

อิทธิพลของการไบอัสที่ขั้วแอโนดต่อสมบัติเชิงโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของฟิล์มบางไทเทเนียมได โบไรด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง



ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

เมษายน 2564 ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม Influence of Anode Bias Voltage on the Structural and Mechanical Properties of Titanium Diboride Thin Films Deposited by DC Magnetron Sputtering Technique



for Master of Science (Physics)

April 2021

Copyright of Mahasarakham University



คณะกรรมการสอบวิทยานิพน<mark>ธ์</mark>

____ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร. วิรัตน์ เจร<mark>ิญบุญ</mark>)

____อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผศ. ดร. พิษณุ พูลเ<mark>จริญศิลป์</mark>)

กรรมการ

(ผศ. ดร. อ<mark>าทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน)</mark>

.....กรรมการ

(ดร. นิติศักดิ์ ปาสาจะ)

มหาวิทยาลัยอนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

(ศ. ดร. ไพโรจน์ ประมวล)	(รศ. ดร. กริสน์ ชัยมูล)
คณบดีคณะวิทยาศาสตร์	คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
131	50 601

ชื่อเรื่อง	อิทธิพลของการไบอัสที่ขั้วแอโนดต่อสมบัติเชิงโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของ
	ฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง
ผู้วิจัย	อรรถพล ชื่นประโคน
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พิษณุ พูลเจริญศิลป์
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิ <mark>ต</mark> สาขาวิชา ฟิสิกส์
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารค <mark>า</mark> ม ปีที่พิมพ์ 2564

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมพิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB₂) ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีต รอนสปัตเตอริง จากเป้าสารประกอบไทเทเนียมไดโบไรด์ บนชิ้นงานซิลิกอน (100) เพื่อศึกษาอิทธพล จากการปรับเปลี่ยนศักย์บวกที่ขั้วแอโนดในช่วง 0 ถึง 150 V ที่มีต่อสมบัติของพลาสมา ด้วยหัววัด แลงเมียร์ จากการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มศักย์แอโนดจะส่งผลทำให้ศักย์พลาสมามีค่าเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง -0.41 ถึง 111.76 V สำหรับพลังงานไอออนของแก๊สอาร์กอน วัดด้วยหัววัดพลังงงานไอออนแบบ สนามหน่วงซึ่งก็พบว่าพลังงานไอออนมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง และสมบัติต่างต่างๆ ของฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดโบไรด์ 0.22 ถึง 138.41 eV เมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น ส่วนฟิล์มบาง TiB₂ แบ่งการ วิเคราะห์เป็นสมบัติเชิงโครงสร้าง ปรากฏโครงสร้างของผลึกแบบหกเหลี่ยมที่ระนาบ (001) ของ TiB₂ ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และความหนาแน่นของฟิล์มมีค่ามากที่สุดที่ เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V ซึ่งมีค่าเป็น 4.47 g/cm³ สมบัติเชิงไฟฟ้าวัดด้วยเทคนิคหัววัดสี่จุด ซึ่งสภาพ การนำไฟฟ้าของฟิล์มมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นเมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น สำหรับผลที่ได้จากภาพถ่าย ภาคตัดขวางด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ทำให้ทราบว่าฟิล์มมีความหนา ประมาณ 750 nm และความแข็งของฟิล์มวัดด้วยเทคนิค nanoindentation โดยที่เงื่อนไขศักย์ แอโนด 75 V ฟิล์มมีค่าความแข็งที่สูงที่สุดเป็น 31.37 GPa

คำสำคัญ : ดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง; แอโนดไบอัส; สมบัติพลาสมา; พลังงานไอออน; สมบัติของ ฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์

TITLE	Influence of Anode Bias	s Voltage on the	e Structural and Mechanical
	Properties of Titanium I	Diboride Thin Fi	lms Deposited by DC
	Magnetron Sputtering T	echnique	
AUTHOR	Auttapon Chuenprakho	n	
ADVISORS	Assistant Professor Phit	sanu Poolcharua	ansin , Ph.D.
DEGREE	Master of Science	MAJOR	Physics
UNIVERSITY	Mahasarakham	YEAR	2021
- 11	University		
	ABS	TRACT	

In this research, titanium diboride (TiB₂) thin film was prepared using DC magnetron sputtering technique. From target compound titanium diboride on the Si wafer (100). To study the influence of positive bias voltage at an anode electrode in the range of 0 to 150 V. On the properties of the plasma with a Langmuir probe. From the results, we found that Increasing the anode voltage increases the plasma potential in the range of -0.41 to 111.76 V. For the ion energy of Ar gas. Measured with a retarding field analyzer probe, we found that the ion energy tended to increase in the range of 0.22 to 138.41 eV when increasing anode voltage. For structural properties of films, showed hexagonal TiB_2 structure with (001) preferred orientation, which was analyzer by XRD. The density of films was the highest at an anode voltage of 75 V, which was 4.47 g/cm^3 . The electrical properties were measured by a four-point probe technique. the electrical conductivity of film tends to increase as the anode voltage increase. For the results obtained from the cross-section images with the scanning electron microscope technique. we found that the TiB₂ thin film has a thickness of approximately 750 nm and the hardness of the film had the highest hardness value of 31.37 GPa.

Keyword : DC magnetron sputtering; anode biasing; plasma properties; ion energy; properties of titanium diboride thin film.



กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้จะไม่สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีหากไม่ได้รับความช่วยเหลือจากผู้มีส่วน เกี่ยวข้องทั้งหลายอันได้แก่ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.พิษณุ พูลเจริญศิลป์ ที่ได้เสียสละเวลา ให้ความรู้ แนะนำ และคำปรึกษาที่ดีมาโดยตลอด ขอขอบคุณคณะกรรมการสอบทั้ง ผศ.ดร.วิรัตน์ เจริญ บุญ ผศ.ดร.อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน และ ดร.นิติศักย์ ปาสาจะ ที่ได้สละเวลาในการให้คำแนะนำการปรับปรุง วิทยานิพนธ์นี้ให้สมบูรณ์ ขอขอบคุณ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ที่ให้การสนับสนุนการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และขอขอบคุณศูนย์ความเป็นเลิศ ทางฟิสิกส์ ที่ให้การสนับสนุนทุนในการทำวิจั<mark>ยนี้</mark>

ขออขอบคุณนิสิตชั้นปีที่ 4 ปริญญาโท และปริญญาเอกทุกท่านในหน่วยวิจัยเทคโนโลยี พลาสมา ที่คอยให้คำปรึกษาและให้ความช่<mark>วยเหลื</mark>อมาโดยตลอด และที่สำคัญที่สุด คือ ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์มหาวิทยาลัยมหา<mark>สารคา</mark>มทุกท่านที่ประสิทธิ์ประสทวิชาความรู้ทางด้านฟิสิกส์



หน้	์า
บทคัดย่อภาษาไทย	9
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ช
สารบัญ	ซ
สารบัญตาราง	ฏ
สารบัญรูปภาพ	จี
บทที่ 1	1
บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาของการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	2
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย	3
1.5 สถานที่ทำการวิจัย	3
1.6 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย	4
1.7 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย	5
บทที่ 2	6
ปริทัศน์เอกสารข้อมูล	6
2.1 ทบทวนวรรณกรรมและเอกสารที่เกี่ยวข้อง	6
2.2 หลักการของการไบอัส	2
2.2.1 วิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศักย์บวก (Positive–Plasma–Bias Method, PPB) 1	2
2.2.2 วิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบ (Negative–Target–Bias Method, NTB)	4

2.2.3 วิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์บวก (Positive–Target–Bias Method, PTB)	14
2.2.4 วิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศักย์ลบ (Negative–Plasma–Bias Method, NPB)	15
2.3 การเคลือบสปัตเตอริง	16
2.3.1 หลักการของกระบวนการสปัตเ <mark>ตอ</mark> ริง	17
2.3.2 ค่ายีลด์ของการสปัตเตอริง	18
2.3.3 ระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริ <mark>ง</mark>	19
2.4 โครงสร้างของฟิล์มบาง	20
2.5 หลักการตรวจวัดสมบัติของพลาสมา	23
2.6 หลักการตรวจวัดพลังงานของไอออ <mark>น</mark>	25
2.6 การวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างแล <mark>ะสมบั</mark> ติเชิงกลของฟิล์มบาง	29
2.6.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (<mark>X-Ray D</mark> iffraction, XRD)	29
2.6.2 การสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Reflectivity, XRR)	31
2.6.2.1 ความหนาข <mark>องฟิล์ม</mark>	32
2.6.2.2 ความหนา <mark>แน่นของฟิล์ม</mark>	33
2.6.2.3 ความขรุขระขอ <mark>งพื้นผิว</mark>	33
2.7 การวัดสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเท <mark>คนิคหัววัด 4 จุด</mark> (Four-point probe)	34
2.8 การวัดความแข็งของฟิล์มด้วยเทคนิค nanoindentation measurement	35
บทที่ 3	38
วิธีการดำเนินงานวิจัย	38
3.1 ระบบสุญญากาศ	39
3.1.1 การพัฒนาระบบเคลือบฟิล์มบางแมกนี้ตรอนสปัตเตอริง	39
3.1.2 ระบบสุญญากาศ	40
3.1.3 ขั้นตอนการเดินและหยุดระบบสุญญากาศ	41
3.2 การดำเนินงาน	43

3.2.1 การวัดอัตราการตกสะสมด้วยผลึกควอตซ์	
3.2.2 การวัดสมบัติของพลาสมา	
3.2.3 การวัดพลังงานไอออน	
3.2.4 การวัดค่าความต้านทานด้วยหัว <mark>ว</mark> ัด 4 จุด	
3.2.5 การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์	
3.2.5.1 การทำความสะอาดชิ้นงาน	
3.2.5.2 การเคลือบฟิล์มบางด้ว <mark>ยเ</mark> ทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง.	
3.3 วิธีการวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมได <mark>โบ</mark> ไรด์	
3.3.1 การใช้งานเครื่อง XRD ในโห <mark>มด Gra</mark> zing Incidence Diffraction ((GID) 49
3.3.2 การใช้งานเครื่อง XRD ในโห <mark>มด</mark> X-Ray Reflectometry (XRR)	51
3.3.3 การปรับเส้นโค้งสเปกตรัม X-Ray <mark>R</mark> eflectivity	
บทที่ 4	
ผลการดำเนินงานวิจัย	57
4.1 ผลการศึกษาการไบอัสศัก <mark>ย์บวกที่ขั้วแอโนด</mark>	57
4.2 ผลการศึกษาอัตราการตกสะสมข <mark>องเป้าไทเทเนี</mark> ยมไดโบไรด์	65
4.3 ผลการศึกษาสมบัติของพลาสม <mark>าของเป้าไทเทเนี</mark> ยมไดโบไรด์	67
4.4 ผลการศึกษา <mark>พลังงานไอออนของเป</mark> ้าไทเทเนียมไดโบไรด์	
4.5 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์	
4.6 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มบาง TiB ₂	
4.7 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติการนำไฟฟ้าของฟิล์มบาง TiB ₂	
4.8 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกลของฟิล์มบาง TiB ₂	
บทที่ 5	
สรุป อภิปรายผลและข้อเสนอแนะ	95
5.1 สรุปผลการวิจัย	95



สารบัญตาราง

۲ ۱	่งน้ำ
ตาราง 1. 1 แผนการดำเนินงานวิจัย	4
ตาราง 1. 2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย	5
ตาราง 2. 1 สมบัติเชิงกลและความร้อนของฟิ <mark>ล์</mark> มชนิดต่างๆ [12]	7
ตาราง 2. 2 แสดงค่าเฉลี่ยของขนาดเกรนแล <mark>ะค่</mark> าความขรุขระของ TiB2 – Cu ที่ความค่าเข้มข้นขอ) 9
ทองแดงต่างๆ [14]	. 10
ตาราง 2. 3 สมบัติของการเคลือบฟิล์ม Ti/TiB2 [16]	. 11
ตาราง 2. 4 ค่ายีลด์ของการสปัตเตอร์ของ <mark>ธาตุแต่</mark> ละชนิด [20]	. 19
ตาราง 4. 1 ความหนาของฟิล์มที่ศักย์แอโ <mark>นดต่างก</mark> ัน	.79
ตาราง 4. 2 แสดงตำแหน่งการเลี้ยวเบนรัง <mark>สีเอกซ์ แ</mark> ละขนาดของผลึก	. 85
ตาราง 4. 3 ค่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มที่ศักย์แอโนดต่างกัน	. 88
ตาราง 4. 4 แสดงค่าความหนาข <mark>องฟิล์ม ค่าความต้านทานเ</mark> ชิงแผ่น และสภาพต้านทานไฟฟ้า	. 89



สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2. 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค <mark>ว</mark> ามแข็งกับศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการไบอัส [13]	8
รูปที่ 2. 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการไบอัส [13]	8
รูปที่ 2. 3 เป็นการแสดงภาคตัดขวางของการ <mark>เค</mark> ลือบฟิล์ม Ti/TiB ₂ แบบหลายชั้น [16]	11
รูปที่ 2. 4 (a) การจัดเรียงของขั้วไฟฟ้า (b) ก <mark>าร</mark> กระจายตัวของศักย์ไฟฟ้า และ (c) ทิศทางของ กระแสไฟฟ้าด้วยวิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศ <mark>ักย์บ</mark> วก [18]	12
รูปที่ 2. 5 (a) การจัดเรียงของขั้วไฟฟ้า (b) การกระจายตัวของศักย์ไฟฟ้า และ (c)ทิศทางของกระแสไฟฟ้าด้วยวิธีการไบอ <mark>ัสเป้าวัส</mark> ดุด้วยศักย์ลบ [18]	14
รูปที่ 2. 6 การจัดเรียงของขั้วไฟฟ้า การกร <mark>ะจายตั</mark> วของศักย์ไฟฟ้า และทิศทางของกระแสไฟฟ้า ด้วยวิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบ [18]	15
รูปที่ 2. 7 ไดอะแกรมระบบสปัตเตอริง	16
รูปที่ 2. 8 การเกิดปรากฏการณ์ส <mark>ปัตเตอริงที่เป้าวัสดุด้วยอนุ</mark> ภาคพลังงานสูง	18
รูปที่ 2. 9 การแสดงภาคตัดขวาง <mark>ของระบบดีซีแมกนีตรอนส</mark> ปัตเตอริง	20
รูปที่ 2. 10 ไดอะแกรมโครงสร้างฟิล์มที่ <mark>เสนอโดย Th</mark> ornton [24]	21
รูปที่ 2. 11 ไดอะแกรมโครงสร้างฟิล์มที่เสนอโดย Anders [10]	22
รูปที่ 2. 12 เส้นโค้งลักษณ <mark>ะเฉพาะขอ</mark> ง I-V ที่ได้จากการวัดด้วยหัววัดแลงเมียร์	23
รูปที่ 2. 13 ไดอะแกรมแนวการเคลื่อนที่ของไอออนในหัววัดพลังงานแบบสนามหน่วง	26
รูปที่ 2. 14 ฟังก์ชันการกระจายตัวของพลังงานไอออน	27
รูปที่ 2. 15 แบบจำลองสำหรับกฎของแบร็กก์	29
รูปที่ 2. 16 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ [6]	30
รูปที่ 2. 17 การสะท้อนของรังสีเอกซ์บนฟิล์มทอง [31]	32
รูปที่ 2. 18 เส้นโค้งการสะท้อนของรังสีเอกซ์บน ฟิล์มทอง ทองแดง และซิลิกอนไดออกไซด์	
(ความหนาฟิล์ม 20 nm) [31]	33

รูปที่ 2. 19 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเส้นโค้งการสะท้อนของรังสีเอกซ์กับมุม [31]	34
รูปที่ 2. 20 การวัดค่าความต้านทานด้วยหัววัด 4 จุด [32]	35
รูปที่ 2. 21 Indentation load และ Indentation displace curve b) กระบวนการ loading-	
unloading และตัวแปรที่สำคัญ [34]	36
รูปที่ 3. 1 ไดอะแกรมของการดำเนินงานวิจัย	38
รูปที่ 3. 2 ระบบเคลือบฟิล์มบางแมกนีตรอนสปัตเตอริง	39
รูปที่ 3. 3 ไดอะแกรมแสดงระบบสุญญากาศ	40
รูปที่ 3. 4 ไดอะแกรมสำหรับควบคุบการดำเนินงานของระบบ	41
รูปที่ 3. 5 อะแกรมแสดงการติดตั้งระบบกา <mark>รวัดอ</mark> ัตราการตกสะสม	43
รูปที่ 3. 6 ไดอะแกรมการวัดสมบัติของพล <mark>าสมา</mark>	44
รูปที่ 3. 7 ไดอะแกรมหัววัดพลังงานไอออน	45
รูปที่ 3. 8 (a) ไดอะแกรมการต่อหัววัดสี่จุ <mark>ดกับเครื่อ</mark> ง SMU (b) การติดตั้งหัววัด 4 จุด	46
รูปที่ 3. 9 ไดอะแกรมการติดตั้งอุปกรณ์เครื่อง XRD ในโหมด Grazing Incidence Diffraction ((GID)
	49
รูปที่ 3. 10 แถบหน้าต่างของโปรแกรมสั่งการเครื่อง XRD	50
รูปที่ 3. 11 กราฟที่ได้จากการ Scan type Z	50
รูปที่ 3. 12 แถบหน้าต่างการตั้งค <mark>่าสำหรับหรับการวัด XRD ในโห</mark> มด GID	51
รูปที่ 3. 13 <mark>ไดอะแกรมการติดตั้ง</mark> อุปกรณ์เครื่อง XRD ในโหมด X -Ray Reflecto metry (XRR)	51
รูปที่ 3. 14 แถบหน้าต่างการตั้งค่าสำหรับหรับการวัด XRD ในโหมด XRR	51
รูปที่ 3. 15 หน้าต่างแสดงตัวอย่างชั้นฟิล์มที่ระบุค่าความหนา ความขรุขระ และความหนาแน่นขอ	09
ฟิล์มที่ทำการจำลอง	52
รูปที่ 3. 16 หน้าต่างที่แสดงช่วงมุม 2Theta ในการวิเคราะห์ตั้งแต่ 0 ถึง 4 องศา	53
รูปที่ 3. 17 แสดงแถบหน้าต่างในโหมดของอุปกรณ์ที่เลือกใช้เป็น Not used	53
รูปที่ 3. 18 หน้าต่างแสดงการเลือกข้อมูลที่ได้กับการจำลอง	53

รูปที่ 3. 19 หน้าต่างแสดงแถบที่ใช้กดเพื่อเริ่มการจำลอง	54
รูปที่ 3. 20 แสดงเส้นโค้งเฉพาะการจำลอง	54
รูปที่ 3. 21 หน้าต่างแสดงปุ่มกด Create Fit Curve	54
รูปที่ 3. 22 หน้าต่างแสดงข้อมูลในการกรอก <mark>ก่อ</mark> นการจำลอง	55
รูปที่ 3. 23 แสดงเส้นโค้งที่ได้จากการทดลอง และเส้นโค้งที่ได้จากการจำลอง	55
รูปที่ 3. 24 หน้าต่างแสดงตัวอย่างชั้นฟิล์มที่ร <mark>ะบุ</mark> ค่าความหนา ความขรุขระ และความหนาแน่นของ ฟิล์มที่ทำการจำลอง	ו 56
รูปที่ 4. 1 ไดอะแกรมระบบแมกนีตรอนสปัต <mark>เตอ</mark> ริงแบบหัวเดียว	58
รูปที่ 4. 2 ฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ที่เงื่อนไข (a) ศักย์แอโนด 100 V (b) ศักย์แอโนด 125 V และ (c) ศักย์แอโนด 100 V และ 125 V เ <mark>มื่อเวลา</mark> ผ่านไป 4 ชั่วโมง	58
รูปที่ 4. 3 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เ <mark>ท่า แสด</mark> งภาพพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ที่ เงื่อนไขศักย์แอโนดไบอัส 0 25 50 และ 7 <mark>5 V</mark>	59
รูปที่ 4. 4 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เท่า แสดงภาพภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไ ที่เงื่อนไขศักย์แอโนดไบอัส 0, 25 <mark>, 50 และ 75 V</mark>	.รด์ 60
รูปที่ 4. 5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรั <mark>งสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเท</mark> เนียมไดโบไรด์	61
รูปที่ 4. 6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง <mark>ความหนา ควา</mark> มขรุขระ และความหนาแน่นของฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดโบไรด์เทียบกับศักย์แอโนด	62
รูปที่ 4. 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดหับความลึกของหัวกดของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย แอโนด 0, 2 <mark>5, 50 และ</mark> 75 V	ۇ 63
รูปที่ 4. 8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความแข็ง และสภาพยืดหยุ่นขของแข็ง เทียบกับศักย์แอโนดไบอัส	64
รูปที่ 4. 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าพลังงานไอออนที่ตำแหน่งสูงสุดของพีค เทียบกับศักย์แอโนดไบอัส	65
รูปที่ 4. 10 อัตราการตกสะสมของเป้า TiB ₂ ที่กำลังไฟฟ้า และศักย์แอโดต่างกัน	66
รูปที่ 4. 11 กราฟแสดงลักษณะเฉพาะของกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้า	67

รูปที่ 4. 12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอนุพันธ์อันดับสองของกระแสและศักย์ไฟฟ้าของหัววัด เทียบกับศักย์ไฟฟ้าของหัววัด
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ลอยและศักย์พลาสมาเทียบกับศักย์แอโนดที่ต่างกัน
รูปที่ 4. 14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง <mark>ศัก</mark> ย์ลอยและศักย์พลาสมาเทียบกับกำลังไฟฟ้าต่างกัน69
รูปที่ 4. 15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง <mark>ศัก</mark> ย์ลอยและศักย์พลาสมา ความดันแก๊สต่างกัน
รูปที่ 4. 16 กราฟฟังก์ชันการกระจายตัวของ <mark>พล</mark> ังงานไอออนที่ศักย์แอโนดต่างกัน
รูปที่ 4. 17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของไอออนกับพลังงานของไออน เทียบกับศักย์แอโนดที่ค่าต่างกัน72
รูปที่ 4. 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่ <mark>างความ</mark> หนาแน่นของไอออนกับพลังงานของไออนเทียบกับ กำลังไฟฟ้าที่ค่าต่างกัน
รูปที่ 4. 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว <mark>่างความ</mark> หนาแน่นของไอออนกับพลังงานของไออน เทียบกับความดันแก๊สขณะเคลือบ
รูปที่ 4. 20 ภาพถ่ายจากกล่องดิจิ <mark>ตอล แสดงลักษณะทางกา</mark> ยภาพของฟิล์มบางบนแผ่นซิลิกอนที่ เคลือบด้วยเงื่อนไขการปรับค่าศักย์ <mark>แอโนด</mark> 75
รูปที่ 4. 21 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย <mark>50 เท่า แสดง</mark> (a) พื้นผิว (b) ภาคตัดขวางและความหนาของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0 V บน <mark>แผ่นซิลิกอนระน</mark> าบ (100)
รูปที่ 4. 22 ภาพถ่าย SEM ก <mark>ำลังขยาย 50 เท่า แสดง (a) พื้นผิว (b) ภาค</mark> ตัดขวางและความหนาของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V บนแผ่นซิลิกอนระนาบ (100)
รูปที่ 4. 23 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เท่า แสดง (a) พื้นผิว (b) ภาคตัดขวางและความหนาของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 150 V บนแผ่นซิลิกอนระนาบ (100)
รูปที่ 4. 24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มชั้น Ti interlayer, TiB ₂ layer และ ผลรวมความหนาของทั้ง 2 ชั้น ที่เงื่อนศักย์แอโนด 0, 75 และ 150 V
รูปที่ 4. 25 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเป้าวัสดุไทเทเนียมโบไรด์
รูปที่ 4. 26 ปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0 V

รูปที่ 4. 27 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 25 V
รูปที่ 4. 28 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 50 V
รูปที่ 4. 29 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V
รูปที่ 4. 30 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอก <mark>ซ์</mark> ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 125 V83
รูปที่ 4. 31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 150 V
รูปที่ 4. 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอก <mark>ซ์ข</mark> องเป้า TiB ₂ และฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนดต่างๆ
รูปที่ 4. 33 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความ <mark>กว้า</mark> งพืคที่ความสูงครึ่งหนึ่งของยอดพืคที่ระนาบ 001 และขนาดของผลึกเทียบกับศักย์แอโนดที่ต่างกัน
รูปที่ 4. 34 รูปแบบเส้นโค้งจาการวิเคราะห์ <mark>ด้วยเท</mark> คนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ และเส้นโค้งที่ได้จาก การจำลองด้วยโปรแกรม Leptos 7
รูปที่ 4. 35 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างคว <mark>ามหนา</mark> ความขรุขระ และความหนาแน่นของฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดโบไรด์เทียบกับศักย์แอโนดที่ค่าต่างกัน
รูปที่ 4. 36 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มบาง เทียบกับค่าศักย์แอโนดที่ต่างกัน
รูปที่ 4. 37 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มบาง เทียบกับเงื่อนไขฟิล์มบาง TiB0 TiB75 <mark>และ TiB150</mark> 90
รูปที่ 4. 38 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB0 91
รูปที่ 4. 39 <mark>กราฟแสดงความสัมพันธ์</mark> ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB25 91
รูปที่ 4. 40 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB50 92
รูปที่ 4. 41 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB75 92
รูปที่ 4. 42 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB12593
รูปที่ 4. 43 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB15093
รูปที่ 4. 44 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความแข็ง และสภาพยืดหยุ่นของแข็ง
เทียบกับศักย์แอโนดไบอัสที่ต่างกัน94

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความเป็นมาของการวิจัย

ในปัจจุบันฟิล์มบางถูกนำมาใช้งานอย่างแพร่หลายในทางอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมยาน ยนต์ เซลล์แสงอาทิตย์ อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น สำหรับกระบวนการที่ใช้ในการสร้างฟิล์ม บาง แบ่งได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ กระบวนการเคลือบด้วยไอเชิงเคมี (Chemical Vapor Deposition, CVD) และกระบวนการเคลือบด้วยไอเชิงฟิสิกส์ (Physical Vapor Deposition, PVD) ซึ่งการที่จะนำฟิล์มบางมาใช้ประโยชน์ให้ได้ประสิทธิภาพ และเหมาะกับการใช้งานตามสมบัติของ ฟิล์มบาง สามารถแบ่งออกได้เป็น สมบัติเชิงกล สมบัติเชิงไฟฟ้า และสมบัติเชิงแสง นอกจากนี้ฟิล์ม บางยังถูกนำมาเคลือบเพื่อความสวยงาม ท<mark>ำให้มูล</mark>ค่าของสิ่งนั้นๆ เพิ่มขึ้น

้งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางจ<mark>ากเป้าวั</mark>สดุไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB₂) ที่มีสมบัติเชิงกล และ ้เชิงเคมีที่ดี ซึ่งไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB₂) จ<mark>ัดเป็นสา</mark>รประกอบที่ประกอบด้วยธาตุไทเทเนียม (Ti) [1] ที่ ้มีความแข็งที่สูง มีความเหนี่ยว ความ<mark>หนาแน่นต่ำ ส</mark>ามารถป้องกันการ<mark>กัดกร่</mark>อนได้ดี ไม่เป็นพิษต่อ ้ร่างกายและสิ่งแวดล้อม และมีน้ำห<mark>นักเบา เนื่องจากไทเทเนี</mark>ยมเป็นธาตุที่มีความหนาแน่นต่ำประมาณ 60% ของความหนาแน่นเหล็ก ท<mark>ำให้สามารถที่จะปรับปรุง</mark>สมบัติที่มีอยู่เดิมให้ดียิ่งขึ้นได้ด้วยการเจือ ซึ่งธาตุที่นำมาเจือคือโบรอน (B) [2] เป็นสารกึ่งโลหะ โบรอนพบมากในแร่บอแรกซ์ ซึ่งมี 2 อัญรูป ได้แก่ amorphous boron เป็นผงสีน้ำตาล และ metallic boron มีสีดำ รูปแบบที่เป็นโลหะมีความ แข็งมาก (9.3 บนมาตราของโมห์) แ<mark>ต่นำไฟฟ้าได้ไม่</mark>ดีที่อุณหภูมิห้อง เมื่อทำให้อุณหภูมิสูงขึ้นจะ ้สามารถนำไฟฟ้าได้ดีขึ้น ธาตุโบรอนช่วยเพิ่มความสามารถในการชุบแข็งให้แก่เหล็กที่ใช้ทำชิ้นส่วน ้เครื่องจักรทั่วไป <mark>ทำให้</mark>ส่วนใจกลางของชิ้นงานที่ทำด้วยเหล็กชุบผิวแข็ง <mark>มีความแข็ง</mark>เพิ่มขึ้น โดยโบรอน สามารถดูดกลืนนิวตรอนได้สูง จึงนิยมเติมในเหล็กที่ทำฉากกั้นอุปกรณ์นิวเคลียร์ [3] ซึ่งไทเทเนียมได โปไรด์ จัดเป็นธาตุประกอบที่อยู่ในกลุ่มเซรามิกโดยที่โบรอนสร้างพันธะโควาเลนต์กับไทเทเนียม และ มีโครงสร้างผลึกแบบหกเหลี่ยม ซึ่งมีสมบัติเชิงกลและเคมีที่ยอดเยี่ยม เช่น ความแข็งที่สูง ความ ทนทานต่อการกัดกร่อนเชิงกล การมีเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง การนำ ไฟฟ้าและความร้อนได้สูง และมีเสถียรภาพทางเคมี [4-6] ถึงแม้ว่าวัสดุนี้จะมีสมบัติที่โดดเด่นหลาย ประการ แต่การใช้งานในปัจจุบันยังจำกัดอยู่เฉพาะบางสายงานเท่านั้น เช่นเกาะป้องกันแรงกระแทก อุปกรณ์ตัดเจาะ และสารเคลือบป้องกันการสึกหรอ [6] แต่ยังมีข้อเสียเปรียบของการเคลือบฟิล์ม

ไทเทเนียมไดโบไรด์ เช่น ความเปราะ การยึดติดกับขึ้นงานที่ต่ำเนื่องจากความเค้นตกค้างสูง ซึ่งปัญหา นี้อาจส่งผลต่อการหลุดลอกของฟิล์ม และยังส่งผลโดยตรงต่ออายุการใช้งานของฟิล์มบาง จากปัญหาดังกล่าวทำให้มีนักวิจัยหลายคนได้พยายามศึกษาการเพิ่มการยึดเกาะของฟิล์มไทเทเนียม ไดโบไรด์ BERGER et al. [7] พบว่าระหว่างการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ ถ้าทำการไบอัส ชิ้นงานแบบพัลส์ จะทำให้การยึดเกาะของฟิล์มกับชิ้นงานเพิ่มขึ้น 60% เมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้ทำ การไบอัส BOHWAN et al. [8] พบว่าชั้นไนไตรด์สามารถปรับปรุงการยึดเกาะของฟิล์มไทเทเนียมได โบไรด์บน H13 steel ตัวอย่างการยึดเกาะของฟิล์ม TiN [9] ที่ได้รับการปรับปรุงเป็น Ti/TiN ซึ่งชั้น ฟิล์ม Ti (โลหะไทเทเนียม) ถูกพิจารณาว่าเป็นชั้นที่ทำหน้าที่ในการเชื่อม และพยายามที่จะทำการยึด ติดระหว่างชิ้นงานกับฟิล์ม ในงานวิจัยของ André Anders [10] พลังงานไอออนเป็นปัจจัยสำคัญต่อ โครงสร้างและสมบัติของฟิล์มบาง ในกรณีการไบอัสพลาสมา รูปแบบของชั้นหุ้มพลาสมาระหว่าง ชิ้นงานกับพลาสมามีแนวโน้มของความต่างศักย์ ที่ลดลง ส่งผลให้อิเล็กตรอนถูกผลักและกลับไปยัง พลาสมา ในขณะที่ไอออนถูกเร่งไปยังพื้นผ<mark>ิวของชิ้น</mark>งาน [11]

งานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาอิทธิพลจากการปรับเปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่ายให้กับขั้วแอโนด ด้วย เทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติของพลาสมา และพลังงานไอออน ของแก๊สอาร์กอนด้วยหัววัดแลงเมียร์ และด้วยเทคนิค Retarding Field Analyzer (RFA) ตามลำดับ เพื่อศึกษาสมบัติเชิงโครงสร้าง และลักษณะสัณฐานวิทยาของฟิล์มบาง TiB₂ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) เทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Reflection, XRR) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ส่วนสมบัติทางไฟฟ้าวิเคราะห์ด้วยเทคนิคหัววัดสี่จุด (Four Point Probe) และสมบัติเชิงกล เพื่อวัดความแข็งของฟิล์มด้วยเทคนิค Nanoindentation

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาผลจากการปรับค่าศักย์แอโนดไบอัส ที่ส่งผลต่อสมบัติของพลาสมา และ อิทธิพลของ พลังงานไอออนต่อโครงสร้างระดับจุลภาค สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติเชิงกลของฟิล์มบางไทเทเนียม ไดโบไรด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคการปรับเปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่ายให้กับขั้วแอโนด

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้สนใจศึกษาผลกระทบจากการปรับค่าศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่ายให้กับขั้วแอโนด จาก เป้าไทเทเนียมไดโบไรด์ ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง จากระบบแมกนีตรอนสปัตรอน

- ตัวแปรควบคุม
 - 1. ระยะห่างระหว่างเป้าวัสดุกับฐานวางชิ้นงาน 10 cm
 - 2. ใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง Pinnacle จ่ายให้กับหัวแมกนีตรอน
 - ใช้แก๊สอาร์กอนในการแตกตัวเป็นพลาสมา
 - 4. อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน <mark>2</mark>0 sccm
 - 5. กำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบฟิล์<mark>ม</mark> TiB₂ 200 W
 - ความดันแก๊สอาร์กอนขณะเคลือบฟิล์ม 5 mTorr
- ตัวแปรที่เปลี่ยนแปลง
 - ศักย์ไฟฟ้าแอโนดไบอัส 0 +25 +50 +75 +125 และ +150 V สำหรับการเคลือบฟิล์ม บางไทเทเนียมไดโบไรด์
 - ศักย์ไฟฟ้าแอโนดไบอัส 0 +25 +50 +75 +100 +125 และ +150 V สำหรับการวัดค่า พลังงานไอออน
- ตัวแปรตาม
 - 1. กระแสไฟฟ้า และแรงดันไฟฟ้าในการดิสชาร์จ
 - กระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากแหล่งจ่ายไฟที่จ่ายให้กับฐานวางชิ้นงาน

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

สามารถแสดงให้เห็นว่าการไบอัสศักย์บวกที่ขั้วแอโนด สามาเพิ่มพลังงานของไอออนได้
 เช่นเดียวกับการไบอัสศักย์ลบที่ฐานวางชิ้นงาน

- 2. สามารถเตรียมฟิล์<mark>มบางไทเทเนียมไดโบไรด์จากการปรับศั</mark>กย์ไฟฟ้าที่ชั้วแอโนดได้
- ได้เรียนรู้ขั้นตอนและเทคนิคในกระบวนการเคลือบฟิล์มด้วยระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

1.5 สถานที่ทำการวิจัย

หน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา (ห้อง SC1-211) ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย มหาสารคาม ศูนย์เครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

1.6 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

5

ตาราง 1. 1 แผนการดำเนินงานวิจัย

ตาราง 1	1 แผนการดาเนนงานวจย									
ลำดับ	แผนการทำงาน		ภาคเรียน ที่ 1/2562		ภาคเรียน ที่ 2/2562		ภาคเรียน ที่ 1/2563		ภาคเรียน ที่ 2/2563	
		M ₄	M_5	M ₁	M ₂	M ₄	M_5	M ₄	M_5	
1	ศึกษาสมบัติและขั้นตอนการเตรียม ฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์									
2	ทดลองเคลือบฟิล์มบาง TiB ₂ ด้วย เทคนิคพัลส์ดีซีแมกนีตรอน สปัตเตอริง									
3	ทำเรื่องขออนุมัติชื่อเรื่อง วิทยานิพนธ์ และแต่งตั้งอาจารย์ <mark>ที่</mark> ปรึกษาวิทยานิพนธ์									
4	วัดอัตราการตกสะสมของเป้า TiB ₂ ด้วยหัววัด QCM									
5	วัดพลังงานไอออนของ <mark>การไบอัสที่</mark> ขั้วแอโนด ด้วยหัววัด RFA									
6	เขียนรายงานวิจัย บทที่1 ถึง 3	7								
7	สอบเค้าโครงวิทยานิพนธ์			Z						
8 9	วัดสมบัติต่างๆของพลาสมาจากเป้า TiB ₂ ด้วย Langmuir probe						C			
9	เตรียมฟิล์มบาง TiB ₂ ของการไบอัส ที่ขั้วแอโนด ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีต รอนสปัตเตอริง	ล์	5	6						
10	วิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มบาง ด้วยเทคนิค XRD และ XRR									

ลำดับ	แผนการทำงาน		ภาคเรียน ที่ 1/2562		ภาคเรียน ที่ 2/2562		ภาคเรียน ที่ 1/2563		ภาคเรียน ที่ 2/2563	
			M ₅	M ₁	M_2	M ₄	M_5	M ₁	M ₂	
1 1	วัดความแข็งของฟิล์บาง TiB ₂ ด้วย									
	เทคนิค nanoindentation									
12	เขียนต้นฉบับ (manuscript)									
	บทความวิทยานิพนธ์									
13	เขียนรายงานการวิจัยบทที่ 4 ถึง 5									
14	ส่งบทความวิจัยตีพิมพ์									
15	ขออนุญาติสอบวิทยานิพนธ์									

หมายเหตุ M₁ = มกราคม ถึง กุมภาพันธ์, <mark>M₂ = มี</mark>นาคม ถึง เมษายน,

M₃ = พฤษภาคม ถึง มิถุนายน<mark>, M₄ = ก</mark>รกฎาคม ถึง สิงหาคม

M₅ = กันยายน ถึง ตุลา<mark>คม, M₆ = พฤศจิกายน</mark> ถึง ฮันวาคม

1.7 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

ตาราง 1. 2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

	รายการ	หมายเหตุ				
	เครื่อง X – ray diffraction	<mark>วิเคราะ</mark> ห์ด้วยเทคนิค XRD และ เทคนิค XRR				
	เครื่อง Nanoindentation	วัดความแข็งของฟิล์ม				
	หัววัด 4 จุดแบบเชิงเส้น	วัดความต้านทานไฟฟ้าเชิงแผ่นของฟิล์ม				
	เครื่อง SEM	ถ่ายภาพพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์ม				
	หัววัดแลงเมียร์	วัดสมบัติของพลาสมา				
	หัววัดพลังงานไอออน	รักพลังงานไอออน				

บทที่ 2 ปริทัศน์เอกสารข้อมูล

งานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ด้วยการไบอัสที่ขั้วแอโนด โดยเทคนิคดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง สำหรับเนื้อหาในบทนี้จะได้กล่าวถึง ทบทวนวรรณกรรมและเอกสารที่ เกี่ยวข้องกับการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ด้วยเทคนิคต่างๆ และเทคนิคตรวจสอบโครงสร้าง และสมบัติเชิงกลของฟิล์ม ได้แก่ เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) เทคนิค การสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Reflection, XRR) และ nanoindentation measurement ตามลำดับ การศึกษาพลังงานไอออนด้วยเทคนิค Retarding Field Analyzer (RFA) และ การศึกษา สมบัติของพลาสมาด้วยหัววัดแลงเมียร์

2.1 ทบทวนวรรณกรรมและเอกสารที่เกี่ย<mark>วข้อง</mark>

ในโลกปัจจุบันการพัฒนาทางด้านเทคโนโลยี และอุปกรณ์ต่างๆมีความทันสมัยและก้าวหน้าเป็น อย่างมากเพื่อตอบสนองความต้องการของมนุษย์ที่มากขึ้น ทำให้มีการคิดค้นเทคนิคที่มีความแปลก ใหม่ และหลากหลายอย่างต่อเนื่อง รวมถึงการศึกษาสมบัติของวัสดุที่นำมาใช้งานจริงด้วย ซึ่งการ เคลือบฟิล์มบางเป็นอีกหนึ่งหัวข้อที่มีความน่าสนใจในปัจจุบันเป็นอย่างมาก โดยมีงานวิจัยที่ได้รับการ ยอมรับจนมีการต่อยอดเป็นองค์ความรู้ต่างๆขึ้นมา เพื่อศึกษาให้มีความเข้าใจมากยิ่งขึ้น สำหรับใน งานวิจัยนี้ต้องการศึกษาวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี เช่น ความแข็ง การทนต่อการกัดกร่อน และการ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง โดยสมบัติที่โดดเด่นเหล่านี้เหมาะสมนำมาประยุกต์ใช้งานกับ อุปกรณ์ตัดเจาะ และแม่พิมพ์สำหรับขึ้นรูปต่างๆ

จากวรรณกรรมของ Sundgren และ Hentzell [12] ได้เสนอความคิดเห็นเกี่ยวกับการเคลือบ แข็ง สำหรับวัสดุที่อยู่ในช่วง Ultrahard เช่น คาร์บอนคล้ายเพชร (dimondlike carbon, DLC) และ เซรามิก อย่างไรก็ตามโลหะทรานซิชันที่มีส่วนประกอบของคาร์ไบด์ และไนไตรด์ ประสบความสำเร็จ และถูกนำมาใช้งานมากที่สุด เนื่องจาก สมบัติที่มีความโดดเด่นในด้าน ความแข็ง การต้านทานการ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ในกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์ม มีค่าใช้จ่ายที่สูงในด้านการซื้อเป้าวัสดุ และใช้ ระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มที่นานเพื่อให้ได้ความหนาที่เหมาะสมกับการใช้งานจริง นอกจากนี้สมบัติ สมบัติเชิงกล สัมประสิทธิ์ทางความร้อน ยังถูกเปิดเผย และเปรียบเทียบสำหรับ โลหะคาร์ไบด์ ในร ไตรด์ เซรามิก และโลหะ ดังตารางที่ 2.1

Material	Young's Modulus (kN.mm ⁻²)	Poisson's ratio	Thermal Expansion Coefficient (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Vicker Hardness (kg.mm ⁻²)	Melting or decomposition temperature (^o C)
Coatings					
TiC	450	0.19	7.4	2900	3067
HfC	464	0.18	6.6	2700	3928
TaC	285	0.24	6.3	2500	3983
WC	695	0.19	4.3	2100	2776
Cr ₃ C ₂	370		10.3	1300	1810
TiN			9.35	2000	2949
Al ₂ O ₃	400	0.23	9.0	2000	2300
TiB ₂	480		8.0	3370	2980
Substrates					
94WC-6Co	640	0.26	5.4	1500	
High					
speed					
steels	250	0.3	12-15	800 - 1000	
Al	70	0.35	23	30	658

ตาราง 2. 1 สมบัติเชิงกลและความร้อนของฟิล์มชนิดต่างๆ [12]

จากตารางที่ 2.1 แสดงให้เห็นถึงสมบัติเชิงกล และการทนต่อความร้อนของวัสดุต่างๆ พบว่า วัสดุแผ่นฐานที่ถูกใช้งานอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมเคลือบแข็ง เช่น stainless steel มีความแข็ง ที่ 1000 kg.mm⁻² ซึ่งมีความแข็งต่ำกว่าสารเคลือบแข็งอย่างชัดเจน ดังนั้นงานด้านการขึ้นรูปโลหะ อุปกรณ์เหล่านี้จึงจำเป็นต้องได้รับการปกป้อง และเพิ่มคุณสมบัติเชิงพื้นผิว โดยใช้โลหะคาร์ไบด์ เช่น TiC WC และ TiN อย่างไรก็ตาม สำหรับฟิล์ม TiB₂ มีความแข็งที่สูงกว่า โลหะคาร์ไบด์อย่างชัดเจน และยังทนต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ จึงเป็นที่น่าสนใจที่จะศึกษาเกี่ยวกับสมบัติ ของฟิล์มชนิดนี้ เพื่อที่จะนำมาประยุกต์ใช้งานที่มีความหลากหลาย เช่น การทำชุดเกราะ อุปกรณ์ตัด เจาะ แม่พิมพ์สำหรับขึ้นรูป (ชิ้นส่วนยานยนต์) สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเคลือบฟิล์ม ไทเทเนียมไดโบไรด์มีเอกสารอ้างอิง ถึงเทคนิคหรือกระบวนการที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มชนิดนี้ที่จะได้ กล่าวเป็นลำดับถัดไป

Mikula และคณะ [13] ได้ทำการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอน สปัตเตอริง โดยศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มจากการปรับค่าศักย์ไฟฟ้าลบที่ใช้ในการไบอัสชิ้นงาน (U_s เพิ่มขึ้นจาก 0 ถึง -300 V) และการให้ความร้อนกับชิ้นงาน (T_s เพิ่มขึ้นจาก (อุณหภูมิห้อง Room temperature, RT) ถึง 700^oC) จากการทดลองพบว่าความแข็งของฟิล์มที่เคลือบได้ทุกเงื่อนไขมีค่า ตั้งแต่ 34 GPa และความแข็งสูงสุดที่วัดได้คือ H_v \approx 73 GPa ที่เงื่อนไข U_s = -200 V และ T_s = RT ซึ่งสามารถแสดงความสัมพันธ์ของความแข็ง<mark>และ</mark>ความเค้นของฟิล์มได้จากรูปที่ 2.1 และรูปที่ 2.2



รูปที่ 2. 1 กราฟแสดงความสัมพั<mark>นธ์ระหว่างคว</mark>ามแข็งกับศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการไบอัส [13]



รูปที่ 2. 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการไบอัส [13]

จากรูปที่ 2.1 แสดงค่าความแข็งของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยการปรับค่า ศักย์ไฟฟ้าในการไบอัส เห็นได้อย่างชัดเจนว่า ศักย์ไฟฟ้าไบอัส และอุณหภูมิตกสะสม มีผลอย่างมาก ต่อความแข็งของฟิล์ม TiB₂ โดยที่อุณหภูมิห้อง ฟิล์มจะได้ความแข็งที่แตกต่างกันมากที่สุด โดยที่ความ แข็งสูงสุด 75 GPa ซึ่งใช้ศักย์ไฟฟ้า -200 V ในขณะที่การเพิ่มอุณหภูมิตกสะสม ไม่ได้มีความแตกต่าง ของความแข็งมากนัก รูปที่ 2.2 แสดงค่าความเค้นจากการปรับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการไบอัสซึ่งที่ อุณหภูมิห้องมีค่าที่สูงขึ้นเมื่อศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการไบอัสเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าความแข็งที่วัดได้ คือ ยิ่งฟิล์มมีค่าความเค้นที่มากจะบ่งบอกถึงความแข็งของฟิล์มที่มากขึ้นด้วย แต่ข้อเสียของฟิล์มที่มี ความเค้นสูงคือฟิล์มที่ได้มีความสามารถในการยึดติดกับตัวมันได้ดี แต่ยึดติดกับวัสดุอื่นได้ไม่ดี จาก งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าการปรับค่าศักย์ไฟฟ้าในการไบอัส และอุณหภูมิของชิ้นงานมีผลต่อโครงสร้าง และสมบัติเชิงกลของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์

ในปี ค.ศ. 2018 Ding และคณะ [14] ได้ทำการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ (TiB₂) ด้วยการ เจือทองแดง (Cu) ในกระบวนการเคลือบ โดยใช้แหล่งจ่ายไฮพิมส์ (HiPIMS) กับเป้าไทเทเนียมไดโบ ไรด์ ส่วนแหล่งจ่ายพัลส์ดีชีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (PDCMS) ใช้กับเป้าทองแดง ในงานวิจัยนี้ได้ทำ การตรวจสอบองค์ประกอบของฟิล์ม โครงสร้างระดับจุลภาค และสมบัติเชิงกลของฟิล์ม TiB₂ – Cu จากผลการทดลองได้ระบุว่าฟิล์ม TiB₂ เพียงอย่างเดียวแสดงโครงสร้างที่เป็นแบบคอลัมนาร์ และ ปรากฏระนาบ (001) ของไทเทเนียมไดโบไรด์ ในขณะที่มีการเจือทองแดงที่ทำให้พบพิคที่ระนาบ (001) น้อยลง และยังส่งผลต่อขนาดของคอลัมนาร์มีขนาดใหญ่ขึ้น และไม่แสดงลักษณะของคอลัม นาร์ที่ปริมาณของทองแดงเป็น 11.9 at% นอกจากนี้ฟิล์มทั้งหมดได้รับการตรวจสอบลักษณะเชิงผิว โดยเทคนิค AFM ค่าความขรุขระเฉลี่ยประมาณ 3 nm เมื่อปริมาณทองแดงเพิ่มขึ้นจาก 0 เป็น 19.2 at% ค่าความแข็งของฟิล์มแสดงให้เห็นการเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญในช่วงแรก แล้วลดลงอย่างมาก จาก 32 GPa ถึง 18 GPa เมื่อความเข้มข้นของทองแดงเพิ่มขึ้น

พนุน ปณุสกโต ชีบว

Cu content (at. %)	Grain size (nm)	RMS roughness (nm)
0	9.2	3.5
4.5	6.9	3.4
7.6	6.4	3.3
11.9	5.7	2.9
17.5	4.2	2.8
19.2	4.7	2.4

ตาราง 2. 2 แสดงค่าเฉลี่ยของขนาดเกรนและค่าความขรุขระของ TiB2 – Cu ที่ความค่าเข้มข้นของ ทองแดงต่างๆ [14]

จากตารางที่ 2.2 แสดงให้เห็นถึงคว<mark>ามสัม</mark>พันธ์ของการเติมทองแดงที่ความเข้มข้นต่างๆ เมื่อ ความเข้มข้นของทองแดงมากขึ้นจะทำให้<mark>ค่าเฉลี่</mark>ยของขนาดเกรน และความขรุขระของฟิล์มลดลง ้อย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งขนาดของเกรนสาม<mark>ารถบ่งบ</mark>อกถึงสมบัติเชิงกลของวัสดุได้ ยกตัวอย่างเช่น ที่ ้อุณหภูมิห้อง ความแข็ง ความต้านทานต่อ<mark>แรงดึง แ</mark>ละความต้านทานต่อแรงกระแทกเพิ่มขึ้นเมื่อขนาด ของเกรนลดลง [15]

Panich และคณะ [16] ได้ทำการเคลือบฟิล์ม Ti/TiB2 แบบหลายชั้นบนชิ้นงาน HSS โดยใช้ ้โลหะไทเทเนียมเป็นชั้นรองพื้น ซึ่<mark>งแบ่งเป็น 4 โครงสร้างหลั</mark>กดังนี้

- 1. การเคลือบ Ti TiB₂ แบบชั้นเดียว
- 2. การเคลือบ Ti TiB₂ เป็นการเ<mark>คลือบสลับกัน</mark>ทั้งหมด 4 ชั้น
- การเคลือบ Ti TiB₂ เป็นการเคลือบสลับกันทั้งหมด 6 ชั้น
- 4. การเคลือบ Ti TiB₂ เป็นการเคลือบสลับกันทั้งหมด 12 ชั้น

พบว่าฟิล์มยังคงรักษาความแข็ง และมีการยึดติดของฟิล์มแบบหลายชั้นกับแผ่นฐานมีค่าเพิ่มขึ้น เป็น ผลมาจากชั้น Ti ซึ่งเป็นชั้นอ่อนนุ่ม (Soft layer) สามารถช่วยลดความเค้นระหว่างชั้นฟิล์ม TiB₂ กับ 2169 วีนี้ ปณุสภโต

แผ่นฐานได้



รูปที่ 2. 3 เป็นการแสดงภาคตัดข<mark>วางของก</mark>ารเคลือบฟิล์ม Ti/TiB₂ แบบหลายชั้น [16]

moloc						
amptes	Layers	Coating	Average	Hardnes	Reduced	Critical
		Thickne	Roughness	S	Modulus	load $L_{\rm c}$
		SS	R _a (nm)	(GPa)	(GPa)	(mN)
		(µm)				
No.1	2 layers	2.20	2.33	34.3±1.2	329.5±4.2	1,240
No.2	4 layers	2.52	15.49	33.4±0.9	340.2±5.2	1,855
No.3	6 layers	3.10	18.18	35.6±2.2	365.4±7.2	1,995
No.4	12 layers	3.42	20.61	20.61	216.4±2.5	1,650
	No.1 No.2 No.3 No.4	No.1 2 layers No.2 4 layers No.3 6 layers No.4 12 layers	Thickne ss (μm) No.1 2 layers 2.20 No.2 4 layers 2.52 No.3 6 layers 3.10 No.4 12 layers 3.42	Thickne Roughness ss R _a (nm) (μm) (μm) No.1 2 layers 2.20 2.33 No.2 4 layers 2.52 15.49 No.3 6 layers 3.10 18.18 No.4 12 layers 3.42 20.61	Thickne Roughness s ss R _a (nm) (GPa) (μm) (μm) No.1 2 layers 2.20 2.33 34.3±1.2 No.2 4 layers 2.52 15.49 33.4±0.9 No.3 6 layers 3.10 18.18 35.6±2.2 No.4 12 layers 3.42 20.61 20.61	Thickne Roughness s Modulus ss R _a (nm) (GPa) (GPa) (µm) (µm) (GPa) 329.5±4.2 No.1 2 layers 2.20 2.33 34.3±1.2 329.5±4.2 No.2 4 layers 2.52 15.49 33.4±0.9 340.2±5.2 No.3 6 layers 3.10 18.18 35.6±2.2 365.4±7.2 No.4 12 layers 3.42 20.61 20.61 216.4±2.5

ตาราง 2. 3 สมบัติของการเคลือบฟิล์ม Ti/TiB2 [16]

จากตารางที่ 2.3 ได้แสดงผลของการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์แบบหลายชั้น สรุปได้ว่า ฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นตามจำนวนชั้นเคลือบที่เพิ่มขึ้น และส่งผลให้ค่าความขรุขระเพิ่มขึ้นอย่างมี นัยสำคัญ นอกจากนี้ค่ามอดูลัสมีค่าน้อยสำหรับฟิล์ม Ti/TiB₂ แบบ 12 ชั้นเคลือบ แสดงถึงฟิล์มมีการ ยืดหยุ่นที่ดี และมีการยึดติดกับแผ่นฐานได้ดีกว่าฟิล์มเงื่อนไขอื่น จากงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้นำเสนอแนวคิด วิธีการ กระบวนการ และพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องกับ การเคลือบฟิล์ม TiB₂ ได้แก่ การไบอัสศักย์ลบที่ชิ้นงาน อุณหภูมิของชิ้นงาน ความดันแก๊สขณะเคลือบ ฟิล์ม การมีชั้นรองพื้นก่อนการเคลือบฟิล์ม และการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์แบบหลายชั้น ซึ่ง ส่งผลต่อโครงสร้าง และสมบัติเชิงกลของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์โดยตรง ทำให้ในงานวิจัยนี้ต้องการ นำเสนอเทคนิคการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์แบบใหม่ คือการไบอัสศักย์ไฟฟ้าบวกที่ขั้วแอโนด เพื่อควบคุมพลังงานของไอออนในการตกสะสม รวมถึงพัฒนาการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ให้มี ความแข็งที่สูงขึ้น

2.2 หลักการของการไบอัส

โดยทั่วไป การไบอัสในทางอิเล็กทอนิกส์ คือ การตั้งค่าเงื่อนไขการทำงานเริ่มต้น (การปรับ กระแส หรือแรงดันไฟฟ้าที่ขั้วไฟฟ้า) ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์หลายชนิด เช่น ไดโอด ทรานซิสเตอร์ และหลอดสุญญากาศ [17] ในลักษณะเดียวกัน การไบอัสศักย์ไฟฟ้าในงานทางด้านการเคลือบฟิล์ม บาง คือ การจ่ายศักย์ไฟฟ้าไปยังเป้าวัสดุ หรือชิ้นงานเพื่อต้องการสร้างสนามไฟฟ้าในการเร่ง อิเล็กตรอนหรือไอออนให้เคลื่อนที่ออกมาจากพลาสมา ด้วยพลังงานตามที่กำหนด Ikehata และคณะ [18] ได้แบ่งวิธีแบบการไบอัสศักย์ไฟฟ้า เป็น 4 วิธี

2.2.1 วิธีการไบอัสพลาสม<mark>าด้วยศักย์บวก (Positive</mark>-Plasma-Bias Method, PPB)

โดยปกติแหล่งกำเนินแมกนี่ตรอนสปัตเตอริงประกอบด้วยขั้วแคโทด และขั้วแอโนด (กราวด์) ซึ่ง หากต้องการเพิ่มพลังงานไอออน จำเป็นต้องใช้วิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศักย์บวก ที่ซึ่งมีการเพิ่ม ขั้วไฟฟ้าเข้ามาในระบบอีกหนึ่งขั้ว คือขั้วแอโนด ซึ่งขั้วไฟฟ้าดังกล่าวได้รับการไบอัสศักย์บวก (ศักย์ไฟฟ้า V > 0 V) ในขณะเดียวกันเป้าและผนังภาชนะสุญญากาศเป็นขั้วแคโทด เงื่อนไขที่จำเป็น สำหรับวิธีการ PPB มาจากแบบจำลอง asymmetric double probe [19] ที่สามารถอธิบายการ ติดตั้งขั้วไฟฟ้าและการกระจายตัวของศักย์ไฟฟ้าได้ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2. 4 (a) การจัดเรียงของขั้วไฟฟ้า (b) การกระจายตัวของศักย์ไฟฟ้า และ (c) ทิศทางของ กระแสไฟฟ้าด้วยวิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศักย์บวก [18]

จากรูปที่ 2.4 (c) พบว่ากระแสที่ไหลผ่านขั้วแอโนดเป็นผลรวมของ กระแสที่ผนังภาชนะ สุญญากาศ กับกระแสที่เป้า ซึ่งมีความสัมพันธ์ดังสมการที่ (2.1)

$$I_{A} = S_{A}J_{es} \left\{ -\frac{e(V_{p} - V)}{kT_{e}} \right\} + S_{A}J_{is} \approx S_{A}J_{es} \left\{ -\frac{e(V_{p} - V)}{kT_{e}} \right\}$$
(2.1)

$$I_{W} + I_{T} = (S_{W} + S_{T})(1 + \gamma)J_{is} = 0.61(S_{W} + S_{T})(1 + \gamma)enu_{B}$$
(2.2)

- ้โดยที่ J_{es} คือ ความหนาแน่นกระแสอิเล็ก<mark>ตร</mark>อนอิ่มตัว
 - ี J_{is} คือ ความหนาแน่นกระแสไอออ<mark>นอ</mark>ิ่มตัว
 - k คือ ค่าคงที่ของโบลทซ์มานน์, k<mark>=1.</mark>38×10⁻²³ J/K
 - T_e คือ อุณหภูมิของอิเล็กตรอน
 - ิท คือ ความหนาแน่นของอิเล็กตร<mark>อน</mark>
 - น_B คือ ความเร็วของโบร์ม, $u_B = \sqrt{T_e/m_i}$
 - γ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การปลดปล<mark>่อยอิเล</mark>็กตรอนทุติยะภูมิที่ขั้วแคโทด
 - S_w คือ พื้นที่ของผนังภาชนะสุญ<mark>ญากาศ</mark>
 - S_⊤ คือ พื้นที่ของเป้า
 - S_A คือ พื้นที่ของขั้วแอโนด

้ในกรณีที่เป้าและผนังภาชนะสุญ<mark>ญากาศทำจากวัสดุเดียว</mark>กัน กระแสที่ขั้วแอโนดเป็น I_A=I_W+I_T

$$\frac{V_p - V}{kT_e / e} = \ln\left\{\frac{S_A J_{es}}{0.61(S_W + S_T)(1 + \gamma)enu_B}\right\}$$
(2.3)

เนื่องจากวิธีการ PPB ต้องการ V_P-V≥0 และ J_{es} = (1/4)env_e = (1/4)en(8kT_e/πm_e)^{1/2} เงื่อนไข ที่จำเป็นสำหรับวิธี PPB เขียนได้เป็น

$$(S_W + S_T) / S_A \le 0.65 (m_i / m_e)^{1/2} / (1 + \gamma) = \sigma_e$$
(2.4)

เพื่อให้สมการที่ (2.4) เป็นไปตามเงื่อนไขของวิธี PPB จำเป็นต้องลดพื้นที่ของผนังภาชนะสุญญากาศ S_w โดยการใช้ฉนวนหุ้มพื้นผิวผนังภาชนะสุญญากาศ 2.2.2 วิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบ (Negative-Target-Bias Method, NTB)

สำหรับวิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบมีการติดตั้งอุปกรณ์คล้ายกับวิธีการไบอัสพลาสมาด้วย ศักย์บวก แต่ไม่มีขั้วไฟฟ้าเสริมที่ใช้ในการไบอัสสามารถอธิบายการติดตั้งขั้วไฟฟ้าและการกระจายตัว ของศักย์ไฟฟ้าได้ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2. 5 (a) การจัดเรียงของขั้<mark>วไฟฟ้</mark>า (b) การกระจายตัวของศักย์ไฟฟ้า และ (c)ทิศทางของกระแสไฟฟ้<mark>าด้วยวิธี</mark>การไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบ [18]

โดยที่กระแสของ I_w และ I_⊤ สามารถเขียนไ<mark>ด้ดังสมก</mark>ารที่ (2.5)

$$I_{W} = S_{W}J_{es}\exp\left\{-\frac{eV_{p}}{kT_{e}}\right\}$$
(2.5)

$$I_T = S_T (1+\gamma) J_{is} = 0.61 S_T (1+\gamma) enu_B$$
(2.6)

้จากเงื่อนไขความต่อเนื่องของกระแสที่ เ_w=เ_T และสัมพันธ์กับ V_p≥0 จะได้ว่า

$$S_T / S_W \le 0.65 (m_i / m_e)^{1/2} / (1 + \gamma) \equiv \sigma_c$$
 (2.7)

จากสมการที่ (2.7) สำหรับวิธี NTB เนื่องจาก *σ_c* >1 ในขณะที่กรณีส่วนใหญ่ *S_r / S_w* ≪1 สิ่งนี้ สามารถยืนยันได้จากที่ชั้นหุ้มไอออนและศักย์ไฟฟ้าที่ลดลงเมื่อไบอัสศักย์ไฟฟ้าลบที่เป้าวัสดุ

2.2.3 วิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์บวก (Positive–Target–Bias Method, PTB) มีลักษณะการติดตั้งอุปกรณ์แบบเดียวกันกับวิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบแต่สลับการจ่าย ศักย์ไฟฟ้า ทำให้ที่หัวแมกนีตรอนทำหน้าที่ในการเร่งอิเล็กตรอน สามารถอธิบายการติดตั้งขั้วไฟฟ้า และการกระจายตัวของศักย์ไฟฟ้าได้ดังรูปที่ 2.6 โดยที่กระแส I_w และ I_T สามารถเขียนได้เป็น

$$I_W = S_W (1+\gamma) J_{is} \tag{2.8}$$

$$I_T = S_T J_{es} \exp\left\{-\frac{e(V_p V)}{kT_e}\right\}$$
(2.9)

จากความสัมพันธ์ I_w=I_T และเมื่อ V_P−V<<0 จะได้ว่า

$$S_W / S_T \gg \sigma_c \simeq 0.65 (m_i / m_e)^{1/2}$$
 (2.10)

โดยหาก $\gamma = 0$ จะส่งผลให้ศักย์ไฟฟ้าพลาสมา และพลังงานไอออนมีค่าลดลง



รูปที่ 2. 6 การจัดเรียงของขั้วไฟฟ้า กา<mark>รกระจา</mark>ยตัวของศักย์ไฟฟ้า และทิศทางของกระแสไฟฟ้า ด้วยวิธีการไบอัสเป้าวัสดุด้วยศักย์ลบ [18]

2.2.4 วิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศักย์ลบ (Negative-Plasma-Bias Method, NPB) สำหรับวิธีการไบอัสพลาสมาด้วยศักย์ลบ (NPB) คือวิธีการจ่ายศักย์ไฟฟ้าลบให้กับพลาสมา โดย การเพิ่มขั้วไฟฟ้าโดยมีพื้นที่ S_A ที่อยู่ในสถานะเป็นกราวด์ทางไฟฟ้า ซึ่งคาดว่าศักย์ไฟฟ้าของพลาสมา ต่ำลงกว่า V_A(<0) และชั้นหุ้มอิเล็กตรอนจะเกิดขึ้นบริเวณเป้าวัสดุ โดยกระแส I_A, I_w และ I_T เป็นดังนี้

$$A_{A} = S_{A}(1+\gamma)J_{is} = 0.61S_{A}(1+\gamma)enu_{B}$$
 (2.11)

$$I_w + I_T = (S_w + S_T)J_{is} \exp\left\{-\frac{eV_p}{kT_e}\right\}$$
(2.12)

จากความต่อเนื่องของกระแส I_A=I_W+I_T และ V_A<<0 เงื่อนไขที่จำเป็นสำหรับวิธี NPB คือ

$$S_A / (S_W + S_T) > \sigma_c \tag{2.13}$$

จากสมการที่ (2.13) เนื่องจาก *σ* >>1 จึงเป็นเรื่องที่ทำได้ยาก ในขณะที่ความเป็นจริงแล้ว S_A/(S_w+S_T)<1 ดังนั้นวิธีการ NPB ถูกนำมาใช้ในทางปฏิบัติน้อย

2.3 การเคลือบสปัตเตอริง

เทคนิคการเคลือบแบบสปัตเตอริง เป็นหนึ่งในเทคนิคการเคลือบด้วยไอเชิงกายภาพ ซึ่งไอของ สารเคลือบเกิดจากการระดมชนของอนุภาคที่มีพลังงานสูงอย่างต่อเนื่อง ซึ่งการระดมชนนี้จะทำให้ เกิดการถ่ายเทพลังงานและโมเมนต้มจากอนุภาคที่พุ่งชนให้กับอะตอมของเป้าวัสดุ ทำให้อะตอมของ เป้าหลุดออกกลายเป็นอะตอมอิสระ และตกสะสมบนชิ้นงานเป็นฟิล์มบาง โดยทั่วไปการสปัตเตอริง จะเกิดที่ความดันต่ำ (< 5 mTorr) ในการทำให้เกิดกระบวนสปัตเตอริง ในทางตรงกันข้ามถ้าเพิ่ม ปริมาณแก๊สในระบบเพื่อให้ได้ความดันในช่วง (5 – 50 mTorr) จะทำให้เกิดการสปัตเตอริงน้อยลง เนื่องจากความหนาแน่นของแก๊สสูงส่งผลให้เกิดการชนกันระหว่างอะตอมแก๊สในระบบ และสูญเสีย พลังงาน ดังนั้นโอกาสที่กระสุนไอออนจะไประดมชนกับเป้าวัสดุน้อยลง ไม่เพียงแต่ปัจจัยของความดัน เท่านั้นที่ส่งผลต่อการสปัตเตอริง ยังมีอีกหนึ่งปัจจัยคือชนิดของเป้าวัสดุที่นำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการ เกิดฟิล์ม ซึ่งส่วนมากเป้าวัสดุที่ใช้จะเป็นโลหะ ที่สามารถเกิดการสปัตเตอริงได้ง่ายกว่าเป้าวัสดุที่เป็น สารประกอบสารประกอบ นอกจากนี้หากต้องการฟิล์มที่มีสมบัติต่างจากฟิล์มโลหะธรรมดา สามารถ ทำได้โดยการฉีดแก๊สชนิดอื่นเพิ่มในระบบ ยกตัวอย่างเช่น แก๊สออกซิเจน (O₂) แก๊สไนโตรเจน (N₂) และแก๊สอะเซทิลีน (C₂H₂) ซึ่งการเคลือบแบบสปัตเตอริงถูกนำมาประยุกต์ใช้กับงานหลายชนิดเช่น การเคลือบผิวในสถาปัตยกรรมทางกระจก การเคลือบแข็ง (ขึ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์ตัดเจาะ) และการ เคลือบเพื่อความสวยงาม



รูปที่ 2. 7 ไดอะแกรมระบบสปัตเตอริง

การที่จะทำให้เกิดกระบวนการสปัตเตอริง สามารถอธิบายและทำให้เห็นภาพอย่างง่ายด้วย ไดอะแกรมของระบบสปัตเตอิรง เริ่มจากการมีภาชนะปิด หรืออห้องเคลือบ (Chamber) ที่สร้าง สภาวะสุญญากาศด้วยปั๊มสุญญากาศ โดยภายในห้องเคลือบจะมีขั้วไฟฟ้าอยู่สองชนิดได้แก่ ขั้วแคโทด และขั้วแอโนด ซึ่งที่ขั้วแคโทดได้รับศักย์ไฟฟ้าลบจากแหล่งจ่ายเพื่อใช้สร้างสนามไฟฟ้า และที่สำคัญ ต้องฉีดแก๊สทีเป็นแก๊สตั้งต้นในการสร้างสถาน<mark>ะ</mark>พลาสมาที่เป็นสิ่งที่ทำให้เกิดกระบวนการสปัตเตอริงได้

2.3.1 หลักการของกระบวนการสปัตเ<mark>ตอ</mark>ริง

ปรากฏการณ์ที่เกิดจากกระบวนการส**ปัต**เตอริง ต้องอาศัยการระดมชนจากไอออนที่มีพลังงาน สูงเพื่อทำให้อะตอมที่พื้นผิวของเป้าวัสดุหลุดออกเป็นเพียงส่วนหนึ่งของปรากฏการณ์ ซึ่งมีสิ่งที่เกิดขึ้น ระหว่างการสปัตเตอริง ที่ทำให้ยังคงสถานะของพลาสมาได้ เช่น การสะท้อนของไอออนที่ผิวเป้าวัสดุ (Reflected Ions and Neutrals) การปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Emission) การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) และการเปลี่ยนโครงสร้างของผิวเป้าวัสดุ (Target Material Structural Rearrangement) ที่แสดงปรากฏการณ์ต่างๆจากกระบวนการ สปัตเตอริงดังรูปที่ 2.8

อนุภาคพลังงานสูง (High Energy Particles) เป็นอนุภาคที่ใช้ในการวิ่งชนกับเป้าวัสดุแล้วทำ ให้อะตอมของเป้าวัสดุหลุดออกมา อนุภาคพลังงานสูงที่เป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรือ อะตอมของธาตุชนิดต่างๆ แต่การที่จะทำการควบคุมอนุภาคที่เป็นกลางทางไฟฟ้านั้นทำได้ยาก จำเป็นต้องใช้อนุภาคที่มีประจุโดยต้องเร่งให้อนุภาคนั้นเคลื่อนที่ภายใต้สนามไฟฟ้า วิธีนี้สามารถ ควบคุมพลังงานของไอออนได้ตามต้องการ ส่วนอิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่สามารถ เร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้า แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าเมื่อเทียบกับอะตอมของเป้า ตาม ทฤษฎีทางฟิสิกส์การชนกันระหว่างอนุภาคที่มีการถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมที่ดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อ มวลของอนุภาคที่มีพลังงานสูงสำหรับวิ่งเข้าชนกับเป้าสารเคลือบซึ่งสามารถให้อัตราการปลดปล่อย อะตอมของเป้าวัสดุได้สูงพอตามต้องการ



รูปที่ 2. 8 การเกิดปรากฏการณ์<mark>สปั</mark>ตเตอริงที่เป้าวัสดุด้วยอนุภาคพลังงานสูง

ในกระบวนการทั่วไประบบสปัตเตอริงนิยมดำเนินการที่อุณหภูมิต่ำเนื่องจากพื้นผิวที่เย็นนั้นทำ ให้สามารถลดรังสีความร้อนที่เกิดจากการสปัตเตอริงได้ และด้วยระดับความร้อนที่ต่ำทำให้สามารถนำ ชิ้นงานที่อ่อนไหวต่อความร้อนมาติดตั้งไว้ใกล้กับเป้าวัสดุได้ นอกจากอุณหภูมิที่ต่ำยังสามารถลดการ แพร่ของแก๊สไม่ให้ทำปฏิกิริยากับพื้นผิวเป้าวัสดุทำให้สามารถใช้เป้าวัสดุที่เป็นอัลลอยได้ในระบบ สปัตเตอริง และปรากฏการณ์สปัตเตอริงยังสามารถเกิดขึ้นในพื้นผิวของชิ้นงานได้อีกด้วยหากอะตอม ที่ตกสะสมมีพลังงานมากเพียงพอ นอกจากนี้ไอออนของเป้าวัสดุยังสามารถทำให้การสปัตเตอริงที่ผิว เป้าวัสดุได้ซึ่งปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางด้วยไอออนที่มีไอออนหนาแน่น เกิดขึ้นในกระบวนการ เช่น การระเหยด้วยการอาร์ค และกระบวนการเคลือบฟิล์มในระบบไฮพิมส์ เป็นต้น

2.3.2 ค่ายีลด์ของการสุปัตเตอริง

ในการสปัตเตอร์นั้นตัวแปรที่บ่งบอกถึงความสามารถในการหลุดของอะตอมเป้าวัสดุเรียกว่า ค่า ยีลด์ของการสปัตเตอร์ (Sputter yield) หรือหมายถึง ค่าเฉลี่ยของการหลุดออกของอะตอมที่ผิวเป้า วัสดุเนื่องจากการชนของไอออน ที่สามารถกำหนดเป็นค่าเฉลี่ยของจำนวนอะตอมที่หลุดออกจากผิว เป้าวัสดุต่อค่าเฉลี่ยของจำนวนไอออนที่ตกกระทบผิวเป้าวัสดุ ทำให้มีหน่วยเป็นอะตอมต่อไอออน ดัง ตารางที่ 2.4 แสดงค่ายีลด์ของการสปัตเตอร์ของธาตุแต่ละชนิด
Target Material	Density (g/cm ⁻³)	Yield @ 600 eV	Rate [*] (Å/sec)
Aluminium (Al)	2.7	1.2	170
Carbon (C)	2.25	0.2	20
Copper (Cu)	8.92	2.3	320
Silicon (Si)	2.33	0.5	80
Titanium (Ti)	4.5	0.6	80
Tungsten (W)	19.35	0.6	80
Zirconium (Zr)	6.49	0.7	85

ตาราง 2. 4 ค่ายีลด์ของการสปัตเตอร์ของธาตุแต่ละชนิด [20]

2.3.3 ระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

การสปัตเตอริงเพียงอย่างเดียวยังมีข้อด้อยในเรื่องของการเพิ่มประสิทธิภาพในการเคลือบฟิล์ม เนื่องจากอัตราการสปัตเตอริงนั้นจะขึ้นอยู่กับค่ายืดด์ของการสปัตเตอร์ (Sputter yield) ดังนั้นการ เพิ่มอัตราการสปัตเตอร์ อาจทำได้สองวิธี เช่นการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าวัสดุ ในระบบดีซี สปัตเตอริง ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วแคโทดกับขั้วแอโนด หรือการเพิ่มความดันของ แก้สระหว่างกระบวนการเคลือบ ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 mA/cm² และความดันประมาณ 100 mTorr ส่วนอีกหนึ่งวิธีที่เป็นการพัฒนาระบบการเคลือบฟิล์มรูปแบบ ใหม่ด้วยความสามารถในการกักอิเล็กตรอนให้อยู่ที่บริเวณหน้าเป้าวัสดุมากขึ้น ในปี ค.ศ. 1936 Penning [21] ได้เสนอการใช้สนามแม่เหล็กในระบบสปัตเตอริง เพื่อยึดอายุของอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ ออกจากขั้วแคโทด และดักอิเล็กตรอนพวกนั้นไว้ใกล้บริเวณขั้วแคโทด ผลการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับผล ของสนามแม่เหล็กด้วยการปลดปล่อยจากแหล่งจ่ายไฟกระแสตรง ที่นำไปสู่ค้นพบการเพิ่มขึ้นของการ ไอออนไนเซชัน ซึ่งการเพิ่มขึ้นของการเกิดไอออไนเซชันเกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบริเวณ หน้าเป้าวัสดุในลักษณะการหมุนขวางเป็นวงกลม ซึ่งเป็นผลมาจากอิทธิพลของสนามแม่เหล็ก จึงทำให้ โอกาสในการชนกันระหว่างอิเล็กตรอน และอะตอมของแก๊สอาร์กอนมีมากขึ้นทำให้โอกาสในการไอ ออไนเซชันมากขึ้นไปด้วย นำไปสู้อัตราการตกสะสมที่ยอมรับได้และสามารถดำเนินการได้ที่ความดัน แก๊สขณะเคลือบต่ำกว่า 0.03 Torr (Gill and Kay, 1965) [22]



ี รูปที่ 2. 9 การแสดงภาคตั<mark>ดขวาง</mark>ของระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

จากรูปที่ 2.9 แสดงถึงแผนภาพของแมกนิตรอนสปัตเตอริง สำหรับเป้าวัสดุที่ใช้เป็นได้ทั้งแผ่น กลม และสี่เหลี่ยมผืนผ้า โดยมีสนามแม่เหล็กอยู่ที่บริเวณหน้าเป้าวัสดุซึ่งประกอบด้วยเม็ดแม่เหล็กที่ อยู่ศูนย์กลาง และเม็ดแม่เหล็กด้านขอบที่มีการวางแนวเป็นวงกลม ซึ่งมีขั้วของสนามแม่เหล็กตรงข้าม กับเม็ดแม่เหล็กที่บริเวณศูนย์กลาง โดยที่เส้นแรงของสนามแม่เหล็กมีทิศทางพุ่งออกจากศูนย์กลาง ส่วนประกอบของระบบแมกนิตรอนสปัตเตอริง ประกอบด้วยส่วนที่เป็นสนามแม่เหล็กที่มีความสำคัญ ในการกักอิเล็กตรอน ส่วนที่เป็นระบบน้ำหล่อเย็นทำหน้าที่ในการระบายความร้อนที่เกิดจากการ ระดมชนของอนุภาคพลังงานสูงอย่างต่อเนื่องที่บริเวณผิวเป้าวัสดุซึ่งทำให้เกิดความร้อนสะสม ถ้าไม่มี การระบายความร้อนอาจส่งผลต่อเม็ดแม่เหล็กที่ใช้สร้างสนามแม่เหล็กที่อาจเสื่อมสภาพจากความ ร้อนที่มากกินไป ส่วนสุดท้ายเป็น Grounded ring ที่ทำหน้าที่ในการทำให้เกิดพลาสมาเฉพาะบริเวณ หน้าเป้าวัสดุเพียงอย่างเดียว

2.4 โครงสร้างของฟิล์มบาง

โครงสร้างของฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบเทคนิคต่างๆ หรือการปรับเปลี่ยนพารามิเตอร์ เช่น กำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับแหล่งกำเนิดพลาสมา ความดันแก๊สขณะเคลือบ อุณหภูมิของชิ้นงานขณะ เคลือบ และการไบอัสศักย์ไฟฟ้าให้กับชิ้นงาน ล้วนส่งผลต่อโครงสร้าง และสมบัติของฟิล์ม ซึ่งเป็นสิ่งที่ เราสามารถกำหนดได้จากพารามิเตอร์เหล่านั้น ในปี ค.ศ. 1974 Thornton [23] ได้นำเสนอ ไดอะแกรมที่อธิบายถึงโครงสร้างฟิล์มที่มีผลของความดันแก๊สอาร์กอน และอุณหภูมิโฮโมโลกัส คือ อุณหภูมิของฟิล์มขณะเคลือบ ต่ออุณหภูมิหลอมเหลวของวัสดุที่นำมาเคลือบเป็นฟิล์ม (T/T_m) สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2. 10 ไดอะแกรมโ<mark>ครงสร้า</mark>งฟิล์มที่เสนอโดย Thornton [24]

จากรูปที่ 2.10 สามารถอธิบายโคร<mark>งสร้างที่แ</mark>บ่งออกเป็น 4 บริเวณ ตามการปรับค่าความดัน และอุณหภูมิโฮโมโลกัสได้ดังนี้

- บริเวณที่ 1 (Zone 1) เป็นบริเวณการเคลือบที่ช่วงอุณหภูมิ T/T_m ต่ำ และที่ความดันขณะ เคลือบสูง ทำให้อะตอมที่อยู่บนขึ้นงานมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำ และเกิดการเกาะกันเป็น กลุ่มเล็กๆ ซึ่งทำให้เกิดความหนาแน่นของโครงสร้างต่ำ เนื่องจากความดันที่สูงส่งผลต่อการ เคลื่อนที่ของอนุภาคที่จะมาเคลือบเป็นฟิล์ม ทำให้ฟิล์มที่ได้ไม่มีความสม่ำเสมอ
- บริเวณที่ T (Zone T) เป็นบริเวณการเคลือบที่ช่วงอุณหภูมิ T/T_m เพิ่มขึ้นมากกว่า Zone 1 ที่ความดันต่ำซึ่งเป็นบริเวณที่เกิดอยู่ระหว่าง บริเวณที่ 1 และบริเวณที่ 2 อะตอมที่อยู่บนผิว วัสดุรองรับจะมีปริมาณมากขึ้นและไดรั้บพลังงานจากการชนของอนุภาคสารเคลือบทำ ให้ อุณหภูมิของวัสดุรองรับเพิ่มขึ้น ทำให้อะตอมที่เกิดเป็นฟิล์มมีความคล้องตัวในการเคลื่อนที่ มากขึ้น และจะไม่เกิดช่องว่างที่บริเวณขอบ
- บริเวณที่ 2 (Zone 2) เป็นบริเวณการเคลือบที่ช่วงอุณหภูมิ T/T_m อยู่ระหว่าง 0.5 0.8 ถ้า สังเกตุจากภาคตัดขวางของ Zone T จะเกิดโครงสร้างแบบคอลัมนาร์ ที่เกิดจากการอยู่กัน อย่างหนาแน่นของผลึกและขนาดของคอลัมนาร์จะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เนื่องจากการแพร่ที่บริเวณรอยต่อระหว่างขอบคอลัมนาร์

 ปริเวณที่ 3 (Zone 3) เป็นบริเวณการเคลือบที่ช่วงอุณหภูมิ T/T_m อยู่ระหว่าง 0.8 – 1.0 ที่ อุณหภูมิขณะเคลือบต่ำ การแพร่จะมีค่าสูง โครงสร้างที่ได้เป็นเกรนที่มีด้านเท่ากันหมด และ ขนาดของคอลัมนาร์มีขนาดใหญ่ และความหนาแน่นเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิสูง อาจจะทำให้เกิดการจัดเรียงผลึกใหม่ (Recrystallization) เนื่องมาจากพลังงานสะสมของ ความเครียด (Stored Strain Energy) ที่เกิดขึ้นตั้งแต่ตอนเคลือบเกรนที่เกิดขึ้นในขึ้นตอนนี้ จะเปลี่ยนจากคอลัมนาร์เป็นผลึกเดี่ยว

ในปี ค.ศ. 2010 Anders [10] ได้เสนอรูปแบบไดอะแกรมที่อธิบายโครงสร้างของฟิล์ม โดย นำเสนอผลของความหนาของฟิล์มที่อธิบายว่าถ้ามากกว่าศูนย์เมื่อเกิดการเคลือบ ส่วนน้อยกว่าศูนย์ เมื่อเกิดการกัดเซาะผิวชิ้นงาน และ พลังงานจลน์ของไอออนก่อนกระทบผิวฟิล์ม ซึ่งสามารถแสดงได้ ดังรูปที่ 2.11



ร<mark>ูปที่ 2. 11 ไดอะแกรมโครงสร้างฟิล์มที่เสนอโดย Anders [10]</mark>

จากรูปที่ 2.11 สามารถใช้คำอธิบายของ Thomton ที่อธิบายไว้ข้างต้นได้สำหรับการเกิดบริเวณ ทั้ง 4 ที่พลังงานจลน์ของไอออนก่อนกระทบผิวฟิล์มต่ำกว่า 10² ซึ่งหากพลังงานของไอออนมากกว่า 10² จะไม่เกิดเหตุการณ์การเคลือบฟิล์ม แต่จะเกิดการกัดเซาะของชิ้นงานแทน ซึ่งสามารถนำมา ประยุกต์ใช้งานสำหรับการทำความสะอาดชิ้นงานก่อนการเคลือบฟิล์มโดยการกำจัดชั้นออกไซด์ที่เป็น ปัญหากับการยึดติดของฟิล์ม

2.5 หลักการตรวจวัดสมบัติของพลาสมา

ในการวัดสมบัติต่างๆ ของพลาสมา หัววัดแลงเมียร์ถือเป็นวิธีที่ง่าย องค์ประกอบไม่ซับซ้อน และต้นทุนในการสร้างต่ำ จึงเหมาะสมที่จะนำมาใช้สำหรับการวิเคราะห์ในระดับห้องปฏิบัติการ หัววัดแลงเมียร์ประกอบด้วยขั้วรับกระแส (C) ที่ต่อเข้ากับเครื่อง Source Meter Unit (SMU) ทำ หน้าที่ทั้งจ่ายศักย์ไฟฟ้า และวัดกระแสไฟฟ้า ซึ่งข้อมูลที่บันทึกได้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านขั้วรับกระแส (C) ที่สอดคล้องกับศักย์ไฟฟ้าที่มีการเปลี่ยนแปลง (I-V characteristic) สามารถนำข้อมูลมาตีความเพื่อหาค่า ศักย์พลาสมา (V_p) อุณหภูมิของอิเล็กตรอน (T_e) และความหนาแน่นของอิเล็กตรอน (n_e)



รูปที่ 2. 12 เส้นโค้งลักษณะเฉพาะของ I-V ที่ได้จากการวัดด้วยหัววัดแลงเมียร์

ในการคำนวณพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ได้จากการวัดสมบัติของพลาสมาสามารถอ้างอิงดังรูปที่ 2.12 เมื่อ I_p คือกระแสไฟฟ้าที่หัววัด V_b คือ ศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัววัด ซึ่งแบ่งออกได้เป็น 4 จุด [25] ได้แก่ จุด A เป็นบริเวณที่มีการจ่ายศักย์ลบทำให้อิเล็กตรอนที่จะเคลื่อนที่มายังหัววัดถูกผลักออกจน หมด เหลือเพียงไอออนเพียงอย่างเดียวที่สามารถที่เคลื่อนที่มายังหัววัดได้ แทนด้วย I_{is} (Ion saturation current) คือ กระแสไอออนที่อิ่มตัว สามารถเขียนความสัมพันธ์ของกระแสไอออนที่ อิ่มตัวได้ตามสมการ (2.14) จุด B เป็นบริเวณที่กระแสของหัววัดที่วัดได้มีค่าเท่ากับศูนย์ I_p(V_f) = 0 เนื่องจากบริเวณนี้กระแสของ อิเล็กตรอนและกระแสของไอออนมีค่าเท่ากันหรือถูกเรียกว่า ศักย์ลอย (V_f, Floating potential) จุด C เป็นบริเวณที่ศักย์ไบอัสมีค่าเป็นบวกมากขึ้นทำให้ไอออนที่มีพลังงานจลน์ต่ำถูกผลักออกจากหัววัด และดึงให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้ามายังหัววัด ซึ่งที่จุด C จะสามารถคำนวณหาศักย์พลาสมา (V_p, plasma potential) ได้จากการหาอนุพันธ์อันดับที่สองของ d²I/dV² สามารถคำนวณได้จากโปรแกรม Origin เมื่อทราบค่า V_p แล้วสามารถหากระแสอิเล็กตรอนที่อิ่มตัว (I_{es}, Electron saturation current) ได้จากการลากเส้นตรงที่ค่า V_p ตัดกับเส้นโค้ง I-V แล้วลากเส้นตรงที่ขนานกับแกน x ไปตัด กับแกน y ซึ่งก็คือค่ากระแสอิเล็กตรอนที่อิ่มตัว ส่วนจุด D เป็นบริเวณที่ศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัววัด มากกว่าศักย์พลาสมา V_b > V_p

เมื่อทราบค่า I_{is} และ I_{es} พารามิเตอร์ต่<mark>อไปที่</mark>สามารถนวณได้คือ อุณหภูมิของอิเล็กตรอน (T_e) โดยเริ่มจากการหากระแสของอิเล็กตรอน (I_e) จา<mark>ก</mark>สมการ (2.15)

$$\mathbf{I}_{e} = \mathbf{I}_{p} + \left| \mathbf{I}_{is} \right| \tag{2.15}$$

เมื่อทราบค่าได้ค่า I_e ที่สร้างเป็นคอลัมน์ให<mark>ม่โดยพล็</mark>อตกราฟเทียบกับ V_b จะได้ว่า

$$I_{e}(V_{b}) = I_{es} exp\left[\frac{e(V_{b}-V_{p})}{kT_{e}}\right]; V_{b} < V_{p}$$
(2.16)

้จากสมการ (2.16) พิจารณาในกรณีที่ V_b < V_p และทำการคูณลอการิทึมฐานธรรมชาติตลอดสมการ

$$\ln I_{e} \left(V_{b} \right) = \ln I_{es} + \frac{e(V_{b} - V_{P})}{kT_{e}}$$
(2.17)

กระจายพ<mark>จน์ที่อยู่ในวงเล็บออกเป็นสอ</mark>งส่วนเพื่อง่ายต่อการพิจารณา

$$\ln I_{e}(V_{b}) = \ln I_{es} + \frac{eV_{b}}{kT_{e}} - \frac{eV_{p}}{kT_{e}}$$
(2.18)
ยกันให้อยู่ในรูปของ C₂

ทำการรวมพจน์ที่เป็นค่าคงที่เข้าด้วยกันให้อยู่ในรูปของ C₂

$$\ln I_{e} \left(V_{b} \right) = C_{2} + \left(\frac{e}{kT_{e}} \right) V_{b}$$
(2.19)

เมื่อเขียนกราฟระหว่าง ${\sf lnI}_{\sf e}$ กับ ${\sf V}_{\sf b}$ พบว่าค่าความชั้นของกราฟคือ ${\sf e}/{\sf kT}_{\sf e}$

$$T_{e} = \frac{e}{k(\text{slope})}$$
(2.20)

อุณหภูมิของอิเล็กตรอนแบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม ได้แก่ อิเล็กตรอนเย็น (cold electron) มีอุณหภูมิ อยู่ในช่วง 0.6 ถึง 1.2 eV และอิเล็กตรอนร้อน (hot electron) มีอุณหภูมิอยู่ในช่วง 1.2 ถึง 5 eV [26] โดยที่ 1 อิเล็กตรอนโวลต์ เท่ากับ 11,604.52 K ซึ่งในงานวิจัยนี้วัดค่าอุณหภูมิของอิเล็กตรอนได้ ในช่วง 1.9 ถึง 3.5 eV ซึ่งอุณหภูมิของอิเล็กตรอนเป็นหนึ่งตัวแปรที่นำมาคำนวณหาความหนาแน่น ของอิเล็กตรอน (n_e) ได้ตามสมการ

$$e_{es} = \frac{1}{4} en_{e} \langle v_{e} \rangle A_{p}$$
(2.21)

เมื่อ $\langle \mathbf{v}_e \rangle = \sqrt{\frac{8kT_e}{\pi m_e}} \quad \vec{v} \cdot \langle \mathbf{v} \rangle$ คือความเร็ว<mark>เฉลี่ย</mark> m_e คือมวลของอิเล็กตรอน e คือค่าประจุของ อิเล็กตรอนและ A_p คือพื้นที่ของหัววัด โด<mark>ยสามาร</mark>ถเขียนสมการที่ใช้ในการคำนวณความหนาแน่นของ อิเล็กตรอนได้ดังสมการ

$$\mathbf{n}_{e} = \left(\frac{4}{eA_{p}}\sqrt{\frac{\pi m_{e}}{8kT_{e}}}\right)\mathbf{I}_{es}$$
(2.22)

จากสมบัติเสมือนเป็นกลางทางไฟฟ้าของพลาสมา (quasi-neutrality) ทำให้พิจารณาได้ว่าความ หนาแน่นของอิเล็กตรอนในพลาสมามีค่าใกล้เคียงกับความหนาแน่นของไอออน ดังนั้น n_e ≈ n_i จึง สามารถแทนความสำพันธ์ของความหนาแน่นของอิเล็กตรอน เป็นความหนาแน่นของไอออนได้ในผล การทดลอง

2.6 หลักการตรวจวัดพลังงานของไอออน

พลังงานของไอออนเป็นอีกหนึ่งตัวแปรที่มีความสำคัญต่อโครงสร้างของฟิล์มที่อธิบายในหัวข้อที่ 2.4 และสมบัติเชิงกลของฟิล์ม ด้วยความที่ไอออนอยู่ในสถานะที่เป็นประจุ สามารถควบคุมการ เคลื่อนที่ และพลังงานได้ด้วยการใช้สนามไฟฟ้า การวัดพลังงานไอออนด้วย retarding field energy analyzer (RFEA) [27] ไม่เพียงแต่วัดพลังงานของไอออน ยังสามารถแยกแยะมวลของไอออนได้ ความสามารถในการตรวจวัดการกระจายตัวของพลังงานไอออน (Ion Energy Distribution, IED) มี ความสำคัญอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมที่มีการประยุกต์ใช้พลาสมาเนื่องจากพลังงงานไอออนมีบทบาท สำคัญในการปรับเปลี่ยนคุณสมบัติพื้นผิว การใช้สนามไฟฟ้ายับยั้งหรือหน่วงไม่ให้ไอออนเคลื่อนที่ มาถึงจุดตรวจวัด เป็นวิธีที่ง่ายและ เหมาะสมกับการใช้งานที่ไม่ต้องการความละเอียด ซับซ้อนของ การวิเคราะห์พลังงานไอออน



รูปที่ 2. 13 ไดอะแกรมแนวการเคลื่<mark>อนที่</mark>ของไอออนในหัววัดพลังงานแบบสนามหน่วง

แนวการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่มีประจุได้แก่ อิเล็กตรอนและไอออน ถูกแบ่งออกเป็นสองส่วนคือ บริเวณด้านหน้าหัววัดพลังงานที่มีการจ่ายศักย์ไฟฟ้าลบซึ่งจะทำหน้าที่ในการแยกอิเล็กตรอนออกจาก ไอออน ทำให้พลังงานของอนุภาคส่วนใหญ่ที่ตรวจวัดได้เป็นของไอออน ส่วนบริเวณด้านในของหัววัด จะมีการสร้างสนามไฟฟ้าในทิศทางที่ส่วนทางกลับการเคลื่อนที่ของไอออน หรือที่เรียกว่าสนามหน่วง ซึ่งถ้าไอออนที่เคลื่อนที่เข้ามาอยู่ในสนามหน่วงนี้มีพลังงานจลน์น้อยกว่าพลังงานศักย์หน่วงจะไม่ สามารถเคลื่อนที่เข้ามาที่หัววัดได้ มีเพียงไอออนที่มีพลังงานจลน์ที่สูงเท่านั้นที่สามารถเคลื่อนที่ไปยัง หัววัดได้ ในการวิเคราะห์พลังงานของไอออนจะใช้ค่ากระแสของไอออนและค่าศักย์หน่วง ในการ เชื่อมโยงฟังก์ชันแจกแจงความเร็ว และฟังก์ชันแจกแจงพลังงานจลน์ของไอออน

สำหรับการคำนวณหาค่าพลังงานของประชากรส่วนใหญ่ของฟังก์ชันการกระจายตัวของ พลังงานไอออน จากข้อมูลกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากการวัดด้วยหัววัด RFA ซึ่งสามารถ คำนวณได้ด้วยโปรแกรม Origin2018 ด้วยการหาอนุพันธ์อันดับหนึ่งของกระแสและศักย์ไฟฟ้า จากนั้นจะได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเส้นโค้งอนุพันธ์อันดับหนึ่งของ I-V characteristic เป็นแกน ตั้ง ส่วนแกนนอนแสดงถึงค่าพลังงานไอออนดังแสดงตามรูปที่ 2.14



รูปที่ 2. 14 ฟังก์ชั<mark>นการกร</mark>ะจายตัวของพลังงานไอออน

จากรูปที่ 2.14 เป็นการแสดงกราฟฟังก์ชันการกระจายตัวของพลังงานไอออน ที่เงื่อนไขศักย์ แอโนดไบอัส +75 V ซึ่งสามารถหาค่าพลังของประชากรไออนส่วนใหญ่ได้จากการลากเส้นตรงที่ จุดสูงสุดของพีคมาตัดที่แกน X <mark>ซึ่งมีค่าประมาณ 63.09 e</mark>V และข้อมูลอนุพันธ์อันดับที่หนึ่งของ I-V Characteristic เป็นส่วนหนึ่งในการคำนวณหาค่าความหนาแน่นเฉลี่ยของไอออน และพลังงาน ไอออน ซึ่งเริ่มมาจากความสัมพันธ์ของ<mark>สมการ ฟังก์ชัน</mark>การกระจายตัวของความเร็ว ดังสมการที่ 2.23

$$f(v) = -\frac{M}{\chi A e^2} \frac{dI}{dV}$$
(2.23)

เพื่อเป็นการแสดงให้เห็นว่าฟังก์ชันที่ขึ้นอยู่กับศักย์ไฟฟ้า f(V) มีความสัมพันธ์กับฟังก์ชันการ กระจายตัวของความเร็ว $f(m{v})$ และฟังก์ชันการกระจายตัวของพลังงาน $f(m{\varepsilon})$ หาความสัมพันธ์ของ สมการที่ 2.24 2 2

$$\int f(\varepsilon)d\varepsilon = \int f(v)dv$$

จากสมการที่ 2.24 อินทิเกรททั้งสองข้างหายไปดังแสดงตามสมการที่ 2.25

$$f(\varepsilon) = f(v)\frac{dv}{d\varepsilon}$$
(2.25)

(2.24)

$$\frac{dv}{d\varepsilon} = \frac{dv}{d\left(\frac{1}{2}Mv^2\right)} = \frac{dv}{Mvdv} = \frac{1}{Mv} = \frac{1}{M\sqrt{\frac{2\varepsilon}{M}}} = \frac{1}{\sqrt{2M\varepsilon}}$$
(2.26)

จากสมการที่ 2.26 เป็นการหาค่าอนุพันธ์ของความร็วกับพลังงาน ซึ่งผลที่ได้ออกมาเป็นค่าคงที่

$$f(\varepsilon) = f(v) \frac{1}{\sqrt{2M\varepsilon}}$$
(2.27)

จากสมการที่ 2.27 ได้มาจากการแทนสมการ<mark>ที่</mark> 2.26 ในสมการที่ 2.25

$$f(\varepsilon) = -\frac{M}{\chi A e^2} \frac{1}{\sqrt{2M\varepsilon}} \frac{dI}{dV}$$
(2.28)

และเมื่อแทนค่า f(v) ในสมการที่ 2.27 จะได้ค่า $f(\varepsilon)$ ดังสมการที่ 2.28

$$\int f(\varepsilon) d\varepsilon = \int f(\varepsilon) e dV = \int f(V) dV \qquad (2.29)$$

้จากสมการที่ 2.29 แสดงความสัมพันธ์ขอ<mark>งฟังก์ชั</mark>น f(v) $f(\varepsilon)$ และ f(V)

$$f(V) = f(\varepsilon) \times e \tag{2.30}$$

ซึ่งฟังก์ชันของศักย์ไฟฟ้ามีค่าเท่ากับ<mark>ผลคูณระหว่างฟังก์ชัน</mark>ที่ขึ้นกับพลังงานและประจุของอิเล็กตรอน ซึ่งมีค่าเป็น -1.6x10⁻¹⁹ C แสด<mark>งดังสมการที่ 2.30 และ</mark>จะได้สมการที่ 2.31 ที่เป็นฟังก์ชันของ ้ศักย์ไฟฟ้าซึ่งมีความสัมพันธ์กับข้อมูลที่บันทึกได้ที่อยู่ในรูป I-V Characteristic

$$f(\mathbf{V}) = -\frac{1}{\chi Ae} \sqrt{\frac{M}{2e}} \frac{1}{\sqrt{V}} \frac{dI}{dV}$$
(2.31)

้โดยที่ M คือมวลของ<mark>ไอออนแก๊สอาร์กอน</mark>

V คือ ศักย์ไฟฟ้าที่ที่จ่ายให้กับหัววัด

A คือ พื้นที่ที่รับอนุภาค

e คือ ค่าประจุของอิเล็กตรอน

$$n = \int f(\varepsilon) d\varepsilon \tag{2.32}$$

$$S_{avg} = \frac{\int \mathcal{E}f(\mathcal{E})d\mathcal{E}}{n}$$
(2.33)

การหาค่าความหนาแน่นของไอออน คื<mark>อ</mark>การอินทริเกรทสมการที่ 2.31 หรือสมการที่ 2.32 ซึ่ง ค่าที่ได้จะเป็นพื้นที่ใต้กราฟ หรือค่าคงที่ โดยหน่วยของความหนาแน่นเป็น ต่อลูกบากศ์เซนติเมตร และสามารถความคำนวณหาค่าพลังงานเฉลี่<mark>ยได้</mark>ดังสมการที่ 2.33

2.6 การวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างและส<mark>มบั</mark>ติเชิงกลของฟิล์มบาง

2.6.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ อาศัยกฎของแบร็กก์ (Bragg law) ที่เสนอแนวคิดว่าให้มอง โครงสร้างผลึกประกอบด้วย "ชั้น (layer)" หรือ "ระนาบ (plane)" ของอะตอมที่สามารถสะท้อน คลื่นที่ตกกระทบได้ โดยที่มุมตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ทั้งนี้ลำคลื่นที่ถูกสะท้อนออกมาจากระนาบ ต่างๆ จะมีความเข้มสูง (เกิดจากการแทรกสอดแบบเสริม) ความต่างระหว่างระยะเดินทางของคลื่นที่ ถูกสะท้อนจากระนาบใดๆกับระนาบข้างเคียงมีค่าเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ หลายคนอาจเกิดความสงสัยว่าทำไมถึงใช้คำว่า "สะท้อน" มาอธิบายปรากฏการณ์การเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์ โดยโครงสร้างผลึกในวัสดุเกิดจากการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ในทุกทิศทางโดยอะตอมที่อยู่ใน โครงสร้างผลึก แต่หากพิจารณาการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากอะตอมที่อยู่บนระนาบผลึกเดียวกัน จะ พบว่ามุมที่พบความเข้มของรังสีเอกซ์สูงสุดจะมีค่ามุมเท่ากับมุมที่รังสีเอกซ์มาตกกระทบระนาบผลึก นั้น



รูปที่ 2. 15 แบบจำลองสำหรับกฎของแบร็กก์

จากรูปที่ 2.15 จะเห็นว่าระยะทางที่คลื่นทั้ง 2 ขบวนเดินทางไปตกกระทบระยาบ A และ B แล้วสะท้อนออกมามีความแตกต่างระหว่างระยะเดินทางเท่ากับ SQ + QT โดยที่ระยะ SQ มีค่า เท่ากับระยะ QT และสามารถหาค่าของระยะ SQ ได้จากความสัมพันธ์เชิงตรีโกณมิติของสามเหลี่ยม PSQ ซึ่งได้ค่าระยะ SQ ออกมาเท่ากับ d_{hkl}sin0 ดังนั้นความแตกต่างระหว่างระยะเดินทางของคลื่น ทั้ง 2 ขบวนจึงมีค่าเท่ากับ 2d_{hkl}sin0 และจากแนวคิดของแบร็กก์ที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น ทำให้ได้สมการ ที่ใช้ในการอธิบายการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยโครงสร้างผลึก ที่มีชื่อว่า "กฎของแบร็กก์" ดัง สมการที่ 2.34



โดยที่ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

- n คือ ลำดับของการสะท้อน
- d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (<mark>h k l)</mark>
- θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา



รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากรูปที่ 2.16 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม ของรังเอกซ์ (Intensity) กับมุมที่ทำการวัด (2Theta) ซึ่งถ้าหากเปรียบเทียบตำแน่งของมุมที่เกิดพีค ที่สามารถระบุนาบของผลึก ชนิดของธาตุและสารประกอบ และสามารถระบุได้ว่าโครงสร้างของผลึก ของสารชนิดนั้นเป็นผลึกแบบใด โดยอ้างอิงจากฐานข้อมูลที่รวบรวมโดยองค์กรที่มีชื่อว่า The International Center for Diffraction Data (ICDD) จากตัวอย่างข้างต้น แสดงให้เห็นว่าฟิล์ม ไทเทเนียมไดโบไรด์ที่มีชั้นรองพื้นเป็นไทเทเนียมและชิ้นงานเป็น AISI 316L โดยพีคที่ปรากฏจะเป็น พีคของธาตุ ไทเทเนียมไดโบไรด์ ไทเทเนียม และเหล็ก ซึ่งเป็นองค์ประกอบของชิ้นงาน

สำหรับการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางที่เตรียมได้ หาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสี เอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยใช้สมการของ Scherrer ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดโบไรด์ที่ได้หลังจากการเคลือบ <mark>ดังส</mark>มการที่ 2.35

$$=\frac{k\lambda}{\beta\cos\theta}$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึก

- k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9
- λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (CuK_a = 1.5406 Å)
- eta คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด
- heta คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

2.6.2 การสะท้อนของรังส<mark>ีเอ็กซ์ (X-Ray Reflectivity</mark>, XRR)

เทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ [28] เป็นเทคนิคเฉพาะสำหรับการวิเคราะห์ฟิล์มบาง ซึ่งให้ ข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับความหนา ความหนาแน่น และความขรุขระของฟิล์ม เป็นเทคนิคที่ได้รับการ ยอมรับและไม่ทำลายชิ้นงาน จากการสะท้อนกลับหมดของรังสีเอ็กซ์ที่เคลื่อนที่มายังพื้นผิวชิ้นงานที่ เป็น อสัณฐาน ผลึก และของเหลว ความหนาของชั้นฟิล์มทั่วไปอยู่ระหว่าง 0.5 ถึง 400 นาโนเมตร แนวคิดพื้นฐานของเทคนิคนี้คือการสะท้อนของลำรังสีเอกซ์จากพื้นผิวของชิ้นงาน หากพื้นผิวของ ชิ้นงานมีความไม่สมบูรณ์ และไม่เรียบ แล้วความเข้มของรังสีที่สะท้อนจะเบี่ยงเบนไปจากที่คาดไว้ การเบี่ยงเบนนั้นสามารถวิเคราะห์เพื่อให้ได้ค่าความหนาแน่นของอินเทอร์เฟซปกติกับพื้นผิว

เมื่อรังสีเอกซ์เคลื่อนที่ตกกระทบชิ้นงานจะทำให้เกิดทั้งการสะท้อน และการหักเห สำหรับการ หักเหเกิดขึ้นในกรณีที่ดัชนีหักเหของวัสดุมีค่าน้อยกว่า 1 ดังนั้น การที่รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนกลับ หมดได้ เมื่อรังสีที่ตกกระทบพื้นผิววัสดุ เป็น grazing angle [29] หรือใช้เรียกมุมตกกระทบที่มีค่า น้อยๆ ซึ่งมีค่าน้อยกว่า มุมวิกฤต (Critical angle) [30] คือมุมตกกระทบบที่ทำให้เกิดมุมหักเห

(2.35)

เท่ากับ 90° ดังนั้นการสะท้อนกลับของรังสีเอกซ์มีความสัมพันธ์กับค่าดัชนีการหักเห และความยาว คลื่นของรังสีเอกซ์ [31]



จากรูปที่ 2.17 แสดงเส้นโค้งการสะท้อนของรังสีเอกซ์ โดยทั่วไปแกนตั้งจะแสดงเส้นโค้งการ สะท้อนของรังสีเอกซ์ โดยใช้เกลลอกาลิทึม ของการ normalized ความเข้มของ I/I₀ เส้นโค้งที่ได้จาก การสะท้อนของรังสีเอกซ์มีลักษณะเป็นการสั่นขั้นลง เนื่องจากรังสีเอกซ์เกิดการแทรกทรอด จากรูปที่ 2.17 ยิ่งฟิล์มมีความหนาที่มากขึ้นช่วงการสั่นของเส้นโค้งก็กว้างขึ้นตามด้วย แสดงว่าสิ่งที่จะบ่งบอก ถึงความหนาของฟิล์มคือระยะห่างระหว่างศูนย์กลางของเส้นโค้งหนึ่งถึงเส้นโค้งหนึ่ง



2.6.2.2 ความหนาแน่นของฟิล์ม



รูปที่ 2. 18 เส้นโค้งการสะท้อนของรั<mark>งสีเอกซ์บ</mark>น ฟิล์มทอง ทองแดง และซิลิกอนไดออกไซด์ (ความหนาฟิล์ม 20 nm) [31]

จากรูปที่ 2.18 แสดงผลความหนาแน่นจากเส้นโค้งการสะท้อนของรังสีเอกซ์ ของฟิล์มที่เคลือบ ทอง ทองแดง และซิลิกอนไดออกไซด์ บนชิ้นงานที่เป็นซิลิกอนโดยฟิล์มทุกชิ้นมีความหนาเท่ากัน 20 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบฟิล์มทั้ง 3 ชนิด สังเกตุได้ว่าฟิล์มที่มีความหนาแน่นมากจะมีแอมพลิจูด ของการสั่นที่สูงเมื่อเทียบกับฟิล์มที่มีความหนาแน่นต่ำ โดยแอมพลิจูดของการสั่นขึ้นอยู่กับความ แตกต่างระหว่างความหนาแน่นระหว่างฟิล์มกับชิ้นงาน

2.6.2.3 ความขรุขระของพื้นผิว

ความขรุขระของฟิล์มเป็นอีกหนึ่งผลลัพธ์ที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ โดยแสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเส้นโค้งการสะท้อนของรังสีเอกซ์กับมุม โดยชิ้นงานที่ใช้เป็น ซิลิกอน ดังรูปที่ 2.19 ทั้งสองชิ้นมีความขรุขระของพื้นผิวที่ต่างกัน สามารถระบุได้ว่าการลดลงอย่าง รวดเร็วของการสะท้อนของรังสีเอกซ์ แสดงถึงความขรุขระของพื้นผิวที่มาก หรือกล่าวได้ว่าความ ขรุขระของฟิล์มสามารถสังเกตุได้จากความชันของเส้นโครงการสะท้อนของรังสีเอกซ์



้รูปที่ 2. 19 กราฟความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่างเ</mark>ส้นโค้งการสะท้อนของรังสีเอกซ์กับมุม [31]

2.7 การวัดสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเทคนิคหัววัด 4 จุด (Four-point probe)

โดยปกติแล้วการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุฟิล์มบางมีความจำเป็นอย่างเมื่อต้องการใช้งานกับ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ในกรณีที่สามารถความคุมหรือตรวจวัดพารามิเตอร์รอบข้างได้อย่างแม่นยำ การวัดค่าความต้านทานช่วยให้สามารถประเมินคุณภาพของฟิล์มได้ง่าย และสามารถวิเคราะห์ผลได้ รวดเร็ว แต่อย่างไรก็ตามการวัดค่าความต้านทานให้มีค่าความต้านทานให้มีความแม่นยำสูงทำได้ ค่อนข้างยาก เนื่องจากผลกระทบหลายด้าน เช่น อุณหภูมิ เครื่องมือวัด และการติดตั้งเครื่องทือวัด เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ใช้หัววัด 4 จุดที่หน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมาได้ประดิษฐ์ขึ้นซึ่งเป็นวิธีการ มาตรฐานในการวัดค่าความต้านทานของวัสดุสารกึ่งตัวนำ โดยเข็มวัดคู่หนึ่งใช้จ่ายกระแสให้กับชิ้นงาน ทดสอบ ส่วนเข็มวัดอีกคู่จะใช้วัดแรงดันไฟฟ้าที่ได้จากชิ้นงานทดสอบ โดยใช้เครื่อง Source Meter Unit (SMU) ในการจ่ายกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าตกคร่อม ด้วยลักษณะเช่นนี้สามารถตัดผลกระทบ จากความต้านทานของสายไฟที่ใช้วัด และแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมจุดวัด จึงทำให้ค่าความต้านทานที่ คำนวณได้มีความถูกต้องมากขึ้น



จากรูปที่ 2.20 เป็นการวัดค่าความต้านทานด้วยหัววัด 4 จุด ต้องมีค่าเท่ากันคือ s การวัดจะ เริ่มจากการปล่อยกระแสไฟฟ้าคงที่เข้าที่ขั้วด้านนอก ซึ่งกระแสจะไหลจากขั้ว A ผ่านพื้นผิวฟิล์มไปยัง ขั้ว D ทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าตกคร่อมจึงทำการวัดค่ากระแสและค่าแรงดันที่เข็ม B และ C ที่วัดได้มา คำนวณหาค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า ซึ่งหาได้จากสมการที่ 2.36

$$=\frac{R(2\pi\omega)}{1.3863}$$

ρ

(2.36)

โดยที่ ρคือค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า

R คือความต้านทานเชิงแผ่น

 ω คือความหนาของฟิล์ม

2.8 การวัดความแข็งของฟิล์มด้วยเทคนิค nanoindentation measurement

สมบัติเชิงกลที่มีความสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือ ความแข็ง (Hardness) หมายถึง ความสามารถในการต้านทานหรือทนต่อการเปลี่ยนรูปร่างถาวรของวัสดุ โดยการทดสอบความแข็ง ของวัสดุที่ง่าย และได้รับการยอมรับคือ โมห์สเกล (Mohs Scale) เป็นการทดสอบความแข็งเริ่มแรก สุด ทดสอบโดยการนำวัสดุหนึ่งมาขีดกับอีกวัสดุหนึ่ง โดยวัสดุที่มีความอ่อนกว่าจะเกิดรอยเมื่อถูกขีด ด้วยวัสดุที่มีความแข็งกว่า [33]

ในการวัดความแข็งของฟิล์มบางจำเป็นต้องใช้เครื่องมือวัดที่มีความสามรถในการวัดในระดับนา โนได้โดยการใช้หัวกด Berkovic ที่มีลักษณะเป็นพีระมิดฐานสามเหลี่ยม หลักการในการวิเคราะห์ ความแข็งของฟิล์มคือ การค่อยๆเพิ่มแรงกดที่ผิวหน้าของชิ้นงาน (loading) จนถึงจุดๆหนึ่ง ชิ้นงานที่ มีฟิล์มจะเกิดการเสียรูปอย่างถาวร แล้วค่อยๆ คายแรงกดของหัวกด (unloading) สำหรับบริเวณที่ ถูกกด ถ้ามีความยืดหยุ่นจะเกิดการคายตัว ส่วนชิ้นงานที่มีความเค้นตกข้างที่สูงหรือความแข็งที่มาก เมื่อนำชิ้นงานไปทำการวิเคราะห์ SEM จะปรากฏรอยแตกของฟิล์มที่บริเวณที่มีการกด ซึ่งบ่งบอกได้ ว่าชิ้นงานมีความเปราะ

เมื่อทำการทดสอบความแข็ง ผลที่ได้เป็นเส้นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างแรงกด (Load) และไม่ มีแรงกด (Unloading) ต่อระยะลึก (Displacement) สามารถนำมาหาค่าความแข็งและสมบัติของ การยึดหยุ่นของฟิล์มได้ ที่แสดงดังรูปที่ 2.21



รูปที่ 2. 21 Indentation load และ Indentation displace curve b) กระบวนการ loadingunloading และตัวแปรที่สำคัญ [34]

จากรูปที่ 2.21 สามารถนำมาคำนวณความแข็งของฟิล์มได้สมการที่ 2.37

 $H = \frac{P_{\text{max}}}{P_{\text{max}}}$

เมื่อ คือ ความแข็งของผิวเคลือบ (Pa) Η คือ ภาระสูงสุดในการกด (N) P_{max} คือ พื้นที่รอยกด A

พื้นที่ของรอยกดสามารถหาได้จากฟังก์ชันของพื้นที่ F(h) ที่มีความสัมพันธ์กับพื้นที่ตัดขวาง ของหัวกดกับความลึกของการกด (h) ค<mark>วามลึ</mark>กของการกดไม่ควรเกิน 1/10 ของความหนาฟิล์ม เพราะอาจทำให้ค่าความแข็งของแผ่นฐาน<mark>รบกวน</mark>ค่าความแข็งของฟิล์มที่ต้องการวัด ทำให้ค่าความ ์ แข็งของฟิล์มที่วัดได้คลาดเคลื่อน ซึ่งสาม<mark>ารถหาพื้</mark>นที่รอยกดได้จากสมการที่

$$A = F(h_c) \tag{2.38}$$

$$h_c = h_{\text{max}} - \left[\varepsilon \frac{P_{\text{max}}}{dP / Ph} \right]$$
(2.39)

เสกโต ชี่เว

เมื่อ คือ ระยะความลึกสัมผัสของการกด (nm) h_c คือ ระยะความลึกสูงสุด (nm) $h_{\rm max}$ คือ ค่าคงที่ของหัวกด

พหาน ปณุ ส

É

(2.37)

37

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนีมไดโบไรด์ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยใช้การไบอัสที่ขั้วแอโนดเพื่อศึกษาโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของฟิล์ม ซึ่งมีขั้นตอนการดำเนินงาน ดังนี้ 1. ศึกษาสมบัติและกระบวนการในการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ 2. พัฒนาระบบเคลือบ ฟิล์มบางแมกนีตรอนสปัตเตอริง 3. เตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ด้วยการใช้แอโนดไบอัส 4. วิเคราะห์ผลการทดลอง 5. สรุปผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง ซึ่งสามารถอธิบาย ขั้นตอนการดำเนินงานได้ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3. 1 ไดอะแกรมของการดำเนินงานวิจัย

3.1 ระบบสุญญากาศ

3.1.1 การพัฒนาระบบเคลือบฟิล์มบางแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ในงานวิจัยนี้ได้มีการปรับปรุงและพัฒนาระบบเคลือบฟิล์มบางเพื่อให้ระบบมีความทันสมัย ใช้ งานได้ง่าย และลดข้อผิดพลาดจากการทำงานมากขึ้น สำหรับอุปกรณ์ที่มีการเพิ่มเข้ามาในระบบได้แก่ 1. คอมพิวเตอร์สำหรับควบคุมการทำงาน และวัดค่าสัญญาณไฟฟ้า PCI eXtension for Instrumentation (PXI) โดยจะมีโปรแกรมที่สั่งการการเปิด-ปิดวาล์ว และควบคุมอัตรากาไหลของ แก๊ส 2. ปั้มเทอร์โบโมเลกุลาร์ (Turbomolecular pump) ทำหน้าที่สูบอากาศออกจากระบบ ที่ความ ดันสุญญากาศต่ำกว่า 10⁻⁵ Torr ด้วยการทำงานร่วมกับปั้มโรตารี่ ซึ่งต่างจากการทำงานของระบบเดิม ที่ใช้ปั้มไอแพร่น้ำมัน 3. วาล์วปิกผีเสื้อที่ควบคุมผ่านโปรแกรมคอมพิวเตอร์ (Butterfly valve control system) ทำหน้าที่ควบคุมความดันของระบบขณะทำการเคลือบ 4. ชุดวัดความดันมี 2 ส่วน ได้แก่ Dual gauge ที่มีเกจไอออน และเกจพิรานี อยู่ในเครื่องเดียวกันสามารถวัดความดันตั้งแต่ความ ดันบรรยากาศจนถึงความดันต่ำกว่า 10⁻⁵ Torr ส่วนเกจคาปาซิเตน ใช้สำหรับวัดความดันขณะเคลือบ โดยมีช่วงการทำงานอยู่ระหว่าง 0.1 Torr <mark>ถึงความ</mark>ดันต่ำกว่า 10⁻⁵ Torr



รูปที่ 3. 2 ระบบเคลือบฟิล์มบางแมกนีตรอนสปัตเตอริง

3.1.2 ระบบสุญญากาศ

้สำหรับระบบสุญญากาศที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ ซึ่งระบบสุญญากาศมี ้ความสำคัญในการสร้างสภาวะที่มีความเหมาะสมการเกิดฟิล์มบาง ส่วนประกอบของระบบสุญญากาศ แสดงดังรูปที่ 3.3 ที่ประกอบด้วยภาชนะสุญญากาศที่ไร้รอยเชื่อมรูปทรงกระบอกขึ้นรูปจากอลูมิเนียม ี่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความสูงภายใ<mark>น</mark> 250 mm และ 300 mm ตามลำดับ ในส่วนของปั๊ม สุญญากาศประกอบด้วย ปั้มเทอร์โบโมเลกุล<mark>าร์</mark>สามารถทำให้เกิดสภาวะสุญญากาศได้ในช่วง 10⁻¹ ถึง ี่ 10⁻⁶ Torr ซึ่งต้องทำงานร่วมกับปั๊มโรตารี่ที<mark>่ท</mark>ำให้เกิดสภาวะสุญญากาศได้ในช่วง 10⁻¹ ถึง 10⁻⁶ Torr ้สำหรับวาว์ลปีกผีเสื้อถูกติดตั้งอยู่ระหว่างภา<mark>ชนะ</mark>สุญญากาศกับ ปั๊มเทอร์โบโมเลกุลาร์ทำหน้าที่ในการ ้ควบคุมความดันภายในระบบสุญญากาศข<mark>ณะท</mark>ำการเคลือบฟิล์มได้โดยการปรับตำแหน่งของวาล์ว ้สำหรับส่วนที่เป็นเกจวัดความแบ่งออกเป็น 2 ส่วนได้แก่ 1. Wide – range gauge ที่ภายในประกอบ ไปด้วย ion gauge และ pirani gauge ส<mark>ามาร</mark>ถอ่านค่าความดันได้ในช่วง 10³ ถึง 10⁻⁶ Torr ใช้ ้สำหรับอ่านค่าความดันฐานของระบบเท่า<mark>นั้น 2</mark>. Capacitance gauge สามารถอ่านค่าความดันได้ ในช่วง 10⁻¹ ถึง 10⁻⁴ Torr ใช้สำหรับอ่าน<mark>ค่าควา</mark>มดันขณะทำการเคลือบฟิล์ม ซึ่งเกจวัดความดันทั้ง ้สองอย่างนี้จะมีวาล์วกั้นสำหรับเปิด – ปิด<mark> การเชื่อ</mark>มต่อระหว่างภาชนะสุญญากาศกับเกจวัดความดัน ้ส่วนระบบแก๊สควบคุมอัตราการไหลขอ<mark>งแก๊สโดยใ</mark>ช้ Mass flow controller และส่วนสุดท้ายเป็น venting valve ที่ทำหน้าที่ในการเปิดเพื่อนำอากาศเข้าในภาชนะสุญญากาศ โดยอุปกรณ์ทั้งหมด ้ยกเว้น venting valve ถูกควบคุ<mark>มโดยโปรแกรมคอมพิวเตอ</mark>ร์



รูปที่ 3. 3 ไดอะแกรมแสดงระบบสุญญากาศ

3.1.3 ขั้นตอนการเดินและหยุดระบบสุญญากาศ

ในขั้นตอนการดำเนินการของระบบสุญญากาศมีความเกี่ยวข้องกับอุปกรณ์ต่างๆ ที่ได้อธิบายไว้ ในหัวข้อที่ 3.1.2 โดยการดำเนินการทุกอย่างจะทำผ่านโปรแกรมควบคุมที่มีหน้าต่างสำหรับควบคุม แสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3. 4 ไดอะแกรมสำหรับควบคุบการดำเนินงานของระบบ

จากรูปที่ 3.4 เป็นไดอะแกรมของโปรแกรมที่ใช้ในการควบคุมการทำงานสำหรับระบบ สุญญากาศ เป็นโปรแกรมเบื่องต้นในการเตรียมระบบสุญญากาศก่อนที่จะทำการเตรียมฟิล์ม โดยก่อน การดำเนินการระบบจะอยู่ในสภาวะความดันบรรยากาศ ซึ่งปั๊มโรตารี่ยังไม่เปิดใช้งาน และภาชนะ สุญญากาศอยู่ในสถานะปิดพร้อมที่จะเตรียมเดินระบบสุญญากาศ ซึ่งการทำการทดลองทุกครั้งต้อง ดำเนินการอย่างระมัดระวัง และเป็นขั้นตอนดังนี้

ขั้นตอนการเดินระบบสุญญากาศ

- เมื่อภาชนะสุญญากาศอยู่ในสถานะพร้อมที่จะเดินระบบสุญญากาศ เพื่อให้มั่นใจต้องทำการ เซ็คที่ venting valve ว่าปิดอยู่ จึงเริ่มเปิดปั้มโรตารี่ จากนั้นค่อยเริ่มกระบวนการเดินระบบ โดยอ้างอิงจากรูปที่ 3.4 ซึ่งวาล์วทุกตัวต้องปิด
- เริ่มต้นด้วยการกดที่ Roughing valve (RV) ทำหน้าที่ในการสูบอากาศออกจากภาชนะ สุญญากาศผ่านปั๊มโรตารี่โดยตรงซึ่งในส่วนนี้ต้องการความดันที่ต่ำกว่า 5×10⁻² Torr เพื่อให้ สามารถอ่านค่าความดันได้ต้องเปิดว<mark>าล์</mark>ที่ Wide – range gauge
- เมื่อความดันที่ต่ำกว่า 5×10⁻² Torr ปิด Roughing valve แล้วเปิด Backing valve ที่เป็น การปั้มอากาศผ่านปั้มเทอร์โบแต่ยังไม่ไม่ได้สูบอากาศผ่านภาชนะสุญญากาศเพราะวาล์วปิก ผีเสื้อยังปิดอยู่ จากนั้นค่อยๆเปิดวาล์วปิกผีเสื้อเป็นขั้นๆ จนตำแหน่งวาล์วปิกผีเสื้ออยู่ใน สถานะเปิด 100% เพื่อไม่ให้ใบพัดของเทอร์โบเกิดความเสียหาย สำหรับ Roughing valve และ Backing valve ไม่สามารถใช้งานพร้อมกันได้เมื่อต้องการใช้งานต้องสลับกันใช้
- เปิดปั้มเทอร์โบโมเลกุลาร์ โดยสังเกตุรอบการหมุนของใบพัดซึ่งค่าสูงสุดจะอยู่ที่ 1000 Hz ถึง จะอยู่ในสถานะการทำงานที่ปกติ จากนั้นเปิดวาล์วของ Capacitance gauge รอการปั้ม อากาศประมาณ 30 นาที ถึงจะได้ความดันฐานของระบบอยู่ที่ประมาณ 1×10⁻⁵ Torr
- เปิดระบบน้ำหล่อเย็นของหัวแมกนีตรอนเพื่อเป็นการพร้อมสำหรับการเคลือบฟิล์มในขั้นตอน ต่อไป

ขั้นตอนการปิดระบบ

- เมื่อทำการทดลองเสร็จแล้วให้เริ่มจากการปิดแหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้า เพื่อเป็นการหยุดการ สร้างพลาสมา
- 2. ปิดวาล์วควบคุมการจ่ายแก๊ส สามารถสังเกตุได้จากความดันของระบบที่ลดลง
- 3. ปิดวาล์วของเกจวัดความดันสำหรับ Capacitance gauge และ Wide range gauge
- 4. ปิดวาล์วปีกผีเสื้อให้อยู่ในปิด 0% แล้วปิด Backing valve แล้วปั้มโรตารี่
- 5. ปิดโปรแกรมควบคุมการทำงานของระบบ แล้วเปิด venting valve เพื่อให้อากาศเข้ามาใน ระบบจนภายในภาชนะสุญญากาศเป็นความดันบรรยากาศ

3.2 การดำเนินงาน

ในการดำเนินงานวิจัยนี้ ได้ทำการเก็บข้อมูล และเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์เพื่อที่จะ นำเสนอเทคนิคการเตรียมฟิล์มรูปแบบใหม่ด้วยการใช้การไบอัสที่แอโนด โดยการศึกษาเหตุการณ์ ระหว่างการเคลือบ พารามิเตอร์ที่มีการเปลี่ยนแปลง และสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม รวมถึงขั้นตอนการทำ ความสะอาดชิ้นงานที่มีความสำคัญต่อการยึด<mark>ติ</mark>ดที่ดี

3.2.1 การวัดอัตราการตกสะสมด้วยผ<mark>ลึก</mark>ควอตซ์

ในการวัดอัตราการตกสะสมของเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์ มีวัตถุประสงค์เพื่อที่บอกบ่งความหนา ของฟิล์มแบบคร่าวๆ ก่อนการเคลือบจริง เนื่องจากการวิเคราะห์ฟิล์ม บางเทคนิคต้องการความหนา ของฟิล์มอยู่ในระดับไม่เกิน 200 nm การวัดอัตราการตกสะสมด้วยควอตซ์คริสตัลไมโครบาลานซ์ (Quartz Crystal Microbalance, QCM) [35] เป็นการวัดมวลที่มีการเปลี่ยนแปลงต่อหนึ่งหน่วย พื้นที่ โดยวัดการเปลี่ยนแปลงความถี่การสั่นพ้องของผลึกควอตซ์ งานวิจัยนี้ได้ใช้ระบบควอตซ์คริสตัล ไมโครบาลานซ์ รุ่น STM – 2XM (Inficon) สามารถอธิบายไดอะแกรมของการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ใน การวัดอัตราการตกสะสมดังรูปที่ 3.5



จากรูปที่ 3.5 แสดงไดอะแกรมสำหรับการวัดอัตราการตกสะสมของเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์ จำเป็นต้องมีการตั้งค่า Density และ Z – Ratio ให้มีความเหมาะสมกับเป้าวัสดุที่เป็นธาตุหรือ สารประกอบชนิดนั้นๆ ซึ่งสำหรับเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์มีค่า Density และ Z – Ratio เป็น 4.500 และ *1.000 ตามลำดับ เพื่อให้สะดวกและมีความแม่นยำในการบันทึกข้อมูลที่ได้จึงมีการดึงข้อมูลที่ได้ จากเครื่องวัดอัตราการตกสะสมเป็นสัญญาณศักย์ไฟฟ้าที่เป็นค่าของอัตราการตกสะสมมาที่เครื่อง ออสซิลโลสโคป ในการวัดอัตราการตกสะสมของเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์ มีเงื่อนไขในการทดลองดังนี้ ความดันฐานของระบบก่อนการทดลอง 1.56 ×10⁻⁵ Torr ระยะห่างระหว่างเป้าวัสดุกับหัววัดอัตรา การตกสะสม 10 cm อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm ความดันแก๊สอาร์กอนขณะทดลอง ประมาณ 2.14 มิลลิทอร์ กำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัวแมกนีตรอนทั้งหมด 4 ค่า ได้แก่ 50 100 150 และ 200 W และการปรับค่าศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่ายให้กับแอโนดเป็น Ground, +25, +50, +75, +100 และ +125V

3.2.2 การวัดสมบัติของพลาสมา

ในการศึกษาสมบัติของพลาสมาในงานวิจัยนี้ได้ใช้หัววัดแลงเมียร์ซึ่งหน่วยวิจัยเทคโนโลยี พลาสมาประดิษฐ์ ซึ่งโครงของหัววัดไม่ซับซ้อน เข้าใจได้ง่ายเหมาะสำหรับใช้ในระดับแลปสเกล โดย ทำงานควบคู่กับเครื่อง Source Meter Unit (SMU) ซึ่งทำหน้าที่ในการจ่ายศักย์ไฟฟ้าและวัดกระแส โดยสามารถแสดงไดอะแกรมของการวัดสมบัติของพลาสมาได้ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3. 6 ไดอะแกรมการวัดสมบัติของพลาสมา

จากรูปที่ 3.6 ส่วนประกอบของหัววัดแลงเมียร์ประกอบด้วย Aperture ที่ทำหน้าที่เป็นรูเปิดให้ อนุภาคต่างๆเคลื่อนที่ผ่านไปได้ ซึ่งต่อลงกราวด์ ส่วนขัวรับกระแสไฟฟ้าจะอยู่ถัดจาก Aperture ซึ่งถึง ขั้นด้วยแผ่น PEEK ทำหน้าที่แยกขั้วไฟฟ้าทั้งสองม์ให้สัมผัสกัน โดยในการวัดสมบัติของพลาสมาถูก แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่ การปรับค่าศักย์แอโนดไบอัสเป็น 0 +25 +50 +75 +100 และ +150 V การปรับค่ากำลังไฟฟ้าเป็น 50 100 150 200 และ 250 W และการปรับค่าความดันแก๊สเป็น 2 4 6 8 และ 10 mTorr

3.2.3 การวัดพลังงานไอออน

การศึกษาพลังงานของไอออนจากการไบอัสศักย์ไฟฟ้าบวกที่ขั้วแอโนด โดยใช้เทคนิค Retarding Field Energy Analyzer (RFEA) ที่ทำงานร่วมกันกับเครื่อง Source Measure Unit (SMU) และมีการไบอัสศักย์ไฟฟ้าลบที่ขั้วกริดที่สองของหัววัด ขั้วกริดที่หนึ่งต่อกับกราวด์ ส่วนขั้วที่ทำ การวัดพลังงานไอออนต่อกับเครื่อง SMU สามารถแสดงไดอะแกรมของหัววัดได้ดังรูปที่ 3.7



การติดตั้งหัววัดพลังงานไอออนมีลักษณะเหมือนกับการติดตั้งการวัดอัตราตกสะสม ดังรูปที่ 3.7 จากรูปที่ 3.7 ที่ขั้ว G₂ จ่ายศักย์ไฟฟ้า **-15 V ตลอดการทดลองเ**พื่อทำหน้าที่ผลักอิเล็กตรอนไม่ให้ทะลุ ผ่านถึงขั้ววัดพลังงานไอออน สำหรับขั้ววัดพลังงานไอออนที่ต่อกับ เครื่อง SMU สิ่งที่วัดได้คือกระแส ของไอออน โดยทำกับกำหนดช่วงศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้กับขั้ววัดกระแสเป็น -10 V ถึง 120 V ทั้งหมด 400 จุด ซึ่งหลักการทำงานของเครื่อง SMU คือการจ่ายศักย์ไฟฟ้าไปหนึ่งค่าแล้ววัดกระแสที่ได้หนึ่งค่า จนครบช่วงที่กำหนด โดยการทดลองวัดพลังงานของไอออนจะแบ่งออกเป็น 3 เงื่อนไขดังนี้ เงื่อนไขที่ 1 ปรับค่าศักย์ไฟฟ้าไบอัสที่ขั้วแอโนดเป็น ศักย์ลอย (Floating potential) +10 +20 +30 +40 +50 +60 +70 +80 +90 และ +100 V ตามลำดับ โดยควบคุมกำลังไฟฟ้า 150W อัตราการไหล ของแก๊สอาร์กอน 10 sccm และความดันแก๊สขณะเคลือบ 3 mTorr เงื่อนไขที่ 2 ปรับค่ากำลังไฟฟ้า เป็น 50 100 150 200 และ 250 W ตามลำดับ โดยควบคุมศักย์ไฟฟ้าไบอัสที่ขั้วแอโนดเป็น +50 V อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm และความดันแก๊สอาร์กอนขณะเคลือบ 3 mTorr เงื่อนไขที่ 3 ปรับค่าความดันขณะเคลือบเป็น 3 6 9 12 และ 15 mTorr ตามลำดับ โดยควบคุม กำลังไฟฟ้า 150 W ศักย์ไฟฟ้าไบอัสที่ขั้วแอโนดเป็น +50 V และความดันแก๊สขณะเคลือบ 3 mTorr

3.2.4 การวัดค่าความต้านทานด้วยหัววัด 4 จุด

สำหรับการวัดค่าความต้านทานของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ทั้งหมด 6 เงื่อนไขได้แก่ TiB0 TiB25 TiB50 TiB75 TiB125 และ TiB150 ซึ่งสามารถแสดงไดอะแกรมการต่อหัววัด 4 จุด และการ ติดตั้งได้ดังรูปที่ 3.8





รูปที่ 3. 8 (a) ไดอะแกรมการต่อหัววัดสี่จุดกับเครื่อง SMU (b) การติดตั้งหัววัด 4 จุด จากรูปที่ 3.8 (a) ขั้วด้านนอกที่เป็น Force Hi และ Force LO เป็นขั้วที่ต่อกับ SMU ทำห้นาที่ ในการจ่ายกระแส ส่วนขั้วด้านใน Sense HI และ Sense LO ทำหน้าที่ในการวัดศักย์ฟ้าตกคร่อม ซึ่ง ค่าที่วัดออกมาได้จะเป็นค่าความต้านทานเชิงเผ่นของฟิล์ม ซึ่งเป็นหนึ่งในตัวแปรที่ใช้ในการคำนวณหา ค่าสภาพความต้านทานของฟิล์มบางตามสมการที่ 3.1

$$\rho = R_{sh} \times t, \, t <<\!\! s \tag{3.1}$$

จากสมการที่ 3.1 สามารถใช้ได้ในกรณีที่ฟิล์มที่เตรียมได้มีค่าความหนาน้อยกว่าระยะห่างของ เข็มหัววัด ซึ่งสามารถนำค่าความต้านทานเชิงแผ่นคูณกับหนาของฟิล์มได้

3.2.5 การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์

ในหัวข้อนี้ได้กล่าวถึงขั้นตอนในการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอน สปัตเตอริง ที่ใช้การไบอัสที่ขั้วแอโนด รวมถึงการทำความสะอาดชิ้นงานก่อนการเตรียมฟิล์ม ไทเทเนียมไดโบไรด์เพื่อให้ฟิล์มที่ได้มีคุณภาพที่ดี

3.2.5.1 การทำความสะอาดชิ้นงาน

การทำความสสะอาดชิ้นงานมีความจำเป็นอย่างมากสำหรับการเตรียมฟิล์มทุกชนิด ไม่ว่าจะ เป็นชิ้นงานที่เป็นกระจก ซิลิกอน และโลหะชิ้นต่างๆ สำหรับงานวิจัยนี้ได้ใช้ซิลิกอนในการเตรียมฟิล์ม ไทเทเนียมไดโบไรด์ [36] สำหรับวัตถุประสงค์ของกระบวนการทำความสะอาดชิ้นงานคือการกำจัด สารเคมี และอนุภาคสิ่งสกปรกโดยไม่ต้องการเปลี่ยนแปลงหรือทำลายพื้นผิวหรือสารตั้งต้นของ ชิ้นงาน พื้นผิวของชิ้นงานที่เป็นซิลิกอนจะต้องไม่ได้รับผลกระทบที่เป็นความขรุขระ หรือการกัดกร่อน ส่งผลต่อการทำความสะอาดชิ้นงาน

การทำความสะอาดชิ้นงานที่เป็นซิลิกอน [37] โดยการใช้สารละลายในการทำความสะอาด สารละลายสามารถทำความสะอาดคราบน้ำมัน และสิ่งปนเปื้อนที่ปรากฏบนพื้นผิวชิ้นงาน แต่น่า เสียดายที่สารละลาย (โดยเฉพาะอย่างยิ่งอะซีโตน) หลงเหลือสารละลายบนชิ้นงาน ขั้นตอนการทำ ความสะอาด เทอะซีโตนลงในภาชนะแก้ว และเทเมธานอลลงในภาชนะแก้วอีกอัน แล้วนำภาชนะ แก้วลงในอ่างน้ำอุ่น (อุณหภูมิไม่เกิน 55 °C) จากนั้นนำแผ่นชิ้นงานซิลิกอนลงในภาชนะแก้วที่มีอะซี โตนเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นย้ายมาที่ภาชนะแก้วที่มีเมธานอลเป็นเวลา 2 ถึง 5 นาที จากนั้นนำมา ล้างด้วยน้ำ DI (Deionized water) สุดท้ายเป่าด้วยลมไนโตรเจน ซึ่งในงานวิจัยนี้มีขั้นตอนการทำ ความสะอาดชิ้นงานดังนี้

- 1. นำแผ่นชิ้นงานซิลิกอนม<mark>าตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสข</mark>นาด 1.5 cm × 1.5 cm
- เตรียมเครื่องอัลตร้าโซนิค โดยการเทน้ำ RO (Reverse Osmosis) หรือน้ำดื่มลงในอ่างของ เครื่องอัลตร้าโซนิค และทำการตั้งค่าอุณหภูมิของน้ำไว้ที่ประมาณ 30 °C
- นำชิ้นงานซิลิกอนที่ตัดแล้วจัดวางเรียงในภาชนะแก้ว แล้วเทอะซีโตน (Acetone, C₃H₆O) ลง ในภาชนะแก้วจนท่วมแผ่นซิลิกอนเล็กน้อยจากนั้นนำภาชนะแก้วที่มีแผ่นซิลิกอนแช่อะซีโตน ลงไปแช่ในอ่างของเครื่องอัลตร้าโซนิคโดยทำการสั่นเป็นเวลา 10 นาที ซึ่งการทำความ สะอาดด้วยอะซีโตนจะทำเพียง 1 รอบ
- เทเมธานอล (Methanol, CH₃OH) ลงในภาชนะแก้วอีกอันแล้วนำแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการทำ ความสะอาดด้วยอะซีโตนมาใส่ที่ภาชนะที่มีเมธานอลโดยทำการสั่นเป็นเวลา 10 นาที สำหรับการทำความสะอาดด้วยเมธานอลจะทำ 2 รอบ

- เทน้ำ DI ลงในภาชนะแก้วอีกอัน แล้วนำแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการทำความสะอาดด้วยเมธานอล มาใส่ที่ภาชนะที่มีน้ำ DI โดยทำการสั่นเป็นเวลา 10 นาที สำหรับการทำความสะอาดด้วยน้ำ DI จะทำ 3 รอบ
- นำชิ้นงานที่ผ่านการทำความสะอาดมาเป่าด้วยลมไนโตรเจน และใช้เครื่องเป่าลมร้อนเป่าให้ แห้ง จากชิ้นงานในตู้ดูดความชื้น

หมายเหตุ สารละลายที่เป็นอะซีโตน แล<mark>ะเ</mark>มธานอลควรทิ้งในขวดทิ้งสารแต่ละชนิด และควรใส่ถุง มือทุกกระบวนการทำความสะอาด

3.2.5.2 การเคลือบฟิล์มบางด้ว<mark>ยเ</mark>ทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

เมื่อชิ้นงานที่จะนำมาเคลือบผ่าน<mark>กระ</mark>บวนการทำความสะอาดเป็นอย่างดีแล้วก็สามารถนำ ้ชิ้นเข้าเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศได้ โดยต<mark>้องติด</mark>ตั้งเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์ (ขนาดเส้นผ่านศูนญ์กลาง ู้ ขนาด 2 นิ้ว ความหนา 0.25 นิ้ว ควา<mark>มบริสุท</mark>ธิ์ 99.5%) ระยะห่างระหว่างผิวเป้าวัสดุกับชิ้นงาน 10 cm สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 3.<mark>3 แสดง</mark>การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับเคลือบฟิล์มบาง โดยมีวง ์ แหวนเทปลอนขั้นอยู่ระหว่างฝาภาชน<mark>ะสุญญา</mark>กาศกับภาชนะสุญญากาศ เพื่อไม่ให้เกิดการสัมผัส ้กันเมื่อต้องการไบอัสที่ขั้วแอโนด การที่จะสามารถไบอัสที่ขั้วแอโนดได้คือสายดินต้องอยู่ในสถานะ ู้ที่ลอย และใช้แหล่งแหล่งจ่า<mark>ยไฟอีกอันเพื่อจ่ายศักย์ไฟ</mark>ฟ้าบวกให้กับขั้วแอโนด เมื่อติดตั้งอุปกรณ์ ้ เสร็จแล้วรอความดันฐานขอ<mark>งระบบประมาณ 30 นาที</mark> ความดันก่อนเคลือบทุกเงื่อนไขประมาณ 1.45×10⁻⁵ Torr ใช้แก๊สอาร์กอนเป็นแก๊สตั้งต้นในการสร้างพลาสมา อัตราการไหลของแก๊ส อาร์กอน 10 sccm ความดันแก๊สอ<mark>าร์กอนขณะท</mark>ำความสะอาดด้วยพลาสมาประมาณ 80 mTorr ซึ่งใช้เวลาในการทำควา<mark>มสะอาดชิ้นงานด้วยพลาสมา 10 น</mark>าที จากนั้นจะเข้าสู้กระบวนการทำ ความ<mark>สะอาดเป้าวัสดุก่อนการเคลือ</mark>บด้วยการจ่ายกำลังไฟฟ้<mark>าให้กับหัวแมกนี</mark>ตรอน 200 W ขณะที่ ทำความสะอาดชิ้นงานไปด้วยเป็นเวลา 2 นาที ซึ่งขณะที่ทำความสะอาดเป้าไทเทเนียม เป้า ไทเทเนียมไดโบไรด์จะถูกปิดหน้าเป้าด้วยชัตเตอร์ เพื่อไม่ให้เกิดการเคลือบที่หน้าเป้า เมื่อผ่าน กระบวนการทำความสะอาดเป้าทั้งหมด ชั้นแรกที่ทำการเคลือบคือชั้นรองพื้นไทเทเนียม (Ti interlayer) ซึ่งชั้นนี้ไม่มีการปรับเปลี่ยนค่าศักย์แอโนดไบอัส โดยจะคงสถานะศักย์ไฟฟ้าที่ต่อกับ ขั้วแอโนดเป็นกราวด์ เวลาที่ใช้ในการเคลือบ 5 นาที จากนั้นจะทำการเคลือบฟิล์มชั้นไททนียมได โบไรด์ (TiB₂ layer) สำหรับเงื่อนไขที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มคือการปรับเปลี่ยนศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่าย ให้กับขั้วแอโนดเป็น 0 +25 +50 +75 +125 และ +150 V ตามลำดับ หลังจากเคลือบฟิล์มเสร็จ พักชิ้นงานไว้ในภาชนะสุญญากาศเป็นเวลา 10 นาทีก่อนนำชิ้นงานออกมา

3.3 วิธีการวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์

สำหรับการวิเคราะห์ฟิล์มบางจำเป็นจะต้องเรียนรู้ถึงหลักการ และการทำงานพื้นฐานของ เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ฟิล์มบาง เพื่อให้สามารถทราบถึงโครงสร้างระดับจุลภาคและ สมบัติ เชิงกลของฟิล์ม ได้แก่ เทคนิคเลี้ยวเบนข<mark>อ</mark>งรังสีเอ็กซ์ และ เทคนิคการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์

3.3.1 การใช้งานเครื่อง XRD ในโหมด Grazing Incidence Diffraction (GID)

1. ติดตั้งอุปกรณ์ดังไดอะแกรมที่ 3.9



รูปที่ 3. 9 ไดอะแกรมการติดตั้งอุปกรณ์เครื<mark>่อง XR</mark>D ในโหมด Grazing Incidence Diffraction (GID) จากนั้นตั้งค่าโปรแกรมที่ใช้สั่งการเครื่อง X<mark>RD ดังนี้</mark>

ในขั้นตอนนี้จะไม่มีขึ้นงานอยู่ในเครื่อง จากนั้นทำการตรวจเช็คค่าต่างๆ เช่น Check the detector : 0D mode กดตั้งค่า the Linear opening เป็น 14 >> กด Apply >> กดปิด จากนั้น ไปที่ File >> Application >> High resolution มาที่ set up parameter แล้วทำตามด้านล่าง จากนั้นกดที่ปุ่ม (3.45)

Omega - H = 0
$$\checkmark$$
X = 0 \checkmark Theta2 - H = 0 \checkmark Y = 0 \checkmark Detector = 0 \checkmark Z = 0 \checkmark

 เมื่อตั้งค่าตามข้อที่1 เสร็จแล้วต่อมาจะเป็นการ Alignment โดยตั้งค่า Scan type เป็น Two theta Scan mode เป็น Continuous Time [s] เป็น 0.1 และ 2Theta [^o] : Start เป็น -1, Increment เป็น 0.01, Stop เป็น 1 เมื่อทำการใส่ค่าข้อมูลทั้งหมดแล้วกดปุ่ม Start สิ่งที่ ได้จะเป็นกราฟที่เป็นพีค ซึ่งตำแหน่งของพีคไม่ได้อยู่ที่ตำแหน่ง 0 โดยจะทำการ Scan อีก ครั้ง โดยไปที่แถบ Commander จากนั้นกด Reference And Offset Determination แล้วกด Apply จากนั้นกดออก แล้วกด Start ซึ่งสามารถอ้างอิงได้ดังรูปที่ 3.10

Scan type Z	M	Scan mode Continuou	s	~	♠	Start	Resume
Time [s] 0.100 Parameter Z [mm]	Steps 401 Start -2.0000 [mm]	Effective Total Time Increment m] 0.0100	[s] Stop [mm]	40.1	126	Stop repeat Scripteditor	Use Zoom

รูปที่ 3. 10 แถบหน้าต่<mark>าง</mark>ของโปรแกรมสั่งการเครื่อง XRD

 นำขึ้นงานที่ผ่านการเคลือบวางที่ตำแหน่งกึ่งกลางของฐานวางชิ้นงาน จากนั้นตั้งค่าโดยข้อมูล ทุกอย่างตามรูปที่ 3.10 สำหรับ Scan type เป็น Z กราฟที่ได้มีรูปร่างแสดงดังรูปที่ 3.11 แล้วคลิกสองครั้งที่ตำแหน่งกึ่งกลางกราฟ



รูปที่ <mark>3. 11 กราฟที่ได้จากการ</mark> Scan type Z

จากนั้นเปลี่ยน Scan type: Z เป็น Scan type: Rocking Curve โดยอ้างอิงตามรูปที่ 3.10 เริ่มจาก Scan mode เป็น Continuous Time [s] เป็น 0.1s Omega Start เป็น -1 Increment เป็น 0.01 Stop เป็น 1 จากนั้นกด Start เมื่อทำ Scan type: Rocking Curve เสร็จแล้ววนกลับมา ทำ Scan type: Z และ Scan type: Rocking Curve อีกครั้ง

 น้ำ slit และ Soller ออกให้หมดแล้วใส่ Slit 1.0 ที่กล่องทางด้านซ้ายมือ ในขั้นตอนนี้เป็น การวิเคราะห์ผลจากฟิล์ม โดยตั้งค่าข้อมูลได้ดังรูปที่ 3.12 ซึ่งช่วงของมุม 2Theta สามารถ ปรับเปลี่ยนได้ตามความเหมาะสม

Scan type TwoTheta	M	Scan mode Continuous	Start Resume
Time [s] 0.500 Parameter	Steps 2001 Start	Effective Total Time [s] Increment Stop	1000.5 Stop Use Zoom
2Theta [º]	30.0001 [°	0.0100 [°]	50.0001 Autorepeat
oniegu E1	011000		Scripteditor Script

รูปที่ 3. 12 แถบหน้าต่างการตั้<mark>ง</mark>ค่าสำหรับหรับการวัด XRD ในโหมด GID

3.3.2 การใช้งานเครื่อง XRD ในโหมด X-Ray Reflectometry (XRR)

สำหรับการติดตั้งอุปกรณ์ของเครื่อง X<mark>RD</mark> ในโหมด X-Ray Reflectometry (XRR) มีขั้นตอนใน การวัดคล้ายกับหัวข้อที่ 3.3.1 แต่มีการปรับเ<mark>ปลี่</mark>ยนอุปกรณ์เล็กน้อยดังแสดงตามรูปที่ 3.13



รูปที่ 3. 13 ไดอะแกรมการติด<mark>ตั้งอุปกรณ์เครื่อง XRD ใน</mark>โหมด X-Ray Reflectometry (XRR)

เมื่อทำการติดตั้งอุปกรณ์เสร็จแล้ว สามารถดำเนินการตามหัวข้อ 3.3.1 สำหรับข้อที่ 1 2 และ 3 โดย ข้อข้อที่ 3 มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยในขั้นตอนของการทำ Scan type: Z ในรอบที่สองเสร็จแล้วให้ เปลี่ยนค่า Theta2 – H เป็น 0.4 สำหรับการวัด ในโหมด XRR เท่านั้น จากนั้นสามารถดำเนินการ ตามข้อที่ 3 ตามปกติ

เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการในข้อที่ 3 จะเป็นการวัดฟิล์มในโหมด XRR ซึ่งสามารถตั้งค่าการวัดได้ ดังรูปที่ 3.13 แล้วเปลี่ยนค่าของ Scale จาก Count เป็น Log scale ส่วนการบันทึก ใช้นามสกุล .raw ทั้งโหมด GID และ XRR

Scan type	TwoTheta			Scan mode Continue	us	\sim	A Start	Resume
Time [s] Parameter	2Thet 0.500	a - Ome Steps Start	ga 2001 501	Effective Total Time Increment	[s] Stop	250.5	Stop	Use Zoom
2Theta Omega	[°]	- (0.0001 [°]	0.0100	[9]	50 0001 5.0001	Autorepeat	
-							Scriptedito	or Script 🗸 🗸

รูปที่ 3. 14 แถบหน้าต่างการตั้งค่าสำหรับหรับการวัด XRD ในโหมด XRR

3.3.3 การปรับเส้นโค้งสเปกตรัม X-Ray Reflectivity

สำหรับการปรับเส้นโค้งสเปกตรัม หรือ Curve fitting สเปกตรัมจากเทคนิค XRR จะใช้ โปรแกรม Leptos 7 โดยมีขั้นตอนการปรับเส้นโค้ง ดังนี้

- นำเข้าข้อมูลไฟล์ .raw เข้ามาในโปรแกรมด้วยการกด Import .raw File (F5) มาที่แถบด้าน ขวามือ เลือกEdit แล้วเลือกชนิดของชิ้นงานที่ใช้ สำหรับงานวิจัยนี้เป็น Si แล้วเปลี่ยนค่า ระนาบ (plane) เป็น (100) ดังรูป
- 2. คลิกขวาบริเวณที่วางแล้วเลือก New Sample จากนั้นเลือกวัสดุที่ใช้เป็นขึ้นงานเป็นซิลิกอน ซึ่งโปรแกรมจะแสดงข้อมูลพื้นฐานของซิลิกอนมาให้ เช่น Thickness Roughness และ Density จากนั้นเพิ่มชนิดของชิ้นงานหรือฟิล์มที่ทำการเคลือบด้วยการกด Insert ชั้นถัด ขึ้นมาที่คาดว่าจะเกิดขึ้นอย่างบางๆ คือ SiO₂ ซึ่งสามารถยึดข้อมูลจากรูปด้านล่างในการ กรอกข้อมูล ถัดขึ้นมาเป็นชั้นฟิล์มที่ผ่านการเคลือบซึ่งที่แถบ density จะขึ้นว่า R ให้ เปลี่ยนเป็น density จากนั้นใส่ค่า Thickness ของฟิล์มได้จากข้อมูลที่นำเข้า ส่วนค่า Roughness ให้ใส่เป็น 0.5 แล้วทำการเลือก Fit Automatically ให้มีลักษณะเป็นรูปตัว T ดังภาพด้านล่าง

s Scripts Options Help	
1	
er Operations Copy Paste Insert Delete Link Fittable Parameter [Density T] Min 2.65000 ? 2.12000 Image: Copy Fit Automatically 0.00000	Pł
Show Additional Sample Parameters Show Extended Layer Operations	S
R Material Cell input Thickness Roughness Density T Conc X Top, % (Conc×B
1 Ti density <u>56.5360 0.5000 4.50060</u> 0.0000 0	0.0000
1 Si02 density 1.0000 0.5000 2.65000 0.0000 0	0.0000
1 Si density 0.0000 0.5000 2.32910 0.0000 0	0.0000

รูปที่ 3. 15 หน้าต่างแสดงตัวอย่างชั้นฟิล์มที่ระบุค่าความหนา ความขรุขระ และความหนาแน่นของ ฟิล์มที่ทำการจำลอง

3. จากนั้นเลื่อนมาทางด้านขวามือ ใส่ช่วงของการสแกน 2Theta แล้วเลือกที่ Increment ดัง

ູຈູປ			
	Scan start 0.00000000 Scan stop 4.00000000	Increment 0.01 Points 400	

รูปที่ 3. 16 หน้าต่างที่แสดงช่วงมุม 2Theta ในการวิเคราะห์ตั้งแต่ 0 ถึง 4 องศา

4. เลือกแถบ Diffractometer แล้วไปที่ Apparatus เลือก Not Used ดังรูป

_			
	Sample 1		
	Apparatus C Virtual Diffractometer C Instrumental function Not used		Save as default
I	Instrumental function		
	Detector apperture 180	deg	
	C Gauss		
	C pseudo Voigt		
	Gauss 0.00416 Degrees		
	Lorentz 0.001 Degrees		
	Weight 0.3		1 5.00
			* Beam size, mm Sample size, mn
	<		
ļ	Sample Simulation Parameter	s Depth profile Diff	fractometer
-			

รูปที่ 3. 17 แสดงแถ<mark>บหน้าต่างในโหมดของอุป</mark>กรณ์ที่เลือกใช้เป็น Not used

5. กลับไปที่ Folder1 แล้วไปที่ Estimation จากนั้นไป Mode เลือก Symmetric

2	Folder 1	ric data Vb=+75V_0.5 Sample 1	3 4	Sa Reflection	p=+75V_0.5 x symple 1 0 Show errors Print	ymmetric 2 ample	Mode Symmetric Symmetric + Map Bond Wafer Curv Mak	7
	N 1 2 3	Material Ti SiO2 Si et Plote Mags1	a,nm 0.5431020 Estimation	c,nm 0.5431020	Miscut, (deg) 0 00000			

รูปที่ 3. 18 หน้าต่างแสดงการเลือกข้อมูลที่ได้กับการจำลอง

6. ไปที่ sample1 แล้วคลิก simulate (F6) แล้วจะปรากฏไฟล์ simulate ทางซ้ายมือ



รูปที่ 3. 19 หน้าต่างแ<mark>สด</mark>งแถบที่ใช้กดเพื่อเริ่มการจำลอง

7. ไปที่ folder จากนั้นไปที่ Transformation โดยกดไฟล์ RAW ไปที่ operative ส่วน Sim [sample1] ไปที่ Reference ดังรูป



รูปที่ 3. 20 แสดงเส้นโค้งเฉพาะการจำลอง

จากนั้นเลื่อนมาด้านล่างที่ Auto transform ไปที่ Vertical แล้วเลือก Maximum แล้วคลิกที่ Create Fit Curve จะปรากฏไฟล์ Fit curve ทางซ้ายมือ แล้วกดเลือกเข้าไป



รูปที่ 3. 21 หน้าต่างแสดงปุ่มกด Create Fit Curve
8. เลื่อนมาด้านล่างที่ Fit Curve แล้วปรับค่าตามรูปด้านล่าง



รูปที่ 3. 22 หน้าต่างแ<mark>สดงข้อ</mark>มูลในการกรอกก่อนการจำลอง

9. ต่อมาเป็นการเลือกช่วงของการ Fi<mark>t กรา</mark>ฟด้วยการกด Shift แล้วทำการเลือกช่วงดังรูป ด้านล่าง จากนั้นกด Run



10. เมื่อได้กราฟแล้วต้องปรับกราฟให้สองเส้นทับกันมากที่สุด ด้วยการปรับค่าหรือช่วงของ

Thickness Roughness และ Density

	Fit Curv	/e						
		er Oper Copy	Paste	Insert	Delete	Link	table Parame ? Fit Automatic	ter Min
	 Show Additional Sample Parameters Show Extended Layer Operations 							
	N	B	Material	Cell input	Thickness	Roughness	Density T	Conc X Top, %
	1	1	Ti	density	56.5360	0.5000	4.50060	0.0000
	2	1	SiO2	density	1.0000	0.5000	2.65000	0.0000
	SUB	1	Si	density	0.0000	0.5000	2.32910	0.0000
รูปที่ 3. 24	< หน้าเ	 ต่างแ	สดงตัวอย่าง	ชั้นฟิล์ม <mark>ที่ระ</mark> ฟิ <mark>ล์มที่</mark>	ร _ู บุค่าความห ทำการจำลอ	นา ความขรุ ง	างระ และ	ะความหนาแน่นจ



บทที่ 4 ผลการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลกระทบจากการไบอัสศักย์ไฟฟ้าบวกที่ขั้วแอโนดของฟิล์ม บางไทเทเนียมไดโบไรด์ ที่เคลือบบนชั้นรองพื้นไทเทเนียมโดยเคลือบบนชิ้นงานที่เป็นแผ่นซิลิกอน ระนาบ (100) ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยใช้เป้าสารประกอบไทเทเนียมโบไรด์ (Titanium Boride; TiB₂) (Kurt J. Lesker company, part number: EJTTIBX252A4) มีความ บริสุทธิ์ 99.5% เป้ามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว หนา 0.25 นิ้ว โดยปกติแล้วเทคนิคการไบอัสใช้ สำหรับเพิ่มพลังงานให้กับไอออนที่ระดมชนกับพื้นผิวของฟิล์มบาง ซึ่งสามารถปรับปรุงสมบัติต่างๆ ของฟิล์มได้เช่นเดียวกัน และสำหรับสมบัติที่โดดเด่นของไทเทเนียมไดโบไรด์ ได้แก่ มีจุดหลอมเหลวที่ สูง มีเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี นำไฟฟ้าและนำความร้อนได้ดี และมีความแข็งที่สูง ดังนั้นใน งานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาสมบัติของพลาสมา พลังงานของไอออน คุณสมบัติเชิงกล คุณสมบัติเชิง โครงสร้าง ลักษณะสัณฐานวิทยา และคุณสมบัติการนำไฟฟ้าของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ ที่ เคลือบด้วยเทคนิคการไบอัสศักย์ไฟฟ้าบวกที่ขั้วแอโนด

4.1 ผลการศึกษาการไบอัสศักย์บวกที่ขั้วแอโนด

การศึกษาการไบอัสศักย์ไฟฟ้าบวกที่ขั้วแอโนดในหัวข้อนี้ จะเป็นการกล่าวถึงการเตรียมฟิล์ม บางไทเทเนียมไดโบไรด์ ที่ไม่มีขั้นรองพื้นที่เป็นไทเทเนียม เนื่องจากการติดตั้งระบบที่ง่ายต่อการศึกษา และไม่ซับซ้อน ซึ่งสามารถแสดงไดอะแกรมของระบบเคลือบฟิล์ม ตามรูปที่ 4.1 โดยแบ่งการศึกษา ออกเป็น 2 แบบคือ การศึกษาพลังงานของไอออนด้วย Retarding Field Energy Analyzer (RFEA) และ ศึกษาสมบัติต่างๆของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ เทคนิคกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด และ เทคนิค Nano indentation ที่เงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ ได้ทำการควบคุมอัตราการไหลของ แก๊สอาร์กอน 10 sccm ตำแหน่งของวาว์ลปีกผีเสื้อเปิดสุด ซึ่งความดัยแก๊สอาร์กอนขณะเคลือบ ประมาณ 2 mTorr กำลังไฟฟ้าดิสซาร์จ 200 W ซึ่งทำการเตรียมฟิล์มบางไทเทนียมไดโบไรด์จากการ แปลงค่าศักย์แอโนดทั้ง 6 เงื่อนไข ได้แก่ 0, 25, 50, 75, 100 และ 125 V โดยทุกเงื่อนไขใช้เวลาใน การเคลือบเท่ากันคือ 6 นาที เพื่อให้สามารถทดสอบด้วยเทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ และ ข้อจำกัดของความหนาของฟิล์มที่สามารถเคลือบได้จะอยู่ในช่วงไม่เกิน 200 nm หรือเวลาที่สามารถ เคลือบได้โดยที่ฟิล์มไม่เกิดการหลุดหลอกต้องไม่เกิน 15 นาที แต่ฟิล์มไทเทเนียมที่เงื่อนไขศักย์แอโนด

100 และ 125 V เกิดการหลุดหลอก แสดงดังรูปที่ 4.2 ทำให้เหลือชิ้นงานในการทดสอบเพียง 4 เงื่อนไข



รูปที่ 4. 2 ฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ที่เงื่อนไข (a) ศักย์แอโนด 100 V (b) ศักย์แอโนด 125 V และ (c) ศักย์แอโนด 100 V และ 125 V เมื่อเวลาผ่านไป 4 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.2 เป็นการแสดงลักษณะของฟิล์มที่เตรียมได้ด้วยเงื่อนไขศักย์แอโนดเป็น 100 V และ 125 V ซึ่งในช่วงแรกเมื่อนำออกมากจากภาชนะสุญญากาศมีลักษณะที่แสดงดังรูปที่ 4.2 (a)

58

และ (b) แต่เมื่อทิ้งไว้ในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ฟิล์มทั้งสองเงื่อนไขนี้มีลักษณะดังรูป 4.2 (c) สำหรับฟิล์มที่ไม่เกิดการหลุดลอก มีการทดลองดังนี้ เริ่มจากผลจากภาพถ่ายด้วยเทคนิค SEM เพื่อ ตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของฟิล์ม ดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4. 3 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เท่า แสดงภาพพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ที่ เงื่อนไขศักย์แอโนดไบอัส 0 25 50 และ 75 V

จากภาพที่ 4.3 ภาพด้านบนเป็นพื้นผิวของฟิล์มซึ่งจากภาพพบว่าเมื่อทำการเพิ่มศักย์แอโนดจาก 0 โวลต์ ถึง 75 V ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง และฟิล์มที่เตรียมได้ไม่ปรากฏลักษณะของเกรน ซึ่งอาจ สันนิษฐานได้ว่าฟิล์มทั้ง 4 เงื่อน มีความเป็นผลึกที่ต่ำหรือไม่ฟอร์มตัวกันเป็นผลึก โดยสามารถอธิบาย ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มตามรูปที่ 4.5 สำหรับภาพภาคตัดขวางของชิ้นงานที่เป็นแผ่น ซิลิกอน และฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์แสดงดังรูปที่ 4.4 จากภาพพบว่าที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0, 25 และ 50 V ไม่สามารถระบุชั้นของฟิล์มบางได้ปรากฏอย่างชัดเพียงแค่ส่วนของชิ้นงานเท่านั้น แสดงว่า ทั้งฟิล์มบางทั้ง 3 เงื่อนไขนี้ไม่ได้จับตัวกันเป็นผลึก แต่ที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V จะปรากฏชั้นของ ฟิล์มบางแยกกันอย่างชัดเจนกับแผ่นซิลิกอน สำหรับความหนาโดยเฉลี่ยของฟิล์มที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V ประมาณ 63.129 nm



รูปที่ 4. 4 ภ<mark>าพถ่าย SEM กำลังขย</mark>าย 50 เท่า แสดงภา<mark>พภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์</mark> ที่เงื่อนไขศักย์แอโนดไบอัส 0, 25, 50 และ 75 V

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ที่เคลือบบนชิ้นงานเป็น ซิลิกอน แสดงดังภาพที่ 4.5 พบว่าจะปรากฏพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม 20 ประมาณ 27.56 ซึ่งเป็นมุมที่เกิดจากระนาบ (001) ของ TiB₂ โดยมีแนวโน้วของพีคที่สูงและฐานที่กว้างขึ้น เมื่อศักย์ แอโนดมีค่าเพิ่มขึ้น ในกรณีศักย์แอโนด 0 และ 25 V จะไม่ปรากฏพีคใดๆ แสดงว่าฟิล์มที่เคลือบได้ทั้ง 2 เงื่อนไขนี้ไม่มีการรวมตัวกันภายในฟิล์มเป็นผลึก ต่างจากที่ศักย์แอโนด 50 และ 75 V ที่เริ่มปรากฏพีคอย่างเด่นชัด ในส่วนของมุม 20 ประมาณ 44.23 เป็นมุมที่ระนาบ (101) ของ TiB₂ ซึ่งพีคการเลี้ยวเบนนั้นมีลักษณะเป็นโดมต่ำฐานกว้าง โดยการแปลงค่าศักย์แอโนดไม่ได้ส่งผลต่อการ เปลี่ยนแปลงของพีคที่ระนาบ (101) และที่มุม 20 ประมาณ 52.19 ซึ่งเป็นพีคของผลึกซิลิกอน เนื่องจากฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ที่เคลือบมีความหนาที่ต่ำ ทำให้พีคของซิลิกอนปรากฏอย่างเด่นชัด เมื่อเทียบกับพีคการเลี้ยวเบนของ TiB₂



รูปที่ 4. 5 รูปแบบ<mark>การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ</mark>ฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์

จากผลการทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่เงื่อนไขการไบอัส 0 และ 25 V ไม่ปรากฏพีคที่ ระนาบ 001 อาจเป็นผลมาจากพลังงานไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ระดมชนกับผิวฟิล์มยังมีพลังงานที่ ต่ำ ซึ่งยังไม่ทำให้ฟิล์ม TiB₂ เกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกได้ดีเมื่อเทียบกับการไบอัสศักย์แอโนดเป็น 50 และ 75 V จากผลงานวิจัยของ Mikula et al. ที่ได้ทำงานเตรียมฟิล์ม TiB₂ ด้วยการไบอัสศักย์ลบที่ ฐานวางชิ้นงาน ซึ่งอุณหภูมิของฐานวางชิ้นงานมีค่าเท่ากับอุณหภูมิห้อง พบว่าที่ศักย์ใบอัส 0 V ไม่ ปรากฏพีคที่ระนาบ 001 แต่เมื่อศักย์ใบอัสที่ชิ้นงานมีค่าติดลบมากขึ้น แนวโน้มของพีคที่ระนาบ 001 สูงขึ้นและมีค่าสูงที่สุดเมื่อศักย์ใบอัสมีค่าเป็น -100 V [13] ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลองดัง ภาพที่ 4.5 เมื่อนำข้อมูลของพีคมาคำนวณขนาดของผลึก ซึ่งมีพีคของระนาบ 001 ที่เงื่อนไขการไบอัส 75 V โดดเด่นที่สุดมีค่าเป็น 13.18 nm ซึ่งในงานวิจัยของ Zhang ได้ทำการเตรียมฟิล์ม TiB₂ ด้วย เทคนิค HiPIMS จาการปรับค่าศักย์ไฟฟ้าลบที่ฐานวางชิ้นงานในช่วง 0 ถึง -200 V และอุณหภูมิของ ฐานวางชิ้นงานเป็น 200 และ 300 ^oC ขนาดของผลึกเฉลี่ยอยู่ในช่วง 5 ถึง 30 nm [38] การวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มด้วยเทคนิคการสะท้อนกลับหมดของรังสีเอกซ์ จะใช้ฟิล์มที่ได้ จากการวิเคราะห์จากเทคนิค XRD เนื่องจากการวิเคราะห์ฟิล์มด้วยเทคนิคนี้ไม่ได้ทำลายชิ้นงาน ซึ่ง ฟิล์มที่นำมาวิเคราะห์มีทั้งหมด 4 เงื่อนไขจากการแปลงศักย์แอโนด ได้แก่ 0, 25, 50 และ 75 V เมื่อ ได้ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ที่มีความสำคัญในการนำมาจำลองด้วย โปรแกรม Leptos 7.8 เพื่อตีความลักษะของเส้นโค้ง ซึ่งบ่งบอกความหนา ความขรุขระ และความ หนาแน่นของฟิล์มได้ โดยที่ผลการวิเคราะห์ฟิล์มแสดงดัง รูปที่ 4.6



รูปที่ 4. 6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนา ความขรุขระ และความหนาแน่นของฟิล์มบาง ไทเทเน<mark>ียมไดโบไรด์เทีย</mark>บกับศักย์แอโนด

จากรูปที่ 4,6 เมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้นความหนา และความขรุขระของฟิล์มมีแนวโน้มที่ลดลง จาก 70.51 ถึง 65.86 nm และ 1.95 ถึง 1.6 nm ตามลำดับ ซึ่งต่างจากความหนาแน่นของฟิล์มที่มี แนวโน้มเพิ่มขึ้นตามศักย์แอโนดในช่วง 4.36 ถึง 4.48 g/cm³ โดยที่ความหนาแน่นทางทฤษฎีของ ไทเทเนียมไดโบไรด์มีค่าเป็น 4.5 g/cm³ ซึ่งสอดคล้องกับความหนาของฟิล์มที่มีแน้วโน้มที่ลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าความขรุขระของฟิล์มลดลง เมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้จาก หลักการ การใช้ไอออนช่วยในการตกสะสม (Ion assisted deposition) กล่าวได้ว่าในระหว่าง กระบวนการเคลือบฟิล์ม มีไอออนของแก๊สอาร์กอนระดมชนกับฟิล์มอยู่ตลอด และเกิดการถ่ายโอน พลังงานและโมเมนตัมจากไอออนไปสู่อะตอมฟิล์มบาง ทำให้อะตอมเหล่านั้นเคลื่อนตัวไปยังตำแหน่ง วางภายในเนื้อฟิล์ม [39] การเคลือบฟิล์มด้วยเทคนิคการไบอัสบวกที่ขั้วแอโนดที่เสนอในงานนี้ มี หลักการเดียวกับการเคลือบฟิล์มที่มีการไบอัสศักย์ลบที่ฐานวางชิ้นงาน ซึ่งเป็นการเพิ่มพลังงานไอออน ในกระบวนการตกสะสมของฟิล์มบาง



รูปที่ 4. 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดหับความลึกของหัวกดของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์ แอโนด 0, 25, 50 และ 75 V

จากรูปที่ 4.7 เป็นการแสดงกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดหับความลึกของหัวกดของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0, 25, 50 และ 75 ซึ่งได้ทำการกำหนดแรงบนพื้นผิวของฟิล์มที่ 400 mN เพื่อไม่ให้ความลึกของหัวกดเกิน 20% ของความหนาของฟิล์ม ซึ่งความหนาของฟิล์มทั้ง 4 เงื่อนไขอ้างอิงจากผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ ที่มีค่าความหนาอยู่ ในช่วงไม่เกิน 100 nm โดยที่ความลึกของหัวกดมีค่าประมาณ 22 nm



รูปที่ 4. 8 กราฟความสัมพันธ์<mark>ระหว่า</mark>งความแข็ง และสภาพยึดหยุ่นขของแข็ง เทีย<mark>บกับศักย์</mark>แอโนดไบอัส

จากรูปที่ 4.8 แสดงผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์บนชิ้นงานที่ เป็นแผ่นชิลิกอน (100) ซึ่งเส้นสีดำแสดงค่าความแข็งโดยเฉลี่ยของฟิล์มจะพบว่าเมื่อทำการเพิ่มศักย์ แอโนดช่วงของความแข็งไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ และความแข็งที่วัดได้ยังมีค่าต่ำมากๆ ซึ่งมีค่าความแข็งอยู่ในช่วง 0.412 ถึง 0.44 GPa ส่วนเส้นสีแดงแสดงค่าสภาพยึดหยุ่นของของแข็ง ซึ่ง ก็คือสมบัติของวัสดุที่มีการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง เมื่อมีแรงมากระทำและสามารถคืนตัวกลับสู่รูปร่าง เดิม เมื่อหยุดออกแรงกระทำ [40] จากรูปจะพบว่าแนวโน้มของสภาพยึดหยุ่นของของแข็งไม่ เปลี่ยนแปลง เมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น โดยที่ศักย์แอโนด 0 V มีค่าสูงที่สุดเป็น 27.72±4.805 GPa โดย มีช่วงของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่กว้าง บ่งบอกได้ถึงความน่าเชื่อถือจากผลที่ได้ต่ำ และจากผลของ ความแข็งที่ได้มีความสอดคล้องกับ ผลของภาพถ่ายภาคตัดขวางของฟิล์มที่มีลักษณะที่ไม่ก่อตัวกัน เป็นฟิล์มหรือเป็นผลึกเช่นเดียวกันกับผลการทดลองจากรูปที่ 4.5

สำหรับผลการทดลองสุดท้ายจะเป็นการแสดงผลของพลังงานไอออนที่ได้จากการวัดด้วยหัววัด พลังงานไอออน โดยในการทดลองนี้เป็นการศึกษาผลจากการปรับศักย์แอโนดไบอัสทั้งหมด 11 เงื่อนไข ได้แก่ floating potential 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 และ 100 V ตามลำดับ โดยควบคุมกำลังไฟฟ้า 150 W อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm และความดันแก๊สขณะ ทดสอบ 3 mTorr แสดงผลดังูปที่ 4.9



รูปที่ 4. 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์<mark>ระหว่า</mark>ง ค่าพลังงานไอออนที่ตำแหน่งสูงสุดของพีค เทีย<mark>บกับศักย์</mark>แอโนดไบอัส

จากรูปที่ 4.7 จะพบว่าที่ศักย์แอโนดไบอัส floating potential 0 และ +10 V มีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง 9.55 ถึง 10.2 V แสดงว่าศักย์แอโนดทั้ง 3 เงื่อนไขนี้มีสถานะเป็นศักย์ลอย แต่เมื่อ เพิ่มศักย์แอโนดตั้งแต่ +30 ถึง +100 V ทำให้ค่าความสัมพันธ์ของพลังงานไอออนเพิ่มขึ้นจาก 17.69 ถึง 87.09 V แสดงว่าหากต้องการเพิ่มพลังงานของไอออนที่ไประดมชนบนพื้นผิวฟิล์ม ศักย์แอโนด ต้องมีค่าตั้งแต่ +30 V ขึ้นไป ซึ่งจากการวัดพลังงานของไอออนนี้ยืนยันได้ว่า เทคนิคการไบอัสศักย์ บวกที่ขั้วแอโนดสามารถเพิ่มพลังงานไอออนได้ แต่เนื่องจากผลที่ได้จากการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียม ไดโบไรด์ได้ยังไม่หนา และเกิดการหลุดลอกของฟิล์ม ทำให้การศึกษาในหัวข้อที่ 4.1 นี้เป็นเพียงการ ทดสอบเพื่อให้สามารถศึกผลจากการไบอัสที่ขั้วแอโนดได้ จึงทำให้ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์ม บางไทเทเนียมไดโบไรด์ โดยมีชั้นรองพื้นที่เป็นไทเทเนียมเพื่อให้สามารถยึดติดกับชิ้นงานได้ดีชั้น และ ยังสามารถเคลือบได้หนามากขึ้นเช่นกัน ซึ่งระบบในการเคลือบฟิล์มจะแสดงไดอะแกรม ดังรูปที่ 3.3

4.2 ผลการศึกษาอัตราการตกสะสมของเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์

เริ่มต้นด้วยการวัดอัตราการตกสะสมของเป้าไทเทนียมไดโบไรด์ เพื่อเป็นข้อมูลในการกำหนด ระยะเวลาในการเคลือบตามความหนาของฟิล์มที่ต้องการ ด้วยการปรับค่ากำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัว แมกนีตรอนเป็น 50 100 150 และ 200 W ตามลำดับ และศักย์แอโนดไบอัสเป็น 0 +25 +50 +75 +100 และ +125 V ตามลำดับ โดยทำการควบคุมระยะห่างระหว่างเป้ากับหัววัดเป็น 10 cm อัตรา การไหลของแก๊สอาร์กอนเป็น 10 sccm ตำแหน่งของวาวล์ปีกผีเสื้อเปิดสุด ความดันแก๊สขณะทดลอง ประมาณ 2.14 mTorr โดยผลการวัดอัตราการตกสะสมแสดงดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4. 10 อัตราการตกสะสมของเป้า TiB₂ ที่กำลังไฟฟ้า และศักย์แอโดต่างกัน

จากรูปที่ 4.10 แสดงอัตราการตกสะสมของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ มีแนวโน้วที่เพิ่มขึ้นเมื่อ กำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจากกำลังไฟฟ้า 50 ถึง 200 W ซึ่งมีอัตราการตกสะสมอยู่ในช่วง 0.4 ถึง 1.54 Å/s โดยที่การเพิ่มศักย์แอโนดไม่ได้ส่งผลโดยตรงต่ออัตราการตกสะสมอย่างมีนัยสำคัญ ทำให้สามารถ ตีความได้ว่า ถ้าใช้กำลังไฟฟ้าเดียวกัน ฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ที่เคลือบ ณ ศักย์แอโนดต่ำ จะมีอัตรา การตกสะสมที่ใกล้เคียงกับการเคลือบ ณ ศักย์แอโนดที่สูง และยังตีความได้อีกว่าถ้าเพิ่มกำลังไฟฟ้า สูงขึ้นมากกว่า 200 W จะทำให้อัตราการตกสะสมสูงขึ้นตามไปด้วย แต่เนื่องจากข้อจำกัดของน้ำหล่อ เย็นที่ไม่สามารถระบายความร้อนได้เมื่อกำลังไฟฟ้าสูงกว่า 200 W เพื่อไม่ให้เกิดการสูญเสียสภาพ ความเป็นแม่เหล็กที่ติดตั้งอยู่ในหัวแมกนีตรอนสปัตเตอริง ในงานวิจัยนี้จึงใช้กำลังไฟฟ้าสูงสุดในการ ทดลองเคลือบฟิล์มทุกเงื่อนไขเป็น 200 W สำหรับผลการทดลองจากการวัดอัตราการตกสะสม นำมาใช้คำนวณเพื่อกำหนดความหนาของฟิล์มที่จะใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์ม ซึ่งเทคนิคการวิเคราะห์การสะท้อนของรังสีเอกซ์ (X-ray reflection) จำเป็นที่ความหนาของฟิล์มที่ เคลือบจะต้องไม่เกิน 200 nm

4.3 ผลการศึกษาสมบัติของพลาสมาของเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์

จากผลการวัดพลังงานไอออนในหัวข้อที่ 4.1 ทำให้ทราบว่าเทคนิคการไบอัสที่ขั้วแอโนดทำให้ พลังงานไอออนของแก๊สอาร์กอนเพิ่มขึ้นได้ แต่ยังไม่ทราบถึงสามเหตุหรือปัจจัยในการเพิ่มขึ้นของ พลังงงานไอออนจำเป็นต้องใช้หัววัดแลงเมียร์เพื่อศึกษาพฤติกรรมของพลาสมา สำหรับเงื่อนไขที่ ทำการศึกษาแบ่งออกเป็น 3 เงื่อนไข ได้แก่ 1.การปรับค่าศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่ายให้กับขั้วแอโนดตั้ง 0 ถึง +125 V โดยควบคุมกำลังไฟฟ้า 200 W ความดันแก๊สอาร์กอน 2.33 mTorr 2.การปรับ กำลังไฟฟ้าที่หัวแมกนีตรอนตั้งแต่ 50 ถึง 250 W โดยควบคุมศักย์แอโนด +50 V ความดันแก๊ส อาร์กอน 5 mTorr 3.การปรับความดันแก๊สตั้งแต่ 2 ถึง 10 mTorr สำหรับข้อมูลที่บันทึกได้อยู่ในรูป ของกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าของหัววัด แสดงดังรูปที่ 4.11



รูปที่ <mark>4. 11 กราฟแสด</mark>งลักษณะเฉพาะของกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้า

สำหรับข้อมูลกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากการบันทึกข้อมูล ทั้ง 3 เงื่อนไข ซึ่งนำมาแสดง เป็นตัวอย่างเพียงกรณีเดียว ดังแสดงดังรูปที่ 4.9 สำหรับเงื่อนไขการปรับศักย์แอโนดเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0 ถึง +125 V ลักษณะสัญญาณของเส้นโค้งกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้ามีการเลื่อนไปทางขวามากขึ้น ตามการเพิ่มศักย์แอโนด แต่ในทางกลับกันที่เงื่อนไขการปรับกำลังไฟฟ้าและความดันแก๊สขณะเคลือบ ลักษณะสัญญาณของเส้นโค้งกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าไม่มีการเลื่อนซ้ายหรือขวา แต่มีการเพิ่มขึ้น ของระยะห่างของส่วนที่เป็นกระแสไอออนอิ่มตัวกับกระแสอิเล็กตรอนอิ่มตัว



รูปที่ 4. 12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระห<mark>ว่างอนุ</mark>พันธ์อันดับสองของกระแสและศักย์ไฟฟ้าของหัววัด เทียบกั<mark>บศักย์ไ</mark>ฟฟ้าของหัววัด

จากรูปที่ 4.12 เป็นการแสดงการหาค่าศักย์พลาสมา และศักย์ลอย ซึ่งได้อธิบายวิธีการในการ คำนวณหาค่าศักย์พลาสมาและศักย์ลาสมาตามหัวข้อที่ 2.5 โดยที่เงื่อนการปรับค่าศักย์แอโนดสังเกต ได้ชัดเจนว่า กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอนุพันธ์อันดับสองของกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าเทียบกับ ศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัววัดมีการเลื่อนไปทางขวามือ เมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น ส่วนที่เงื่อนไขการปรับ ค่ากำลังไฟฟ้าและความดันแก๊ส ลักษณะของ กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอนุพันธ์อันดับสองของ กระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้ามีการทับกันและไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนัก

สำหรับผลของศักย์ลอยและศักย์พลาสมาเทียบกับศักย์แอโนดที่ค่าต่างกัน ดังแสดงตามรูปที่ 4.13 พบว่าการปรับค่าศักย์แอโนดที่เป็นการจ่ายศักย์บวกทำให้สามารถยกระดับของศักย์พลาสมา ซึ่ง ไม่เพียงแต่เป็นการเพิ่มศักย์พลาสมาให้สูงขึ้นเมื่อเทียบกับกราวด์ ยังเป็นการเพิ่มศักย์ให้สูงขึ้นอย่างมี นัยสำคัญ โดยช่วงของค่าศักย์ลอยกับศักย์แอโนดมีค่าที่ใกล้เคียงกัน เมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น ซึ่งต่าง จากเทคนิคการเพิ่มพลังงานไอออนด้วยการจ่ายศักย์ไฟฟ้าลบที่ฐานวางขึ้นงาน หรือที่ขั้วไฟฟ้าด้านบน ของวัดวัดแลงเมียร์ที่สามารถปรับค่าได้ ซึ่งจะไม่ได้ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของศักย์พลาสมา แต่จะ เป็นการลดระดับศักย์ไฟฟ้าที่ฐานวางชิ้นงานให้ต่ำลงทำให้ระยะห่างระหว่างศักย์พลาสมากับศักย์ที่ ฐานวางชิ้นงานต่างกันมาก



้ รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่<mark>างศักย์</mark>ลอยและศักย์พลาสมาเทียบกับศักย์แอโนดที่ต่างกัน

จากผลการผลการวัดศักย์พลาสมาตามรูปที่ 4.13 ทำให้สามารถสันนิษฐานได้ว่าการเพิ่มขึ้นของ ศักย์พลาสมา จากการเพิ่มศักย์แอโนดสามารถที่จะเพิ่มความเร็วหรือเร่งให้อนุภาคที่อยู่ในสถานะ ไอออนให้เคลื่อนทีออกจากพลาสมาไปยังชิ้นงานหรือฐานวางชิ้นงานได้พลังงานที่มีความใกล้เคียงกับ ศักย์ไฟฟ้าบวกที่จ่ายให้กับชั้วแอโนด



รูปที่ 4. 14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ลอยและศักย์พลาสมาเทียบกับกำลังไฟฟ้าต่างกัน



จากรูปที่ 4.14 และ และ รูปที่ 4.15 เป็นการทดสอบเพิ่มเติมเพื่อศึกษาว่ากำลังไฟฟ้า และความ ดันแก๊สขณะเคลือบส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของศักย์ลอยและศักย์พลาสมามากน้อยเพียงใด พบว่า เมื่อทำการเพิ่มทั้งกำลังไฟฟ้า และความดันแก๊ส ศักย์พลาสมา และศักย์ลอยที่วัดได้ไม่มีการ เปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ สันนิษฐานได้ว่าว่าพลังงานของไอออนจะไม่มีการเพิ่มขึ้นจากการปรับ ค่ากำลังไฟฟ้า และความดันแก๊สขณะเคลือบ

4.4 ผลการศึกษาพลังงานไอออนของเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์

จากผลการวัดสมบัติของพลาสมาจากเป้าไทเทเนียมไดโบไรด์ ทำให้ทราบว่าเมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าที่ ขั้วแอโนดมากขึ้นจะทำให้ศักย์พลาสมามีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ซึ่งได้นำเสนอผลของพลังงาน ไอออนที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อที่ 4.1 ซึ่งเป็นการทดลองวัดพลังงานสำหรับระบบแมกนีตรอนแบบ หัวเดียว เพื่อเป็นการยืนยันว่าระบบแมกนีตรอนแบบสองหัวนี้สามารถเพิ่มพลังงานได้เช่นเดียวกัน จึง ได้ทดลองวัดพลังงานไอออน โดยเลือกศึกษาพารามิเตอร์ทั้งหมด 3 พารามิเตอร์ ได้แก่ 1.การปรับค่า ศักย์แอโนดตั้งแต่ 0 ถึง 150 V โดยควบคุมกำลังไฟฟ้า 200 W ความดันแก๊สขณะทดลอง 5 mTorr 2.การปรับกำลังไฟฟ้าตั้งแต่ 50 ถึง 250 W โดยควบคุมศักย์แอโนด +50 V ความดันแก๊สขณะทดลอง 5 มิลลิทอร์ 3.การปรับความดันแก๊สขณะทดลองตั้งแต่ 3 ถึง 12 mTorr โดยควบคุมโดยควบคุม กำลังไฟฟ้า 200 W และศักย์แอโนด +50 V สำหรับข้อมูลที่นำมาศึกษาคือสัญญาณกระแสไฟฟ้าที่วัด ได้กับศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัววัดโดยมีลักษณะกราฟเช่นเดียวกับรูปที่ 4.11 ซึ่งสามารถหา ความสัมพันธ์ของพลังงานไอออนได้จากการหาอนุพันธ์อันดับที่หนึ่งของของกระแสไฟฟ้าและ ศักย์ไฟฟ้าดังแสดงตามรูปที่ 4.16





จากรูปที่ 4.16 พบว่ากราฟฟังก์ชันการกระจายตัวของพลังงานไออนมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นแบบ มีนั้ยสำคัญตามการเพิ่มขึ้นของศักย์แอโนด ซึ่งกราฟนี้เป็นส่วนหนึ่งในใช้เพื่อคำนวณหาค่าความ หนาแน่นเฉลี่ย และพลังงานไอออนเฉลี่ยของแก๊สอาร์กอน และสำหรับรูปที่ 4.16 ยังสามารถบ่งบอก ถึงพลังงานของประชากรไอออนส่วนใหญ่ได้จากตำแหน่งที่สูงที่สุดของพีคแต่ละเงื่อนไข ซึ่งที่ศักย์ แอโนด +150 V มีพลังงานของไอออนส่วนใหญ่ที่มากที่สุดมีค่าเป็น 127.5 eV





รูปที่ 4. 17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่าง</mark>ความหนาแน่นของไอออนกับพลังงานของไออน เทียบกับ<mark>ศักย์แอ</mark>โนดที่ค่าต่างกัน

สำหรับผลที่ได้จากการคำนวณความหนาแน่นเฉลี่ยของไอออน และพลังงานเฉลี่ยของไอออนที่ เงื่อนไขการปรับค่าศักย์แอโนดตั้งแต่ 0 ถึง +150 V แสดงดังรูปที่ 4.17 ซึ่งพบว่าแนวโน้มจากการเพิ่ม ค่าศักย์แอโนดส่งผลทำให้ทั้งความหนาแน่นเฉลี่ยและพลังงานเฉลี่ยไอออนของแก๊สอาร์กอนเพิ่มขึ้น ตามด้วย ซึ่งค่าความหนาแน่นเฉลี่ยของไอออนอยู่ในช่วง 3.31×10¹⁴ ถึง 6.86×10¹⁶ m⁻³ และพลังงาน เฉลี่ยของไอออนอยู่ในช่วง 0.16 ถึง 135.89 eV ทำให้สามารถยืนยันจากผลการวัดศักย์พลาสมาตาม หัวข้อที่ 4.3 สำหรับเงื่อนไขการปรับค่าศักย์พลาสมา ที่กล่าวได้ว่าการเพิ่มค่าศักย์แอโนด ส่งผลทำให้ ศักย์พลาสมาเพิ่มขึ้นและการเพิ่มขึ้นของศักย์พลาสมาเป็นตัวแปรหลักที่ทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นของ พลังงานไอออน





รูปที่ 4. 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่<mark>างควา</mark>มหนาแน่นของไอออนกับพลังงานของไออนเทียบกับ ก<mark>ำลังไฟฟ้า</mark>ที่ค่าต่างกัน



รูปที่ 4. 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของไอออนกับพลังงานของไออน เทียบกับความดันแก๊สขณะเคลือบ

จากรูปที่ 4.18 และ รูปที่ 4.19 เป็นการทดสอบเพิ่มเติมเพื่อศึกษาผลของความหนาแน่นของ ไอออน และพลังงานไอออนจากการเปลี่ยนแปลงพารามิเตอร์ ที่เป็นกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหัวแมกนีต

รอน และความดันแก๊สขณะทำการทดลอง ซึ่งที่กราฟจากรูปที่ 4.18 พบว่าการเพิ่มขึ้นของกำลังไฟฟ้า ส่งผลทำให้ความหนาแน่นของไอออนมีการเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 7.03x10¹⁵ ถึง 3.72x10¹⁶ m⁻³ แต่ในทาง กลับกันพลังงานเฉลี่ยของไอออนไม่มีการเปลี่ยน สำหรับกราฟจากรูปที่ 4.19 แสดงผลจากการปรับค่า ความดันแก๊สขณะทดลอง ซึ่งแนวโน้มของความหนาแน่นของไอออน และพลังงานไอออนมีค่าไม่ เปลี่ยนแปลงตามการเพิ่มความดันแก๊ส โดย<mark>ค่า</mark>ของความหนาแน่นของไอออน และพลังงานไอออนมี ้ค่าเป็น 2.95x10¹⁶ m⁻³ และ 37.6 eV ตาม<mark>ลำดั</mark>บ จึงสามารกล่าวได้ว่าจากการวัดทั้งสมบัติพลาสมา ้ด้วยหัววัดแลงเมียร์ และการวัดพลังงานไอ<mark>ออ</mark>นด้วยหัววัด RFA ด้วยเงื่อนไขการปรับค่ากำลังไฟฟ้า ้และความดันแก๊สไม่ได้ส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นข<mark>องพ</mark>ลังงานไอออน มีเพียงเงื่อนไขการปรับค่าศักย์แอโนด ที่ทำให้พลังงานไอออนแก๊สอาร์กอนเพิ่มขึ้น

74

4.5 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภา<mark>พขอ</mark>งฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์

พหูน ปณุ ส

้ผลของลักษณะทางกายภาพของฟิล์<mark>มบาง T</mark>iB₂ ได้ถูกแสดงไว้ 2 ส่วน คือลักษณะทางกายภาพ ้ ของฟิล์มบาง TiB₂ ที่ถูกถ่ายด้วยกล้องดิจิต<mark>อล และ</mark>กล่องจุลทรรศน์อิเล็กตร<mark>อนแบบส่งกราด</mark>

ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบาง <mark>TiB₂ ที่ถู</mark>กถ่ายด้วยกล้องดิจิตอล แสดงได้ดังรูปที่ 4.20 จาก ภาพทั้งหมด 6 เงื่อนไขมีลักษณะที่เหมือนกัน ซึ่งสี่ของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์จะมีลักษณะเป็นสี่เทา ้เหมือนสีของโลหะมีความเงาและ<mark>ทึบแสง ซึ่งในทุกบริเวณขอ</mark>งชิ้นงานมีความสม่ำเสมอ และไม่เกิดการ หลุดหลอกของฟิล์มเหมือนเงื่อนไ<mark>ขการเคลือบฟิล์มไทเทเนีย</mark>มไดโบไรด์ที่ไม่มีไทเทเนียมเป็นชั้นรองพื้น ส่วนฟิล์มบาง TiB₂ ที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0 V บริเวณด้านบนของชิ้นงานเกิดการแตกของแผ่นซิลิกอน หลังจากการเคลือบฟิล์ม แต่ฟิล์ม TiB₂ ไม่เกิดการหลุดลอกจากแผ่นซิลิกอ<mark>นแสดงว่าฟิล์มที่เตรียมได้มี</mark> ความสามารถในการยึดติดที่ดี

.

刻いろ



รูปที่ 4. 20 ภาพถ่ายจากกล่องดิจิตอล แ<mark>สดงลั</mark>กษณะทางกายภาพของฟิล์มบางบนแผ่นซิลิกอนที่ เคลือบด้วยเงื่<mark>อนไขก</mark>ารปรับค่าศักย์แอโนด

สำหรับส่วนที่ 2 เป็นการนำขึ้นงานที่เตรียมได้ไปศึกษาลักษณสัณฐานวิทยา ซึ่งได้ทำการเลือก ชิ้นงาน 3 เงื่อนไข ได้แก่ TiB0 TiB75 และ TiB150 เพื่อเปรียบเทียบผลจากการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าที่ ขั้วแอโนด สำหรับรูปที่ 4.21 (a) ที่พื้นผิวของฟิล์มจะปรากฏลักษณะของเกรนอย่างชัดเจน ต่างจาก ภาพถ่ายพื้นผิวตามรูปที่ 4.22 (a) และ 4.23 (a) ที่ดูเหมือนว่าลักษณะของเกรนจะมีขนาดที่เล็กลงเมื่อ ศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเมื่อเปรียบเทียบกับภาพถ่ายภาคตัดขวางทั้ง 3 เงื่อนไขจะพบว่าที่รูป 4.22 (b) และ 4.23 (b) จะมีชั้นสีขาวบางๆ บนพื้นผิวของฟิล์ม TiB₂ ซึ่งภาพที่ถ่ายได้อาจไม่ใช่พื้นผิวของ ฟิล์ม และภาพถ่ายภาคตัดขวางยังแสดงให้เห็นถึงความแตกต่างระหว่างชั้น Ti ที่เป็นชั้นรองพื้น ซึ่งจะ ปรากฏช่องว่าง และรูพรุนภายในฟิล์มอย่างชัดเจน ส่วนชั้นฟิล์ม TiB₂ จะมีการรวมตัวกันอย่าง หนาแน่น และค่าความหนาของฟิล์มแสดงดังตารางที่ 4.1

พนุน ปณุสุโต ชีเว



รูปที่ 4. 21 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เท่า แสดง (a) พื้นผิว (b) ภาคตัดขวางและความหนาของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0 V บนแผ่นซิลิกอนระนาบ (100)



รูปที่ 4. 22 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เท่า แสดง (a) พื้นผิว (b) ภาคตัดขวางและความหนาของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V บนแผ่นซิลิกอนระนาบ (100)



รูปที่ 4. 23 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 50 เท่า แสดง (a) พื้นผิว (b) ภาคตัดขวางและความหนาของ ฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 150 V บนแผ่นซิลิกอนระนาบ (100)

ในส่วนความหนาของฟิล์มได้ใช้โปรแกรม ImageJ หาความหนาโดยเฉลี่ยของฟิล์มซึ่งใช้ทั้งหมด 20 จุด และแบ่งการวัดความหนาเป็น 3 ส่วนได้แก่ 1.ชั้นรองพื้นไทเทเนียม 2. ชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดโบ ไรด์ 3. ความหนาของขั้นชั้นรองพื้นไทเทเนียมและชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ ที่แสดงตามรูปที่ 4.24 พบว่า ความหนาของชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์มีแนวโน้มที่ลดลงตามการเพิ่มขึ้นของศักย์แอโนด ไบอัส ส่วนชั้นรองพื้นไทเทเนียมไม่มีการเป<mark>ลี่</mark>ยนแปลงมากนักเนื่องจากที่ชั้นนี้ไม่ได้ทำการไบอัส ระหว่างการเคลือบ

Sample	Ti	SD	TiB₂		Total	SD	
Sample	Thickness		Thickness	SD	Thickness		
code	(nm)		(nm)		(nm)		
TiBO	168.8	11.49	<mark>626</mark> .48	5.25	786.11	11.64	
TiB75	155.77	4.54	<mark>576</mark> .97	6.33	735.13	6.04	
TiB150	154.94	4.66	<mark>558</mark> .54	4.86	712.56	4.73	

				964	ล่อ	6	5	- 1 - I	e
ตาราง /	1	ดาาเย	89	าวของหไลบ	กัตร	181113	וופוה	໑ຓາ.	ากา
VII JIN T.	т	1 9 19/1	16	8 I U U N M 6164 I	/ 11 11	10 660	1010		1116



รูปที่ 4. 24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มชั้น Ti interlayer, TiB₂ layer และ ผลรวมความหนาของทั้ง 2 ชั้น ที่เงื่อนศักย์แอโนด 0, 75 และ 150 V

4.6 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มบาง TiB₂

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเชิงโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางหลักการเคลือบที่แสดงเป็นรูปแบบการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่งมุม 20 ต่างๆ โดยได้นำเป้าไทเทเนียมโบไรด์ทดสอบเพื่อใช้ เปรียบเทียบกับเงื่อนไขการเคลือบฟิล์ม TiB₂ ที่เงื่อนไขต่างๆ แสดงได้ดังรูปที่ 4.25 ถึง 4.31



รูปที่ 4. 25 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเป้าวัสดุไทเทเนียมโบไรด์

จากผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเป้าวัสดุ ดังแสดงตามรูปที่ 4.25 ปรากฏ พีคการเลี้ยวเบนของ TiB₂ ทั้งหมด 3 พีค ได้แก่ ที่มุม 20 27.69 34.26 และ 44.54 ของระนาบ 001 100 และ 101 ตามลำดับ ซึ่งลักษณะของพีคแต่ละพีคมีฐานที่แคบบ่งบอกได้ถึงความเป็นผลึกของ ฟิล์มที่สูง โดยจะใช้พีคการเลี้ยวเบนของเป้า TiB₂ เป็นฐานข้อมูลในการเปรียบเทียบกับพีคการเบี้ยว เบนของฟิล์ม TiB₂ จากการปรับค่าศักย์แอโนด ซึ่งจากเงื่อนศักย์แอโนด 0 ถึง 150 V จะปรากฏเพียง 2 พีคเท่านั้นคือ พีคที่ระนาบ 001 และ 101 โดยเมื่อศักย์แอโนดมีค่าที่เพิ่มขึ้นจะทำให้พีคที่ระนาบ 001มีค่าที่สูงขึ้น ส่วนที่ระนาบ 101 จะมีลักษณะระฆังคว่ำฐานกว่าและมีค่าที่ต่ำลงเมื่อศักย์แอโนด เพิ่มขึ้น สำหรับที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 150 V จะปรากฏเพียงหนึ่งพีคเท่านั้นคือที่ระนาบ 001 ซึ่งจะมี พีคที่สูงที่สุดเมื่อเทียบกับทุกเงื่อนไข



รูปที่ 4. 27 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 25 V



รูปที่ 4. 28 รูปแบบการเลี้ยวเบนข<mark>องรังสีเอ</mark>กซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 50 V



รูปที่ 4. 29 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V



รูปที่ 4. 30 รูปแบบการเลี้ยวเบนข<mark>องรังสีเอ</mark>กซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 125 V



รูปที่ 4. 31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 150 V



รูปที่ 4. 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังส<mark>ีเอกซ์ขอ</mark>งเป้า TiB₂ และฟิล์มบางที่เงื่อนไขศักย์แอโนดต่างๆ

จากรูปที่ 4.32 เป็นการแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของทุกเงื่อนไขนำมาเพื่อเปรียบเทียบกัน ซึ่ง พบว่าตำแหน่งของการเลี้ยวเบนฑี่ระนาบ 001 มีการเลื่อนไปทางซ้ายมือเมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น โดย เมื่อเทียบกับพืคการเลี้ยวเบนของเป้า TiB₂ จะพบว่าที่เงื่อนไขศักย์แอโนดไบอัส 0 ถึง 50 V จะมี ตำแหน่งของพืคที่ตำแหน่งศูนย์กลางของพืคจะอยู่ในตำแหน่งของพีคการเลี้ยวเบนที่สูงกว่า แต่ที่เงื่อข ศักย์แอโนด 75 V จะมีจะมีตำแหน่งศูนย์กลางของพืคจะอยู่ในตำแหน่งของพัคการเลี้ยวเบนที่สูงกว่า แต่ที่เงื่อข สำหรับที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 0 และ 25 V จะปรากฏพืคที่ระนาบ 001 ต่ำที่สุดซึ่งบ่งบอกได้ว่าฟิล์ม TiB₂ ที่เตรียมด้วย 2 เงื่อนไขนี้ จะได้ฟิล์มที่มีความเป็นผลึกที่ต่ำ จึงไม่สามารถนำมาคำนวณเพื่อ เปรียบเทียบกับเงื่อนไขอื่นได้ ซึ่งข้อมูลของพิศการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้ สามารถนำมาคำนวณเพื่อ เปรียบเทียบกับเงื่อนไขอื่นได้ ซึ่งข้อมูลของพิศการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้ สามารถนำมาคำนวณเพื่อ เปรียบเทียบกับเงื่อนไขอื่นได้ ซึ่งข้อมูลของพิศการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้ สามารถนำมาคำนวณเพื่อ เปรียบเทียบกับเงื่อนไขอื่นได้ ซึ่งข้อมูลของพิศการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้ สามารถนำมาคำนวณหา ขนาดของผลึกได้ตามหัวข้อที่ 2.6 และผลของเลื่อนของตำแหน่งของพิศที่ระนาบ 001 ของ TiB₂ อธิบายได้จากการลดลงของระยะ Lattice constant c ซึ่งโดยปกติมีค่าเป็น (c = 3.228 Å) [38] ซึ่งสามารถแสดงผลจาการคำนวณได้ตามรูปที่ 4.33 โดยจะแสดงค่าความกว้างพิศที่ความสูงครึ่งหนึ่ง ของยอดพีค และขนาดของผลึก เทียบกับค่าศักย์แอโนดไบอัสที่ค่าต่างกัน จะพบว่าที่เป้าวัสดุจะมี ขนาดของผลึกที่ใหญ่ที่สุด ส่วนที่เงื่อนไขศักย์แอโนดตั้งแต่ 50 ถึง 150 V จะมีขนาดของผลึกที่ใหญ่ขึ้น ซึ่งจากรูปที่ 4.33 จะพบว่าค่าของความกว้างพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่ง ของผลึก แสดงว่าระหว่างกระบวนการเคลือบฟิล์มที่มีการปรับค่าศักย์แอโนดไบอัส สามารถปรับปรุง โครงสร้างภายในฟิล์มได้ ทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบเกิดการรวมตัวกันเป็นผลึกภายในฟิล์มที่มี ขนาดที่ใหญ่ขึ้น

Sample	2θ (degree)			FWHM (001)	Crystalline size		
code	(001)	(100)	(1 <mark>01</mark>)	(^o)	(nm)		
Target	27.69	34.26	44 <mark>.5</mark> 4	0.21	37.57		
TiB0	28.21	-	4 <mark>4.5</mark> 5	-	-		
TiB25	28.04	-	4 <mark>4.5</mark> 5	-	-		
TiB50	27.83	-	44.36	0.55	14.7		
TiB75	27.58	-	<mark>44.20</mark>	0.54	15		
TiB125	27.33	-	<mark>43.97</mark>	0.48	17		
TiB150	27.22	-	-	0.46	17.66		

ตาราง 4. 2 แสดงตำแหน่งการเลี้ยวเบนรังสีเ<mark>อก</mark>ซ์ และขนาดของผลึก



รูปที่ 4. 33 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความกว้างพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่งของยอดพีคที่ระนาบ 001 และขนาดของผลึกเทียบกับศักย์แอโนดที่ต่างกัน



รูปที่ 4. 34 รูปแบบเส้นโค้งจาการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ และเส้นโค้งที่ได้จาก การจำลองด้วยโปรแกรม Leptos 7

เพื่อศึกษาสมบัติเชิงโครงสร้างของฟิล์มบาง TiB₂ ยังมีอีกหนึ่งเทคที่สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งความ หนา ความขรุขระ และความหนาแน่นของฟิล์มบาง ซึ่งเป็นอีกหนึ่งโหมดการทำงานของเครื่อง XRD ที่ เรียกว่า โหมดการสะท้อนของรังสีเอกซ์ สำหรับรูปที่ 4.34 เป็นการแสดงผลการปรับค่าเส้นโครง ที่ เงื่อนไข TiB0 ถึง TiB150 ซึ่งช่วงของมุม 20 ในการวิเคราะห์อยู่ระหว่าง 0.4 ถึง 2.0 จะผลการปรับ เส้นโค้งจะพบว่า เส้นโค้งที่ได้จากการจำลองมีความใกล้เคียงกับเส้นโค้งที่ได้จาการวิเคราะห์ซึ่ง หมายความว่า ข้อมูลที่ดึงออกมาในรูปของความหนาของฟิล์ม ความขรุขระ และความหนาแน่นมี ความใกล้เคียงกับฟิล์มที่เตรียมได้

จากรูปที่ 3.15 แสดงค่าความหนาเส้นสีดำ ค่าความขรุขระเส้นสีแดง และค่าความหนาแน่นของ ฟิล์มเส้นสีน้ำเงิน จะพบว่าค่าความขรุขระของฟิล์มไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อศักย์ แอโนดไบอัสเพิ่มขึ้น โดยมีค่าอยู่ในช่วง 1.06 ถึง 0.92 nm ความหนาของฟิล์มมีแน้วโน้มที่ลดลงโดยที่ เงื่อนไข TiB0 มีความหนามากสุดเป็น 114.17 nm ส่วนที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 150 V มีความหนาที่ น้อยที่สุดเป็น 74.28 nm ซึ่งผลของความหนานี้มีความสอดคล้องกับผลการวัดความหนาจากภาพถ่าย ภาคตัดขวางตามหัวข้อที่ 4.5 ที่ความหน<mark>าของฟิล์</mark>มจะมีค่าที่ลดลงเมื่อศักย์แอโนดไบอัสเพิ่มขึ้น ส่วน ความหนาแน่นของฟิล์มจะมีค่าที่เพิ่มขึ้น และสูงที่สุดที่เงื่อนไขศักย์แอโนดไบอัส 75 V



รูปที่ 4. 35 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนา ความขรุขระ และความหนาแน่นของฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดโบไรด์เทียบกับศักย์แอโนดที่ค่าต่างกัน

4.7 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติการนำไฟฟ้าของฟิล์มบาง TiB2

จากผลของภาพถ่าย SEM ที่เป็นภาคตัดขวางของฟิล์มบาง TiB₂ ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีค่าอยู่ ในช่วงไม่เกิน 1000 nm ซึ่งระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้าอยู่ในช่วงมิลลิเมตร จึงเข้าเงื่อนไขที่ t<<S ซึ่ง ค่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มสามารถแสดงค่าได้จากเครื่อง Source Meter Unit (SMU) สำหรับหัววัด 4 จุด แบบเชิงเส้นที่ใช้ในการวัดในงานวิจัยนี้ เป็นเครื่องที่ประดิษฐ์จากหน่วยวิจัย เทคโนโลยีพลาสมา ซึ่งได้ทำการวัดค่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มบางทั้งหมด 6 ตำแหน่ง เนื่องจากขนาดของชิ้นงานในการเคลือบฟิล์มถูกจำกัดไว้เพียง 1 cm x 1 cm สำหรับข้อมูลที่ได้จาก การวัดทั้งหมดแสดงดังตารางที่ 4.3

Sample	Sheet resistance (Ω / \Box)	Standard deviation
TiB0	1.1 <mark>4</mark>	0.03
TiB25	1. <mark>04</mark>	0.03
TiB50	0. <mark>78</mark>	0.04
TiB75	0.75	0.01
TiB125	0.59	0.03
TiB150	0.62	0.02

ิตาราง 4. 3 ค่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล<mark>์มท</mark>ี่ศักย์แอโนดต่างกัน

จากรูปที่ 4.32 แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบาง TiB₂ มีค่าความต้านทานเชิงแผ่นที่มีแนวโน้มลดลงตาม การเพิ่มขึ้นของศักย์แอโนดไบอัส ซึ่งโดยปกติแล้วสมบัติของไทเทเนียมไดโบไรด์จะมีสมบัติการนำฟ้าที่ ดี ซึ่งความต้านทานเชิงแผ่นจะมีค่าอยู่ในช่วง 0.59 ถึง 1.13 Ω/□ และที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 75 V แสดงให้เห็นว่า ฟิล์มที่เตรียมได้มีความสม่ำเสมอมากที่สุดเนื่องจากมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานแคบที่สุด ส่วนที่เงื่อนไขศักย์แอโนด 125 V ถึงแม้ว่าจะมีค่าความต้านทานเชิงแผ่นที่น้อยที่สุด แต่ช่วงของค่า เบี่ยงเบนมาตรฐานยังกว้างอยู่

ซึ่งจากผลการวัดค่าความต้านทานเชิงแผ่นนี้ สามารถนำไปคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า ได้ตามตารางที่ 4.4 ซึ่งจำเป็นต้องทราบความหนาของฟิล์ม สำหรับเงื่อนไขศักย์แอโนดที่ทราบความ หนาของฟิล์มได้แก่ 0, 75 และ 150 สำหรับค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มไทเทเนียมไดโบไรด์ได้ จากสมการที่ 2.25



รูปที่ 4. 36 กราฟความสัมพัน<mark>ธ์ระหว่า</mark>งค่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มบาง เทียบกับค่าศักย์แอโนดที่ต่างกัน

ตาราง 4. 4 แสดงค่าความหนาข<mark>องฟิล์ม ค่าความต้านทานเ</mark>ชิงแผ่น และสภาพต้านทานไฟฟ้า

Sample	Thickness (nm)	Sheet resistance (Ω / \Box)	Resistivity ($\mu\Omega$.cm)
TiB0	786.11	1.138	89.48
TiB75	735.13	0.746	54.88
TiB150	712.56	0.616	43.94

จากรูปที่ 4.33 จะพบว่าค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มบาง TiB₂ มีแนวโน้มที่ลดลงตาม ศักย์แอโนคไบอัส โดยมีค่าอยู่ในช่วง 89.48 ถึง 43.94 μΩ.cm ซึ่งค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่มาก บ่งบอกได้ถึงการนำไฟฟ้าที่น้อย สำหรับที่เงื่อนไข TiB150 มีค่าการนำไฟฟ้าได้ดีอธิบายได้ว่าฟิล์มมี ความเป็นผลึกที่สูงและมีขนาดของที่เกรนใหญ่ทำให้อนุภาคที่เคลื่อนที่ผ่านเกรนมีระยะทางในการ เคลื่อนที่ หรือคล่องตัวกว่าเกรนที่มีขนาดเล็กและมีความไม่เป็นผลึกยกตัวอย่างเช่นที่เงื่อน TiB0



รูปที่ 4. 37 กราฟความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่าง</mark>ค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มบาง เทียบกับเงื่อนไขฟิ<mark>ล์มบาง</mark> TiB0 TiB75 และ TiB150

4.8 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกลของฟิล์มบาง TiB₂

สำหรับผลการทดสอบความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ โดยเงื่อนไขที่ใช้ในการทดสอบ คือการปรับค่าศักย์แอโนดไบอัส ซึ่งมีทั้งหมด 6 เงื่อนไข ได้แก่ TiBO TiB25 TiB50 TiB75 TiB125 และ TiB150 ชิ้นงานทุกเงื่อนไขจะทำการวัดทั้งหมด 5 จุดในลักษณะที่เป็นเส้นตรง แสดงกราฟ ความสัมพันธ์ของแรงกดกับความความลึกที่กดได้ดังรูปที่ 4.34 ถึง 4.39 จะพบว่าตั้งแต่เพิ่มแรงในการ กดที่ผิดของชิ้นงาน ระยะความลึกที่กดลงไปจะมีค่าที่ลดลงแบบเชิงเส้น และเมื่อออกแรงกดไปถึง ค่าสูงสุดที่กำหนดไว้ 5 mN เป็นเวลา 5 วินาที และจะทำการค้างหัวกดที่แรงกดสูงสุดเป็นเวลา 2 วินาที จากนั้นคลายแรงกดจนไม่มีแรงกด โดยจะพบว่าทั้ง 5 ตำแหน่งที่ทำการวัดมีค่าที่ใกล้เคียงกัน โดยมีค่าความลึกเฉลี่ยของหัวกดอยู่ในช่วง 53.52 ถึง 75.62 nm ซึ่งที่เงื่อนไข TiB0 หัวกดจะกดลงไป ได้ลึกที่สุด และลักษณะของเส้นโค้งของแรงกดกับเส้นคลายแรงกดที่กว้าง แสดงว่าฟิล์มที่เงื่อนไขนี้มี ความแข็งที่น้อยที่สุดเมื่อเทียบกับที่เงื่อนไข TiB75 ซึ่งเป็นเงื่อนไขที่มีความลึกที่น้อยที่สุด และลักษณะ ของเส้นโค้งของแรงกดกับเส้นคลายแรงกดที่แคบ


รูปที่ 4. 38 กราฟแสดงความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่างแ</mark>รงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiBO



รูปที่ 4. 39 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB25



รูปที่ 4. 40 กราฟแสดงความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่างแ</mark>รงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB50



รูปที่ 4. 41 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB75



รูปที่ 4. 42 กราฟแสดงความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่างแร</mark>งกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB125



รูปที่ 4. 43 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดกับความลึกของหัวกดของฟิล์มบาง TiB150



รูปที่ 4. 44 กราฟความสัมพัน<mark>ธ์ระหว่า</mark>งความแข็ง และสภาพยึดหยุ่นของแข็ง เทียบกับ<mark>ศักย์แอโ</mark>นดไบอัสที่ต่างกัน

จากรูปที่ 4.40 พบว่าการเพิ่มศักย์แอโนดทำให้แนวโน้วของความแข็งของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น ในช่วงตั้งแต่เงื่อนไข TiB0 ถึง TiB75 โดยมีความแข็งอยู่ในช่วง 18.66 ถึง 31.37 GPa และมีความ แปรปวนที่เงื่อนไข TiB125 และ TiB150 ซึ่งมีค่าความแข็งเป็น 25.37 และ 30.82 ตามลำดับ ในส่วน ของค่าสภาพยืดหยุ่นของฟิล์มก็มีแนวโนวเช่นเดียวกับความแข็ง ซึ่งบ่งบอกได้ว่าที่เงื่อนไข TiB75 มีค่า ความแข็งที่สูงที่สุด และมีค่าสภาพความยืดหยุ่นที่สูงที่สุดเช่นกันแสดงว่าถึงแม้ที่เงื่อนไข TiB75 มีค่า ความแข็งที่สูงที่สุด และมีค่าสภาพความยืดหยุ่นที่สูงที่สุดเช่นกันแสดงว่าถึงแม้ที่เงื่อนไขนี้จะเคลือบ ฟิล์มที่มีความแข็งที่มาก แต่ได้ฟิล์มที่มีความเปราะที่สุด ต่างจากที่เงื่อนไข TiB150 ที่มีความแข็งต่ำลง ลงมาแต่ได้ฟิล์มที่มีความยืดหยุ่นที่ดีกว่าเมื่อเทียบกับเงื่อนไข TiB75 และถ้าเปรียบเทียบระหว่าง เงื่อนไข TiB50 กับ TiB125 ที่มีค่าความแข็งใกล้เคียงกันเป็น 25.4 และ 25.37 GPa ตามลำดับ จะ พบว่ามีค่าสภาพความยืดหยุ่นที่แตกต่างกันมาก โดยที่เงื่อนไข TiB125 ค่าสภาพความยืดหยุ่นที่ต่ำ ที่สุด เมื่อเทียบกับเงื่อนอื่น และค่าความแข็งเริ่มคงที่ที่ศักย์แอโนดไบอัส +75 V

61 |

าเทที่ 5 สรุป อภิปรายผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

้งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบาง TiB₂ บนแผ่นผลึกซิลิกอน โดยใช้เทคนิคดีซีแมกนีตรอน ้สปัตเตอริงภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์ก<mark>อน</mark> เพื่อศึกษาถึงอิทธิพลของการไบอัสศักย์แอโนด ต่อ สมบัติของพลาสมาที่ทำการวัดด้วยหัววัด<mark>แลง</mark>เมียร์ ทำให้ทราบว่าการเพิ่มศักย์แอโนดทำให้ศักย์ พลาสมาเพิ่มสูงขึ้นอยู่ในช่วง -0.41 ถึง 111<mark>.76</mark> V แต่การปรับค่ากำลังไฟฟ้า และความดันแก๊สขณะ ้เคลือบไม่ได้ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงศักย์<mark>พลาส</mark>มา ซึ่งการเพิ่มขึ้นของศักย์พลาสมานี้เป็นปัจจัยที่ทำ ให้พลังงานของไอออนแก๊สอาร์กอนเพิ่ม<mark>ขึ้นอยู่</mark>ในช่วง 0.22 ถึง 138.41 eV และโครงสร้างระดับ ้จุลภาคของฟิล์มบางไทเทเนียมไดโบไรด์ที่วิ<mark>เคราะ</mark>ห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าการ เพิ่มขั้นของศักย์แอโนดไบอัสตั้งแต่ 0 +2<mark>5 +50 +</mark>75 +125 และ +150 V ทำให้ฟิล์มมีความเป็นผลึก และขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น ส่วนผล<mark>จากวัดด้</mark>วยเทคนิคการสะท้อนของรังสีเอกซ์ พบว่าแนวโน้ม ้ความหนาฟิล์มลดลงจาก 114.17 ถึง 74.28 nm ตรงกันข้ามกับความหนาแน่นของฟิล์มที่มีค่ามากขึ้น ้จาก 3.88 ถึง 4.47 g/cm³ ซึ่งค่า<mark>ความหนานี้สอดคล้องกับผ</mark>ลที่ได้จากภาพถ่ายภาคตัดขวางที่เงื่อนไข TiB0 TiB75 และ TiB150 ที่ควา<mark>มหนาของชั้น TiB₂ ลดลงอ</mark>ย่างมีนัยสำคัญ ส่วนค่าค่าความต้านทาน เชิงแผ่นและสภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มมีแนวโน้มที่ลดลง แสดงว่าฟิล์มที่เตรียมได้มีการนำไฟฟ้าที่ ดีขึ้น และฟิล์มที่มีความแข็งสูงที่สุดคือเงื่อนไข TiB75 มีค่าความแข็งเป็น 31.37 GPa ที่มีค่าใกล้เคียง ้กับความแข็งของเป้าวัสดุ ซึ่งก<mark>ารใช้ศักย์แอโนดไบอัสในค</mark>่าที่มีความเหมาะสม จะทำให้ฟิล์มบาง ไทเทเนียมไดโบไรด์ที่<mark>เตรียมได้มีการจัดเรี</mark>ยงตัวเป็นผลึกที่ดี ส่งผลโดยตรงถึงความหนาแน่นของฟิล์มที่ ้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับความขรุขระที่มีแนวโน้มลดลงเมื่อศักย์แอโนดเพิ่มขึ้น แสดงว่าการ เคลือบฟิล์มบางด้วยการไบอัสศักย์บวกที่ขั้วแอโนด สามารถเพิ่มพลังงานของไอออนระหว่างการ เคลือบฟิล์มได้เช่นเดียวกับการไบอัสศักย์ลบที่ฐานวางชิ้นงาน 6

5.2 ข้อเสนอแนะ

สำหรับการเคลือบฟิล์มเทคนิคการไบอัสศักย์บวกที่ขั้วแอโนดที่บริเวณฝาภาชนะสุญญากาศ ยัง มีความไม่ปลอดภัยเนื่องจากไม่มีฉนวนมาหุ่มที่ฝาภาชนะสุญญากาศซึ่งอาจเกิดอันตรายขณะที่การ ทดลองได้

น ล์ก



- 1. https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=TitaniumProperties&LN=TH.
- 2. https://en.wikipedia.org/wiki/Boron.
- 3. http://www.tcmetal2549.com/index.php?mo=10&art=415338.
- 4. Munro, R.G.J.J.o.R.o.t.N.i.o.s. and Technology, *Material properties of titanium diboride*. 2000. 105(5): p. 709.
- 5. Wiedemann, R., et al., *Structure of deposited and annealed TiB2 layers.* 1997. 97(1-3): p. 313-321.
- 6. Xia, M.-j., et al., Improvement of adhesion properties of TiB2 films on 316L stainless steel by Ti interlayer films. 2013. 23(10): p. 2957-2961.
- 7. Berger, M., et al., *Low stress TiB2 coatings with improved tribological properties.* 2001. 401(1-2): p. 179-186.
- Park, B., et al., Adhesion properties of TiB2 coatings on nitrided AISI H13 steel.
 2005. 200(1-4): p. 726-729.
- 9. Zhao, Y., et al., Ti/TiN multilayer thin films deposited by pulse biased arc ion plating. 2011. 257(7): p. 2683-2688.
- 10. Anders, A.J.T.S.F., A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching. 2010. 518(15): p. 4087-4090.
- 11. Anders, A., et al., *Plasma biasing to control the growth conditions of diamond-like carbon.* 2007. 201(8): p. 4628-4632.
- 12. Sundgren, J.E., et al., A review of the present state of art in hard coatings grown from the vapor phase. 1986. 4(5): p. 2259-2279.
- 13. Mikula, M., et al., *Mechanical properties of superhard TiB2 coatings prepared* by DC magnetron sputtering. 2007. 82(2): p. 278-281.
- Ding, J.C., et al., Effect of Cu addition on the microstructure and properties of TiB2 films deposited by a hybrid system combining high power impulse magnetron sputtering and pulsed dc magnetron sputtering. 2018. 344: p. 441-448.
- 15. Dieter, G.E.J.N.Y., Mechanical Metallurgy McGraw Hill Book Company. 1961.
- 16. Panich, N., et al., Structural and Mechanical Characterisation of Superhard Nanostructured Ti/TiB2 Coatings: the Multilayer Coatings.
- 17. https://en.wikipedia.org/wiki/Biasing.

- 18. Ikehata, T., et al., *Positive-plasma-bias method for plasma-based ion implantation and deposition*. 2010. 204(18-19): p. 2881-2891.
- 19. Ikehata, T., et al., *Positive pulse bias method in plasma-based ion implantation.* 2003. 206: p. 782-786.
- 20. http://www.semicore.com/refe<mark>re</mark>nce/sputtering-yields-reference.
- 21. Penning, F.M.J.p., *Die Glimmentladung bei niedrigem Druck zwischen koaxialen Zylindern in einem axialen Magnetfeld.* 1936. 3(9): p. 873-894.
- 22. Francis, G., *The glow discharge at low pressure*. Vol. 4. 1956.
- 23. Thornton, J.A.J.J.o.V.S. and Technology, Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings. 1974. 11(4): p. 666-670.

24.

https://www.google.co.th/search?q=https://www.researchgate.net/figur e/Thornton-structure-zone-model-Adapted-from-Thornton-1977_fig4_282656267.+.&hl=th&tbm=isch&source=iu&ictx=1&fir=WgUfC4UmGk XbbM%252CJDK26jW83DB6VM%252C_&vet=1&usg=AI4_kS1NDkHj3LmbsShIbkMcy1Mtl5bsQ&sa=X&ved=2ahUKEwiOxq-OvJjwAhUVjeYKHV8yAmQQ9QF6BAgNEAE&biw=1396&bih=605#imgrc=VSgX3w obEmRbiM&imgdii=HU0QQjJncsZSrM.

- 25. Conde, L.J.M.D.F.E.A.n.A.U.P.d.M., *An introduction to Langmuir probe diagnostics of plasmas.* 2011: p. 1-28.
- 26. Sigurjonsson, P. and J. Gudmundsson. *Plasma parameters in a planar dc magnetron sputtering discharge of argon and krypton.* in *Journal of Physics: Conference Series.* 2008. IOP Publishing.
- 27. Hayden, C., et al., Ion energy distributions at a capacitively and directly coupled electrode immersed in a plasma generated by a remote source.
 2009. 18(2): p. 025018.
- 28. Matyi, R.J., et al., *The international VAMAS project on X-ray reflectivity measurements for evaluation of thin films and multilayers—Preliminary results from the second round-robin.* 2008. 516(22): p. 7962-7966.
- 29. https://en.wikipedia.org/wiki/Angle_of_incidence_(optics).

- 30. https://physic512.blogspot.com/2014/10/total-internalreflection.html?fbclid=IwAR3KqbzB_UvXLiB4DEBfl53TupPCgLR2trtgtxo6ekK82m piBKf4SnQzkVQ.
- 31. Yasaka, M.J.T.R.J., X-ray thin-film measurement techniques. 2010. 26(2): p. 1-9.
- 32. https://www.quora.com/In-a-four-point-probe-method-why-current-issupplied-to-the-outer-terminals-only-and-not-on-the-inner-two-terminals.
- 33. ., h.s.g.c.s.t.k.k.-k.-h.
- 34. Oliver, W.C. and G.M.J.J.o.m.r. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. 2004. 19(1): p. 3-20.
- 35. https://en.wikipedia.org/wiki/Quartz_crystal_microbalance.
- 36. https://www.modutek.com/wet-processing-applications/wafer-cleaning-process/?__cf_chl_captcha_tk___e8bcc723d97732cd89b7fff8409ca33bd697e4 7e-1619328092-0-AffPov1zYxVkrevllu-GK2Fh3LkdE_H9QVc1yWoo7zZM1amMWr-hACR8RKfjNIIBP6PQGN3qVE4IButE--5KogfXsYAhQmzsP3_nmxSvUWk7Klenf00XdqlPp8uj788Fuq0RE4KZSddmYcGigkSxuH2IFPYvuM9r7id4YR4VWXTZ5NY1zM5PZLA_t7EUL40i9 uNSAdK1UVN4Ov7idpwKb6gnRhysAUpPS7d-YxnmUgFP6fkn455lk7bYtDdhurpZE5EBKVwd0LR4YOhEIBJgilnpg6Tdb_mZ3rY3y1 n-cHtySoczDM3vm4LV0nUuPIFWZa-TRQZnFAbpl8xqbk8ZbLJyf2hrWxu63ysyrFhRbatB6CdP4bpMKzUb0gMI9S6XFCw RW6_XjfWJTapyzDG-Bi833LqAGTTWjMICZeJOf2Wfe5k0mwFGaxAKzFqB06mUbLTLF3MSBoqd
 - poxuAjQiaLBhVgQ-V4O5d3C-WpU3VAQ1q5umXXHpqqhZEAB29WbE49jZ-
 - YbFQYtOxW3F_LAJIfhrpZD
 - yG_gGWJ2b_VsxqpiFXJ0_4GvTFlchkAs2e1a0EKdpmVgJlgASkTx8GwWlGLn0Kc1fe dDQgR8zlL8RWb-6Z1UYSnJ5lJs-C4YR-
 - tkOUHGM9IW2fuu4SCVOWQH368s8_8Vam36h_ZU8O0CVZ.
- 37. https://www.inrf.uci.edu/wordpress/wp-content/uploads/sop-wet-siliconsolvent-clean.pdf.

- 38. Zhang, T.F., et al., *Influence of negative bias voltage and deposition temperature on microstructure and properties of superhard TiB2 coatings deposited by high power impulse magnetron sputtering.* 2014. 253: p. 115-122.
- 39. https://polygonphysics.com/applications/ion-assisteddeposition/?fbclid=IwAR25QlXx7kJqJzdvTGVpNQUxD8hY4WCLtVj9yZGVGP01oZ cByM3kuFzbefY.
- 40. https://sites.google.com/site/smdulkllaeasphaphyudhyun2/sphaph-yudhyunelasticity.



ประวัติผู้เขียน

อรรถพล ชื่นประโคน ชื่อ วันเกิด 26 สิงหาคม พ.ศ. 2539 สถานที่เกิด อำเภอเมืองยโสธ<mark>ร</mark> จังหวัดยโสธร 2/3 หมู่ 7 บ้านคำเกิด ตำบลกระจาย อำเภอป่าติ้ว จังหวดยโสธร 35150 สถานที่อยู่ปัจจุบัน ประวัติการศึกษา พ.ศ. 2564 ปริญ<mark>ญา</mark>วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วท.ม.) สาขาฟิสิกส์ ู่ค<mark>ณะ</mark>วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม พ.ศ. 2562 ปริญ<mark>ญา</mark>วิทยาศาสตรบัณฑิต (วท.บ.) สาขาฟิสิกส์ ้ค<mark>ณะวิ</mark>ทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม พ.ศ. 2558 ระ<mark>ดับมัธย</mark>มศึกษาตอนปลาย โรงเรียนยุโสธรพิทยาคม ้<mark>อำเภอ</mark> เมือง จังหวัดยโสธร พ.ศ. 2555 ระ<mark>ดับมัธย</mark>มศึกษาตอนต้น โรงเรียนยโสธรพิทยาคม อำเภอ เ<mark>มือง จัง</mark>หวัดยโสธร พ.ศ. 2552 ระดับประถมศึกษา โรงเรียนยอนุบาลยโสธร ตำบลเชื่องคำ จังหวัดยโสธร พหุน ปณุสุโต ชีเว