช้เวลาในการปลูกทั้งหมด 60 min
112 จากนั้นจึงนำฟิล์มที่ได้ไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (GIXD, BRUKER AXS: D8
113 DISCOVER) และเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี (Thermo scientific DXR SmartRaman) โดยใช้เลเซอร์ที่มีความยาวคลื่น 532
114 nm ทำการวัดในช่วง 1000 cm^{-1} ถึง 2000 cm^{-1} การวิเคราะห์สัดส่วนทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน
115 (EDS Oxford Instrument: SDD X-Max) ขนาดเกรนและพื้นผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM Park Systems :
116 XE100) ค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มถูกวัดโดยวิธีการวัดความต้านทานแบบสี่ขั้ว (4-point probe) ด้วยเครื่อง
117 Keithley 2410

118 ในการวิเคราะห์โครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอน จะให้ผลการวิเคราะห์สัดส่วนของปริมาณโครงสร้าง sp^3 ต่อ sp^2
119 ไฮบริดไดเซชันของคาร์บอนทางอ้อม โดยสามารถคำนวณได้จากพื้นที่ใต้กราฟของสัญญาณพีคที่แทนโครงสร้างของแกรไฟต์
120 หรือ sp^2 ซึ่งให้รามานพีคอยู่ที่ประมาณ 1550 cm^{-1} (G-band) และความเข้มพีคที่แทนโครงสร้างของแกรไฟต์แบบผลึกหลาย
121 รูปที่ประมาณ 1355 cm^{-1} ซึ่งเป็นดีสออกไซด์จากโหมดการสั่นที่ขอบเขตเกรนของแกรไฟต์ให้เข้าสู่โครงสร้าง sp^3 (D-band) โดย
122 จากรายงานการทดลองของ (Liang *et al.*, 2012) พบว่าค่าอัตราส่วน I_D/I_G สามารถบ่งบอกถึงสัดส่วนโครงสร้าง sp^3 ได้
123 กล่าวคือ ถ้าค่า I_D/I_G มีค่าน้อยแสดงว่าสัดส่วนโครงสร้าง sp^3 จะมีค่ามาก เช่นเดียวกับฟิล์มประเภทเตตระฮีดรอล คาร์บอน
124 สัณฐาน (tetrahedral amorphous carbon, ta-C) ทั้งนี้เนื่องจาก D-band เกิดจากการสั่นที่เป็นการสั่นแบบหดขยายของวงอะ
125 โรมาติก (aromatic) ซึ่งเป็นโครงสร้างแบบ sp^2 ที่มีลักษณะเป็นวง ส่วน G-band นั้นเกิดจากการสั่นที่เป็นการสั่นของคู่
126 คาร์บอนโครงสร้างแบบ sp^2 ที่ถูกล้อมรอบด้วยโครงสร้าง sp^3 โดยปกติแล้วถ้าเป็นแกรไฟต์แบบไพโรไลติก (pyrolytic) ซึ่งมี
127 โครงสร้างของคาร์บอนซ้อนกันอย่างเป็นระเบียบจะพบสเปกตรัมรามานปรากฏตำแหน่งที่ 1580 cm^{-1} เท่านั้น ไม่เป็นแถบและ
128 ไม่เกิด D-band นอกเสียจากมีการแตกออกของเกรน (grain) แยกกันทำให้เกิดความไร้ระเบียบขึ้น เช่น กรณีถูกฉายด้วย
129 ไอออนพลังงานสูง หรือในกรณีผลึกพหุแกรไฟต์จะเริ่มปรากฏตำแหน่ง D-band (Asari, 2000) ดังนั้นถ้า D-band มีพื้นที่ได้
130 ยอดคลื่นน้อยแสดงว่าโครงสร้าง sp^2 แบบวงอะโรมาติกมีน้อย ยอดคลื่นมีความเข้มน้อยเมื่อจำนวนวงอะโรมาติกในแต่ละคลัส
131 เตอร์ (cluster) ลดลง (Ferrari & Robertson, 2000; Robertson, 2002) ด้วยเหตุนี้จึงทำให้สามารถหาสัดส่วนโครงสร้าง sp^3
132 จากค่าอัตราส่วน I_D/I_G ได้ (นฤทธิ, 2012)

133 134 ผลการวิจัยและวิจารณ์ผล

135 ผลการศึกษากระบวนการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมคาร์ไบด์โดยวิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอนสเปคเตอริงโดยกำหนด
136 ความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีนซึ่งเป็นก๊าซทำปฏิกิริยาอยู่ในช่วง 5-20% ของความดันทำงาน จากผลการทดลองพบว่า ค่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

137 ความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีนจะส่งผลโดยตรงต่อสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์ม ได้แก่ สมบัติเชิงโครงสร้างผลึก การเกิดโครงสร้างอ
138 สัณฐานของคาร์บอน อัตราส่วนของไททานเนียมและคาร์บอนภายในฟิล์ม พื้นผิวของฟิล์มและสมบัติการนำไฟฟ้า ดังนี้

139

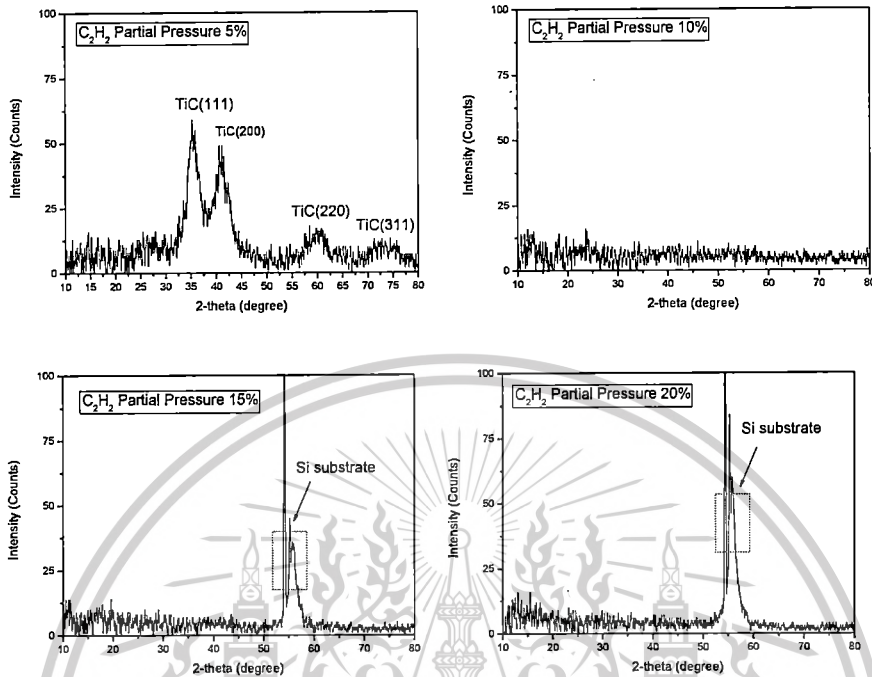
140 2.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง

141 จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แบบเกรซิงอินซิเดนซ์ (Grazing x-ray diffraction : GIXD) พบว่า ที่อัตราส่วนความดัน
142 ย่อยเท่ากับ 5% ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างแบบริคคฮอลล์ (NaCl type) แบบ fcc ของ TiC โดยพบการเกิดระนาบ (111) (200)
143 (220) และ (311) จากการเปรียบเทียบฐานข้อมูล JCPDS Card No. 73-0472 ดังรูปที่ 1(a) พิกมิลลักษณะกว้าง (broad
144 peaks) เนื่องจากเกิดความเค้นสูงภายในฟิล์มหรืออาจเกิดจากพันธะระหว่างคาร์บอนและไฮโดรเจน (C-H bonds) ภายใน
145 ฟิล์ม การเกิดระนาบโดดเด่น (111) สอดคล้องกับผลการทดลองของ Wang และ คณะ (Wang et al., 2008) ซึ่งได้อธิบาย
146 กลไกการเกิดระนาบจากพลังงานพื้นผิว (surface energy) ในกระบวนการเคลือบฟิล์ม ที่สถานะพลังงานพื้นผิวที่ต่ำที่สุดจะทำให้
147 ให้เกิดโครงสร้างของระนาบ (111) เนื่องจากความสามารถในการเคลื่อนที่ของอะตอมเพิ่มมากขึ้นระหว่างการเคลือบทำให้
148 ฟิล์มมีการคลายตัว (relaxation) ส่งผลถึงระดับพลังงานที่ลดลง เมื่อเพิ่มอัตราส่วนความดันย่อยมากขึ้นฟิล์มแสดงลักษณะ
149 โครงสร้างแบบออสัณฐานดังรูปที่ 1(b), 1(c) และ 1(d) เนื่องจากที่อัตราส่วนความดันย่อย C_2H_2 เท่ากับ 15% และ 20% ฟิล์มมี
150 ความหนาแน่น โดยทั่วไปเมื่อเพิ่มปริมาณก๊าซปฏิกิริยาหรือในที่นี้คือ C_2H_2 โดยที่รักษาระดับของความดันทำงานให้คงที่นั้น
151 ปริมาณ Ar ในระบบจึงลดลงซึ่งจะส่งผลทำให้มีปริมาณสปัตเตอร์ไอออนที่ไปชนกับเป้าลดลงทำให้ปริมาณของ Ti ที่ตกลงบน
152 แผ่นรองรับลดลงและยังส่งผลถึงอัตราในการเคลือบที่ลดลงด้วย จึงทำให้พบสเปกตรัมของแผ่นซิลิคอนจากการวัด GIXD ซึ่งไม่
153 สามารถระบุโครงสร้างภายในของฟิล์มได้ แต่สันนิษฐานได้ว่าน่าจะเป็นการเกิดโครงสร้างของคาร์บอนอสัณฐาน จึงต้องอาศัยการ
154 วิเคราะห์รามานสเปกโทรสโกปี ซึ่งเห็นได้ว่าปริมาณก๊าซอะเซทิลีนมีความสำคัญอย่างมากต่อการเกิดโครงสร้างผลึกของ TiC
155 ในกระบวนการรีเอกทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ 5 ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



156

157

158

159

160

161

162

163

164

165

166

167

168

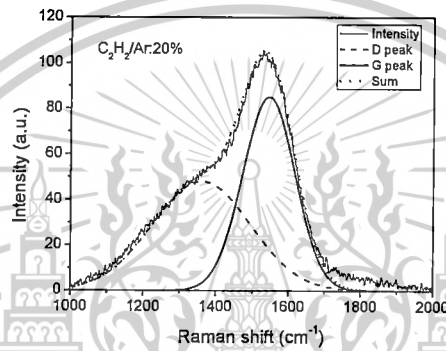
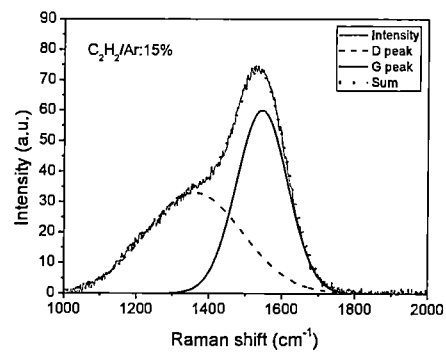
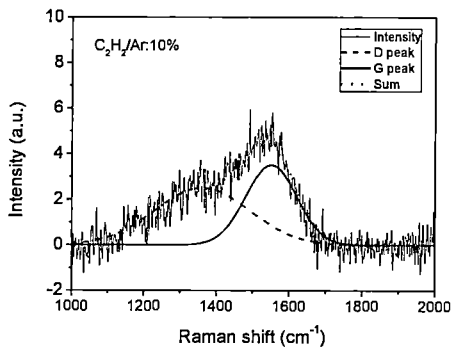
169

รูปที่ 1 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง ที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ 5 10 15 และ 20%

จากการวิเคราะห์ฟิล์มตัวอย่างที่มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน (10 15 และ 20%) โดยวิธี Dispersive Raman spectroscopy พบสเปกตรัมของรามานที่ตำแหน่งประมาณ 1360 cm^{-1} และที่ตำแหน่งประมาณ 1560 cm^{-1} โดยอาศัย Gaussian fitting ค่า FWHM ของ G- band มีค่าประมาณ 170 cm^{-1} โดยกราฟเส้นประแทนพีคของ D-band กราฟเส้นทึบแทนพีคของ G-band ซึ่งสามารถระบุได้เป็นโครงสร้าง Disorder carbon (D- band) และ Graphite carbon (G- band) (Robertson, 1993) ดังแสดงได้ในรูปที่ 2 ทำให้ทราบว่าฟิล์มที่เตรียมด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อย 10 15 และ 20% มีโครงสร้างเป็นคาร์บอนอสัณฐานที่มีโครงสร้าง DLC โดยเมื่อเพิ่มปริมาณอัตราส่วนความดันย่อยเป็น 10-20% ฟิล์มมีโครงสร้างของคาร์บอนอสัณฐานที่ชัดเจนขึ้น สังเกตได้จากค่าความเข้มของสเปกตรัมที่สูงขึ้น นอกจากนี้หากพิจารณาค่าอัตราส่วนความเข้มของพีค I_D/I_G ซึ่งจะสามารถระบุถึงโครงสร้างของอัตราส่วน $sp^3:sp^2$ ไฮบริดไดเซชันโดยทางอ้อม พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จะมีอัตราส่วนความเข้มของพีค I_D/I_G อยู่ระหว่าง 1.03-1.32 สามารถระบุถึงโครงสร้างของอัตราส่วน $sp^3:sp^2$ ไฮบริดไดเซชันประมาณ 30-40% จะเห็นได้ว่าปริมาณก๊าซอะซิโตนมีความสำคัญอย่างมากต่อการเกิดโครงสร้าง DLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.
Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



170

171

172

173

174

175

176

177

178

179

180

181

182

183

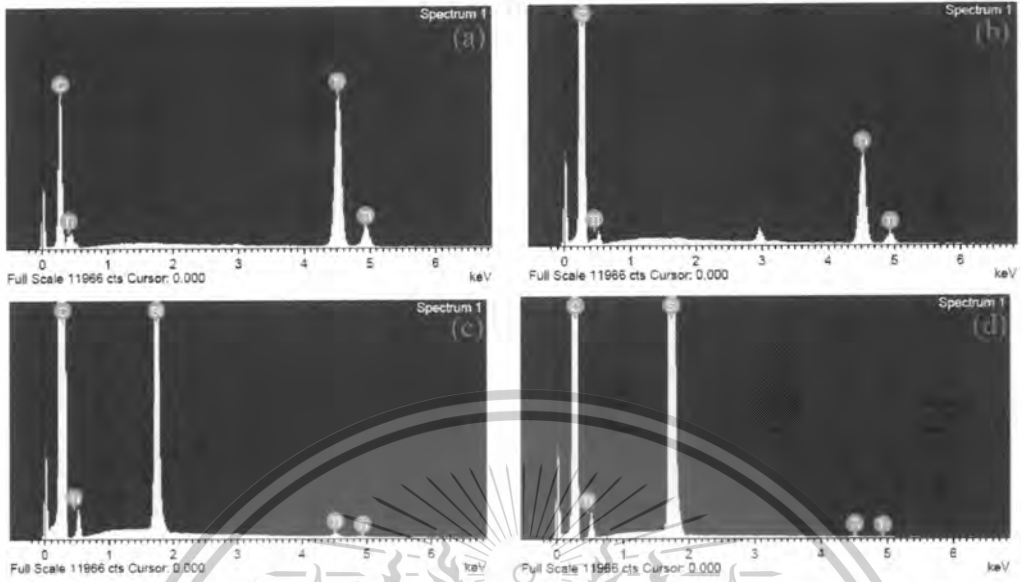
184

รูปที่ 2 สเปกตรัมรามานของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบอสัณฐานโดยมีเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อย C_2H_2/Ar เท่ากับ 10 15 และ 20% 2.2 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม จากการวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มโดยวิธีการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (EDS) ลำโวลต์กรอน 20kV บนพื้นที่ขนาด $5 \times 5 \mu m^2$ ดังแสดงในรูปที่ 3 พบว่า ที่อัตราส่วนความดันย่อยที่ 5% ฟิล์มมีอัตราส่วนของไททาเนียมและคาร์บอนประมาณ 25:75 at.% แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนความดันย่อยที่ 10% จะส่งผลให้อัตราส่วนของไททาเนียมและคาร์บอนเป็น 6:94 at.% และที่อัตราส่วนความดันย่อยที่ 15 และ 20% จะมีองค์ประกอบเกือบทั้งหมดเป็นคาร์บอน (อัตราส่วนของไททาเนียมและคาร์บอนเป็น 0.5:99.5 at.%) ซึ่งแสดงให้เห็นฟิล์มคาร์บอนที่สมบูรณ์สอดคล้องกับผลการวัดด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี ซึ่งแสดงว่าที่อัตราส่วนดังกล่าวลักษณะของการเกิดฟิล์มเป็นกระบวนการเคลือบแบบโหมดความเป็นพิษที่เป้า (target poisoning mode) และ/หรือ การเคลือบด้วยก๊าซพลาสมา (gas plasma deposition) ซึ่งทำให้เกิดโครงสร้างของฟิล์มคาร์บอนอสัณฐาน เนื่องจากฟิล์มที่เตรียมด้วยอัตราส่วนความดันย่อยที่ 15% และ 20% มีความหนาน้อยกว่า $1 \mu m$ จึงทำให้พบสเปกตรัมของแผ่นรองรับซิลิคอน สอดคล้องกับผลการวัดสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



185

186

187

188

189

190

191

192

193

194

195

196

197

198

199

รูปที่ 3 EDS spectrum ของฟิล์มบาง ที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ (a) 5%, (b) 10%, (c) 15% และ (d) 20%

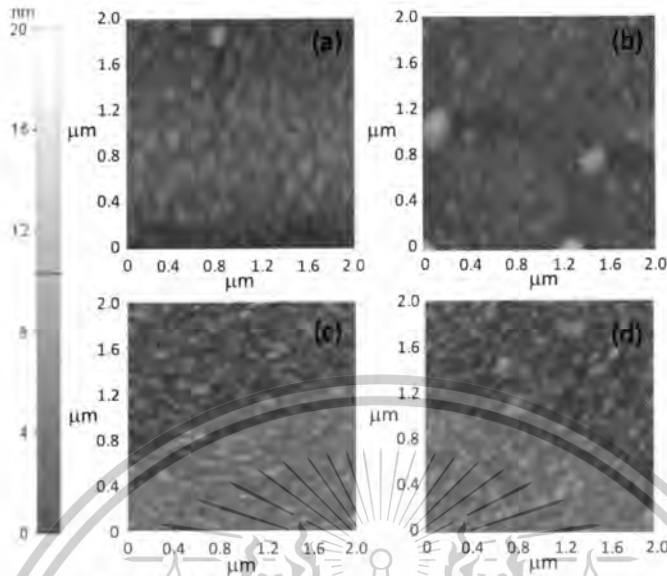
2.3 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม

จากการวัดพื้นผิวของฟิล์มด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) บนพื้นที่ขนาด $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้มีพื้นผิวที่เรียบในระดับนาโนเมตร โดยที่อัตราส่วนความดันย่อย 5% พบขนาดของเกรนใหญ่ที่สุดและมีความสม่ำเสมอ จากนั้นเมื่ออัตราส่วนความดันย่อยเพิ่มเป็น 10% ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยลดลง ฟิล์มมีความไม่สม่ำเสมอของเกรนมากขึ้นสาเหตุน่าจะเกิดจากโครงสร้างภายในที่ไม่สมบูรณ์ทั้งของการเกิด TiC หรือโครงสร้างแบบอสัณฐานของคาร์บอนเนื่องจากอัตราส่วนของก๊าซทำปฏิกิริยาที่ไม่เหมาะสม หลังจากนั้นที่อัตราส่วนความดันย่อย 15% และ 20% พบเกรนมีขนาดเล็กลงและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4 ซึ่งสอดคล้องกับสมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มที่มีการเบียดกันโครงสร้างแบบพหุผลึกโททานิยมคาร์ไบด์ ไปเป็นโครงสร้างแบบอสัณฐานของคาร์บอน องค์ประกอบของฟิล์มอสัณฐานคาร์บอนจะสมบูรณ์ขึ้นตามปริมาณสัดส่วนความดันย่อยที่มากขึ้น นอกจากนี้ขนาดเกรนและความหยาบ (roughness) ของฟิล์มยังมีแนวโน้มลดลงตามการเกิดโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอน โดยมีค่าความหยาบอยู่ในช่วง 1-2 nm และขนาดของเกรนอยู่ในระดับสิบนานาเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์อื่นใด การค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.



200 รูปที่ 4 ภาพ AFM ของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเงื่อนไข อัตราส่วนความดันย่อยเท่ากับ (a) 5%, (b) 10%, (c) 15% และ (d) 20%

201 2.4 สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์ม

202 ความต้านทานแผ่น (sheet resistance) ถือเป็นสมบัติที่สำคัญอย่างหนึ่งในการนำฟิล์มไปประยุกต์ใช้กับอุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ
 203 เราสามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์ของค่าความต่างศักย์และค่ากระแสไฟฟ้า ในการวัดฟิล์มโดยวิธีการวัดความต้านทาน
 204 แบบสี่ขั้ว จากผลการทดลองพบว่าฟิล์มตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางไฟฟ้า จากตัวนำไฟฟ้า (conductor) ไปเป็นกึ่ง
 205 ตัวนำ (semiconductor) และไม่นำไฟฟ้า (non-conductor) เมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วนความดันย่อยในกระบวนการเคลือบฟิล์ม
 206 โดยการนำไฟฟ้าจะสัมพันธ์กับลักษณะเชิงโครงสร้างกับองค์ประกอบทางเคมีภายในฟิล์ม ซึ่งฟิล์มที่มีโครงสร้างของไททานเนียม
 207 คาร์ไบด์และมีอัตราส่วนไททานเนียมสูงจะมีการนำไฟฟ้าที่ดี สอดคล้องกับสมบัติพื้นฐานของไททานเนียมคาร์ไบด์ แต่เมื่อเริ่มเกิด
 208 โครงสร้างของคาร์บอนอสัณฐานภายในฟิล์ม การนำไฟฟ้าจะลดลงอย่างมากจนไม่นำไฟฟ้าหรือเป็นฉนวนไฟฟ้าเมื่อมี
 209 โครงสร้างคล้ายเพชรมากขึ้น เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องวัดทำให้ไม่สามารถวัดค่าความต้านทานแผ่นได้ ซึ่งมีค่ามากกว่า 10^9
 210 $\Omega/$

211 ตารางที่ 1 ค่าความต้านทานแผ่นของฟิล์มกับอัตราส่วนความดันย่อยของก๊าซอะเซทิลีน

อัตราส่วนความดันย่อย (%)	Sheet Resistance ($\Omega/$)
5	5.97
10	3.86×10^3
15	$> 10^9$
20	$> 10^9$

212 2.5 กลไกการเกิดโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอน

213 กลไกการเกิดโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนสามารถอธิบายได้จากกระบวนการรีแอกทีฟแมกนีตรอนสเปคโตรริงดิ่งนี้ ก๊าซ
 214 อะเซทิลีน (C_2H_2) จะเริ่มเกิดการทำปฏิกิริยาในพลาสมาดีซาร์จเนื่องจากการชนกับอนุภาคพลังงานสูง จากนั้นจึงเกิดการ
 215 แยกตัวออกเป็นอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น C และอะตอมที่มีประจุ เช่น C^+ , C^- จากนั้นจึงมีการจับตัวกันของคาร์บอนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

217 บริเวณผิวหน้าของเป้าไททาเนียมหรือเรียกปรากฏการณ์ poisoning target โดยปริมาณการจับตัวขึ้นอยู่กับสัดส่วนความดัน
218 ย่อยของก๊าซอะเซทิลีนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบฟิล์ม หลังจากนั้น ก๊าซอาร์กอนจะแตกตัวไอออนเช่นกันจะพุ่งชนที่ผิวหน้าของ
219 เป้าไททาเนียมที่มีคาร์บอนสะสมอยู่จึงทำให้อะตอมของคาร์บอนตกเคลือบเป็นฟิล์มคาร์บอนอสัณฐาน นอกจากนี้คาร์บอนที่
220 แตกตัวอยู่ในพลาสมายังสามารถเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของแผ่นรองรับทำให้เกิดฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานได้เช่นเดียวกัน เรียก
221 กระบวนการเคลือบด้วยก๊าซพลาสมา กระบวนการที่ทำให้เกิดฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานที่มีคุณภาพดีจำเป็นจะต้องควบคุม
222 กำลังไฟฟ้าและความดันทำงานให้เหมาะสม ซึ่งจะสัมพันธ์กับอัตราการตกเคลือบของอะตอมและพลังงานของสปัตเตอร์
223 อะตอมที่จับกันบนแผ่นรองรับ

224

225 สรุปผลการวิจัย

226 งานวิจัยนี้ได้ค้นพบการเกิดฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานที่มีโครงสร้างคล้ายเพชรจากกระบวนการเตรียมฟิล์ม TIC โดยวิธี
227 แอกลีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง โดยสัดส่วนความดันย่อยของก๊าซ C_2H_2 ส่งผลต่อการเกิดโครงสร้างฟิล์มคาร์บอนอสัณฐาน เรา
228 สามารถระบุโครงสร้างของฟิล์มได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี โดยฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานที่สมบูรณ์จะ
229 มีสัดส่วนของ sp^3 ไฮบริดไดเซชันสูง มีพื้นผิวเรียบ เกรนมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร และมีค่าความต้านทานแผ่นที่สูง เรา
230 สามารถใช้กระบวนการนี้ในการปรับปรุงสมบัติของฟิล์ม TIC ให้มีความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้นและมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น

231

232 กิตติกรรมประกาศ

233 งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยเงินรายได้ประจำปี 2558 จากวิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบัน
234 เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และขอขอบคุณ ดร.นวพันธ์ ขยันกิจ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวัดตัวอย่าง
235 ด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี

236

237

238 เอกสารอ้างอิง

239 นฤทธิ ฝายบุตร และ วิทยา อมรกิจบำรุง.(2555). ผลของอัตราส่วนผสมระหว่างก๊าซมีเทนกับก๊าซไฮโดรเจน
240 ต่อปริมาณธาตุไฮโดรเจนในฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอน. *วารสารวิจัย มสค.* 5(2),
241 53-63.

242 Asari E. (2000). An effect of the extended cascade on the Raman spectra of ion-irradiated
243 graphite. *Carbon*, 38, 1857–1861.

244 Buijsters, J.G., Camero M., Vázquez, L., Agulló-Rueda, F., Gago, R., & Jiménez I., et al. (2011).
245 Tribological study of hydrogenated amorphous carbon films with tailored microstructure
246 and composition produced by bias-enhanced plasma chemical vapour deposition.
247 *Diamond and Related Materials*, 19, 1093-1102.

248 Casiraghi, C., Piazza, F., Ferrari, A.C., Grambole, D., Robertson, J. (2005). Bonding in
249 hydrogenated diamond-like carbon by Raman spectroscopy. *Diamond and Related*

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.

250 *Materials*, 14, 1098-1102.

251 Ferrari, A.C., Robertson, J. (2000). Interpretation of Raman spectra of disordered and
252 amorphous carbon. *Physical Review B*, 61, 14095–14107.

253 Kassavetis, S., Laskarakis, A., & Logothetidis, S. (2011). Effect of ion bombardment and
254 hydrogen pressure during deposition on the optical properties of hydrogenated
255 amorphous carbon thin films. *Diamond and Related Materials*, 20, 109-114.

256 Liang, H., Delian, L., Xian, C., Li, Y., & Yuqing, Z. (2012). The deposition of a thick tetrahedral
257 amorphous carbon film by argon ion bombardment. *Applied Surface Science*, 258,
258 4794-4800.

259 Polychronopoulou, K., Rebholz, C., Baker, M. A., Theodorou, L., Demas, N.G., Hinder, S.J.,
260 Polycarpou, A.A., Doumanidis, C.C., Böbel, K. (2008). Nanostructure, mechanical
261 and tribological properties of reactive magnetron sputtered TiC_x coating. *Diamond and*
262 *Related Materials*, 17, 2054-2061.

263 Robertson, J. (2002). Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering R*,
264 37, 129-281.

265 Robertson, J. (1993). Deposition mechanisms for promoting sp³ bonding in diamond-like
266 carbon. *Diamond and Related Materials*, 2, 984-989.

267 Shimozuma, M., Yoshino, M., Otsuka, N., Date, H., Sakai, Y., & Tagashira, H. (1997). Deposition
268 of TiC films by low frequency (50Hz) Plasma CVD using a substrate bias circuit.
269 *International Symposium on Plasma Chemistry*, 3, 1131-1136.

270 Wang, H., Zhang, S., Li, Y., & Sun, D. (2008). Bias effect on microstructure and mechanical
271 properties of magnetron sputtered nanocrystalline titanium carbide thin film. *Thin Solid*
272 *Films*, 516, 5419-5423.

273 Zouina, A., Djafer, A., Saoula, N., Madaoui, N., & Zerizer, A. (2014). Deposition and
274 characterization of titanium carbide thin films by magnetron sputtering using Ti and TiC
275 targets. *Applied Surface Science*, 312, 57-62.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

This material is reserved for educational use only, not allowed for commercial use.

Forbidden to modify the content, and cite the document when use.