

ผลของอัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนที่มีผลต่อสีและคุณสมบัติการ  
กัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมในโวลต์ที่เคลื่อนโดย

วิธีสปัตเทอริงที่แม่เหล็กโรตอรี

THE INFLUENCE OF A: N<sub>2</sub> RATIO ON COLOR AND CORROSION  
PROPERTIES OF TIN THIN FILM DEPOSITED BY DC REACTIVE  
MAGNETRON SPUTTERING



โครงการพิเศษที่มีส่วนหนึ่งของการศึกษาคณะวิทยาศาสตร์บัณฑิตศึกษา

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2557

ผลของอัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนที่มีผลต่อสีและคุณสมบัติการ  
กัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบโดย  
วิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

THE INFLUENCE OF Ar:N<sub>2</sub> RATIO ON COLOR AND CORROSION  
PROPERTIES OF TiN THIN FILM DEPOSITED BY DC REACTIVE  
MAGNETRON SPUTTERING



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์  
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THE INFLUENCE OF Ar:N<sub>2</sub> RATIO ON COLOR AND CORROSION  
PROPERTIES OF TiN THIN FILM DEPOSITED BY DC REACTIVE  
MAGNETRON SPUTTERING



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE  
IN APPLIED PHYSICS  
DEPARTMENT OF PHYSICS FACULTY OF SCIENCE  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ **ACADEMIC YEAR 2014** ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	ผลของอัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนที่มีผลต่อสีและ คุณสมบัติการกัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบโดยวิธีดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสเปตเตอริง	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวญาณิศา สุจริตภักดิ์	รหัสนักศึกษา 54050512
	นายธนภฤต หอมสุวรรณ	รหัสนักศึกษา 54050532
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์	
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.อาภาภรณ์ สกฤตการะเวก	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ	

### บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้ ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) ถูกเตรียมด้วยเทคนิค ดีซี รีแอคทีฟแมกนีตรอน สเปตเตอริง บนแผ่นรองรับซิลิกอน (Si) เพื่อศึกษาอิทธิพลของความดันย่อยไนโตรเจนต่อสี โครงสร้าง ความแข็งและความต้านทานต่อการกัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ในสารละลายเหงื่อเทียม ความดันย่อยไนโตรเจนเท่ากับ  $4 \times 10^{-4}$  mbar ถึง  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ได้ฟิล์มที่มีความหนา 2-3 ไมโครเมตร ( $\mu\text{m}$ ) โดยโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction) ความขรุขระของฟิล์มบางศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope) ความแข็งของฟิล์มบางศึกษาด้วยเทคนิค nanoindentation และความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบาง (corrosion resistance) ศึกษาด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมี (electrochemical) ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่า เมื่อความดันย่อยไนโตรเจนเพิ่มขึ้นสีของฟิล์มบางจะเปลี่ยนจากสีเหลืองไปเป็นสีทอง และสีทองแดง จากการวิเคราะห์ XRD ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฟสเซนเตอร์คิวบิก (face center cubic ; fcc) ระนาบ (101) และ (200) เมื่อความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ฟิล์มบาง TiN จะมีความขรุขระน้อยที่สุด และมีค่าความแข็งและความยืดหยุ่นมากที่สุด ผลจากการศึกษาความต้านทานการกัดกร่อน พบว่า ที่ความดันย่อยของไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ฟิล์มบางสามารถทนทานต่อการกัดกร่อนได้ดีที่สุด

**คำสำคัญ :** ไทเทเนียมไนไตรด์, เฟสเซนเตอร์คิวบิก, ไฟฟ้าเคมี, สารละลายเหงื่อเทียม

<b>Title</b>	The influence of Ar:N <sub>2</sub> ratio on color and corrosion properties of TiN thin film deposited by DC reactive magnetron sputtering
<b>Students</b>	Ms. Yanisa Sucharit-a-pirak Student ID 54050512 Mr.Tanagrit Homsuwan Student ID 54050532
<b>Degree</b>	Bachelor of Science in Applied Physics
<b>Department</b>	Physics
<b>Academic Year</b>	2557
<b>Advisor</b>	Dr.Arphaporn Sakulkarawek
<b>Co-Advisor</b>	Dr.Radchasak Sakdanuphab

### Abstract

In this special project, Titanium nitride (TiN) thin film were deposited on silicon (Si) substrate by d.c. reactive magnetron sputtering. The effect of nitrogen (N) contain on color, structure, hardness and corrosion resistance of thin film in an artificial sweat solution. At N contain  $4 \times 10^{-4}$  to  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar, thickness of the as-deposited films were in the range of 2 to 3  $\mu\text{m}$ . The crystal structure was characterized by X-ray diffraction (XRD) technique, roughness of thin film by Atomic force microscope (AFM), hardness of thin film by nanoindentation technique and corrosion resistance of thin film by electrochemical technique, respectively. The result show that, the as-deposited film color was varied with the N contain from yellow, gold and gold-red. The crystallite structure of the as-deposited film was face center cubic (fcc) with [111] and [222] orientation. When the N contain  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar TiN thin film have lowest roughness, also have most hardness and elasticity. In addition, the results corrosion resistance found at N contain  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar thin film high corrosion resistance.

**Keyword** : artificial sweat solution, electrochemical., face center cubic (fcc), Titanium nitride (TiN),

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.อาภาภรณ์ สกฤตกระเวก อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ที่ได้ให้คำปรึกษาและแนวทางในการทำโครงการพิเศษนี้ครั้งนี้ ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในการดำเนินงานโครงการพิเศษทั้งปวง รวมทั้งการจัดหาเครื่องมือที่จำเป็นในโครงการพิเศษจนสำเร็จตามวัตถุประสงค์ และขอขอบพระคุณผู้ที่ให้ความช่วยเหลือ และคำแนะนำที่จำเป็นในโครงการพิเศษครั้งนี้ ดังรายนามต่อไปนี้

อาจารย์ ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องสเปกโตรริง เครื่องทดสอบการกัดกร่อน และกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม รวมทั้งให้คำปรึกษาในการวิเคราะห์ต่างๆในโครงการพิเศษนี้

รองศาสตราจารย์สาทราย เล็กช่อม ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำปรึกษาเกี่ยวกับการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction : XRD)

อาจารย์สุรชาติ กมลดีลิก ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำและข้อมูลเกี่ยวกับหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy ; AFM)

นางสาวลิขานันท์ รักธรรม ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือในการทดสอบความแข็งของฟิล์มบางด้วยเครื่อง hysitron model triboindenter

นายพิสิษฐพัชญ์ นิมนวล ที่อำนวยความสะดวกและให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มในสุญญากาศด้วยเทคนิคดีซี รีแอทีฟ แมกนีตรอน สเปกโตรริง และให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆในการทำโครงการพิเศษนี้

นางสาววิชุดา วงศ์ธนาสารสิน ที่อำนวยความสะดวกในการทดสอบการกัดกร่อน ทั้งยังให้คำปรึกษา และให้ข้อมูลเกี่ยวกับการวิเคราะห์การกัดกร่อน

นายเทียนชัย จันทกรกิจ และนางสาวญาณิศา ถาโท ที่ให้คำปรึกษา และแนวทางในการเขียนทฤษฎีบทที่เกี่ยวข้องกับโครงการพิเศษนี้

รวมทั้งขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่าน บิดา มารดา พี่น้อง เพื่อนๆ รุ่นพี่ และรุ่นน้อง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้ให้กำลังใจและคำปรึกษาในโครงการพิเศษนี้ มา ณ ที่นี้ด้วย

นางสาว ญาณิศา สุจริตอภิรักษ์

นาย ธนกฤต หอมสุวรรณ

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
คำย่อและสัญลักษณ์	ฎ
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	
2.1 ทบทวนวรรณกรรม	4
2.2 สมบัติ โครงสร้าง และการใช้งานของไทเทเนียมไนไตรด์	5
2.2.1 สีและโครงสร้างสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์	5
2.2.2 ความต้านทานและโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์	6
2.2.3 ความแข็งและทนต่อการสึกหรอของไทเทเนียมไนไตรด์	6
2.2.4 สมบัติอื่นๆของไทเทเนียมไนไตรด์และการประยุกต์ใช้งาน	6
2.3 เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบาง	7
2.3.1 การก่อเกิดฟิล์มบาง	7
2.3.2 ประเภทของการเคลือบฟิล์มบาง	8
2.3.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการทางฟิสิกส์	9
2.3.4 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง	10
2.3.5 ดีซี สปัตเตอริง (DC sputtering)	21
2.3.6 ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง (DC magnetron sputtering)	23
2.3.7 ลักษณะเฉพาะตัวของระบบสปัตเตอริง	25
2.3.8 การสปัตเตอริงแบบรีแอกทีฟ (Reactive sputtering)	27
2.4 เทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ในโครงการวิจัย	29
2.4.1 Nanoindentation test	29
2.4.2 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer)	40
2.4.3 ศึกษาโครงสร้างอะตอมด้วยกล้องจุลทรรศน์	48
2.4.4 การกัดกร่อน (Corrosion)	50
2.4.5 การทดสอบทางไฟฟ้าเคมี	54
2.4.6 ทฤษฎี Drude-Lorentz	56

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และห้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย</b>	
3.1 การเตรียมแผ่นซิลิกอนเพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับ	59
3.1.1 ขั้นตอนการตัดแผ่นซิลิกอนเพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN)	59
3.1.2 การทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน	62
3.2 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีดีซีอีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง	64
3.2.1 ส่วนประกอบของเครื่องดีซีอีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง	64
3.2.2 ขั้นตอนในการเตรียมห้องเคลือบสุญญากาศสำหรับการสปัตเตอริง	67
3.2.3 ขั้นตอนในการล้างแก๊สอื่นที่ค้างอยู่ภายในระบบ	69
3.2.4 ขั้นตอนการเคลือบของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์	70
3.2.5 ขั้นตอนการปิดเครื่องสปัตเตอริง	72
3.3 การทดสอบคุณสมบัติด้านความต้านทานการกัดกร่อน	72
<b>บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์</b>	
4.1 สีของฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจนต่างกัน	76
4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มจากการวัด XRD (X-ray Diffraction)	77
4.3 ผลการวิเคราะห์ความขรุขระของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์จากการวัด AFM (Atomic Force Microscopy)	79
4.4 ผลการวัดความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มจากการวัดแบบ nanoindentation (Hardness Tester)	81
4.5 ผลการวิเคราะห์การกัดกร่อนของฟิล์มกับสารละลายเหงื่อเทียม (Corrosion Test)	85
<b>บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ</b>	87
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	88
<b>ภาคผนวก</b>	
ภาคผนวก ก	91
ภาคผนวก ข	97

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 ระยะเวลาดำเนินงาน	3
2.1 แสดงสเกลการทดสอบความแข็งแบบ Rockwell	36
2.2 ตารางอธิบายสัญลักษณ์การทดสอบความแข็ง	37
2.3 ตารางแสดงลักษณะเฉพาะของระบบผลึกทั้ง 7 ระบบ	42
3.1 บันทึกกระแสไฟฟ้า ความต่างศักย์ไฟฟ้า ระดับความดัน และอัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อไนโตรเจนในแต่ละความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน	71
3.2 อัตราส่วนของสารเคมีในการสังเคราะห์ห้องเทียม	72
4.1 ค่าคงที่ผลึก ระยะห่างระหว่างระนาบ และ ขนาดของเกรน	79
4.2 ตารางแสดงค่า Contact depth และ Max depth ในการวัด Hardness ของฟิล์มบาง TiN	82
4.3 ผลของการวัดค่าความแข็งและมอดูลัสของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์	83
4.4 ตารางสรุปผลของการกัดกร่อนบนฟิล์มบาง TiN ที่ความดันย่อย N ต่างกัน	85
ก-1 พลังงานที่ใช้แยกอนุภาคในของแข็ง	92
ก-2 ระบบผลึกและแลตทิซบราเว	95

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 การก่อเกิดฟิล์มบาง	8
2.2 แสดงประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์ม	9
2.3 แสดงการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยสาร	10
2.4 กระบวนการสปัตเตอร์ริงเชิงฟิสิกส์	11
2.5 ระบบการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	12
2.6 แสดงอันตรกิริยาระหว่างไอออนกับผิวเป้าสารเคลือบ	13
2.7 ระบบการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง	14
2.8 ระบบการเคลือบแบบสปัตเตอร์ริงโดยใช้ลำไอออน	15
2.9 (a) แสดงการกระจายค่าพลังงานของอะตอมของทองแดงที่ถูกสปัตเตอร์จากไอออนของแก๊ส Kr (b) เปรียบเทียบการกระจายค่าความเร็วของอะตอมทองแดงที่ได้จากการระเหยสารและจากการสปัตเตอร์ริง	16
2.10 (a) แสดงพลังงานเฉลี่ยของอะตอมของสารที่มีค่าเลขอะตอมต่างๆ เมื่อถูกชนด้วยไอออนของ Kr พลังงาน 1200 eV ที่พลังงานต่างๆ (b) ความเร็วเฉลี่ยของอะตอมของสารเคลือบที่มีค่าเลขอะตอมต่างๆเมื่อถูกชนด้วยไอออน Kr พลังงาน 1200 eV	16
2.11 แสดงความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกระแสและแรงดันไฟฟ้าระหว่างข้อผิดพลาดของกระบวนการเกิด ดีซี โกลว์ดีสชาร์จ ในหลอดสุญญากาศบรรจุแก๊สนีออน	18
2.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าทะลุและผลคูณระหว่างความดัน (p) กับระยะทางระหว่างอิเล็กโตรด (d)	19
2.13 โกลว์ดีสชาร์จ หลอดแก๊สนีออนยาว 50 cm ที่ความดัน 1.33 mbar	19
2.14 แสดงระบบสปัตเตอร์ริงแบบ ดีซี สปัตเตอร์ริง	21
2.15 แสดงผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราการเคลือบ	22
2.16 แสดงการเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก	23
2.17 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆโดยที่ a,b, และ c เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า	24
2.18 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกัดกร่อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง	25
2.19 (a) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ดีสชาร์จของพลาสมาแมกนีตรอนคาโทดรูบัสเฮลิยม ที่ความดันค่าต่างๆ (b) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ดีสชาร์จ และความดันเมื่อกระแสคงที่	26
2.20 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ที่ขั้วคาโทดกับอัตราการไหลของแก๊สรีแอกทีฟ	28
2.21 แสดงภาพถ่าย SEM (a) หัวกดแบบ Berkovich (b) หัวกดแบบ Knoop และ (c) หัวกดแบบ cube-corner	30

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.22 แสดงพารามิเตอร์ของการวัดด้วยแรงกดของหัวกดแบบ (a) ทรงกลม (b) ทรงกรวย (c) Vickers (d) Berkovich	31
2.23 ส่วนปลายของหัวกดแบบกึ่งทรงกลมกึ่งทรงกรวยที่ใช้สำหรับการวัดแรงกดระดับนาโนและการทดสอบการขีดข่วน รัศมีส่วนโค้งในตัวอย่างนี้มีค่าเท่ากับ $100\ \mu\text{m}$ ช่วงรอยกตมีรัศมีน้อยกว่า $1\ \mu\text{m}$ (Courtesy CSIRO)	31
2.24 แสดงเครื่องมือทดสอบความแข็งแบบ Brinell	34
2.25 แสดงเครื่องทดสอบความแข็งแบบ Rockwell พร้อมหัวกด	35
2.26 แสดงภาพการทดสอบความแข็ง Rockwell ด้วยหัวกดบอล (สเกล B F และ G)	36
2.27 แสดงลักษณะหัวกดและรอยกดของการทดสอบความแข็ง Vickers	38
2.28 แสดงลักษณะหัวกดและรอยกดของการทดสอบความแข็ง knop	39
2.29 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	41
2.30 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จากอะตอม	42
2.31 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์	43
2.32 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบเตตราโกนอล	43
2.33 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรห์มิก	43
2.34 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล	44
2.35 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบโอห์บอฮีทรอล	44
2.36 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก	44
2.37 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบไตรโนคลินิก	45
2.38 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยผลึก	46
2.39 ภาพแสดงเงื่อนไขการเลี้ยวเบนและกฎของแบรกก์	47
2.40 ภาพแสดงการหาค่า Full width at half maximum	48
2.41 องค์ประกอบหลักของเครื่อง Atomic Force Microscopy	49
2.42 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ Contact mode	49
2.43 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ Non-Contact mode	50
2.44 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ Tapping mode	50
2.45 ตัวอย่างการกัดกร่อนแบบกัลวานิก	51
2.46 ภาพถ่าย SEM แสดงถึงการกัดกร่อนที่เกิดจากการสูญเสียโคบอลต์ของซีเมนต์เซมเตนคาร์ไบด์	52
2.47 ภาพแสดงการกัดกร่อนแบบหลุม	52
2.48 ภาพแสดงการกัดกร่อนบริเวณขอบกระป๋องบรรจุอาหาร	53
2.49 ตัวอย่างการกัดกร่อนแบบขอบเกรน	53
2.50 ตัวอย่างการแตกร้าวจากการกัดกร่อนและความเค้น	54
2.51 เครื่องมือโพเทนทีโอสแตท (potentiostat)	55
2.52 แสดงหลักการของเครื่องมือโพเทนทีโอสแตท	55

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.53 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้า กับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี	56
3.1 แสดงภาพแสดงอุปกรณ์ในการเตรียมแผ่นรองรับ (a) แผ่นซิลิกอน (b) ไม้บรรทัด (c) ปากกาหัว เพชร และ (d) คีบคีบหัวพลาสติก	59
3.2 แสดง (a) ดิสก์สำหรับใส่ซิลิกอนในเครื่องสปัตเตอริง และ (b) ที่เป่าลมยาง	60
3.3 แสดงวิธีการหักแผ่นซิลิกอนออกจากกัน	60
3.4 แสดงขั้นตอนการวัดซิลิกอน	61
3.5 แผ่นซิลิกอนที่ได้จากการเตรียม	61
3.6 แสดงสารเคมีที่ใช้ในการล้างแผ่นซิลิกอน (Si) (a) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $H_2O_2$ ) (b) กรดซัลฟิวริก ( $H_2O_4$ ) (c) อะซีโตน ( $CH_3COCH_3$ ) (d) กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) และ (e) เมทานอล (Methanol)	62
3.7 ภาพแสดงการผสมกรดระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดซัลฟิวริก	63
3.8 ภาพแสดงเครื่องอัลตราโซนิกขณะที่กำลังทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนด้วยกรดอะซีโตน	64
3.9 ภาพแสดงเครื่องดีซีรีแอกทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง	64
3.10 ภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่องดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (a) ถังขจัดความชื้น (b) เครื่องทำความเย็น และ (c) ห้องเคลือบสุญญากาศ	65
3.11 ภาพแสดงส่วนประกอบภายในของห้องเคลือบสุญญากาศ (a) ชุดเตอร์ (b) เป่าสารเคลือบ (c) จานวางแผ่นรองรับ และ (d) หลอดไฟ	66
3.12 ภาพแสดงส่วนประกอบภายในของห้องเคลือบสุญญากาศ (a) บัมดูดอากาศ (b) แก๊สที่ใช้ในการเคลือบ (c) ถังควบคุมความดันแก๊ส และ (d) ท่อจ่ายแก๊สเข้าห้องเคลือบสุญญากาศ	66
3.13 ภาพแสดงแผงควบคุมความดันภายในห้องเคลือบ	67
3.14 แสดงอุปกรณ์ภายในห้องเคลือบที่นำออกมาทำความสะอาด (a) จานรองแผ่นรองรับ (b) ที่ครอบเป่า (c) เสาดัดจาน และ (d) วงแหวนล๊อคเป่า	67
3.15 ภาพแสดงการติดตั้งเป่าไทเทเนียมภายในห้องเคลือบ	68
3.16 ภาพแสดงการใส่แผ่นซิลิกอนในดิสก์	68
3.17 จอแสดงผลภายในห้องเคลือบ	69
3.18 ภาพแสดงลำดับการเปิดเครื่องจ่ายไฟให้กับห้องเคลือบสุญญากาศ	70
3.19 แสดงตัวอย่างสีของพลาสมา (plasma) ในขณะเคลือบฟิล์ม	70
3.20 แสดงการต่อวงจรระหว่างชิ้นงานทดสอบกับเครื่องทดสอบ (CE= current electrode, RE = referrent electrode, และ WE = working electrode)	73
3.21 แสดงโปรแกรมที่ใช้ในการทดสอบ NOVA	73
3.22 แสดงข้อทำงานในการวัดการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนทีโอสแตทกัลวานอสแตท หมายเลข 1 คือ ขั้ว CE หมายเลข 2 คือ ขั้ว RE และหมายเลข 3 คือ ขั้ว WE	74
3.23 ข้อมูลที่ได้จากการทดลอง (ก่อนนำไปทำเป็นกราฟ log ในโปรแกรม Origin)	74

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.24 แปลงข้อมูลเป็นกราฟ log โดยทำในโปรแกรม Origin	75
4.1 ภาพแสดงสีของฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน (a) $4 \times 10^{-4}$ mbar (b) $8 \times 10^{-4}$ mbar (c) $1.6 \times 10^{-3}$ mbar และ (d) $2 \times 10^{-3}$ mbar	76
4.2 กราฟแสดงผลการวัด XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เตรียมในความดันย่อย ไนโตรเจน $4 \times 10^{-4}$ mbar , $8 \times 10^{-4}$ mbar และ $1.6 \times 10^{-3}$ mbar	78
4.3 ภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางที่เตรียมในความดันย่อยไนโตรเจน (a) $4 \times 10^{-4}$ mbar , (b) $8 \times 10^{-4}$ mbar , (c) $1.6 \times 10^{-3}$ mbar	80
4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความดันย่อยไนโตรเจนกับความขรุขระ ของฟิล์มบาง	81
4.5 ภาพตัวอย่างแสดงรอยกคบนฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ในการวัดค่าความแข็งและ ความยืดหยุ่นของฟิล์มบาง	82
4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดที่ใช้และระดับความลึกของรอยกคบน ฟิล์มบาง	81
4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Hardness และ Elastic modulus กับ ความดันย่อย ของ N ของฟิล์มบาง	84
4.8 อัตราการกัดกร่อนกับสารละลายเกลือเทียมของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบ ในความดันย่อยไนโตรเจน (a) $4 \times 10^{-4}$ mbar (b) $8 \times 10^{-4}$ mbar และ (c) $1.6 \times 10^{-3}$ mbar	85
4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสการกัดกร่อนกับค่าความขรุขระของฟิล์มบาง	86
ก-1 ตัวอย่างโครงสร้างของของแข็งโคเวเลนต์ที่ยึดแบบตาข่าย	91
ก-2 ตำแหน่งของอนุภาคในผลึก	94
ก-3 แกนและมุมระหว่างแกนของผลึก	94
ก-4 เซลล์หน่วยและแลตทิซบราวเว ทั้ง 14 แบบ เมื่อจัดตามระบบผลึกทั้ง 7 ระบบ	96
ข-1 แสดงระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ	97

## คำย่อและสัญลักษณ์

คำย่อ	ความหมาย
Å	อังสตรอม (หน่วยวัดความยาว แต่ไม่ใช่หน่วยในระบบ SI)
AFM	กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม
Al	อะลูมิเนียม (ธาตุเคมีในหมู่ IA)
Ar	อาร์กอน (ธาตุเคมีในหมู่ VIIIA)
CVD	การเคลือบผิวด้วยไอทางเคมี
$E_{corr}$	ศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน
HF	กรดไฮโดรฟลูออริก
$I_{corr}$	ค่ากระแสการกัดกร่อน
KHN	ค่าความแข็งของนูน
KOH	โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์
Kr	คริปทอน (ธาตุเคมีในหมู่ VIIIA)
nm	นาโนเมตร
PVD	การตกตะกอนของไอสาร ที่ได้มาโดยวิธีการทางฟิสิกส์
$R_E$	ประสิทธิภาพการเคลือบ
$R_q$	ค่าความขรุขระ
W	วัตต์ (หน่วยของกำลังไฟฟ้า)
Ti	ไทเทเนียม (ธาตุเคมีในหมู่ IVA)
TiN	ไทเทเนียมไนไตรด์
XRD	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
$\mu\text{m}$	ไมโครเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

ในงานอุตสาหกรรมประเภทต่างๆ ได้มีการคิดค้นวิธีการในการปรับปรุงผิววัสดุให้มีความคงทนเพื่อยืดอายุการใช้งานและเพื่อความสวยงามนั้นสามารถทำได้หลายวิธี แต่การปรับปรุงผิววัสดุวิธีหนึ่งที่กำลังได้รับความนิยมและเป็นที่น่าสนใจในปัจจุบัน คือ การเคลือบผิววัสดุด้วยสารเคลือบที่เหมาะสมในลักษณะของการเคลือบแบบฟิล์มบาง (thin film) ด้วยเทคนิคการเคลือบในสุญญากาศ (vacuum deposition) โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบด้วยฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) ซึ่งคุณสมบัติของไทเทเนียมไนไตรด์นั้น เป็นเซรามิกที่มีความเสถียรทางเคมีสูง ทนอุณหภูมิสูง สัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ มีความแข็งสูง จึงนิยมใช้เป็นชั้นเคลือบป้องกันสำหรับเครื่องมือช่างเพื่อเพิ่มความแข็งแรงและยืดอายุการใช้งานของเครื่องมือต่างๆ เหล่านั้น นอกจากนี้ยังมีการนำฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์มาใช้ในการงานด้านอิเล็กทรอนิกส์อีกด้วย เช่น ใช้เป็นขั้วของอุปกรณ์ไฟฟ้า รวมถึงใช้เป็นชั้นป้องกันการแพร่ในงานอุตสาหกรรมประเภทไมโครอิเล็กทรอนิกส์ และนิยมใช้ในการเคลือบเพื่อป้องกันการสึกกร่อนบนเครื่องมือประเภทเครื่องจักรกล ที่สำคัญฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ยังมีสีทองที่สวยงาม และมีความต้านทานต่อการกัดกร่อนจากกรดได้สูง จึงเหมาะที่จะนำไปใช้เคลือบชิ้นงานประเภทเครื่องประดับเพื่อความสวยงาม เช่น เข็มกลัด ตุ้มหู สายนาฬิกา กรอบแว่นตา ฯลฯ ซึ่งจะทำให้ได้ชิ้นงานที่มีสีทองสวยงาม และคงทนไม่เกิดรอยขีดข่วนได้ง่าย [1]

การเตรียมฟิล์มบางของสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์นั้นสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (DC Magnetron sputtering) วิธีอาร์เอฟรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (RF reactive magnetron sputtering) Ion Beam-assisted Deposition วิธีรีแอคทีฟพัลส์เลเซอร์ (Reactive-Pulse laser) หรือวิธีระเหยด้วยคาโทดิกอาร์ค (Cathodic arc evaporation) ทั้งนี้ การเตรียมฟิล์มแต่ละวิธีนั้นจะให้ฟิล์มที่มีโครงสร้างและสมบัติที่แตกต่างกัน ดังนั้นการเลือกใช้วิธีการเตรียมฟิล์มบางนอกจากโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มบางที่ต้องการแล้ว ยังต้องคำนึงถึงประโยชน์ในการนำฟิล์มไปใช้งานอีกด้วย ซึ่งเมื่อทำการศึกษาถึงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มและผลของการเตรียมฟิล์มในแต่ละวิธีที่มีอยู่ พบว่าวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (DC reactive magnetron sputtering) เป็นวิธีที่น่าสนใจเมื่อเทียบกับวิธีอื่น เนื่องจากสามารถเตรียมฟิล์มบางได้ที่อุณหภูมิห้อง อีกทั้งไอออนปริมาณมากที่เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบที่ได้จากการชนระหว่าง อิเล็กตรอนกับเป้าและตกไปยังแผ่นรองรับยังช่วยปรับเปลี่ยนโครงสร้าง และสมบัติของฟิล์มที่ได้ทำให้สามารถประยุกต์ไปสู่การเคลือบชิ้นงานขนาดใหญ่ในระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย

โดยทั่วไปแล้ว ปัจจัยสำคัญอย่างหนึ่งที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้จาก วิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง คือ เงื่อนไขการเคลือบ เช่น ความดันขณะเคลือบ อัตราการไหลของแก๊ส อุณหภูมิที่ให้กับแผ่นรองรับ ฯลฯ ซึ่งโครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว ตลอดจนสมบัติและองค์ประกอบของฟิล์มที่เคลือบได้อาจแตกต่างกันไป ถ้ากำหนดวิธีเคลือบและเงื่อนไขที่แตกต่างกันแม้เตรียมจากเครื่องเคลือบเดียวกัน ทำให้การศึกษผลของเงื่อนไขการเคลือบที่ใช้ในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงยังคงมีความสำคัญและจำเป็นต่อการวิจัยด้านฟิล์มบางต่อไป ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงเป็นงานวิจัยที่รายงานผลการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แอกทีฟตีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงบนแผ่นรองรับซิลิกอน เพื่อศึกษาผลของ โครงสร้างผลึก ความหนา ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง อัตราการกัดกร่อนของฟิล์มบาง รวมทั้งความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มบาง โดยฟิล์มบางทั้งหมดที่เตรียมได้นำไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) ความหนาและลักษณะพื้นผิวศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM) วัดอัตราการกัดกร่อนกับเหงื่อเทียม และวัดความแข็งของฟิล์มบางด้วยเครื่องวัดความแข็ง (Hardness Tester)

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมฟิล์มบางด้วยวิธีตีซีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง
2. เพื่อศึกษาโครงสร้างและคุณสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ ที่ได้จากการเตรียมฟิล์มบางแบบตีซีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง
3. เพื่อนำไปประยุกต์ใช้กับงานอุตสาหกรรมประเภทต่างๆ โดยเฉพาะงานอุตสาหกรรมเครื่องประดับ
4. เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานในงานวิจัยอื่นๆ

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าวิธีการเตรียมฟิล์มในแต่ละวิธี และทำการเตรียมฟิล์มด้วย วิธีตีซีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (DC reactive magnetron sputtering) โดยที่มีเงื่อนไขของความดันไนโตรเจนที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มที่ 10% 20% 30% 40% และ 50%
2. วิเคราะห์ผลข้อมูลที่ได้จากการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction) เพื่อหาระนาบของผลึก และคุณสมบัติของฟิล์มแต่ละชุดที่เตรียมด้วยระดับความดันไนโตรเจนที่ต่างกันว่าจะมีโครงสร้างเป็นอย่างไร
3. วิเคราะห์ผลข้อมูลที่ได้จากการวัดความเรียบของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy) และทำการเปรียบเทียบเพื่อวิเคราะห์ว่า ฟิล์มที่เตรียมในความดันไนโตรเจนที่ระดับไหนจะทำให้ฟิล์มมีค่าความขรุขระน้อยที่สุด
4. วิเคราะห์ผลข้อมูลที่ได้จากการวัดค่าความแข็งของฟิล์มด้วย วิธีการกดด้วยเครื่องวัดความแข็ง (Hardness Tester) เพื่อวิเคราะห์ว่าเมื่อใช้ความดันไนโตรเจนในการเตรียมฟิล์มมากขึ้น จะส่งผลต่อความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มหรือไม่
5. วิเคราะห์ผลข้อมูลที่ได้จากการวัดค่าความกัดกร่อนกับสารที่เป็นกรด โดยที่เลือกใช้เหงื่อเทียมในการทดลอง เพื่อศึกษาว่าถ้าความดันไนโตรเจนเพิ่มขึ้น จะมีผลต่อการทนการกัดกร่อนจากเหงื่อหรือไม่

### ตารางที่ 1.1 ระยะเวลาดำเนินงาน

ระยะเวลา	ขั้นตอนการดำเนินงาน
สิงหาคม พ.ศ.2557	พบอาจารย์ที่ปรึกษาเพื่อเลือกหัวข้องานวิจัยและวางแผนการดำเนินงาน
กันยายน พ.ศ.2557	ศึกษาและค้นคว้าข้อมูลที่จำเป็นต้องใช้ในงานวิจัย
ตุลาคม – พฤศจิกายน พ.ศ.2557	ทำการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธี ดีซีรีแอกทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง ทั้งหมด 5 ชุด โดยที่แต่ละชุดเตรียมในระดับความดันไนโตรเจนที่ต่างกัน
ธันวาคม พ.ศ.2557	นำฟิล์มที่ได้มาทำการวัดผลต่างๆ
มกราคม – กุมภาพันธ์ พ.ศ.2558	นำผลที่ได้ทั้งหมดมาวิเคราะห์เพื่อหาข้อสรุปในหัวข้อต่างๆของฟิล์มแต่ละชุด
มีนาคม พ.ศ. 2558	สรุปผลการทดลองทั้งหมด

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.ทราบถึงพฤติกรรมการกัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีการรีตีซีแอกทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง
- 2.ทราบถึงผลของความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลายที่มีผลต่อพฤติกรรมการกัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ ที่เคลือบด้วยวิธีการรีตีซีแอกทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง
- 3.นำไปประยุกต์ใช้ในภาคอุตสาหกรรม โดยนำมาเคลือบบนผิวอุปกรณ์เครื่องจักรต่างๆ เช่น ดอกสว่าน และ เครื่องมือตัดเจาะอื่นๆ เพื่อลดการสึกกร่อนและลดการกัดกร่อน
- 4.วิธีการนี้เป็นการเคลือบผิวในระบบสุญญากาศ จำกัดเฉพาะภายในแชมเบอร์สุญญากาศ จึงไม่ทำให้สิ่งแวดล้อมทั้งอากาศและแหล่งน้ำเสีย ซึ่งจะเข้ามาแทนที่การชุบผิวโลหะด้วยไฟฟ้าในปัจจุบัน (electroplating) ที่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมมาก
- 5.ผลสำเร็จของงานวิจัยนี้คาดหวังว่าจะเป็นประโยชน์โดยตรงต่อภาคอุตสาหกรรม โดยเฉพาะในการปรับปรุงพื้นผิวของโลหะเพื่อใช้งานด้านต้านทานการกัดกร่อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้จะกล่าวถึงบทความ และเอกสารการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยในโครงการนี้ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 ส่วน ได้แก่ (1) การทบทวนวรรณกรรม (2) สมบัติ โครงสร้าง และการใช้งานของไทเทเนียมไนไตรด์ (3) เทคโนโลยีฟิล์มบาง (4) เทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ในโครงการวิจัยนี้โดยมีรายละเอียดดังนี้

### 2.1 ทบทวนวรรณกรรม

ในงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการวิเคราะห์ผลของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วย วิธีดีซีรีแอคทีฟสปัตเตอร์ริงไว้มากมาย ซึ่งในงานวิจัยเหล่านั้นได้มีการปรับเปลี่ยนเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางและเงื่อนไขในการวิเคราะห์ไว้หลายอย่าง ไม่ว่าจะเป็นงานวิจัย ผลของกำลังสปัตเตอร์ริงต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิคดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (คมกฤษ สายเสรีภาพ และคณะ , 2555) ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลกำลังในช่วง 130 ถึง 270 วัตต์ต่อโครงสร้างของฟิล์ม ซึ่งผลการศึกษาพบว่า สีของฟิล์มที่เคลือบได้แปรไปตามกำลังสปัตเตอร์ริงจากสีม่วง เป็นสีทอง และเป็นสีน้ำตาล ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างแบบเฟซเซนเตอร์คิวบิก (face center cubic; fcc) และเมื่อกำลังสปัตเตอร์ริงเพิ่มขึ้นพบว่า ขนาดผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น อีกทั้งยังส่งผลต่อความหนาของฟิล์มให้หนามากขึ้น และความหนาผิวเพิ่มขึ้นเช่นกัน ในการวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ [8] ได้มีการสร้างต้นแบบเครื่องเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง ตลอดจนศึกษากระบวนการเคลือบและสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ซึ่งผลการศึกษากิจงานวิจัยนี้พบว่า อัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเป็นปัจจัยสำคัญที่ใช้ในการเคลือบ และส่งผลต่อสีของฟิล์มให้เป็นสีทองใกล้เคียงกับของจริงมากที่สุด และการยึดติดของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์บนวัสดุรองรับชนิดต่างๆ จะเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิของวัสดุรองรับ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น การยึดติดของฟิล์มบางที่เคลือบได้จะมีการยึดติดที่ดีขึ้น

นอกจากงานวิจัยในประเทศไทยแล้วนั้น ในต่างประเทศก็ได้มีการวิจัยเรื่องนี้ด้วยเช่นกัน ยกตัวอย่างเช่นงานวิจัย PHYSICAL PROPERTIES OF TITANIUM NITRIDE THIN FILM PREPARED BY DC MAGNETRON SPUTTERING [16] ได้ทำการศึกษาถึงคุณสมบัติของฟิล์มบางโดยที่ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิที่ให้กับวัสดุรองรับเท่ากับ 200 °C 300°C และ 500 °C ตามลำดับพบว่า อุณหภูมิของวัสดุรองรับจะส่งผลถึงความเรียบของฟิล์ม โดยที่ฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุที่ได้รับความร้อน 200 °C จะมีความเรียบมากที่สุด และขนาดของผลึกบนวัสดุที่ได้รับความร้อน 500 °C จะมีขนาดใหญ่ที่สุด อีกทั้งอุณหภูมิที่ให้กับแผ่นรองรับยังส่งผลต่อระนาบของผลึกบนฟิล์มโดยตรงอีกด้วย

ดังนั้น จากงานวิจัยที่ผ่านมาไม่ว่าจะเป็นทั้งของประเทศไทยและต่างประเทศทำให้ สรุปได้ว่าไม่ว่าจะเป็นเงื่อนไขใดๆก็ตาม ทั้งเงื่อนไขปรับเปลี่ยนอุณหภูมิของวัสดุรองรับ ปรับเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มบาง หรือแม้กระทั่งการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของแก๊สที่ใช้ในการสปัตเตอร์ริงต่างส่งผลถึงโครงสร้างและคุณสมบัติของฟิล์ม ขนาดของผลึก รวมไปถึงสีของฟิล์มและการยึดติดบนวัสดุรองรับทั้งสิ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2 สมบัติโครงสร้าง และการใช้งานของไทเทเนียมไนไตรด์ [8]

ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เป็นสารประกอบเซรามิก ซึ่งมีคุณสมบัติโดดเด่นเป็นที่น่าสนใจหลายประการ เช่น มีความเสถียรสูง ทนต่อการกัดกร่อนได้ดีกว่าเหล็กกล้าไร้สนิมและซูเปอร์อัลลอยด์ แต่จะเกิดการกัดกร่อนได้ด้วยสารละลายกรดแก่ HF+HNO หรือสารละลายต่างแก่ KOH ที่อุณหภูมิสูง แต่ค่อนข้างเฉื่อยต่อปฏิกิริยาในสภาวะอื่น นอกจากนี้เมื่ออยู่ในสภาพฟิล์มบางจะมีความแข็งแรงสูง ถ้าเคลือบบนแม่พิมพ์โลหะและลูกรีดโลหะจะทำให้มีอายุการใช้งานที่สูงขึ้น ที่สำคัญไทเทเนียมไนไตรด์ยังสามารถทนต่ออุณหภูมิสูง และมีสัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ จึงเหมาะสำหรับใช้เคลือบอุปกรณ์ตัดเฉาะ เช่น ดอกสว่าน มีดกลึง ซึ่งสามารถช่วยลดอัตราการสึกกร่อนได้ดี นอกจากนี้ยังมีการนำไทเทเนียมไนไตรด์ไปใช้เคลือบเป็นขั้วต่อตัวนำกับสารกึ่งตัวนำก่อนถึงชั้นอลูมิเนียม เพราะนำไฟฟ้าได้ และยังสามารถใช้เป็นแนวกันไม่ให้อลูมิเนียมแพร่ผสมกับสารกึ่งตัวนำเมื่ออุณหภูมิใช้งานสูง ซึ่งเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้สารกึ่งตัวนำเสื่อมสภาพ และที่สำคัญไทเทเนียมไนไตรด์มีสีทองสวยงาม คล้ายกับทองคำ จึงเหมาะอย่างยิ่งที่จะนำมาทำเครื่องประดับ เช่น แหวน ตุ้มหู กำไล กรอบแว่นตานิวกา สร้อยข้อมือ เข็มขัด ฯลฯ ซึ่งจะสามารถทำให้เครื่องประดับเหล่านี้มีความสวยงามที่คงทน มีอายุการใช้งานที่ยาวนานขึ้น

### 2.2.1 สีและโครงสร้างสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์

Clarke (1977) ได้เคลือบฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ ด้วยวิธีอีพอกทีฟ สปีดเตอริง ที่แรงดันไฟฟ้าดีไซชาร์จ 1000 V และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า  $100 \text{ W/cm}^2$  โดยเปลี่ยนอัตราส่วนผสมแก๊สไนโตรเจน (N) และแก๊สอาร์กอน (Ar) ที่ค่าต่างๆ พบว่าการเคลือบให้สีต่างกันตามอัตราส่วนผสมจากการวิเคราะห์โครงสร้างด้วย x-ray diffraction (XRD) และ scanning electron microscope (SEM) สรุปได้ว่า ที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนมีค่าต่ำ สีของฟิล์มจะออกสีเงินของไทเทเนียม เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้นจะปรากฏสีเหลืองอ่อน และสารประกอบที่วิเคราะห์คือ TiN เมื่อเพิ่มความดันย่อยไนโตรเจนให้สูงขึ้นอีกสีจะเปลี่ยนเป็นสีทองและเข้มขึ้นจนเป็นสีแดงเข้ม

Wittmer (1985) อธิบายความสัมพันธ์ของปริมาณไนโตรเจนกับโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไนไตรด์ ว่า ไทเทเนียมบริสุทธิ์มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) เมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนสูงขึ้น อะตอมของไนโตรเจนจะแทรกตัวในโครงสร้างผลึกของไทเทเนียม ทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนจาก hexagonal เป็น tetragonal เมื่ออัตราส่วนของไทเทเนียมต่อไนโตรเจนเท่ากับ 2:1 เนื่องจากการแทรกตัวของไนโตรเจนมีเพียงครึ่งหนึ่งของช่องว่าง ทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนรูปเล็กน้อย ฟิล์มมีสีเหลืองอ่อน เมื่อปริมาณไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้นจะเกิดสารประกอบ 2 ชนิดคือ  $Ti_2N$  และ TiN ซึ่งมีโครงสร้างแบบ hexagonal และ face centered cubic ตามลำดับ โดยฟิล์มจะมีสีทองมากขึ้น ฟิล์มจะมีสีทองปลั่งเมื่อมีสารประกอบ TiN เพียงเฟสเดียว นั่นคือไนโตรเจนแทรกตัวเต็มช่องว่างทั้งหมดเป็น stoichiometry และถ้าเพิ่มไนโตรเจนมากกว่านี้ฟิล์มจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล บรอนซ์ ทองแดงจนกระทั่งมีสีแดงเมื่อมีไนโตรเจนมากเกินไป

Duh และ Dong (1993) พบว่า อัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจนมีอิทธิพลอย่างเห็นได้ชัดต่อเฟสและโครงสร้างของ TiN โดยที่อัตราการเคลือบจะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณไนโตรเจนลดลง ผล XRD แสดงให้เห็นว่า TiN เกิดเมื่ออัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนต่อไนโตรเจนอยู่ในช่วง 90/10 ถึง 70/30 และที่อัตราส่วน 95/5 และ 60/40 ไม่พบเฟส TiN

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2.2 ความต้านทานและโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์

Wittmer (1985) ศึกษาสมบัติความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีการต่างกัน 2 วิธี คือ เคลือบด้วยวิธี ARE กับ วิธีสปัตเตอร์ริง พบว่าความต้านทานจำเพาะจากฟิล์มที่ได้จากการเคลือบด้วยวิธี ARE จะเริ่มจาก  $70 \mu\Omega\text{-cm}$  เมื่อเป็นไทเทเนียมบริสุทธิ์ และเพิ่มขึ้นสูงสุดที่  $250 \mu\Omega\text{-cm}$  เมื่อความดันแก๊สไนโตรเจนมีค่า  $2 \times 10^{-4}$  โกล์จุตการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก hexagonal  $\alpha$ -Ti สู่ face centered cubic TiN หรือในช่วงเกิดสารประกอบ titanium-two-nitried นั้นเอง การเพิ่มความดันไนโตรเจนสูงขึ้น ทำให้ความต้านทานจำเพาะลดลงต่ำสุด  $200 \mu\Omega\text{-cm}$  ที่จุดที่เกิดสารประกอบ TiN การเพิ่มความดันแก๊สไนโตรเจนต่อไป ค่าความต้านทานจำเพาะจะมีค่าสูงขึ้น ส่วนการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงค่าสูงสุดของความต้านทานจำเพาะที่สารประกอบเป็น titanium-two-nitried และค่าต่ำที่สุดเป็นไทเทเนียมไนไตรด์ที่อัตราส่วนผสมแก๊สไนโตรเจนมีค่า 22% จะเห็นได้ว่านอกจากสภาวะช่วยบดของค์ประกอบของสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์ได้แล้ว ยังใช้ค่าความต้านทานจำเพาะที่วัดได้เป็นตัวบ่งบอกองค์ประกอบของสารเคลือบได้อีกด้วย

ทั้งนี้จากสมบัติการเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดีของไทเทเนียมไนไตรด์ การมีอุณหภูมิหลอมตัวสูง มีความเสถียรสูง และเป็นกำแพงกันการแพร่ของอะตอมโลหะชนิดต่างๆได้ดี จึงนิยมนำมาใช้เป็นตัวนำของรอยต่อในวงจรรีเลย์ทรานซิสต์ต่างๆ เช่น การเคลือบชั้นของไทเทเนียมไนไตรด์คั่นระหว่างสารกึ่งตัวนำและชั้นออกไซด์ช่วยป้องกันการแพร่ของอะตอมของออกไซด์เข้าสู่อุปกรณ์กึ่งตัวนำได้ดี ทำให้อายุการใช้งานของสารกึ่งตัวนำสูงขึ้น

## 2.2.3 ความแข็งและทนต่อการสึกหรอของไทเทเนียมไนไตรด์

Hintermann (1984) เคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีไอออนเพลทติง บนดอกสว่านที่ทำจากเหล็กความเร็วสูง (high speed steel) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 mm และทดสอบเจาะชิ้นงานที่มีความแข็ง ด้วยอัตราการเจาะและความเร็วการเจาะต่างๆกัน เปรียบเทียบกับดอกสว่านที่ไม่ได้เคลือบและดอกสว่านที่ถูกขัดมันผิวหลังการเคลือบ พบว่าภายหลังการเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ ผิวดอกสว่านแข็งขึ้น ความสามารถทนอุณหภูมิสูงขึ้น และสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่ลดลง ของไทเทเนียมไนไตรด์ ช่วยให้ดอกสว่านทำงานด้วยอัตราการเจาะที่สูงขึ้นและได้ระยะทางการเจาะมากขึ้น

## 2.2.4 สมบัติอื่นๆของไทเทเนียมไนไตรด์และการประยุกต์ใช้งาน

ไทเทเนียมไนไตรด์มีสัมประสิทธิ์ของความเสียดทานต่ำกว่าเหล็กประมาณ 3 เท่า รวมกับการมีเนื้อผิวที่แข็ง เมื่อใช้เคลือบลงบนเบริงทำให้สามารถรับภาระโหลดได้เพิ่มขึ้น ทำงานได้รอบความเร็วสูงขึ้น โดยมีอัตราการสึกกร่อนต่ำมาก เปลืองน้ำมันหล่อลื่นน้อย เคลือบลงบนอุปกรณ์ที่ใช้ในการกลึงไส ตัด เจาะ ช่วยให้ผิวที่ได้รับการกลึง ไส ตัด เจาะ มีความเรียบสูงกว่าอุปกรณ์ที่ไม่ได้เคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ เนื่องจากมีค่าความเสียดทานต่ำ และทนอุณหภูมิสูงจึงลดแรงตัดลง ทำให้สามารถทำงานที่ค่าอัตราการเจาะ ตัด สูงขึ้น และมีความเร็วรอบที่สูงขึ้น

การเคลือบไทเทเนียมไนไตรด์ลงบนเกลียวชิ้นงาน สามารถรักษาความละเอียด และความเรียบของผิวเกลียวไว้ได้นาน การเคลือบลงบนเล็บมีดกลึงทั้งสแตนคาร์ไบด์ และชิ้นขัดผิวรูทำจากเหล็กความเร็วสูงจะช่วยเพิ่มอายุการใช้งานของวัสดุได้ 3-6 เท่า

ในการเคลือบเพื่อความสวยงามและการเคลือบเพื่อทนทานต่อการสึกกร่อน สภาวะการเคลือบย่อมแตกต่างกันออกไปบ้าง เช่น จุดหลอมตัวของสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์ที่ใช้กับการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

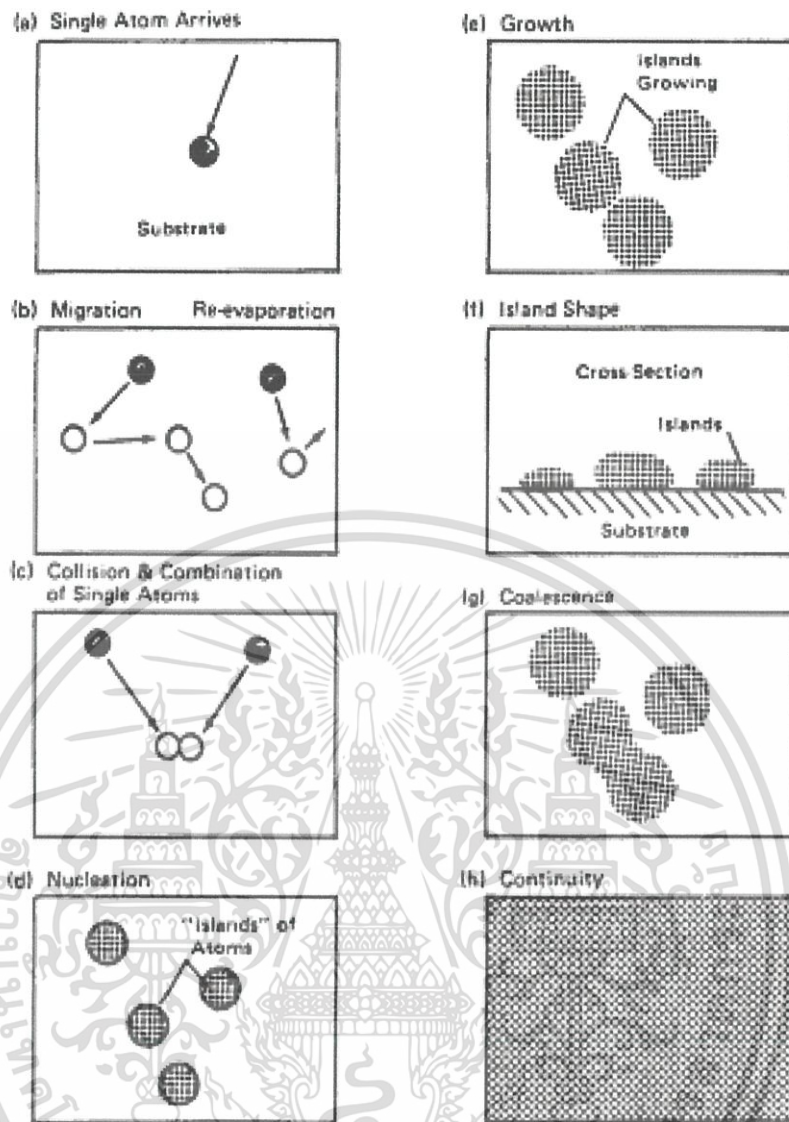
เคลือบเพื่อความสวยงามอาจไม่จำเป็นต้องสูงมากนัก แต่ความทนทานต่อการกัดกร่อน ในการเคลือบเพื่อความสวยงามควรตีมาก ๆ สีการเคลือบจำเป็นมากต่อความสวยงาม ในขณะที่การเคลือบเพื่อลดการสึกกร่อน สีที่เคลือบไม่จำเป็นต้องสดใส คุณภาพความแข็งที่ผิวชิ้นงานมีความสำคัญมากกว่าขนาดเกรนในการเคลือบเพื่อทนการสึกกร่อนควรใหญ่ในระดับ  $1\ \mu\text{m}$  และไม่จำเป็นต้องขัดผิวให้มัน แต่การเคลือบเพื่อความสวยงามจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องมีเกรนละเอียดมาก ทำให้สามารถขัดมันวาวได้ง่าย ความหนาของการเคลือบทนต่อการสึกกร่อนมีค่าความหนาในช่วง  $5\text{-}20\ \mu\text{m}$  ขณะที่การเคลือบเพื่อความสวยงามต้องการความหนาเพียง  $2\text{-}5\ \mu\text{m}$  หรือต่ำกว่า ดังนั้นสภาวะการเคลือบ เมื่อใช้งานต่างกันจึงเป็นปัจจัยสำคัญส่วนหนึ่งในการออกแบบระบบเคลือบผลิตภัณฑ์ทางอุตสาหกรรมในด้านนี้

## 2.3 เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศครั้งแรก ทำโดย Bunsen และ Grove ในปี ค.ศ. 1852 โดยทั่วไปแล้ว การเคลือบฟิล์มบางก็คือ การเรียงตัว (fabricated) โดยการตกเคลือบ (diposition) ของสารเคลือบในลักษณะของอะตอมเดี่ยวบนวัสดุรองรับ (substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบาง โดยฟิล์มที่ได้จะบางมาก ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้ฟิล์มบางในงานด้านต่างๆ มากมาย เช่น อุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ อุปกรณ์ทางแสง นอกจากนี้ยังสามารถใช้เทคนิคการเคลือบฟิล์มบางนี้ในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบาง และมีความเป็นระเบียบสำหรับใช้ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของวัสดุต่างๆ ในรูปของฟิล์มบาง ซึ่งสมบัติบางประการไม่สามารถวัดได้เมื่อมีสภาพเป็นก้อน ข้อมูลเหล่านี้มีประโยชน์ในการพัฒนาวัสดุเพื่อนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรม

### 2.3.1 การก่อเกิดฟิล์มบาง [3]

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ สารเคลือบที่กระทบผิววัสดุรองรับส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอะตอม โดยพลังงานพันธะระหว่างอะตอมสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และอุณหภูมิของวัสดุรองรับจะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ของสารเคลือบบนผิววัสดุรองรับ อะตอมสารเคลือบตกกระทบผิวของวัสดุในตำแหน่งที่เรียกว่า การดูดจับ (absorption site) และเกิดการเกาะติด หรือถ้ามีพลังงานมากพอก็อาจกระโดดข้ามกำแพงพลังงานไปยังบริเวณที่อยู่ติดกัน หรือหลุดออกจากตำแหน่งนั้นไป ในเวลาชั่วครู่สารเคลือบอาจเกิดการระเหยกกลับและการรวมตัวกันระหว่างอะตอมที่มีการแพร่ [8]



รูปที่ 2.1 การก่อเกิดฟิล์มบาง

### 2.3.2 ประเภทของการเคลือบฟิล์มบาง [3]

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศแบ่งออกได้ 2 ประเภท ได้แก่ การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (chemical process) และการเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical process)

#### 1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี

เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊ส และเกิดปฏิกิริยาเคมีเป็นสารใหม่ (new species) ตกบนวัสดุรองรับ เช่น plasma PVD และ laser CVD

#### 2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์

เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (evaporation) และวิธีสปัตเตอร์ริง (sputtering)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.3 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการทางฟิสิกส์ [3]

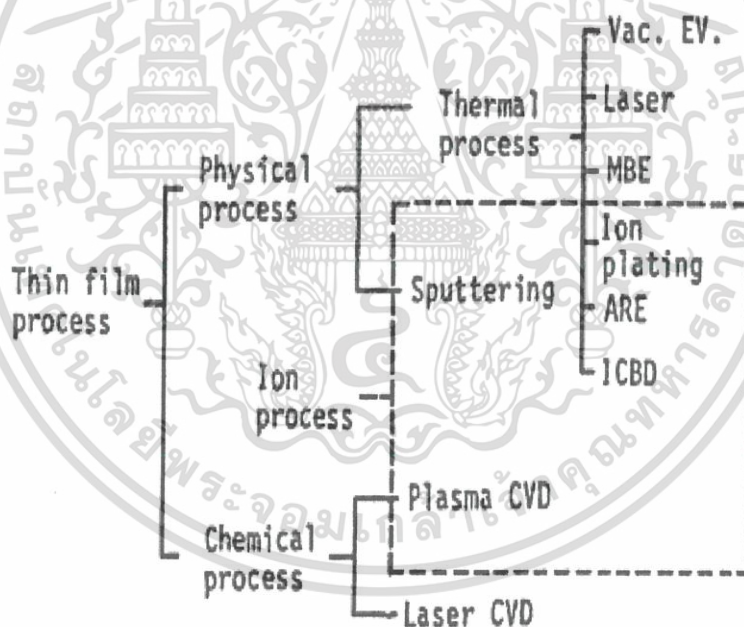
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการทางฟิสิกส์นั้น อาศัยหลักการทำให้อะตอมหลุดออกจากผิวของสารเคลือบแล้วเคลื่อนที่ไปยังติดบนผิวของแผ่นรองรับและทับถมกัน เกิดเป็นชั้นของฟิล์มภายใต้สภาวะสุญญากาศ การเคลือบฟิล์มด้วยวิธีการทางฟิสิกส์จึงประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือ

- 1.) สร้างสารเคลือบให้เป็นอะตอม โมเลกุล หรืออนุภาคจากแหล่งกำเนิด (source)
- 2.) เคลื่อนย้ายสารเคลือบไปยังแผ่นรองรับ (substrate)
- 3.) ทำให้สารเคลือบควบแน่นและเกิดการทับถมเป็นชั้นของฟิล์มบาง

พลังงานพันธะระหว่างอะตอมของสารเคลือบกับแผ่นรองรับ และอุณหภูมิของแผ่นรองรับจะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการแพร่ของสารเคลือบบนผิวแผ่นรองรับนั้น การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการทางฟิสิกส์ (Physical Vapor Deposition) แบ่งออกเป็น 2 วิธีหลัก ได้แก่

- 1.) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการระเหยสาร (Evaporation)
- 2.) การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการสปัตเตอริง (Sputtering)

ซึ่งสามารถสร้างฟิล์มบางที่มีความหนาได้ในระดับอังสตรอม จนถึงระดับมิลลิเมตร มีการประยุกต์วิธีการเคลือบฟิล์มดังกล่าวในหลายสาขา เช่น ด้านวิศวกรรม ด้านเคมี ด้านนิวเคลียร์ ด้านไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ด้านฟิสิกส์ และด้านอุตสาหกรรมต่างๆ เป็นต้น

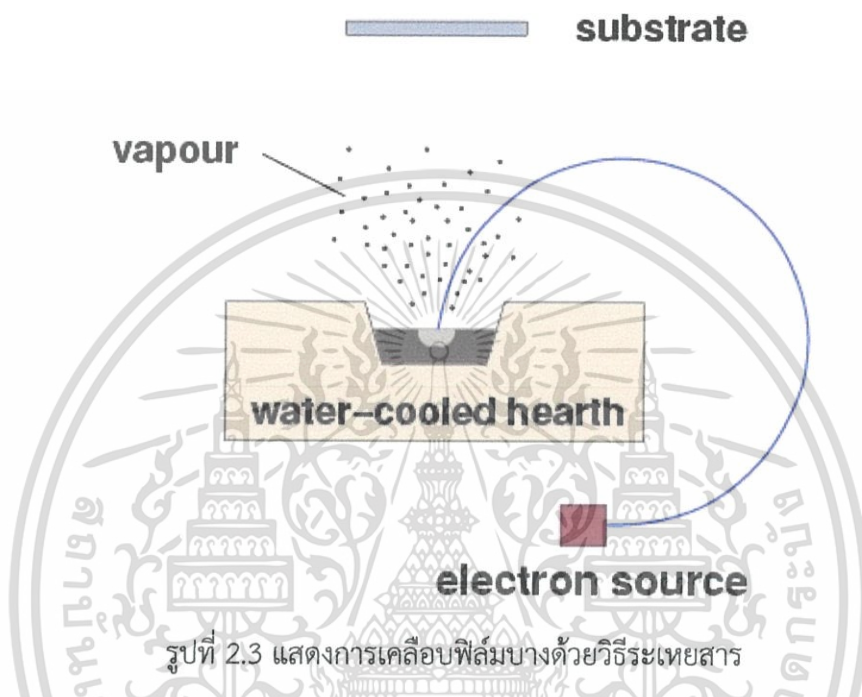


รูปที่ 2.2 แสดงประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์ม

#### 1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการระเหยสาร (Evaporation)

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยสาร เป็นการทำให้สารเคลือบระเหยเป็นไอด้วยการให้ความร้อนในสุญญากาศ (ความดันประมาณ  $10^{-6}$  mbar) อุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วงประมาณ 200-300 องศาเซลเซียส การลดความดันกระทำโดยใช้เครื่องสูบล้างอากาศออกจากห้องสุญญากาศอย่างสม่ำเสมอ ทำให้โมเลกุลของสารเคลือบที่ระเหยเป็นไอเคลื่อนที่เป็นเส้นตรงไปก่อดั้วเป็นชั้นของฟิล์มบางอย่างสม่ำเสมอที่ผิวของแผ่นรองรับและขึ้นกับตำแหน่งและการจัดเรียงของแผ่นรองรับนั้น ต้องจัดให้สารเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เคลือบอยู่ในถ้วยทนไฟ (refractory crucible) เพื่อให้ความร้อนแก่สารเคลือบ จนสารเคลือบ หลอมเหลวและกลายเป็นไอ การให้ความร้อนมีหลายวิธี แต่ที่นิยมใช้กันทั่วไปและไม่ยุ่งยากคือการใช้ ความร้อนด้วยไฟฟ้า หรืออาจจะเหตด้วยวิธีอื่นๆ เช่น ใช้ความร้อนจากตัวต้านทานไฟฟ้า การระเหย แบบวาบ การระเหยด้วยไฟอาร์ค การใช้ความร้อนจากคลื่นวิทยุความถี่สูง การเคลือบฟิล์มแบบนี้นิยม ใช้เคลือบวัสดุโปร่งแสง เช่น เลนส์ แว่นตา กระจกเลเซอร์ และใช้สารเคลือบเป็นไดอิเล็กทริก เช่น แมกนีเซียมไดฟลูออไรด์ ( $MgF_2$ ) หรือออกไซด์ของโลหะ เป็นต้น



รูปที่ 2.3 แสดงการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยสาร

## 2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง

กระบวนการพอกพูนชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง (ความดัน ประมาณ  $10^{-3}$  ถึง  $10^{-1}$  mbar) การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จาก กระบวนการสปัตเตอริง วิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการ สปัตเตอริง คือ การที่ทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมีการ แลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ โดยที่ กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ และเนื่องจากไอออนที่ได้ จากการสปัตเตอริงในการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริงนั้น จะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธี ระเหยสารมาก ฉะนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับ ก็จะฝังตัวแน่นลงใน เนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงจะทำให้การยึด เกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

### 2.3.4 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

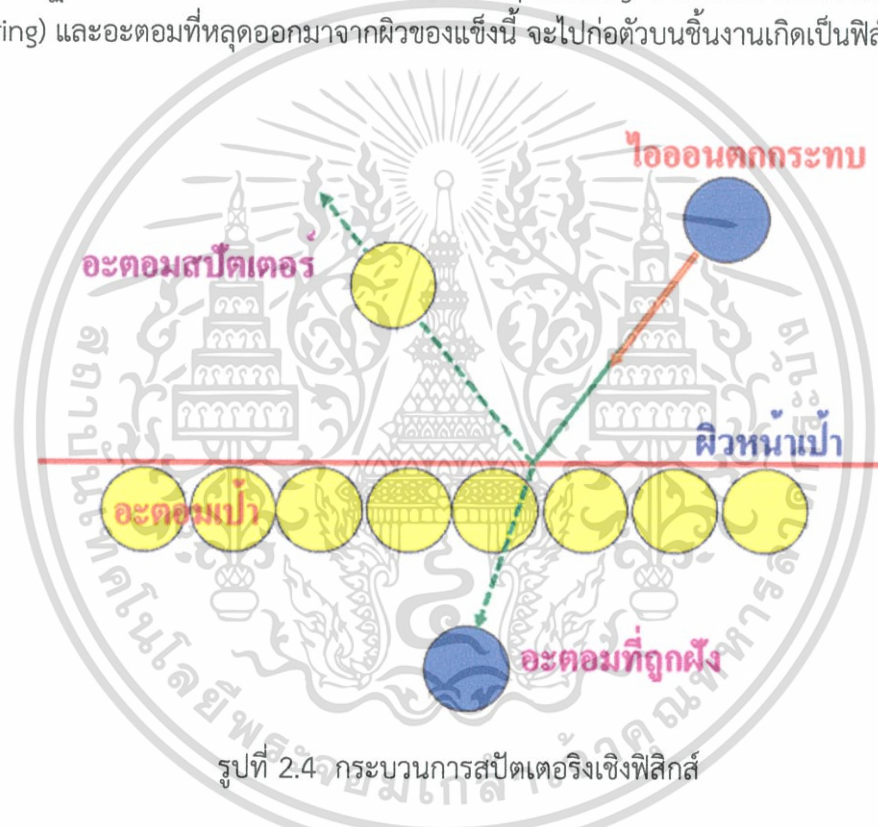
#### 2.3.4.1 แนวคิดและหลักการการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง [18]

เมื่อปี ค.ศ. 1852 โกรฟ (Sir W. Grove) พบการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศในขณะที่เกิด โกลว์ ดิสชาร์จ (glow discharge) ทอมสัน (Sir W. Tomson) เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า สปัตเตอริง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(sputtering) ปัจจุบัน การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการสปัตเตอริงได้มีการพัฒนาใช้กันอย่างกว้างขวางมากกว่าวิธีการเคลือบฟิล์มบางด้วยการระเหยสาร โดยอาศัยหลักการดังนี้ ให้อนุภาคหนักกระดอนยิงพื้นผิวของวัสดุ ทำให้เกิดการถ่ายเทโมเมนตัมให้อะตอมหรือโมเลกุล แล้วมีอนุภาคโมเลกุลหลุดออกจากผิวของวัสดุนั้น โดยเป็นไปตามเงื่อนไขต่อไปนี้

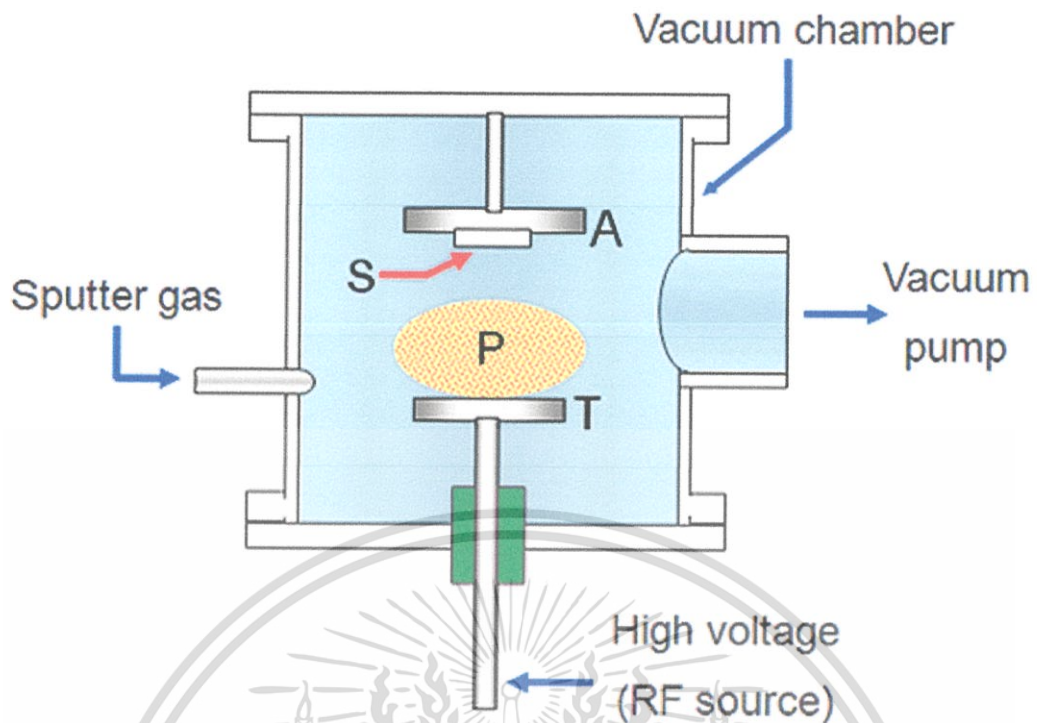
1. การกระจายเชิงมุมของอนุภาคที่หลุดออกมานั้นจะขึ้นกับทิศทางของอนุภาคที่พุ่งเข้าชน
2. อนุภาคที่หลุดออกมาจากผิวของผลึกเดี่ยว จะแสดงทิศทางที่แน่นอน
3. สปัตเตอริงยิลด์ (sputtering yield) ขึ้นอยู่กับพลังงาน และมวลของอนุภาคที่พุ่งเข้าชน
4. อนุภาคที่หลุดออกมาจากวิธีสปัตเตอริงนั้นจะมีความเร็วเฉลี่ยมากกว่าวิธีการ-ระเหยสาร

เมื่อผิวของแข็งถูกระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงาน เช่น ไอออนที่มีความเร็ว อะตอมที่ผิวของแข็งจะถูกกระเจิงออกมาเนื่องจากการชนระหว่างอะตอมที่ผิวและอนุภาคพลังงาน ดังแสดงดังรูปที่ 2.2 ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า สปัตเตอริงกลับ (back sputtering) หรือสปัตเตอริงเชิงเดี่ยว (simple sputtering) และอะตอมที่หลุดออกมาจากผิวของแข็งนี้ จะไปก่อตัวบนชิ้นงานเกิดเป็นฟิล์มบางขึ้น



รูปที่ 2.4 กระบวนการสปัตเตอริงเชิงฟิลิกส์

เมื่อแผ่นโลหะบางถูกระดมยิงด้วยอนุภาคพลังงาน ทำให้มีอะตอมกระเจิงส่งผ่านแผ่นโลหะบางออกมา ปรากฏการณ์นี้ถูกเรียกว่า สปัตเตอริงส่งผ่าน (transmission sputtering) คำว่าสปัตเตอริง (spluttering),สปัตเตอริง (sputtering),แคโทดสปัตเตอริง (cathode sputtering) หรือแคโทดดิไซน์ทีเกรชัน (cathode disintegration) และ อิมแพกต์อีวาเพอเรชัน (impact evaporation) ถูกใช้ในความหมายเดียวกัน ระบบสปัตเตอริงหลายแบบถูกแนะนำมาใช้ในการเคลือบฟิล์มบาง รูปแบบของมันได้แสดงดังรูปที่ 2.5

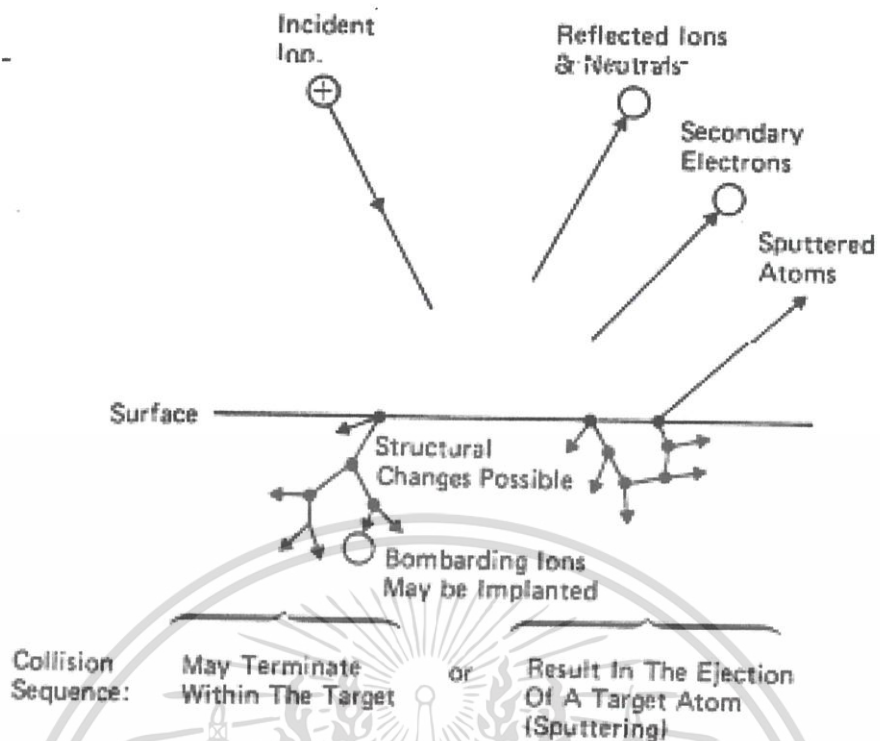


รูปที่ 2.5 ระบบการเคลือบแบบสปีดเตอริง

อนุภาคที่วิ่งเข้าชนเป้าซึ่งเป็นสารเคลือบอาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรือมีประจุไฟฟ้า เช่น อิเล็กตรอนหรือไอออน แต่อนุภาคที่เข้าชนต้องมีพลังงานสูง การทำให้อนุภาคที่มีประจุไฟฟ้ามีพลังงานสูงนั้นจะทำได้ง่ายกว่าอนุภาคที่เป็นกลางทางไฟฟ้า อิเล็กตรอนก็มีมวลน้อยเกินไปทำให้ไม่มีประสิทธิภาพในการถ่ายเทโมเมนตัม ดังนั้น โดยทั่วไปแล้วจะใช้ไอออนที่ถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าให้มีพลังงานสูงตามที่ต้องการ ซึ่งการชนของไอออนกับอะตอมของสารเคลือบคิดตามหลักการคงที่ของโมเมนตัม อนุภาคที่มีประจุไฟฟ้าจะต้องมีพลังงานสูงอย่างต่อเนื่องในขณะที่ทำการเคลือบฟิล์มเพื่อให้การเคลือบฟิล์มเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ และมีความหนาแน่นตามต้องการ เมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งชนเป้าของสารเคลือบ จะเกิดปรากฏการณ์หลายอย่าง เช่น

1. ไอออนบางส่วนสะท้อนกลับและส่วนมากจะเป็นกลางทางไฟฟ้า เพราะไปรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวของเป้า
2. ไอออนบางส่วนฝังเข้าในตัวสารเคลือบ (ion implantation) ความลึกในการฝังตัวจะแปรผันตามพลังงานของไอออน
3. เป้าสารเคลือบจะปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (secondary electron) ถ้าไอออนมีพลังงานสูงพอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 แสดงอันตรกิริยาระหว่างไอออนกับผิวเป้าสารเคลือบ

4.เกิดการเรียงตัวใหม่ของอะตอมที่ผิวของเป้าสารเคลือบ (altered surface layers) และเกิดความพร่องของโครงสร้าง (lattice defect)

5.เกิดการชนกันอย่างต่อเนื่องของอะตอมบนเป้าสารเคลือบ แล้วทำให้อะตอมหลุดออกมาจากเป้าสารเคลือบนั้น เรียกว่า การสปัตเตอริง (sputtering)

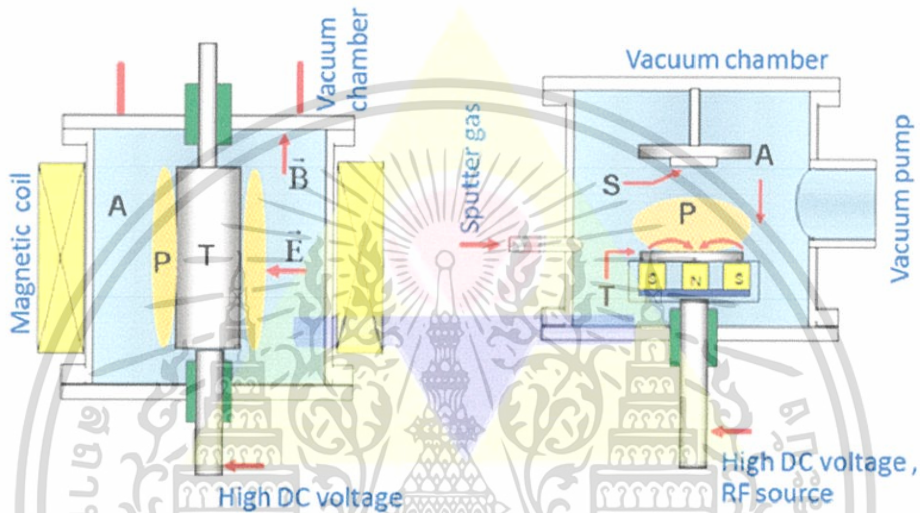
ระบบสปัตเตอริงแบบที่ง่ายที่สุดคือ ระบบสปัตเตอริงแบบไดโอด (diode sputtering) ซึ่งมีองค์ประกอบง่าย ๆ คือ คู่ของขั้วไฟฟ้าแบบระนาบ โดยขั้วไฟฟ้าหนึ่งเป็นแคโทดเย็น (cold cathode) และอีกขั้วหนึ่งเป็น แอโนด (anode) ที่ผิวหน้าของแคโทดจะถูกปิดด้วยสารที่เป็นเป้าที่จะเป็นสารเคลือบ ส่วนชิ้นงานจะวางอยู่บนแอโนด ภายในแชมเบอร์สปัตเตอริงจะถูกเติมด้วยแก๊สสปัตเตอริง โดยทั่วไปใช้แก๊สอาร์กอนที่ความดัน 0.1 Torr การโกลว์ดิสชาร์จจะถูกรักษาไว้ภายใต้การใช้โวลเตจดีซี (DC voltage) ระหว่างขั้วไฟฟ้า ไอออน  $Ar^+$  ที่เกิดขึ้นในโกลว์ดิสชาร์จถูกเร่งที่แคโทดฟอลล์ (cathode fall) หรือชีท (sheath) ไปสู่เป้า และสปัตเตอริงเป้าเป็นผลให้ได้อะตอมเป้าหลุดออกไปสู่ชิ้นงาน และก่อตัวเป็นฟิล์มบางบนชิ้นงาน ในระบบดีซีสปัตเตอริง เป้าจะต้องเป็นโลหะ เนื่องจากโกลว์ดิสชาร์จ (การไหลของกระแส) จะต้องอยู่ได้ระหว่างขั้วไฟฟ้าด้วยการแทนที่เป้าโลหะด้วยเป้าที่เป็นฉนวนในระบบดีซีสปัตเตอริง การดิสชาร์จสปัตเตอริงไม่สามารถผดุงไว้ได้ เพราะว่าจะเกิดการสร้างผิวประจุของไอออนบวกทันทีที่บริเวณด้านหน้าของเป้าฉนวน จึงต้องใช้แหล่งกำเนิดอาร์เอฟ (rf source) กับเป้าฉนวน ระบบเช่นนี้เรียกว่า อาร์เอฟไดโอดสปัตเตอริง (rf diode sputtering) ในระบบอาร์เอฟสปัตเตอริง ฟิล์มบางของฉนวนสามารถสร้างขึ้นได้จาก

การสปัตเตอริงจากเป้าฉนวนโดยตรงเมื่อใส่แก๊สไวแก๊ส เช่น ออกซิเจน หรือ ไนโตรเจน เข้าไปในแชมเบอร์ จะสามารถสร้างฟิล์มบางสารประกอบตระกูลออกไซด์ และไนไตรด์ได้เมื่อสปัตเตอริงเป้าโลหะที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

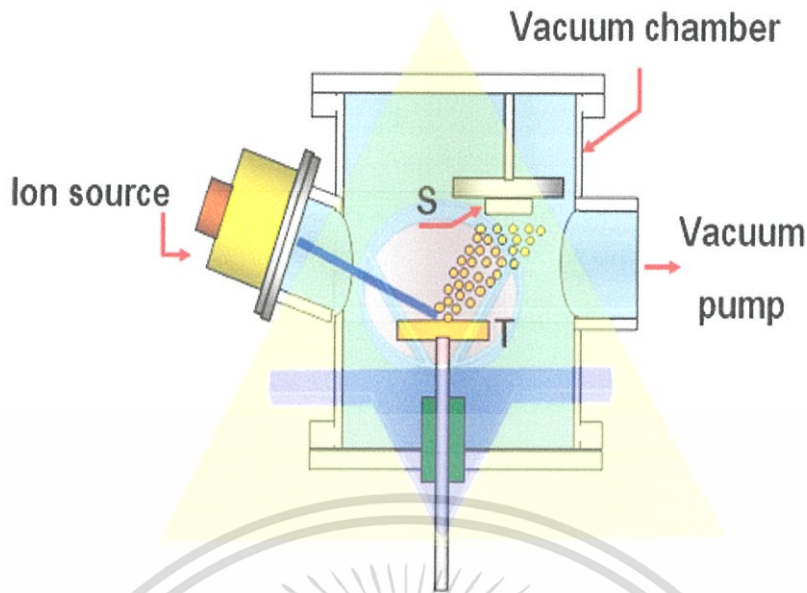
เหมาะสมระบบเช่นนี้ถูกเรียกว่า รีแอคทีฟสปัตเตอริง (reactive sputtering) ซึ่งจะใช้ดีซี หรือ อาร์เอฟสปัตเตอริงก็ได้ [9]

ในปี ค.ศ.1936 เพนนิง (Penning) ได้แนะนำการเพิ่มเส้นทางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน โดยการสร้างสนามแม่เหล็กบนหน้าเป้าสปัตเตอริง และถูกเรียกว่า ระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง (magnetron sputtering system) ในปี ค.ศ. 1967 ต้นแบบของระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบระนาบสร้างขึ้นโดย วาสา (Wasa) และเชปอิน (Chapin) ได้ปรับปรุงระบบนี้อีกครั้ง สนามแม่เหล็กได้จากการเสริมคอยล์แม่เหล็กหรือแม่เหล็กถาวรเข้าไป เพื่อสร้างสนามแม่เหล็กขนานกับหน้าเป้าสารเคลือบดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 ระบบการเคลือบแบบสปัตเตอริง

การมีสนามแม่เหล็กทำให้เพิ่มการไอออไนซ์ของก๊าซ เพราะทำให้อิเล็กตรอนมีเส้นทางการเคลื่อนที่มากขึ้น และเป็นการเคลื่อนที่แบบไซโคลลัดลอล (cyclolal motion) ในพลาสมา และศูนย์กลางของการลอยเลื่อนแบบวงโคจรอยู่ในทิศ  $E \times B$  โดยมีความเร็วลอยเลื่อน  $E/B$  เมื่อ  $E$  และ  $B$  แสดงสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กตามขวางที่เพิ่มเข้ามาในการไอออไนซ์ตามลำดับ สนามแม่เหล็กจัดตัวในลักษณะทำให้เส้นทางลอยเลื่อนของอิเล็กตรอนเหล่านี้เป็นวงปิด ผลของการดักจับอิเล็กตรอนไว้เช่นนี้ไปเพิ่มอัตราการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับโมเลกุลแก๊สสปัตเตอริง จากคุณสมบัตินี้ทำให้สามารถลดความดันแก๊สสปัตเตอริงได้ในระดับ  $10^{-4}$  Torr ซึ่งต่ำกว่าความดันปกติ 10 mTorr ในระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง สนามแม่เหล็กทำให้เพิ่มความหนาแน่นพลาสมาซึ่งทำให้เพิ่มความหนาแน่นกระแสที่เป้าแคโทด และผลลัพธ์คือ ได้อัตราการสปัตเตอริงสูงขึ้นเนื่องจากความดันปฏิบัติการต่ำกว่าทำให้อนุภาคสปัตเตอร์เดินทางข้ามปริภูมิไอออไนซ์ปราศจากการชน ซึ่งผลลัพธ์คือได้อัตราการเคลือบสูงกว่าระบบการเคลือบที่ความดันสูงกว่าในการสร้างอุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ จำเป็นจะต้องใช้แมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบระนาบ หรือสปัตเตอริงแบบระนาบ



รูปที่ 2.8 ระบบการเคลือบแบบสปัตเตอริงโดยใช้ลำไอออน

ในการโกลว์ดีสชาร์จเหล่านี้ฟิล์มสปัตเตอริง จะถูกเซกกับโมเลกุลแก๊สสปัตเตอริงที่มีพลังงานจลน์สะท้อนกลับออกมา รวมถึงไอออนของอาร์กอนขณะโกลว์ดีสชาร์จจะระหว่างการก่อตัวของฟิล์มบางสาเหตุเหล่านี้จึงทำให้ฟิล์มสปัตเตอริงมีโมเลกุลของแก๊สรวมอยู่ด้วย จึงได้มีการแนะนำระบบสปัตเตอริงโดยใช้ลำไอออน ไอออนที่ชนเป้าได้มาจากแหล่งกำเนิดไอออน (ion source) ซึ่ง แยกออกจากส่วนที่เป็นแชมเบอร์สปัตเตอริงที่วางเป้าและชิ้นงานอยู่ ดังรูปที่ 2.5 โดยทั่วไปกระแสไอออนมีค่าประมาณ 10 ถึง 500 มิลลิแอมป์ โดยมีพลังงานไอออนจาก 0.5 ถึง 2.5 กิโลโวลต์ เนื่องจากไอออนกำเนิดในแชมเบอร์ดีสชาร์จซึ่งแยกออกต่างหากจากแชมเบอร์สปัตเตอริง ดังนั้นความดันปฏิบัติการในแชมเบอร์สปัตเตอริงสามารถลดความดันลงได้ถึง  $1 \times 10^{-5}$  mTorr ทำให้ลดปริมาณโมเลกุลแก๊สสปัตเตอริงที่อยู่ในฟิล์มสปัตเตอริงลงได้ ผู้บุกเบิกงานทางด้านนี้คือ โชปรา (Chopra) เขาได้แสดงการเคลือบด้วยระบบสปัตเตอริงโดยใช้ลำไอออนในปี ค.ศ.1967 ถึงแม้ว่าการเคลือบโดยวิธีนี้จะไม่ใช่อย่างกว้างมากนัก แต่ระบบนี้ถูกใช้อย่างกว้างขวางในการกัดแบบสปัตเตอริงในอุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ [9]

การเคลือบฟิล์มบางแบบสปัตเตอริงเป็นกระบวนการเคลือบฟิล์มทางฟิสิกส์อีกวิธีหนึ่งที่ทำให้แรงยึดเกาะสูงและการเคลือบต้องอยู่ในสภาวะสุญญากาศ (ความดันในช่วง  $10^{-3} - 10^{-1}$  ทอร์ ซึ่ง 1 ทอร์ เท่ากับ 1 มิลลิปรอท) สามารถเคลือบผิวโลหะและโลหะได้ โดยที่สารเคลือบนั้นจะเป็นโลหะหรืออโลหะก็ได้ ข้อดีของสปัตเตอริงสรุปได้ดังนี้ [3]

1. ให้เนื้อฟิล์มที่มีความสม่ำเสมอทั่วผิววัสดุรองรับ ถึงแม้วัสดุรองรับจะมีขนาดใหญ่ก็ตาม
2. ผิวฟิล์มบางเรียบสม่ำเสมอ และสามารถควบคุมความหนาได้
3. ฟิล์มบางบางชนิดมีสมบัติเหมือนหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ และมีเสถียรภาพสูง
4. เคลือบฟิล์มบางได้อย่างเอนกประสงค์ ไม่ว่าจะสารเคลือบจะอยู่ในสภาวะก๊าซ ของแข็ง หรือ

ก๊าส

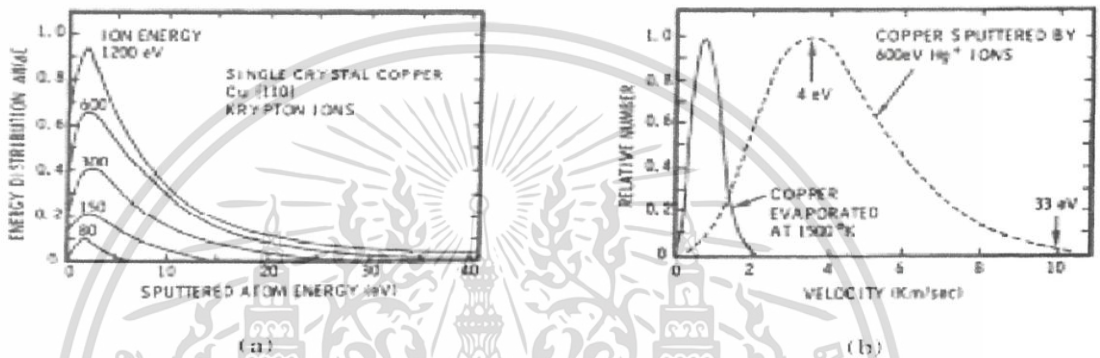
5. ให้ฟิล์มบางที่มีแรงยึดเกาะสูง ทำให้ฟิล์มบางมีความคงทน

- 6) มีอัตราการเคลือบฟิล์มสูง

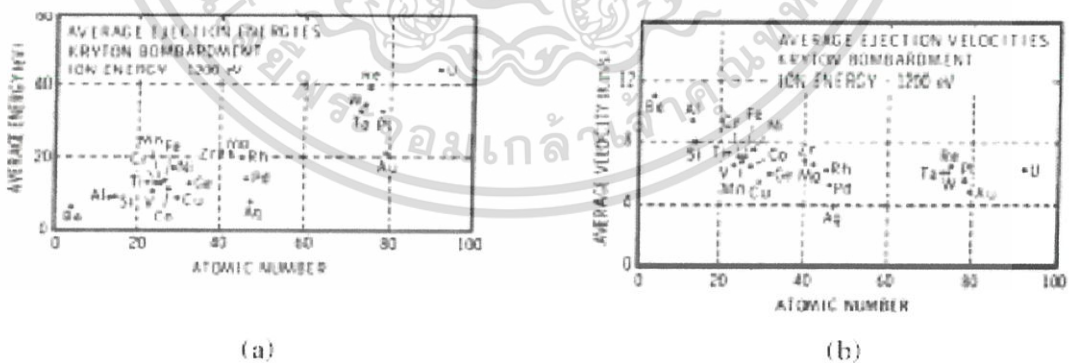
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.4.2 ความเร็วและพลังงานของอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์ [3][8]

อะตอมที่หลุดออกจากผิวหน้าเป้าสารเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์มีพลังงานจลน์ที่ค่อนข้างสูงและมากกว่าพลังงานของอะตอมที่หลุดออกมาด้วยวิธีการระเหยสารประมาณ 50-100 เท่า อะตอมมีการกระจายพลังงานแบบแมกซ์เวลล์ (Maxwellian) โดยพลังงานส่วนใหญ่มีค่าต่ำกว่า 10 eV และอีกส่วนหนึ่งมีพลังงานระหว่าง 10-40 eV ถ้าไอออนที่ใช้มีพลังงานสูงขึ้น พลังงานเฉลี่ยของอะตอมจากการสปัตเตอร์จะมีค่าสูงเมื่อไอออนที่วิ่งชนมีพลังงานมากกว่า 1 keV พลังงานเฉลี่ยของอะตอมจากการสปัตเตอร์จะไม่เพิ่มขึ้น และเป้าที่มีค่าอิเล็กตรอนสูงมีแนวโน้มทำให้พลังงานเฉลี่ยของอะตอมที่หลุดออกมามีค่าต่ำ เนื่องจากไอออนที่วิ่งชนเมื่อเฉลี่ยพลังงานให้กับอะตอมที่หลุดออกมาจำนวนมาก อะตอมแต่ละตัวจะรับพลังงานเฉลี่ยจากไอออนได้น้อยลง



รูปที่ 2.9 (a) แสดงการกระจายค่าพลังงานของอะตอมของทองแดงที่ถูกสปัตเตอร์จากไอออนของแก๊ส Kr  
(b) เปรียบเทียบการกระจายค่าความเร็วของอะตอมทองแดงที่ได้จากการระเหยสารและจากการสปัตเตอร์



รูปที่ 2.10 (a) แสดงพลังงานเฉลี่ยของอะตอมของสารที่มีค่าเลขอะตอมต่างๆ เมื่อถูกชนด้วยไอออนของ Kr พลังงาน 1200 eV ที่พลังงานต่างๆ  
(b) ความเร็วเฉลี่ยของอะตอมของสารเคลือบที่มีค่าเลขอะตอมต่างๆเมื่อถูกชนด้วยไอออน Kr พลังงาน 1200 eV

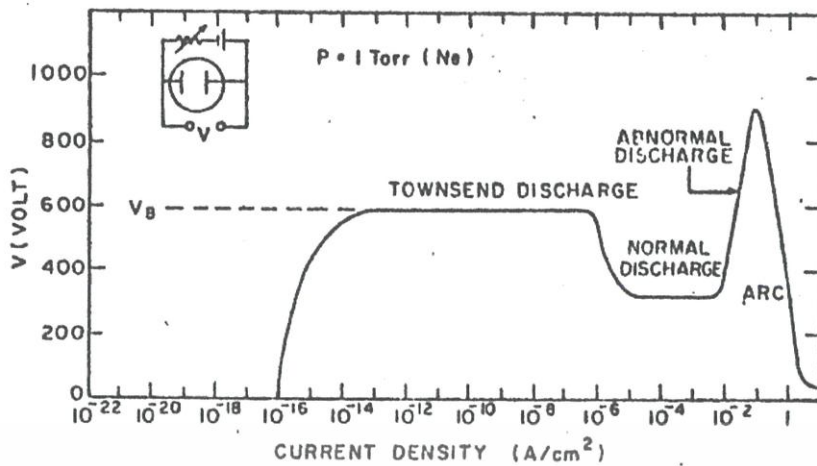
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.4.3 โกลว์ดิสชาร์จ [3]

เมื่อป้อนแรงดันไฟฟ้ากระแสตรงให้กับขั้วอิเล็กโทรด 2 ขั้ว ที่วางห่างกันเป็นระยะ  $d$  ภายใต้ความดัน 1.33 mbar ของแก๊สนีออน พบว่าช่วงแรกที่เพิ่มแรงดันไฟฟ้าจะมีกระแสไหลในวงจรมีน้อยมาก กระแสนี้เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไอออนของแก๊ส ที่เกิดขึ้นตลอดเวลาในบรรยากาศ เนื่องจากการชนกันของรังสีคอสมิกและถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้า กระแสนี้จะมีค่าค่อนข้างคงที่ เพราะอัตราการเกิดประจุจะขึ้นกับความเข้มของรังสี เมื่อศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นใกล้ค่าแรงดันไฟฟ้าทะลาย (breakdown voltage) พลังงานของประจุที่ถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าจะมีค่าสูงขึ้น จนสามารถชนกับโมเลกุลของแก๊สให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวกและอิเล็กตรอนซึ่งจะถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าให้มีการชนและเกิดการไอออไนซ์เพิ่มขึ้น ส่วนไอออนบวกจะถูกเร่งให้เข้าชนคาโทด จนเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เรียกกระบวนการนี้ว่า ทาวนด์เชนต์ดิสชาร์จ (Townsend discharge)

ต่อมาเมื่อแรงดันไฟฟ้าเพิ่มขึ้นถึงแรงดันไฟฟ้าทะลาย ก็จะเกิดกระบวนการถล่ม (avalanche) ทำให้ปริมาณไอออนบวกวิ่งเข้าชนคาโทดมากขึ้น และมีการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมามากขึ้น ซึ่งจะถูกรังสีให้เข้าหาแอโนด ขณะเดียวกันอิเล็กตรอนทุติยภูมิก็จะมี การชนโมเลกุลของแก๊สทำให้เกิดไอออนออกมามากขึ้น สุดท้ายไอออนบวกที่เพิ่มมากขึ้นก็จะวิ่งเข้าชนคาโทด แล้วเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิเพิ่มขึ้นด้วย และชนโมเลกุลแก๊สทำให้เกิดการผลิตไอออนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จนทำให้มีปริมาณไอออนมากเพียงพอที่จะผลิตอิเล็กตรอนได้จำนวนคงที่ ช่วงนี้ระบบสามารถรักษาสภาพดิสชาร์จได้ด้วยตัวเองโดยไม่ต้องอาศัยแหล่งกำเนิดรังสีจากภายนอก ในการผลิตไอออน ช่วงนี้แก๊สภายในระบบจะเกิดการเรืองแสงขึ้น แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดลดค่าลง และกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เรียกว่า การเรืองแสงปกติ หรือนอร์มอลโกลว์ (normal glow) สถานะนี้อัตราการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิต่ออัตราการชนของไอออนมีค่าค่อนข้างต่ำ คือประมาณ 0.1 สำหรับเป้าคาโทดที่ทำจากวัสดุทั่วไป โดยในช่วงแรกของการเรืองแสง หรือโกลว์ การชนของไอออนบนคาโทดจะปรับตัวเองให้เกิดขึ้นในบางบริเวณ แนวการเรืองแสงอาจเลื่อนไปมาได้ และการชนของไอออนบนคาโทดที่มีสนามไฟฟ้าสูงเพื่อรักษาสภาพการโกลว์ (self-sustaining) บางบริเวณไว้ เมื่อกระแสไฟฟ้ามีค่าเพิ่มมากขึ้นแนวการชนของไอออนจะค่อยๆขยายตัว เพิ่มพื้นที่จนครอบคลุมตลอดผิวคาโทด จนกระทั่งมีความหนาแน่นกระแสเท่ากันตลอด โดยที่มีค่าแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดคงที่ [7]

หลังจากการชนของไอออนครอบคลุมพื้นที่ทั้งหมดของคาโทดแล้ว การเพิ่มกำลังไฟฟ้าเข้าสู่ระบบ จะทำให้ทั้งแรงดันไฟฟ้าและกระแสมีค่าเพิ่มขึ้น เรียกว่า “ช่วงการเรืองแสงผิดปกติ” การเปล่งแสงจ้าขึ้น หรือแอบนอร์มอลโกลว์ (abnormal glow) เป็นช่วงที่ใช้กับระบบสปีดเทอริงและอีกหลายๆระบบของกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับโกลว์ดิสชาร์จ ในช่วงนี้ถ้าไม่ระบายความร้อนให้กับคาโทด เมื่อความหนาแน่นกระแสของคาโทดเพิ่มสูงขึ้นประมาณ 0.1 A ความร้อนที่เกิดจากการชน

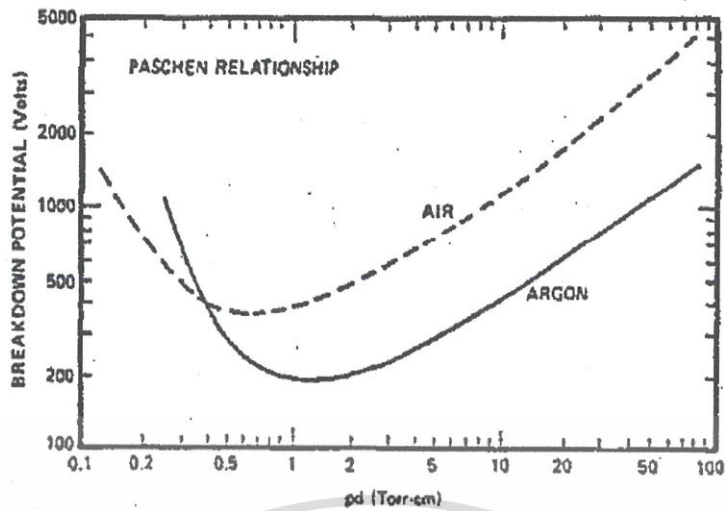


รูปที่ 2.11 แสดงความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกระแสและแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดของกระบวนการเกิด ดีซี โกลว์ดิสชาร์จ ในหลอดสุญญากาศบรรจุแก๊สนีออน

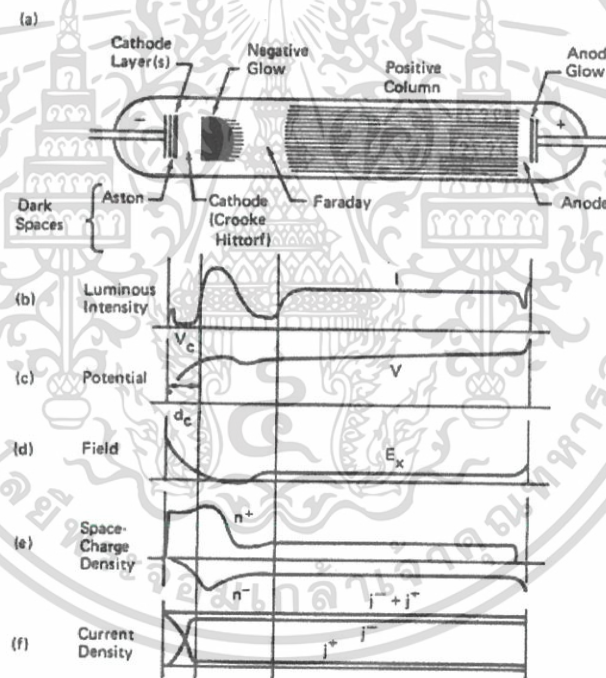
ของไอออนบนผิวคาโทดจะมากขึ้น จนเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก เสริมกับการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิและตามด้วยกระบวนการถล่มอีกครั้ง ทำให้ความนำไฟฟ้าของแก๊สในระบบเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว แรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดตกลงมากขณะที่กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้น

ค่าแรงดันไฟฟ้าที่ละลายในกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จจะมีค่าเปลี่ยนแปลงไปกับระยะทาง  $d$  ระหว่างอิเล็กโทรด และระยะปลดการชนระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิและโมเลกุลของแก๊ส โดยปรกติอิเล็กตรอนทุติยภูมิแต่ละตัวควรมีความสามารถในการผลิตไอออนบวกได้ระหว่าง 10 ถึง 20 ตัว เพื่อให้เกิดกระบวนการถล่ม ในช่วงนอร์มอลโกลว์ ถ้าความดันต่ำเกินไป หรือระยะทาง  $d$  มีค่าน้อยเกินไป อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะไม่สามารถผลิตไอออนได้มากพอก่อนการชนกับอะโนด ถ้าความดันสูงเกินไป หรือระยะ  $d$  มากเกินไปอิเล็กตรอนทุติยภูมิไม่สามารถเพิ่มพลังงานให้กับตัวเองในสนามไฟฟ้าได้มากพอสำหรับใช้ในการไอออไนซ์ เมื่อเกิดการชน พลังงานจะถูกถ่ายเทให้โมเลกุลแก๊สในรูปการกระตุ้นขึ้นไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้น ทำให้ไม่สามารถผลิตไอออนบวกได้มากเพียงพอเช่นกัน ดังนั้นทั้งสองกรณีจะต้องใช้แรงดันไฟฟ้าที่ละลายค่อนข้างสูง โดยมีจุดหนึ่งระหว่างนี้ที่ใช้ค่าแรงดันไฟฟ้าที่ละลายต่ำที่สุดตามกฎปาสเชน (Paschen's law)

ในระบบสปีดเตอริงทั่วไปสภาวะของการเกิดโกลว์ดิสชาร์จ จะกระทำในช่วงที่ผลคูณของความดันกับระยะทางระหว่างอิเล็กโทรด ซึ่งมีค่าต่ำกว่าจุดจุดต่ำสุดของกราฟมาก จึงต้องการแรงดันไฟฟ้าเริ่มต้นค่อนข้างสูง บางครั้งจึงมีความจำเป็นต้องใช้การเพิ่มความดันชั่วขณะเพื่อให้เริ่มการดิสชาร์จได้ที่แรงดันไฟฟ้าต่ำ



รูปที่ 2.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าที่ละลายและผลคูณระหว่างความดัน ( $p$ ) กับ ระยะทางระหว่างอิเล็กโทรด ( $d$ )



รูปที่ 2.13 โกลว์ดิสชาร์จ หลอดแก๊สไนออนยาว 50 cm ที่ความดัน 1.33 mbar

ส่วนต่างๆของกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ แสดงดังรูปที่ 2.18 ซึ่งแต่ละส่วนสามารถอธิบายได้ ดังนี้ ช่วงแรกคือช่วงมืดแอสตัน (Aston dark space) เป็นบริเวณที่อิเล็กตรอนถูกปล่อยมาจาก คาโทดด้วยพลังงานต่ำ ประมาณ 1 eV ซึ่งไม่สามารถไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊สได้ ทำให้เกิดเป็นช่วงมืดขึ้น ถัดออกมาจากผิวคาโทดเป็นบริเวณที่มีการเปล่งแสงออกมาด้วยความเข้มสูง เรียกว่า คาโทด โกลว์ (cathode glow) เป็นบริเวณที่ไอออนของแก๊สจากการดิสชาร์จ และไอออนของอะตอมสารเคลือบ ซึ่งถูกผลิตขึ้นบริเวณคาโทด มีการรวมตัวเป็นกลางกับอิเล็กตรอนใกล้กับผิวของคาโทด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการต่างๆทำให้เกิดการปลดปล่อยแสงซึ่งเป็นความถี่เฉพาะของสารที่ทำคาโทด และของแก๊สที่ใช้ เช่น เมื่อคาโทดเป็นทองแดงการเรืองแสงของคาโทดโกลว์จะมีสีเขียว ทองคำมีสีส้ม แก๊สอาร์กอนมีสีน้ำเงินฟ้า และแก๊สไนโตรเจนมีสีม่วงแดง

ถัดจากคาโทดโกลว์ เรียกว่า ช่วงมืดแคทูด หรือช่วงมืดคาโทด (crook or cathode dark space) พลังงานของอิเล็กตรอนจะมีค่าสูงกว่าพลังงานการไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊ส เมื่อถูกเร่งผ่านสนามไฟฟ้าในระยะปลอดการชนออกมา ทำให้บริเวณการชนนั้นไม่มีกระบวนการกระตุ้นหรือการไอออไนซ์เกิดขึ้น การปลดปล่อยแสงจึงไม่เกิดขึ้นในช่วงนี้ ละกลายเป็นบริเวณมืด ระยะปลอดการชนออกไปอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะสูญเสียพลังงานส่วนใหญ่โดยการไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊ส และไอออนบวกที่เกิดขึ้นเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าอิเล็กตรอนมาก ทำให้ระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอนมีการสะสมไอออนบวกอยู่มาก (positive space charge) ศักย์ไฟฟ้าเกือบทั้งหมดตกคร่อมบริเวณคาโทดคาร์คสเปซนี้ ทำให้สนามไฟฟ้าบริเวณนี้สูงขึ้นมาก และมากเกินพอในการเร่งอิเล็กตรอน และไอออไนซ์โมเลกุลของแก๊สในเวลาถัดมา จึงทำให้ภายหลังการเกิดนอร์มอลโกลว์แรงดันไฟฟ้าที่ตกคร่อมขั้วอิเล็กโตรดมีค่าลดลงส่วนอิเล็กตรอนเมื่อเลยจากบริเวณผลิตไอออนของคาร์คสเปซแล้วจะมีพลังงานลดต่ำลง ดังนั้นพลังงานที่เหลือจึงใช้แค่ในการกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สและเกิดการเรืองแสงขึ้น แม้ว่าอิเล็กตรอนจะเป็นอนุภาคที่เคลื่อนที่ได้เร็ว แต่พลังงานที่เหลือน้อยมากรวมทั้งประจุบวกจากประจุมสุมของไอออนทางด้านซ้ายมือในบริเวณคาร์คสเปซ ทำให้อิเล็กตรอนใช้เวลาในการเคลื่อนที่ผ่านช่วงเรืองแสงนี้ยาวนานขึ้น และเกิดการสะสมประจุลบ บริเวณนี้จึงเรียกว่า เนกาทีฟโกลว์ (negative glow)

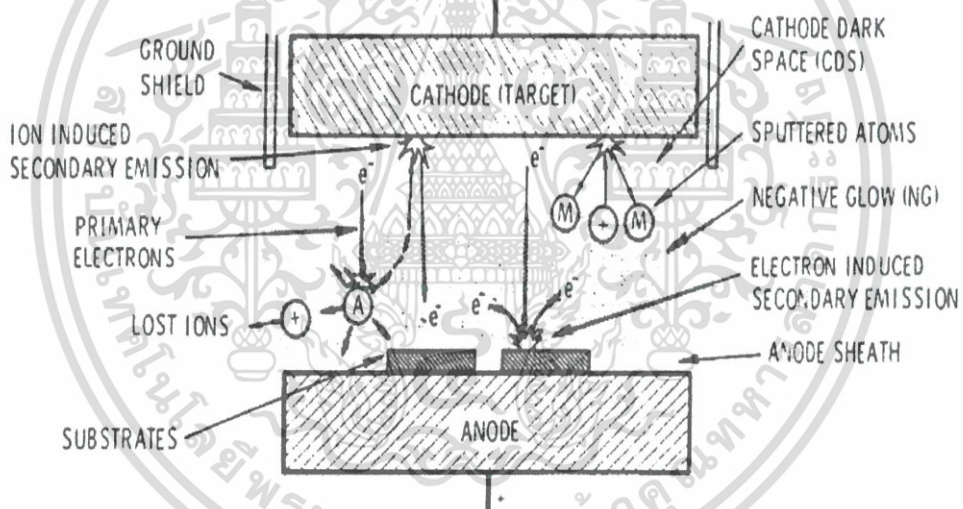
หลังจากนั้นจะมีพลังงานลดลงจนไม่สามารถไปกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สให้เปลี่ยนสถานะพลังงานไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้นได้ ทำให้เกิดบริเวณมืดอีกช่วงหนึ่ง เรียกว่า ช่วงมืดฟาราเดย์ (Faraday dark space) ถัดจากช่วงนี้กระบวนการที่เกิดขึ้นจะคล้ายกับการดิสชาร์จของทาวเซนต์ ซึ่งมีปริมาณอิเล็กตรอนค่อนข้างคงที่ ถูกเร่งในสนามไฟฟ้าค่าต่ำๆ ทำให้อิเล็กตรอนถูกเร่งเข้าสู่แอโนด และมีพลังงานสูงพอสำหรับการกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สหรือไอออไนซ์แก๊สได้ และเกิดการเรืองแสงขึ้นที่บริเวณนี้อีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนซึ่งเคลื่อนที่เร็วจะถูกกวาดเข้าสู่แอโนดโดยเร็ว ทำให้พลาสมาบริเวณนี้มีประจุบวกสูงกว่า เรียกว่า ลำเรืองแสงศักย์ไฟฟ้าบวก (positive glow column)

เนื่องจากการรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จนั้น ขึ้นอยู่กับจำนวนของอิเล็กตรอนที่ถูกผลิตขึ้นที่บริเวณคาโทดจากการชนของไอออนที่ถูกผลิตบริเวณเนกาทีฟโกลว์ จึงพบว่าการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งแอโนดเพียงเล็กน้อยจะไม่มีผลกระทบต่อกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เมื่อเลื่อนแอโนดเข้าหาคาโทดจนพ้นช่วงมืดฟาราเดย์และเข้าสู่เนกาทีฟโกลว์จนเข้าสู่ช่วงคาโทดคาร์คสเปซ ทำให้ปริมาณไอออนที่ถูกผลิตจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิมีปริมาณน้อยลง การรักษาสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้จำเป็นต้องใช้แรงดันไฟฟ้าที่สูงขึ้นในการเร่งไอออนเข้าชนคาโทดด้วยพลังงานสูง และเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิปริมาณที่สูงขึ้นซึ่งจะส่งผลถึงปริมาณไอออนที่ถูกผลิตให้มีปริมาณที่สูงขึ้นด้วย การโกลว์ในลักษณะนี้เรียกว่า ออปสตรัค โกลว์ (obstructed glow) และเมื่อเคลื่อนแอโนดเข้าไปใกล้แคทูด จนพ้นขอบของคาโทดคาร์คสเปซ ซึ่งมีระยะสั้นกว่าระยะปลอดการชนของอิเล็กตรอน จะไม่มีการผลิตไอออนเกิดขึ้นและกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จจะสิ้นสุดลง แม้จะเพิ่มแรงดันไฟฟ้าขึ้นอีกก็ไม่สามารถคงสภาพโกลว์ดิสชาร์จไว้ได้ และหากมีสิ่งผิดปกติบริเวณคาโทดการอาร์คก็อาจเกิดขึ้นได้โดยไม่เกิดการโกลว์ดิสชาร์จ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

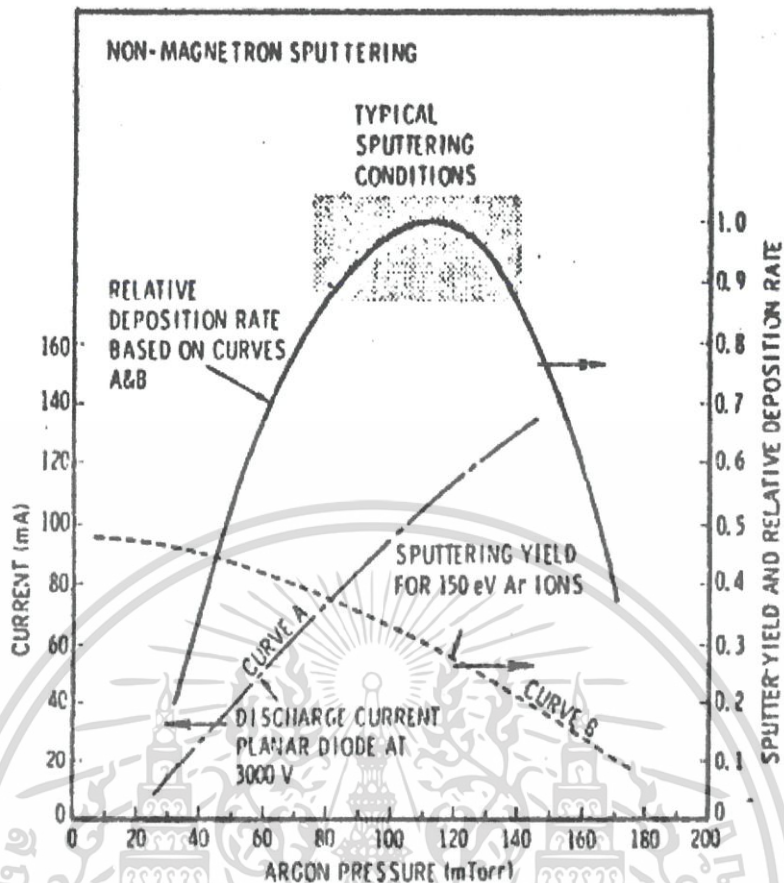
### 2.3.5 ดีซี สเปตเตอริง (DC sputtering) [3]

ระบบการเคลือบแบบดีซี สเปตเตอริง ประกอบด้วยคาโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและอานอด ใช้เป็นที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ทำการเคลือบ โดยปกติแล้วระยะห่างระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4-10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมของสารเคลือบไม่ให้ออกด้านข้างหรือผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะดาร์คสเปซจะอยู่ระหว่าง 1-4 cm โดยอานอดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟโกลว์ส่วนอุปกรณ์ทำงานอยู่ในช่วงแอมบอร์มอลโกลว์ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยิลล์สูง และไม่ทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบ ขณะเกิดโกลว์ดีสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออนไนซ์จะรักษาสภาพโกลว์ดีสชาร์จไว้ เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะดาร์คสเปซขยายตัวออก และแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อย กระแสไฟฟ้าจะลดลง และอะตอมที่ถูกสเปตเตอริงมีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออน และกระแสไฟฟ้าในระบบที่มีความดันต่ำกว่า  $10^2$  mbar ระยะดาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลง และไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสเปตเตอริงอีก



รูปที่ 2.14 แสดงระบบสเปตเตอริงแบบ ดีซี สเปตเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 แสดงผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราการเคลือบ

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะอาร์คสเปซจะหดสั้นลง บริเวณการผลิตไอออนมีปริมาตรสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจรเพิ่มขึ้น และกระบวนการสปัตเตอริงเกิดขึ้นในอัตราที่สูงตามความดัน ขณะที่ความดันในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สจะมีค่าลดลงอะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ง่าย จากการชนกับโมเลกุลของแก๊ส และสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบ หรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่า yield จากการสปัตเตอริงมีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น ผลรวมระหว่างค่า yield และกระแสไอออนจะทำให้อัตราการเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่ง ทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอริงมักเกิดเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดที่วางห่างกัน 4.5 cm ในแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันที่มีค่าต่ำกว่า  $2.6 \times 10^{-4}$  mbar และที่ความดันสูงกว่า  $1.6 \times 10^{-5}$  mbar โดยอัตราการเคลือบจะมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับกระบวนการสปัตเตอริงคือ บริเวณที่ให้อัตราการเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด จากรูปข้างต้น พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบ คือ  $1 \times 10^{-5}$  mbar ความหนากระแส 1 mA/cm<sup>2</sup> ด้วยอัตราการเคลือบ 0.036  $\mu\text{m}/\text{min}$  ซึ่งเป็นอัตราการเคลือบที่ค่อนข้างต่ำในขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าสูง

ระบบสปัตเตอริงโดยทั่วไปจะต่ออาโนดลงกราวด์รวมกับภาชนะสุญญากาศ และให้คาโทดมีศักย์ไฟฟ้าลบ โดยแยกขั้วคาโทดและผิวของภาชนะสุญญากาศด้วยฉนวน เรียกว่า กราวด์ชิลด์ (ground shield) กราวด์ชิลด์จะมีลักษณะเป็นผนังโลหะหุ้มรอบๆ ขอบของคาโทด โดยจะต้องจัด

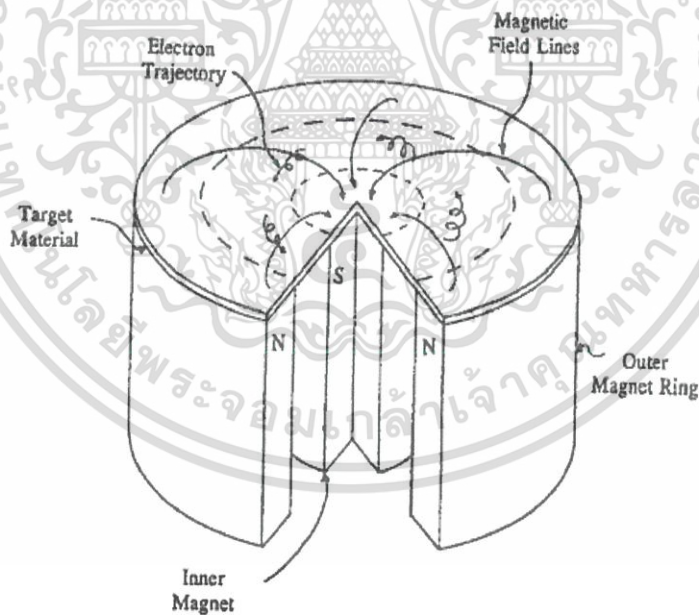
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระยะระหว่างคาโทดและกราวด์ซีลด์ให้สั้นกว่าระยะคาร์คสเปซ ดังนั้นแม้ว่าศักย์ไฟฟ้าของกราวด์ซีลด์จะเท่ากับอาโนด การโกลว์ดีสชาร์จและการสปัตเตอร์จะไม่สามารถเกิดกับคาโทดในบริเวณที่มีกราวด์ซีลด์หุ้มอยู่ ทำให้สามารถควบคุมบริเวณที่ต้องการสปัตเตอร์ได้

### 2.3.6 ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ (DC magnetron sputtering) [8]

อัตราการเกิดสปัตเตอร์ นั้นขึ้นอยู่กับผลคูณระหว่างค่าอีลด์และปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการเพิ่มอัตราการสปัตเตอร์นั้น นอกจากจะทำได้โดยการเพิ่มอีลด์แล้วยังทำได้โดยการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งในระบบ ดีซี สปัตเตอร์ ปรกติทำได้เพียงแค่การเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดหรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ความหนาแน่นกระแสประมาณ  $1 \text{ mA/cm}^2$  และความดันประมาณ  $1.33 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  นอกจากนี้ยังพบว่าในระบบ ดีซี สปัตเตอร์ ทั่วไป อะตอมของแก๊สที่เกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% นอกจากนี้ยังมีข้อเสียคือเมื่อความดันสูงขึ้น จะทำให้ปริมาณแก๊สที่แทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย

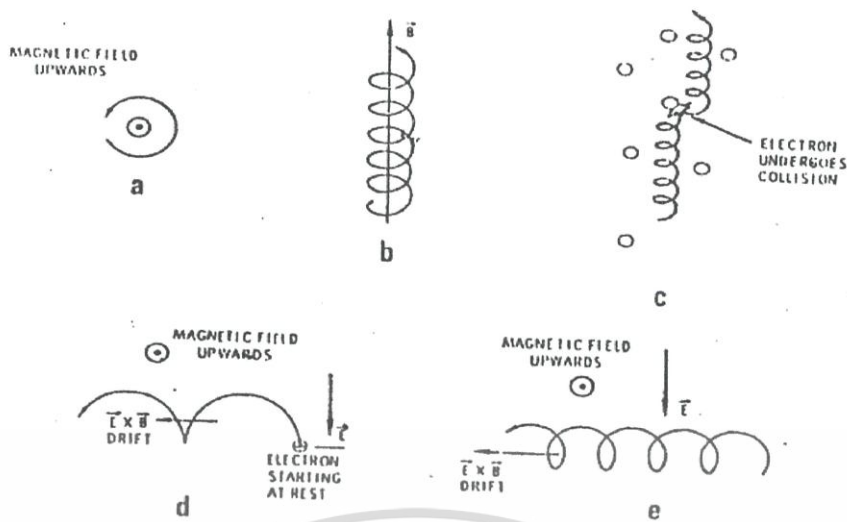
ต่อมาได้มีการพัฒนาระบบใหม่เรียกว่า ระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอร์ ซึ่งเป็นการใช้สนามแม่เหล็กช่วย โดยทำการจ่ายสนามแม่เหล็กให้มีทิศทางกับผิวหน้าเป้าสารเคลือบ และมีทิศตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าซึ่งจะช่วยเพิ่มระยะทางของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น โดยอำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้ง ทำให้การไอออไนซ์เนื่องจากการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมแก๊สเฉื่อยมีค่าสูงขึ้น ซึ่งทำให้อัตราการสปัตเตอร์สูงขึ้นด้วย



รูปที่ 2.16 แสดงการเคลื่อนที่ของอนุภาคอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก

ทั้งนี้จากการศึกษาการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าอิเล็กตรอนมีทิศทางการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก อิทธิพลของสนามแม่เหล็กจะทำให้อนุภาคนั้นเคลื่อนที่ในแนววงกลม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



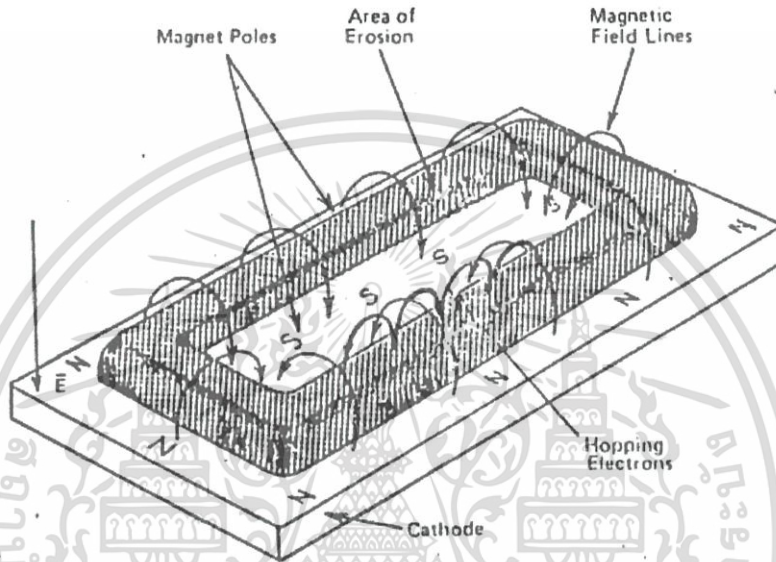
รูปที่ 2.17 การเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามต่างๆโดยที่ a,b, และ c เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแม่เหล็กอย่างเดียว ส่วน d และ e เป็นการเคลื่อนที่ของอนุภาคในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า

ระบบสปัตเตอร์ริงที่ใช้สนามแม่เหล็กช่วยเพิ่มปริมาณไอออนนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้า เรียกว่า สนามตามยาว (longitudinal field) จะทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงนัก แต่ไม่ทำให้แนวการเกิดโกลด์สซาร์จเปลี่ยนแปลงไป และยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณีของสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้า เรียกว่า สนามตามขวาง (transverse field) โดยกระบวนการเพิ่มปริมาณไอออนเกิดขึ้นโดย หลังจากที่ไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบ และเกิดการปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมา อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกับรูปที่ 2.16 (d) ทำให้อิเล็กตรอนถูกขังอยู่ในสนามแม่เหล็กใกล้ผิวคาโทด และเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อนไปตามแนวผิวหน้าของคาโทด ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับโมเลกุลของแก๊สที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบมากขึ้น จนเพิ่มปริมาณไอออนสูงมากใกล้ผิวเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนตัวไหนที่ไม่ชนโมเลกุลของแก๊ส จะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบและผลิตอิเล็กตรอนทุติยภูมิมากขึ้น เป็นผลทำให้ไอออนถูกผลิตในปริมาณสูงมากและเกิดใกล้ผิวคาโทด ทำให้เกิดสเปซชาร์จ (space charge) จากไอออนบวกที่ผิวคาโทด ซึ่งอาจสันนิษฐานว่าระยะปลอดการชนของระบบ ดีซี สปัตเตอร์ริงแรงเคลื่อนไฟฟ้าเกือบทั้งหมดจะตกคร่อมบริเวณนี้ และมีค่าสนามไฟฟ้าที่สูงกว่าบริเวณดาร์คสเปซในดีซี สปัตเตอร์ริง ขณะที่ไม่มีสนามแม่เหล็กมาก ทำให้ความต้องการแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโตรดของระบบ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง ลดลงมีค่าประมาณ 300-800 V ถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับแมกนีตรอนทรงกระบอก จะเรียกว่า แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริงทรงกระบอก (cylindrical magnetron sputtering) และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับระบบ ดีซี สปัตเตอร์ริงที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบ เรียกว่า พลานาร์แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง (planar magnetron sputtering)

ในระบบแมกนีตรอน สปัตเตอร์ริง ไอออนและพลาสมาที่เกิดขึ้นจะเข้มข้นมากบริเวณเป้าสารเคลือบ ทำให้อัตราการสปัตเตอร์ของระบบมีค่าสูง ขณะที่ใช้ความดันต่ำและแรงไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าเกือบคงที่ที่ทุกค่าของอัตราการสปัตเตอร์ แมกนีตรอน สปัตเตอร์ริงทรงกระบอกทั่วไปมีอัตราการสปัตเตอร์ที่สูงกว่า 10  $\mu\text{m}/\text{min}$  และมีอัตราเคลือบสูงกว่า 0.2  $\mu\text{m}/\text{min}$  ความหนาแน่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระแสที่ผิวของคาโทดประมาณ  $5.33 \times 10^{-5}$  mbar ซึ่งแสดงถึงการเพิ่มประสิทธิภาพการเคลือบที่สูงขึ้นกว่า 10 เท่าตัว นอกจากนี้ยังสามารถขยายสเกลใช้กับระบบสปัตเตอริงขนาดใหญ่ได้ง่าย ส่วนข้อเสียของแมกนีตรอน สปัตเตอริง คือ แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดมีค่าต่ำ จึงมีข้อจำกัดในการเคลือบวัสดุบางชนิดที่ต้องการแรงดันไฟฟ้าสูงเพื่อควบคุมคุณภาพของฟิล์ม แต่มีข้อได้เปรียบที่ระบบนี้สามารถควบคุมอิเล็กตรอนส่วนใหญ่ให้อยู่ในกรอบสนามแม่เหล็ก จึงมีอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาและวิ่งเข้าสู่สตรองรับปริมาณน้อย ซึ่งจะช่วยลดปัญหาความร้อนบนวัสดุรองรับ อันเนื่องมาจากการชนของอิเล็กตรอนลงได้อย่างมาก



รูปที่ 2.18 การจัดสนามแม่เหล็กและแนวการกักตร้อนของเป้าสารเคลือบในระบบพลาสมาแมกนีตรอน สปัตเตอริง

### 2.3.7 ลักษณะเฉพาะตัวของระบบสปัตเตอริง [3]

#### 2.3.7.1 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแส ความต่างศักย์ดิสชาร์จ และความดัน

ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ดิสชาร์จในระบบสปัตเตอริง จะแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพของการเกิดไอออไนเซชัน สภาพการดิสชาร์จในระบบแมกนีตรอนที่จัดไว้อย่างมีประสิทธิภาพ จะมีความสัมพันธ์ของกระแสและความต่างศักย์ดิสชาร์จตามสมการ

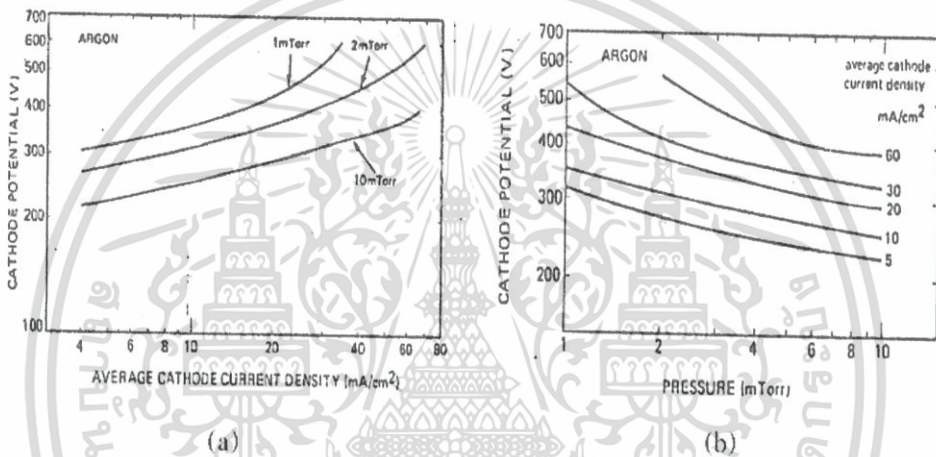
$$I = kv^n \quad (2.1)$$

ทั้งนี้ค่าของ  $n$  จะขึ้นอยู่กับความเข้มของสนามแม่เหล็กและการจัดรูปร่างของสนามแม่เหล็ก โดยปกติ  $n$  มีค่าระหว่าง 5-9 ในแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบทรงกระบอก แต่อาจแตกต่างกันไปบ้างเมื่อจัดแบบพลาสมาแมกนีตรอน  $k$  คือ ค่าคงที่ของความสัมพันธ์ ทั้งนี้การเปลี่ยนแปลงของกระแสในช่วงกว้าง จะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงความต่างของศักย์ดิสชาร์จเพียงเล็กน้อย

ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ดิสชาร์จ ที่ความดันต่างๆแสดงดังรูปที่ 2.18 (a) ทั้งนี้จะเห็นได้ว่า ที่ความดัน 10 m torr จะพบว่า  $n$  เท่ากับ 4.6 และ  $k$  เท่ากับ  $6 \times 10^{-13}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับคาโทดชนิดนี้ การเปลี่ยนแปลงค่าความชันของกราฟเมื่อกระแสไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้น เนื่องจากขณะที่กระแสไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้น ปริมาณไอออนของแก๊สถูกจำกัดด้วยความดันในระบบ ทำให้ปริมาณการผลิตอิเล็กตรอนและพลังงานที่สูงขึ้นเพื่อใช้ในการสร้างอิเล็กตรอนทุติยภูมิเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดการเบนโค้งของกระแสดังรูปที่ 2.18 (a) การเบนโค้งนี้จะเริ่มที่กระแสสูงขึ้นถ้าความดันในระบบมีค่าสูงขึ้น ส่วนรูปที่ 2.18 (b) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ดิสชาร์จของคาโทดและความดันที่กระแสไฟฟ้าคงที่ที่ค่าต่างๆ การเพิ่มความดันทำให้ความหนาแน่นของอะตอมแก๊สเฉื่อยเพิ่มขึ้น ละยังผลให้ปริมาณไอออนที่ถูกผลิตมีปริมาณสูงขึ้นตามไปด้วย อิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดจากการชนกันของไอออนบนเป่าสารเคลือบมีปริมาณที่มากขึ้น ทำให้ความนำไฟฟ้าของการดิสชาร์จสูงขึ้น และความต่างศักย์ดิสชาร์จมีค่าลดลง ดังนั้นเมื่อทำการควบคุมกระแสไฟฟ้าให้มีค่าคงที่ ความต่างศักย์ดิสชาร์จจะมีค่าลดลงเมื่อความดันเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.19 (a) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ดิสชาร์จของแพลานาร์ แมกนีตรอนคาโทดรูปลี่เหลี่ยม ที่ความดันค่าต่างๆ  
(b) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ดิสชาร์จ และความดันเมื่อกระแสคงที่

### 2.3.7.2 อัตราการเคลือบและประสิทธิภาพการเคลือบ

อัตราการสปัตเตอร์ของเป่าสารเคลือบขึ้นกับปริมาณไอออนซึ่งแปรผันกับกระแสและพลังงานของไอออนซึ่งแปรผันกับความดันดิสชาร์จ ซึ่งแปรผันโดยตรงกับกำลังงานไฟฟ้าที่จ่ายให้กับระบบ ส่วนอัตราเคลือบ (R) ออกจากแปรผันโดยตรงกับอัตราการสปัตเตอร์แล้วยังขึ้นกับปัจจัยอื่นๆอีก เช่นพื้นที่ของการสปัตเตอร์ ระยะห่างระหว่างคาโทดและวัสดุรองรับ และความดันย่อยของแก๊สไอปฏิบัติภายในบริเวณเป่าสารเคลือบ ค่าการนำความร้อนของเป่าสารเคลือบอาจเป็นปัจจัยหนึ่งที่กำหนดขนาดกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในระบบ การเคลื่อนที่ขึ้นงานระหว่างการเคลือบมีผลต่อการลดอัตราเคลือบลง ประสิทธิภาพของการเคลือบหาได้จาก

$$R_E = \frac{R}{P} \quad (2.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประสิทธิภาพของการเคลือบนี้จะช่วยกำหนดสภาพที่ดีที่สุดของกระบวนการเคลือบในระบบแมกนีตรอน ประสิทธิภาพการเคลือบของแตรามีค่าระหว่าง  $800-1200 \text{ \AA cm}^2/\text{Wmin}$  และอลูมิเนียมมีค่าอยู่ระหว่าง  $200-650 \text{ \AA cm}^2/\text{Wmin}$  เป็นต้น ทั้งนี้ระบบแมกนีตรอนสปีดเตอริงนับว่าเป็นวิธีการเคลือบที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีสปีดเตอริงอื่นๆ สามารถให้ประสิทธิภาพสูงกว่า 60% ของค่าการคำนวณทางทฤษฎี

### 2.3.7.3 ซีดจำกัดของอัตราการเคลือบ

ปัจจัยที่สำคัญในการจำกัดอัตราการเคลือบคือ ค่ากำลังไฟฟ้าสูงสุดที่เป่าสารเคลือบทนได้โดยไม่แตกหรือระเหยออก ซึ่งความสัมพันธ์กับสภาพการนำความร้อนของวัสดุที่ใช้ทำเป่าสารเคลือบและอัตราการระบายความร้อนของเป่าสารเคลือบ สัมประสิทธิ์การขยายตัว และความหนาของเป่าสารเคลือบซึ่งเป็นตัวกำหนดความร้อนที่เป่าสารเคลือบรับได้ก่อนแตก เนื่องจากความร้อนก็เป็นปัจจัยที่สำคัญอีกอย่างหนึ่ง การระบายความร้อนโดยตรงแก่เป่าสารเคลือบทำให้สามารถทนต่อการสปีดเตอริงได้สูงกว่าการระบายความร้อนผ่านแผ่นปิดหลังของคาโทด

### 2.3.8 การสปีดเตอริงแบบรีแอคทีฟ (Reactive sputtering) [7][8]

การสปีดเตอริงแบบรีแอคทีฟ เป็นขบวนการที่มีสารเคลือบอย่างน้อยหนึ่งชนิดที่ใส่เข้าไปในระบบในรูปแบบของก๊าซ หรือเป็นการเพิ่มก๊าซรีแอคทีฟเข้าไปในระบบอย่างน้อย 1 ชนิด เพื่อเข้าไปทำปฏิกิริยากับโลหะที่ใช้ในการเคลือบ ทำให้ได้ฟิล์มของสารประกอบที่มีโลหะ และชนิดของก๊าซที่ป้อนเข้าไปเป็นส่วนประกอบ เช่น สารประกอบออกไซด์ของโลหะ สารประกอบโลหะไนไตรด์ เป็นต้น โดยสารประกอบเหล่านี้มีความสำคัญมากในงานอุตสาหกรรมประเภทต่างๆ ในปัจจุบัน เช่น ZnO และ ITO ซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าโปร่งแสงในโซลาร์เซลล์ (Solar cell) หรือ  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{HfO}$ ,  $\text{TiO}_2$  ซึ่งใช้เป็นเกตไดโอดเล็กทรินทรานซิสเตอร์ประเภท MOTFET หรือใช้เป็นสารไดโอดเล็กทรินทรานซิสเตอร์ขนาดเล็ก เช่น DRAM ที่ใช้ในคอมพิวเตอร์ เป็นต้น สำหรับประโยชน์หรือข้อได้เปรียบที่ได้จากการสปีดเตอริงแบบรีแอคทีฟได้แก่

- 1.สามารถเคลือบฟิล์มซึ่งเป็นสารประกอบที่ซับซ้อนโดยการรีแอคทีฟเป่าโลหะ ซึ่งเป็นขบวนการที่สะดวกและง่าย
- 2.สามารถเคลือบฟิล์มบางของสารประกอบที่มีคุณสมบัติเป็นฉนวน โดยใช้เครื่องเคลือบฟิล์มแบบสปีดเตอริงที่มีแหล่งจ่ายพลังงานไฟฟ้าแบบกระแสตรงได้ แทนที่จะใช้แหล่งไฟฟ้าเป็นแบบ RF (radio frequency)
- 3.สามารถควบคุมขบวนการการเคลือบฟิล์มได้สะดวกและง่าย ทำให้ได้ฟิล์มที่มีสมบัติต่างๆ ตามต้องการ

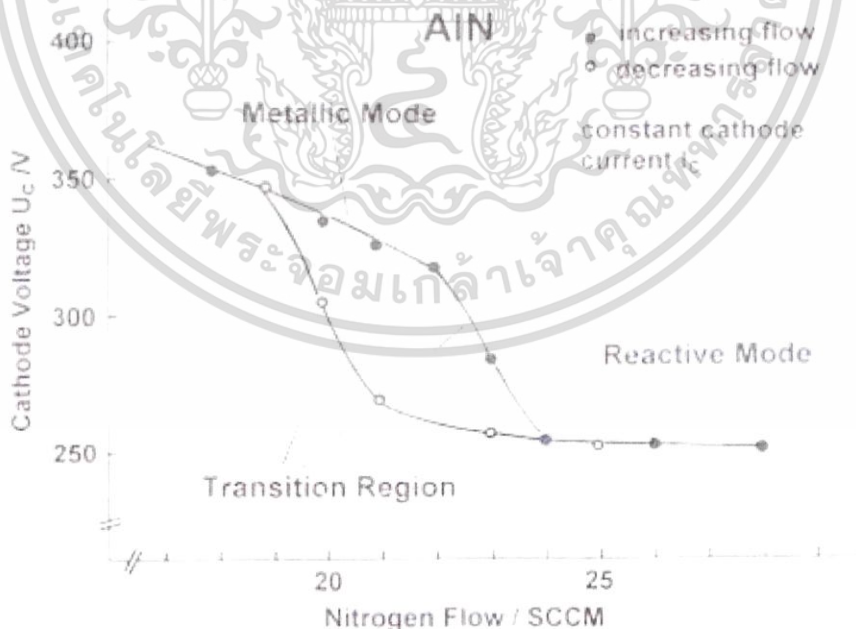
ขบวนการรีแอคทีฟสปีดเตอริงนั้น แตกต่างจากการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีไอระเหยแบบรีแอคทีฟตรงที่ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นของกระบวนการรีแอคทีฟสปีดเตอริงนั้น จะเกิดขึ้นที่เป้าของโลหะที่ใช้ในการสปีดเตอริงด้วย นอกเหนือจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นบนวัสดุรองรับ เป็นผลให้โลหะที่เกิดปฏิกิริยาแล้วนั้น ถูกสปีดเตอริงออกมาด้วย เมื่อการสปีดเตอริงที่มีส่วนผสมของก๊าซรีแอคทีฟเข้ากับสปีดเตอริงก๊าซในขั้นตอนของการปฏิบัติงาน สิ่งหนึ่งที่ต้องควรระวังคือ ความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติของฟิล์มที่ได้ กับอัตราการไหลของแก๊สรีแอคทีฟที่ให้กับระบบ ซึ่งมีความสัมพันธ์กันแบบไม่เป็นเชิงเส้น และขึ้นกับรูปทรงกับรูปแบบของระบบที่ใช้ค่อนข้างมาก รวมทั้งขึ้นกับขั้นตอนในระหว่างปฏิบัติงานด้วย ซึ่งมา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากเหตุผล 2 ประการ ได้แก่ ประการแรก เมื่อฟิล์มในระหว่างที่ทำการสปีดเตอริงนั้นมีความอึดตัวหรือฟิล์มโลหะและก๊าซรีแอกทีฟทำปฏิกิริยากันอย่างสมบูรณ์ จะทำให้ฟิล์มนั้นระพุดตัวคล้ายกับเป็นปั๊มที่เพิ่มเติมเข้ามาในระบบ (grater pump) ซึ่งจะทำให้ก๊าซรีแอกทีฟในระบบมีจำนวนเพิ่มขึ้น แต่ถ้าฟิล์มนั้นยังไม่อึดตัวก็จะทำให้ก๊าซรีแอกทีฟมีจำนวนลดลงโดยอัตราเร็วในการปั๊มของเกรทเตอร์ปั๊มนี้จะขึ้นกับอัตราในการเคลือบ ส่วนประกอบของฟิล์มโครงสร้างฟิล์ม และอุณหภูมิในระหว่างเคลือบ ประการที่สอง ปฏิกิริยาของผิวโลหะที่ใช้เป็นเป้าสารเคลือบสามารถเปลี่ยนอัตราสปีดเตอริงของเป้าโลหะนั้นๆ ในระบบนี้โลหะที่ใช้เป็นเป้าจะทำหน้าที่เป็นขั้วคาโทดด้วย และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นบนผิวของโลหะที่ใช้เป็นเป้าจะมีผลต่อพลาสมาดีสชาร์จที่เกิดขึ้นในระบบ

ค่าความดันย่อยของแก๊สรีแอกทีฟ เป็นตัวแปรหนึ่งที่สำคัญในระบบของการสปีดเตอริงแบบรีแอกทีฟ ในการทำการเคลือบจะบันทึกค่าความดันย่อยของแก๊สรีแอกทีฟก่อนที่ระบบจะมีการทำงาน ซึ่งจะทำให้แก๊สในภาชนะสุญญากาศที่ใช้เคลือบสารอยู่ในสถานะของพลาสมา และให้ความดันมีค่าเปลี่ยนแปลงไป

ในการสปีดเตอริงแบบรีแอกทีฟ มีความจำเป็นต้องให้ความดันย่อยของแก๊สรีแอกทีฟมีค่ามาก เพื่อเพิ่มอัตราการชนของแก๊สรีแอกทีฟกับฟิล์มของโลหะในขณะก่อตัว ซึ่งจะเป็นการเพิ่มอัตราการทำปฏิกิริยาของสารที่ใช้เคลือบให้ได้ฟิล์มตามต้องการ แต่ในขณะที่เดียวกันปริมาณของแก๊สรีแอกทีฟที่เพิ่มขึ้นในระบบนี้ จะเข้าไปชนและทำปฏิกิริยากับเป้าโลหะซึ่งทำหน้าที่เป็นขั้วคาโทดด้วยนั้นก็มีค่าเพิ่มขึ้น ทำให้พื้นผิวของโลหะที่เป็นเป้าบางส่วนเปลี่ยนเป็นสารประกอบของโลหะ ซึ่งเป็นผลให้อัตราการสปีดเตอริงมีค่าลดลง และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นบนผิวของเป้านี้ยังสามารถใช้เป็นข้อกำหนดส่วนประกอบของฟิล์มแบบต่างๆที่ต้องการ



รูปที่ 2.20 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ที่ขั้วคาโทดกับอัตราการไหลของแก๊สรีแอกทีฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่ออัตราการไหลของแก๊สรีแอกทีฟมีค่าน้อย แก๊สรีแอกทีฟจะถูกกำจัดออกจากระบบโดยเกรตเตอร์บีมหรือฟิล์มของโลหะที่เกิดขึ้นนั่นเอง เป็นผลให้ความดันย่อยของแก๊สรีแอกทีฟในสถานะสูญญากาศมีค่าต่ำลง ซึ่งการเคลือบฟิล์มในสภาวะที่อัตราการไหลของแก๊สรีแอกทีฟมีค่าต่ำนี้จะเป็นการเคลือบฟิล์มในโหมดทำงานแบบโลหะ และเมื่ออัตราการไหลของแก๊สรีแอกทีฟมีค่าถึงขีดจำกัดค่าหนึ่งที่ทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ผิวของโลหะที่เป็นวัสดุรองรับ และเป่าโลหะกับแก๊สรีแอกทีฟมีความอึดตัว ก็จะทำให้ความดันย่อยของแก๊สรีแอกทีฟในสถานะสูญญากาศมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราการไหลของแก๊สรีแอกทีฟที่ไหลเข้าสู่สถานะสูญญากาศ ผลที่ตามมาคือ บริเวณผิวหน้าของเป่าโลหะเปลี่ยนเป็นสารประกอบประเภทฉนวน ซึ่งจะทำให้ขบวนการสปีดเตอริงในโหมดการทำงานแบบโลหะมีค่าลดลง และจะทำให้สารประกอบสปีดเตอริงของโลหะลดลงตามปรากฏการณ์ที่เกิดบนผิวของเป่าโลหะ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพของโลหะไปเป็นสารประกอบซึ่งส่วนใหญ่มีคุณสมบัติเป็นฉนวนทางไฟฟ้า เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Target Poisoning

โดยปกติแล้ว Target Poisoning จะขึ้นอยู่กับโลหะและแก๊สรีแอกทีฟที่ใช้ แล้วยังขึ้นกับสภาวะในระหว่างการเกิดสปีดเตอริง และการลดลงของอัตราการสปีดเตอริงนี้ มีผลมาจากพลังงานพันธะของอะตอมในสารประกอบนี้ส่วนใหญ่มีค่าที่สูง และเนื่องจากมวลของไอออนของก๊าซรีแอกทีฟเหล่านี้ มีมวลน้อยกว่ามวลของแก๊สอาร์กอน (Ar) ที่ใช้เป็นสปีดเตอริงไอออน ปกติแล้วผิวของเป่าโลหะที่มีค่าสัมประสิทธิ์การให้อิเล็กตรอนหุติยภูมิสูง จะทำให้ความต่างศักย์ดิสชาร์จและไอออนซึ่งเป็นส่วนประกอบของกระแสดิสชาร์จมีค่าลดลง เช่น กรณีที่ใช้โลหะ Al Ti และ Cr เป็นเป่า แล้วใช้ไนโตรเจนเป็นแก๊สรีแอกทีฟ

การที่ผิวของขั้วคาโทดสามารถเปลี่ยนคุณสมบัติของโลหะไปเป็นฉนวนนั้น จะทำให้เกิดอนุภาคพลังงานสูง ซึ่งประกอบด้วย อะตอมแก๊สรีแอกทีฟ อะตอมที่สะท้อนจากผิวเป่า รวมทั้งส่วนที่เป็นสารประกอบที่เกิดบริเวณผิวของเป่า ที่เคลื่อนที่ไปตกเคลือบบนผิววัสดุ ทำให้เราสามารถเคลือบฟิล์มที่เป็นสารประกอบได้ นอกจากนี้ยังสามารถใช้แก๊สรีแอกทีฟอื่นๆเพิ่มเข้าไปในระบบ เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยากับโลหะที่เราต้องการ ทำให้สามารถเคลือบฟิล์มที่เป็นสารประกอบได้มากมาย

## 2.4 เทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ในโครงการวิจัย

### 2.4.1 Nanoindentation test [14]

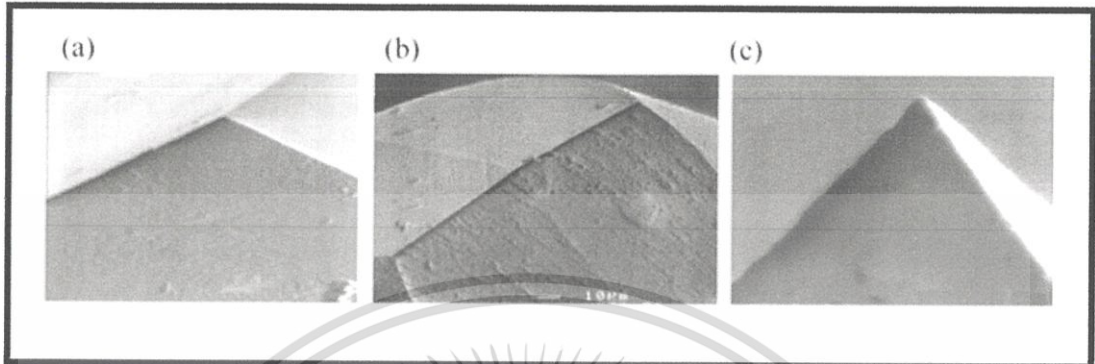
#### 2.4.1.1 วัตถุประสงค์ของ การทดสอบ nanoindentation

วัตถุประสงค์ของ การทดสอบ nanoindentation คือ เพื่อหาค่าความยืดหยุ่นและค่าความแข็งของวัสดุตัวอย่างจาก load-displacement measurement โดยทั่วไป indentation hardness test ขนาดของรอยกดบนชิ้นงานจะเกี่ยวข้องกับฟังก์ชันของแรงกด กำหนดพื้นที่ผิวสัมผัสของรอยกดใน nanoindentation test ขนาดของรอยกดจะมีขนาดเล็กเพียงไม่กี่ไมครอน ใน nanoindentation test ความหนาของผิวชิ้นงานจะมีผลต่อการเลือกใช้หัวกด เป็นที่รู้กันว่ารูปทรงเรขาคณิตของหัวกดสามารถกำหนดขนาดและพื้นที่ผิวสัมผัสได้ นอกจากนี้ วิธีการนี้ยังแสดงให้เห็นถึงค่าความยืดหยุ่นของชิ้นงานตัวอย่างจากการวัด shiffness ของผิวสัมผัสที่เป็นอัตราส่วนของการเปลี่ยนโหลดและความลึก

Nanoindentation hardness test โดยทั่วไปจะใช้หัวกดแบบทรงกลมหรือหัวกดแบบพีระมิด พิจารณาหัวกดชนิด Vicker ในส่วนที่เป็นหน้าตัดตรงข้ามจะมีกึ่งมุมที่มีขนาดมุม  $\theta$  เท่ากับ 68 องศา จึงทำให้มี  $\beta$  เท่ากับ 22 องศา กับผิวหน้า สำหรับผิวสัมผัสรัศมี  $a$ , รัศมี  $R$  ของหัวกดแบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทรงกลมสัมผัสกับผิวของชิ้นงานตัวอย่าง โดย  $\sin \beta$  เท่ากับ  $\alpha/R$  สำหรับ  $\beta$  เท่ากับ 22 องศา ให้  $\alpha/R$  เท่ากับ 0.375 สำหรับ Brinell hardness test เป็นการบันทึกค่าความเครียดที่มีความแม่นยำและน่าสนใจ โดยใช้หัวกดแบบทรงกลม โดยวิธีการทั่วไป และมุม 68 องศา หัวกดแบบ Vicker จึงเป็นทางเลือกสำหรับเหตุผลนี้



รูปที่ 2.21 แสดงภาพถ่าย SEM (a) หัวกดแบบ Berkovich (b) หัวกดแบบ Knoop และ (c) หัวกดแบบ cube-corner

หัวกดแบบ Berkovich (a) ในรูป โดยทั่วไปจะใช้ในงานวัดชิ้นงานในระดับสเกลเล็กๆ โดยหัวกดจะถูกออกแบบให้เป็นแบบพีระมิด โดยที่ให้มีมุมทุกมุมของแต่ละด้านมาบรรจบกันที่จุดเดียวกัน จะทำให้เกิดเป็นทรงพีระมิดคล้ายกับหัวกดแบบ Vickers มุมผิวหน้าโดยทั่วไปของหัวกดแบบ Berkovich สำหรับการทดสอบ nanoindentation เป็น 65.27 องศา เมื่อเราให้พื้นที่ความลึกของรอยกดมีอัตราส่วนแบบเดียวกับหัวกดแบบ Vickers แต่เดิมหัวกดแบบ Berkovich มีมุมในการวัดเท่ากับ 65.03 องศา เมื่อเรากำหนดให้พื้นที่ผิวกับความลึกเหมือนกับหัวกดแบบ Vickers รัศมีของหัวกดแบบ Berkovic จะอยู่ในช่วง 50 – 100 nm หรืออาจจะเพิ่มขึ้นเป็น 200 nm

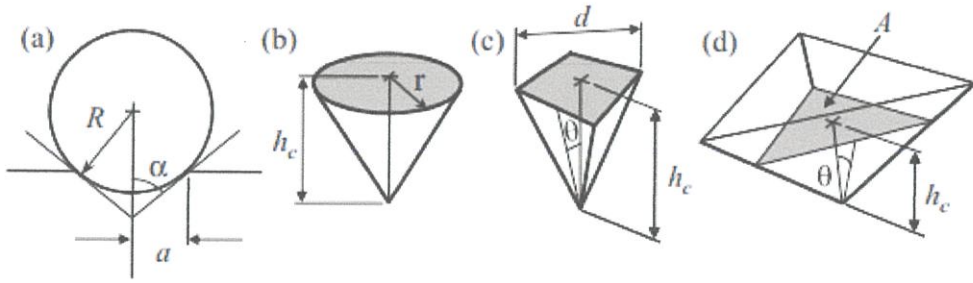
หัวกดแบบ Knoop (b) ในรูป ทั้งสี่ด้านของหัวกดแบบพีระมิดจะมี 2 ด้านที่แตกต่างกัน การวัดค่าความยาวที่ไม่สม่ำเสมอของ diagonal ของรอยกด จะเป็นประโยชน์อย่างมากสำหรับการตรวจสอบผิวหน้าของตัวอย่าง หัวกดโดยทั่วไปจะได้รับการพัฒนามาจากการทดสอบกับวัสดุที่มีความแข็งมากๆ โดยจะทำให้สามารถวัดเส้น diagonal ที่มีความยาวมากกว่าได้ง่ายขึ้น

มุมของหัวกด cube-corner (c) ในรูป การทดสอบ nanoindentation หัวกดที่มีลักษณะคล้ายคลึงกับหัวกดแบบ Berkovich ได้รับความนิยมมากขึ้น แต่มีครึ่งหนึ่งของมุมเท่ากับ 35.26 องศา ประโยชน์ของหัวกดทรงกรวยคือมีแกนที่สมมาตรกัน อ้างอิงจากรูป เปรียบเทียบพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างหัวกดแบบกรวยและหัวกดแบบพีระมิดเมื่อ

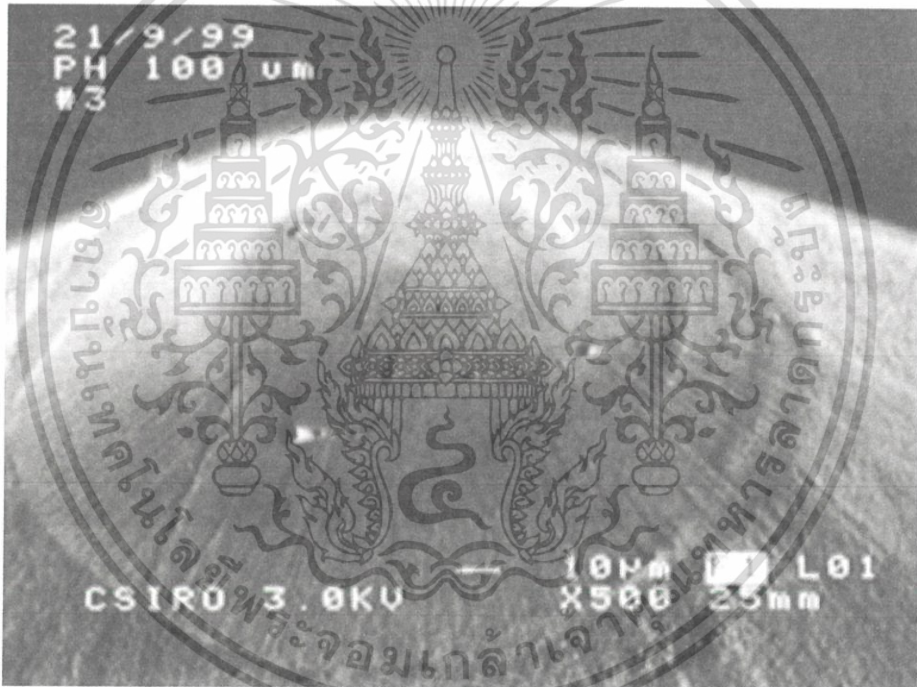
$$A = \mu h^2 \tan \alpha^2 \quad (2.3)$$

ที่  $h_c$  เป็นความลึกของรอยกด จากขอบวงกลมหรือพื้นที่ผิวสัมผัส สำหรับหัวกดแบบ Vicker หรือ Berkovich พื้นที่ผิวสัมผัส  $A$  เท่ากับ  $24.5h^2$  และกึ่งมุมสำหรับหัวกดแบบกรวยเป็น 70.3 องศา การทำการวิเคราะห์ข้อมูลของการทดสอบ nanoindentation จะทำได้ง่ายขึ้นเมื่อเราใช้หัวกดรูปทรงพีระมิด ในการทำรอยบาก หัวกดรูปทรงพีระมิดจะสมมาตรตามแนวแกนเหมือนกับหัวกดทรงกรวย เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ปลายของ semi-angle หาได้จากสมการ ตาราง 1.1 แสดงถึงพื้นผิวสัมผัสที่แตกต่างกัของ หัวกดทรงพีระมิด ในเทอมของความลึก  $h_c$  รูปทรงเรขาคณิตแสดงในรูป 2.22



รูปที่ 2.22 แสดงพารามิเตอร์ของการวัดด้วยแรงกดของหัวกดแบบ (a) ทรงกลม (b) ทรงกรวย (c) Vickers (d) Berkovich



รูปที่ 2.23 ส่วนปลายของหัวกดแบบกึ่งทรงกลมกึ่งทรงกรวยที่ใช้สำหรับการวัดแรงกดระดับนาโน และการ ทดสอบการขีดข่วน รัศมีส่วนโค้งในตัวอย่างนี้มีค่าเท่ากับ 100  $\mu\text{m}$  ช่วงรอยกด มีรัศมีน้อยกว่า 1  $\mu\text{m}$  (Courtesy CSIRO)

หัวกดแบบทรงกลมได้รับความนิยมมากขึ้น เพราะว่าหัวกดชนิดนี้จะให้ค่าความยืดหยุ่นของ พลาสติกที่เรียบเนียน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การวัดกับวัสดุที่มีความอ่อนนุ่มและเพื่อลดความเสียหายที่ อาจจะเกิดขึ้นกับชิ้นงาน แสดงให้เห็นได้ในรูปที่ โดยทั่วไปแล้ว หัวกดแบบทรงกลมจะถูกสร้างให้เป็น รูปโคนเพื่อให้ง่ายต่อการติดตั้ง เฉพาะส่วนปลายของหัวกดเท่านั้นที่ใช้ในการกดลงบนพื้นผิววัสดุ ตัวอย่างสำหรับการวัดด้วยแรงกด หัวกดรูปทรงกลมกึ่งเพชรจะมีรัศมีน้อยกว่า 1 ไมครอน จึงสามารถ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ใช้งานได้บ่อยครั้ง โดยทั่วไปหัวกดจะมีสองแบบ คือ แบบคมกับแบบทื่อ ซึ่งแล้วแต่เงื่อนไขของวัสดุที่ใช้ในการวัดว่ามีลักษณะแบบไหน

สำหรับตัวอย่าง ผู้เขียนบางคนอาจท่านอาจบอกว่าในผลของการวัดนั้น รอยกดบนวัสดุอาจเกิดขึ้นได้เพราะใช้แรงกดกับตัวผิวหน้าวัสดุ ซึ่งตัวอย่างของการวัดแบบนี้คือรูปพีระมิดทรงเพชร อย่างไรก็ตาม ทั้งหัวกดทรงพีระมิดและทรงกรวยถ้าเป็นหัวกดแบบที่อ็อกจะมืองสามมุมที่  $\alpha = 70^\circ$  จึงทำให้พีระมิดทรงเพชรมีค่า  $\theta = 68^\circ$  เมื่อพิจารณาเฉพาะแบบทื่อ หัวกดแบบทรงกลมทั้งแบบทื่อและแบบคมจะถูกประยุกต์ใช้กับแรงโหลดตามมุม tangent ที่จุดสัมผัส หลังจากการจัดหมวดหมู่ตามการใช้งานกับวัสดุตัวอย่างแล้ว เมื่อสังเกตว่าจะใช้หัวกดแบบคมเพราะพลาสติกที่ใช้ในการวัดจะมีลักษณะเป็นเส้นและลื่นและเป็นตัวอย่างของ rigid-plastics solid สำหรับหัวกดแบบทื่อ วัสดุตัวอย่างจะตอบสนองโดยที่รอยที่ได้จะเป็นโพรงแบบยืดหยุ่น ซึ่งก็ขึ้นอยู่กับชนิดและแรงที่ใช้กดด้วย สรุปก็คือ หัวกดแบบทื่อจะเป็นหัวกดแบบทรงกลม ส่วนหัวกดแบบคมจะเป็นหัวกดแบบทรงกลมและพีระมิด

#### 2.4.1.2 การวัดค่าความแข็งและค่ายืดหยุ่นด้วยแรงกด

ปริมาณที่มีความสำคัญในการวิเคราะห์ความแข็งโดยใช้แรงกด ซึ่งแรงกดนั้นหลักๆก็คือค่า contact pressure โดยเฉลี่ย โดยที่สามารถหาได้โดยการแบ่งแรงที่ใช้ในการกดและกำหนดพื้นที่ที่ใช้ในการสัมผัส ซึ่งค่า contact pressure นั้นจะสามารถหาได้โดยการพิจารณาภายใต้เงื่อนไขของพลาสติกแข็ง ซึ่งจะทำให้ความหมายของคำว่า contact pressure ถูกนิยามว่าเป็น ‘การวัดความแข็งโดยใช้แรงกด’ ค่าเฉพาะของวัสดุที่ใช้ในการวัดแบบระดับนาโนนั้นจะทำให้สามารถวัดระยะกระจัดของการกดและค่า contact area (วัดที่จุดสูงสุด) โดยที่จะประมาณค่าความลึกของรอยกดจากหัวกดรูปทรงเรขาคณิต ในกรณีของพลาสติกแข็งนั้นจะมีความยืดหยุ่นในการคืนรูปของวัสดุ เมื่อมีค่าความยืดหยุ่นมากค่า contact pressure ที่กระทำต่อพลาสติกแข็งนั้นก็จะเป็นเพียงแค่ค่าความต้านทานแรงกดที่เกิดขึ้นจริงของวัสดุ เช่น เซรามิก ซึ่งมีอัตราส่วนของ  $E/H$  ต่ำ ค่าเฉลี่ยของค่า contact pressure นั้นไม่ได้มีเพียงค่าความต้านทานแรงกดเพียงอย่างเดียว แต่มีทั้งค่าความยืดหยุ่นและค่าของพลาสติกแข็งรวมอยู่ด้วย ค่าที่ได้จึงไม่ใช่ค่าที่วัดได้จริง ในการวัดความแข็งนั้นจะเกิดการเสียรูปแบบยืดหยุ่น ซึ่งลักษณะเด่นนี้สามารถอธิบายได้ด้วยวัสดุประเภทยาง ซึ่งวัสดุที่ใช้ในการวัดนั้นจะทำให้เกิดรอยกดที่หลงเหลือเพียงนิดเดียว ในกรณีที่มีแรงกดกระทำต่อวัสดุที่มีความต้านทานแรงกดต่ำนั้น อาจทำให้เกิดรอยกดที่มีขนาดใหญ่กว่า ซึ่งในความเป็นจริงแล้ว วัสดุส่วนใหญ่มีค่าความต้านทานแรงกดค่อนข้างสูง จึงทำให้ค่าความแข็งจริงๆของวัสดุมีค่าสูงตามไปด้วย

เทคนิคการวัดโดยใช้ depth sensing ที่ใช้ในวิธีการวัดระดับนาโน ค่าความยืดหยุ่นของตัวอย่างจะวัดได้จาก slope ของช่วง unloading การหาค่าโมดูลัสด้วยวิธีนี้โดยทั่วไปจะเรียกว่าค่า Indentation modulus จะมีความหมายเดียวกับค่า elastic modulus หรือ young modulus แต่ในกรณีนี้ไม่สามารถวัดได้กับวัสดุทุกประเภท เพราะว่าค่า indentation modulus จะถูกนำไปวิเคราะห์ค่า load-displacement ซึ่งต้องระวังเมื่อมีการเปรียบเทียบกับวัสดุที่ต่างกัน สำหรับในการวัดจึงต้องระวังเรื่องของชนิดของวัสดุที่นำมาวัดด้วย

#### 2.4.1.3 การทดสอบความแข็งแบบต่างๆ [13]

ความแข็งเป็นสมบัติของวัสดุที่บ่งบอกถึงความต้านทานในการเกิดรอยกดที่บริเวณพื้นผิว ในการทดสอบความแข็งไม่มีวิธีใดวิธีหนึ่งที่จะสามารถทำการทดสอบได้กับทุกวัสดุ ซึ่งในบทนี้ได้แสดงถึง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

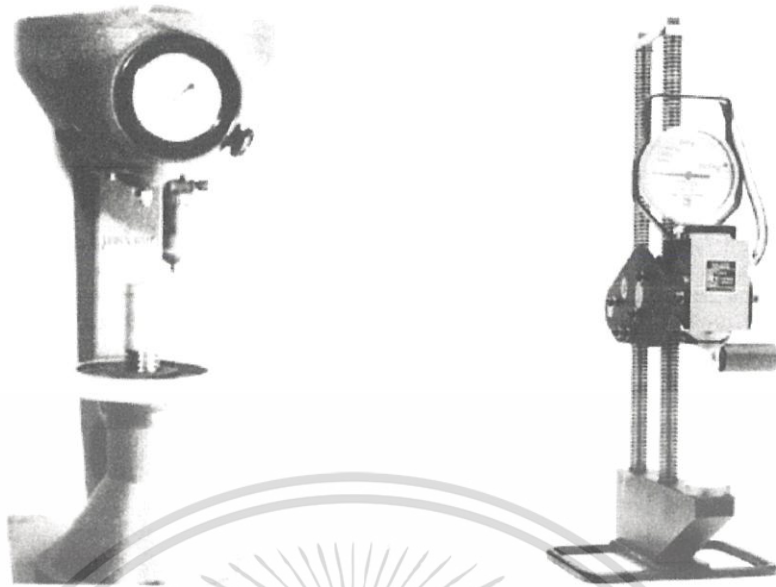
กระบวนการทดสอบความแข็งแบบต่างๆ ได้แก่ ความแข็งแบบรอยกด(indentation) แบบกระดอน(rebound) แบบขีดข่วน (scratch) แบบสึกหรอ (wear) และในแบบของความสามารถในการกลึงไส (machinability) โดยการทดสอบความแข็งส่วนใหญ่เป็นการวัดแรงที่กระทำเทียบกับรอยกดที่เกิดขึ้นจากแรงที่กระทำนั้นด้วยกระบวนการเคลื่อนหัวกดลงบนวัสดุ ซึ่งเป็นการทดสอบความแข็งแบบรอยกด ส่วนการทดสอบในลักษณะการปล่อยลูกตุ้มที่ทราบน้ำหนักลงบนผิววัสดุ จากนั้นวัดการกระดอนของลูกตุ้มเรียกว่าความแข็งแบบกระดอน และการทดสอบความแข็งที่สะดวกที่สุดคือการทดสอบความแข็งแบบรอยขีดข่วน โดยการขีดข่วนพื้นผิววัสดุด้วยวัสดุต่างๆ ขนาดและคุณภาพของผลการทดสอบจะใช้เป็นตัวบ่งบอกค่าความแข็งของวัสดุ ส่วนปริมาณการสึกหรอของพื้นผิววัสดุภายใต้เงื่อนไขการทดสอบจะใช้ในการทดสอบความแข็ง การสึกหรอและความต้านทานการขีดสี และสุดท้ายความสามารถในการกลึงไสใช้เป็นตัวบ่งบอกความยากง่ายในการกลึงวัสดุ

หลักการเกี่ยวกับการทดสอบความแข็งจะเกี่ยวข้องกับการวัดความต้านทานต่อการเกิดเป็นรอยกด ซึ่งใช้เป็นหลักการพื้นฐานของเครื่องมือวัดความแข็งแบบต่างๆ หัวกดมีทั้งที่เป็นแบบหัวบอลแบบระนาบ หรือแบบกรวยปลายมนหรือปิรามิด ซึ่งปกติทำจากเหล็กกล้าแข็งหรือเพชรและใช้ทดสอบภายใต้สภาวะน้ำหนักกดที่ โดยการวัดน้ำหนักที่จะทำให้เกิดรอยกดตามที่กำหนดหรือวัดรอยกดที่เกิดขึ้นภายใต้แรงกระทำนั้น ส่วนความแข็งแบบกระดอนการทดสอบความแข็งกับวัสดุโลหะส่วนใหญ่เป็นการทดสอบแบบ Brinell หรือ Rockwell ส่วนการทดสอบแบบอื่นคือการทดสอบแบบ Shore scleroscope, Vickers, Monotron, Rockwell superficial และเครื่องทดสอบ Herbert จะใช้ในการทดสอบโลหะที่มีความแข็งสูงหรือเหล็กกล้าที่ผ่านการชุบผิวแข็ง นอกจากนี้ในการทดสอบความแข็งบางครั้งต้องทำการทดสอบกับวัสดุที่เล็กและบางมาก หรือวัสดุที่มีระดับความแข็งแตกต่างกันที่พื้นผิวเป็นบริเวณแคบๆ จึงจำเป็นต้องพัฒนาเครื่องทดสอบความแข็งระดับจุลภาค (microhardness tester) เช่น นูพ (Knoop) เป็นต้น [11]

### 1. การทดสอบแบบ Brinell

การทดสอบความแข็งหนึ่งที่ถูกใช้มาอย่างยาวนานที่สุดคือการทดสอบแบบ Brinell ซึ่งเป็นการทดสอบความแข็งแบบน้ำหนักกดที่ในการกดหัวกดเหล็กกล้าชุบแข็งลงบนพื้นผิวชิ้นงานที่ทำการทดสอบ โดยปกติจะใช้หัวกดลูกบอลเหล็กกล้าชุบแข็งหรือทังสเตนคาร์ไบด์ขนาด 10 mm. กดลงบนผิวชิ้นทดสอบด้วยน้ำหนักกด 3000 kg สำหรับโลหะแข็ง 1500 kg สำหรับโลหะที่มีความแข็งปานกลาง และ 500 kg หรือต่ำกว่านั้นสำหรับวัสดุอ่อนนุ่มเครื่องทดสอบความแข็งแบบ Brinell มีหลายแบบ ซึ่งแตกต่างกันในหัวข้อต่อไปนี้คือ

1. กรรมวิธีการใส่น้ำหนักกด เช่น ใช้แรงดันน้ำมัน ระบบเฟืองหรือระบบคาน เป็นต้น
2. กรรมวิธีการดำเนินการทดสอบ เช่น ใช้มือ หรือแรงขับเคลื่อน
3. กรรมวิธีวัดน้ำหนักกด เช่น piston กับน้ำหนัก มาตรวัด Bourdon , Dynamometer หรือระบบคาน
4. ขนาด คือเล็กแบบตั้งโต๊ะหรือใหญ่แบบประจำที่



รูปที่ 2.24 แสดงเครื่องมือทดสอบความแข็งแบบ Brinell

การทดสอบความแข็งแบบ Brinell สามารถใช้เครื่องทดสอบแรงดึงได้โดยใช้อุปกรณ์ช่วยยึดหัวกดลูกบอล แล้วนำแผ่นโลหะที่ต้องการทดสอบยึดเข้าอุปกรณ์แขนจับยึดชิ้นงาน โดยใช้หัวกดบอลขนาด 3/64 นิ้ว และสปริง 22 ปอนด์

การทำกรทดสอบความแข็งแบบ Brinell ให้นำชิ้นทดสอบไปวางบนแท่นวางชิ้นทดสอบแล้วยกระดับแท่นวางชิ้นจนชิ้นทดสอบสัมผัสหัวกด จากนั้นใส่น้ำมันกดโดยการบีมน้ำมันเข้าไปในทรงกระบอกหลัก ซึ่งเลื่อน piston หลักลงและกดหัวกดบอลเข้าไปในชิ้นทดสอบ ซึ่งเมื่อชิ้นทดสอบจะยึดพื้นผิวหัวกดไว้ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานจากความเสียดทานเล็กน้อย โดยจะใช้มาตรวัด Bourdon ในการแสดงน้ำหนักกดอย่างหยาบ เมื่อใส่น้ำหนักตามที่ต้องการตาซึ่งน้ำหนักด้านบนของเครื่องจะยกตัวขึ้นโดยการกระทำของ small piston โดยต้องระวังอย่าให้น้ำหนักเกิดกับหัวกดมากเกินไป

ค่าความแข็ง Brinell ปกติอยู่ในช่วง 90 ถึง 630 ค่าที่สูงขึ้นหมายถึงความแข็งที่มากขึ้นรอยกดที่ลึกจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางรอยกดมากแต่มีค่าความแข็งน้อย ในกรณีที่ใช้หัวกดลูกบอลขนาด 10 mm ถ้ารอยกดที่ได้มีขนาดใหญ่กว่า 6 mm ควรปรับลดน้ำหนักกดลง ขณะที่หัวกดเคลื่อนสู่พื้นผิวของวัสดุ เนื้อวัสดุรอบหัวกดจะแข็งขึ้นและเนื้อวัสดุส่วนนี้จะทำให้การอ่านค่าเส้นผ่านศูนย์กลางรอยกดผิดพลาด ค่าความแข็งที่วัดได้ในช่วงปลายของมาตรวัด เช่น ความแข็งเกิน 650 BHN ไม่ควรเชื่อถือมากนัก เนื่องด้วยสองเหตุผล ประการแรกเส้นผ่านศูนย์กลางรอยกดน้อยเกินไปทำให้การอ่านค่าไม่แม่นยำ ประการที่สองถ้าวัสดุแข็งมากหัวกดบอลจะยุบตัวทำให้แบนเรียบและให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรอยกดที่ใหญ่ขึ้น ทำให้ค่าความแข็งที่คำนวณได้เชื่อถือไม่ได้ และปกติมีวัสดุไม่มากนักที่มีค่าความแข็งเกิน 650 BHN โดยทั่วไปวัสดุที่มีความแข็งประมาณ 150 BHN หรือมากกว่านั้นจะใช้น้ำหนักกด 3000 kg ส่วนน้ำหนักกด 1500 kg จะใช้กับวัสดุที่มีความแข็ง 75 ถึง 300 BHN และ 500 kg ใช้กับวัสดุที่มีความแข็งต่ำกว่า 100 BHN ในบริเวณที่คาบเกี่ยวกันให้เลือกใช้ตามความเหมาะสมและขึ้น

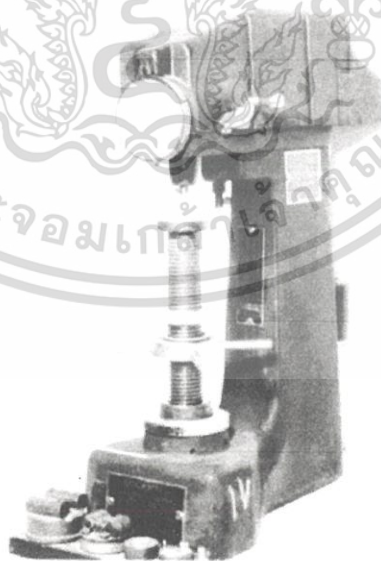
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทดสอบควรมีความหนาไม่น้อยกว่า 10 เท่าของความลึกรอยกด ถ้าทำการทดสอบกับชิ้นงานที่บางกว่านี้ความแข็งแรงของแท่นวางอาจส่งผลกระทบต่อค่าความแข็งแรงของวัสดุได้

การทดสอบความแข็งแบบ Brinell มีข้อจำกัดและข้อเสีย คือ เป็นการทดสอบแบบทำลายซึ่งจะมีรอยกดปรากฏอยู่บนพื้นผิววัสดุหลังการทดสอบ ดังนั้นวัสดุที่ผ่านการทดสอบจะไม่สามารถนำกลับไปใช้ได้

## 2 การทดสอบความแข็ง Rockwell

การทดสอบนี้เป็นแบบเดียวกับการทดสอบความแข็ง Brinell คือค่าความแข็งหาได้จากขนาดความลึกรอยกดบนชิ้นทดสอบที่เกิดจากการกดด้วยหัวกดภายใต้น้ำหนักคงที่ แต่ที่ต่างกันคือในทางทฤษฎีการทดสอบ Rockwell จะทดสอบด้วยน้ำหนักต่างกันสามชุดกับหัวกดสามขนาด ส่วนการทดสอบ Brinell จะมีขนาดหัวกดที่ต่างกันและใช้น้ำหนักกดที่มากกว่ามาก รวมทั้งการทดสอบแบบ Rockwell จะมีรอยกดที่ได้มีขนาดเล็กและตื้นกว่า ส่วนวัสดุที่นำมาทดสอบสามารถใช้กับวัสดุกลุ่มเดียวกันกับการทดสอบ Brinell แต่สามารถทำการทดสอบได้เร็วกว่า เนื่องการทดสอบแบบ Rockwell สามารถอ่านค่าความแข็งได้ทันทีจากหน้าปัดเครื่องตามมาตรฐาน ASTM E 18 ดังแสดงในรูปที่ 2.25 การทดสอบแบบ Rockwell จะทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบที่ออกแบบมาเป็นพิเศษ โดยการใส่น้ำหนักที่กระทำผ่านระบบตุ้มน้ำหนักกับระบบคาน หัวกดอาจเป็นลูกบอลเหล็กกล้าแข็ง 1/16 นิ้ว 1/8 นิ้ว ดังรูปที่ 7.4 หรือหัวกดเพชรรูปกรวยมุม 120° เรียกว่า Brale ดัง รูปที่ ค่าความแข็งที่แสดงบนหน้าปัดเครื่องเป็นส่วนกลับของค่าความลึกรอยกด ส่วนการแสดงผลหน่วยค่าความแข็งจะขึ้นอยู่กับค่าน้ำหนัก ชนิดและขนาดของหัวกดที่ใช้ในการทดสอบยกตัวอย่างเช่นถ้าเลือกใช้น้ำหนักกด 100 kg และใช้หัวกดบอลเหล็กกล้าแข็งขนาด 1/16 in.ต้องอ่านค่าความแข็งจากหน้าปัดเครื่องในสเกล B และถ้าใช้หัวกดเพชรกับน้ำหนักกด 150 kgต้องอ่านค่าความแข็งในสเกล C เป็นต้น



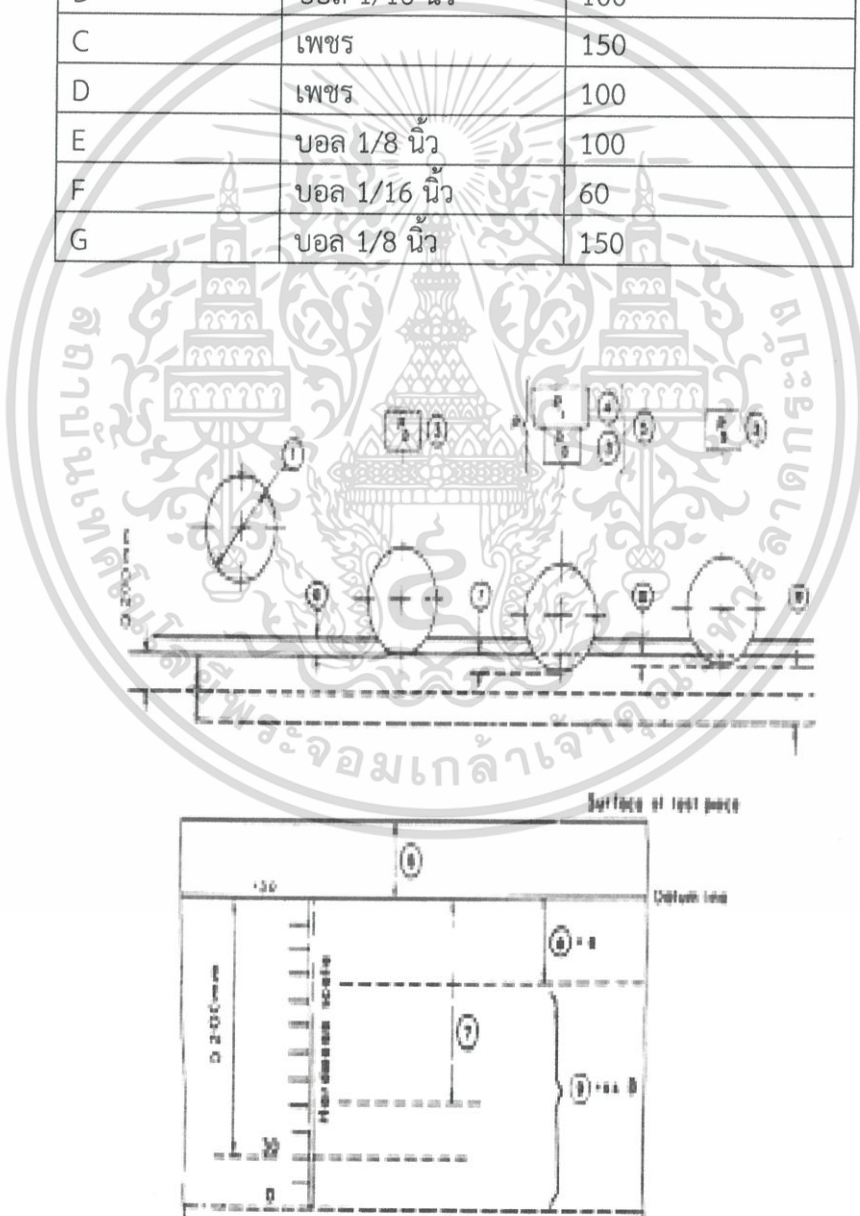
รูปที่ 2.25 แสดงเครื่องทดสอบความแข็งแบบ Rockwell พร้อมหัวกด

ในการทดสอบเริ่มแรกจะใช้น้ำหนักกดเบื้องต้น 10 kg ค้างไว้ซึ่งจะทำให้เกิดรอยกดเบื้องต้นบนชิ้นทดสอบ โดยสังเกตเข็มบนหน้าปัดเครื่องที่แสดงน้ำหนักกดเบื้องต้นจะเข้าสู่บริเวณที่กำหนด เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นให้ใส่น้ำหนักกดแท้จริง โดยปกติถ้าใช้หัวกดบอลน้ำหนักกดแท้จริงจะอยู่ในช่วงประมาณ 60 ถึง 100 kg และถ้าใช้หัวกดเพชรจะใช้น้ำหนักกดแท้จริงได้ถึง 150 kg ส่วนหัวกดบอลจะใช้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1/16 นิ้ว และหัวกดบอลขนาด 1/8 1/4 และ 1/2 นิ้ว จะใช้กับวัสดุที่อ่อนกว่า หลังจากใส่น้ำหนักกดแท้จริงและนำน้ำหนักกดออก ให้อ่านค่าความแข็งจากหน้าปัดเครื่องโดยที่น้ำหนักกดเบื้องต้นยังคงค้างอยู่ ตารางที่ 2.1 แสดงตัวอย่างสเกล ชนิดหัวกดและน้ำหนักกดของการทดสอบความแข็ง Rockwell

ตารางที่ 2.1 แสดงสเกลการทดสอบความแข็งแบบ Rockwell

สเกล	หัวกด	น้ำหนักกด (kg)
A	เพชร	60
B	บอล 1/16 นิ้ว	100
C	เพชร	150
D	เพชร	100
E	บอล 1/8 นิ้ว	100
F	บอล 1/16 นิ้ว	60
G	บอล 1/8 นิ้ว	150



รูปที่ 2.26 แสดงภาพการทดสอบความแข็ง Rockwell ด้วยหัวกดบอล (สเกล B F และ G)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 ตารางอธิบายสัญลักษณ์การทดสอบความแข็ง

หมายเลข	สัญลักษณ์	ความหมาย
1	D	เส้นผ่านศูนย์กลางหัวบอล 1/16 นิ้ว
3		น้ำหนักเบี่ยงต้น 10 kgf (98 N)
4		น้ำหนักกดหลัก 50 90 หรือ 140 kgf
5	P	น้ำหนักกดแท้จริง $P_0 - P_1 = 60$ 100 หรือ 150 kgf (589 981 หรือ 1472 N)
6	-	ความลึกรอยกดที่เกิดจากน้ำหนักกดเบี่ยงต้น
7	-	ความลึกรอยกดที่เกิดจากน้ำหนักกดแท้จริง
8	e	ความลึกรอยกดถาวรภายใต้ น้ำหนักกดเบี่ยงต้นหลังนำน้ำหนักกดหลักออก ซึ่งมีค่าสูงสุดเท่ากับ 0.002 mm
9	xx HE x	ความแข็ง Rockwell สเกล F B และ G = 130-e

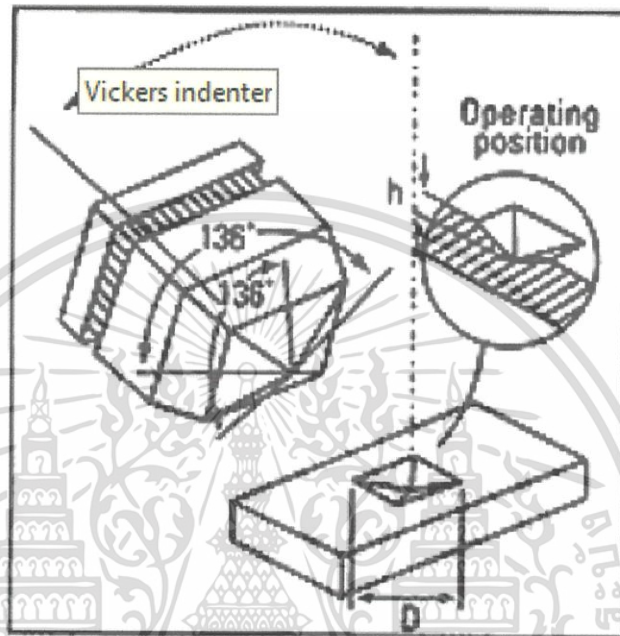
### 3.การทดสอบแบบ Rockwell superficial

บางการทดสอบเจาะจงการทดสอบความแข็งเป็นแบบ Rockwell superficial โดยการทดสอบนี้เป็นการทดสอบความแข็งที่บริเวณพื้นผิวซึ่งจะเกิดเป็นรอยกดตื้นๆ การทดสอบแบบนี้จะมีหลักการทำงานแบบเดียวกันกับแบบ Rockwell เพียงแต่นำน้ำหนักกดเบี่ยงต้นและน้ำหนักกดแท้จริงน้อยกว่า กล่าวคือใช้น้ำหนักกดเบี่ยงต้น 3 kg และน้ำหนักกดแท้จริง 15 30 หรือ 45 kg โดยแต่ละค่าความแข็งที่วัดได้ความลึกเท่ากับ 0.001 mm และใช้หัวกดชุดเดียวกับที่ใช้ในการทดสอบ Rockwell ในการทดสอบความแข็งแบบนี้จะใช้สเกล N และ T ส่วนสเกล W X และ Y จะใช้กับวัสดุที่อ่อนมาก ๆ ได้แก่ 15T 30T 45T หรือ 15N 30N และ 45N ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของหัวกดและน้ำหนักที่ใช้ในการทดสอบ กล่าวคือสเกล T จะใช้น้ำหนักตามตัวเลขในสเกลกับหัวกดบอลขนาด 1/16 นิ้ว ในขณะที่สเกล N จะใช้น้ำหนักตามตัวเลขในสเกลเช่นกันแต่จะใช้หัวกดเป็นหัวกดเพชรรูปกรวย

การทดสอบแบบ Rockwell มีข้อดีข้อเสียและข้อจำกัดในการทดสอบเช่นเดียวกันกับการทดสอบ Brinell กล่าวคือการทดสอบแบบ Rockwell ผลที่ได้ค่อนข้างถูกต้องและแม่นยำรวมทั้งการทดสอบทำได้รวดเร็ว และได้ค่าความแข็งทันทีหลังการทดสอบโดยอ่านค่าได้โดยตรงจากหน้าปัดเครื่อง โดยไม่ต้องทำการคำนวณใดๆ การทดสอบ Rockwell นี้เป็นการทดสอบความแข็งที่ได้รับการยอมรับโดยทั่วไปเช่นเดียวกับ Brinell กล่าวคือการทดสอบแบบนี้ผลการทดสอบที่ได้จากวัสดุเดียวกันสามารถให้ค่าซ้ำๆ กันแม้ว่าจะทดสอบด้วยผู้ใดก็ตามและการทดสอบแบบนี้สามารถทำการทดสอบความแข็งกับวัสดุได้อย่างกว้างขวางข้อเสียของการทดสอบ Rockwell เป็นแบบเดียวกันกับการทดสอบ Brinell คือเครื่องทดสอบราคาค่อนข้างสูงจึงไม่เหมาะสมกับการนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรมรวมทั้งเป็นการทดสอบแบบทำลาย

#### 4 การทดสอบแบบ Vickers

การทดสอบความแข็ง Vickers เป็นการทดสอบความแข็งโดยใช้หัวกดเพชรรูปปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาดเล็ก ซึ่งมีองศาของปลายแหลม 136 องศา ดังรูปที่ 2.27 และน้ำหนักกดที่ใช้จะอยู่ระหว่าง 5-120 กิโลกรัม โดยจะเพิ่มครั้งละ 5 กิโลกรัม การทดสอบนี้มีหลักการเดียวกันกับการทดสอบความแข็ง Brinell คือค่าความแข็งที่ได้คิดจากน้ำหนักกดที่กระทำต่อพื้นที่ของรอยกด และจากรูปที่ 2.25 สามารถหาค่าพื้นที่รอยกดได้ดังสมการที่ 2.4



รูปที่ 2.27 แสดงลักษณะหัวกดและรอยกดของการทดสอบความแข็ง Vickers

$$\text{พื้นที่รอยกด} = \frac{d^2}{2 \sin 136^\circ / 2} \quad \text{ซึ่งจะมีค่าโดยประมาณ} = \frac{d^2}{1.8544} \quad (2.4)$$

ดังนั้นค่าความแข็ง Vickers หัวกดเพชรปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส DPH (Vickers Diamond Pyramid Hardness) หรือ HV (Vickers Hardness) จะมีค่าดังสมการที่ 2.5

$$\text{ความแข็ง Vickers} = \text{แรงกด} / \text{พื้นที่รอยกด} \quad (2.5)$$

ในการทดสอบนำชิ้นทดสอบวางบนแท่นทดสอบ จากนั้นยกแท่นวางขึ้นจนชิ้นงานเข้าใกล้หัวกด จากนั้นให้ปลดลือระบบคานน้ำหนักจะถูกส่งไปยังหัวกดในอัตรา 20:1 อย่างต่อเนื่อง จากนั้นน้ำหนักกดออก ลดระดับแท่นวางลง นำชิ้นงานไปส่องกล้องจุลทรรศน์เพื่อทำการวัดเส้นทแยงมุมของรูรอยกดสี่เหลี่ยมที่ปรากฏการทดสอบความแข็งแบบ Vickers ขั้นต้นจะใช้ในงานวิจัย ข้อดีของการทดสอบนี้ คือ การวัดขนาดของเส้นทแยงมุมจะมีความแม่นยำกว่าการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และสามารถทดสอบกับชิ้นงานที่บางได้ คือหนาประมาณ 0.006 นิ้ว นอกจากนั้นยังให้ค่าความแข็งที่ถูกต้องเมื่อใช้ทดสอบกับวัสดุที่แข็งมากประมาณ 1300 HV หรือประมาณ 850 BHN เนื่องจากหัวกดไม่เกิดการยุบตัวขณะทดสอบ และค่าความแข็งที่ได้เป็นที่ยอมรับมากกว่า ข้อเสีย คือ เป็นการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

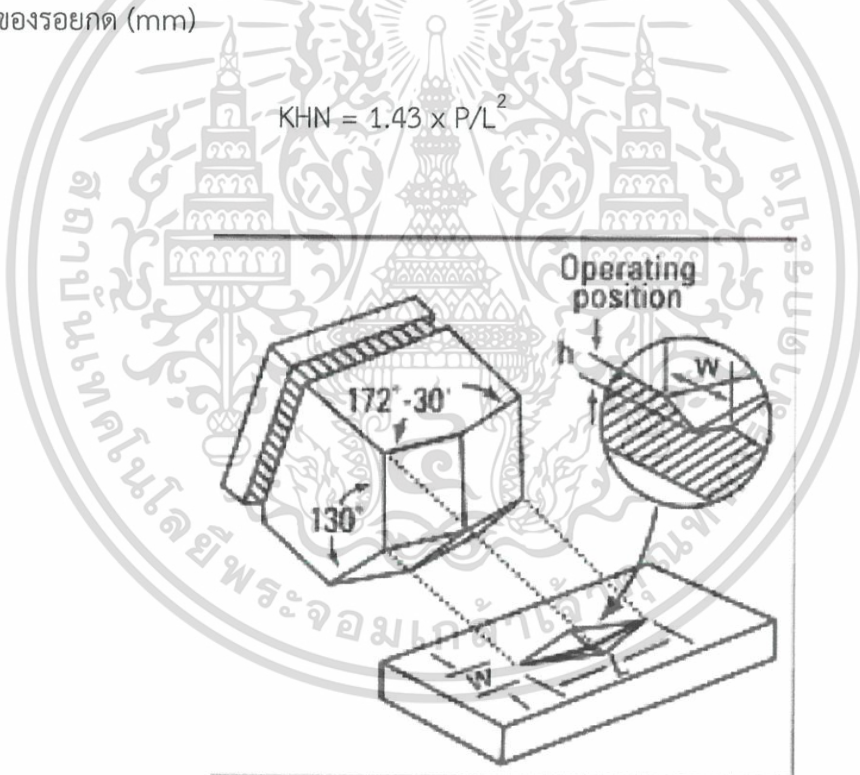
ทดสอบแบบทำลาย ขั้นตอนการทดสอบใช้เวลามากกว่าการทดสอบแบบ Brinell และ Rockwell ขั้นตอนทดสอบต้องทำการขัดเงาซึ่งใช้เวลาอีกมาก นอกจากนั้นเครื่องทดสอบมีราคาแพง

## 5 การทดสอบความแข็งแบบ Knoop

การทดสอบความแข็งแบบ Knoop เป็นการวัดความต้านทานของพื้นที่วัสดุต่อการเกิดรอยกดหรือต่อการเสียรูปถาวรที่พื้นผิวของวัสดุแบบเดียวกันกับการทดสอบความแข็ง Vickers ต่างกันที่ หัวกดแบบ Knoop จะเป็นหัวกดเพชรปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูน โดยมีเส้นทแยงมุมด้านยาวกับด้านสั้นต่างกันเป็นอัตราส่วน 7 : 1 ดังรูปที่ 7.7 และใช้น้ำหนักกดในช่วง 25-3600 กรัม การทดสอบความแข็ง Knoop ใช้ประโยชน์ในการทดสอบความแข็งกับชิ้นงานขนาดเล็กหรือทดสอบในบริเวณพื้นที่เล็กๆ บนชิ้นทดสอบ โดยมีค่าความแข็งอยู่ในช่วง 60-1000 ในการทดสอบให้นำชิ้นทดสอบวางบนแท่นทดสอบ จากนั้นปรับให้ได้ระยะโฟกัสของกล้องจุลทรรศน์ แล้วเลื่อนแท่นทดสอบเพื่อหาตำแหน่งที่จะทดสอบบนชิ้นงาน จากนั้นปล่อยน้ำหนักกดแบบเดียวกับเครื่อง Vickers เสร็จแล้วทำการวัดระยะเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาวนำไปคำนวณหาค่าความแข็งดังสมการที่ 2.6 เมื่อ KHN คือค่าความแข็ง Knoop (kg/mm<sup>2</sup>) P คือ น้ำหนักกด (kg) และ L คือ ความยาวเส้นทแยงมุมด้านยาวของรอยกด (mm)

$$KHN = 1.43 \times P/L^2$$

(2.6)



รูปที่ 2.28 แสดงลักษณะหัวกดและรอยกดของการทดสอบความแข็ง knoop

## 6 หัวกดแบบ berkovich

หัวกดแบบ berkovich จะนิยมใช้ในการวัดความแข็งของงานระดับนาโน เพราะว่าผลที่ได้จะทำให้ได้รอยกดรูปสี่เหลี่ยมที่มีขอบชัดเจน ดังนั้น ในการวัดแบบนี้จะสามารถควบคุมความแม่นยำในการวัดได้ ค่า contact pressure จะมีค่าที่แน่นอน และจะทำให้สามารถคำนวณค่า contact dept ของรอยกดได้ ซึ่งก็คือค่า  $h_c$  (รูปที่ 1.3) พื้นที่หน้าตัดของรอยกดจะคำนวณได้จากสมการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \theta \quad (2.7)$$

เมื่อกำหนดให้  $\theta = 65.27^\circ$  เมื่อนำมาคำนวณจะได้

$$\begin{aligned} A &= 24.49h_c^2 \\ &\approx 24.5h_c^2 \end{aligned} \quad (2.8)$$

และด้วยเหตุผลนี้ ความหมายของ contact pressure หรือค่าความแข็ง คือ

$$H = \frac{P}{24.5h_c^2} \quad (2.9)$$

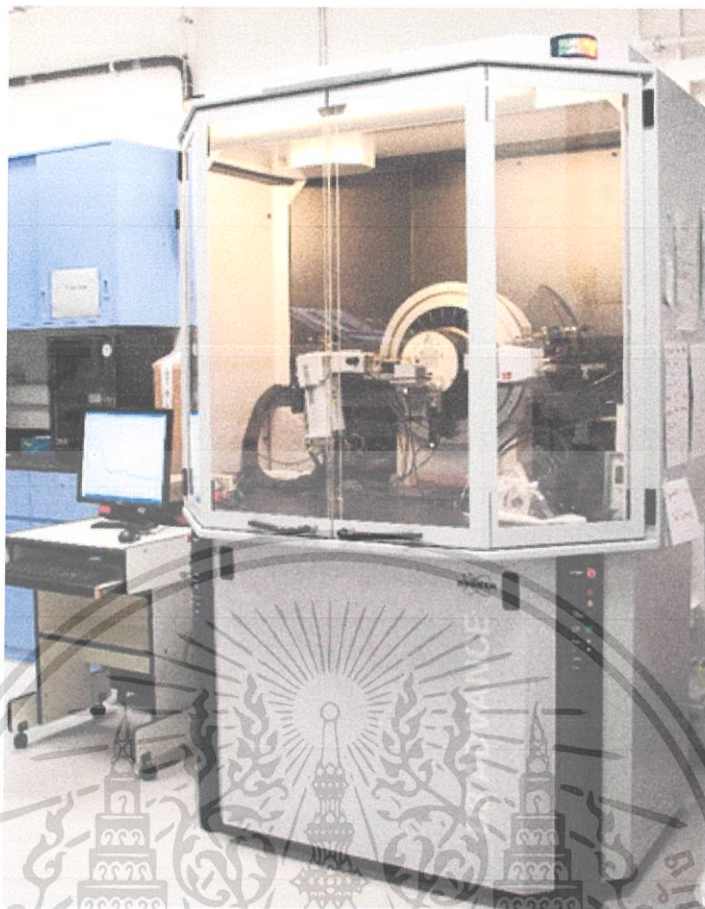
หัวกดแบบ Berkovich นั้นถูกออกแบบให้มีสัดส่วนของผิวหน้าและความลึกเหมือนกับหัวกดแบบ Vickers และจะมีองศาที่พื้นผิวเท่ากับ  $65.0333^\circ$  ซึ่งจะถูกใช้เป็นประจำในความหมายของ contact pressure โดยจะใช้อ้างอิงเป็นค่านิยามของการวัดความแข็งในระดับนาโน เนื่องจากหัวกดแบบ Berkovich จะใช้วัดความแข็งในงานระดับนาโน จึงออกแบบให้มีสัดส่วนและพื้นที่ทำงานเหมือนหัวกดแบบ Vickers ซึ่งจะมีองศาผิวหน้าเป็น  $65.27^\circ$  และองศาของแต่ละหน้าที่ทำมุมกันจะมีค่าเท่ากับ  $70.296^\circ$  (เมื่อกำหนดให้พื้นที่ของความลึกมีความสัมพันธ์กัน) จากรูปทรงเรขาคณิตของหัวกดจะทำให้มีความยาวในแต่ละด้านของรอยกดสัมพันธ์กับผลลัพธ์ของความลึกของรอยกด โดยมีค่าประมาณ 7.5

สำหรับทั้งหัวกดแบบ Vickers และ berkovich ค่าความเครียดของวัสดุตัวอย่างจะมีค่าประมาณ 8%

## 2.4.2 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer)

### 2.4.2.1 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer) [11]

X-ray Diffractometer หรือ XRD เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์แบบไม่ทำลายตัวอย่างโดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างกัน ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้นั้นจะถูกนำไปวิเคราะห์เพื่อหาระนาบและโครงสร้างของฟิล์ม



รูปที่ 2.29 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

#### 2.4.2.2 การกำเนิดและสมบัติของรังสีเอ็กซ์ [6]

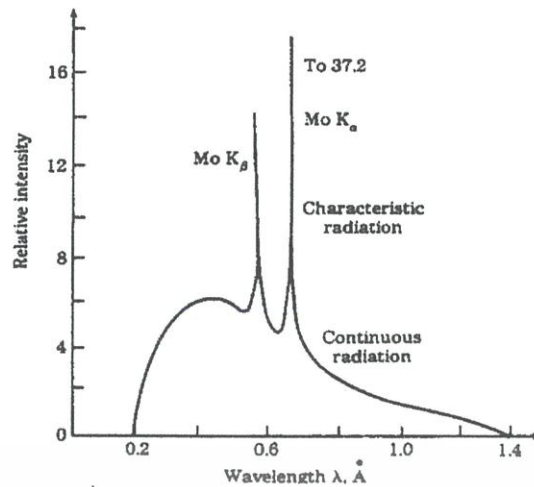
##### 1. การเกิดรังสีเอ็กซ์

เมื่ออิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงเข้าชนอะตอมที่อยู่หนึ่งอาจทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่อไปนี้

- เมื่ออิเล็กตรอนในอะตอมที่ระดับชั้นพลังงานลึกๆ (core electron) เช่น ชั้น K หรือชั้น L ถูกกระแทกให้หลุดจากอะตอม จะทำให้เกิดระดับพลังงานว่างขึ้น ซึ่งตามธรรมชาตินั้น อิเล็กตรอนในชั้นพลังงานที่สูงกว่าจะลดระดับพลังงานลงมายังระดับพลังงานที่ว่าง ซึ่งจะเกิดการปลดปล่อยพลังงานโฟตอนในย่านรังสีเอ็กซ์ ซึ่งจะมีค่าเฉพาะสำหรับอะตอมนั้นๆ เรียกว่า Characteristics X-ray ซึ่งรังสีเอ็กซ์ที่นิยมนำมาใช้ในการทดลองการเลี้ยวเบนคือ  $K\alpha$  และ  $K\beta$  ซึ่งรังสีเอ็กซ์เหล่านี้เกิดขึ้นจากการย้ายระดับพลังงานจากชั้น L ไปยังชั้น K และจากชั้น M ไปยังชั้น K ตามลำดับ

- อิเล็กตรอนที่วิ่งชนถูกทำให้เคลื่อนไหวช้าลงอย่างรวดเร็วด้วยการผลักของสนามไฟฟ้าของอิเล็กตรอนในอะตอม โดยทฤษฎีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ากล่าวไว้ว่า เมื่ออิเล็กตรอนที่มีความหน่วงจะปลดปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าแบบพลังงานต่อเนื่อง สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์ที่ได้ก็จะเป็นแบบต่อเนื่อง เรียกว่า Bremsstrahlung X-rays

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.30 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จากอะตอม

### 2.4.2.3 หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

1. ระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึก โดยทั่วไปแล้วจะสมมุติว่าอะตอมนั้นมีลักษณะเป็นทรงกลม โดยที่รัศมีของอะตอมนั้นจะมีขนาดระหว่าง 1-2 Å เมื่อนำอะตอมมาเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบจะเกิดโครงสร้างผลึกขึ้น ซึ่งระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นจะมีค่าในช่วง 2-4 Å โดยที่ระยะห่างนั้นจะขึ้นอยู่กับวิธีการเรียงตัวของอะตอมในผลึกด้วย โครงสร้างของผลึกที่เกิดจากการเรียงตัวของอะตอมในระบบนั้นมีหลายแบบดังนี้

ตารางที่ 2.3 ตารางแสดงลักษณะเฉพาะของระบบผลึกทั้ง 7 ระบบ

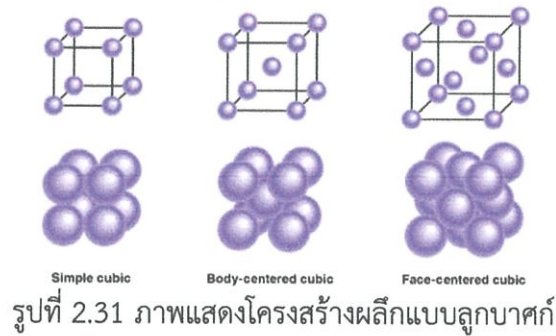
ระบบผลึก	แกน	มุมระหว่างแกน	ปริมาตรของหน่วยเซลล์
Cubic	$a = b = c$	มุมทุกมุมมีขนาด $90^\circ$	$a^3$
Tetragonal	$a = b \neq c$	มุมทุกมุมมีขนาด $90^\circ$	$a^2 c$
Orthorhombic	$a \neq b \neq c$	มุมทุกมุมมีขนาด $90^\circ$	$abc$
Hexagonal	$a = b \neq c$	มีมุม $90^\circ$ สองมุม และอีกมุมหนึ่งมีขนาด $120^\circ$	$0.866a^2 c$
Rhombohedral or Trigonal	$a = b = c$	มุมทุกมุมเท่ากัน แต่ขนาดไม่เท่า $90^\circ$	$a^3 \sqrt{1 - \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha}$
Monoclinic	$a \neq b \neq c$	สองมุมมีขนาด $90^\circ$ ส่วนอีกมุม ( $\beta$ ) ไม่ใช่ $90^\circ$	$abc \sin \beta$
triclinic	$a \neq b \neq c$	ทุกมุมมีขนาดต่างกัน และไม่เท่ากับ $90^\circ$	$abc \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}$

โครงสร้างผลึกแบบต่างๆ จากตารางข้างต้น

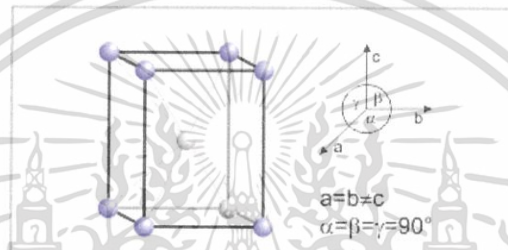
#### 1. ลูกบาศก์ (Cubic) แกนทั้งสามแกนยาวเท่ากันและตั้งฉากซึ่งกันและกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### Three Types of Cubic Cells

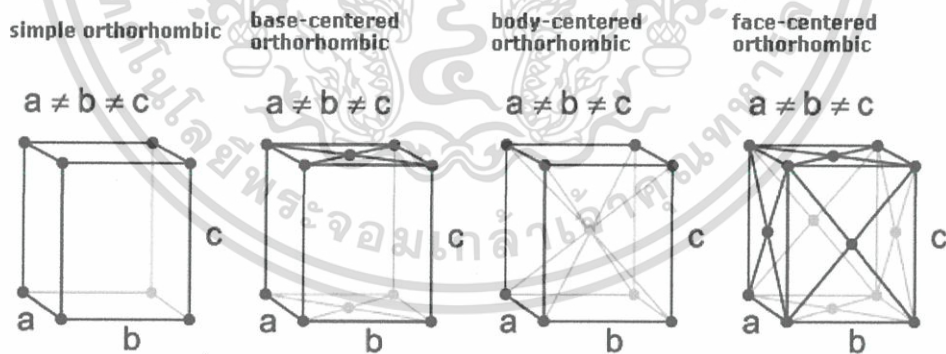


2. เตตราโกนอล (Tetragonal) มีแกนสองแกนยาวเท่ากัน ส่วนอีกแกนสองแกนจะสั้นหรือยาวกว่าแกนที่เหลือ และแกนทั้งหมดจะทำมุมตั้งฉากซึ่งกันและกัน



รูปที่ 2.32 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบเตตราโกนอล

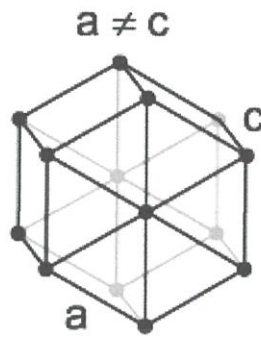
3. ออร์โธโรห์มบิก (Orthorhombic) หรือ โอห์มบิก (Rhombic) แกนจะมีความยาวที่ไม่เท่ากัน แต่ทุกแกนจะทำมุมตั้งฉากซึ่งกันและกัน



รูปที่ 2.33 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรห์มบิก

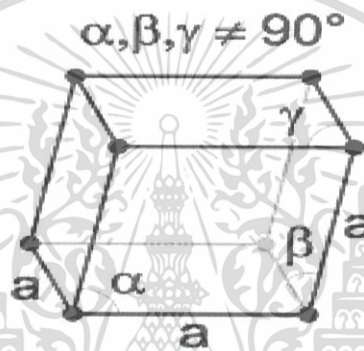
4. เฮกซะโกนอล (Hexagonal) จะมีแกนในแนวระนาบ (plane) ทำมุมภายในเท่ากับ  $120^\circ$  และจะมีแกนหนึ่งที่ทำมุม  $90^\circ$  กับแนวระนาบ (plane) และแกนเฉพาะในแนวระนาบจะมีขนาดเท่ากัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.34 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล

5. โอห์บอฮีตรอล (Rhombohedral) หรือ ไตรโกนอล (Trigonal) แกนทั้งหมดแกนจะมีความยาวเท่ากัน ทำมุมเท่ากัน แต่มุมที่กระทำต่อกันจะไม่เป็นมุมฉาก



รูปที่ 2.35 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบโอห์บอฮีตรอล

6. โมโนคลินิก (Monoclinic) แกนทั้งหมดจะยาวไม่เท่ากัน ซึ่งจะมีแกนสองแกนที่ทำมุมตั้งฉากกัน แต่ที่มุมที่เหลือจะไม่ตั้งฉากกัน

simple monoclinic

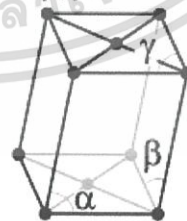
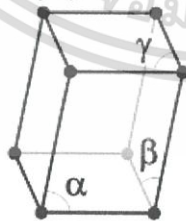
centered monoclinic

$$\alpha \neq 90^\circ$$

$$\beta, \gamma = 90^\circ$$

$$\alpha \neq 90^\circ$$

$$\beta, \gamma = 90^\circ$$

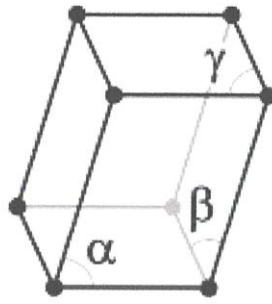


รูปที่ 2.36 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก

7. ไตรคลินิก (Triclinic) แกนทั้งหมดจะยาวไม่เท่ากัน ทำมุมไม่เท่ากันและไม่ตั้งฉากกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$$



รูปที่ 2.37 ภาพแสดงโครงสร้างผลึกแบบไตรโนคลิก

#### 2.4.2.4 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบน

##### 1 สมมติฐานของเลออี

เมื่อรังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดี่ยวตกกระทบอะตอม สนามไฟฟ้าของรังสีเอ็กซ์จะทำให้อิเล็กตรอนในอะตอมสั่นด้วยความถี่เท่ากับความถี่ของรังสีเอ็กซ์ อิเล็กตรอนที่เกิดการสั่นจึงมีความเร่งและปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่เท่ากับรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบในทุกทิศทาง เรียกว่า การกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ (Scattered X-ray) ซึ่งในการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นี้ เลออีได้ตั้งสมมติฐานเพื่ออธิบายปรากฏการณ์นี้ไว้ว่า

- เมื่อมีรังสีเอ็กซ์ตกกระทบอะตอมในผลึก อิเล็กตรอนในแต่ละอะตอมจะปล่อยรังสีเอ็กซ์กระเจิงออกมาในทุกทิศทาง
- รังสีเอ็กซ์กระเจิงส่วนใหญ่จะมีเฟสที่ต่างกัน และหักล้างกันไป
- ในบางทิศทางเท่านั้นที่อาจเกิดรังสีเอ็กซ์กระเจิงแบบเฟสเดียวกัน
- แนวรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบกับรังสีเลี้ยวเบนไม่จำเป็นต้องอยู่บนระนาบเดียวกัน

##### 2 กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) [1]

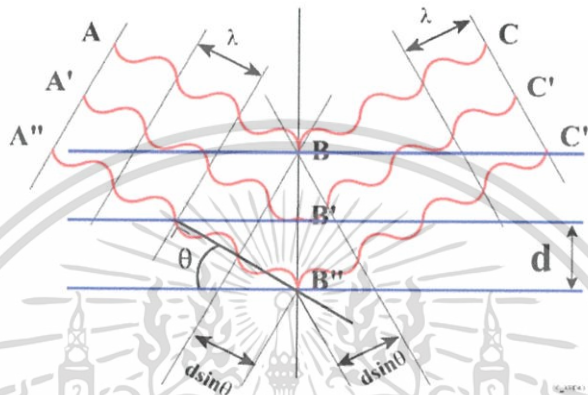
W.L. Bragg ได้วิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในเชิงเรขาคณิต และสามารถวิเคราะห์เงื่อนไขสำคัญของกระบวนการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากผลึกได้ เรียกว่า กฎของแบรกก์ และได้ศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer สามารถวิเคราะห์ผลึกทั้งหมดพบว่า สามารถหาโครงสร้างผลึกของผลึกได้

ในการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แบรกก์พิจารณาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากระนาบของอะตอมที่ขนานกัน เหมือนกับการสะท้อนแสง ดังนี้

- ลำรังสีตกกระทบ ลำรังสีเลี้ยวเบน (รังสีสะท้อน) และเส้นปกติจะอยู่บนระนาบเดียวกัน ซึ่งจะต่างจากการพิจารณาของเลออี
- มุมที่ลำรังสีเลี้ยวเบน (รังสีสะท้อน) ทำกับระนาบของอะตอม จะทำมุมตกกระทบกับระนาบของอะตอม ซึ่งภายใต้เงื่อนไขบางอย่างนั้น จะมีรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนในทิศทางที่ทำมุมกับระนาบเท่ากับมุมตกกระทบ เมื่อพิจารณาภาพตัดขวางของผลึกที่ถูกขยายให้เห็นการเรียงตัวของอะตอมบนชุดระนาบ (hkl) ซึ่งมีระยะระหว่างระนาบเป็น  $d_{hkl}$  ซึ่งระนาบ (hkl) นั้นจะประกอบไปด้วยระนาบจำนวนมาก ซึ่งแต่ละระนาบเหล่านี้ด้วย A, B, C, ... ซึ่งแต่ละระนาบนั้นจะขนานกัน และมีระยะห่างเป็น

ระยะ  $d_{hkl}$  เท่ากัน และกำหนดให้รังสีเอ็กซ์ขนานมีความยาวคลื่นเท่ากับ  $\lambda$  และมุมตกกระทบกับระนาบ (hkl) เท่ากับ  $\theta$

เนื่องจากในธรรมชาตินั้น รังสีเอ็กซ์จะสามารถทะลุทะลวงไปถึงอะตอมบนระนาบที่ลึกลงไป เป็นหลายร้อยชั้นจากผิวหน้าของผลึก อะตอมเหล่านี้จะทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางในการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ออกไปในทุกทิศทาง และสำหรับการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบนั้น เราจะพบว่ารังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนจากแนวรังสีตกกระทบจะเป็นรังสีที่ประกอบด้วยรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงจากอะตอมจำนวนมากแล้วมารวมกันแบบเสริม



รูปที่ 2.38 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยผลึก

จากรูปที่ 2.37 จะเห็นถึงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยผลึก เมื่อความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์และระยะระหว่างระนาบเข้ากับความยาวของแบริกส์ มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์จะเท่ากับ  $\theta$  การเลี้ยวเบนจะเกิดที่มุมการเลี้ยวเบนเท่ากับ  $2\theta$  และจากรูปที่ 2.37 สามารถวิเคราะห์ได้ว่า

- Path difference ของรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงจากอะตอมบนระนาบเดียวกันจะเท่ากับ 0 ดังนั้น รังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงจากอะตอมบนระนาบเดียวกันจะมีเฟสตรงกัน และสามารถรวมกันแบบเสริม กลายเป็นส่วนหนึ่งของลำรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบน
- Path difference ของรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงจากอะตอมบนระนาบที่อยู่ติดกัน จะมีขนาดเท่ากับ

$$\text{Path difference} = KL + LJ = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2.10)$$

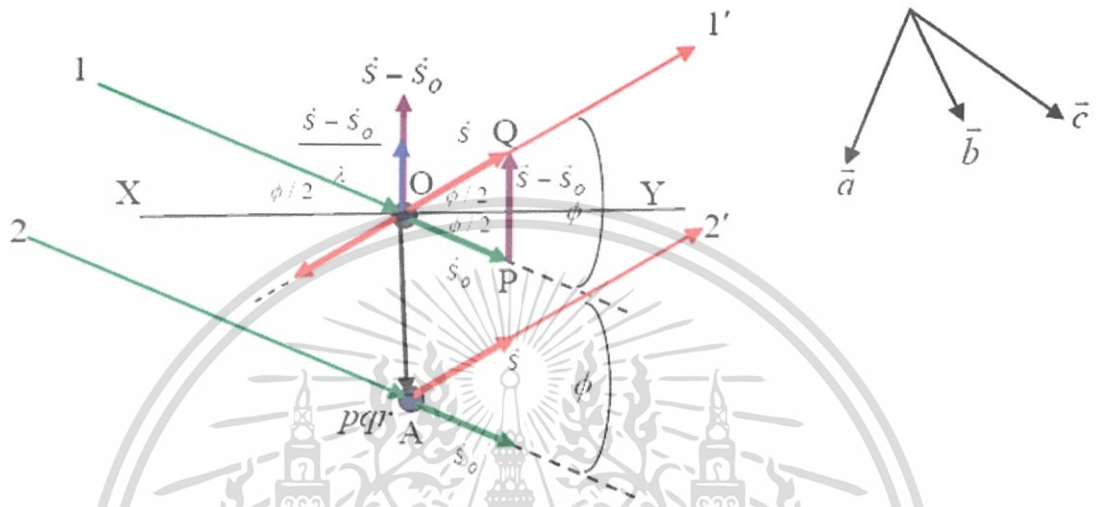
ซึ่งรังสีกระเจิงจากทั้งสองระนาบนี้จะมีเฟสตรงกัน จนเกิดการรวมตัวกันแบบเสริมก็ต่อเมื่อ Path-difference มีขนาดเป็นจำนวนเต็มเท่าของความยาวคลื่น  $\lambda$  ซึ่งจะได้

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.11)$$

เมื่อ  $n = 1, 2, 3, \dots$

ซึ่งสมการดังกล่าวนี้เรียกว่า กฎของแบริกส์ สามารถสรุปได้ว่า เมื่อรังสีเอ็กซ์ขนาน ความยาวคลื่น  $\lambda$  ตกกระทบระนาบ (hkl) ด้วยมุมตกกระทบ  $\theta$  หรือเรียกกันว่า มุมแบริกส์ (Bragg's equation) เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

angle) เราจะพบรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนที่มุม  $2\theta$  (สามารถวัดความเข้มรังสีเอ็กซ์ในทิศทางนี้ได้สูงมากเมื่อเทียบกับทิศทางอื่น) ก็ต่อเมื่อมุมตกกระทบ  $\theta$  ความยาวคลื่น  $\lambda$  และระยะห่างระหว่างระนาบ  $d_{hkl}$  เป็นไปตามเงื่อนไขในสมการของแบรกก์ โดยที่  $n=1,2,3,\dots$  เป็นลำดับของการเลี้ยวเบน ถ้า  $d_{hkl}$  และ  $\lambda$  มีค่าคงที่ การเลี้ยวเบนจะเกิดขึ้นเมื่อมุมตกกระทบเท่ากับ  $\theta_1, \theta_2, \theta_3 \dots$  นั้นสอดคล้องกับ  $n=1,2,3,\dots$  ตามลำดับ



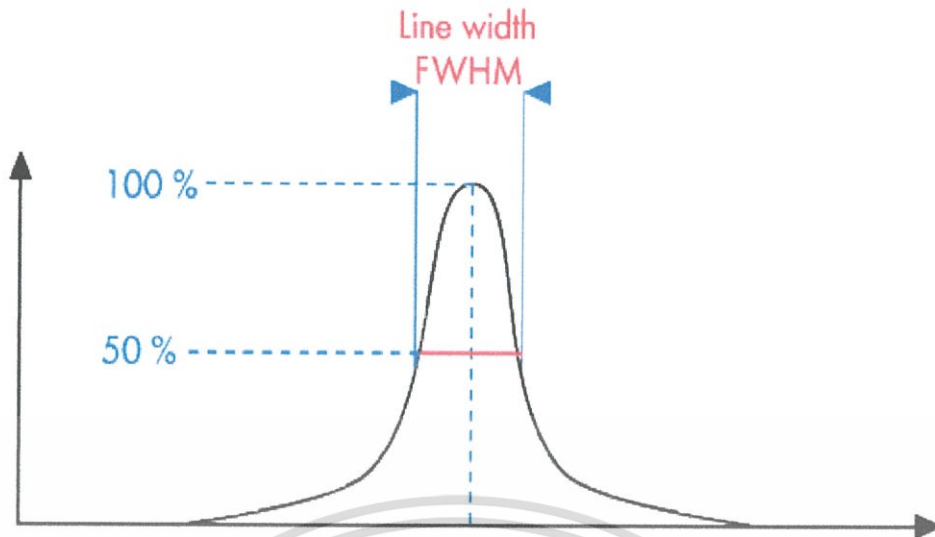
รูปที่ 2.39 ภาพแสดงเงื่อนไขการเลี้ยวเบนและกฎของแบรกก์

#### 2.4.2.5 การวัดขนาดอนุภาค (Grain size)

ในการวัดเพื่อหาขนาดของอนุภาคหรือ Grain size สามารถทำได้โดยการใช้สมการเชอร์เรอร์ (scherrer equation) ดังนี้

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.12)$$

เมื่อกำหนดให้  $t$  คือ ขนาดของอนุภาค  $\lambda$  คือความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ซึ่งโดยทั่วไปจะมีค่าเท่ากับ 0.154 นาโนเมตร  $\beta$  คือ ความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของกราฟ หรือ Full width at half maximum (FWHM) และ  $\theta$  คือ มุมแบรกก์ (Bragg's angle)



รูปที่ 2.40 ภาพแสดงการหาค่า Full width at half maximum

ในการคำนวณด้วยวิธีใช้สมการเซอร์เรอร์นั้น เป็นวิธีคำนวณที่ไม่มีการนำความเครียดของฟิล์มตัวอย่างมารวมด้วย ใช้เพียงแค่ขนาดอนุภาคเพียงอย่างเดียว เนื่องจากสมการเซอร์เรอร์นั้นเป็นสมการที่ให้ค่าจากการวัดที่ใกล้เคียงกับอนุภาคจริง แต่จะใช้เมื่ออนุภาคมีขนาดไม่เกิน 100-200 นาโนเมตร และการคำนวณจะไม่รวมองค์ประกอบอื่นที่ส่งผลต่อขนาดความกว้างของกราฟ

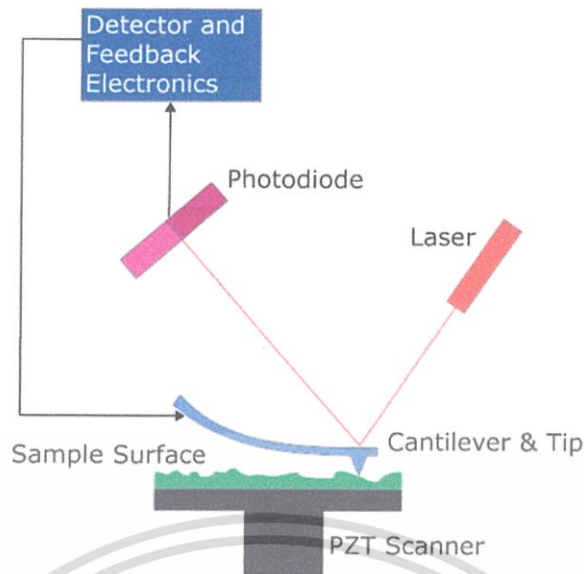
### 2.4.3 ศึกษาโครงสร้างอะตอมด้วยกล้องจุลทรรศน์

#### 2.4.3.1 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy ; AFM) [11]

##### 1. หลักการของเทคนิค Atomic Force Microscopy

AFM เป็นเทคนิคประเภทหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy ซึ่งเป็นเทคนิคที่สามารถใช้ในการวัดพื้นผิวของวัสดุประเภทต่างๆ โดยมีหลักการพื้นฐาน คือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็ก (Probe Tip) เคลื่อนที่แสกนไปทั่วบริเวณต่างๆ ของผิววัสดุ โดยการควบของตัว Piezoelectric Scanner ซึ่งสภาพผิวของวัสดุที่ต่างกันออกไปนั้นจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันออกไปตามสภาพผิวนั้นๆ โดยที่ตัวคานที่มีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอเกิดขึ้น เกิดแรงกระทำระหว่างอะตอม ซึ่งอาจจะเป็นแรงดูดหรือแรงผลักก็ได้ ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มปลายแหลมและพื้นผิวตรงจุดนั้น ซึ่งการโค้งงอของคานนั้น สามารถวัดการโค้งงอได้จาก Photodetector จึงทำให้ได้ภาพที่ออกมาสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.41 องค์ประกอบหลักของเครื่อง Atomic Force Microscopy

### 2.4.3.2 รูปแบบในการศึกษา

ในการศึกษาด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมนั้น จะสามารถศึกษาได้หลายรูปแบบ 1 Contact Mode เป็นการศึกษารูปร่างของชิ้นงานโดยการขยับให้เข็มโกลไปบนผิวงาน ซึ่งจะทำให้มีแรงผลึกเกิดขึ้น เนื่องจากเข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมากแค่ประมาณ 1-2 อังสตรอม จะทำให้คานมีการโค้งงอ และผลจะมีขนาดที่เปลี่ยนแปลงสอดคล้องกับรูปร่างของผิวงาน แต่วิธีนี้จะมีข้อเสียคือ ในการที่จะลากเข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไกลไปยังส่วนต่างๆของผิวงานนั้น อาจทำให้เกิดตำหนิ หรือพื้นผิววัสดุเปลี่ยนไปจากเดิม และเกิดความเสียหายบนพื้นผิวงานได้



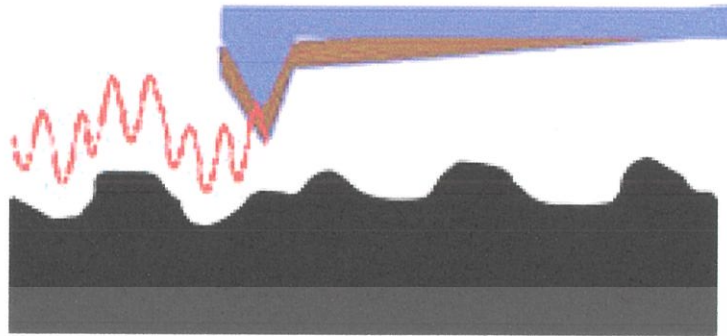
รูปที่ 2.42 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ Contact mode

### 2 Non-Contact mode

ในรูปแบบนี้จะเป็นการวัดแบบไม่สัมผัสพื้นผิว โดยพัฒนามาจากการวัดแบบ Contact mode โดยที่ระยะห่างของเข็มกับพื้นผิววัสดุจะห่างกันประมาณ 10-100 อังสตรอม จึงทำให้ไม่มีปัญหาเรื่องความเสียหายที่อาจเกิดขึ้นกับชิ้นงาน และแรงที่กระทำระหว่างตัวคานกับผิวชิ้นงานจะเป็นแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนไปตามพื้นผิวของชิ้นงาน อย่างไรก็ตาม ในการวัดรูปแบบนี้จะมีข้อจำกัดในเรื่องของความละเอียดของภาพที่เกิดขึ้น ดังนั้น สัญญาณการเปลี่ยนแปลงจึงอาจไวต่อสิ่งแปลกปลอมที่อยู่บนผิวงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## Non-contact mode

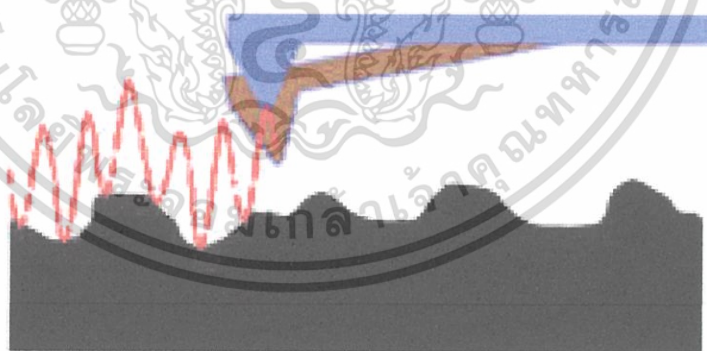


รูปที่ 2.43 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ Non-Contact mode

### 3. Tapping Mode

เป็นรูปแบบการวัดที่เอาเทคนิค Contact mode กับ Non-Contact mode รวมกัน ทำให้การวัดด้วยเทคนิคนี้จะยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มฉีวงงานในระยะที่ใกล้กันมาก เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจนขึ้น ในขณะที่เดียวกัน ก็ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มฉีวงงานให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อมๆกับการเคลื่อนที่สแกนไปยังพื้นผิวบริเวณต่างๆบนผิวงาน จึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไกลเข็มไปบนผิวงานและเกิดความเสียหายต่อผิวงานได้

## Intermittent (tapping) mode



รูปที่ 2.44 ภาพแสดงลักษณะการวัดในรูปแบบ Tapping mode

#### 2.4.4 การกัดกร่อน (Corrosion) [10]

การกัดกร่อน (Corrosion) คือ ปฏิกิริยาระหว่างวัสดุโลหะกับสิ่งแวดล้อมซึ่งนำไปสู่การเสื่อมสภาพของวัสดุนั้น และยังผลให้ความสามารถในการทำหน้าที่ของวัสดุดังกล่าวเสียไป โดยส่วนใหญ่ปฏิกิริยาดังกล่าวจะเป็นปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า แต่ทั้งนี้สามารถเป็นปฏิกิริยาเคมี หรือปฏิกิริยาทางกายภาพของโลหะได้เช่นกัน การกัดกร่อนสามารถจำแนกออกเป็นหมวดหมู่ได้หลายลักษณะโดยใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกณฑ์ต่าง ๆ กัน เช่น จำแนกตามกลไก ตามลักษณะทางกายภาพ หรือตามตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อการกัดกร่อน

### 1 การกัดกร่อนแบบสม่ำเสมอ (Uniform corrosion)

เกิดขึ้นทั่วทั้งผิวหน้าของวัสดุที่สัมผัสกับสิ่งแวดล้อมแบบสม่ำเสมอ สามารถประยุกต์ใช้กฎของฟาราเดย์ในการคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนในมิติต่างๆได้ เช่น มวลต่อพื้นที่ต่อเวลา ความลึกของการกัดกร่อนต่อเวลา

### 2.การกัดกร่อนในบริเวณจำเพาะ (Localized corrosion)

เกิดขึ้นเฉพาะในบริเวณใดบริเวณหนึ่ง ไม่เกิดขึ้นทั่วทั้งผิวหน้าของวัสดุ ในบางกรณีอาจจะไม่สามารถสังเกตเห็นการกัดกร่อนแบบนี้ได้ด้วยตาเปล่า ตัวอย่างเช่น

#### 2.1 การกัดกร่อนแบบกัลวานิก (Galvanic corrosion)

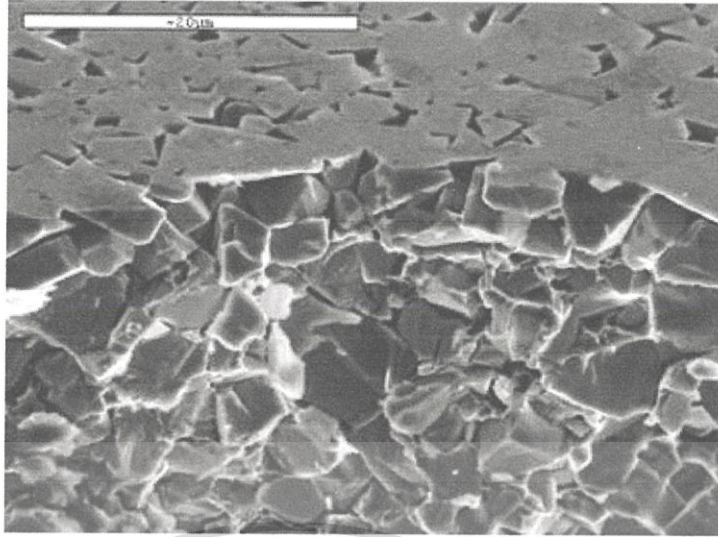
เกิดจากการสัมผัสหรือเชื่อมต่อกันทางไฟฟ้าของโลหะตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไปที่มีศักย์ไฟฟ้าต่างกันและอยู่ในสารละลายที่นำไฟฟ้าได้ โลหะที่มีค่าศักย์ไฟฟ้าต่ำกว่ามีแนวโน้มที่จะสูญเสียอิเล็กตรอนได้ง่ายกว่า และเกิดการกัดกร่อนกับโลหะนั้นอย่างรุนแรงที่บริเวณรอยต่อของการสัมผัส นอกจากนี้ในบางกรณี แม้ว่าจะมีโลหะเพียงชนิดเดียวแต่ถ้าปลายทั้งสองด้านของโลหะนั้นอยู่ในสภาวะที่มีความสามารถในการออกซิไดซ์ต่างกัน ก็สามารถเอื้อให้เกิดการกัดกร่อนแบบกัลวานิกได้



รูปที่ 2.45 ตัวอย่างการกัดกร่อนแบบกัลวานิก

#### 2.2 การสูญเสียส่วนเจือ (Dealloying)

ตัวอย่างของการกัดกร่อนแบบนี้ที่เห็นได้ชัด คือ การสูญเสียสังกะสี (Zn) ของทองเหลือง ซึ่งนอกจากจะทำให้ทองเหลืองมีสีแดงเข้มมากขึ้นตามสัดส่วนเชิงมวลของทองแดงที่เพิ่มขึ้นแล้ว ทองเหลืองยังจะสูญเสียความแข็งแรงด้วย เนื่องจากโครงสร้างโดยรวมจะมีความพรุนมากขึ้น



รูปที่ 2.46 ภาพถ่าย SEM แสดงถึงการกัดกร่อนที่เกิดจากการสูญเสียโคบอลต์ของซีเมนต์ทองทั้งสแตนคาร์ไบด์

### 3 การกัดกร่อนแบบหลุม (Pitting corrosion)

มักจะเกิดกับโลหะที่มีความสามารถในการสร้างชั้นป้องกันได้ (Passivation) หลุมที่เกิดขึ้นมีได้หลายลักษณะ เช่น หลุมแบบปากกว้าง หลุมแบบรูเข็ม หลุมแบบปากแคบแต่ด้านในกลวง ในเหล็กกล้าไร้สนิมจะมีการประมาณค่าความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนแบบหลุม (PREN, pitting resistance equivalent number) เพื่อเป็นแนวทางในการเลือกใช้วัสดุได้ด้วย



รูปที่ 2.47 ภาพแสดงการกัดกร่อนแบบหลุม

### 4 การกัดกร่อนบริเวณซอก (Crevice corrosion)

จะเกิดขึ้นในบริเวณที่การถ่ายเทของเหลวทำได้ไม่ดีนัก ด้านในและด้านนอกของซอกจะส่งผลให้การแพร่ของสารเคมีบางชนิด เช่น ออกซิเจน ทำได้ยาก ซึ่งจะทำให้ด้านในและด้านนอกมีความสามารถในการออกซิไดซ์ที่ต่างกัน และนำไปสู่การกัดกร่อนเฉพาะบริเวณด้านในซอก นอกจากนี้ค่า pH ด้านในซอกอาจจะลดลงได้ถึง 1 หรือ 0 ในขณะที่ค่า pH ด้านนอกคงที่ที่ 7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.48 ภาพแสดงการกัดกร่อนบริเวณขอบกระป๋องบรรจุอาหาร

#### 5 การกัดกร่อนร่วมกับการกัดเซาะ (Erosion corrosion)

การกัดกร่อนของโลหะที่ผิวหน้าจะมีอัตราสูงขึ้น เมื่อมีของไหลไหลผ่านด้วยความเร็วสูงและเกิดกระแสการไหลแบบปั่นป่วน นอกจากนี้ถ้ามีอนุภาคของแข็งปะปนกับของไหล ก็จะทำให้อัตราการกัดกร่อนมีค่าสูงมากขึ้นอีก

#### 6 การกัดกร่อนจากการถูครูด (Fretting corrosion)

เกิดจากการสัมผัสกันของพื้นผิวโดยที่มีแรงกระทำ และมีการเคลื่อนที่ในสภาพแวดล้อมที่มีฤทธิ์กัดกร่อน ซึ่งจะทำให้เกิดการสึกหรอมากกว่าปกติ

#### 7 การกัดกร่อนบริเวณขอบเกรน (Intergranular corrosion)

ตัวอย่างคือ เมื่อคาร์บอนที่เจืออยู่ในเหล็กกล้าไร้สนิมสามารถแพร่เข้าจับกับโครเมียม (Cr) เกิดเป็นสารประกอบ เช่น  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  และตกตะกอนอยู่ที่ขอบเกรน บริเวณที่อยู่ถัดไปจากขอบเกรนจะมีปริมาณโครเมียมลดลงอย่างมาก ส่งผลให้ความต้านทานต่อการกัดกร่อนลดลงไปด้วย และเมื่อเหล็กกล้าไร้สนิมสัมผัสกับสารกัดกร่อน บริเวณข้างขอบเกรนจึงถูกกัดกร่อนเป็นอันดับแรกอย่างจำเพาะเจาะจง



รูปที่ 2.49 ตัวอย่างการกัดกร่อนแบบขอบเกรน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 8 การแตกร้าวจากการกัดกร่อนและความเค้น (Stress corrosion cracking)

ต้องอาศัยองค์ประกอบ 3 ส่วนที่พอดีกัน คือ แรงเค้น วัสดุที่อ่อนไหว และสิ่งแวดล้อมที่มีฤทธิ์กัดกร่อน ถ้าองค์ประกอบใดองค์ประกอบหนึ่งขาดหายไป หรือมีขนาดไม่เพียงพอ จะไม่เกิดการแตกร้าวจากแรงเค้นและการกัดกร่อน



รูปที่ 2.50 ตัวอย่างการแตกร้าวจากการกัดกร่อนและความเค้น

## 9 การล้าจากการกัดกร่อน (Corrosion fatigue)

วัสดุที่ได้รับแรงกระทำแบบวนรอบ สามารถใช้งานได้เป็นระยะเวลาที่ยาวนานที่สภาพแวดล้อมที่เฉื่อย แต่เมื่อนำวัสดุดังกล่าวมารับแรงกระทำแบบวนรอบเช่นเดิม โดยอยู่ในสภาพแวดล้อมที่มีฤทธิ์กัดกร่อน อายุการใช้งานของวัสดุดังกล่าวจะสั้นลงอย่างเห็นได้ชัด

## 10 การเปราะตัวจากไฮโดรเจน (Hydrogen embrittlement)

เกิดจากอะตอมไฮโดรเจนที่แพร่เข้าไปในเนื้อโลหะซึ่งจะลดความเหนียว และความแข็งแรงของโลหะลง นอกจากนี้เมื่อมีการรวมตัวกันของอะตอมไฮโดรเจนภายในเนื้อโลหะ จะเกิดก๊าซไฮโดรเจนที่มีแรงดันสูงซึ่งสามารถสร้างรอยแตกหรือรอยระเบิดออกได้ในที่สุด

นอกจากนี้ยังสามารถจำแนกประเภทของการกัดกร่อนตามสภาพการใช้งานของวัสดุได้อีก เช่น การกัดกร่อนในบรรยากาศ (Atmospheric corrosion) การกัดกร่อนของวัสดุทางการแพทย์ที่ใช้ฝังในร่างกาย (Corrosion of implant materials) การกัดกร่อนในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม และปิโตรเคมี (Corrosion in petroleum and petrochemical industry)

### 2.4.5 การทดสอบทางไฟฟ้าเคมี [4][15]

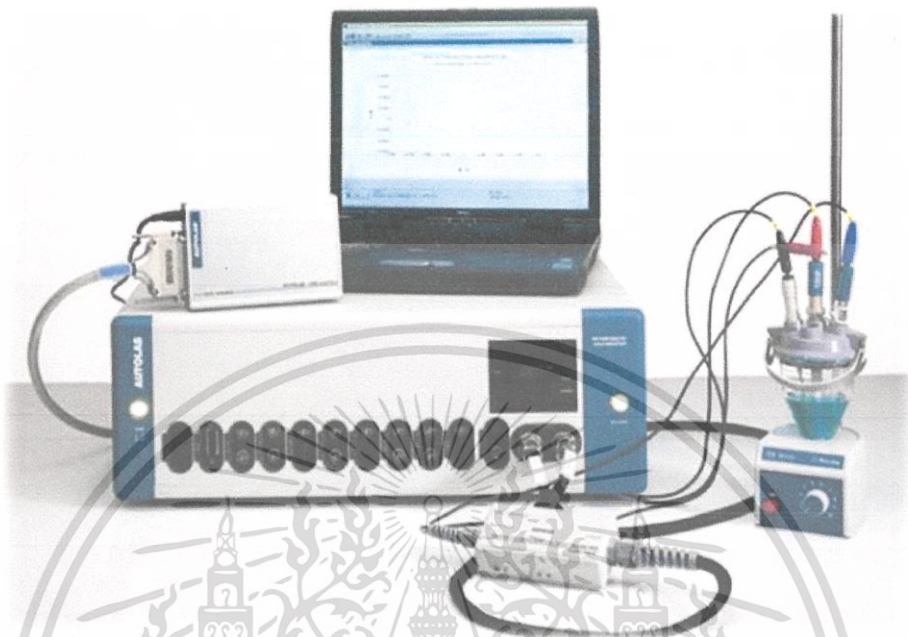
หลักการการทำงานของเครื่องโพเทนชิโอสแตทกัลวานอสแตท (Potentiostat Galvanostat)

โดยวัดค่าแรงขับเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive force, emf) หรือค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมี โดยต่อเข้ากับแหล่งจ่ายศักย์ไฟฟ้า คือ เครื่อง Potentiostat Galvanostat โดยขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่มี 3 ส่วนดังนี้

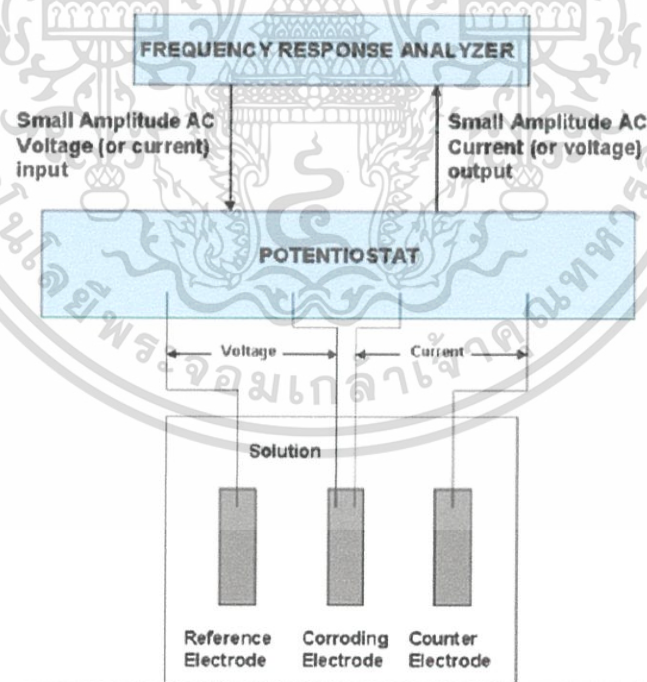
1. Reference electrode เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ Working electrode จะได้ศักย์ไฟฟ้าของโลหะนั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. Counter electrode เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ Working electrode จะได้กระแสไฟฟ้าของโลหะนั้น
3. Working electrode เป็นโลหะที่ต้องการทดสอบ



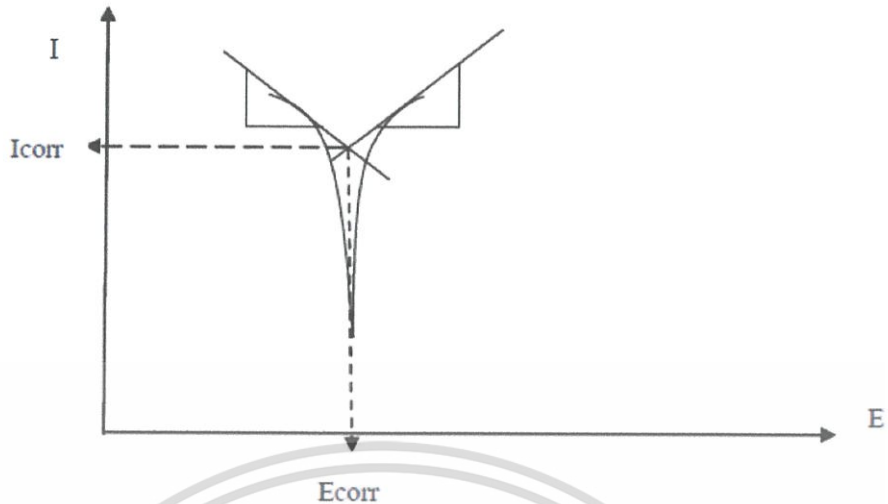
รูปที่ 2.51 เครื่องโพเทนชิโอสแตทกัลวานอสแตท (potentiostat galvanostat)



รูปที่ 2.52 แสดงหลักการของเครื่องโพเทนชิโอสแตท

ค่าที่วัดได้จากเครื่องโพเทนชิโอสแตท คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density ในหน่วยแอมป์) และศักย์ไฟฟ้า (ในช่วงที่สนใจทดสอบมีหน่วยเป็นโวลต์) เมื่อนาค่าทั้งสอง มาพล็อตกราฟแสดงความสัมพันธ์จะได้ Polarization curve ดังแสดงในรูปที่ 2.53

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.53 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้า กับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี

ค่ากระแสการกัดกร่อน ( $I_{corr}$ ) และศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน ( $E_{corr}$ ) ศักย์ไฟฟ้าในการกัดกร่อนจะเป็นตัวบอกความยากง่ายในการเกิดการกัดกร่อนของชิ้นงาน ส่วนกระแสการกัดกร่อนจะเป็นตัวบอกอัตราการกัดกร่อนของชิ้นงาน

#### 2.4.6 ทฤษฎี Drude-Lorentz [16]

ในปี 1900 Paul Drude ได้นำเสนอทฤษฎีที่อธิบายเกี่ยวกับคุณสมบัติการส่งผ่านอิเล็กตรอนในวัสดุประเภทโลหะ โดยที่นำทฤษฎีของพลังงานจลน์มาอธิบายถึงพฤติกรรมของอิเล็กตรอนในวัสดุ เนื่องจาก อิเล็กตรอนนั้นมีการเคลื่อนที่ชนกับไอออนแบบไม่หยุดอยู่กับที่ จึงทำให้สมการของ Drude เป็นดังนี้

$$\frac{d}{dt} p(t) = q(E + \frac{pxB}{m}) - \frac{p(t)}{\tau} \quad (2.13)$$

และความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของกระแส ( $J$ ) และ สนามไฟฟ้า ( $E$ ) แบบเส้นตรง จะได้

$$J = \left(\frac{nq^2\tau}{m}\right)E \quad (2.14)$$

เมื่อกำหนดให้  $t$  คือเวลา และ  $p, q, n, m$  และ  $\tau$  คือ โมเมนตัมของอิเล็กตรอน , ประจุ , ความเข้ม , มวล และ Mean free time ระหว่างการชนกันของไอออน ซึ่งในการอธิบายความสัมพันธ์ทั้งหมดของแม่เหล็กไฟฟ้านั้น จะสามารถอธิบายได้โดยใช้กฎของโอห์ม (Ohm's laws) และในปี 1905 Hendrik Antoon Lorentz ได้นำทฤษฎีควอนตัมมาประยุกต์ใช้กับสมการของ Drude จึงทำให้สามารถอธิบายพฤติกรรมของอิเล็กตรอนได้มากยิ่งขึ้น จึงทำให้รู้จักกันในชื่อของ Drude-Lorentz Model ซึ่งในสมการนี้จะสามารถแสดงถึง

##### 1. ความแตกต่างระหว่างโลหะกับฉนวน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การส่งผ่านอิเล็กตรอนในโลหะ

3. การนำความร้อนของโลหะ

และในการอธิบายพฤติกรรมของอิเล็กตรอนจะสามารถอธิบายได้ด้วยสมการแม็กเวลล์ โดยการนำทฤษฎีพลังงานจลน์ใช้ประยุกต์ใช้ในการอธิบาย ซึ่งสามารถพิสูจน์ได้ดังนี้

$$\begin{aligned}
 \nabla \cdot E &= 0 \quad ; \quad \nabla \cdot B = 0 \\
 \nabla \times E &= -\frac{\partial B}{\partial t} \quad ; \quad \nabla \times B = \mu_0 J + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial E}{\partial t} \\
 \nabla \times (\nabla \times E) &= -\frac{\partial}{\partial t} (\nabla \times B) \\
 &= -\frac{\partial}{\partial t} (\mu_0 J + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial E}{\partial t}) \\
 &= -\frac{\partial}{\partial t} (\mu_0 \sigma E + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial E}{\partial t})
 \end{aligned} \tag{2.15}$$

เมื่อ

$E$  = สนามไฟฟ้า

$B$  = สนามแม่เหล็ก

$J$  = ความหนาแน่นกระแส

$\mu_0$  = ค่าคงที่สนามแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic Constant)

$\epsilon_0$  = สภาพยอมของสุญญากาศ (Permittivity of free space)

จากสมการ  $E(t) = E(x)e^{-i\omega t}$  จะได้

$$\nabla^2 E + \frac{\omega^2}{c^2} \left(1 + \frac{i\sigma}{\omega\epsilon_0}\right) E = 0 \tag{2.16}$$

จากสมการที่ (2.15) สามารถเขียนเป็นสมการคลื่นได้ดังนี้

$$\nabla^2 E + \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon(\omega) E = 0 \tag{2.17}$$

เมื่อ  $\epsilon(\omega) = \left(1 + \frac{i\sigma}{\omega\epsilon_0}\right)$  = ความเป็นขั้วไฟฟ้าของโลหะ

กำหนดให้  $\omega\tau \gg 1$  จะได้

$$\begin{aligned}
 \epsilon(\omega) &= 1 + \frac{i\sigma}{\omega\epsilon_0} \\
 &= 1 + \frac{i}{\omega\epsilon_0} \left(\frac{i}{1 - i\omega\tau}\right) \\
 &\approx 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2}
 \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ

$$\omega_p = \sqrt{\frac{ne^2}{m^* \epsilon_0}} \quad (2.18)$$

- เมื่อ  $\omega_p$  = ความถี่พลาสมา  
 $n$  = ความหนาแน่นของอิเล็กตรอนในโลหะ  
 $e$  = ความจุไฟฟ้าของอิเล็กตรอน  
 $m^*$  = มวลประสิทธิผลของอิเล็กตรอน  
 $\epsilon_0$  = สภาพยอมของสุญญากาศ (Permittivity of free space)

ในสมการที่ (2.144) นี้ จะเรียกว่า สมการความถี่พลาสมา (Plasma frequency) และเมื่อนำสมการที่ (2.133) มาแสดงในรูปของสมการคลื่นในรูปของสมการ  $E(X) = E_0 \exp(ikx)$  จะได้

$$K^2 = \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon(\omega) \quad (2.19)$$

เมื่อ  $K$  = ค่าคงที่ของการแปรผันขึ้นอยู่กับชนิดของตัวกลาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงานวิจัย

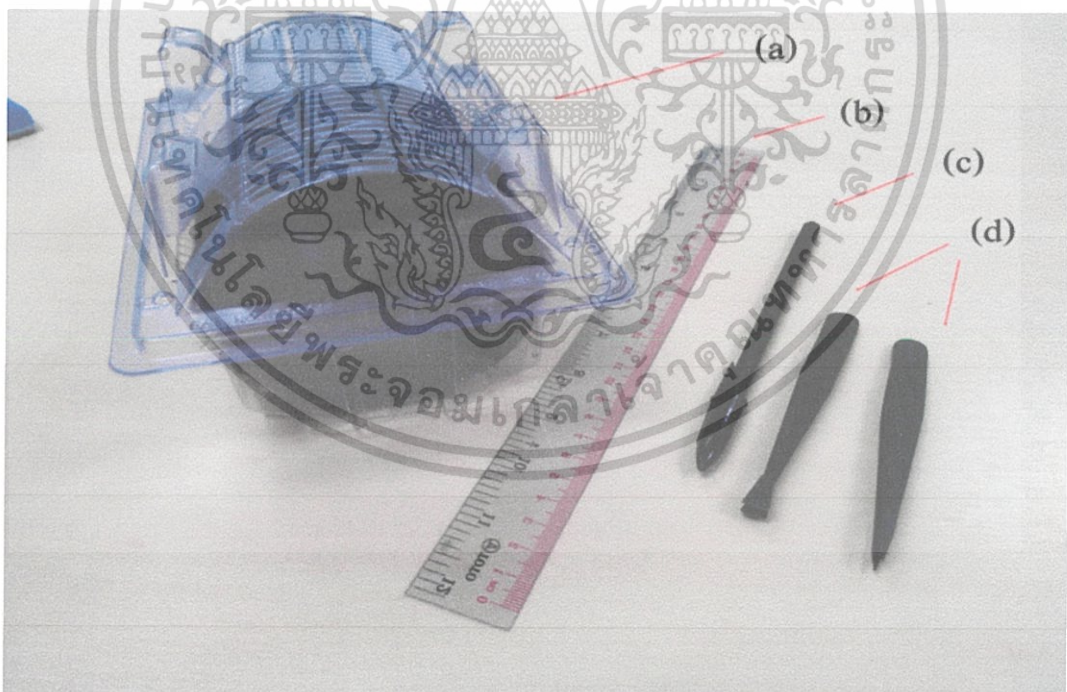
ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการเตรียมแผ่นซิลิกอนในการเตรียมฟิล์ม การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) และการเตรียมสารละลายเหงื่อเทียมเพื่อใช้ทดสอบการต้านทานการกัดกร่อนด้วยวิธีทางไฟฟ้าเคมี โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

#### 3.1 การเตรียมแผ่นซิลิกอนเพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับ

##### 3.1.1 ขั้นตอนการตัดแผ่นซิลิกอนเพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN)

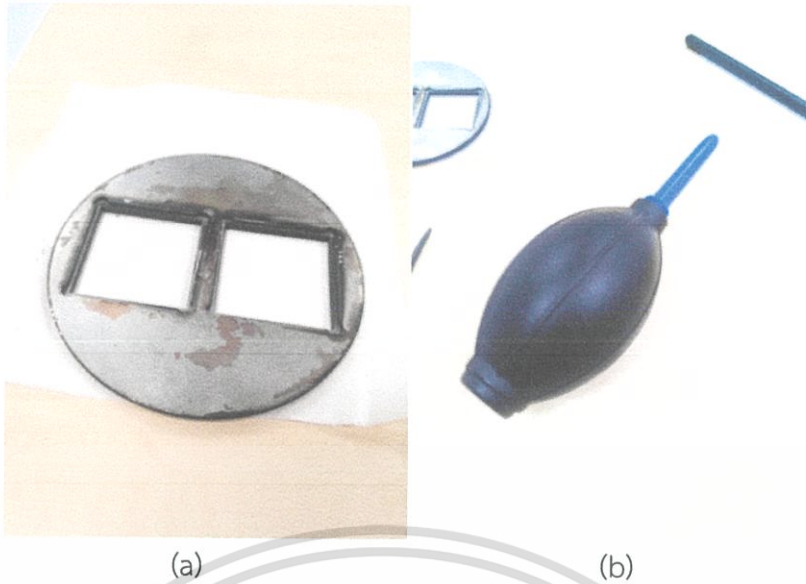
###### 1. อุปกรณ์

1. แผ่นซิลิกอน (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร) 2 แผ่น
2. ปากกาหัวเพชร
3. คีมคีบหัวพลาสติก
4. ไม้บรรทัด
5. ดิสก์สำหรับใส่ซิลิกอนในเครื่องสับเตอร์ริง
6. ที่เป่าลมยาง



รูปที่ 3.1 แสดงภาพแสดงอุปกรณ์ในการเตรียมแผ่นรองรับ (a) แผ่นซิลิกอน (b) ไม้บรรทัด (c) ปากกาหัวเพชร และ (d) คีมคีบหัวพลาสติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 แสดง (a) ดิสก์สำหรับใส่ซิลิกอนในเครื่องสปัตเตอริง และ (b) ที่เป่าลมยาง

## 2. ขั้นตอนการตัดซิลิกอน

1. สวมหน้ากากปิดปาก ถุงมือยาง และแว่นตา เพื่อป้องกันเศษจากแผ่นซิลิกอนไม่ให้กระเด็นเข้าตา และป้องกันไขมันและสิ่งสกปรกที่อาจล้างออกไม่หมดจากมือและลมหายใจโดนกับแผ่นซิลิกอน
2. ใช้คีมคีบแผ่นซิลิกอนวางลงบนกระดาษ A4 โดยให้ด้านเงายูบ่น จะสังเกตเห็นว่าแผ่นซิลิกอนจะมีหนึ่งด้านที่เป็นด้านตรง ให้วัดจากฝั่งด้านตรงเข้ามา 3 เซนติเมตรและใช้ปากกาหัวเพชรทำรอยตรงขอบไว้
3. ใช้คีมพลาสติกสองอันจับแผ่นซิลิกอนไว้ พยายามจับให้ชิดรอยที่ทำไว้มากที่สุด และระวังไม่ให้คีมเข้าไปลึกจนเกินไป ทำการบิดข้อมือเล็กน้อยจะทำให้ซิลิกอนหักออกจากกันได้



รูปที่ 3.3 แสดงวิธีการหักแผ่นซิลิกอนออกจากกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. วัดซิลิกอนจากริมสุดของซิลิกอนเข้ามา 3 เซนติเมตร ทำรอยบนซิลิกอนแล้วใช้คีมคีบหักซิลิกอนออกจากกัน



รูปที่ 3.4 แสดงขั้นตอนการวัดซิลิกอน

5. นำชิ้นส่วนที่ได้มาวัดกับดิสก์ว่าใช้ได้หรือไม่ ไซท์เป่าลมเป่าเศษซิลิกอนออก ถ้าใช้ได้ก็สามารถนำซิลิกอนแผ่นนั้นเก็บในกล่องเตรียมทำความสะอาด

6. ตัดซิลิกอนจนกว่าจะได้จำนวนที่ต้องการและทำการวัดกับดิสก์ทุกชิ้นก่อนนำเก็บ



รูปที่ 3.5 แผ่นซิลิกอนที่ได้จากการเตรียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.1.2 การทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน

#### 1. อุปกรณ์ที่ใช้

1. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide)
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid)
3. อะซีโตน (Acetone)
4. กรดไฮโดรฟลูออริก (Hydrofluoric acid)
5. เมทานอล (Methanol)
6. เครื่องอัลตราโซนิค (Ultrasonic)
7. บีกเกอร์และคีมคีบ



รูปที่ 3.6 แสดงสารเคมีที่ใช้ในการล้างแผ่นซิลิกอน (Si) (a) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $H_2O_2$ ) (b) กรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) (c) อะซีโตน ( $CH_3COCH_3$ ) (d) กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) และ (e) เมทานอล (Methanol)

#### 2. ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน

1. สวมหน้ากากปิดปาก ถุงมือยาง และแว่นตา เพื่อป้องกันกรดกระเด็นเข้าตา และสัมผัสกับ

ผิวหนัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. นำไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมกับกรดซัลฟิวริก ในอัตราส่วน 1:3 โดยที่เทกรดซัลฟิวริกลงในบีกเกอร์ก่อน 3 ส่วน แล้วค่อย ๆ เทไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จนกระทั่งได้อัตราส่วนเท่ากับ 1 ส่วน (ในขั้นตอนนี้ให้ระวังกรดกระเด็นเข้าตา เนื่องจากเมื่อกรดซัลฟิวริกผสมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แล้วจะทำปฏิกิริยากันทำให้เกิดฟองฟูและเกิดความร้อน)



รูปที่ 3.7 ภาพแสดงการผสมกรดระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดซัลฟิวริก

3. นำแผ่นซิลิกอนแช่ลงในกรดที่เตรียมไว้ เพื่อขจัดออกไซด์ที่หลงเหลืออยู่บนแผ่นซิลิกอน โดยใช้ปากคิบบพลาสติกคิบบแผ่นซิลิกอนลงในบีกเกอร์ โดยให้ด้านหน้าของแผ่นซิลิกอนหงายขึ้น หากมีหลายแผ่นให้วางโดยที่ไม่ให้หน้าซิลิกอนทับกัน จับเวลา 10 นาที

4. นำอะซิโตนใสในบีกเกอร์อีกอันในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และนำบีกเกอร์อะซิโตนใส่ลงในเครื่องอัลตราโซนิกเตรียมไว้

5. เมื่อครบ 10 นาทีแล้ว ให้ใช้ปากคิบบเหล็กคิบบแผ่นซิลิกอนในบีกเกอร์แรกขึ้นมาทำความสะอาดด้วยน้ำ DI และนำไปแช่ลงในบีกเกอร์อะซิโตน เปิดเครื่องอัลตราโซนิก และจับเวลา 10 นาที

6. นำบีกเกอร์เมทานอลใส่ลงในเครื่องอัลตราโซนิก จับเวลา 10 นาที

7. เมื่อครบ 10 นาที นำแผ่นซิลิกอนล้างด้วยน้ำ DI และเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน

8. นำกรดไฮโดรฟลูออริกเทเตรียมลงในถ้วยพลาสติกผสมกับน้ำ DI ในอัตราส่วน 10:1 นำซิลิกอนออกมาแกว่งในกรดไฮโดรฟลูออริก เพื่อล้างสารเคลือบผิวหน้าซิลิกอนที่หลงเหลือบนแผ่นซิลิกอน เมื่อเสร็จแล้วให้ทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนด้วยน้ำ DI และเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน

9. นำแผ่นซิลิกอนที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วเก็บลงในกล่องที่เช็ดด้วยเมทานอล และนำกล่องเก็บแผ่นซิลิกอนเก็บในตู้เก็บความชื้น



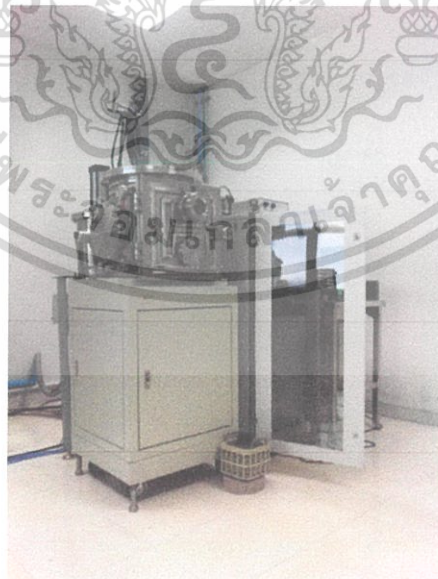
รูปที่ 3.8 ภาพแสดงเครื่องอัลตราโซนิกขณะที่กำลังทำความสะอาดแผ่นซิลิกอนด้วยกรดอะซิติก

### 3.2 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีอีวีเอทีพีแมกนีตรอนสปีดเตอริง

#### 3.2.1 ส่วนประกอบของเครื่องอีวีเอทีพีแมกนีตรอนสปีดเตอริง

ในส่วนของเครื่องอีวีเอทีพีแมกนีตรอนสปีดเตอริงที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์นั้นมีส่วนประกอบของเครื่องดังต่อไปนี้

1. ถึงจุดลดความร้อน ภายในจะมีถังน้ำมันเบนซินลด เมื่อป้อนความร้อนให้จุดลดจะทำให้ น้ำมันร้อนและระเหยเป็นไอ ซึ่งไอน้ำมันนี้จะทำหน้าที่จับโมเลกุลอากาศภายในห้องเคลือบออกเพื่อสร้างสภาวะสุญญากาศ



รูปที่ 3.9 ภาพแสดงเครื่องอีวีเอทีพีแมกนีตรอนสปีดเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.10 ภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่องตีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง (a) ถังขจัดลดความร้อน (b) เครื่องทำความเย็น และ (c) ห้องเคลือบสุญญากาศ

2. เครื่องทำความเย็น ทำหน้าที่ควบคู่กับขจัดลดความร้อนที่เป่าสารเคลือบไม่ให้มีความร้อนมากเกินไป

3. ห้องเคลือบสุญญากาศ ภายในห้องเคลือบสุญญากาศจะประกอบไปด้วย

- ชัตเตอร์ ทำหน้าที่ปิดไอออนจากเป้าเพื่อไม่ให้ไอออนของไทเทเนียมตกลงแผ่นรองรับ
- เป่าสารเคลือบ เป็นที่ติดตั้งเป้าไทเทเนียมและแม่เหล็ก
- จานวางแผ่นรองรับ
- หลอดไฟ ทำหน้าที่เพิ่มอุณหภูมิให้กับแผ่นรองรับ

4. ปั๊มดูดอากาศ (Rotary pump) ทำหน้าที่ดูดอากาศภายในห้องเคลือบให้เป็นสภาวะแบบสุญญากาศ

5. Ar และ N

6. กล้องควบคุมความดันแก๊ส ทำหน้าที่ควบคุมระดับความดันแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนที่ป้อนให้กับห้องเคลือบสุญญากาศ

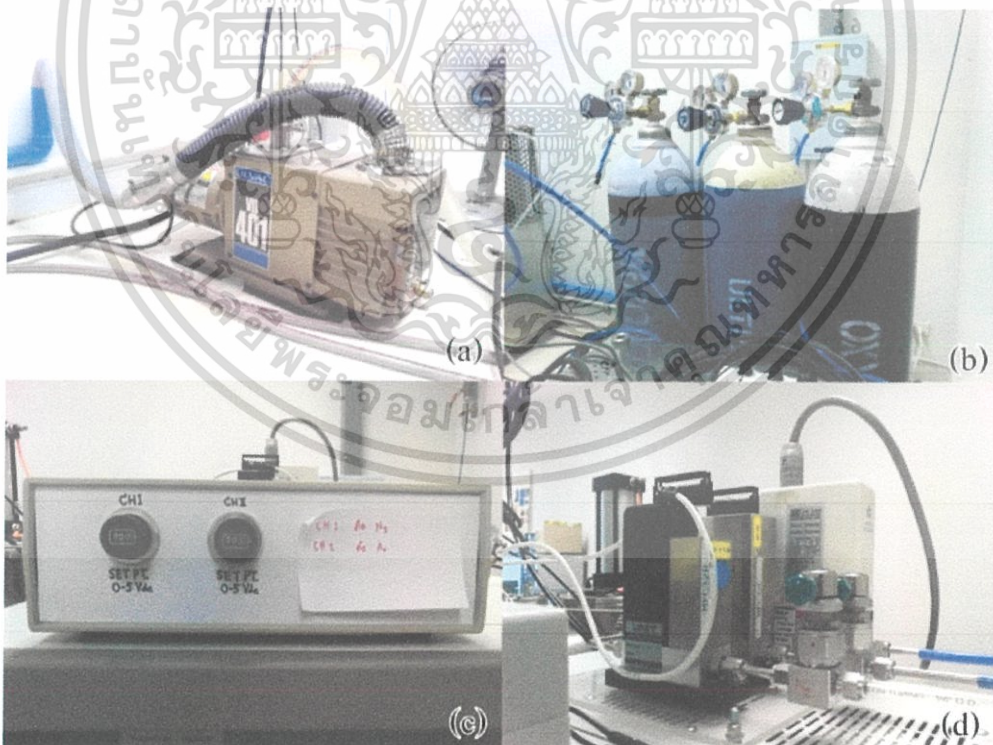
7. ท่อจ่ายแก๊สเข้าห้องเคลือบสุญญากาศ

8. แหล่งจ่ายไฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 ภาพแสดงส่วนประกอบภายในของห้องเคลือบสุญญากาศ (a) ชัตเตอร์ (b) เป่าสารเคลือบ (c) จานวางแผ่นรองรับ และ (d) หลอดไฟ

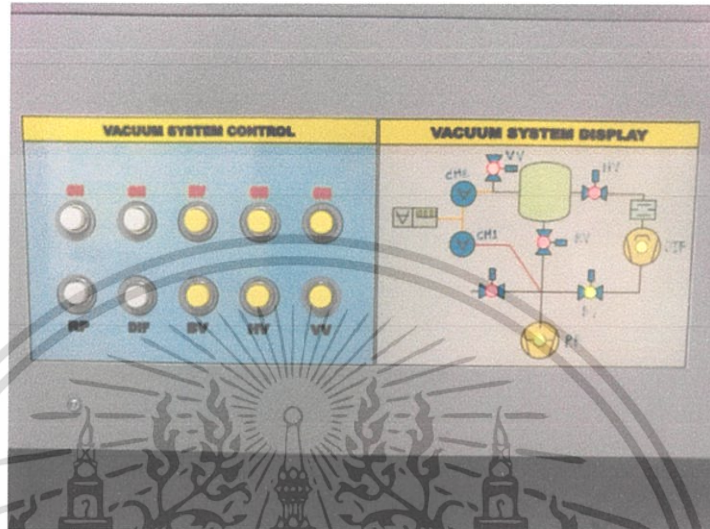


รูปที่ 3.12 ภาพแสดงส่วนประกอบภายในของห้องเคลือบสุญญากาศ (a) บั้มดูดอากาศ (b) แก๊สที่ใช้ในการเคลือบ (c) กล้องควบคุมความดันแก๊ส และ (d) ท่อจ่ายแก๊สเข้าห้องเคลือบสุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2.2 ขั้นตอนในการเตรียมห้องเคลือบสุญญากาศสำหรับการสปีดเตอริง

1. ทำการเปิดเครื่อง และเปิดปั๊มดูดอากาศภายในห้องควบคุม
2. ก่อนทำการเคลือบฟิล์มตัวอย่างต้องทำการเตรียมห้องเคลือบสุญญากาศ และทำความสะอาดให้เรียบร้อย เริ่มด้วยการทำการกดปุ่ม ON เหนือปั๊ม RP ที่แผงควบคุม โดยจะสังเกตเห็นว่าที่แผงวงจรด้านข้างนั้น ที่ไฟ RP และ BV จะติดเป็นสีเขียว ขณะที่ไฟดวงอื่นเป็นสีแดง



รูปที่ 3.13 ภาพแสดงแผงควบคุมความดันภายในห้องเคลือบ

3. ทำการหมุนตัวล๊อคประตูห้องเคลือบออกและกดปุ่ม ON เหนือ ปั๊ม WV จะสังเกตเห็นว่าไฟ WV เปลี่ยนเป็นสีเขียว จากนั้นรอนจนกระทั่งประตูของห้องเคลือบเปิดแล้วกดปิด WV
4. เมื่อประตูห้องเคลือบเปิดออกแล้ว ให้ทำการถอดจานรองแผ่นรองรับ เสาดัดจาน ที่ครอบเป้า และวงแหวนล๊อคเป้าออกมาทำความสะอาดด้วยการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ละเอียด และเช็ดทำความสะอาดด้วยเมทานอล



รูปที่ 3.14 แสดงอุปกรณ์ภายในห้องเคลือบที่นำออกมาทำความสะอาด (a) จานรองแผ่นรองรับ (b) ที่ครอบเป้า (c) เสาดัดจาน และ (d) วงแหวนล๊อคเป้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. ติดตั้งเป้าไทเทเนียมไนไตรด์ภายในห้องเคลือบ ประกอบวงแหวนล๊อคเป้าและที่ครอบเป้า เข้ากับตำแหน่งในห้องเคลือบ หมุนชุดเตอร์ปัดเป้าให้เรียบร้อย



รูปที่ 3.15 ภาพแสดงการติดตั้งเป้าไทเทเนียมภายในห้องเคลือบ

6. ติดตั้งแผ่นรองจานเข้ากับเสาและติดตั้งภายในห้องเคลือบ โดยที่ให้ระยะห่างระหว่างเป้าไทเทเนียมไนไตรด์ห่างจากจาน 3 เซนติเมตร

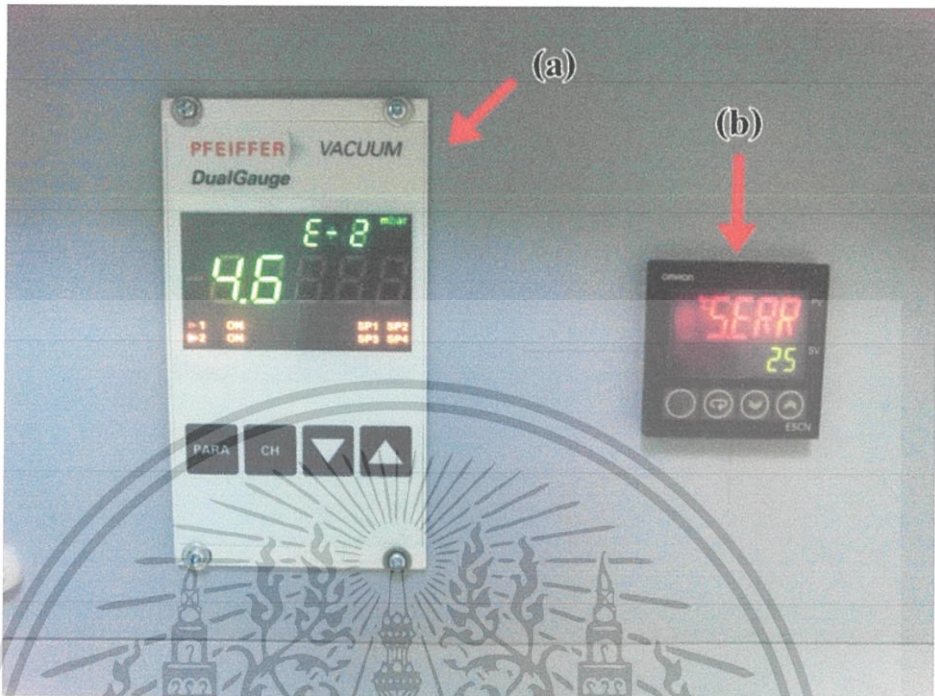
7. นำแผ่นซิลิกอนใส่ลงในดิสก์และนำไปติดตั้งบนจาน เช็ดของประตูห้องเคลือบด้วยเมทานอลและปิดประตูห้องเคลือบ



รูปที่ 3.16 ภาพแสดงการใส่แผ่นซิลิกอนในดิสก์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. กดปุ่ม ON บนปุ่ม RV สลับกับปุ่ม ON บนปุ่ม BV เพื่อให้ปั๊มโรตารีเริ่มทำการดูดอากาศภายในห้องเคลื่อนออกจนได้ความดันภายในห้องเคลื่อน  $3 \times 10^{-2}$  mbar



รูปที่ 3.17 จอแสดงผลภายในห้องเคลื่อน (a) ระดับความดัน และ (b) อุณหภูมิ

9. เมื่อได้ความดันที่ต้องการแล้ว กดปุ่ม ON บนปุ่ม DIF เพื่อให้ทีวีชั้นปั๊มทำงาน เปิดเครื่องทำความเย็น จับเวลา 20 นาที (อุณหภูมิของเครื่องทำความเย็นจะอยู่ที่ 18 °C) หรือจนกว่าขดลวดจะร้อน

10. เมื่อขดลวดร้อนแล้ว กดปุ่ม ON บนปุ่ม HV เพื่อดูดอากาศภายในห้องเคลื่อนออกจนกระทั่งได้ระดับความดันที่ต่ำที่สุด (ระดับความดันจะอยู่ที่  $2 \times 10^{-5}$  mbar)

### 3.2.3 ขั้นตอนในการล้างแก๊สอื่นที่ค้างอยู่ในระบบ

1. เปิดวาล์วถังแก๊สอาร์กอน และแก๊สไนโตรเจน
2. ทำการป้อนแก๊สอาร์กอนลงในห้องเคลื่อนด้วยการหมุนปุ่ม CH1 ที่กล่องควบคุมความดันแก๊สไปที่ 100 ความดันภายในห้องเคลื่อนจะเพิ่มขึ้นที่  $4 \times 10^{-3}$  mbar จับเวลา 5 นาที
3. เมื่อครบ 5 นาทีแล้ว ให้ทำการปิดแก๊สอาร์กอน จับเวลา 5 นาที
4. ทำซ้ำข้อ 2-3 ทั้งหมด 3 รอบ
5. เมื่อเข้ารอบที่สาม ให้เปิดระบบแหล่งจ่ายไฟ กดปุ่ม POWER ที่ UNIT A กดปุ่ม VOLTS ที่ UNIT B หมุนปุ่มควบคุมกำลังไฟปุ่มบนไปที่ 34 ที่กำลังไฟฟ้า 100 W เปิดสวิตช์ OUTPUT สีเขียวที่ UNIT และจับเวลา 5 นาที เพื่อทำความสะอาดผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

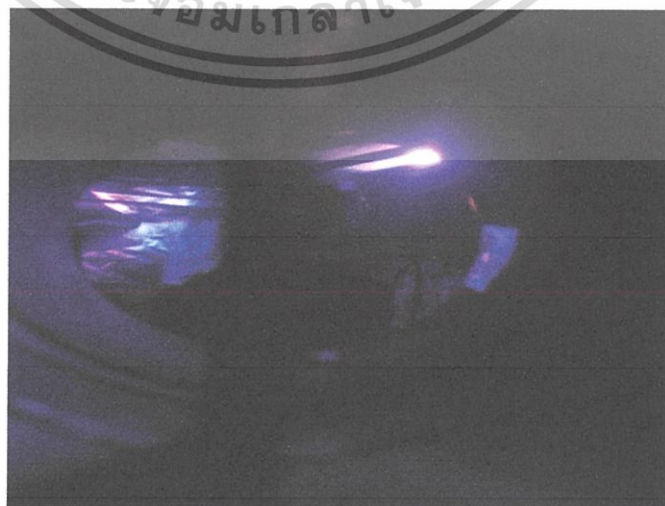


รูปที่ 3.18 ภาพแสดงลำดับการเปิดเครื่องจ่ายไฟให้กับห้องเคลือบสุญญากาศ

6. เมื่อครบ 5 นาทีให้ปิดสวิตช์ OUTPUT และปิดแก๊สตามลำดับ
7. ทำการให้ความร้อนกับแผ่นรองรับโดยเปิดหลอดไฟ และจ่ายกำลังไฟให้กับหลอดไฟ 100 V เป็นเวลา 45 นาที (อุณหภูมิประมาณ 300-400 องศาเซลเซียส)

### 3.2.4 ขั้นตอนการเคลือบของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

1. ป้อนแก๊สอาร์กอนให้ได้ความดันภายในห้อง  $4 \times 10^{-3}$  mbar
2. หมุนปุ่มควบคุมกำลังไฟให้ได้กำลังไฟฟ้า 150 W เปิดสวิตช์ OUTPUT หมุนเปิดชัตเตอร์ จับเวลา 5 นาที
3. ปิดสวิตช์ OUTPUT ปิดแก๊สอาร์กอน
4. เปิดแก๊สไนโตรเจน (ปุ่มควบคุมอยู่บนกล่องบนเครื่องจ่ายไฟ) ให้ได้ระดับความดันที่  $4 \times 10^{-4}$  mbar ปิดแก๊สอาร์กอนให้ได้ระดับความดันที่  $4 \times 10^{-3}$  mbar ปรับเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าเป็น 300 W เปิดสวิตช์ OUTPUT จับเวลา 5 นาที



รูปที่ 3.19 แสดงตัวอย่างสีของพลาสมา (plasma) ในขณะที่เคลือบฟิล์ม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.เมื่อครบ 5 นาที ปิดสวิทช์ OUTPUT ปิดแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจน จับเวลา 5 นาที  
 6.ในกรณีของความดันไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar จะทำซ้ำขั้นตอนที่ 4-5 ทั้งหมด 3 รอบ และในส่วนของความดันไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar และระดับความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนอื่นๆจะสามารถสรุปผลกระแสไฟฟ้า ความต่างศักย์ไฟฟ้า ระดับความดัน และอัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อไนโตรเจนในแต่ละรอบได้ดังตารางที่ 3.1

7.เมื่อครบจำนวนรอบแล้ว ให้ทำการปิดเครื่องจ่ายไฟ ปิดวาล์วแก๊ส

ตารางที่ 3.1 บันทึกกระแสไฟฟ้า ความต่างศักย์ไฟฟ้า ระดับความดัน และอัตราส่วนระหว่างอาร์กอนต่อไนโตรเจนในแต่ละความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน

Nitrogen pressure (mbar)	Time	Volts (V)	Current (A)	Pressure (mbar)	Ar/N <sub>2</sub>
$4 \times 10^{-4}$	1	310	0.99	$4.1 \times 10^{-3}$	120/44
	2	313	0.98	$4.2 \times 10^{-3}$	120/44
	3	314	0.97	$4.2 \times 10^{-3}$	120/44
$8 \times 10^{-4}$	1	317	0.96	$4.1 \times 10^{-3}$	106/76
	2	316	0.97	$4.1 \times 10^{-3}$	106/76
	3	319	0.96	$4.1 \times 10^{-3}$	106/76
	4	314	0.97	$4.2 \times 10^{-3}$	106/76
$1.6 \times 10^{-3}$	1	349	0.88	$4.2 \times 10^{-3}$	88/146
	2	345	0.87	$4.1 \times 10^{-3}$	88/146
	3	345	0.88	$4.1 \times 10^{-3}$	88/146
	4	345	0.87	$4.1 \times 10^{-3}$	88/146
	5	344	0.88	$4.1 \times 10^{-3}$	88/146
	6	344	0.88	$4.1 \times 10^{-3}$	88/146
$2 \times 10^{-2}$	1	364	0.85	$4.2 \times 10^{-3}$	76/190
	2	358	0.85	$4.2 \times 10^{-3}$	76/190
	3	358	0.84	$4.2 \times 10^{-3}$	76/190
	4	358	0.85	$4.2 \times 10^{-3}$	76/190
	5	358	0.85	$4.2 \times 10^{-3}$	76/190

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2.5 ขั้นตอนปิดเครื่องสปีดเตอร์

1. กดปุ่ม DIF เพื่อปิดดิวิชั่นปั๊ม (division pump) จับเวลา 20 นาที รอจนกว่าขดลวดจะเย็นตัวลง เพื่อลดอุณหภูมิในห้องเคลือบให้เย็นตัวลง

2. เมื่อครบ 20 นาทีแล้ว กดปุ่ม HV เพื่อเพิ่มความดันภายในห้องเคลือบ กดปุ่ม ON บนปุ่ม VV เพื่อนำฟิล์มออกมา ปิดประตูห้องเคลือบและกดปุ่ม RV

3. กดปุ่ม RP เพื่อปิดโรตารีปั๊ม และทำการปิดเครื่องสปีดเตอร์

### 3.3 การทดสอบคุณสมบัติด้านความต้านทานการกัดกร่อน

#### ขั้นตอนการทดสอบการกัดกร่อน

ในขั้นตอนนี้จะนำชิ้นงานที่ไม่ถูกเคลือบผิว และชิ้นงานที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ไปทดสอบการกัดกร่อนทางไฟฟ้าเคมีด้วยเครื่องโพเทนทิโอสแตทกัลวานอสแตท (Potentiostat-Galvanostat) ยี่ห้อ Autolab รุ่น PGSTAT302N ซึ่งมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารละลายเกลือเทียม ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเคมีเพื่อใช้ในการทดสอบ โดยมีสูตรเคมีดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนของสารเคมีในการสังเคราะห์เกลือเทียม

สารเคมี	ปริมาณ
โซเดียมคลอไรด์ (NaCl)	7.5 g
โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl)	1.2 g
ยูเรีย ( $\text{CH}_4 \text{NO}$ )	1 g
กรดแล็กติก ( $\text{C}_3 \text{H}_6 \text{O}_3$ ) B.P.	0.25 ml
น้ำ DI	1 liter

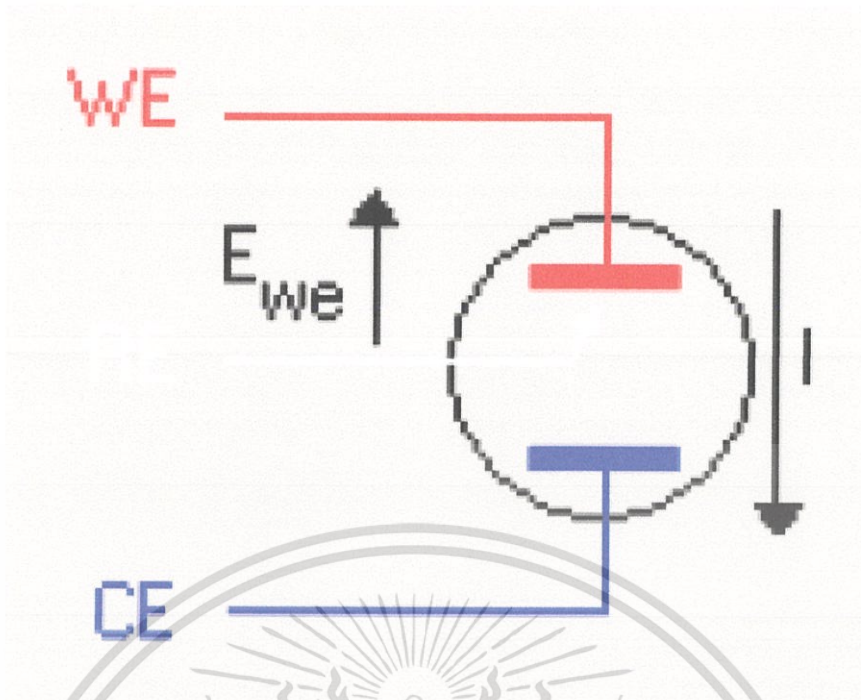
ซึ่งเมื่อทำการผสมสารเคมี และทำการวัดค่าความเป็นกรดต่าง (pH) รวมไปถึงควบคุมสภาวะภายนอกในการทดลองให้คงที่ คือ

- อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองเท่ากับ 27 องศาเซลเซียส
- ความเป็นกรดต่างของสารละลายเกลือสังเคราะห์ pH = 4.30
- พื้นที่สัมผัสของสารละลายกับชิ้นงาน เท่ากับ 0.785 ตารางเซนติเมตร

2. แ่ชิ้นงานลงในสารละลาย โดยให้ชิ้นงานสัมผัสกับสารละลายเกลือสังเคราะห์เป็นพื้นที่ 0.785 ตารางเซนติเมตร

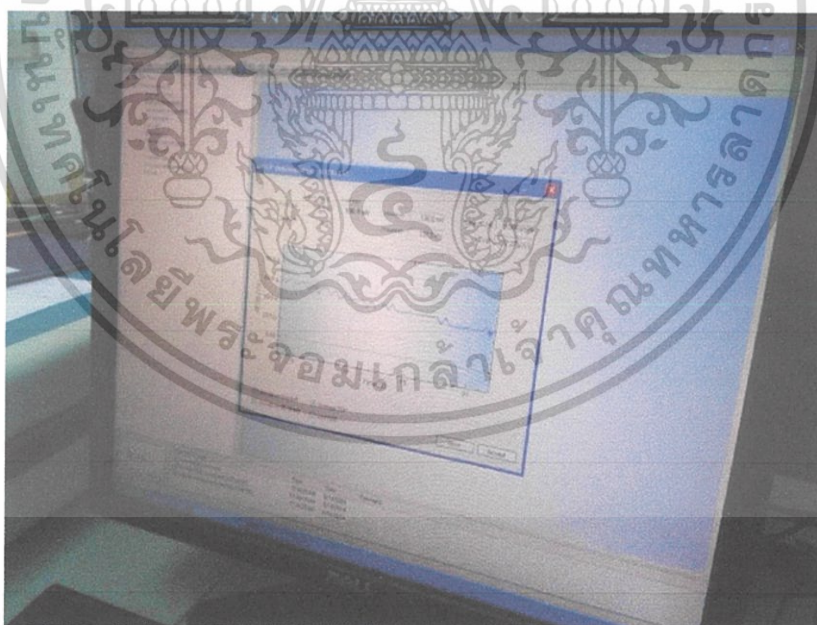
3. ต่อสายไฟระหว่างชิ้นงานทดสอบกับเครื่องทดสอบให้เป็นวงจรดังรูปที่ 3.20

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.20 แสดงการต่อวงจรระหว่างขั้วงานทดสอบกับเครื่องทดสอบ (CE= current electrode, RE = referreant electrode, และ WE = working electrode)

#### 4. ใช้โปรแกรม NOVA ในการทดสอบ



รูปที่ 3.21 แสดงโปรแกรมที่ใช้ในการทดสอบ NOVA

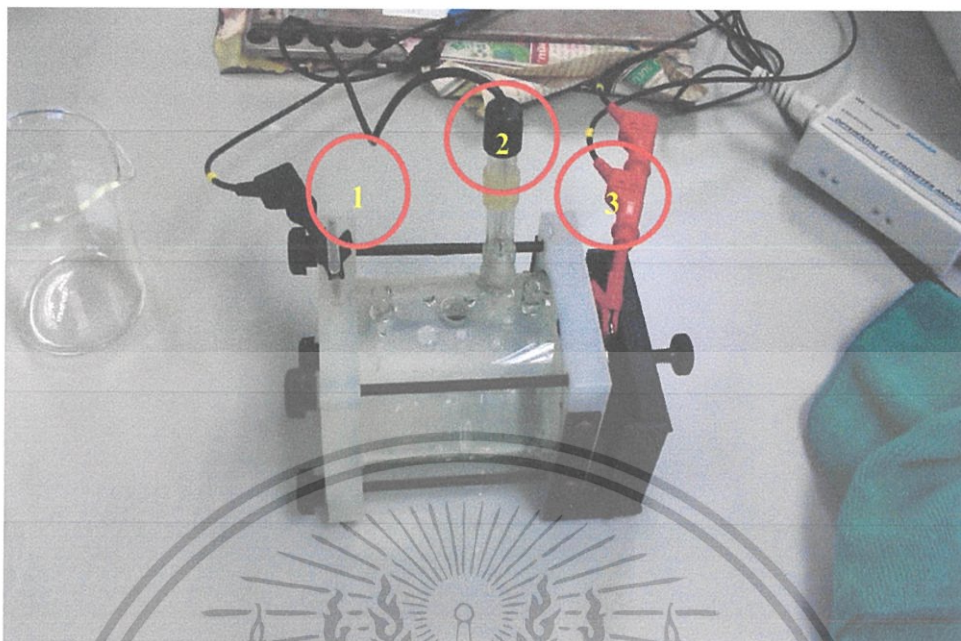
5. เริ่มทำการทดสอบการกักร่อนโดยนำขั้วงานติดไว้ที่ขั้ว working electrode (WE) ดังรูปที่ 3.20

6. ถ่ายกระแสไฟระหว่างขั้ว working electrode กับขั้ว current electrode (CE)

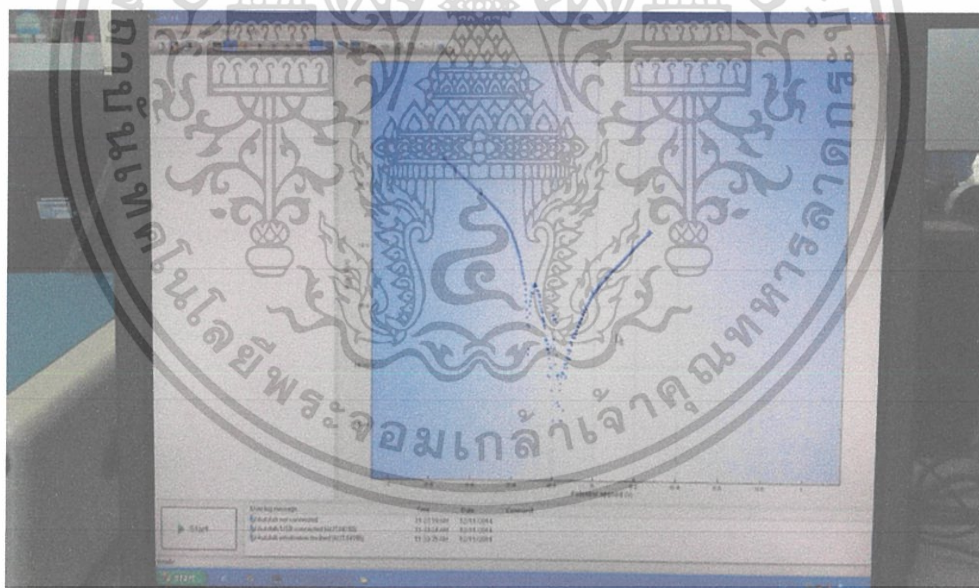
7. วัดความต่างศักย์ระหว่างขั้ว working electrode เทียบกับขั้ว referent electrode (RE)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. รวบรวมทั้งโปรแกรมทำการทดสอบเสร็จสิ้น ซึ่งจะใช้เวลาประมาณขึ้นละ 5-10 นาที



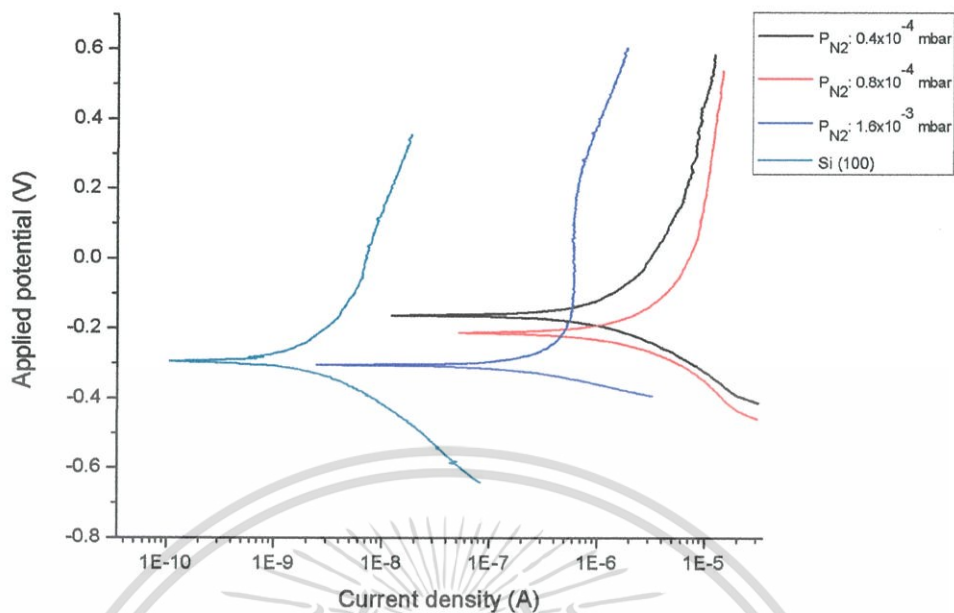
รูปที่ 3.22 แสดงชิ้นงานในการวัดการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนทีโอสเตทท์กลวาโนสเตทท์ หมายเลข 1 คือ ขั้ว CE หมายเลข 2 คือ ขั้ว RE และหมายเลข 3 คือ ขั้ว WE



รูปที่ 3.23 ข้อมูลที่ได้จากการทดลอง (ก่อนนำไปทำเป็นกราฟ log ในโปรแกรม Origin)

9. แปลความหมายเส้นกราฟที่ได้จากการทดลองเพื่อหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน (corrosion potential ( $E_{corr}$ )) และค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (corrosion current density ( $i_{corr}$ ))

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.24 แปลงข้อมูลเป็นกราฟ log โดยทำในโปรแกรม Origin

10. นำข้อมูลที่ได้จากการทดสอบไปแปลงเป็นกราฟ log โดยทำในโปรแกรม Origin
11. นำกราฟที่ได้ไปวิเคราะห์ผลการทดสอบการกัดกร่อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการวิเคราะห์

ในส่วนของผลการทดลองและการวิเคราะห์นั้นได้แบ่งผลการวิเคราะห์ออกเป็น 5 ส่วน ซึ่งประกอบไปด้วย (1) การวิเคราะห์สีของฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจนต่างกัน (2) ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มจากการวัด XRD (3) ผลการวิเคราะห์ความขรุขระของฟิล์มจากการวัด AFM (4) ผลการวัดความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มจากการวัดแบบ nanoindentation และ (5) ผลการวิเคราะห์การกัดกร่อนของฟิล์มกับสารละลายเหงื่อเทียม ซึ่งในแต่ละหัวข้อสามารถวิเคราะห์ผลได้ดังนี้

#### 4.1 สีของฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจนต่างกัน



รูปที่ 4.1 ภาพแสดงสีของฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน (a)  $4 \times 10^{-4}$  mbar (b)  $8 \times 10^{-4}$  mbar (c)  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar และ (d)  $2 \times 10^{-3}$  mbar

รูปที่ 4.1 ภาพแสดงสีของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจนต่างกัน ซึ่งจากรูปจะเห็นได้ว่า เมื่อความดันย่อยของไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้น จะทำให้สีของฟิล์มนั้นเข้มขึ้น โดยที่ฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar จะมีลักษณะเป็นสีเหลือง ฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน  $8 \times 10^{-4}$  mbar จะเข้มขึ้นเป็นสีเหลืองทอง และที่ฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน  $2 \times 10^{-3}$  mbar จะมีลักษณะเป็นสีทองแดง ในส่วนของโครงการพิเศษนี้ ได้สนใจนำฟิล์มบางมาประยุกต์ใช้กับเครื่องประดับ จึงทำให้ฟิล์มที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน  $2 \times 10^{-3}$  mbar นั้นไม่สามารถนำมาใช้งานได้ เนื่องจากสีของฟิล์มที่ได้นั้นแตกต่างจากสีของทองจริงๆ ดังนั้น ในการวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงโครงสร้าง พื้นผิว และความแข็งจะนำฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เตรียมในความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar ,  $8 \times 10^{-4}$  mbar และ  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar มาวิเคราะห์ XRD , AFM , การกัดกร่อน และ ความแข็ง ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อถัดไป

ในส่วนของลักษณะของสีที่เปลี่ยนไปตามความดันย่อยไนโตรเจนจะสามารถอธิบายได้จากสมการ Drude Model โดยอธิบายในรูปของค่าความถี่พลาสมา (Plasma frequency :  $\omega_p$ ) [Ph. Roquiny, F. Bodart , 1999] ได้ดังนี้

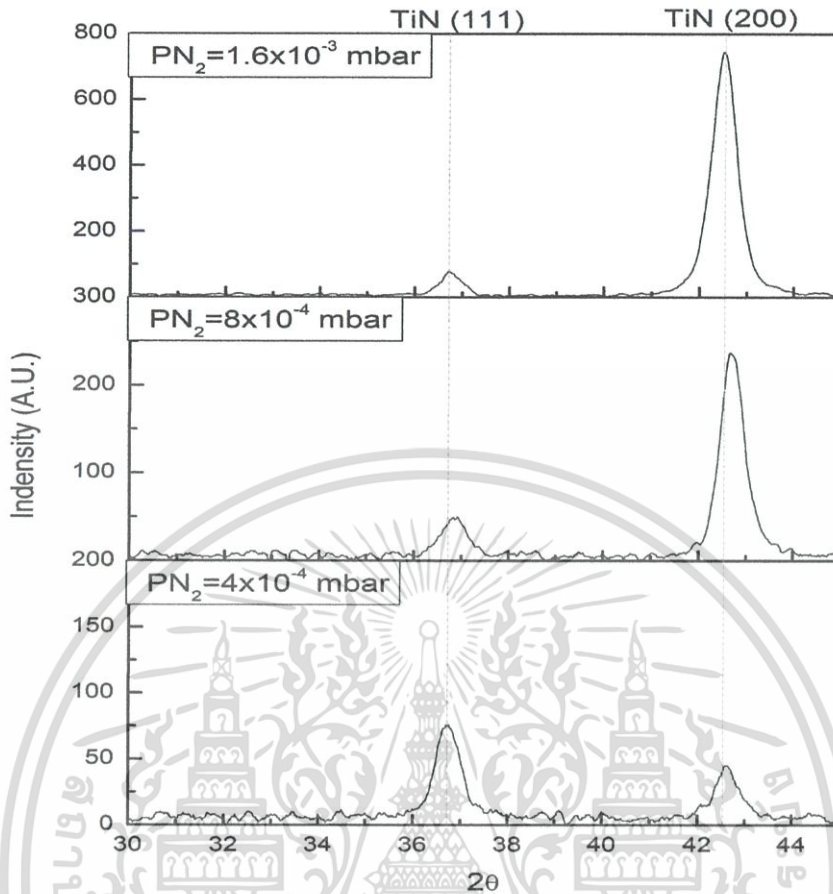
$$\omega_p = \sqrt{\frac{ne^2}{m^* \epsilon_0}} \quad (4.1)$$

เมื่อ	$\omega_p$	คือ ความถี่พลาสมา
	n	คือ ความหนาแน่นของอิเล็กตรอนในโลหะ
	e	คือ ความจุไฟฟ้าของอิเล็กตรอน
	$m^*$	คือ มวลประสิทธิผลของอิเล็กตรอน
	$\epsilon_0$	คือ สภาพยอมของสุญญากาศ (Permittivity of free space)

จากสมการ Drude Model จะสามารถคำนวณค่าความถี่พลาสมาในความถี่น้อยในโนโตรเจนต่างๆกันได้ ซึ่งในส่วนของฟิล์มที่เตรียมในปริมาณของแก๊สโนโตรเจนที่น้อย จะทำให้ได้ค่า  $\omega_p = 3.19 \times 10^{15} \text{ s}^{-1}$  และในส่วนของฟิล์มที่เตรียมในปริมาณของแก๊สโนโตรเจนที่มากจะทำให้ได้ค่า  $\omega_p = 2.689 \times 10^{15} \text{ s}^{-1}$  ซึ่งเมื่อนำค่าความถี่พลาสมาเทียบกับค่าความถี่ของแสงพบว่า ที่ความถี่น้อยในโนโตรเจนน้อย ค่าความถี่พลาสมาจะใกล้เคียงกับค่าความถี่ของแสงสีเหลือง (590 nm =  $3.20 \times 10^{15} \text{ s}^{-1}$ ) จึงทำให้ฟิล์มที่ความถี่น้อยในโนโตรเจน  $4 \times 10^{-4} \text{ mbar}$  มีลักษณะเป็นสีเหลือง และที่ความถี่น้อยในโนโตรเจนมาก ค่าความถี่พลาสมาจะใกล้เคียงกับค่าความถี่ของแสงสีแดง (700 nm =  $2.693 \times 10^{15} \text{ s}^{-1}$ ) จึงส่งผลให้ฟิล์มที่ความถี่น้อยในโนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3} \text{ mbar}$  มีลักษณะเป็นสีทองแดง ดังนั้น จากการวิเคราะห์สีของฟิล์มที่เปลี่ยนไปโดยใช้สมการ Drude Model นั้น สามารถสรุปได้ว่าการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปีดเตอริงนั้น เมื่อค่าความถี่น้อยในโนโตรเจนเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้แก๊สอาร์กอนนั้นมีปริมาณความถี่ลดลง ทำให้ไอออนของไทเทเนียมและความหนาแน่นของอิเล็กตรอนในการชนลดลง ส่งผลให้ค่าความถี่พลาสมาของฟิล์มลดลงไปด้วย ดังนั้น ฟิล์มที่ได้จะเปลี่ยนจากสีเหลือง เป็นสีทอง และสีทองแดงตามลำดับ

#### 4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มจากการวัด XRD (X-ray Diffraction)

ในการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มด้วยวิธี XRD เพื่อหาระนาบของผลึกและเพื่อคำนวณหาขนาดผลึก ระยะห่างระหว่างระนาบ และค่าคงที่ของผลึก สามารถสรุปผลได้ดังนี้



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผลการวัด XRD ของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เตรียมในความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar ,  $8 \times 10^{-4}$  mbar และ  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar

รูปที่ 4.2 เป็นกราฟแสดง XRD ของฟิล์มที่ได้จากการเตรียมโดยวิธี DC reactive magnetron sputtering เมื่อความดันย่อยของไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar ,  $8 \times 10^{-4}$  mbar และ  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar โดยที่แต่ละชั้นจะปรากฏทั้งระนาบ (111) และ (200) และจากกราฟจะเห็นได้ว่า ที่ระนาบ (200) จะมีแนวโน้มที่จะมีความเข้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความดันของไนโตรเจน นอกจากนี้ เมื่อความดันของไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้น นอกจากจะส่งผลให้ความเข้มของระนาบ (200) เพิ่มมากขึ้นแล้วยังทำให้พิกของระนาบ (200) เข้าใกล้มุมเลี้ยวเบนของไทเทเนียมไนไตรด์ เมื่อเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS-381420 บ่งบอกว่า ฟิล์มมีการฟอร์มตัวเป็นไทเทเนียมไนไตรด์ที่สมบูรณ์ขึ้นเนื่องจากเมื่อความดันย่อยของไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้น จะส่งผลให้อัตราส่วนของไอออนที่หลุดจากเป้าไทเทเนียมน้อยลง จึงทำให้เกิดสภาวะที่ไม่เท่ากันระหว่างไอออนของไทเทเนียมกับอนุภาคของแก๊สไนโตรเจน[Zenghu Han , 2002] ส่งผลให้ไอออนของไทเทเนียมที่ผสมกับแก๊สไนโตรเจนก่อนตกลงบนแผ่นรองรับน้อยลงด้วยเช่นกัน และนอกจากจะส่งผลให้ฟิล์มฟอร์มตัวเป็นไทเทเนียมไนไตรด์ที่สมบูรณ์ขึ้นแล้ว ยังส่งผลให้ฟิล์มมีความเครียดมากขึ้นด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ค่าคงที่ผลึก ระยะห่างระหว่างระนาบ และ ขนาดของเกรน

ระนาบ	Nitrogen pressure (mbar)	ระยะห่างระหว่างระนาบ (Å)	ค่าคงที่ผลึก (Å)	ขนาดของผลึก (nm)
(111)	$4 \times 10^{-4}$	2.45	4.24	13.48
	$8 \times 10^{-4}$	2.44	4.22	29.54
	$1.6 \times 10^{-3}$	2.44	4.23	14.51
(200)	$4 \times 10^{-4}$	2.12	4.24	13.00
	$8 \times 10^{-4}$	2.12	4.23	13.63
	$1.6 \times 10^{-3}$	2.13	4.25	12.80

จากตารางที่ 4.1 จะแสดงให้เห็นถึงการหาขนาดของเกรนจากสมการ

$$t = \frac{0.89\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.2)$$

ระยะห่างของระนาบจากสมการ

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (4.3)$$

และค่าคงที่ผลึกจากสมการ

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (4.4)$$

จากการคำนวณทั้งหมดจะทำให้เห็นว่า ระยะห่างระหว่างระนาบของระนาบ (111) จะอยู่ที่ 2.44-2.45 Å ค่าคงที่ผลึกอยู่ที่ 4.22 – 4.24 Å และ ขนาดของเกรนอยู่ที่ 13.48-29.54 nm และในส่วนของระนาบ (200) นั้น ระยะห่างระหว่างระนาบจะอยู่ที่ 2.11 – 2.13 Å ค่าคงที่ผลึกจะอยู่ที่ 4.22-4.25 Å และค่าขนาดของผลึกจะอยู่ที่ประมาณ 12.80 – 13.63 nm ซึ่งเมื่อเทียบกับข้อมูล JCPDS-381420 พบว่า ค่าคงที่ของผลึกในฟิล์มบางตัวอย่างนั้นมีค่าสอดคล้องกับค่าคงที่ของผลึกจากข้อมูลทฤษฎี ซึ่งมีค่าเท่ากับ 4.24 Å

### 4.3 ผลการวิเคราะห์ความขรุขระของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์จากการวัด AFM (Atomic Force Microscopy)

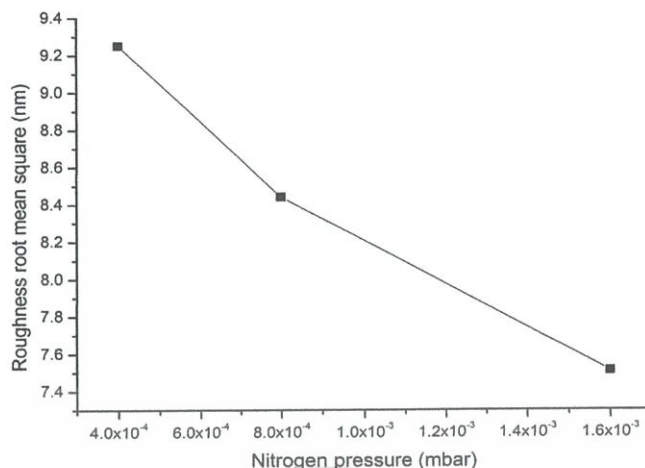
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อฟิล์มตัวอย่างทั้ง 3 ชั้นไปวัดความเรียบของผิวหน้าฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy) ผลที่ได้สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.3 โดยรูปที่ 4.3 เป็นภาพถ่ายแบบ 3D ที่ได้จากการวัดจากเครื่อง AFM โดยที่จากภาพถ่ายนี้ จะแสดงให้เห็นถึงระดับความสูงต่ำของฟิล์มที่กระจายตัวเคลือบบนซิลิกอนภายใต้เงื่อนไขของความดันย่อยไนโตรเจนที่ต่างกัน ซึ่งฟิล์มที่เคลือบในระดับความดันย่อยไนโตรเจนที่ต่างกันนี้ จะมีความเรียบที่แตกต่างกันจนเห็นได้ชัดเจน และเมื่อนำค่าความขรุขระบนพื้นผิวโดยเฉลี่ย ( $R_q$ ) ที่ได้จากการวัด AFM สามารถพล็อตกราฟความสัมพันธ์กับความดันย่อยไนโตรเจนได้ดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย AFM ของฟิล์มบางที่เตรียมในความดันย่อยไนโตรเจน  
(a)  $4 \times 10^{-4}$  mbar ,(b)  $8 \times 10^{-4}$  mbar ,(c)  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความดันย่อยไนโตรเจนกับความขรุขระของฟิล์มบาง

จากรูปที่ 4.4 แสดงให้เห็นถึงความขรุขระของฟิล์ม ซึ่งผลที่ได้ นั่นคือ เมื่อความดันย่อยไนโตรเจนที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มเพิ่มมากขึ้น แก๊สอาร์กอนที่ใช้ก็จะมีปริมาณที่ลดลง ทำให้อันตรายการชนของไอออนกับเป้าไทเทเนียมน้อยลง และไอออนของไทเทเนียมที่หลุดออกมาจากเป้าจะตกลงบนแผ่นรองรับมีเวลาในการกระจายตัวบนแผ่นรองรับมากขึ้น จึงทำให้เกิดการกระจายตัวของไอออนของไทเทเนียมที่ทั่วถึง ดังนั้นจึง สามารถสรุปได้ว่า ฟิล์ม TiN ที่เคลือบในระดับความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar จะมีความขรุขระน้อยที่สุด และฟิล์ม TiN ที่เคลือบในระดับความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar มีความขรุขระมากที่สุด

#### 4.4 ผลการวัดความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มจากการวัดแบบ nanoindentation (Hardness Tester)

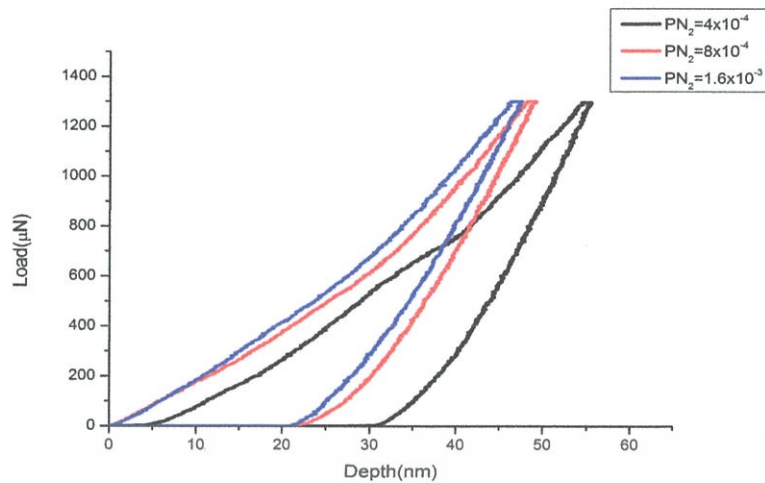


Image Scan Size: 0.500 cm

รูปที่ 4.5 ภาพตัวอย่างแสดงรอยกดบนฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ในการวัดค่าความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มบาง

ในการวัดค่าความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มโดยใช้เครื่องวัดความแข็ง (Hardness Tester) แบบ nanoindentation ซึ่งผลในการวัดค่าความแข็งสามารถพล็อตกราฟได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดที่ใช้และระดับความลึกของรอยกดบนฟิล์มบาง

จากกราฟรูปที่ 4.6 เป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดที่ใช้และระดับความลึกสูงสุดของรอยกดบนฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เตรียมในระดับความดันย่อยที่ต่างกัน โดยที่ในการวัดนี้จะทำการป้อนแรงในการวัด 1300  $\mu\text{N}$  และกดค้างไว้เป็นเวลา 2 วินาทีและผ่อนแรงกดออก ซึ่งผลของการวัดนี้สามารถสรุปได้ดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงค่า Contact depth และ Max depth ในการวัด Hardness

Nitrogen pressure (mbar)	Time	Contact depth (nm)	เฉลี่ย	Max Depth (nm)	เฉลี่ย
$4 \times 10^{-4}$	1	43.00	40.23	55.30	53.00
	2	40.50			
	3	37.20			
$8 \times 10^{-4}$	1	30.10	32.07	43.80	45.60
	2	35.60			
	3	30.50			
$1.6 \times 10^{-3}$	1	32.90	33.27	47.00	47.33
	2	33.80			
	3	33.10			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

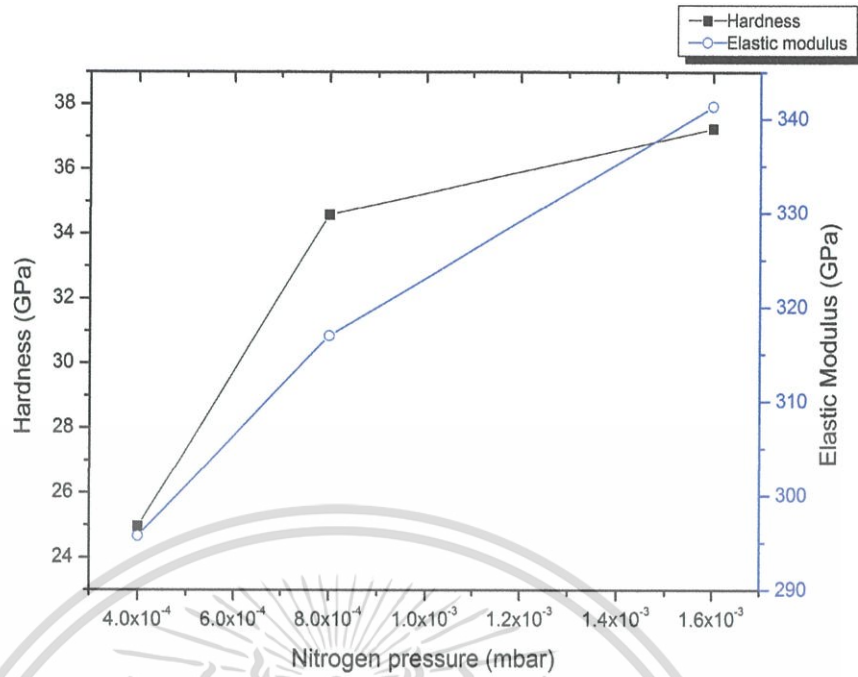
ตารางที่ 4.3 ผลของการวัดค่าความแข็งและมอดูลัสของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

Nitrogen pressure (mbar)	Time	Force ( $\mu\text{N}$ )	Er (GPa)	เฉลี่ย	HD (GPa)	เฉลี่ย
$4 \times 10^{-4}$	1	1300	288.50	295.72	22.05	24.96
	2	1300	300.04		24.45	
	3	1300	298.62		28.38	
$8 \times 10^{-4}$	1	1300	318.51	316.95	35.26	34.58
	2	1300	323.21		33.54	
	3	1300	309.12		34.94	
$1.6 \times 10^{-3}$	1	1300	355.2	341.34	40.96	37.25
	2	1300	313.58		30.76	
	3	1300	355.23		40.03	

ตารางที่ 4.2 แสดงแรงที่ใช้ในการกดบนฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ในแต่ละครั้ง โดยที่ค่า Max depth คือค่าของแรงในการกดสูงสุด และค่า Contact depth คือค่าของแรงกดที่ใช้ในตอนที่ยัดกดสัมผัสกับผิวหน้าของฟิล์ม ซึ่งผลจากการวัดความแข็งและมอดูลัสของฟิล์มตัวอย่างทั้ง 3 ชั้นสามารถสรุปได้ดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4.3 สังเกตได้ว่า ในการวัดฟิล์มบาง TiN ในแต่ละชั้น ค่าที่ได้จะเป็นค่าของความยืดหยุ่นของฟิล์ม (elastic modulus) ค่าความแข็งของฟิล์ม (hardness) ค่า Contact dept และค่าความลึกสูงสุด (maximum dept) จากนั้น นำค่าต่างๆที่ได้จากการวัดในแต่ละครั้งมาเฉลี่ย ผลที่ได้จะเป็นค่าความแข็งโดยเฉลี่ยของฟิล์มตัวอย่างแต่ละชั้น

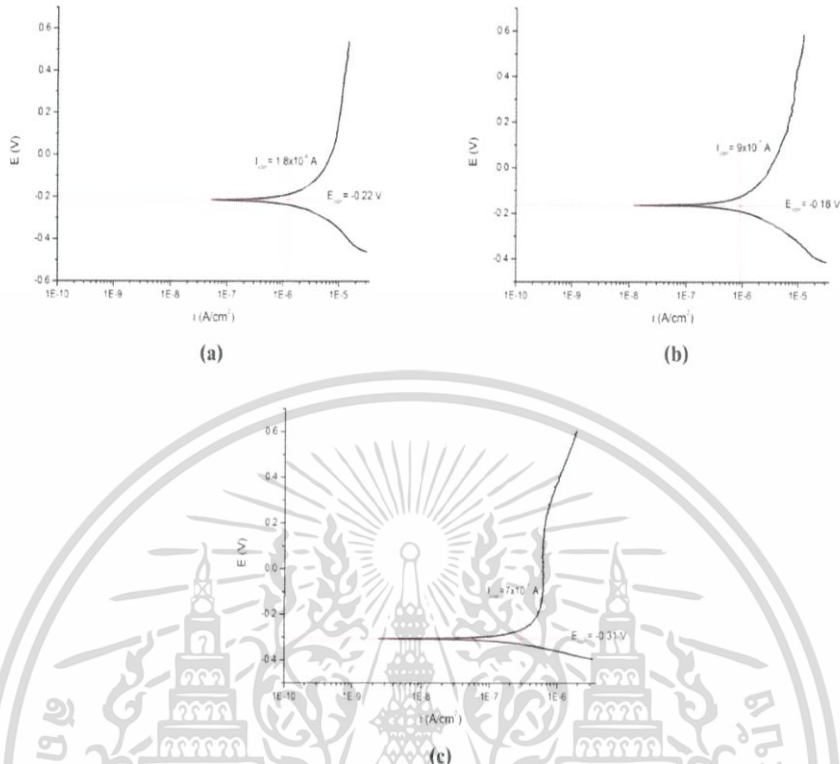
เมื่อทำการวัดและได้ค่าความแข็งและความยืดหยุ่นของฟิล์มตัวอย่างแต่ละชั้นแล้ว ทำให้สรุปได้ว่า ฟิล์มบางที่เคลือบที่ความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar มีค่าความแข็งน้อยที่สุด และในขณะเดียวกัน ฟิล์มบางที่เคลือบที่ความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ทำให้มีค่าความแข็งมากที่สุด และเมื่อวัดค่าความยืดหยุ่นของฟิล์มแต่ละชั้นพบว่า ในฟิล์มบางที่เคลือบที่ความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar มีความยืดหยุ่นน้อยที่สุด และในฟิล์มบางที่เคลือบที่ความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar มีความยืดหยุ่นมากที่สุด เมื่อนำค่าความแข็งและค่าความยืดหยุ่นมาพล็อตกราฟ จะได้กราฟดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Hardness และ Elastic modulus กับ ความดันย่อยของ N ของฟิล์มบาง

เมื่อนำผล XRD มาเปรียบเทียบกับค่าความแข็งของฟิล์มพบว่า ที่ระนาบ (200) จะสัมพันธ์กับค่าความแข็งของฟิล์ม เมื่อระนาบนี้มีความเข้มน้อย ค่าความแข็งของฟิล์มก็จะน้อยลง และเมื่อระนาบนี้มีความเข้มมาก ค่าความแข็งของฟิล์มก็จะเพิ่มมากขึ้น ซึ่งค่าความแข็งของฟิล์มบางนั้นสามารถอธิบายผลที่ได้จากการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่วัดด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อปริมาณความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มมากขึ้น จะส่งผลให้ฟิล์มนั้นมีความเป็นระนาบ (200) ที่สมบูรณ์มากขึ้น อีกทั้งค่าความเข้มของระนาบ (200) นั้นเพิ่มขึ้นตามไปด้วย จึงทำให้ค่าความแข็งของฟิล์มมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นเช่นกัน

#### 4.5 ผลการวิเคราะห์การกัดกร่อนของฟิล์มกับสารละลายเกลือเทียม (Corrosion Test)



รูปที่ 4.8 อัตราการกัดกร่อนกับสารละลายเกลือเทียมของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบใน ความดันย่อยไนโตรเจน (a)  $4 \times 10^{-4}$  mbar (b)  $8 \times 10^{-4}$  mbar และ (c)  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar

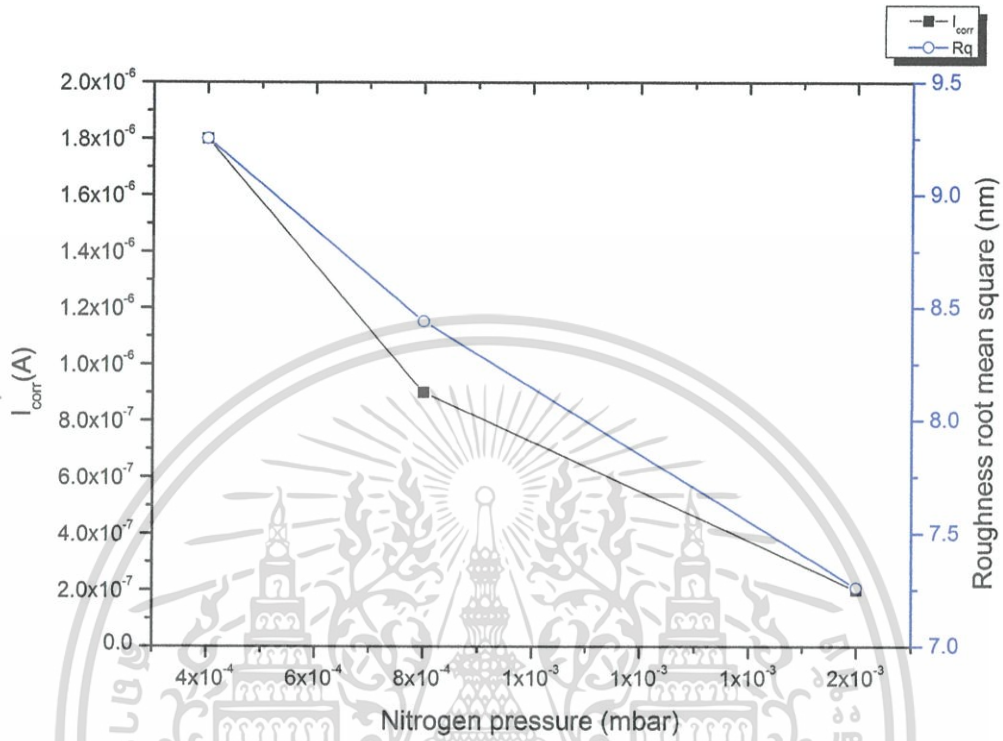
รูปที่ 4.8 เป็นกราฟของการกัดกร่อนบนฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบในความดันย่อย ไนโตรเจนต่างกัน ซึ่งจากกราฟนี้เมื่อทำการหาค่า  $I_{\text{corr}}$  และหาค่า  $E_{\text{corr}}$  จะสามารถสรุปได้ดังตาราง ต่อไปนี้

ตารางที่ 4.4 ตารางสรุปผลของการกัดกร่อนบนฟิล์มบาง TiN ที่ความดันย่อย N ต่างกัน

Nitrogen pressure (mbar)	$E_{\text{corr}}$ (V)	$I_{\text{corr}}$ (A)
$4 \times 10^{-4}$	-0.22	$1.8 \times 10^{-6}$
$8 \times 10^{-4}$	-0.18	$9 \times 10^{-7}$
$1.6 \times 10^{-3}$	-0.31	$2 \times 10^{-7}$

จากตารางที่ 4.4 จะแสดงให้เห็นว่า ฟิล์มที่เตรียมในความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar จะมีค่า  $I_{\text{corr}}$  เท่ากับ  $2 \times 10^{-7}$  A และค่า  $E_{\text{corr}}$  เท่ากับ -0.31 V ซึ่งมีค่าต่ำที่สุดเมื่อเทียบกับฟิล์มตัวอย่างอื่น และในขณะเดียวกัน ฟิล์มที่เตรียมในความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar จะมีค่า  $I_{\text{corr}}$  เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เท่ากับ  $1.8 \times 10^{-6}$  A และค่า  $E_{\text{corr}}$  เท่ากับ  $-0.22$  V ซึ่งมีค่าสูงสุดเมื่อเทียบกับฟิล์มตัวอย่างอื่น เช่นกัน ในส่วนของค่ากระแสการกัดกร่อนสามารถอธิบายได้จากการวิเคราะห์ความขรุขระของฟิล์ม โดยที่นำค่ากระแสการกัดกร่อนมาพล็อตกราฟเปรียบเทียบกับค่าความขรุขระของฟิล์มจะได้ดังกราฟต่อไปนี้



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสการกัดกร่อนกับค่าความขรุขระของฟิล์มบาง

จากรูปที่ 4.9 จะสังเกตเห็นว่า เมื่อเทียบกับผลของการวิเคราะห์ความขรุขระของฟิล์มนั้น พบว่า ที่ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ความขรุขระของผิวหน้าฟิล์มน้อยที่สุด ในขณะที่ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบในความดันย่อยไนโตรเจน  $4 \times 10^{-4}$  mbar มีความขรุขระของผิวหน้าฟิล์มมากที่สุดด้วย จึงสามารถสรุปได้ว่า ในการกัดกร่อนบนฟิล์มบางนั้นจะขึ้นอยู่กับขนาดของผลึกบนฟิล์มด้วย ถ้าขนาดผลึกของฟิล์มมีขนาดใหญ่ จะทำให้พื้นที่ในการสัมผัสกับสารละลายน้อยลง ส่งผลให้ฟิล์มสามารถทนต่อการกัดกร่อนได้ดี

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

ในโครงการพิเศษนี้ ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) ถูกเตรียมด้วยเทคนิค ดีซี รีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง บนแผ่นรองรับซิลิกอน (Si) เพื่อศึกษาอิทธิพลของความดันย่อยไนโตรเจน ต่อสี โครงสร้าง ความแข็ง และความต้านทานต่อการกัดกร่อนของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ ที่มีความดันย่อยไนโตรเจนในช่วง  $4 \times 10^{-4}$  -  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ได้ฟิล์มที่มีความหนา 2-3 ไมโครเมตร จากการศึกษาพบว่า ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีลักษณะเรียบเนียน สีของฟิล์มบางจะเปลี่ยนจากสีเหลืองไปเป็นสีทอง และเป็นสีทองแดงในที่สุด (ซึ่งจะแปรไปตามความดันของไนโตรเจน) ซึ่งฟิล์มบางที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบเพชเชนเตอร์คิวบิก (fcc) ระนาบ (101) และ (200) มีค่าคงที่ผลึกอยู่ในช่วง 4.24 - 4.25 องศา ขนาดของผลึกจากสมการของ Scherrer มีค่าอยู่ในช่วง 13 - 29.54 นาโนเมตร ความหยาบของพื้นผิวมีค่าอยู่ในช่วง 7.214 - 13.090 นาโนเมตร ความแข็งของฟิล์มบางที่ได้มีค่าประมาณ 22.05 - 40.96 GPa และในการวัดค่าความกัดกร่อนกับสารละลายเกลือเทียมพบว่า เมื่อระดับความดันย่อยไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก  $4 \times 10^{-4}$  mbar เป็น  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์จะมีค่าความต้านทานการกัดกร่อนที่ดีที่สุด ซึ่งมีค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและค่ากระแสการกัดกร่อนเท่ากับ -0.31 V และ  $2 \times 10^{-7}$  A จากการวิเคราะห์ทั้งหมดจึงสามารถสรุปได้ว่า ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เหมาะสมสำหรับนำไปประยุกต์ใช้ในงานอุตสาหกรรมเครื่องประดับ คือ ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบในระดับความดันย่อยไนโตรเจน  $1.6 \times 10^{-3}$  mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] เกียรติพงษ์ ได้การ, 28 กุมภาพันธ์ 2555 13:06, X-ray Diffactometer XRD, ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง, แหล่งที่มา : <http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/x-ray-analysis-instrument-menu/item/87.>, 2 พฤศจิกายน 2557.
- [2] คมกฤษ สายเสรีภาพ นิรันดร์ วิฑิตอนันต์ อติศร บุรณวงค์ และ สุรสิงห์ ไชยคุณ, ผลของกำลังสปีดเตอริงต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอททีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง, การประชุมวิชาการแห่งชาติมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ครั้งที่ 9, ม.ป.ป.
- [3] จำนงค์ ฉืดฉาย, ทัศนศาสตร์ฟิล์มบาง, กรุงเทพฯ : ศิลปาคร, 2549.
- [4] พรพวสา วงศ์ปัญญา, 2555, การทดสอบการกัดกร่อนด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท, แหล่งที่มา : [http://eng.sut.ac.th/metal/images/stories/pdf/Lab\\_6\\_Corrosion\\_testing\\_by\\_Potentiostatic\\_technique.pdf](http://eng.sut.ac.th/metal/images/stories/pdf/Lab_6_Corrosion_testing_by_Potentiostatic_technique.pdf), 10 พฤศจิกายน 2557.
- [5] จตุพร วุฒิกนกกาญจน์, เอกสารประกอบการสอน วิชา MTT656 Polymer Characterization and Analysis, คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, ม.ป.ป.,
- [6] ธนุสิทธิ์ บุรินทร์ประโคน, ม.ป.ป., ฟิสิกส์สถานะของแข็ง ทฤษฎีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์, แหล่งที่มา : <https://www.yumpu.com/es/document/view/24377332/chapter-3-xrd-theory>, 25 ตุลาคม 2557.
- [7] พัฒนา เทพขไลธร, การเคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมออกไซด์ด้วยวิธีดีซีรีแอททีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริงแบบรีแอททีฟ, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารธุรกิจ, สาขาฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2548.
- [8] สุรสิงห์ ไชยคุณ และคณะ, การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีสปีดเตอริงสำหรับอุตสาหกรรมเครื่องประดับ, ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา, 2544.
- [9] ม.ป.ช., ม.ป.ป., กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง, แหล่งที่มา : [http://www.vt-sun.com/index.php?option=com\\_content&view=article&id=10&Itemid=9&lang=en.](http://www.vt-sun.com/index.php?option=com_content&view=article&id=10&Itemid=9&lang=en.), 1 พฤศจิกายน 2557.
- [10] สุธา สุทธิเรืองวงศ์, การกัดกร่อน, หน่วยวิจัยเฉพาะทางด้านสารกัดกร่อน วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, แหล่งที่มา : <http://www.kmitl.ac.th/~kssutha/>, 1 พฤศจิกายน 2557.
- [11] ศันสนีย์ รักไทยเจริญชีพ, การวัดขนาดอนุภาคนาโนเมตรด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction, วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ. ปีที่ 62 ฉบับที่ 194 (มกราคม 2557) : 34-35.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [12] ศิวพล เลิศฤทธิ์ และสรชา บัณฑิตไทย, ผลกระทบของความร้อนต่อโครงสร้างจุลภาคความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าไร้สนิมมาร์เทนซิตรีค, ปริญญาานิพนธ์, ภาควิชาวิศวกรรมการผลิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ, 2555.
- [13] อรรถพล ตะระะ, คุณสมบัติและการทดสอบวัสดุ, กรุงเทพฯ : ภาควิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรามคำแหง, ม.ป.ป.
- [14] A. C. Fischer-Cripps., Nanoindentation, Mechanical Engineering Series 1., DOI 10.1007/978-1-4419-9872-9\_2., © Springer Science+Business Media., LLC 2011.<http://e-book.ram.edu/e-book/m/MY318%2851%29/MY318-7.pdf>.
- [15] L.A. Rocha., E. Ariza , J. Ferreira , F. Vazb., E. Ribeirob., L. Rebutab., et al. Structural and corrosion behaviour of stoichiometric and substoichiometric TiN thin films.
- [16] PH-208 Sommerfeld model, Sommerfeld-Drudemodel,[http://www.physics.iisc.ernet.in/~aveek\\_bid/PH208/Lecture : 3](http://www.physics.iisc.ernet.in/~aveek_bid/PH208/Lecture : 3) พฤศจิกายน 2557.
- [17] Reza Bavadi and Shahoo Valedbagi., PHYSICAL PROPERTIES OF TITANIUM NITRIDE THIN FILM PREPARED BY DC MAGNETRON SPUTTERING., Science and Research Branch, Islamic Azad University, P. O. Box 14665-678, Tehran, Iran.
- [18] Thin film process., data source : [http://www.vt-sun.com/index.php?option=com\\_content&view=article&id=10&Itemid=9&lang=en.](http://www.vt-sun.com/index.php?option=com_content&view=article&id=10&Itemid=9&lang=en.), 3 พฤศจิกายน 2557.

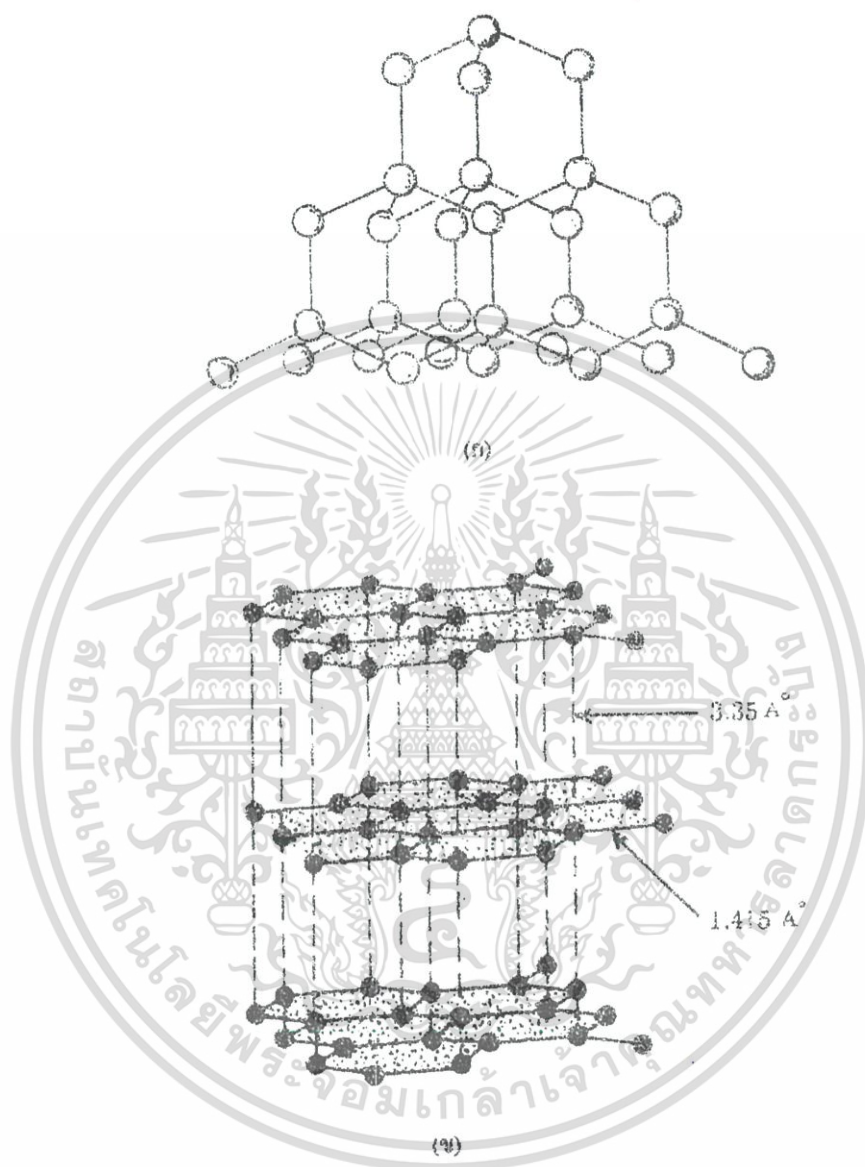
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### ลักษณะโครงสร้างของผลึก



รูปที่ ก-1 ตัวอย่างโครงสร้างของของแข็งโคเวเลนต์ที่ยึดแบบตาข่าย (ก) โครงสร้างของเพชร (ข) โครงสร้างของแกรไฟต์

ของแข็งประเภทนี้มีลักษณะแข็ง มีจุดหลอมเหลวและจุดเดือดสูง ถูกบีบอัดไม่ได้แต่นำไฟฟ้าได้ จะเห็นว่าของแข็งประเภทนี้คล้ายคลึงกับของแข็งไอออนิกมากจนแยกไม่ออก อย่างไรก็ตามถ้าอาศัยสมบัติการนำไฟฟ้า ก็พอจะแยกออกได้ว่าของแข็งใดเป็นของแข็งประเภทไอออนิกหรือประเภทโคเวเลนต์แบบตาข่าย สำหรับของแข็งประเภทแรกไม่นำไฟฟ้าเมื่ออุณหภูมิต่ำ แต่จะเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดีเมื่ออุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลว ส่วนของแข็งประเภทหลังไม่นำไฟฟ้าเมื่ออุณหภูมิต่ำเช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กับประเภทแรก แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นการนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้น แต่ไม่ได้เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วฉับพลันถึงแม้อุณหภูมิจะสูงจนถึงจุดหลอมเหลวก็ตาม

สำหรับแกรไฟต์มีสมบัติแตกต่างไปเล็กน้อย กล่าวคือ มีลักษณะนุ่ม นำไฟฟ้าได้ เพราะมีอิเล็กตรอนเหลือเป็นอิสระอยู่ต่อมละ 1 อิเล็กตรอนจึงสามารถเคลื่อนที่ไปมาได้

### 1. ของแข็งโลหะหรือผลึกโลหะ (metallic solids หรือ metallic crystals)

ของแข็งประเภทนี้ ในโครงผลึกมีไอออนของโลหะ (ไอออนบวก) ล้อมรอบด้วยกลุ่มอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ไปมาได้โดยอิสระ และเคลื่อนที่ในสนามไฟฟ้าด้วย จึงทำให้โลหะมีสมบัตินำไฟฟ้าได้ พันธะโลหะเป็นแรงดึงดูดระหว่างอิเล็กตรอนกับไอออนบวก แรงดึงดูดนี้จะเท่ากันโดยสม่ำเสมอทุกทิศทางคือ ไม่มีทิศทางเฉพาะไอออนจึงเคลื่อนย้ายไปใกล้อิเล็กตรอนดังกล่าวนี้ได้โดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ จึงทำให้โลหะมีสมบัติเฉพาะอีกอย่างหนึ่ง คือเปลี่ยนแปลงรูปได้ มีความเหนียว สามารถดึงให้เป็นเส้น หรือตีให้เป็นแผ่นบางๆ ได้โดยไม่หัก แต่ถ้ามีอนุภาคอื่นปะปนเข้ามา การเลื่อนไปมาของอนุภาคในระนาบต่างๆ จะไม่สะดวกเหมือนเดิม ทำให้โลหะที่ได้มีความเหนียวลดลง หรือเปราะมากขึ้นกว่าเดิม

ผลึกของโลหะมักจะเป็นแบบบรรจุชิดสุดแบบเฮกซะโกนัล (hexagonal closest packing, hcp) หรือแบบลูกบาศก์กลางหน้า (Face-centered cubic: fcc) มากที่สุด จึงทำให้โลหะมีความหนาแน่นมากเมื่อเทียบกับธาตุอื่นๆ รูปผลึกแบบที่ 3 ของโลหะ คือแบบลูกบาศก์กลางตัว (body-centered cubic, bcc)

ผลึกของโลหะชนิดหนึ่งอาจมีโครงสร้างผลึกได้มากกว่าหนึ่งแบบ เช่น Ca ที่ทั้งแบบลูกบาศก์กลางหน้าและแบบบรรจุชิดสุดแบบเฮกซะโกนัล

ของแข็งทั้ง 4 ประเภทมีความแตกต่างในรายละเอียดภายในโครงผลึก เช่น มีแรงดึงดูดระหว่างอนุภาคในโครงผลึกแตกต่างกัน (ดังตารางที่ ก-1) แบบของโครงผลึกแตกต่างกัน เป็นต้น จึงเป็นเหตุให้ของแข็งเหล่านี้ที่มีสมบัติแตกต่างกัน

ตารางต่อไปนี้จะเปรียบเทียบให้เห็นถึงความแตกต่างของพลังงานที่ใช้ในการแยกอนุภาคในผลึกออกจากกัน ของแข็งใดที่มีแรงดึงดูดหรือแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอนุภาคในผลึกมาก พลังงานที่จะใช้ในการแยกอนุภาคก็จะมีค่าสูง

ตารางที่ ก-1 พลังงานที่ใช้แยกอนุภาคในของแข็ง

ประเภทของแข็ง	ตัวอย่าง	ชนิดของหน่วยอนุภาค	พลังงานที่ใช้แยกอนุภาคออกจากกัน(กิโลแคลอรี/โมล)
ไอออนิก	LiF	ไอออน	246.7
	NaCl		186.2
	AgCl		216
	ZnO		964

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประเภทของแข็ง	ตัวอย่าง	ชนิดของหน่วยอนุภาค	พลังงานที่ใช้แยกอนุภาคออกจากกัน (กิโลแคลอรี/โมล)
โมเลกุล	Ar	โมเลกุล	1.56
	Xe		3.02
	Cl <sub>2</sub>		4.88
	CO <sub>2</sub>		6.03
	CH <sub>4</sub>		1.96
โคเวเลนต์	C	อะตอม	170
	Si		105
	SiO <sub>2</sub>		433
โลหะ	Li	ไอออนบวก	38
	Ca		42
	Al		77
	Fe		99
	W		200

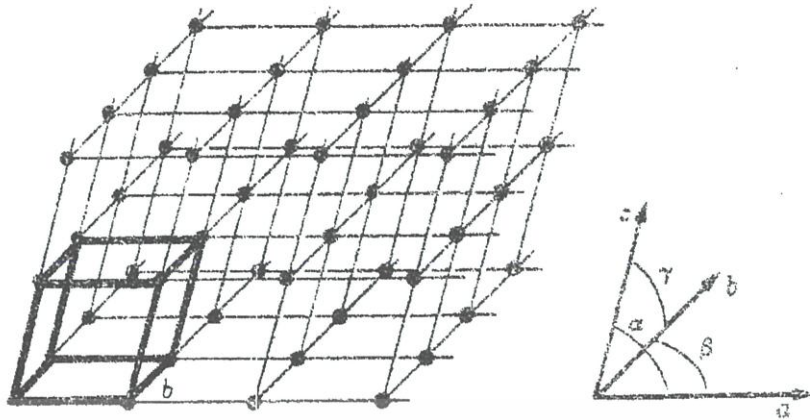
#### 1.4 การจำแนกประเภทผลึก

ในการศึกษาผลึกอย่างมีระบบนั้น เริ่มแรกก็อาศัยรูปร่างหรือลักษณะภายนอก ปะสมบัตินั้น ที่ตามองเห็นได้ ในปี ค.ศ. 1669 สเตนเซน (Stensen) ได้สังเกตเห็นว่าผลึกของควอตซ์มีมุมระหว่างหน้า เป็นอย่างเดียวกัน จากการศึกษาผลึก โดยการใช้เครื่องมือวัดมุมระหว่างหน้าชื่อโดนิโอมิเตอร์ (Goniometer) พบว่าได้ผลเช่นเดียวกัน ต่อมาได้มีการตั้งเป็นกฎของผลึกกล่าวว่า มุมระหว่างหน้าของผลึกแต่ละชนิดมีค่าคงที่

#### 1.5 ระบบของผลึก (crystal systems)

ดังได้กล่าวมาแล้วว่า การจัดเรียงตัวของอนุภาคต่างๆภายในผลึกเป็นระเบียบ มีโครงสร้างหรือตำแหน่งของอนุภาคที่ซ้ำกันเป็นระยะๆ ลักษณะความเป็นระเบียบอยู่ในขอบเขตที่เป็นสามมิติ เรียกว่า แลตทิซผลึก (crystal lattice) อนุภาคเล็กๆที่มีโครงสร้างแบบซ้ำๆ กันของโครงผลึกเรียกว่า เซลล์หน่วย (unit cell) ดังรูปที่ ก-2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-2 ตำแหน่งของอนุภาคในผลึก

เมื่อพิจารณาถึงหลักเกณฑ์เรขาคณิต สามารถแบ่งผลึกออกได้เป็น 7 ระบบ โดยอาศัยความแตกต่างกันทางความยาวของแกนผลึกและมุมระหว่างแกน ดังรูปที่ ก-3



รูปที่ ก-3 แกนและมุมระหว่างแกนของผลึก

OX, OY และ OZ

เป็นแกนที่ตั้งฉากซึ่งกันและกัน

A, b และ c

เป็นความยาวตามแนวแกน X, Y และ Z ตามลำดับ

$\alpha, \beta, \gamma$

เป็นมุมระหว่างแกนซึ่งต่างก็เท่ากับ  $90^\circ$

ระบบผลึกทั้ง 7 ระบบมีดังนี้

1. ลูกบาศก์

ด้านทั้ง 3 ของเซลล์หน่วยยาวเท่ากัน ทำมุม  $90^\circ$  ซึ่งกันและกัน (cubic) ตัวอย่าง เช่น ผลึกของ NaCl, KC,  $Pb(NO_3)_2$ , Fe, Cu และ Au

2. ออร์โธโรมบิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ด้านทั้ง 3 ยาวไม่เท่ากัน แต่ทำมุม  $90^\circ$  ซึ่งกันและกัน ตัวอย่างเช่น (orthorhombic) ผลึกของ  $K_2SO_4$ ,  $KNO_3$ ,  $KMnO_4$ , อะราโกไนต์ (aragonite,  $CaCO_3$ )  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  และ  $I_2$

### 3. เทตระโกนัล

ด้านยาวเท่ากัน 2 ด้าน ส่วนด้านที่ 3 มีความยาวต่างออกไป ด้านทั้ง 3 ทำมุม  $90^\circ$  (tetragonal) ซึ่งกันและกัน ตัวอย่างเช่น ผลึก  $Na_2SO_4$ ,  $KH_2PO_4$  และ แคสสิเทอไรต์ (cassiterite,  $SnO_2$ )

### 4. มอโนคลีนิก

ด้านทั้ง 3 ยาวไม่เท่ากัน ด้าน 2 ด้านทำมุมต่างกัน มุมหนึ่งซึ่งไม่เท่ากับ  $90^\circ$  (monoclinic) ส่วนด้านที่ 3 ทำมุม  $90^\circ$  กับด้านทั้ง 2 นั้น ตัวอย่างเช่น ยิปซัม (Gypsum,  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ), โบแรกซ์ (borax,  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ )  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  และ  $KClO_3$

### 5. รอมโบฮีดรัล

ด้านทั้ง 3 ยาวเท่ากัน มุมทั้ง 3 เท่ากันแต่ไม่เท่ากับ  $90^\circ$  (rhombohedral) ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $NaNO_3$ , แคลไซต์ (calicite,  $CaCO_3$ ),  $ZnCO_3$ , As, Sb และ Bi

### 6. ไตรคลีนิก

ด้านทั้ง 3 ยาวไม่เท่ากันและมุมระหว่างด้านทั้ง 3 ไม่เป็นมุมฉาก (triclinic) ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $K_2Cr_2O_7$  และ  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

### 7. เฮกซะโกนัล

ด้านเท่ากัน 2 ด้าน ทำมุม  $120^\circ$  อีกด้านหนึ่งมีความยาวต่างออกไปและ (hexagonal) ทำมุม  $90^\circ$  กับ 2 ด้านนั้น ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $CuS$ ,  $PbI_2$ , Mg, Be, Zn และแกรไฟต์ (graphite)

ใน ค.ศ. 1848 โอกุสต์ บราวเว (Auguste Bravais) ได้จำแนกโครงผลึกออกเป็น 14 แบบ ผลึกที่เกิดตามธรรมชาติจะต้องมีโครงผลึกแบบหนึ่งในจำนวน 14 แบบนี้ ถ้าผลึกของสารที่มีหน่วยอนุภาคเป็นกลุ่มที่ซับซ้อน เซลล์หน่วยก็จะมีโครงสร้างภายในที่ซับซ้อนด้วย

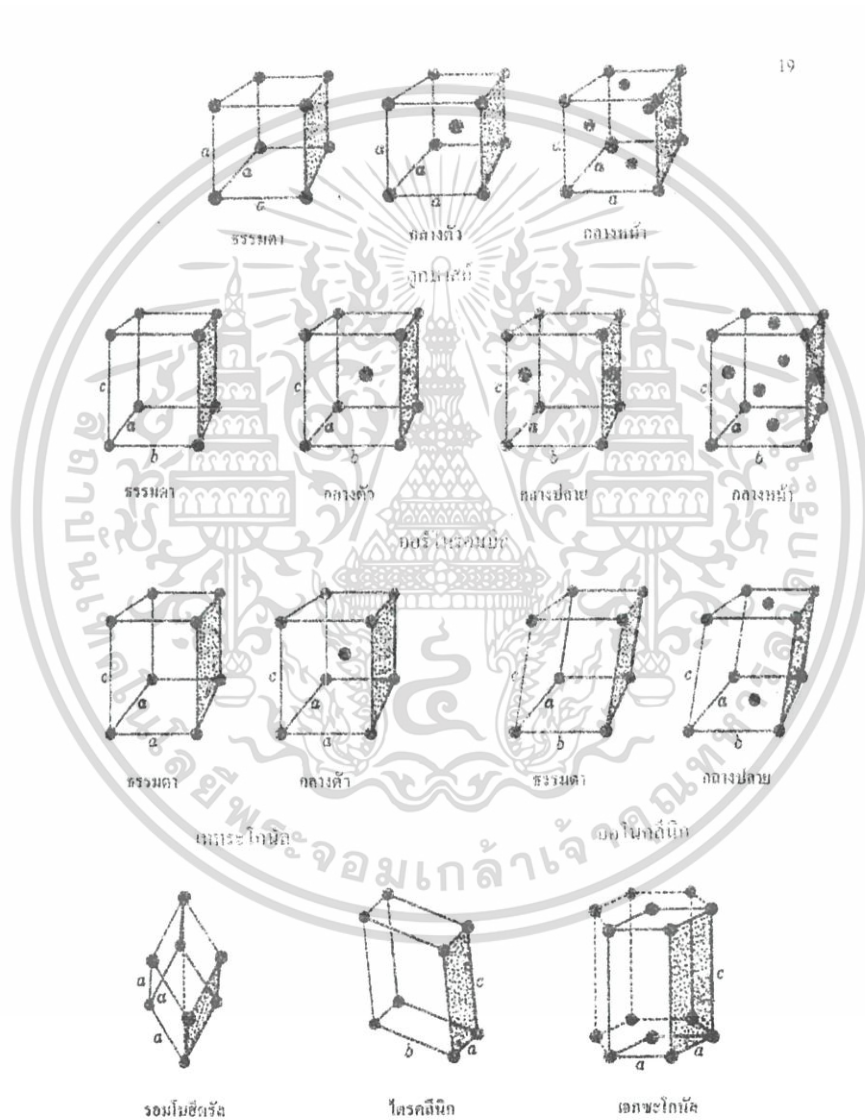
โครงผลึกทั้ง 14 แบบ เมื่อจัดเข้าตามระบบทั้ง 7 จะได้ดังตารางที่ 1.2 และรูปที่ ก-3

ตารางที่ ก-2 ระบบผลึกและแลตทิซบราวเว

ระบบ	มิติและมุมของเซลล์หน่วย	แลตทิซบราวเว
ลูกบาศก์ (cubic)	$A=b=c; \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	ธรรมดา (simple) กลางตัว (body-centered) กลางหน้า (face-centered)
ออร์โธโรมบิก (orthorhombic)	$a \neq b \neq c; \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	ธรรมดา (simple) กลางตัว (body-centered) กลางปลาย (end-centered) กลางหน้า (face-centered)
เทตระโกนัล tetragonal	$a=b \neq c; \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	ธรรมดา (simple) กลางตัว (body-centered)
มอโนคลีนิก monoclinic	$a=b \neq c; \alpha=\gamma=90^\circ \neq \beta$	ธรรมดา (simple) กลางปลาย (end-centered)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระบบ	มิติและมุมของเซลล์หน่วย	แลตทิซบราวเว
รอมโบฮีดรัล rhombohedral	$a=b\neq c; \alpha=\beta=\gamma\neq 90^\circ$	ซิมเมตริก (simple)
ไตรคลีนิก triclinic	$A \neq b \neq c ; \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	ซิมเมตริก (simple)
เฮกซะโกนัล hexagonal	$a=b\neq c ; \alpha=\beta=90^\circ; \gamma=120$	ซิมเมตริก (simple)



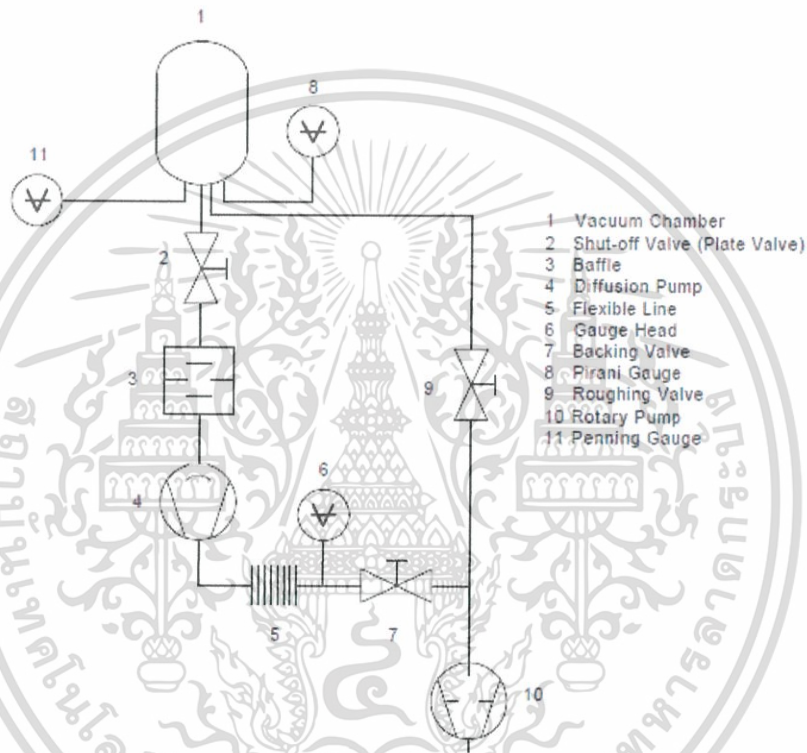
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### การใช้เครื่องสปีดเตอริง

#### 1. การสร้างสภาวะสุญญากาศ

ระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบฟิล์มบางในโครงการพิเศษนี้ประกอบด้วยเครื่องสูบลม 2 ชนิด ได้แก่ เครื่องสูบลมกลโรตารี และเครื่องสูบลมแบบแพร์ไอ ซึ่งต่อเข้ากับห้องเคลือบสุญญากาศดังรูปที่ ข-1



รูปที่ ข-1 แสดงระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ

เครื่องสูบลมกลโรตารีจะสามารถทำให้ความดันภายในห้องเคลือบลดลงจากความดันปกติเป็นความดันที่ต่ำถึง  $10^{-5}$  mbar และเครื่องสูบลมแบบแพร์ไอจะสามารถลดความดันจาก  $10^{-3} - 10^{-6}$  mbar

#### 1.1 การใช้เครื่องเคลือบระบบสุญญากาศ

1. นำวัสดุรองรับ (ในโครงการพิเศษนี้ใช้แผ่นรองรับซิลิกอน (Si)) ที่เตรียมไว้วางในตำแหน่งที่ต้องการ (ติดไว้ที่ขั้วแอโนด) ปิดห้องเคลือบให้สนิท ตรวจสอบความพร้อมของเครื่องเคลือบ
2. ทำการเปิดระบบสุญญากาศ โดยทำให้มีความดันภายในต่ำสุดตามต้องการ
3. ทำการเคลือบตามเงื่อนไขที่กำหนดไว้
4. ทำการปิดระบบเครื่องสูบลมสุญญากาศ
5. นำวัสดุรองรับออกจากห้องเคลือบสุญญากาศ
6. เปิดระบบเครื่องสูบลมสุญญากาศ เพื่อลดความดันภายในห้องเคลือบให้ได้ระดับ  $10^{-2}$  mbar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.2 วิธีการสร้างสภาวะสุญญากาศ

1. ตรวจสอบวาล์วทุกตัวว่าอยู่ในสถานะปิด (off)
2. เปิดเครื่องสูบลมโรตารี (เครื่องสูบลมโรตารีทำงานปกติจะมีความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar)
3. เปิดวาล์วท้าย เพื่อสูบลมออกจากเครื่องสูบลมแบบแพรวไธ ผ่านท่อจนกระทั่งมีความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar
4. ตัมน้ำมันของเครื่องสูบลมแบบแพรวไธ (ใช้เวลา 20-30 นาที เครื่องสูบลมจึงพร้อมใช้งาน)
5. ขั้นแรกเป็นการสร้างสภาวะสุญญากาศ โดยใช้เครื่องสูบลมโรตารีสูบลมอากาศภายในห้องเคลือบออกสู่บรรยากาศ ดังนี้

### 5.1 เปิดวาล์วหยาบ (roughing valve)

5.2 ปิดวาล์วท้าย (backing valve) เพื่อให้เครื่องสูบลมโรตารีสูบลมอากาศออกจากห้องเคลือบจนมีความดันภายในห้องเคลือบลดต่ำประมาณ  $10^{-2}$  mbar จึงปิดวาล์วท้าย

6. ขั้นตอนถัดมา ทำการลดความดันภายในห้องเคลือบให้มีความดันต่ำกว่า  $10^{-2}$  mbar โดยเครื่องสูบลมแบบแพรวไธ ดังนี้

### 6.1 ทำการเปิดวาล์วท้าย

6.2 ปิดวาล์วหยาบ เพื่อให้เครื่องสูบลมแบบแพรวไธทำงานต่อเนื่องกับเครื่องสูบลมโรตารี

6.3 เปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อลดความดันภายในห้องเคลือบ (เครื่องสูบลมแบบแพรวไธจะสูบลมอากาศออกจากห้องเคลือบผ่านเครื่องสูบลมโรตารีสู่บรรยากาศภายนอก)

7. ความดันภายในห้องเคลือบจะลดลงไปเรื่อยๆ จนได้ความดันที่ต้องการ เรียกว่า ความดันต่ำสุด (base pressure) ในโครงการพิเศษนี้ใช้ความดันต่ำสุดในการศึกษาอยู่ในระดับ  $10^{-5}$  mbar

## 1.3 การปิดระบบเครื่องเคลือบสุญญากาศ

1. ทำการตรวจสอบการปิด-เปิด วาล์วต่างๆ ดังนี้

1.1 ปิดวาล์วสุญญากาศสูง (high vacuum valve)

1.2 ปิดวาล์วหยาบ (roughing valve)

1.3 เปิดวาล์วท้าย (backing valve)

2. หยุดการทำงานของเครื่องสูบลมแบบแพรวไธ ด้วยการหยุดการตัมน้ำมันของเครื่องสูบลมแบบแพรวไธ เพื่อลดความร้อนของน้ำมัน (ใช้เวลา 20-30 นาที)

3. ในขณะที่รอเครื่องสูบลมแบบแพรวไธหยุดทำงาน เครื่องสูบลมโรตารีต้องทำงานต่อ (ห้ามปิด)

4. เมื่อเครื่องสูบลมแบบแพรวไธหยุดทำงาน จึงจะทำการปิดเครื่องสูบลมโรตารีได้

5. ปิดวาล์วท้าย (backing valve)

6. เปิดวาล์วปล่อย (vent valve) ของเครื่องสูบลมโรตารี เพื่อเพิ่มความดันใน backing line

## 1.4 ข้อเสนอแนะในการใช้เครื่องเคลือบระบบสุญญากาศ

1. เงื่อนไขเริ่มต้นของระบบสุญญากาศ ก่อนสร้างภาวะสุญญากาศจะต้องมีภาวะดังนี้

1.1 วาล์วทุกตัวจะต้องอยู่ในสถานะปิด

1.2 มาตรฐานวัดความดันอยู่ในสถานะปิด

1.3 ระบบทั้งหมดต้องอยู่ที่ความดันบรรยากาศ

2. ห้ามจ่ายไฟฟ้าให้กับขดลวดความร้อนของเครื่องสูบลมแบบแพรวไธ ถ้าเครื่องสูบลมโรตารียังไม่

ทำงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.การสร้างภาวะสุญญากาศโดยการสูบล้ออากาศออกจากห้องเคลือบ เริ่มต้นจากการเปิดเครื่องสูบล้อโรตารี และตรวจสอบความดันท่อของเครื่องสูบล้อแบบแปรไอต้องต่ำกว่า  $10^{-1}$  เปิดน้ำหล่อเย็นเครื่องสูบล้อแปรไอ แล้วทำการจ่ายไฟฟ้าให้กับขดลวดความร้อน เมื่อเครื่องสูบล้อแปรไอเริ่มทำงานไปประมาณ 30 นาที เปิดมาตรวัดสุญญากาศสูง จะสังเกตเห็นว่าความดันในระบบสุญญากาศจะอยู่ในระดับสุญญากาศสูง

4.ในขั้นตอนการปิดการสร้างสภาวะสุญญากาศมีอีกวิธีหนึ่งที่ทำได้คือ เมื่อปิดเครื่องสูบล้อแปรไอ เราอาจแยกเครื่องสูบล้อแปรไอในทันที โดยปิดวาล์วท้าย แต่ต้องทำการหล่อเย็นจนกว่าน้ำมันจะเย็นลง

5.โดยปกติแล้ว วาล์วท้ายและวาล์วหยาบจะไม่เปิดในเวลาเดียวกัน เพราะถ้าเปิดพร้อมกันจะทำให้มีปัญหากับการทำงานของเครื่องสูบล้อแปรไอ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้