



การควบคุมการเจือไทเทเนียมในฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟไฮ เพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง



ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

พฤษภาคม 2567 ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม Controlling of the Titanium Doped on Hydrogenated Amorphous Carbon Film Deposited using Reactive High Power Impulse Magnetron Sputtering



for Master of Science (Physics)

May 2024

Copyright of Mahasarakham University



คณะกรรมการสอบวิทยานิพน<mark>ธ์ ไ</mark>ด้พิจารณาวิทยานิพนธ์ของนางสาวพรทิพย์ ราชโยธี แล้วเห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคา<mark>ม</mark>

คณะกรรมการสอบวิทยานิพน<mark>ธ์</mark>

_____ประธานกรรมการ

(ดร. ศรายุทธ ตั้<mark>นมี)</mark>

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

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

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

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

.....กรรมการ

(รศ. ดร. ปวีณา <mark>เหลากูล</mark>)

.....กรรมการ

(ดร. นิติศักดิ์ <mark>ปาสาจ</mark>ะ)

มหาวิทยาลัยอนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

(ศ. ดร. ไพโรจน์ ประมวล) คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(รศ. ดร. กริสน์ ชัยมูล) คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อเรื่อง	การควบคุมการเจือไทเทเนียมในฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนที่		
	เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง		
ผู้วิจัย	พรทิพย์ ราชโยธี		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. <mark>พิษณุ พูลเจริญศิลป์</mark>		
	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร <mark>.</mark> อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน		
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑ <mark>ิต สาขาวิชา</mark> ฟิสิกส์		
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารค <mark>า</mark> ม ปีที่พิมพ์ 2567		

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการควบคุมปริมาณการเจือไทเทเนียมในฟิล์มคาร์บอนเสมือน เพชรที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริงภายใต้การควบคุมป้อนกลับ ศึกษาสเปกตรัมทางแสงของพลาสมา และศึกษาอิทธิพลของปริมาณไทเทเนียมในฟิล์มคาร์บอน เสมือนเพชรที่มีผลต่อโครงสร้างระดับจุลภาคฟิล์มบาง เทคนิคควบคุมป้อนกลับ ด้วยวิธีอ่านค่าเฉลี่ย ของกระแสอิมพัลส์และปรับอัตราไหลแก๊สอะเซทิลีนเพื่อควบคุมค่าเฉลี่ยของกระแสอิมพัลส์ให้คงที่ ตามที่กำหนด สามารถควบคุมสัดส่วนพื้นที่ผิวเป้าไทเทเนียมที่ไม่ถูกปกคลุมด้วยชั้นสารประกอบ คาร์บอนได้อย่างมีเสถียรภาพ นำไปสู่การควบคุมปริมาณสารเจือไทเทเนียมได้อย่างมี ประสิทธิภาพ จากการวินิจฉัยด้วยเทคนิคการวัดสเปกตรัมทางแสงของพลาสมา พบว่าความสัมพันธ์ ระหว่างค่ากระแสเฉลี่ย ปริมาณสารเจือไทเทเนียม และสเปกตรัมการปลดปล่อยแสงของไทเทเนียมใน พลาสมามีความสอดคล้องกัน

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและสมบัติของฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชรที่เจือไทเทเนียม พบว่า สามารถควบคุมปริมาณสารเจือไทเทเนียมในเนื้อฟิล์มได้ในช่วง 0.5 at.% ถึง 80 at.% ฟิล์มที่ มีปริมาณไทเทเนียมมากกว่า 60 at.% จะมีลักษณะสัณฐานเป็นคอลัมนาร์ มีความหนาแน่นประมาณ 4.7 g/cm³ ในขณะที่ฟิล์มที่มีปริมาณไทเทเนียมอยู่ในช่วง 40-60 at.% เกิดการฟอร์มตัวของผลึก ไทเทเนียมคาร์ไบด์ และมีความแข็งประมาณ 13.33 ± 0.48 GPa เมื่อปริมาณไทเทเนียมมีค่าน้อยกว่า 40 at.% ฟิล์มมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน มีความหนาแน่นของฟิล์มประมาณ 1.64 g/cm³ และมี ความแข็งประมาณ 5.58 ± 0.03 GPa การตรวจวัดด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโคปี และเทคนิค สเปคโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่มีปริมาณ ไทเทเนียมน้อยกว่า 40 at.% จะมีสัดส่วนพันธะ C-C *sp*³เพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ผลของการ วิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มด้วยเทคนิค GD-OES พบว่าเทคนิคควบคุมป้อนกลับ ทำให้ปริมาณ สารเจือไทเทเนียมต่อปริมาณคาร์บอนมีค่าคงที่ตลอดความหนาของฟิล์ม

คำสำคัญ : การควบคุมกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ, การเจือโลหะไทเทเนียมในโครงสร้างของฟิล์มบาง เสมือนเพชร, รีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แ<mark>ม</mark>กนีตรอนสปัตเตอริง



TITLE	Controlling of the Titanium Doped on Hydrogenated Amorphous		
	Carbon Film Deposited using	g Reactive Hi	gh Power Impulse
	Magnetron Sputtering		
AUTHOR	Pornthip Ratchayotee		
ADVISORS	Assistant Professor Phitsanu Poolcharuansin , Ph.D.		
	Assistant Professor Artit Chin	gsungnoen,	Ph.D.
DEGREE	Master of Science	MAJOR	Physics
UNIVERSITY	Mahasarakham	YEAR	2024
	University		
ABSTRACT			

Using a feedback control technique, this thesis has developed a method for controlling the titanium doping concentration in diamond-like carbon films deposited by reactive high-power impulse magnetron sputtering. This method involves monitoring the average impulse current and adjusting the acetylene gas flow rate to maintain a constant average impulse current as specified. Consequently, the proportion of the titanium target surface not covered by a carbon layer can be controlled, facilitating precise regulation of the titanium content in the depositing films. The optical emission spectroscopy confirms a consistent correlation between the average current value, titanium content, and the titanium species in the emission spectrum.

Thin film characterization of the titanium-doped diamond-like carbon films revealed the versatility of the method, as the titanium concentration could be modulated within a wide range of 0.5 at.% to 80 at.%. Films containing more than 60 at.% titanium exhibited a columnar morphology with a density of approximately 4.7 g/cm³. Conversely, films with titanium concentrations ranging from 40-60 at.% showed the formation of titanium carbide crystals, exhibiting a hardness of approximately 13.33 \pm 0.48 GPa. In addition, films with less than 40 at.% titanium, an amorphous structure was observed, characterized by a density of 1.64 g/cm³ and a hardness of about 5.58 \pm 0.03 GPa. Raman spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy analyses indicated that films with less than 40 at.% titanium exhibited an increased proportion of C-C sp³ bonds. Moreover, compositional analysis using Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (GD-OES) demonstrated that the feedback control technique enabled constant titanium-to-carbon doping ratios throughout the film thickness.

Keyword : Controlling discharge current, Titanium doped on diamond-like carbon, Reactive high power impulse magnetron sputtering



กิตติกรรมประกาศ

้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดีเนื่องจากได้รับความช่วยเหลือและคำแนะนำจากบุคลากร หลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์พิษณุ พูลเจริญศิลป์ ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาและผู้ช่วย ้ศาสตราจารย์อาทิตย์ ฉิ่งสูงเนิน อาจารย์ที่ปรึก<mark>ษ</mark>าร่วม ที่ได้ให้ความรู้ ความช่วยเหลือ คำแนะนำและคอย สนับสนุนการดำเนินงานวิจัยด้วยดีเสมอมา รวมทั้งยังตรวจสอบข้อบกพร่องและแนะนำวิธีการแก้ไข ้ ปัญหาด้วยความเอาใจใส่เป็นอย่างดียิ่งตล<mark>อด</mark>มา ตั้งแต่ต้นจนเสร็จสิ้นเรียบร้อย รวมถึงผลักดันและ ้สนับสนุนให้เข้าร่วมงานประชุมทางวิชาการต<mark>่าง</mark>ๆ และเข้าร่วมนำเสนองา<mark>นวิจัยทั้งในระดับนานาชาติ</mark>

ขอขอบคุณอาจารย์ และบุคลาก<mark>รทุก</mark>ท่านในหน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา ภาควิชาฟิสิกส์ ้คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารค<mark>าม ที่</mark>คอยให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือและต่างๆ และคอย ให้กำลังใจตลอดระยะเวลาการดำเนินงา<mark>นวิจัย</mark>ขอขอบคุณประธานกรรมการสอบดร.ศรายุทธ ตั้นมี ตลอดจนคณะกรรมการสอบ รศ.ดร.ปวีณ<mark>า เหลา</mark>กูล และ ดร.นิติศักดิ์ ปาสาจะ ที่ได้สละเวลาในการให้ ้ คำแนะนำและปรับปรุงวิทยานิพนธ์เล่มน<mark>ี้ให้สมบ</mark>ูรณ์ และขอขอบคุณ คุณเอกพล เพ็ชรนก เจ้าหน้าที่ ้โรงงานกลประจำภาควิชาฟิสิกส์ ที่ให้ควา<mark>มช่วยเห</mark>ลือแนะนำด้านอุปกรณ์ในการการดำเนินงานตลอดจน อบรมสั่งสอนให้ความรู้ ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการทำงานได้

้ขอขอบคุณ บิดา มารดา <mark>ที่ให้การอบรมเลี้ยงดู</mark> อุปการะในการศึกษาเป็น ผู้ซึ่งคอยให้กำลังใจ ้อยู่เบื้องหลังของความสำเร็จ ขอ<mark>ขอบคุณดร.นพพล เสาเวี</mark>ยง และดร.อัญธิกา ละครไชยที่ได้ให้ความรู้ ้ข้อคิด และให้คำแนะนำในการใช้<mark>เครื่องมือการทดลองตล</mark>อดจนคอยให้คำปรึกษาตลอดมา ขอขอบคุณ ้พี่ๆ เพื่อนๆ และรุ่นน้อง หน่วยวิจัยเ<mark>ทคโนโลยีพลา</mark>สมา ภาควิชาฟิสิกส์ที่มีส่วนเกี่ยวข้องที่ให้การ ้ช่วยเหลือ และคอยให้กำลังใจในการท<mark>ำงานวิจัยนี้จน</mark>สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

้สุดท้ายขอขอบคุ<mark>ณโครงการพัฒนาระบบและกระบว</mark>นการเคลือบฟิล์มบางเสมือนเพชรบน พื้นผิวใบพั<mark>ดคอมเพรสเซอร์ของเค</mark>รื่องกังหันก๊าซเพื่อต้านทานการกัดกร่อน (Development of anticorrosion Diamond-Like-Carbon (DLC) coatings on compressor blades of gas turbine) ของการไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทยที่ได้สนับสนุนค่าใช้จ่ายในการศึกษาระดับปริญญาโท મુપ યાગ જા દાલ 216

พรทิพย์ ราชโยสี

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	9
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ົີ
กิตติกรรมประกาศ	ซ
สารบัญ	. ฌ
สารบัญรูปภาพ	j]
สารบัญตาราง	j]
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของการวิจัย	1
1.2 ความมุ่งหมายของการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	3
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
1.5 สถานที่ทำการวิจัย	3
1.6 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	4
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและปริทัศน์เอกสารข้อมูล	5
2.1 ฟิล์ม <mark>คาร์บอนเสมือนเพชร</mark> (Diamond-like carbon, DLC)	5
2.1.1 โครงสร้างของฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร	5
2.1.2 ประเภทของการเคลือบฟิล์ม DLC	6
2.2 เทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอริง	7
2.2.1 รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง	9
2.2.2 ไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง	11
2.2.3 รีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง	11

สารบัญ

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเจือโลหะไทเทเนียมในฟิล์ม DLC ด้วย R-HiPIMS	12
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวิธีการควบคุมการเจือระหว่างโลหะและฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร	26
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	37
3.1 ระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง	39
3.2 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มไฮโดรจิเนทเต <mark>ด</mark> อะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือไทเทเนียม	42
3.3 ขั้นตอนการตรวจวัดพลาสมาจากลักษ <mark>ณ</mark> ะทางสเปกตรัม	58
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	69
4.1 ผลการศึกษาการควบคุมปริมาณไทเ <mark>ทเนีย</mark> มด้วยโปรแกรมการป้อนกลับ	69
4.2 ผลการศึกษาองค์ประกอบของพลา <mark>สมาตา</mark> มระยะทางระหว่างเป้าไทเทเนียมและชิ้นงานด้	วย 72
4.2 ยอกรวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มย่านการความคนการป้อนกลับ	7
4.5 ผมการสถาราะ หมมอยของพมมผานการกรอกรุ่มการอยุ่มการอยุ่มการอยุ่มการอ	01
4.3.1 พถิศารรรม อาหารมหารอยาทานศา X-ray Tenectornetry	05
4.3.2 พถิการวิการวายหัสมารัฐของฟิล์นด้วยเพตุมิด Paman sportroscopy	05
4.3.3 พถิศารรถาราะห์สมบัติของพิเมทรองทานการสากสารpectroscopy	0/
4.3.4 พถิตารวิเตราะห์สมบัติของพิธีมีด้วย X-ray photoelectron spectroscopy	94
4.3.5 พถิศารรถางการที่เสบารัติของพิธ์มด้วยเพตุมิด GDOES	90
4.3.0 พถาวรริเคราะห์สมบัติของพิลับด้วยเทคริด Nanoindentation	122
4.5.7 พถิศารรรณสายาณมายาการการการการการการการการการการการการการ	124
5 1 สรา/ยอกราวิลัย	124
5.2 ข้อเสนอเมษ	. 124
3.2 006120620	196
۲۹۹۹۹ ۱۹ ۱۹۹۲ ۱۹۹۹۹ ۱۹۹۱	120
บวะ เดพ็เภลก	134

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 2.1 TERNARY PHASE DIAGRAM ของฟิล์ม DLC [14]6
รูปที่ 2.2 การจำแนกประเภทของการเคลือบ <mark>ฟิ</mark> ล์ม DLC [1]7
รูปที่ 2.3 หลักการของสปัตเตอริง [8]
รูปที่ 2.4 การแสดงแผนผังของระบบรีแอคที <mark>ฟแ</mark> มกนีตรอนสปัตเตอริง [21]10
รูปที่ 2.5 พื้นผิวของการสึกหรอของชิ้นงานภ <mark>าย</mark> ใต้อุณหภูมิต่าง ๆ ก) ฟิล์ม DLC เจือด้วยไทเทเนียม
ถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 26 ° C ข) ฟิล์ม <mark>DL</mark> C ที่ไม่ผ่านการเจือถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 300 ° C ค)
ฟิล์ม DLC ที่เจือด้วยไทเทเนียมถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 300 ° C และ ง) ฟิล์ม DLC ที่เจือด้วย
ไทเทเนียมถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 450 <mark>° C</mark>
รูปที่ 2.6 แสดงสเปกตรัม XPS โดยรวมที่ว <mark>ัดได้ส</mark> ำหรับตัวอย่าง A [12]
รูปที่ 2.7 ก) สเปกตรัม XPS ของ C1S แล <mark>ะ ข) สเ</mark> ปกตรัม XPS ของ TI 2P ของฟิล์มที่เตรียมไว้ 15
รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างการนำไฟ <mark>ฟ้า สัดส่วน</mark> ของ I _{TI} และ I _{TIC} โดยรวมสเปกตรัม XPS 16
รูปที่ 2.9 ก) ฟลักซ์อะเซทิลีนในการเคลือบของสารเคลือบ ข) อัตราการสะสมของสารเคลือบที่
สอดคล้องกัน [22]
รูปที่ 2.10 ก) แสดงเป้าหลังเคลือบที่ถูกปกคลุมด้วยชั้นคาร์บอนสีดำเกือบทั้งหมดของแหล่งจ่าย DC
72 AT.% C และ ข) แสดงเป้าหลังจากการเคลือบฟิล์มของแหล่งจ่าย HIPIMS 94 AT% C [22]
รูปที่ 2.11 แสดงความสัมพันธ์ของแรง ดันดิสชาร์จสำหรับการสะสมของ HIPIMS และ DCMS กับ
ปริมาณของคาร์บอน [22]20
รูปที่ 2.12 ภาพถ่าย SEM พื้นผิวของฟิล์มที่มีองค์ประกอบที่คล้ายกันสำหรับ DCMS (ด้านซ้าย)และ
HIPIMS (ด้านขวา) [22]
รูปที่ 2.13 การเปรียบเทียบข้อมูล XRD สำหรับสารเคลือบที่มีปริมาณคาร์บอนใกล้เคียงกันที่ เคลือบ
โดย A) DC และ B) HIPIMS ตำแหน่งอ้างอิงของการเลี้ยวเบน TIC ตามฐานข้อมูล PDF 00-
032-1383 [23]
รูปที่ 2.14 แสดงขนาดของผลึกที่ได้จากการคำนวณจากกราฟ XRD

รูปที่	Jที่ 2.15 XPS ของพีค C1S ของตัวอย่าง DC ที่เคลือบไว้ โดยมีคาร์บอน 65 AT% โดยมี	
	ส่วนประกอบของพันธะ C-C C-TI และ C-TI*	. 23
รูปที่	2.16 การเปรียบเทียบพีคของ C1S ของ XPS จากการเตรียมฟิล์มด้วย ก) DC และ ข) HIPIM	٨S
		. 24
รูปที่	2.17 ก) ความแข็งและ ข) โมดูลัสยึดหยุ่ <mark>น</mark> ของสารเคลือบ HIPIMS และ DCM	. 25
รูปที่	2.18 แสดงสเปกตรัม XPS ของ TI 2P <mark>ขอ</mark> งฟิล์ม TI-DLC ที่มีความเข้มข้น TI ต่ำต่างกัน	. 27
รูปที่	2.19 อัตราส่วน SP ³ /SP ² เป็นฟังก์ชันข <mark>อง</mark> ความเข้มข้น TI	. 28
รูปที่	2.20 ก) ความเค้นภายใน ข) ความแข็ง <mark>โม</mark> ดูลัสยืดหยุ่นของฟิล์ม TI-DLC ตามความเข้มข้น T	129
รูปที่	2.21 ก) ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของฟิล์มตามฟังก์ชันระยะเลื่อน ข) อัตราการสึกหรอขอ	٩C
	ฟิล์มที่มีความเข้มข้น TI ต่างกัน	. 30
รูปที่	2.22 รูปแบบการเลี้ยวเบนของการเจ <mark>ือนาโน</mark> คอมโพสิตไทเทเนียมคาร์ไบด์ในฟิล์ม DLC ที่	
	OES% แตกต่างกัน	. 32
รูปที่	2.23 องค์ประกอบธาตุของการเจือน <mark>าโนคอม</mark> โพสิตไทเทเนียมคาร์ไบด์ในฟิล์ม DLC ที่ OES%	, D
	แตกต่างกัน	. 32
รูปที่	2.24 ค่าความแข็งและค่ายั <mark>งมอดูลัสของการเจือนาโนค</mark> อมโพสิตไทเทเนียมคาร์ไบด์ในฟิล์ม DI	LC
	ที่ OES% แตกต่างกัน	. 33
รูปที่	2.25 ผล TEM ของฟิล์ม DLC แล <mark>ะ TI-DLC ที่</mark> มีปริมาณ TI ที่เจือต่างกัน ก) DLC บริสุทธิ์ ข)	TI-
	DLC ที่มี 1.82 WT% TI ค) TI-DLC ที่มี 18.29 WT%	. 34
รูปที่	2.26 ผลของพฤติกรรมการยึดเกาะของฟิล์ม DLC และ TI-DLC ที่มีปริมาณ TI ที่มีสารเจือปา	น
	ต่างกัน ก) 0 WT% ข) 1.82 WT% ค) 7.96 WT% ง) 14.97 WT% และ จ) 18.29 WT%	. 35
รูปที่	3.1 ไดอะแกรมของการดำเนินงานวิจัย	.38
รงไที่	3 2 ໂດລະແຄຽງແມສດ,ຽະງານສຸກຄາກາສ	30
ง เ	 3.3 ระบบเคลือบฟิล์บแบกบีตรอบสมัตเตอริง 	40
_ส ูบท รุงไต่	3.4 โดละแกรมสำหรับควบคบการคำเบินการตลงระบบ	, ч 0 //1
40M	3 6 สมเตรแลส CI ICU10 ชี้ยังไงได้ตัดชื่อชื่อชื่อชื่อ	.41 12
งูบท	0.0 61667 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10	.43

รูปที่	ที่ 3.6 สแตนเลส SUS410 ขัดกับกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 100 ถึง ผ้าสักราดที่มีอนุภาคของ		
	อะลูมินาขนาด 0.05 µM43		
รูปที่	3.7 เครื่องอัลตราโซนิค		
รูปที่	3.8 เมทานอล(ซ้าย) สแตนเลส SUS41 <mark>0</mark> ถูกขัดเงาด้วยอนุภาคผงอะลูมินาขนาด 0.5 µM และ		
	0.05 µM (ชวา)		
รูปที่	3.9 น้ำ DI (ซ้าย) สแตนเลส SUS410 <mark>ที่ล้</mark> างเมทานอลแล้ว (ขวา)		
รูปที่	3.10 แผ่นซิลิกอน N-TYPE (ด้านซ้าย) <mark>แล</mark> ะแผ่นซิลิกอนที่ใช้ดินสอลากเส้นเพื่อง่ายต่อการกรีด		
	(ด้านขวา)		
รูปที่	3.11 แผ่นซิลิกอน N-TYPE ที่ใช้ปากกาหัวเพชรกรีด (ด้านซ้าย) ตัดแผ่นซิลิกอน (ด้านขวา) 46		
รูปที่	3.12 สารละลายอะซิโตน (ด้านซ้าย) <mark>แผ่นซิ</mark> ลิกอนที่เตรียมไว้แล้วมาใส่ในโถแก้ว (ด้านขวา) 47		
รูปที่	3.13 เครื่อง ULTRASONIC CLEAN <mark>ER (ด้า</mark> นซ้าย) ภายในเครื่อง ULTRASONIC ใส่น้ำ RO		
	(ด้านขวา)		
รูปที่	3.14 สารละลายเมทานอล (ด้านซ้า <mark>ย) แผ่นซิลิ</mark> กอนที่เตรียมไว้เทสารละลายเมทานอล (ด้านขวา)		
รูปที่	3.15 น้ำ DI (ด้านซ้าย) แผ่น <mark>ซิลิกอนที่เตรียมไว้เทน้ำ D</mark> I (ด้านขวา)		
รูปที่	3.16 เครื่องเป่าลมร้อน (ด้านซ้าย) ใช้ความร้อนระดับ 2 เป่าแผ่นซิลิกอน (ด้านขวา)		
รูปที่	3.17 แผ่นซิลิกอนภายในภาชนะ <mark>สุญญากาศ</mark>		
รูปที่	3.18 ไดอะแกรมโปรแกรม PVD VACUUM CONTROL ที่ใช้ควบคุมระบบสุญญากาศ		
รูปที่	3.19 ก) โปรแกรม HSPY CONTROL ที่กดปุ่ม CHECK ข) โปรแกรมพร้อมใช้งาน		
รูปที่	3.20 ก) โปรแกรม R-HIPIMS ที่กดปุ่ม CHECK ข) โปรแกรมพร้อมใช้งาน		
รูปที่	3.21 โปรแกรม HSPY CONTROL ที่มีการเพิ่มศักย์ไฟฟ้า		
รูปที่	3.22 ก) สัญญาณศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้า ข) กระบวนการทำความสะอาดบริเวณหน้าเป้า		
	55		
รูปที่	3.23 ขั้นตอนการสแกนกราฟเพื่อกำหนดจุดคลือบ55		
รูปที่	3.24 ลักษณะของสัญญาณกระแสไฟฟ้าเฉลี่ยที่จ่ายให้หัวแมกนีตรอนและพิจารณาเลือกจุด		
	เคลือบตำแหน่งต่างๆ ของค่ากระแสไฟฟ้าเฉลี่ย		

รูปที่ 3.25 ก) ปิดโปรแกรม R-HIPIMS ข) ปิดโปรแกรม HSPY CONTROL	57
รูปที่ 3.26 การติดตั้งเครื่องสเปกโตรมิเตอร์	58
รูปที่ 3.27 ขั้นตอนการวัดสเปกตรัม	59
รูปที่ 3.28 ขั้นตอนการวัดสเปกตรัม	59
รูปที่ 3.29 ขั้นตอนการวัดสเปกตรัม	60
รูปที่ 3.30 ขั้นตอนการวัดสเปกตรัม	61
รูปที่ 3.31 ขั้นตอนบันทึกข้อมูลเป็นไฟล์ EX <mark>CE</mark> L	62
รูปที่ 3.32 ขั้นตอนบันทึกข้อมูลเป็นรูปภาพ	63
รูปที่ 3.33 การระบุค่าความยาวคลื่นของสเป <mark>กต</mark> รัม	64
รูปที่ 3.34 ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค OES	65
รูปที่ 3.35 ขั้นตอนการ NORMALIZED ข้อ <mark>มูล</mark>	65
รูปที่ 3.36 ขั้นตอนการพล็อตกราฟของสเ <mark>ปกตรัม</mark> ของธาตุ	66
รูปที่ 3.37 การตั้งค่าเพื่อระบุสปกตรัมขอ <mark>งธาตุจาก</mark> ฐานข้อมูล NIST ATOMIC SPECT	ra database
LINES	67
รูปที่ 3.38 กราฟแสดงการระบุส <mark>ปีชีส์ของสเปกตรัมของธาตุ</mark>	68
รูปที่ 4.1 ไดอะแกรมแนวคิดการควบคุมป้อนกลับ ภายใต้ PID algorithm	70
รูปที่ 4.2 กราฟ <mark>สแกนที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัต</mark> ราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน ค	วามดันขณะ
เคลือบ และกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จที่เปลี่ย <mark>นแปลงตามเวลา</mark>	71
รูปที่ 4.3 การเปลี่ย <mark>นแปลงของอัต</mark> ราการสปัตเตอร์และอัตราการ <mark>ไหลของแก๊สอะเซ</mark> ทิลี	น71
รูปที่ 4.4 การเปลี่ยนแปลงของกระแสดิสชาร์จที่วัดได้จากหัวแมกนีตรอนขณะเพิ่มอัต	ราการไหลของ
แก๊ส C ₂ H ₂	73
รูปที่ 4.5 ไดอะแกรมระยะห่างของหัวแมกนีตรอนและหัววัดสเปกโตรมิเตอร์ที่ระยะต่า	างๆ74
รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มแสง และความยาวคลื่นที่กระแสไฟฟ้าเ	เตกต่างกันที่
ระยะห่างระหว่างหัวแมกนีตรอนและหัววัดสเปกโตรมิเตอร์ที่ระยะ 1 5 และ10	СМ78
รูปที่ 4.7 สเปกตรัมของพลาสมาที่ระยะ1 5 และ 10 CM ที่ตำแหน่งของการเคลือบแ	ตกต่าง 80

รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะสัญญาณการสแกนกราฟของจุดเคลือบ ก. สัญญาณการสแกนของเป้าใหม่

	ข. สัญญาณการสแกนของเป้าที่ผ่านการใช้งานแล้ว ค. ตำแหน่งที่ใช้ในการเคลือบ
รูปที่	4.9 ภาพถ่ายลักษณะของฟิล์มที่เคลือบการเลือกจุดของกราฟกระแสดิสชาร์จต่างกัน83
รูปที่	4.10 แสดงการ SIMULATED DATA ขอ <mark>ง</mark> ฟิล์มที่เงื่อนไขต่างกันที่ได้จากเทคนิค XRR
รูปที่	4.11 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล <mark>์ม</mark> ที่ผ่านการเคลือบด้วยเงื่อนไขต่างกัน
รูปที่	4.12 แสดงตำแหน่งของจุดเคลือบ แล <mark>ะลัก</mark> ษณะเป้าหลังการเคลือบแต่ละจุด
รูปที่	4.13 การเคลือบฟิล์ม TI DOPED DLC <mark>ท</mark> ี่เงื่อนไขแตกต่างกันถูกตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD88
รูปที่	4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ก) POSITION A ข) POSITION B
รูปที่	4.15 กราฟสเปกตรัมรามานของฟิล์ม <mark>ที่เคลื</mark> อบด้วยเงื่อนไขต่างกัน
รูปที่	4.16 อัตราส่วน I _D /I _G และตำแหน่งข <mark>องพีคจ</mark> ีของฟิล์มที่เคลือบด้วยเงื่อนไขต่างกัน
รูปที่	4.17 สเปกตรัมรามานของการเคลือบ <mark>ฟิล์ม</mark> TI DOPED DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน
รูปที่	4.18 ภาพ FESEM แสดงพื้นผิวของฟิ <mark>ล์ม TI-</mark> DOPED DLC ที่เงื่อนไขต่างกันที่กำลังขยาย 50 KX
รูปที่	4.19 ภาพ FESEM แสดงภาคตัดขวางของฟิล์ม TI-DOPED DLC ที่กำลังขยาย 50 KX96
รูปที่	4.20 ผลการวิเคราะห์ด้วยเ <mark>ทคนิค EDS ที่แสดงภาพถ่</mark> าย FESEM แบบภาคตัดขวาง สเปกตรัม
	EDS และข้อมูลองค์ประกอบ <mark>ของธาตุของฟิล์มที่</mark> POSITION A
รูปที่	4.21 เปอร์เซนต์องค์ประกอบของธาตุของฟิล์มTI DOPED DLC ที่เงื่อนไขแตกต่างกัน
รูปที่	4.22 แสดงสเปกตรัม XPS ช่วงการสแกนหยาบของฟิล์ม TI-DOPED DLC ที่เงื่อนไขแตกต่างกัน
รูปที่	4.23 สเปกตรัม XPS ของสถานะ C1S ในฟิล์ม TI-DOPED DLC ที่ตกสะสมเงื่อนไขต่างกัน .101
รูปที่	4.24 พื้นที่ใต้กราฟรวมของพีค C1S ที่เงื่อนไขต่างกัน104
รูปที่	4.25 สเปกตรัม XPS TI 2P ในฟิล์ม TI- DOPED DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน
รูปที่	4.26 เปอร์เซ็นต์สเปกตรัม XPS TI 2P ของฟิล์ม TI-DOPED DLC ด้วยกระแสดิสชาร์จต่างกัน
. d	

ร**ูปที่ 4.27** สเปกตรัม XPS ของสถานะ O1S ในฟิล์ม TI-DOPED DLC ที่ตกสะสมเงื่อนไขต่างกัน. 110

รูปที่ 4.28 เปอร์เซ็นต์สเปกตรัม XPS O1S ของฟิล์ม TI-DOPED DLC ด้วยกระแสดิสซาร์จต่างกัน

		1
รูปที่	4.29 สเปกตรัม XPS O1S ในฟิล์ม TI- DOPED DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน	4
รูปที่	4.30 การจำลองรูปแบบการเคลือบฟิล์ <mark>มที่</mark> ตำแหน่งต่างๆ11	5
รูปที่	4.31 ลักษณะกราฟความสัมพันธ์ระหว่ <mark>าง</mark> กระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ อัตราการไหลของแก๊ส และ	
	ความดันขณะเคลือบของเงื่อนไขการเค <mark>ลือ</mark> บแบบไม่ใช้การควบคุมการป้อนกลับ	6
รูปที่	4.32 การเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลตา <mark>มเ</mark> วลาของแก๊สอะเซทิลีนขณะเคลือบฟิล์ม TI-DLC11	6
รูปที่	4.33 การเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าด <mark>ิส</mark> ชาร์จของการเคลือบฟิล์ม TI-DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน	
		7
รูปที่	4.34 ภาพถ่ายการเคลือบฟิล์ม TI-DL <mark>C บน</mark> สแตนเลส 30411	8
รูปที่	4.35 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักขององค์ <mark>ประกอ</mark> บธาตุแต่ละชนิดของฟิล์ม TI-DOPED DLC ที่	
	ตรวจสอบด้วยเทคนิค GDOES11	9
รูปที่	4.36 กราฟเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์ธ <mark>าตุโดยน้ำ</mark> หนัก ก) ปริมาณของไทเทเนียม ข) ปริมาณของ	
	คาร์บอน12	0
รูปที่	4.37 เปรียบเทียบสัญญาณ <mark>กระแสดิสชาร์จ ก) NON-</mark> FEEDBACK CONTROL ข) FEEDBACK	
	CONTROL (POSITION D)	1
รูปที่	4.38 กราฟ NANOINDENTATIO <mark>N CURVE ของ</mark> ฟิล์ม TI-DOPED DLC ที่แตกต่างกัน 12	3
รูปที่	4.39 ค่าแข็งของฟิล์ม TI-DLC ที่ <mark>เงื่อนไขแตกต่างกัน</mark> 12	4

いない ひんあんの むしつ



สารบัญตาราง

ตารางที่ 1.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางกลและความหนาของฟิล์ม [12]
ตารางที่ 4.1 เงื่อนไขและค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่ใ <mark>ช</mark> ้ในการเก็บข้อมูล
ตารางที่ 4.2 สเปกตรัมของไทเทเนียมและอ <mark>าร์ก</mark> อนในเงื่อนไขการทดสอบวัดสเปกตรัมแสงของ
พลาสมาที่ปลดปล่อยของพลาสมาที่ระ <mark>ยะ</mark> ห่างระหว่างหัวแมกนีตรอนและแผ่นฐาน
ตารางที่ 4.3 เงื่อนไขการกำหนดจุดเคลือบข <mark>องก</mark> ระแสไฟฟ้าดิสชาร์จที่เปลี่ยนแปลงตามเวลา81
ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความหนาของฟิล์มบา <mark>งที่เงื่</mark> อนไขต่างกัน
ตารางที่ 4.5 เงื่อนไขการเคลือบ TI-DOPE <mark>D DLC</mark> ที่ตำแหน่งต่างกัน
ตารางที่ 4.6 ข้อมูลโครงสร้างผลึกของฟิล์ม <mark>ที่เงื่อน</mark> ไข POSITION A และB ที่คำนวณได้จากกราฟการ

ตารางที่ 4.7 พลังงานยึดเหนี่ยว C1S แล<mark>ะเปอร์เซ</mark>็นต์ของพลังงานพันธะของฟิล์มที่เงื่อนไขต่างกัน 100



บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของการวิจัย

ในปัจจุบันฟิล์มคาร์บอนคล้ายเพชร (Diamond-like carbon) หรือเรียกว่าฟิล์ม DLC ซึ่งมี โครงสร้างเป็นคาร์บอนอสัณฐาน (Amorphous carbon) ที่มีโครงสร้างพันธะเคมีผสมระหว่าง *sp*² (แสดงลักษณะของแกรไฟต์) และ *sp*³ (แสดงลักษณะของเพชร) ที่สัดส่วนของพันธะคาร์บอน (*sp*²/ *sp*³) แตกต่างกันทำให้ฟิล์มมีคุณสมบัติต่างๆ ที่คล้ายเพชร เช่น ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ โดยทั่วไปน้อยกว่า 0.2 ความแข็งสูงตั้งแต่ 8 - 80 GPa ต้านทานการสึกหรอและมีความเฉื่อยต่อ ปฏิกิริยาทางเคมีจึงถูกนำไปประยุกต์ใช้ในอตุสาหกรรมต่างๆ[1] ได้แก่ การปรับปรุงประสิทธิภาพเชิง ผิวของเครื่องมือและส่วนประกอบในอุตสาหกรรมยานยนต์ การเคลือบเพื่อป้องกันรอยขีดข่วนสำหรับ ฮาร์ดดิสก์และหัวบันทึก และการการคลือบเพื่อป้องกันการสึกหรอของเครื่องมือตัดและขึ้นรูป เป็นต้น [2], [3]

ฟิล์มไฮโดรจิเนทเตตอะมอร์ฟ<mark>ัสคาร์บ</mark>อน (Hydrogenate amorphous carbon film, a-C:H) เป็นหนึ่งในประเภทของฟิล์ม DLC ที่มีปริมาณ ไฮโดรเจน (20-50%) ซึ่งมีความแข็งน้อยกว่า เพชร แต่มีความลื่นสูงกว่าจึงทำใ<mark>ห้ได้รับความสนใจศึก</mark>ษาและพัฒนาจากนักวิจัยอย่างต่อเนื่อง ้เนื่องจากสามารถนำมาประยุกต์ใ<mark>ช้ในด้านการเคลือบเพื่อเพิ่</mark>มความแข็ง ลดการสึกหรอ ป้องกันรอยขีด ้ข่วน และเพิ่มอายุการใช้งานของชิ้นงาน เป็นต้น ไฮโดรจิเนทเตตอะมอร์ฟัสคาร์บอนเป็นฟิล์มที่ ้สามารถสังเคราะห์ได้จากพลาสมาที่มีส่<mark>วนผสมของแก๊</mark>สไฮโดรคาร์บอน สามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น การใช้พลาสมาเพิ่มการตกสะสมของไอเชิงเคมี (Plasma enhance chemical vapor deposition, PECVD) วิธีแมกนี้ตรอนส**ปัตเตอริง (Magnetron sputtering, MS)** การเคลือบด้วยลำไอออน (Ion beam deposition, IBD) และการอาร์คขั้วแคโทดในสูญญากาศ (Cathodic vacuum arc, CVA) ำลา [4] ซึ่งโดยทั่วไปการเคลือบฟิล์มสำหรับวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริงด้วยแหล่งจ่ายไฟดีซี (Direct current, DC) ฟิล์มที่เคลือบมีความบริสุทธิ์สูง แต่จะมีปริมาณอะตอมที่หลุดออกมาจากการถูกไอออ ในซ์ในปริมาณน้อยมากทำให้ฟิล์มที่เตรียมได้ มีคุณสมบัติที่ไม่โดดเด่นมากนัก เช่น ฟิล์มมีความ หนาแน่นน้อย มีการจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ เป็นต้น [5] ต่อมาได้มีการพัฒนาแหล่งจ่ายไฟแบบใหม่ คือ แหล่งจ่ายไฟแบบอิมพัลส์ (Impulse) ที่มีกำลังสูงหรือเรียกว่า ไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอน สปัตเตอริง (High power impulse magnetron sputtering, HiPIMS) เป็นวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอ-้ริงที่มีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนสูง โดยมีค่าอยู่ในช่วง 10¹⁸ - 10¹⁹ m⁻³ และเกิดการไอออไนซ์ (Ionization) สูงช่วยเพิ่มโอกาสในการชนกันระหว่างไอออนแก๊สเฉื่อยกับอะตอมของเป้าสารเคลือบ อีกทั้งช่วยให้ฟิล์มมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบจึงทำให้ฟิล์มมีความหนาแน่นสูง [6]

อย่างไรก็ตามการเคลือบฟิล์ม DLC ในระหว่างกระบวนการเคลือบนั้นเกิดความเค้นภายใน ฟิล์มสูง ทำให้ฟิล์มเกิดการหลุดลอก และการมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนแตกต่างกัน ระหว่างผิวของชิ้นงานและฟิล์ม DLC เป็นอีกหนึ่งสาเหตุที่ทำให้ฟิล์มแตกร้าวหรือแยกออกจาก ผิวชิ้นงาน โดยเฉพาะชิ้นงานที่เป็นโลหะ [7] จากข้อจำกัดของฟิล์ม DLC นักวิจัยจึงได้มีการคิดค้นมีวิธี การเคลือบชั้นรองพื้น (Interlayers) [8]และการเจือสาร (Doping) เพื่อเพิ่มการยึดติดและลดความ เค้นภายในฟิล์ม โดยการเจือโลหะในฟิล์ม DLC ส่วนใหญ่จะเป็นโลหะทรานซิชัน (Transition metal, TM) ได้แก่ ไทเทเนียม (Ti) ทองแดง (Cu) ไนโอเบียม (Nb) และโครเมียม (Cr) เป็นต้น [9], [10]

การเจือโลหะไทเทเนียมในฟิล์ม DLC เป็นฟิล์มคอมโพสิตที่มีคุณสมบัติของความแข็งสูง (มากกว่า 40 GPa) เหนียว และค่าสัมประส<mark>ิทธิ์แ</mark>รงเสียดทานต่ำ (ประมาณ 0.1) รวมไปถึงทนต่อการ ้กัดกร่อน และมีความเสถียรทางความร้อน <mark>จึงมีก</mark>ารนำไปใช้งานอย่างหลากหลายในการตัดและการใช้ ้งานไตรโบโลยี โดยเฉพาะการประยุกต์ใช้<mark>งานในใ</mark>บพัดคอมเพรสเซอร์ที่ถูกใช้งานภายใต้ความดันและ ้อุณหภูมิสูง ทั้งนี้ปริมาณของโลหะที่เจือใน<mark>ฟิล์ม D</mark>LC ส่งผลต่อโครงสร้างและคุณสมบัติเชิงกลของฟิล์ม Ma et al. [11], [12] พบว่าฟิล์ม Ti-DLC <mark>มีความ</mark>แข็งและความเสถียรทางความร้อนสูง (450° C) สูง กว่าฟิล์ม DLC เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงฟิล์ม Ti- DLC เกิดการก่อตัวของเฟสไทเทเนียมคาร์ไบด์ทำให้ ้ฟิล์มมีความแข็งมากขึ้นเมื่อเทีย<mark>บกับฟิล์ม DLC ที่ไม่ได้ผ่า</mark>นการเจือไทเทเนียม Kimura et al.[12] พบว่าการเจือไทเทเนียมในฟิล์ม <mark>DLC ในปริมาณที่ต่ำกว่า 8</mark> at% ทำให้ฟิล์มมีปริมาณการสร้างพันธะ ของไทเทเนียมและคาร์บอนน้อยกว่า 1.5 at% ทำให้ฟิล์มมีความแข็งอยู่ระหว่าง 10-15 GPa และ จากงานวิจัยของ Jiang et al. [13] พ<mark>บว่าการเจือไท</mark>เทเนียมในฟิล์ม DLC ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีต รอนสปัตเตอริ่ง มักเกิดปรากฏการณ์ Target poisoning บริเวณผิวเป้าของสารเคลือบ ซึ่งมีผลต่อ ้อัตราการสปัตเตอร์<mark>ของโลหะไทเทเ</mark>นียมทำให้การควบคุมปริมาณการเจือโลหะในฟิล์ม DLC มี ้ความคลาดเคลื่อนได้ง่าย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้เตรียมฟิล์ม Ti-DLC ด้วยวิธี R-HiPIMS โดยใช้ กระแสดิสชาร์จเป็นพารามิเตอร์ควบคุมการป้อนกลับในการควบคุมปริมาณไทเทเนียมที่เจือในฟิล์ม DLC ตรวจวัดสเปกตรัมและสปีชีส์ของพลาสมาที่เกิดขึ้นในกระบวนการตกสะสมด้วยเทคนิคสเปกโท รสโกปีแบบเปล่งแสง (Optical emission spectroscopy, OES) และศึกษาอิทธิพลของปริมาณของ ไทเทเนียมที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติทางกลของฟิล์ม DLC

1.2 ความมุ่งหมายของการวิจัย

1. เพื่อพัฒนาวิธีการควบคุมปริมาณสารเจือ Ti ในฟิล์ม DLC ด้วยวิธีรีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิม พัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง

 เพื่อตรวจวัดสเปกตรัมและสปีชีส์ของพลาสมาที่เกิดขึ้นในกระบวนการรีแอคทีฟแมกนี ตรอนสปัตเตอริงด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีแบบเปล่งแสง

3. เพื่อศึกษาอิทธิพลของปริมาณสาร<mark>เจื</mark>อ Ti ที่มีต่อโครงสร้างและความแข็งของฟิล์ม DLC

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. เตรียมฟิล์ม Ti-DLC ด้วยวิธี R-<mark>Hi</mark>PIMS โดยใช้กระแสดิสซาร์จควบคุมการป้อนกลับ (Feedback control)

2. ศึกษาองค์ประกอบของพลาสมาตามระยะทางระหว่างเป้าไทเทเนียมและชิ้นงานด้วย เทคนิคสเปกโทรสโกปีแบบเปล่งแสง

3. ศึกษาลักษณะโครงสร้าง สัณฐ<mark>านวิท</mark>ยา และองค์ประกอบของฟิล์ม Ti-DLC ด้วยเทคนิค XRD XRR SEM EDS XPS Raman และ <mark>GD-OES</mark> ตามลำดับ

4. ตรวจวัดความแข็งด้วยเทคนิค Nanoindentation

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1. สามารถพัฒนาวิธีเจือโ<mark>ลหะในฟิล์ม DLC</mark>
- 2. ได้ข้อมูลเชิงปริมาณที่เกี่ยวข้องกับสมบัติของพลาสมาที่เกิดระหว่างกระบวนการเคลือบ ฟิล์ม DLC
- 3. ได้องค์ความรู้ด้านวัสดุศาสตร์ที่เกี่ยวข้องกับการกำหนดโครงสร้างและสมบัติของฟิล์มด้วย การปรับแต่งปริมาณสารเจือ
- ได้ความสัมพันธ์ระหว่างวิธีการเจือปริมาณโลหะที่ส่งผลต่อสมบัติของฟิล์ม

1.5 สถานที่ทำการวิจัย

ณ หน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา (ห้อง SC1-211) ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ตำบลขามเรียง อำเภอกันทรวิชัย จังหวัดมหาสารคาม

1.6 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

ตารางที่ 1.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

รายการ	สมบัติของฟิล์ม
เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	สมบัติเชิงโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน
	ของรังสีเอกซ์ และการสะท้อนของรังสีเอกซ์
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวัด	ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์ม
การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์	องค์ประกอบเคมีหรือธาตุของฟิล์ม DLC
เอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี	ชนิดและจำนวนธาตุองค์ประกอบ โครงสร้าง
	ทางเคมี ชนิดพันธะทางเคมี และสถานะ
	ออกซิเดชันของอะตอม
เครื่องรามานสเปกโตรสโคป	โครงสร้างของฟิล์ม DLC
เครื่องโกลวดิสชาร์จออพทิคอลอิมิสชันสเป <mark>กโทรมิ</mark> เตอร์	สเปกตรัมองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม DLC
เครื่อง Nanoindentation	ความแข็งของ DLC



บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและปริทัศน์เอกสารข้อมูล

2.1 ฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร (Diamond<mark>-l</mark>ike carbon, DLC)

ฟิล์ม DLC ได้รับความสนใจจากนักวิจัยหลายคนเนื่องจากเพชรซึ่งเป็นคาร์บอนกึ่งเสถียรที่มี ความหนาแน่นสูง (Metastable) และมีคุณสมบัติที่เป็นเอกลักษณ์ เช่น ค่ายังโมดูลัสสูง ค่าความแข็ง มาก และมีการนำความร้อนได้ดี เป็นต้น แต่ต้นทุนในการผลิตเพชรสูงจึงมีการนำมาประยุกต์ใช้งาน น้อย ขณะที่ฟิล์ม DLC มีต้นทุนในการผลิตต่ำกว่าเพชร ดังนั้นจึงนิยมใช้การเคลือบเป็นชั้นป้องกัน โดยที่ฟิล์ม DLC ให้คุณสมบัติเชิงกลที่ดี มีความเป็นอสัณฐาน (Amorphous) มีความเรียบสูงและ ความเข้ากันได้ทางชีวภาพ [4] จึงถูกนำไปประยุกต์ใช้งานที่หลากหลาย เช่น การป้องกันการกัดกร่อน ของแผ่นบันทึกข้อมูลทางแม่เหล็ก การป้องกันรอยขีดข่วนของเลนส์แว่นตา รวมถึงการเพิ่ม ประสิทธิภาพเชิงผิวของเครื่องมือและส่วนประกอบในอุตสาหกรรมยานยนต์ เป็นต้น

2.1.1 โครงสร้างของฟิล์มคาร์บอ<mark>นเสมือน</mark>เพชร

ปัจจุบันฟิล์ม DLC สามารถจำแนกได้ได้ตามลักษณะโครงสร้างได้ 4 ชนิด ได้แก่ ฟิล์มอะมอร์ ฟัสคาร์บอน (Amorphous carbon, a-C) ฟิล์มไฮโดรจิเนทเตตอะมอร์ฟัสคาร์บอน (Hydrogenated amorphous carbon, a-C:H) ฟิล์มเตตระฮีดรอลอะมอร์ฟัสคาร์บอน (Tetrahedral amorphous carbon, ta-C) และฟิล์มไฮโดรจิเนทเตตระฮีดรอลอะมอร์ฟัสคาร์บอน (Hydrogenated tetrahedral amorphous carbon, ta-C:H) ดังรูปที่ 2.1 ซึ่งจากการจำแนกตามลักษณะโครงสร้าง ของฟิล์มแสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

 พิล์ม a-C เป็นฟิล์มที่มีโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนในกลุ่มที่ไม่มีไฮโดรเจนเป็น องค์ประกอบ ซึ่งประกอบไปด้วย sp³ (C-C) มีค่าอยู่ในช่วง 0-50% ปริมาณไฮโดรเจนน้อยกว่า 5% และความแข็งอยู่ที่ 10-40 GPa

 2. ฟิล์ม a-C:H เป็นฟิล์มที่มีโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนในกลุ่มที่มีไฮโดรเจนเป็น องค์ประกอบ ประกอบไปด้วย sp³ (C-C) มีค่า 0-50% ปริมาณไฮโดรเจนน้อยกว่า 5-60% และความ แข็งน้อยกว่า 30 GPa

 3. ฟิล์ม ta-C เป็นฟิล์มที่มีโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนในกลุ่มที่ไม่มีไฮโดรเจนเป็น องค์ประกอบ ประกอบไปด้วย sp³ (C-C) มีค่า 50-85% ปริมาณไฮโดรเจนน้อยกว่า 5 % และความ แข็งอยู่ที่ 40-70 GPa 4. ฟิล์ม ta-C:H เป็นฟิล์มที่มีโครงสร้างอสัณฐานของคาร์บอนในกลุ่มที่มีไฮโดรเจนเป็น องค์ประกอบ ประกอบไปด้วย sp³ (C-C) มีค่า 50-70% ปริมาณไฮโดรเจนมีค่า 20-30% และความ แข็งน้อยกว่าอยู่ในช่วง 40-60 GPa [14]

ซึ่งโครงสร้างคาร์บอนอสัณฐานที่มีพันธะ *sp*³ บ่งบอกถึงความแข็งของฟิล์มที่มีลักษณะคล้าย เพชร และนอกจากนี้การเติมไฮโดรเจนเข้าไปในฟิล์ม DLC เป็นเติมไฮโดรเจนเพื่อใช้ประโยชน์จาก สมบัติของฟิล์ม DLC ที่ต้องมีค่าสัมประสิทธิ์<mark>แรงเ</mark>สียดทานต่ำและความต้านทานการสึกหรอสูง



2.1.2 ประเภทของการเคลือบฟิล์ม DLC

การเคลือบฟิล์ม DLC แบ่งตามองค์ประกอบของโครงสร้างฟิล์ม ซึ่งลักษณะการแบ่งแสดงดัง รูปที่ 2.2 การเคลือบฟิล์ม DLC แบ่งเป็นการเจือและไม่เจือ โดยการเคลือบฟิล์ม DLC ที่มีการเจือจะ พบปริมาณไฮโดรเจนอยู่ในช่วง 10-50% จะถูกระบุให้เป็นสารเคลือบที่เติมไฮโดรเจน ได้แก่ ta-C:H และ a-C:H ซึ่งการเติมปริมาณไฮโดรเจนเข้าไปในฟิล์ม DLC ขึ้นอยู่กับการตกสะสมของสารตั้งต้นที่ใช้ เคลือบ เช่น อะซิทิลีน (C₂H₂) มีเทน (CH₄) โพรเพน (C₃H₈) และเบนซิน (C₆H₆) เป็นต้น ในส่วนของ การไม่เจือพิจารณาจากการเติมปริมาณไฮโดรเจนภายในโครงสร้างของฟิล์ม DLC ซึ่งถ้าฟิล์ม DLC มี ปริมาณของไฮโดรเจนเพียงเล็กน้อยหรือไม่มีปริมาณของไฮโดรเจนจะถูกระบุว่าเป็นสารเคลือบฟิล์ม DLC ที่ไม่เติมไฮโดรเจน ได้แก่ ta-C และ a-C [15] การปรับปรุงฟิล์ม DLC ที่มีการเจือตามมาตรฐาน VDI 2840 เขียนแทนด้วยสัญลักษณ์ a-C:H:X โดยที่ X คือ องค์ประกอบที่ไม่ใช่โลหะ เช่น โบรอน (B) ไนโตรเจน (N) ฟอสฟอรัส (P) และ ฟูลออรีน (F) สำหรับสัญลักษณ์ a-C:H:Me เป็นการเจือองค์ประกอบที่เป็นโลหะ โดยที่ Me คือ โลหะเช่น ทองแดง (Cu) นิกเกิล (Ni) ไทเทเนียม (Ti) และโครเมียม (Cr) เป็นต้น การเจือด้วย องค์ประกอบธาตุเหล่านี้ช่วยให้ฟิล์ม DLC มี<mark>ค</mark>วามเสถียรทางความร้อนดียิ่งขึ้น รวมถึงช่วยลดความ เค้นภายในฟิล์ม เพิ่มการยึดติดกับแผ่นฐาน แ<mark>ละ</mark>ปรับปรุงการนำไฟฟ้าของฟิล์ม [16]



รูปที่ 2.2 ก<mark>ารจำแนกประเภทของการ</mark>เคลือบฟิล์ม DLC [1]

แม้ว่าการเคลือบฟิล์ม DLC สามารถเตรียมบนพื้นผิวได้หลากหลาย แต่มีมักพบปัญหาด้าน การยึดติดระหว่างขิ้นงานที่เป็นโลหะกับฟิล์ม DLC เนื่องจากการสร้างพันธะระหว่างคาร์บอนและ เหล็ก (C-Fe) เกิดขึ้นได้ยากที่อุณหภูมิห้อง [17] จึงเกิดปัญหาฟิล์มหลุดลอกและแตกหักได้ง่าย ระหว่างฟิล์ม DLC และผิวของโลหะ รวมถึงปัญหาการกัดกร่อนที่เกิดจากกระบวนการทางเคมีและ ทางกายภาพ เช่น การเสียดสีกันเป็นเวลานาน เป็นต้น ดังนั้นเพื่อป้องกันปัญหาดังกล่าวส่วนใหญ่จะ ใช้วิธีการเจือโลหะหรือใช้โลหะเป็นชั้นรองพื้นก่อนการเคลือบฟิล์ม DLC รวมถึงการปรับพารามิเตอร์ ต่าง ๆ เช่น ปรับความดันขณะเคลือบ ปรับอัตราการไหลของแก๊ส และการปรับกำลังแรงดันไบอัส เป็นต้น [12]

2.2 เทคนิคแมกนีตรอนสปัตเตอริง

เทคนิคสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นวิธีการหนึ่งที่นิยมนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในการ เตรียมฟิล์ม DLC ทั้งแบบเติมไฮโดรเจนและปราศจากไฮโดรเจนด้วยการตกสะสมของฟิล์มที่อุณหภูมิ ต่ำ และขยายขนาดสู่ระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย โดยลักษณะฟิล์มเป็นเนื้อเดียวกันบนแผ่นฐานที่มีพื้นที่ ขนาดใหญ่สามารถเติบโตได้ด้วยอัตราการสะสมที่สูง โดยปกติการสปัตเตอร์แมกนีตรอน จะใช้ อาร์กอน (Ar) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ เนื่องจากมีคุณสมบัติเป็นแก๊สเฉื่อยที่ไม่ทำปฏิกิริยากับอะตอมของ เป้าสารเคลือบ และเป็นธาตุที่มีน้ำหนักอะตอมค่อนข้างมาก การสปัตเตอร์จะใช้หลักการส่งผ่าน โมเมนตัมโดยเป้าสารเคลือบ (Target) จะถูกระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานจลน์ทำให้อะตอมที่ผิว ของของแข็งจะหลุดออกมา ซึ่งอะตอมที่หลุดออกมาจะก่อตัวบนพื้นผิวของวัสดุ (Substrate) เกิดเป็น ฟิล์มบางขึ้น และนอกจากนี้ระบบสปัตเตอริงที่มีเม็ดแม่เหล็กเพิ่มเข้าไปในบริเวณขั้วแคโทดจะช่วยให้ อิเล็กตรอนมีการเคลื่อนที่แบบไซคลอยด์ทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ในสนามแม่เหล็กไฟฟ้าได้ นานขึ้นและมีเส้นทางการเคลื่อนที่มาก จึงเกิดการดิสชาร์จและได้ไอออนบวกเพิ่มขึ้นอีกทั้งเป็นการ เพิ่มโอกาสในการชนกันระหว่างอะตอมของแก๊สเฉื่อยกับอะตอมของเป้าสารเคลือปได้ [18]



รูปที่ 2.3 หลักการของสปัตเตอริง [8]

การเคลือบฟิล์ม DLC มีความสนใจอย่างต่อเนื่องในการปรับปรุงประสิทธิภาพการเคลือบและ พัฒนาวิธีการตกสะสมทางกายภาพใหม่ สำหรับการสปัตเตอร์ด้วยแมกนีตรอนเป็นวิธีการตกสะสมที่ ใช้กันอย่างแพร่หลายในทางอุตสาหกรรมต่าง ๆ เนื่องจากมีความคุ้มค่า ความสามารถในการปรับ ขนาด และความเรียบง่ายของแนวคิด เป็นต้น อย่างไรก็ตามการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีแมกนีตรอน- สปัตเตอริงจะถูกนำไปใช้การใช้งานที่หลากหลาย แต่สำหรับการเคลือบฟิล์ม DLC นั้นมีความแตกต่าง กัน เช่น การใช้ดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง พบว่าความหนาแน่นของพลาสมาต่ำ ไม่เอื้อต่อการสร้าง ฟลักซ์ไอออนของวัสดุสปัตเตอร์ ขณะเดียวกันอัตราส่วนไอออนของคาร์บอนต่อความเป็นกลางใน กระแสตรงสปัตเตอร์ค่อนข้างต่ำ (ต่ำกว่า 5%) ส่งผลให้มีความหนาแน่นของฟิล์มต่ำอยู่ในช่วง 1.8–2.3 g·cm⁻³ อีกทั้งยังส่งผลต่อความแข็งของฟิล์มน้อยกว่า 20 GPa [19]

2.2.1 รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงเป็นวิธีทางกายภาพที่ได้รับการยอมรับในการเคลือบฟิล์ม บางสารประกอบบนพื้นผิวที่แตกต่างกัน ได้แก่ ฉนวน กระจกหน้าต่าง ชิ้นส่วนรถยนต์ที่ทนต่อการสึก หรอ และหน้าจอสัมผัสที่มีการตอบสนองสูง [20] ซึ่งสารประกอบคือการสร้างพันธะระหว่าง องค์ประกอบทางเคมีตั้งแต่สององค์ประกอบขึ้นไป กล่าวคือการสร้างพันธะขององค์ประกอบที่เป็น โลหะและองค์ประกอบอโลหะ โดยองค์ประกอบที่เป็นอโลหะจะถูกนำเข้าสู่กระบวนการโดยตรงในรูป ของก๊าซปฏิกิริยาโมเลกุล เช่น ออกซิเจน (O₂) ในโตรเจน (N₂) อากาศ (Air) และมีเทน (CH₄) ขณะที่ องค์ประกอบที่เป็นโลหะ ได้แก่ อะลูมิเนียม (AI) ไทเทเนียม (Ti) และซิลิกอน (Si) เป็นต้น

วิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงสามารถสร้างฟิล์มสารประกอบได้จากเป้าสารตั้งต้นที่เป็น โลหะร่วมกับแก๊สรีแอคทีฟที่อยู่กลุ่มของไฮโครคาร์บอน หรือในโตรเจน โดยเป้าสารเคลือบจะถูกระดม ชนด้วยไอออนของแก๊สรีแอคทีฟแ<mark>ละแก๊สอาร์กอนทำให้</mark>ไอออนของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ขณะเดียวกันไอออนของแก๊สรีแอคทีฟสร้างพันธะร่วมกันไอออนของโลหะเป็นสารประกอบใหม่ตก สะสมลงบนแผ่นฐานแสดงดังรูปที่ 2.4 ปัจจุบันวิธีรีแอคทีฟเป็นนิยมใช้ในการค้นหาหรือพัฒนา คุณสมบัติของวัสดุใหม่ๆ สำหรับการสะสมของสารประกอบและฟิล์มบางของโลหะผสมหลายชนิด เช่น ออกไซด์ ไนไตรด์ คาร์ไบด์ ฟลูออไรด์ หรืออาร์เซไนด์ เป็นต้น และนอกจากนี้การปรับปรุง คุณสมบัติของฟิล์มที่ใช้ดีซีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (Direct current reactive magnetron sputtering) พบว่ามีข้อดีหลายประการ เช่น สามารถผลิตฟิล์มสารประกอบทำให้ฟิล์มมีความบริสุทธิ์ ได้ง่าย สามารถลดความซับซ้อนและประหยัดค่าใช้จ่ายในระบบ RF ได้ เนื่องจากเป้าเป็นโลหะที่นำ ไฟฟ้าได้ จึงใช้พลังงานของไฟฟ้ากระแสตรงได้ และสามารถเตรียมฟิล์มที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 องศา เซลเซียส [21]



รูปที่ 2.4 การแสดงแผนผังข<mark>องระบบ</mark>รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง [21]

หลักการของกระบวนการรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่มีการจ่ายแก๊ส แก๊สไวต่อปฏิกิริยาเข้าสู่ระบบหรือเข้าสู่กระบวนการสปัตเตอริงเพื่อให้เกิดสารประกอบชนิดต่าง ๆ ของฟิล์มตกสะสมลงบนชิ้นงาน โดยทั่วไปแก๊สไวต่อปฏิกิริยามักมีความดันต่ำส่งผลให้เกิดปฏิกิริยากับ เป้าสารเคลือบในสภาวะปกติได้ยาก อย่างไรก็ตามอนุภาคที่อยู่ในพลาสมา เช่น ไอออน อิเล็กตรอน อะตอม และโฟตอน เป็นต้น ซึ่งอนุภาคเหล่านี้มีบทบาทในการกระตุ้นหรือไอออไนซ์แก๊สไวปฏิกิริยา ให้สามารถทำปฏิกิริยากับเป้าโลหะได้สูงกว่าปกติ แก๊สไวปฏิกิริยากับอะตอมเป้าของสารเคลือบ สามารถเกิดปฏิกิริยารวมกันเป็นสารประกอบได้ 3 ลักษณะได้แก่ แก๊สรีแอคทีฟทำปฏิกิริยากับเป้า ของสารเคลือบในลักษณะที่รวมกันเป็นสารประกอบที่บริเวณของผิวเป้า แล้วจากนั้นถูกสปัตเตอร์ให้ หลุดออกจากมาเคลือบบนชิ้นงาน แก๊สรีแอคทีฟเกิดการรวมตัวกับอะตอมของเป้าสารเคลือบระหว่าง ทางในการวิ่งไปสู่ผิวของขึ้นงาน แต่กระบวนการนี้มีโอกาสเกิดขึ้นได้น้อยมาก และแก๊สรีแอคทีฟมา รวมตัวกับอะตอมของเป้าสารเคลือบที่พื้นผิวของขึ้นงาน

2.2.2 ไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง

แมกนีตรอนสปัตเตอริงเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมและถูกนำไปใช้สำหรับการเคลือบฟิล์ม DLC ในระดับอุตสาหกรรม โดยอาศัยอนุภาคของแก๊สเฉื่อยประจุบวกที่มีพลังงานสูงวิ่งชนเป้าสารเคลือบ และมีการถ่ายเทพลังงานระหว่างการชนจนทำให้อะตอมของเป้าหลุดออกจากผิวเป้าแล้ว ไปเคลือบยัง ้ วัสดุรองรับหรือแผ่นฐานเกิดเป็นฟิล์มคาร์บอ<mark>น</mark>คล้ายเพชรขึ้น ซึ่งการพัฒนาคุณภาพของฟิล์มคาร์บอน ้คล้ายเพชรที่เตรียมจากเทคนิคแมกนีตรอนส**ปัต**เตอริงนั้นจำเป็นอย่างยิ่งในการปรับค่าพารามิเตอร์ให้ ้เหมาะสมระหว่างการเคลือบฟิล์ม DLC เช่น <mark>คว</mark>ามดันแก๊ส กำลังไฟฟ้า ระยะทางระหว่างแผ่นฐานกับ ้เป้า และการให้ความร้อนกับแผ่นฐาน เป็นต<mark>้น แ</mark>ละปัจจัยสำคัญที่ทำให้ฟิล์ม DLC ที่เตรียมได้มีสมบัติ ้ที่ดีนั้นต้องอาศัยอะตอมสปัตเตอร์ที่ถูกไออ<mark>อไน</mark>ซ์ช่วยระหว่างการเคลือบฟิล์ม DLC ต้องเป็นอะตอม สปัตเตอร์ที่มีพลังงานมากจึงจะทำให้ฟิล์ม DLC จัดเรียงโครงสร้างอย่างเหมาะสมส่งผลให้ฟิล์มมีความ ้หนาแน่นมากขึ้น และฟิล์มมีการยึดติดพื้น<mark>ผิวแผ่น</mark>ฐานได้ดี อย่างไรก็ตามวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริงยัง ี้มีข้อจำกัดในเรื่องของความหนาแน่นของ<mark>ฟิล์มต่ำ</mark> [19] และมีความเค้นสูงมาก (15 GPa) นอกจากนี้ ้อีกหนึ่งเหตุผลที่ทำให้มีการพัฒนาวิธีก<mark>ารเคลือ</mark>บใหม่คือการตกสะสมของฟิล์ม DLC ที่มีปริมาณ อะตอมสปัตเตอร์ที่ถูกไอออไนซ์ในปริมาณ<mark>น้อยมาก</mark>จะทำให้ฟิล์มที่เตรียมได้มีคุณภาพไม่ดี ดังนั้นจึงได้ ้มีการพัฒนาวิธีใหม่ขึ้นโดยใช้เทคโนโล<mark>ยีแหล่งจ่ายกำลั</mark>งไฟแบบพัลส์ ซึ่งเรียกว่า "ไฮเพาเวอร์อิมพัลส์ แมกนีตรอนสปัตเตอริง หรือ ไฮ<mark>พีมส์ (High power impu</mark>lse magnetron sputtering, HiPIMS)" เป็นแหล่งจ่ายกำลังไฟให้กับเป้าแบบพัลส์เป็นช่วงเวลาสั้น ๆ ทำให้สามารถสร้างอะตอมสปัตเตอร์ที่ถูก ้ไอออไนซ์ในปริมาณที่มาก เช่น กรณ<mark>ีของเป้าไทเท</mark>เนียม (Ti) ที่ใช้แหล่งจ่ายไฮพิมส์จะให้จำนวน ้อะตอมสปัตเตอร์ที่ถูกไอออไนซ์มากกว่<mark>า 90% ของ</mark>อะตอมสปัตเตอร์ทั้งหมด ดังนั้นการพัฒนาสร้าง แหล่งจ่ายกำลังไฟให้มีการ<mark>จ่ายให้กับเป้าในลักษณะที่เป็นพัลส์ระ</mark>หว่างการเคลือบฟิล์มจึงมีความ จำเป็นในก<mark>ารประยุกต์ใช้เท</mark>คโนโลยีแหล่งจ่ายกำลังไฟแบบพัล<mark>ส์มากขึ้น อีกทั้ง</mark>ยังเป็นการสร้างองค์ ความรู้ใหม่ทางด้านเทคโนโลยีการเคลือบ DLC

2.2.3 รีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง

ไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (HiPIMS) เป็นเทคโนโลยีการเคลือบที่รวม แมกนีตรอนสปัตเตอริงเข้ากับแนวคิดของพลังงานแบบพัลซิ่ง โดยการใช้พลังงานในพัลส์ของแอมพลิ จูดสูงและรอบการทำงานที่ค่อนข้างต่ำ สัดส่วนของอะตอมที่สปัตเตอร์ขนาดใหญ่และแก๊สบริเวณใกล้ เป้าจะถูกชนจนแตกตัวเป็นไอออน ซึ่งแตกต่างจากแมกนีตรอนสปัตเตอร์ทั่วไป โดยที่ HiPIMS มี ลักษณะเฉพาะของการสปัตเตอร์ด้วยตัวเองหรือการรีไซเคิลแก๊สซ้ำสูง แต่สำหรับวัสดุหรือชนิดของ

สเเว

เป้าให้สปัตเตอร์อะตอมค่อนข้างต่ำ กล่าวคือแรงยึดเหนี่ยวของสารประกอบมีค่ามากกว่าความ แข็งแรงของพันธะโลหะ จึงทำให้เป้าลดบทบาทการสปัตเตอร์ด้วยตนเองและเพิ่มบทบาทของการ รีไซเคิลแก๊สแทน โดยส่วนใหญ่ความหนาแน่นพลาสมาที่ด้านหน้าของเป้ามีหน้าที่อยู่สองประการคือ ทำหน้าที่ปลดปล่อยและให้พลาสมาช่วยในการก่อตัวของฟิล์ม ส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มมี ความน่าสนใจในทางเทคโนโลยีจำนวนมาก เช่น ฟิล์มผสมที่ประกอบด้วยโลหะตั้งแต่หนึ่งชนิดขึ้นไป รวมถึงแก๊สไวปฏิกิริยาส่วนใหญ่มักจะเป็นออกซิเจนหรือไนโตรเจน เมื่อมีการเติมแก๊สไวปฏิกิริยาจะทำ ให้พบชั้นสารประกอบก่อตัวบนพื้นผิวของเป้า ซึ่งทำให้จำนวนของสปัตเตอร์และจำนวนของการ ปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิหลุดออกมาจากผิวเป้าได้น้อย ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความดันบางส่วนของแก๊ส ไวปฏิกิริยา และฟลักซ์ไอออนที่เคลื่อนไปยังเป้า โดยจะสามารถควบคุมด้วยพารามิเตอร์แบบพัลส์ได้

เมื่อเปรียบเทียบการจ่ายแก๊สไวต่อปฏิกิริยาร่วมกับแก๊สสปัตเตอร์ระหว่างแหล่งจ่ายดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริงและไฮพิมส์ พบว่าอัตราการสะสมของไฮพิมส์นั้นต่ำกว่าดีซีอย่างเห็นได้ชัด ขณะที่เป้าอยู่ในโหมดที่สารประกอบเกิดขึ้นบริเวณผิวเป้าอัตราการสะสมของไฮพิมส์มากกว่าของดีซี ซึ่งจากเหตุการณ์ดังกล่าวทำให้มีการพัฒนาการใช้แก๊สไวต่อปฏิกิริยาและแก๊สอาร์กอนร่วมกับไฮพิมส์ เนื่องจากสามารถสังเกตกำหนดองค์ประกอบทางเคมีและการเกิดสารประกอบของพื้นผิวเป้า เปลี่ยนแปลงน้อยกว่าพฤติกรรมของดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง [5] ดังนั้นจึงเป็นโอกาสทางเทคโนโลยี ที่สำคัญในการพัฒนาวิธีการดังกล่าวที่เรียกว่า รีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (Reactive high power impulse magnetron sputtering, R-HiPIMS)

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเจือโล<mark>หะไทเทเนียมใ</mark>นฟิล์ม DLC ด้วย R-HiPIMS

จากงานวิจัยต่าง ๆ ที่ผ่านมาได้มีวิจัยหลายกลุ่มได้พยายามศึกษาและเคลือบฟิล์ม DLC ที่เจือ ด้วยโลหะโดยวิธีการเคลือบต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นวิธี PECVD วิธี RF Magnetron sputtering และวิธี CVA เป็นต้น การเจือโลหะเข้าไปในฟิล์ม DLC ช่วยแก้ไขปัญหาของการเคลือบฟิล์ม DLC บนชิ้นงานที่ เครื่องมือตัดหรือชิ้นงานที่เป็นโลหะคือ ฟิล์มมีความเค้นภายในสูง แรงยึดเกาะต่ำทำให้ฟิล์มลอกออก จากชิ้นงาน ซึ่งสามารถแก้ไขปัญหาเหล่านี้เพื่อเพิ่มความหนาและการยึดติดระหว่างฟิล์ม DLC และ ชิ้นงานได้จากการเคลือบชั้นประสาน (Interlayer) และการเจือโลหะ แต่งานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษา การเจือโลหะไทเทเนียมในฟิล์ม DLC โดยใช้แก๊ส C₂H₂ และ Ar เป็นแก๊สตั้งต้น และใช้เป้าไทเทเนียม เป็นสารตั้งต้นของโลหะ สำหรับการเจือโลหะไทเทเนียมในฟิล์ม DLC มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้ ในปี ค.ศ. 2012 Guojia M และคณะ [11] ได้ทำการเคลือบฟิล์ม DLC ที่เจือโลหะไทเทเนียม ลงบน Ti6Al4V ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงร่วมกับการฝังไอออน โดยเปรียบเทียบการ เจือและไม่เจือไทเทเนียมในฟิล์ม DLC ที่เวลาแตกต่างกัน 10 และ 50 min เพื่อศึกษาอิทธิพลของการ เจือไทเทเนียมที่มีผลต่อโครงสร้างและคุณสมบัติเชิงกล คุณสมบัติไฮโดรโฟบิกและความเสถียรทาง ความร้อนของฟิล์ม DLC ที่เจือด้วยไทเทเนียม ซึ่งคุณสมบัติด้านความเสถียรทางความร้อนของฟิล์ม ถูกตรวจสอบด้วย wear test ที่อุณหภูมิต่างๆ ดังรูปที่ 2.5 จากผลการศึกษา พบว่าร่องรอยการสึก หรอของฟิล์ม DLC ที่เจือและไม่เจือไทเทเนียมถูกทดสอบการสึกหรอที่อุณหภูมิ 300 ° C มีอัตราการ สึกหรออยู่ที่ 23 μm³ และ 40 μm³ ในขณะที่ทดสอบฟิล์ม DLC เจือไทเทเนียมที่อุณหภูมิ 450 ° C ฟิล์มมีอัตราการสึกหรออยู่ที่ 27 μm³ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเจือโลหะไทเทเนียมในฟิล์ม DLC มีการก่อตัว เฟสแข็งของ TIC ซึ่งเกิดขึ้นจากการให้ความร้อนจึงทำให้เฟสของ TIC เพิ่มขึ้นและลดการเกิด โครงสร้างแกรไฟต์ของ *sp³* ภายในฟิล์ม ดังนั้นจึงช่วยปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์ม DLC และถูกนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสากรรมเครื่อหัมใต้และงานด้านไตรโบโลยีที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 2.5 พื้นผิวของการสึกหรอของชิ้นงานภายใต้อุณหภูมิต่าง ๆ ก) ฟิล์ม DLC เจือด้วยไทเทเนียม ถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 26 ° C ข) ฟิล์ม DLC ที่ไม่ผ่านการเจือถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 300 ° C ค) ฟิล์ม DLC ที่เจือด้วยไทเทเนียมถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 300 ° C และ ง) ฟิล์ม DLC ที่เจือด้วยไทเทเนียมถูก ทดสอบที่อุณหภูมิ 450 ° C

ในปี ค.ศ. 2016 Takashi K และคณะ [12] ได้เตรียมฟิล์ม DLC ที่เจือด้วยโลหะไทเทเนียมที่ มีการนำไฟฟ้าถูกเตรียมโดยการสะสมไอเคมีที่เสริมด้วยพลาสมาโดยใช้พลาสมา Ar/C₂H₂ แบบพัลซิ่ง ความหนาแน่นสูง โดยวิธี HiPIMS ที่แรงดันลบที่มีขนาด 1.5 kV เป็นเวลา 10 µs ก่อนการใช้แรงดัน บวกที่มีขนาดต่ำกว่า 1 kV และความกว้างของพัลส์ 10–15 µs เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกลและทาง ไฟฟ้าของฟิล์มที่เตรียมบนกระจกแก้ว (ตัวอย่าง A-F) ด้วยวิธีวัดความแข็งและวิธีวัดโพรบสี่จุด โดย โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มถูกตรวจสอบโดยเทคนิครามันสเปกโทรสโกปีและเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโต อิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (XPS)



รูปที่ 2.6 แสดงสเปกตรัม XPS โดยรวมที่วัดได้สำหรับตัวอย่าง A [12]

จากรูปที่ 2.6 แสดงสเปกตรัม XPS โดยรวมที่วัดได้สำหรับตัวอย่าง A จะเห็นได้ว่าฟิล์มที่ เตรียมไว้ส่วนใหญ่ประกอบด้วยธาตุคาร์บอน ไทเทเนียม และออกซิเจน จากการวิเคราะห์ องค์ประกอบ ปริมาณอะตอมสัมพัทธ์ขององค์ประกอบคาร์บอนบนพื้นผิวจะสูงกว่า 80% ในขณะที่ องค์ประกอบไทเทเนียมมีช่วงระหว่าง 3% ถึง 10% และองค์ประกอบออกซิเจนเกิดจากการสัมผัส อากาศและปริมาณออกซิเจนคาดว่าจะต่ำกว่า 10% ในสเปกตรัม XPS รูปที่ 2.7 ก) และ ข) พบ สเปกตรัม XPS ของ C1s และ Ti 2p ของฟิล์มที่เตรียมไว้ โดยสเปกตรัม XPS ของ C1s พบค่า พลังงานยึดเหนี่ยวขององค์ประกอบทั้งหมด 4 พันธะ ได้แก่ 284.2, 285.4, 286.7 และ 282 eV โดย องค์ประกอบหลักที่ประมาณ 284.2 eV ถูกระบุว่าเป็นพันธะ *sp²* (แกรไฟต์) ในขณะที่ส่วนประกอบ อื่นที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 285.4 eV ถูกระบุว่าเป็นพันธะ *sp*³ (เพชร) องค์ประกอบที่สามที่พลังงาน ยึดเหนี่ยว 286.7 eV ถูกกำหนดให้กับพันธะคาร์บอนกับออกซิเจน และส่วนประกอบที่ 282 eV ถูก กำหนดให้กับพันธะคาร์บอนกับไทเทเนียม ตามลำดับ ดังที่แสดงในรูปที่ 2.7 ก)



จากรูปที่ 2.7 ก) อะตอมของคาร์บอนส่วนใหญ่อยู่ในรูปของคาร์บอนอสัณฐาน ในขณะที่ ส่วนประกอบไทเทเนียมกับคาร์บอนใน XPS ของ C1s สามารถสังเกตได้จากตัวอย่าง A–C เนื่องจาก องค์ประกอบหลักคือพันธะ *sp*² C–C และองค์ประกอบที่สองคือพันธะ *sp*³ C–C ยกเว้นในตัวอย่าง A

ฟิล์ม DLC ที่เจือด้วยไทเทเนียมจึงควรมีคุณสมบัติของฟิล์ม DLC ที่มีความแข็งปานกลาง ในทาง กลับกัน ในรูปที่ 2.7 ข) พลังงานยึดเหนี่ยวของสเปกตรัม Ti 2p ที่เกี่ยวข้องกับพันธะไทเทเนียม-คาร์บอนสามารถพบที่ตำแหน่ง 454.3 eV (Ti 2p^{3/2}) และ 460.3 eV (Ti 2p^{1/2}) ถึงแม้ว่าพลังงานยึด เหนี่ยวของพันธะไทเทเนียมและคาร์บอน อาจทับซ้อนกันในพันธะไทเทเนียมและออกซิเจน ซึ่ง สัดส่วนของพันธะยึดเหนี่ยวของไทเทเนียมและ ในสเปกตรัม XPS ของ Ti2



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างก<mark>ารนำไฟฟ้า สัดส่ว</mark>นของ I_™ และ I_{™C} โดยรวมสเปกตรัม XPS

จากรูปที่ 2.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการนำไฟฟ้า สัดส่วนของ I_T และ I_{TC} ในสเปกตรัม XPS โดยรวม ซึ่งค่าการนำไฟฟ้าขึ้นอยู่กับ I_{TC} มากกว่า I_{TI} ตัวอย่างเช่น ค่าการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง B และ F คือ 455 และ 38.2 S/cm. เศษส่วนของ I_{TI} คือ 7.8% ในตัวอย่าง B และ 7.3% ในตัวอย่าง C ในขณะที่ I_{TIC} คือ 1.4% ในกลุ่มตัวอย่าง B และ 0.6% ในกลุ่มตัวอย่าง F ตามลำดับ ค่าการนำไฟฟ้า ของตัวอย่าง B สูงกว่าตัวอย่าง F อย่างไรก็ตามอะตอมของไทเทเนียมสามารถสร้างพันธะกับ ออกซิเจนจากการสัมผัสกับอากาศจึงทำให้การสร้างพันธะขอคาร์บอนและไทเทเนียมลดลง เนื่องจาก การสร้างพันธะระหว่างไทเทเนียมและออกซิเจนส่งผลต่อการนำไฟฟ้าที่ไม่ดีของฟิล์ม ขณะเดียวกัน การสร้างพันธะไทเทเนียมและคาร์บอน สามารถนำเพิ่มค่าาการนำไฟฟ้าได้ ดังนั้น ความแตกต่าง เล็กน้อยในเชิงปริมาณของพันธะไทเทเนียมและคาร์บอน อาจทำให้เกิดความแตกต่างอย่างมากในการ นำไฟฟ้า ข้อเท็จจริงนี้สามารถอธิบายได้จากการเปรียบเทียบระหว่างตัวอย่าง C D และ F ตลอดจน การเปรียบเทียบตัวอย่าง B และ F ความแตกต่างในส่วนของพันธะไทเทเนียมและคาร์บอนอาจทำให้ ค่าการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง F ต่ำกว่าตัวอย่าง C และ D สัดส่วนไทเทเนียมของตัวอย่าง F มีมากที่สุด ในกลุ่มตัวอย่าง C D และ F ในขณะที่ Ti–C ของตัวอย่าง F มีน้อยที่สุด ซึ่งสามารถแสดงผลของการ ทดสอบสมบัติทางกลและการนำไฟฟ้าอย่างชั<mark>ดเ</mark>จนดังตารางที่ 2.1

Sample	Conductivity	Hard <mark>ne</mark> ss	Elastic Modulus	Film thickness
	(S/cm)	(Gp <mark>a)</mark>	(Gpa)	(µm)
А	609	15. <mark>1</mark>	145	0.37
В	455	13.7	136	0.35
С	346	1 <mark>2.7</mark>	127	0.42
D	70.9	1 <mark>3.3</mark>	130	0.45
E	4.1	1 <mark>0.5</mark>	113	0.47
F	38.2	11.1	108	0.37

a	29 4	1 21	29		916 51 57
m 1 5 1 991 7 1		<u>1911 219</u>	19100900	າດລມລະພາງ	89 1 0 0 0 99/ 291 1 1 21
WI 13 INVI Z.I	161616161 UVI / IN 6 /	VI VI 61a	มบทาท	NI 1616661ē/°I 8 1617	
	9				

นอกจากนี้การให้ความร้อนของแผ่นฐานในกระบวนการเตรียมการเป็นสิ่งสำคัญสำหรับการ เตรียมฟิล์ม DLC ที่นำไฟฟ้า เนื่องจากการให้ความร้อนที่เหมาะสมสามารถเพิ่มโครงสร้างกราไฟท์ใน ฟิล์มได้ เนื่องจากการเปลี่ยนโครงสร้างเพชรเป็นกราไฟท์ในกระบวนการให้ความร้อนดังกล่าว การตก ผลึกของฟิล์มเป็นเรื่องยากมาก และฟิล์มที่เตรียมไว้จะมีลักษณะเป็นอสัณฐาน ดังนั้น ค่าการนำไฟฟ้า ที่เพิ่มขึ้นของฟิล์มไม่ได้ขึ้นอยู่กับปริมาณของไทเทเนียมฟิล์มเท่านั้น แต่ยังขึ้นอยู่กับปริมาณของพันธะ ที่เป็นสื่อกระแสไฟฟ้าและพันธะที่เสถียร เช่น พันธะTi-C

ในปี ค.ศ. 2017 Pavel S และคณะ [22] ได้เตรียมฟิล์มสารเคลือบนาโนคอมโพสิตที่ ประกอบด้วยผลึกไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เจืออยู่ฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานถูกสะสมโดยใช้วิธี DCMS และ HiPIMS ซึ่งใช้เป้าไทเทเนียม และแก๊สอาร์กอนผสมกับแก๊สอะเซทิลีนเป็นสารตั้งต้น เพื่อศึกษาความ แตกต่างเชิงโครงสร้างและผลของสารเคลือบที่สะสมต่อคุณสมบัติทางกลสำหรับการสะสม DCMS และ HiPIMS ในการสังเคราะห์สารเคลือบ nc-TiC/a-C:H ผลของการวิเคราะห์ด้วย EDX พบว่า กระบวนการเคลือบด้วยวิธี DCMS และ HiPIMS ที่ปริมาณคาร์บอนต่ำกว่า 55 at% จะมีปริมาณ คาร์บอนเพิ่มขึ้น ซึ่งแปรผันตรงกับปริมาณของอะเซทิลีนและอัตราการสะสมที่เกือบจะคงที่ อย่างไรก็ ตามวิธี DCMS ต้องมีอัตราการไหลของอะเซทิลีนสูง 2-3 เท่า เพื่อให้ได้การเคลือบมีปริมาณคาร์บอน
ในฟิล์มเท่ากันกับวิธี HiPIMS แต่ HiPIMS มีอัตราการสะสม 20 nm/min ขณะที่ DCMS มีอัตราการ สะสมอยู่ที่ 40 nm/min สังเกตได้ว่าอัตราการตกสะสมของ HiPIMS ต่ำลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อ ปริมาณคารบอนเท่ากันกับวิธี DCMS เนื่องจากฟลักซ์ไทเทเนียมต่ำกว่า HiPIMS จึงทำให้มีปริมาณ คาร์บอนที่สูงกว่า 55 at% ของ DCMS มีอัตราการตกสะสมลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อปริมาณคาร์บอน เพิ่มขึ้น แสดงดังรูปที่ 2.9



สอดคล้องกัน [22]

นอกจากนี้การสปัตเตอร์ของ DCMS ไม่สามารถเตรียมฟิล์มที่มีปริมาณคาร์บอนสูงกว่า 72 at% ได้ เนื่องจากบริเวณเป้าถูกสปัตเตอร์ถูกคลุมด้วยคาร์บอนเกือบทั้งหมดและเกิดการอาร์คขึ้น ระหว่างการสะสม ดังรูปที่ 2.10 ก) แสดงเป้าหลังเคลือบที่ถูกปกคลุมด้วยขั้นคาร์บอนสีดำเกือบ ทั้งหมด จากรูปที่ 2.10 ข) แสดงเป้าหลังจากการเคลือบฟิล์มของ HiPIMS ที่มีปริมาณคาร์บอนสะสม ของฟิล์ม 94 at% ซึ่งเป้ามีปริมาณการปนเปื้อนคาร์บอนต่ำกว่า DCMS เนื่องจากแรงดึงดูดกลับที่ แข็งแกร่งของอะตอมโลหะที่สปัตเตอร์และแตกตัวเป็นไอออนไปยังเป้าภายใต้ HiPIMS ทำให้พื้นผิว ของเป้าเป็นโลหะมากขึ้นและสะอาดกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ DCMS ที่มีจำนวนไอออนของไทเทเนียม ต่ำ นำไปสู่แรงดันดิสชาร์จเพิ่มทำให้การสะสมในการเคลือบฟิล์มประมาณ 80 at% ใน HiPIMS ขณะที่ DCMS มีแรงดันดิสชาร์จในการตกสะสมประมาณ 50 at% แสดงดังรูปที่ 2.11 ก่อนเริ่มมีการ เพิ่มของแรงดันไฟฟ้าจะเห็นว่า แรงดันการดิสชาร์จของ HiPIMS ลดลง เมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้น จาก 55 at% เป็น 80 at% แสดงให้เห็นการก๊อตัวของไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC) บนเป้าเกิดเมื่อการ เคลือบมีปริมาณคาร์บอนสูงขึ้น ซึ่งการใช้ HiPIMS ทำให้สามารถควบคุมการสะสมของการเคลือบที่มี ปริมาณคาร์บอนสูงขึ้น



ร**ูปที่ 2.10** ก) แสดงเป้าหลังเคลือบที่ถูกปกคลุมด้วยชั้นคาร์บอนสีดำเกือบทั้งหมดของแหล่งจ่าย DC 72 at.% C และ ข) แสดงเป้าหลังจากการเคลือบฟิล์มของแหล่งจ่าย HiPIMS 94 at% C [22]



ร**ูปที่ 2.11** แสดงความสัมพันธ์ของแรงดันดิสชาร์จสำหรับการสะสมของ HiPIMS และ DCMS กั<mark>บปริมาณ</mark>ของคาร์บอน [22]

จากรูปที่ 2.12 แสดงพื้นผิวการตกสะสมของฟิล์มที่ปริมาณคาร์บอนที่ใกล้เคียงกันด้วยวิธี DCMS (ด้านซ้าย) และ HiPIMS (ด้านขวา) ที่กำลังขยาย 50 kX พบว่า การเคลือบฟิล์มด้วยวิธี DCMS และวิธี HiPIMS มีปริมาณคาร์บอนอยู่ 38 at% และ 40 at% พื้นผิวของฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี DCMS มีลักษณะเป็นเกล็ดเล็กๆ ในขณะที่ฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี HiPIMS พื้นผิวมีความเรียบ และหนาแน่น มากขึ้น เมื่อปริมาณคาร์บอน 53 at% จะพบการเกาะกลุ่มของคลัสเตอร์ขนาดใหญ่ระดับ 100 nm โดยฟิล์มที่ตกสะสมด้วยวิธี DCMS วิธี HiPIMS มีโครงสร้างของคลัสเตอร์ขนาดใหญ่ระดับ 100 nm โดยฟิล์มที่ตกสะสมด้วยวิธี DCMS วิธี HiPIMS มีโครงสร้างของคลัสเตอร์ขนาดเล็กกว่าและมีการ จัดเรียงตัวในระดับสิบทm ซึ่งบ่งชี้ถึงการก่อตัวของฟิล์มมีความหนาแน่นกว่า เมื่อพิจารณาปริมาณ คาร์บอนประมาณ 65-68 at% ของวิธี DCMS จะพบพื้นผิวของฟิล์มเป็นเกล็ดระดับ 100 nm แต่วิธี HiPIMS มีการก่อตัวของฟิล์มที่พื้นผิวขนาดเล็กและละเอียดเรียงตัวกันอย่างเห็นได้ชัด ดังนั้นจึงทำให้ ขนาดและรูปร่างของพื้นผิวที่ตกสะสมด้วยวิธี HiPIMS มีความเข้ากันได้ดีกับผิวของโลหะทังสเตนคาร์ ไบด์มากกว่าวิธี DCMS



ร**ูปที่ 2.12** ภาพถ่าย SEM พื้นผิวของฟิ<mark>ล์มที่มีองค์ประ</mark>กอบที่คล้ายกันสำหรับ DCMS (ด้านซ้าย)และ HiPI<mark>M</mark>S (ด้านขวา) [22]

การเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของ XRD สำหรับการเคลือบที่มีปริมาณคาร์บอน ใกล้เคียงกันด้วยวิธี DCMS และ HiPIMS แสดงดังรูปที่ 2.13 ก) และ ข) ตามลำดับ การเลี้ยวเบนของ TiC จะมีถูกกำกับด้วยดัชนีมิลเลอร์ ตำแหน่งอ้างอิงของการเลี้ยวเบน TiC ตามฐานข้อมูล PDF หมายเลข 00-032-1383 จะเห็นว่าที่มุมและค่าดัชนีมิลเลอร์ของวิธี DCMS และ HiPIMS มีค่าเท่ากัน แต่ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนลดลงเมื่อปริมาณคาร์บอนสูงขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้จากรูปที่ 2.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนสามารถระบุขนาดของผลึกที่ได้จากการคำนวณตามสมการของ Scherrer ซึ่งการสะสมของวิธี DCMS และ HiPIMS บนชิ้นงานมีแนวโน้มคล้ายกันที่ปริมาณคาร์บอน

≤ 55 at% พบขนาดเกรนของ TiC มีค่า 10-20 nm ขณะที่ปริมาณคาร์บอน ≤ 55 at% ขนาดผลึก มีค่าลดลงเมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.13 การเปรียบเทียบข้อมูล XRD สำหรับสารเคลือบที่มีปริมาณคาร์บอนใกล้เคียงกันที่ เคลือบ โดย a) DC และ b) HiPIMS ตำแหน่งอ้างอิงของการเลี้ยวเบน TiC ตามฐานข้อมูล PDF 00-032-1383 [23]



ผลการศึกษาองค์ประกอบพันธะทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค XPS แสดงดังรูปที่ 2.15 การ เคลือบฟิล์มด้วยวิธี DCMS ที่มีคาร์บอน 65 at% แสดงพีคของ C1s ประกอบด้วยพันธะ C-C C-Ti และ C-Ti* โดยพันธะ C-C มีพลังงานพันธะที่ 285 eV พลังงานพันธะของ C-Ti ประมาณ 282 eV และ พลังงานพันธะ C-Ti* ประมาณ 283 eV เมื่อเปรียบเทียบ XPS ของวิธี DCMS และ HiPIMS จะ สามารถอธิบายได้จาก รูปที่ 2.16 แสดงให้เห็นว่าทั้งวิธี DCMS และ HiPIMS มีความสัมพันธ์กับ ปริมาณของคาร์บอน กล่าวคือเมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้นความเข้มของพันธะ C-C สูงขึ้น ซึ่ง ความสัมพันธ์ที่เกิดขึ้นนี้บ่งบอกถึงการก่อตัวของฟิล์ม a-C:H



ส่วนประกอบของพันธะ C-C C-Ti และ C-Ti*



รูปที่ 2.16 การเปรียบเทียบพีคของ C1s ของ XPS จากการเตรียมฟิล์มด้วย ก) DC และ ข) HiPIMS

ล์ไ

ความแข็งและโมดูลัสยืดหยุ่นของฟิล์มแสดงดังรูปที่ 2.17 ก) และ ข) ตามลำดับ แนวโน้มของ ความแข็งของฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธี DCMS และ HiPIMS มีต่าใกล้เคียงกัน โดยจากกราฟแสดงให้เห็น ว่าความแข็งแปรผันตรงกับปริมาณของคาร์บอน โดยเมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้น ความแข็งก็เพิ่มขึ้น จนกระทั่งที่ปริมาณคาร์บอน 55 at% ฟิล์มมีความแข็งสูงที่สุด 33 ± 4 GPa สำหรับ DCMS และ วิธี HiPIMS มีค่าความแข็ง 45 ± 4 Gpa หากปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้นมากกว่า 55 at% ความแข็งมีค่า ลดลงอย่างเห็นได้ชัด แม้ว่าการเคลือบจะมีความคล้ายกัน ความแข็งของฟิล์มที่ได้จากการสะสมด้วย วิธี HiPIMS ให้ความแข็งสูงกว่าเมื่อเทียบกับ DCMS นอกจากนี้ค่าโมดูลัสยืดหยุ่นยังมีแนวโน้มที่ คล้ายคลึงกันนั่นคือเมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้นค่าโมดูลัสยืดหยุ่นก็เพิ่มขึ้นสูงสุดถึง 425 Gpa และมี ค่าลดลงเมื่อปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้นจากค่าดังกล่าว



รูปที่ 2.17 ก) ความแข็งและ ข) โมดูลัสยืดหยุ่นของสารเคลือบ HiPIMS และ DCM

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวิธีการควบคุมการเจือระหว่างโลหะและฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร

การเจือโลหะไทเทนียมในฟิล์ม DLC ในปริมาณที่ต่างกันสามารถเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและ สมบัติด้านต่าง ๆ ของฟิล์มได้จึงมีนักวิจัยหลายกลุ่มได้พยายามศึกษาและพัฒนาวิธีการควบคุม ปริมาณการเจือโลหะในฟิล์ม DLC เช่น การปรับอัตราส่วนของแก๊ส การปรับค่ากระแสไฟฟ้า และการ ควบคุมการป้อนกลับโดยใช้สเปกตรัมทางแสงในการควบคุมการเจือ เป็นต้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลง พารามิเตอร์ดังกล่าวส่งผลต่อโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของฟิล์ม งานวิจัยนี้จึงมีความสนที่จะศึกษา การควบคุมการเจือโลหะในฟิล์ม DLC ด้วยวิธีการควบคุมการป้อนกลับ (Feedback control) โดยใช้ กระแสดิสซาร์จเป็นพารามิเตอร์ที่ใช้กำหนดปริมาณของโลหะที่เจือในฟิล์ม DLC สำหรับวิธีการเจือ โลหะไทเทเนียมในฟิล์ม DLC มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

ใน ค.ศ. 2013 Li Q และคณะ [23<mark>] ได้</mark>เตรียมฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานที่เติมไฮโดรเจนที่ถูกเจือ ้ด้วยไทเทเนียมที่มีความเข้มข้นต่ำ (Ti-C: <mark>H) ตก</mark>สะสมบนแผ่นซิลิกอน โดยใช้เป้าคู่ของแมกนีตรอน ้สปัตเตอริงและใช้แก๊ส Ar/CH₄ ในการคว<mark>บคุมค</mark>วามเข้มข้นของ Ti ให้เป็นไปตามอัตราส่วนการไหล ของแก๊สของ Ar/CH₄ ให้อยู่ในช่วงประมา<mark>ณ 0.2-</mark> 0.4 at% เพื่อศึกษาอิทธิพลของปริมาณ Ti ที่ระดับ ้ต่ำต่อคุณสมบัติเชิงกลและไตโบโลยีของฟิ<mark>ล์ม ผลจ</mark>ากการวัดโฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรมิเตอร์แสดงดัง รูปที่ 2.18 ก) จะเห็นสเปกตรัม Ti 2p ทั้งหมดสองพืคที่พลังงานยึดเหนี่ยวประมาณ 458.8 eV และ ประมาณ 464.2 eV โดยความเข้มข้นของ Ti เพิ่มขึ้นจาก 0 เป็น 0.21 at% ตามอัตราส่วนการไหล ของก๊าซของ Ar/CH4 จาก 0/200 เป็น 40/200 จนกระทั่งความเข้มข้นของ Ti ถึง 0.42 at% โดยที่ อัตราส่วนการไหลของก๊าซของ Ar/CH₄ เพิ่มขึ้นเป็น 80/200 แต่ในความเป็นจริงพีค Ti 2p ไม่เหมาะ ้ที่จะแยกความแตกต่างของพันธะเคมีระหว่าง Ti และ TiC เนื่องจากพลังงานการยึดเหนี่ยวของ TiC (455 eV) และ TiO (455.1 eV) ใกล้เคียงกันมาก อย่างไรก็ตามอาจใช้การตีความจากสเปกตรัม XPS ของ C1s เพื่<mark>อยืนยันการไม่มีเฟส T</mark>iC เพิ่มเติมได้ รูปที่ 2.1<mark>8 ข) แสดงสเปกตรัม</mark> XPS C1s ของฟิล์มที่ มีความเข้มข้น Ti ต่างกันซึ่งจากรูปจะสังเกตไม่เห็นความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญของรูปทรงพีค ขณะที่พลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s จะเปลี่ยนไปเป็นค่าที่ต่ำกว่าเมื่อความเข้มข้นของ Ti เพิ่มขึ้นจาก 0 เป็น 0.42 at% ซึ่งหมายถึงปริมาณอะตอมของคาร์บอนผสม *sp*² ที่เพิ่มขึ้น สเปกตรัมสามารถแยก ออกเป็นสามพืคแบบเกาส์เซียนด้วยพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 281.7 eV สำหรับพันธะ Ti-C ค่าพลังงาน 284.6 eV สำหรับพันธะคาร์บอนไฮบริด sp^2 และ 285.2 eV สำหรับพันธะคาร์บอนไฮบริด sp^3 ตามลำดับ หากมีปริมาณของ TiC ในฟิล์ม DLC น้อยจะไม่พบความเข้มของสเปกตรัม XPS ของ C1s ที่พลังงานยึดเหนี่ยว 281.7 eV ซึ่งสามารถอนุมานได้ว่าไม่พบการสร้างพันธะของคาร์บอนและ

ไทเทเนียมเกิดขึ้น โดยทั่วไปคาร์บอนไฮบริด sp^3 จะควบคุมคุณสมบัติทางกลของฟิล์ม DLC ซึ่ง สัดส่วนของ sp^3 กับ sp^2 เป็นปัจจัยสำคัญสำหรับฟิล์ม DLC อัตราส่วน sp^3/sp^2 ของฟิล์ม DLC คำนวณโดยใช้อัตราส่วนของพื้นที่พีค sp^3 ต่อพื้นที่พีค sp^2 จะได้ดังรูปที่ 2.19 อัตราส่วน sp^3/sp^2 แทบไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนเมื่อเพิ่มความเข้มข้น Ti ซึ่งค่าอัตราส่วน sp^3/sp^2 ที่ 0.41 คือฟิล์ม DLC ที่ปราศจากความเข้มข้นของไทเทเนียม ค่าอัตราส่วน sp^3/sp^2 ที่ 0.37 คือฟิล์ม Ti-DLC1 และ ค่าอัตราส่วน sp^3/sp^2 ที่ 0.33 คือ ฟิล์ม Ti-DLC4 (0.42 at%) ซึ่งแสดงให้เห็นโดยตรงว่าปริมาณ sp^3 มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อความเข้มข้น Ti เพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.18 แสดงสเปกตรัม XPS ของ Ti 2p ของฟิล์ม Ti-DLC ที่มีความเข้มข้น Ti ต่ำต่างกัน



รูปที่ 2.19 อัตราส<mark>่วน sp³/</mark>sp² เป็นฟังก์ชันของความเข้มข้น Ti

จากรูปที่ 2.20 แสดงค่าความเค้นภายใน ความแข็ง และโมดูลัสยึดหยุ่นของฟิล์ม Ti-DLC ตามฟังก์ชันของความเข้มข้น Ti จะเห็นได้ว่าความเค้นภายในของฟิล์ม DLC ที่ไม่มี Ti นั้นสูงถึง 0.9 GPa ขณะที่ความเข้มข้น Ti อยู่ที่ 0.21 at% ความเค้นภายในจึงลดลงอย่างมากจาก 0.9 GPa เป็น 0.3 GPa เมื่อความเข้มข้นของ Ti เพิ่มขึ้นอีก ความเค้นภายในจะคงค่าคงที่ 0.31 ± 0.01 GPa ขึ้นอยู่ กับสามปัจจัยหลักคือ (1) การลดลงของความเค้นภายในที่สามารถกำหนดให้สัดส่วน *sp²-*C เพิ่มขึ้น เนื่องจากการเจืออะตอมของ Ti เข้าไป (2) การเพิ่มขึ้นของการระดมยิงของไอออน Ti ช่วยลดความ เค้นภายในที่ระดับความเข้มข้นไทเทเนียมต่ำ (3) อะตอมของโลหะที่เพิ่มเข้าไปก่อให้เกิดการเบี่ยงเบน ของมมระหว่างพันธะและส่งผลต่อการลดลงของความเค้นภายในโครงสร้างของฟิล์ม DLC

อย่างไรก็ตาม ความแข็งของฟิล์มจะคงไว้ที่ค่าคงที่ (10 ± 1 GPa) หลังจากผสม Ti ที่มีความ เข้มข้นต่ำต่างกัน ซึ่งอาจมาจากอัตราส่วน *sp³/sp²* ที่ค่อนข้างคงที่ (0.37 ± 0.04) ในฟิล์ม ความแข็ง สามารถคงที่ในระดับสูง (10 GPa) แม้ว่าความเค้นภายในจะแสดงการลดลงอย่างมีนัยสำคัญตราบ เท่าที่ Ti อยู่ที่ระดับปริมาณต่ำ ในขณะเดียวกันที่ความเข้มข้นต่ำทำให้โครงสร้างจุลภาค และ คุณสมบัติของฟิล์มแทบจะไม่เปลี่ยนแปลงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น Ti ที่เจือกับค่าความแข็ง แสดงได้ดังรูปที่ 2.20 ข)



รูปที่ 2.20 ก) ความเค้นภายใน ข) ความแข็ง โมดูลัสยืดหยุ่นของฟิล์ม Ti-DLC ตามความเข้มข้น Ti



รูปที่ 2.21 ก) ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของฟิล์มตามฟังก์ชันระยะเลื่อน ข) อัตราการสึกหรอของ ฟิล์มที่มีความเข้มข้น Ti ต่างกัน

จากรูปที่ 2.21 ก) แสดงเส้นโค้งค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของฟิล์มตามฟังก์ชันระยะเลื่อน และอัตราการสึกหรอของฟิล์มที่มีความเข้มข้น Ti ต่างกัน จากตารางจะสังเกตได้ว่าฟิล์ม DLC ที่ถูก เจือด้วยไทเทเนียมที่มีความเข้มข้นต่ำทั้งหมดมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์ม DLC บริสุทธิ์ นอกจากนี้ยังสามารถสังเกตเส้นโค้งค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานที่ผันผวนอย่างรุนแรง สำหรับฟิล์ม DLC บริสุทธิ์ และฟิล์มจะเสียหายหลังจากระยะเลื่อน 50 min ด้วยค่าสัมประสิทธิ์การ เสียดสีที่สูงขึ้น (0.1) ในขณะที่ฟิล์ม Ti- DLC ที่มีความเข้มข้นต่ำมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานคงที่ที่ ประมาณ 0.04 โดยไม่เกิดความเสียหายของฟิล์มหลังจากผ่านไป 120 min ซึ่งบ่งชี้ว่าการเจือ Ti ที่มี ความเข้มข้นต่ำสามารถลดค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของฟิล์ม DLC ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ในขณะที่อัตราการสึกหรอของฟิล์ม DLC บริสุทธิ์มีค่าค่อนข้างสูงที่ 6.2 × 10⁻⁶ mm³ /Nm เมื่อ ความเข้มข้น Ti เท่ากับ 0.21 at% อัตราการสึกหรอจะลดลงเหลือ 2.4 × 10⁻⁸ mm³/Nm ซึ่งต่ำกว่า ฟิล์ม DLC บริสุทธิ์เกือบ 3 เท่า แต่เมื่อความเข้มข้นของ Ti เพิ่มขึ้น อัตราการสึกหรอแทบไม่มีการ เปลี่ยนแปลงที่ชัดเจน รูปที่ 2.21 ข) ซึ่งแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าการใช้ Ti ที่มีความเข้มข้นต่ำจะ สามารถลดค่าสัมประสิทธิ์การเสียดสีและอัตราการสึกหรอของฟิล์ม DLC แต่จะไม่พบความแตกต่างที่ เห็นได้ชัดที่ความเข้มข้น Ti ที่ต่างกัน เนื่องจากความแตกต่างในช่วงแคบของความเข้มข้น Ti

ใน ค.ศ. 2017 Xiurong J และคณะ [24] เตรียมนาโนคอมโพสิตด้วยของไทเทเนียมคาร์ไบด์ ในฟิล์ม DLC บนแผ่นซิลิกอนและทังสเตนคาไบด์ ด้วยวิธี HiPIMS เพื่อศึกษากระบวนการควบคุมการ ป้อนกลับของความเข้มไอออนไทเทเนียมส่งผลต่อโครงสร้างของฟิล์มและสมบัติเชิงกล โดยใช้สปกตรัม OES (Optical emission spectroscopy) ในการตรวจวัดความเข้มของสเปกตรัมไทเทเนียมที่ความ ยาวคลื่น 365 nm เป็นพารามิเตอร์ที่ใช้ตั้งค่าสำหรับการควบคุมการป้อนกลับเพื่อควบคุมอัตราการ ไหลของแก๊สอะเซทิลีน ซึ่งตั้งค่า OES ได้ตั้งแต่ 100%-0% จากผลการตรวจวัดโครงสร้างผลึกด้วย เทคนิค XRD แสดงดังรูปที่ 2.22 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของพีคไทเทเนียมและไทเทเนียมคาร์ไบด์ ที่ OES% ตั้งแต่ 40-100% ขณะที่ OES% น้อยกว่า 40% ไม่ปรากฏพีคของการลี้ยวเบนใดเลย และ จากการนำฟิล์มไปตรวจวัดปริมาณของไทเทเนียม คาร์บอน และออกซิเจน พบปริมาณของไทเทเนียม เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่ม OES% ขณะเดียวกันปริมาณของคาร์บอนมีแนวลดลง และมีปริมาณของออกซิเจนอยู่ ในช่วง 0-10 at% ดังรูปที่ 2.23 จากปริมาณของไทเทเนียมและคาร์บอนดังกล่าวสามารถอนุมานได้ ว่าการมีปริมาณของไทเทเนียมมากกว่า 50 at% การก่อตัวของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมและ ไทเทเนียมคาร์ไบด์มีความเข้มของการเลี้ยวเบนของพีคมากขึ้น



แตกต่างกัน



รูปที่ 2.24 ค่าความแข็งและค่ายังมอดูลัส<mark>ของการ</mark>เจือนาโนคอมโพสิตไทเทเนียมคาร์ไบด์ในฟิล์ม DLC ที่ OES% แตกต่างกัน

จากการตรววัดค่าความ<mark>แข็งด้วยเทคนิค Nanoin</mark>dentation ผลจากการศึกษาจะพิจารณา เฉพาะ OES ช่วง 7%-40% เนื่องจากการก่อตัวของนาโนคอมโพสิต TiC ในฟิล์ม DLC ที่ต่ำหรือมี ขนาดของผลึก TiC น้อยกว่าโครงสร้างของฟิล์ม DLC พบว่าค่าความแข็งและโมดูลัสยืดหยุ่นมีค่าสูงสุด อยู่ที่เงื่อนไขการกำหนด OES ที่ 40% คือ 26 GPa และ 275 GPa ตามลำดับ ซึ่งเกิดจากจำนวนการ ก่อตัวของผลึก TiC ที่มีขนาดใหญ่ และสังเกตได้ว่าต่าความแข็งมีแนวโน้มลดลงจาก 26 GPa เป็น 15 GPa ตาม OES ที่กำหนดลดลงจาก 40% เป็น 7% ซึ่งเกิดจากการปริมาณของไทเทเนียมที่เจือในฟิล์ม DLC มาก โดยไทเทเนียมลดพันธะ *sp*³ และเพิ่ม *sp*² ภายในฟิล์ม DLC จึงทำให้ทั้งโครงสร้างและ สมบัติเชิงกลของฟิล์ม DLC เปลี่ยนแปลง

ในปี ค.ศ. 2020 Yefei Z และคณะ [25] ได้เตรียมฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร (DLC) ที่มี ปริมาณเจือ Ti ต่างกันตั้งแต่ปริมาณเล็กระดับจุลภาคไปจนถึงขนาดใหญ่ระดับมหภาคบนแผ่นฐาน เหล็กสแตนเลส 304 โดยใช้ลำไอออนช่วยเพิ่มประสิทธิภาพแมกนีตรอนสปัตเตอร์ที่ไม่สมดุล โดย ปริมาณการเจือ Ti ถูกควบคุมด้วยกระแสที่จ่ายให้กับเป้า Ti ที่ต่างกัน เพื่อศึกษาการยึดเกาะของฟิล์ม บนพื้นผิวสแตนเลสรวมไปถึงโครงสร้างจุลภาคพฤติกรรมทางกลและไตรโบโลยีของฟิล์ม DLC และ Ti-DLC ซึ่งจากผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของฟิล์ม DLC และ Ti-DLC ที่มี ปริมาณสารเจือ Ti ต่างกัน ดังแสดงใน ในรูปที่ 2.25 พบว่าฟิล์ม DLC ส่วนใหญ่มีรูปแบบของ โครงสร้างคาร์บอนอสัณฐานทั่วไปที่สังเกตได้จาก SAED ดังแสดงในรูปที่ 2.25 ก) เมื่อเจือ Ti ใน ปริมาณเล็กน้อย ขอบแลตทิชยังไม่สามารถสังเกตได้เนื่องจากมีการสร้างนาโนคริสตัลไลน์ของ ไททาเนียมคาร์ไบด์จำนวนเล็กน้อย ซึ่งสามารถเห็นได้จากวงแหวน SAED ของรูปที่ 2.25 ข) คือ TiC (111) และ TiC (200) ซึ่งสอดคล้องกับระยะห่างระหว่างระนาบเท่ากับ 0.24 nm และ 0.21 nm สามารถระบุได้ว่าปริมาณของ Ti ที่ 1.82 wt% ส่วนใหญ่มีอยู่ในรูปของผลีกระดับนาโน TiC ส่วนใน รูปที่ 2.25 ค) พบว่าผลีกระดับนาโน TiC มีขนาดใหญ่ขึ้นและล้อมรอบด้วยโครงสร้างคาร์บอน อสัณฐานซึ่งเป็นลักษณะที่เกิดขึ้นปริมาณสารเจือ Ti สูงถึง 18.29 wt% ในขณะเดียวกัน จะเห็นได้ว่า วงแหวน SAED แสดงถึงการเลี้ยวเบนจากระนาบ TiC (111) อย่างไรก็ตามวงแหวนการเลี้ยวเบนของ อิเล็กตรอนในบริเวณที่เลือกนี้ไม่ปรากฏการมีอยู่ของ TiC (200) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในบริเวณนี้มี TiC ในปริมาณไม่มากนัก



รูปที่ 2.25 ผล TEM ของฟิล์ม DLC และ Ti-DLC ที่มีปริมาณ Ti ที่เจือต่างกัน ก) DLC บริสุทธิ์ ข) Ti-DLC ที่มี 1.82 wt% Ti ค) Ti-DLC ที่มี 18.29 wt%

การทดสอบการยึดเกาะของฟิล์ม DLC และ Ti-DLC ที่มีปริมาณของ Ti ต่างกันจะแสดง รูปที่ 2.26 จากรูปจะเห็นว่าเมื่อปริมาณ Ti ที่เจือเพิ่มขึ้นจนถึง 18.29 wt% การยึดเกาะของฟิล์ม เริ่มแรกจะเพิ่มขึ้นแล้วจึงลดลง โดยมีค่าเป็น 22.4 N 35.8 N 33.2 N 31.1 N และ 27.4 N ตามลำดับ ซึ่งพฤติกรรมการยึดเกาะโดยรวมของฟิล์ม Ti-DLC นั้นสูงกว่าของฟิล์ม DLC บริสุทธิ์ สังเกตได้จาก สมบัติเชิงกลของฟิล์มที่เกิดจากวิธี Physical Vapor Deposition (PVD) ทำให้การยึดเกาะของฟิล์ม Ti-DLC ที่ดีขึ้น ซึ่งวิธีการดังกล่าวเป็นวิธีเจือโลหะเข้าไปในฟิล์ม DLC ช่วยลดความเครียดภายในฟิล์ม DLC ซึ่งการเจือ Ti ในฟิล์ม DLC ที่ปริมาณ 1.82 wt% มีการยดเกาะของฟิล์มกับแผ่นฐานมากที่สุด ในขณะที่การยึดเกาะจะค่อยๆ ลดลงเมื่อปริมาณสารเจือของ Ti เพิ่มขึ้นเป็น 18.29 wt% การมี ปริมาณของการเจือโลหะมากส่งผลต่อการยึดติดของฟิล์มดังนั้นจึงต้องกำหนดปริมาณการเจือโลหะใน ฟิล์ม DLC ให้เหมาะสมกับการการนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมด้านต่าง ๆ



รูปที่ 2.26 ผลของพฤติกรรมการยึดเกาะของฟิล์ม DLC และ Ti-DLC ที่มีปริมาณ Ti ที่มีสารเจือปน ต่างกัน ก) 0 wt% ข) 1.82 wt% ค) 7.96 wt% ง) 14.97 wt% และ จ) 18.29 wt%

จากวิธีการควบคุมการที่กล่าวมาข้างต้นล้วนเป็นวิธีที่ผู้วิจัยและผู้ทดลองต้องการปรับปรุง คุณสมบัติของฟิล์มให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น ซึ่งจะเห็นได้ว่าจากวิธีการควบคุมอัตราส่วนของแก๊ส เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อโครงสร้างและสมบัติด้านต่าง ๆ ของฟิล์ม รวมไปถึงการกำหนดค่ากระแส ในการควบคุมการเจือสารประกอบโลหะล้วนเป็นปัจจัยสำคัญในการควบคุมปริมาณสารเจือใน ระหว่างการเคลือบฟิล์ม นอกจากนี้ยังเป็นการแก้ปัญหาปรากฏการณ์สารประกอบปกคลุมบริเวณผิว เป้า (Target poisoning) ซึ่งเป็นสาเหตุของการเจือโลหะของวิธีรีแอคทีพแมกนีตรอนสปัตเตอริง ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะควบคุมปริมาณสารเจือโดยใช้การควบคุมการป้อนกลับของกระแส ดิสชาร์จของวิธีรีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยจะใช้ค่ากระแสดิสชาร์จที่เรา กำหนดผ่านโปรแกรมการป้อนกลับ (Feedback control) เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส อะเซทิลีน ขณะการกำหนดจุดเคลือบจะการสแกนกราฟทุกครั้งเนื่องจากอายุการใช้งานของผิวเป้ามี ค่าต่างกัน และกำหนดจุดเคลือบที่เหมาะสมด้วยการสแกนค่าอัตราไหลของแก๊ส C₂H₂ และวิเคราะห์ การเปลี่ยนแปลงของค่าศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าที่วัดได้จากเครื่องออสซิลโลสโคป ซึ่งถูกกำหนด หรือควบคุมปริมาณเจือไทเทเนียมในฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชรผ่านโปรแกรมคอมพิวเตอร์เพื่อง่ายต่อ การเคลือบและความแม่นยำในการเตรียมฟิล์**มให้**มีคุณสมบัติตามที่ต้องการ



บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในการวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือไทเทเนียมที่เคลือบ ด้วยวิธีรีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งได้แบ่งหัวข้อออกเป็น 2 หัวข้อคือ ระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริงและขั้นตอนการเคลือบฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือ ไทเทเนียม ซึ่งมีวิธีการดำเนินงานวิจัยดังนี้

ศึกษาระบบแมกนี้ตรอนสปัตเตอริง

1.1) เรียนรู้ระบบแมกนี้ตรอนสุปัตเตอริง

1.2) ติดตั้งและทดสอบร<mark>ะบบแม</mark>กนีตรอนสปัตเตอริง

2. ออกแบบการทดลองและหาเงื่<mark>อนไขใน</mark>การเคลือบฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอน เจือไทเทเนียมด้วยวิธี R-HiPIMS

3.ทำการเคลือบฟิล์มทดลองเค<mark>ลือบฟิล์มบ</mark>างฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือ ไทเทเนียมด้วยวิธี R-HiPIMS

 3. วิเคราะห์โครงสร้างและคุณบัติเชิงกลของฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือ ไทเทเนียม โดยนำฟิล์มที่ได้ไปตรวจวัดคุณสมบัติ โดยใช้เทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

4.1) วิเคราะห์ลักษณ<mark>ะลักษณะทางสั</mark>ณฐานวิทยาของฟิล์มองค์ประกอบเคมีหรือธาตุ

ของฟิล์ม DLC โดยใช้เทคนิค FESEM และ EDS

4.2) วิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างผลึก และความหนาแน่นของฟิล์ม โดยใช้เทคนิค

XRD และ XRR

4.3) วิเคราะห์สถานะออกซิเดชัน และชนิดพันธะทางเคมี โดยใช้เทคนิค XPS

4.4) วิเคราะห์โครงสร้างอะมอฟัสร์ของฟิล์ม DLC โดยใช้เทคนิค Raman

4.5) วิเคราะห์สเปกตรัมองค์ประกอบธาตุของฟิล์ม DLC โดยใช้เทคนิค GD-OES

4.6) วิเคราะห์ความแข็งของฟิล์ม โดยใช้เทคนิค Nanoindentation

4.7) วิเคราะห์สปีชีส์ของไทเทเนียมพลาสมา โดยใช้เทคนิค OES

5.สรุปผลการทดลองและอภิปรายลการทดลอง

โดยสรุปขั้นตอนการดำเนินวานจาหขั้นตอนที่ 1 ถึง 5 สามารถแสดงได้รูปที่ 3.1 ดังนี้



รูปที่ 3.1 ไดอะแกรมของการดำเนินงานวิจัย

3.1 ระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือไทเทเนียมด้วยวิธีรีแอค ทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (Reactive HiPIMS) โดยหัวข้อนี้จะอธิบายถึงโครงสร้าง ของระบบเคลือฟิล์ม ดังแสดงในแผนผังรูปที่ 3.2 ซึ่งเป็นระบบที่มีอยู่แล้วที่ห้องปฏิบัติการวิจัย พลาสมา ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ที่ได้รับการออกแบบและ พัฒนาจากคณะอาจารย์ประจำหน่วยวิจัยพลาสมา



<mark>รูปที่ 3.2 ไดอะแกรมแสดงระบบสุญญากาศ</mark>

3.1.1 ระบบสุญญากาศ

ระบบสุญญากาศที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มไฮโดรจิเนตเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือไทเทเนียม ซึ่ง ประกอบด้วยภาชนะสุญญากาศทำจากสแตนเลส มีรูปร่างเป็นทรงกระบอกกลวงที่มีขนาดเส้นผ่าน ศูนย์กลางและความสูงภายใน 213 mm และ 197 mm ตามลำดับ ในส่วนของการปั้มสุญญากาศ หลังจากที่ติดตั้งชิ้นงานแล้วปิดภาชนะสุญญากาศพร้อมกับปิด venting valve จะใช้ปั้มโรตารีในการ ปั้มอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ ซึ่งบริเวณระหว่างภาชนะสุญญากาศกับปั้มโรตารีจะถูกกั้นด้วย Roughing Valve โดยปั้มโรตารีจะทำงการปั้มให้ความดันภายในภาชนะสุญญากาศอยู่ในช่วงความดัน 10⁻² Torr ในขั้นต่อมาจะใช้ปั้มเทอร์โบ (Turbo pump) และปั้มโรตาร์ในการปั้มความดันออกจาก ภาชนะสุญญากาศร่วมกัน ทำให้ในภาชนะสุญญากาศมีความดันอยู่ในช่วงประมาณ 10⁻⁵ Torr โดย ระหว่างปั้มเทอร์โบและปั้มโรตารีจะถูกกั้นด้วย Backing Valve และบริเวณระหว่างปั้มสุญญากาศกับ ปั้มเทอร์โบจะถูกกั้นด้วยวาล์วปีกผีเสื้อ (Butterfly valve) ซึ่งสามารถควบคุมความกว้างของการเปิด ปิดวาล์วได้ ในส่วนของเกจวัดความดันในระบบสุญญากาศจะประกอบด้วยเกจวัด 2 ชนิด ที่จะติด ตั้งอยู่บริเวณด้านข้างภาชนะสุญญากาศ ได้แก่ ไวด์แรงค์เกจ (Wide-range gauge) ที่มีเกจไอออน และเกจพีรานีอยู่ในเครื่องเดียวกัน สามารถวัดความดันตั้งแต่ความดันบรรยากาศจนถึงความดันต่ำ กว่า 10⁻⁵ Torr และคาปาชิแตนส์เกจ (Capacitance gauge) ใช้สำหรับวัดความดันขณะเคลือบฟิล์ม มีช่วงการทำงานอยู่ระหว่าง 0.1 Torr ถึงความดันต่ำกว่า 10⁻⁴ Torr ซึ่งวาล์วทั้งหมดจะถูกควบคุมการ เปิด-ปิด ด้วยคอมพิวเตอร์ที่ควบคุมการทำงานและวัดค่าสัญญาณไฟฟ้า PCI eXtension for Instrumentation (PXI) พร้อมทั้งมีโปรแกรมที่สั่งการเปิด-ปิดวาล์วและควบคุมอัตราการไหลของ แก๊ส และสำหรับ venting valve ที่ทำหน้าที่ในการเปิดเพื่อนำอากาศเข้าในภาชนะสุญญากาศถูก ควบคุมด้วยผู้ทดลอง



รูปที่ 3.3 ระบบเคลือบฟิล์มแมกนีตรอนสปัตเตอริง

3.1.2 ขั้นตอนการเดินและหยุดระบบสุญญากาศ

การดำเนินการของระบบสุญญากาศมีความเกี่ยวข้องกับอุปกรณ์ต่างๆที่กล่าวมาข้างต้นซึ่ง สามารถดำเนินการผ่านโปรแกรมควบคุมดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ไดอะแกรมสำหรับควบคุมการดำเนินการของระบบ

จากรูปที่ 3.4 เป็นไดอะแกรมสำหรับควบคุมการเดินระบบและหยุดระบบสุญญากาศ ซึ่งเมื่อ นำชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดเป็นอย่างดีแล้วจะติดตั้งภายในภาชนะสุญญากาศ เมื่อ ติดตั้งอุปกรณ์เสร็จแล้วทำการเดินระบบสุญญากาศโดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ขั้นตอนการเดินระบบสุญญากาศ

 เมื่อภาชนะสุญญากาศอยู่ในสถานะพร้อมที่จะเดินระบบสุญญากาศ โดยเริ่มปิด venting valve จากนั้นเปิดปั๊มโรตารีและเริ่มกระบวนการเดินระบบ โดยในการดำเนินระบบสุญญากาศจะ ควบคุมผ่านโปรแกรม PVD Vacuum Control เริ่มจากปิด BV (Backing Valve) จากนั้นเปิด RV (Roughing Valve) เพื่อสูบอากาศออก จากภาชนะสุญญากาศผ่านปั้มโรตารี่ จากนั้นเปิด W gauge (Wide – range gauge) เพื่ออ่านค่า ความดันที่ลดลงโดยต้องการที่ความดันต่ำกว่า 2×10⁻² Torr ซึ่งใช้เวลาประมาณ 15 min

 เมื่อความดันต่ำกว่า 2×10⁻² Torr แล้วปิด RV จากนั้นเปิด BV เพื่อปั้มอากาศผ่านปั้มเทอร์ โบ แล้วปลดล็อค VAT interlock จากนั้นเปิดวาล์วปิกผีเสื้อ (Butterfly Valve) เพื่อให้ปั้มเทอร์โบสูบ อากาศผ่านภาชนะสุญญากาศ โดยการเปิดวาล์วปิกผีเสื้อจะค่อยๆปรับ VAT Position เริ่มจาก 50 แล้วกด Position (A) จากนั้นเพิ่มเป็น 100 300 500 และ 700 แล้วกด Open วาล์วปิกผีเสื้อจะอยู่ ในสถานะเปิด 100 % แล้วกด C gauge โดยความดันปกติจะอยู่ที่ประมาณ 1.5 mTorr

 ปิดปั้มเทอร์โบโมเลกุลาร์ โดยสังเกตรอบการหมุนของใบพัดซึ่งค่าสูงสุดจะอยู่ที่ 1000 Hz แล้วรอจนกว่าจะอ่านค่าได้ต่ำกว่า 8×10⁻⁶ Torr (ประมาณ 2 ชั่วโมง) ซึ่งเป็นค่าความดันฐานของ ระบบ

2. ขั้นตอนการปิดระบบ

- 1. เมื่อเคลือบชิ้นงานเรียบร้อยแล้ว ให้หยุดจ่ายแก๊สเข้าในระบบ
- 2. ปิดวาล์วของเกจวัดคว<mark>ามดัน C gauge (Capacit</mark>ance gauge)
- 3. ปิด Butterfly Valve โดยกด Close แล้วล็อคโดยกด VAT interlock

4. หลังปิดโปรแกรมควบคุมก<mark>ารทำงานของระ</mark>บบแล้วเปิด venting valve เพื่อให้อากาศเข้า มาในภาชนะสุญญากาศจนเป็นความดั<mark>นบรรยากาศ แล้</mark>วจึงนำชิ้นงานที่เคลือบออก

3.2 ขั้นตอนการเคล<mark>ือบฟิล์มไฮโดรจิเนทเต</mark>ดอะมอร์ฟัส<mark>คาร์บอนเจือไทเ</mark>ทเนียม

ขั้นตอนในการเตรียมฟิล์มไฮโดรจิเนตเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนเจือไทเทเนียมบน SUS410 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm และซิลิกอนชนิดเอ็น (N-type) ขนาด 1.5×1.5 cm² และ 1×1 cm² ตามลำดับ ด้วยเทคนิครีแอคทีฟอิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (R-HiPIMS) สามารถแบ่งขั้นตอนการ เคลือบฟิล์มดังนี้

3.2.1 การทำความสะอาดแผ่นฐาน

1. ขั้นตอนในการทำความสะอาดแผ่นฐาน SUS410

การทำความสะอาดแผ่นฐานที่เป็นสแตนเลส SUS410 เริ่มจากการนำแท่งสแตนเลสกลึงออก ให้มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm แล้วนำมาทำความสะอาดผิวหน้าซึ่งสามารถแสดงรายละเอียด ดังต่อไปนี้

1. นำสแตนเลส SUS410 ขัดกับกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 100 ถึงผ้าสักราดที่มีอนุภาคของ อะลูมินาขนาด 0.05 μm



รูปที่ 3.5 สแ<mark>ตนเลส</mark> SUS410 ที่ยังไม่ได้ขัดผิวหน้า



รูปที่ 3.6 สแตนเลส SUS410 ขัดกับกระดาษทรายตั้งแต่เบอร์ 100 ถึง ผ้าสักราดที่มีอนุภาคของ อะลูมินาขนาด 0.05 µm

เตรียมเครื่องอัลตราโซนิค (Ultrasonic) แล้วปิดวาล์วทางน้ำให้เรียบร้อย แล้วตั้งเวลาทำ
ความสะอาดไว้ที่ 10 min ดังรูปที่ 3.7 และเติมน้ำ RO ลงไปในเครื่อง Ultrasonic ให้
เท่ากับความสูงของแผ่นฐานที่อยู่ภายในโถแก้ว



 3. นำสแตนเลส SUS410 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm ลงในโถแก้ว แล้วเทเมทา นอลลงไป ปิดฝาให้เรียบร้อย จากนั้นใส่ในเครื่อง Ultrasonic ทำความสะอาด เป็นเวลา 10 min จำนวน 2 รอบ



ร**ูปที่ 3.8** เมทานอล(ซ้าย) สแตนเลส SUS410 ถูกขัดเงาด้วยอนุภาคผงอะลูมินาขนาด 0.5 µm และ 0.05 µm (ขวา)

 หลังจากนั้นจะล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (Deionized: DI) โดยจะเทสารละลายทางเคมี เมทานอลออกก่อน แล้วเติมน้ำ DI ลงในโถแก้วให้ท่วมแผ่นฐาน แล้วนำไปวางในเครื่องสั่น Ultrasonic Cleaner และเปิดเครื่องเพื่อเริ่มทำการล้างโดยใช้ระยะเวลา 10 min จะล้าง ทั้งหมด 3 ครั้งและเปลี่ยนน้ำ DI ทุกครั้งที่ล้างเสร็จ



รูปที่ 3.9 น้ำ DI (ซ้าย) สแต<mark>นเลส</mark> SUS410 ที่ล้างเมทานอลแล้ว (ขวา)

5. นำสแตนเลส SUS410 ที่ล้างเ<mark>สร็จมาเป</mark>่าให้แห้งด้วยเครื่องเป่าลมร้อน และเก็บในตู้ดูด ความชื้นเพื่อเตรียมติดตั้งในระบบสุญญากาศในขั้นตอนการเคลือบฟิล์ม

2. ขั้นตอนในการทำความสะอา<mark>ดแผ่นฐานซิลิกอน N-typ</mark>e

การทำความสะอาดชิ้นงานมีความสำคัญอย่างมากสำหรับการเตรียมฟิล์มทุกชนิด หาก ชิ้นงานมีความสกปรกจะทำให้เกิดข้อบกพร่อง หรือมีสิ่งเจือปนเป็นเหตุให้ฟิล์มยึดติดกับชิ้นงานได้ไม่ดี และอาจทำให้ฟิล์มหลุดลอกได้ ในงานวิจัยนี้ชิ้นงานที่ใช้คือซิลิกอนขนาด 1.5×1.5 และ 1×1 cm²` ทำความสะอาดโดยเครื่อง Ultrasonic ซึ่งมีขั้นตอนการทำความสะอาดชิ้นงานดังนี้

1. เตรียมแผ่นซิลิกอนชนิด N-type ที่จะใช้ในการทำเป็นแผ่นฐาน

 2. นำแผ่นซิลิกอนวางบนแผ่นรองตัด โดยใช้กระดาษทิชชูรองอีกครั้งเพื่อป้องกันพื้นผิวเกิด รอยขีดข่วน จากนั้นใช้ไม้บรรทัดวัดให้ได้ขนาด 1.5×1.5 และ 1×1 cm² แล้วใช้ดินสอ ลากเส้น ด้านหลังเพื่อง่ายต่อการกรีด ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แผ่นซิลิกอน N-type (ด้านซ้าย) และแผ่นซิลิกอนที่ใช้ดินสอลากเส้นเพื่อง่ายต่อการกรีด (ด้านขวา)

 จากนั้นใช้ปากกาหัวเพชรกรีด<mark>แผ่นซิ</mark>ลิกอนตามรอยดินสอ แล้วใช้คีมหักกระจกหักแผ่น ซิลิกอนให้ขาดออกจากกัน โดยให้นำทิชชูรองผิวหน้าของแผ่นซิลิกอนไว้ก่อนการหัก เพื่อป้องกันไม่ให้ เกิดรอยบนผิวหน้าของแผ่นซิลิกอน แล้วน<mark>ำแผ่นซิลิ</mark>กอนที่ตัดแล้วใส่ไว้ในกล่องพลาสติกรอการล้าง



ร**ูปที่ 3.11** แผ่นซิลิกอน N-type ที่ใช้ปากกาหัวเพชรกรีด (ด้านซ้าย) ตัดแผ่นซิลิกอน (ด้านขวา)

 นำแผ่นซิลิกอนที่เตรียมไว้แล้วมาใส่ในโถแก้ว โดยไม่ให้แผ่นซิลิกอนวางซ้อนทับกัน จากนั้น

ใส่สารละลายอะซิโตนลงไปในโถแก้วให้ท่วมแผ่นซิลิกอน



รูปที่ 3.12 สารละลายอะซิโตน (ด้านซ้าย<mark>) แ</mark>ผ่นซิลิกอนที่เตรียมไว้แล้วมาใส่ในโถแก้ว (ด้านขวา)

5. เตรียมเครื่อง Ultrasonic Cleaner โดยทำการเช็ควาล์วปล่อยน้ำว่าปิดสนิท จากนั้นเสียบ ปลั๊กเครื่อง Ultrasonic Cleaner แล้วนำโถแก้วไปวางในเครื่อง Ultrasonic Cleaner ตามด้วยใส่น้ำ RO (Reverse Osmosis) ลงในเครื่องให้ระดับน้ำอยู่ในระดับเท่ากันกับ สารละลายอะซิโตนในโถแก้วหรือมากกว่า เสร็จแล้ว ตั้งความถี่การสั่นไว้ที่ 40 Hz และ เปิดเครื่องเพื่อเริ่มทำการล้างโดยใช้ระยะเวลา 10 min



รูปที่ 3.13 เครื่อง Ultrasonic Cleaner (ด้านซ้าย) ภายในเครื่อง Ultrasonic ใส่น้ำ RO (ด้านขวา)

 เมื่อครบ 10 min เทสารละลายอะซิโตนออก แล้วเปลี่ยนเป็นสารละลายเมทานอลลงในโถ แก้วให้ท่วมแผ่นฐาน และนำโถแก้วไปวางในเครื่อง Ultrasonic Cleaner และเปิดเครื่อง เพื่อเริ่มทำการล้างโดยใช้ระยะเวลา 10 min โดยครั้งนี้จะล้าง 2 ครั้งและเปลี่ยนเมทานอล หลังจากที่ล้างครั้งแรกเสร็จ



รูปที่ 3.14 สารละลายเมทานอล (ด้านซ้า<mark>ย) แผ่น</mark>ชิลิกอนที่เตรียมไว้เทสารละลายเมทานอล (ด้านขวา)

 หลังจากนั้นจะล้างด้วยน้ำ DI โดยจะเทสารละลายเมทานอลออกก่อน แล้วเติมน้ำ DI ลง ในโถแก้วให้ท่วมแผ่นฐาน แล้วนำไปวางในเครื่อง Ultrasonic Cleaner และเปิดเครื่อง เพื่อเริ่มทำการล้างโดยใช้ระยะเวลา 10 min จะล้าง 3 ครั้งและเปลี่ยนน้ำ DI ทุกครั้งที่ล้าง เสร็จ



รูปที่ 3.15 น้ำ DI (ด้านซ้าย) แผ่นซิลิกอนที่เตรียมไว้เทน้ำ DI (ด้านขวา)

 เมื่อล้างเสร็จแล้วนำคืมจับ คีบแผ่นซิลิกอนออกมาวางบนกระดาษทิชชู แล้วใช้เครื่องเป่า ลมร้อนเป่าให้แห้งโดยใช้ความร้อนระดับ 2 ก่อนจะเก็บเข้าไว้ในกล่องพลาสติกที่มีฝาปิด เพื่อป้องกันฝุ่นละอองมาเกาะบนพื้นผิวของแผ่นฐาน จากนั้นนำไปเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้น เพื่อรอทำการเคลือบ



รูปที่ 3.16 เครื่องเป่าลมร้อน (ด้านซ<mark>้าย) ใช้ค</mark>วามร้อนระดับ 2 เป่าแผ่นซิลิกอน (ด้านขวา)

9. นำสารเคมีที่ใช้ในการล้างแผ่นซิลิกอนทั้งสองชนิดไปทิ้งในขวดทิ้งสารโดยแยกประเภทของ สารละลายอะซิโตน และสารละลายเมทานอลให้เรียบร้อย ส่วนน้ำ DI สามารถเทลงอ่าง ล้างได้ จากนั้นล้างทำความสะอาดเครื่อง Ultrasonic Cleaner และโถแก้ว พร้อมทั้งเป่า ให้แห้งให้เรียบร้อย ถือเป็นอันเสร็จขั้นตอนการล้างแผ่นฐาน

3.2.2 การเค<mark>ลือบฟิล์มไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟิสคาร์บอนเจือไทเท</mark>เนียม

 ติดตั้งขึ้นงานภายในภาชนะสุญญากาศ ซึ่งลักษณะการติดตั้งสามารถเคลือบครั้งเดียว 3 เงื่อนไข ช่วยลดเวลาในการสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ ก่อนกระบวนการเคลือบฟิล์มของแต่ละ เงื่อนไข



รูปที่ 3.17 แผ่นซิ<mark>ลิกอ</mark>นภายในภาชนะสุญญากาศ

- เมื่อภาชนะสุญญากาศอยู่ในสถานะพร้อมที่จะเดินระบบสุญญากาศ โดยเซ็คที่ venting valve ว่า ปิดอยู่ จึงเริ่มเปิดปั๊มโรตารีและเริ่มกระบวนการเดินระบบ โดยในการดำเนินระบบสุญญากาศจะ ควบคุมผ่านโปรแกรม PVD Vacuum Control เพื่อทำการปั๊มอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ
- 3. ไดอะแกรมโปรแกรม PVD Vacuum Control ที่ใช้ควบคุมระบบสุญญากาศ ซึ่งการปั้มอากาศออก จากภาชนะสุญญากาศ มีขั้นตอ<mark>นดังนี้</mark>
 - 3.1 เริ่มต้นด้วย<mark>การกดปุ่ม Roughing (RV</mark>) เพื่อให้ปั้มโรตารีดูดอากาศออกจาก ภาชนะสุญญา<mark>กาศโดยตรง จากน</mark>ั้นเปิดวาล์ว Wide-range gauge เพื่ออ่าน ความดันภายในระบบ
 - 3.2 จากนั้นเมื่อความดันที่อ่านได้ต่ำกว่า 5×10⁻² Torr ให้ปิด Roughing (RV) แล้ว เปิด Backing Valve (BV) ที่เป็นการ<mark>ปั้มอากาศผ่าน</mark>ปั้มเทอร์โบ
 - 3.3 จากนั้นปลดล็อค VAT interlock แล้วเปิดวาล์วปีกผีเสื้อ (Butterfly Valve) เพื่อให้ปั๊มเทอร์โบสูบอากาศผ่านภาชนะสุญญากาศ โดยการเปิดวาล์วปีกผีเสื้อ
 - จะค่อยๆปรับเพิ่ม VAT Position เริ่มจาก 50 แล้วกด Position (A) จากนั้น เพิ่มเป็น 100 300 500 และ 700 แล้วกด Open วาล์วปีกผีเสื้อจะอยู่ในสถานะ เปิด 100 % แล้วกด C gauge โดยความดันปกติจะอยู่ที่ประมาณ 1.5 mTorr
 - 3.4 รอการปั้มอากาศประมาณ 2 ชั่วโมง ถึงจะได้ความดันฐานของระบบอยู่ ประมาณ 8×10⁻⁶ Torr



รูปที่ 3.18 ไดอะแกรมโปรแกรม P<mark>VD Vac</mark>uum Control ที่ใช้ควบคุมระบบสุญญากาศ

- ภายหลังกระบวนการปั๊มอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศและได้ความดันฐานอยู่ที่ประมาณ 8×10⁻⁶ Torr ก็จะเข้าสู่กระบวนการทำความสะอาดผิวเป้าสารเคลือบ (Pre-sputter) เพื่อกำจัดชั้น ออกไซ์หรือสิ่งเจือปนอื่นๆ ที่อยู่ที่ผิวเป้า ในกระบวนการนี้จะใช้อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (Ar flow rate) ที่ 20 sccm และใช้ตำแหน่งวาล์วปีกผีเสื้อที่ 200% ซึ่งจะได้ความดันในการเคลือบ ฟิล์ม (Operating pressure) คือ 20.46 mTorr
- 5. เปิดโปรแกรม HSPY control โปรแกรมจะทำงานอยู่ที่แถบ Port setting ซึ่งก่อนการใช้งาน จะต้องมีการตรวจสอบการเชื่อมต่ออุปกรณ์ว่าพร้อมใช้งานหรือไม่ โดยทำการกดที่ปุ่ม Check ถ้า โปรแกรมพร้อมใช้งานจะมีไฟสีเขียวแสดงขึ้นมาดังรูปที่ 3.19 ก) นั่นแสดงว่าโปรแกรมพร้อมใช้งาน จากนั้นให้กดที่ปุ่ม Next เพื่อเข้าสู่หน้าต่างการใช้งานดังรูปที่ 3.19 ข)

ณ สุโ

701

ก)	Main_3.gvi	- 🗆 ×
	Port setting Main End	
		Message sent
	baud rate 💌 9600	01 03 10 05 00 01 90 CB
	data bits 💌 8	Remond
	flow control 💌 None	01 03 02 00 01 79 84
	parity None	
	stop bits 🔺 1.0	
	Inst. Adds. 🔺 1	Check Next
ข)	Main_3.gvi	_ 🗆 ×
Port setting Main End		
	0.0 V 0.0 V	
	0.0 mA 0.0 mA	
	Communication Statur	
	Port busy	

รูปที่ 3.19 ก) โปรแกรม HSPY control <mark>ที่กด</mark>ปุ่ม Check ข) โปรแกรมพร้อมใช้งาน

6. จากนั้นเปิดโปรแกรม R-HiPIMS แล้ว โปรแกรมจะแสดงหน้าต่างรูปที่ 3.20 ก) และโปรแกรมจะ ทำงานอยู่ที่แถบ Resources ซึ่งก่อนการใช้งานโปรแกรมจะต้องมีการตรวจสอบความพร้อมของ อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง โดยทำการกดปุ่ม Check สถานะไฟสีแดงจะเปลี่ยนเป็นสีเขียวการแสดงผลที่ ยืนยันว่าอุปกรณ์ต่างๆ พร้อมใช้งานดังรูปที่ 3.20 ข) ภายหลังที่โปรแกรมตรวจสอบเสร็จเรียบร้อย โปรแกรมจะเข้าสู่หน้าต่างการใช้งานที่เป็นแถบ OSC setting อัตโนมัติ จากนั้นจุดพลาสมาโดยเปิด DC 5 step



รูปที่ 3.20 ก) โปรแกรม R-HiPIMS ที่กดปุ่ม Check ข) โปรแกรมพร้อมใช้งาน

7. หลังจากนั้นตั้งค่าลิมิตการทำงานของกระแสไว้ที่ 450 mA เพื่อไม่ให้เกิดการใช้งานเกินขีดจำกัด การทำงานของเครื่อง โดยการกำหนดค่าลิมิตของกระแสสามารถทำได้โดย ป้อนค่า 450 ไปที่ ช่องทางด้านมุมล่างขวาแล้วกด Enter เมื่อต้องการจุดพลาสมาด้วยสัญญาณ HiPIMS จะสามารถ ทำได้โดยการกำหนดศักย์ไฟฟ้าหรือป้อนค่าศักย์ไฟฟ้าตามที่ต้องการไปที่ช่องทางด้านขวาบน ยกตัวอย่างเช่น 100 V จากนั้นให้ทำการกดปุ่ม On/Off เพื่อจ่ายสัญญาณไฟฟ้า แล้วค่อยๆเพิ่ม ศักย์ไฟฟ้าเป็น 200 V 300 V 400 V และ 500 V ตามลำดับ


- 8. จะได้สัญญาณศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้หัวแมกนีตรอน และบันทึกสัญญาณ HiPIMS
 โดยการตั้งชื่อจะตั้งโดย HiPIMSXXXV(V_{dis})XXX%(VAT position)X.XXmtorr(OP)ซึ่งจะอยู่ใน กระบวนการทำความสะอาดบริเวณหน้าเป้า โดยจะใช้เวลาประมาณ 10 minในการ Presputtering และสังเกต I_{dis} ว่าคงที่หรือยังจากนั้นบัณทึกไฟล์ข้อมูลขณะ pre-sputter [การตั้งชื่อ ตั้งเป็น (Pre-sputterXXXV(V_{dis}) XXX% (VAT position)XXXmin (Time)]
- 9. หลังจาก Pre-sputter เรียบร้<mark>อยจะเข้าสู่กระบวนการสแ</mark>กนกราฟโดยไปที่แถบ Operating แล้วตั้ง ค่า RflowG ดังนี้

โต ชีเว

```
1 กดปุ่ม Initate MFC เพื่อให้ flow rate ไปที่ 0.12 sccm
```

2 ตั้งค่า

Flow base : 0.12 sccm

- Flow high : 4 sccm
- Delay : 5 s
- Width : 30 s

Remain : 60 s

Time segm : 0.1 s

EMC: Ramp mode จากนั้นกด Gen แสดงดังรูปที่ 3.23



รูปที่ 3.22 ก) สัญญาณศักย์ไฟฟ้<mark>าและกระแสไฟฟ้า ข) กระ</mark>บวนการทำความสะอาดบริเวณหน้าเป้า



รูปที่ 3.23 ขั้นตอนการสแกนกราฟเพื่อกำหนดจุดคลือบ

10. หลังจากกด Gen จะได้ดังรูป และบันทึกไฟล์สัญญาณ ตั้งชื่อเป็น Scan1-xxxVRamp x sccm

widthxxs โดยจะทำการสแกนซ้ำจำนวน 3 รอบ จากนั้นเลือกจุดเคลือบจากกราฟแล้วไปที่แถบ Idis โดยที่ 0 คือ จุดที่ Idis คงที่ก่อนการเคลือบ (Rflow = 0.12 sccm)



รูปที่ 3.24 ลักษณะของสัญญา<mark>ณกระแสไฟฟ้าเฉลี่ยที่จ่าย</mark>ให้หัวแมกนีตรอนและพิจารณาเลือกจุด เคลือบตำแหน่งต่างๆ ของค่ากระแสไฟฟ้าเฉลี่ย

- 9. จากนั้นตั้งค่า P =10 I จากนั้นตั้งค่า Ini SP ให้ต่ำกว่าจุดต่ำสุดที่จุดที่ 1 โดยลดลงจากเดิม 2A จากนั้นกด on
- 10. สังเกตกราฟ I_{dis} จะค่อยๆลดลงไปเรื่อยๆจนใกล้เคียงกับจุดเริ่มต้นที่ตั้งค่าไว้ และกราฟจะกลับทิศ ขึ้นให้เตรียมกดปุ่ม slope switch ไปที่ (+) แล้วโปรแกรมจะเลือก Tar SP เป็นค่าที่กดปุ่ม slope switch ขณะนั้น
- 11. จากนั้นให้ตั้งค่า step SP ไปที่ 50 ใช้โหมด scanning แล้วสังเกตกราฟไปเรื่อยๆจนกว่า I_{dis} จะ เริ่มมีแนวโน้มลดลง จากนั้นกดปุ่ม slope switchไปที่ (-)
- จากนั้นตั้งค่าจุดเคลือบที่ต้องการเคลือบ โดย step จะติดลบ (-5) แล้วกด stepping แล้วจะเข้าสู่ จุดเคลือบอย่างแท้จริง จุดสังเกตเมื่อ I_{dis} ถึงจุดเคลือบจะเปลี่ยนโหมดไปที่ Manual จากนั้นเริ่ม จับเวลาในการเคลือบตามที่ต้องการเคลือบ

- 13. กดบันทึกเมื่อถึงเวลาที่กำหนด โดยตั้งชื่อเป็น Coating-xxxV xxA x.xxmtorrxxmin
- 14. หลังจากเคลือบเสร็จจะทำการปิด HiPIMS ดังนี้

14.1 ปิด 🗇 ของโปรแกรม R-HiPIMS จากนั้น ปิด close MFC-->End-->close program

14.2 ปิด ^(D) ของโปรแกรม HSPY control แล้วปรับ V_{dis}=0 V, I_{dis}=0 -->End--->stop 15. ปิด แก๊ส Ar แล้ว ปรับ VAT position ไปที่ open เพื่อ cool down ชิ้นงาน (ทิ้งไว้ 20 min) แล้วนำชิ้นงานออกจากภาชนะสุญญากาศ

ก)	Resources OSC setting Operating Coating End			
	5			
ข)	Main_3.gvi		- 🗆 ×	
	Port setting Main End			
W?			Stop	
دی م	ปที่ 3.25 ก) ปิดโปรแกรม	R-HiPIMS ข) ปิดโปรแกรม I	HSPY control	

3.3 ขั้นตอนการตรวจวัดพลาสมาจากลักษณะทางสเปกตรัม

สำหรับการทดลองนี้ใช้สเปกโตรมิเตอร์ยี่ห้อ AVANTES ร่น AvaSpec-ULS4096CL-EVO การติดตั้งอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.26 โดยนำสายไฟเบอร์ออปติกด้านหนึ่งต่อเข้ากับเครื่องวัดสเปกโตร มิเตอร์ และอีกด้านเป็นเลนส์คอลเลกชันเพื่อตรวจจับสเปกตรัมของพลาสมา ซึ่งจะนำไปวัดที่บริเวณ หน้าต่างของแชมเบอร์และปรับให้เลนส์อยู ่ตรุงกลางมากที่สุด จากนั้นใช้ฟอยล์ปิดรอบไว้เพี่ป้อง กันแสงภายนอก จากนั้นใช้สาย USB เชื่อมต่อเข้ากับคอมพิวเตอร์ และควบคุมผ่านโปรแกรม



รูปที่ 3.26 การติดตั้งเครื่องสเปกโตรมิเตอร์

ซึ่งขั้นตอนการวัดสเป<mark>กตรัมของพลาสมาด้</mark>วยโปรแกรม AvaSoft 8.11 สามารถดำเนินการได้ดังนี้

- ภายหลังทำการติดตั้งอุปกรณ์เสร็จ จะเข้าโปรแกรม AvaSoft 8.11 จากนั้น คลิก start และกด OK ดังรูปที่ 3.27 แล้วสังเกตที่เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งหากเป็นปกติที่ scan ไฟจะขึ้นสีส้ม
- ตั้งค่าเวลาที่เครื่องจะทำการวัดในหนึ่งครั้ง (Integration time) เท่ากับ 200 ms และตั้งค่าค่าเฉลี่ย ที่ทุกครั้ง (Averaging) เท่ากับ 5 ดังรูปที่ 3.28 จากนั้นกด Auto scale เพื่อปรับสเกลให้เหมาะสม



รูปที่ 3.28 ขั้นตอนการวัดสเปกตรัม

 โดยก่อนจุดพลาสมาหรือเปิดแหล่งจ่ายสเปกตรัมต้องทำการ Save dark เพื่อเป็นแบล็คกราวใน การวัด โดยกดที่ไอคอนรูปหลอดไฟ กด OK ดังรูปที่ 3.29



 สำหรับในการตรวจวัดสเปกตรัมจะใช้โหมด Absolute Irradiance ในการตรวจวัดเพื่อให้สามารถ นำข้อมูลที่วัดได้มาเปรียบเทียบกัน เมื่อจุดพลาสมาแล้วจะพบสเปกตรัมของธาตุที่มีอยู่ในพลาสมา เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.30

5. จากนั้นทำการ Export ข้อมูลเป็นไฟล์ Excel หรือ บันทึกข้อมูลเป็นรูปภาพ ดังรูปที่ 3.31 และรูป ที่ 3.32 6. ขณะเดียวกัน สามารถใช้ข้อมูลการแคริเบทต์ในการดูความยาวคลื่นของสเปกตรัมที่เกิดขึ้นได้ ดัง รูปที่ 3.33 เพื่อให้สามารถระบุสเปกตรัมว่าเป็นสเปกตรัมของธาตุใด โดยใช้ฐานข้อมูล NIST data base ในการระบุสเปกตรัมดังกล่าว





รูปที่ 3.31 ขั้นตอนบันทึกข้อมูลเป็นไฟล์ Excel

やない ひんあんの むしつ





รูปที่ 3.33 การระบุค<mark>่าความยาวคลื่นขอ</mark>งสเปกตรัม

ขั้นตอนการวิ<mark>เคราะห์ผล O</mark>ES

การวิเคราะห์ผล OES จะใช้โปรแกรม Origin ในการพล็อตกราฟและสามารถระบุค่าความ ยาวคลื่นของสเปกตรัมที่เกิดขึ้น แล้วนำค่าความยาวคลื่นดังกล่าวไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง NIST Atomic Spectra Database Lines เพื่อให้สามารถระบุสเปกตรัมของธาตุและสปีชีส์ของธาตุ ต่าง ๆ ได้ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. เปิดโปรแกรม Origin จากนั้นนำข้อมูลในไฟล์ Excel มาวางในโปรแกรม ดังรูปที่ 3.34

Orig 111 m	OriginPro 2018 64-bit - C\Users\ADMIN\Documents\OriginLab\User Files\UNTITLED * - /Folder1/ - [Book1 *] - O X										
· == 1	e Edit Vie	W Plot Col	iumn w	orksneet Analys	sis statistics imag	ge loois Form	at window Help	_			- 8 ×
i Li 🖻) 📾 🔛 📾	£ 🕄 • 🖄	12 🗁	E 🖬 🗗 🖓	100% 🔄 🖨	🗑 🎽 関 🚺	吕吕• ՝ ՝ ♥ ■ 🗑 🏟 + # 1: 38 〒 11: 11 〒 4: 1 × 2 × 1: × [ΥZ	1 mm 4 4 m	신카루티	P 🦻 🗧
: X G	🙇 👌 👍	Default: Arial	- 0	• B I	$\underline{U} = \mathbf{x}^2 - \mathbf{x}_2 - \mathbf{x}_1^2 - \mathbf{\alpha}_{\mathbf{\beta}}$	A ▲ ■ • III	· A ·	M N	1 == ==	A	* 🏤 😫 🗄
0	Project Exp	lorer (1)	▼ ¤ ×	8:5	400	B(Y)			Object Manager		▼ # ×
E 🗟		FD		Long Nome	Mousies ath [see]	D(1)		2			
Ξ.	E E E	der1		Long Name	wavelenger (nin)	intensity					
e O	101	ucri		Comments							
1				F(r)=				*			
. +				1	181.83919	5.39102E-12		~			
≥ 83	•			2	182,1405	5.25545E-12		XY XY			
ess +	Name 🔻	Long Name	Short N	3	182.44181	-3.79829E-13		13			
e t	Book1		Book1	4	182.74312	3.29255E-12		herer			
es 🦛			DOORI	5	183.04441	-7.4486E-12					
5 12	-			6	183.3457	-5.32638E-13					
- D				7	183.64699	-4.80042E-13					
T				8	183.94827	2.75325E-14			Apps		▼ # ×
(0)				9	184.24954	4.37179E-12		8 ·	X	6	
S E				10	184.55081	-2.32127E-13		-	 ▲ ■ ■		
2 /	-			11	184.85207	4.04472E-12		i	Add Apps	Send Graph	15
± /				12	185.15332	-2.89715E-12			z ·····	to PowerP	
Ē.				13	185.45457	1.27323E-12		11	2		
<u> </u>	•			14	185./5581	5.18153E-12				1	
⊂ •0				15	100.00704	3.03090E-12		1.1	H	100 C	
. 73				17	196 65040	5.42306E-12		5	Send Graphs	Simple Fit	
				10	196 06071	5.42300E-12		14	e to word		
1	·			10	187 26192	-2 98791E-12		D.			
潮				20	187 56312	-8 12519E-12					
41				21	187.86432	-4.87421E-12		8			
				22	188,16551	3.32243E-12		8			
				23	188.46669	3.86511E-13					
				24	188.76787	-4.81697E-14		00			
୍ଭ				25	189.06904	-5.29881E-12		Do			
				26	189.37021	-1.05311E-12		An I			
				27	189.67136	-4.61353E-12		8			
- m				28	189.97252	2.4126E-12		-			
5				29	190.27366	2.74183E-12					
				< ► Sheet1			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	: 3			
	: /	• / • 🖕 •	🗯 • 🚎	· . · · in · it	• 📾 📜 🚳 • ⊿	🛛 - 🔊 - 📴 - 🗎					
: 0			- T	- IC V				1.14			

ร**ูปที่ 3.34 ข้อมูล**ที่ได้จากเทคนิค OES

 2. นำข้อมูลแกน Y หรือค่าความเข้มของสเปกตรัมทำการ Normalized จากนั้นสามารถกดพล็อต กราฟ ดังรูปที่ 3.35



3. หลังจากการ Normalized ข้อมูล คลิกที่คอลัมน์ C จากนั้นไปที่ line เพื่อทำการพล็อตกราฟ ดัง



 อ้างอิงข้อมูลสเปกตรัมของแต่ละธาตุจาก NIST Atomic Spectra Database Lines โดยกำหนด ชนิดของสเปกตรัม ค่าความยาวคลื่นต่ำสุดและสูงสุด จากนั้นกด Retrieve Data ดังรูปที่ 3.37

ASD DATA Information Lines Levels Specima Boliosion Entropies & Bill	blioqaaphy Help Psycial kkon Laboratory
NIST Atomic Spectra Database Lines Form	Best viewed with the latest versions of Web browsers and JavaScript enabled e.g., Fe I or Na.; Mg; Al or mg i-iii or 198Hg I
Recet Input Retrieve Data	Show Graphical Options Hide Advanced Settings
Can you please provide s	ome feedback to improve our database?
Output Options	Additional Criteria
Format output: [HTML (formatical) V No Java Boript No spaces in values	Lines: All Only with transition probabilities Only with energy level classifications Only with observed wavelengths or intensities Only with diagnostics
Bispley output: In its entirety Page size: 15	Bibliographic Information:
Output ordering: Witavalength Mutiplet	Wavelength Data: © Observed Ritz Observed - Ritz (difference) Wavenumber (in cm ¹) © Uncertainties
Optional Search Criteria	
Maximum lower level energy: (e.g., 100000) Maximum upper level energy: (e.g., 400000)	Wavelength in: Vacuum (< 200 nm) Air (200 - 1,000 nm) Wavenumber (> 1,000 nm) Vacuum (< 1,000 nm) Wavenumber (> 1,000 nm) Wavenumber (> 1,000 nm) Wavenum (< 200 nm) Wavenumber (> 1,000 nm) Wavenumber (> 2,000 nm) Wavenum (< 200 nm) Air (200 - 2,000 nm) Vacuum (> 2,000 nm) Wavenum (< 200 nm) Air (200 - 2,000 nm) Vacuum (> 2,000 nm) Vacuum (all wevelengths) Vacuum (< 100 nm) Air (> 100 nm)
Transition strength bounds will apply to: Av	Transition strength: O Ay ® g,Ay 🗌 in units of 10 ⁶ s ⁴
Minimum transition strength: (e.g., 1.2e+05)	□ f _k □ S _k □ log(21)
Maximum transition strength: (e.g., 2.5e+12)	Relative Intensity Transition Type: Allowed (E1) Forbidden (M1,E2,)
Acoursoy minimum: (e.g., C+) Relative intensity minimum: (e.g., 1.2e-03) Reset input	Level Interruption II Create active IP Terms II Energies II J g
ASD DATA Information Lines Levels Spectra Concurd Stores & Bill	bliography Help Physical Heats Laboratory

รูปที่ 3.37 การตั้งค่าเพื่อระบุสุปกตรัมของธาตุจากฐานข้อมูล NIST Atomic Spectra Database

Lines

やない ひん あんの むしつ

67



5. นำความยาวคลื่นที่ได้จากฐานข้อมูลอ้างอิงมาระบุข้อมูลที่ทำการทดลองใน Origin ดังรูปที่ 3.38

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาวิธีการควบคุมปริมาณไทเทเนียมในฟิล์มบางเสมือนเพชร พร้อมทั้งตรวจวัดคุณสมบัติของพลาสมาที่เกิดขึ้นในกระบวนการรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง และศึกษาอิทธิพลของปริมาณไทเทเนียมที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติทางกลของฟิล์มบาง โดยใช้เป้า โลหะไทเทเนียมที่มีความบริสุทธิ์ 99.995% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว หนา 0.25 นิ้ว ด้วย เทคนิครีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริงซึ่งสามารถปรับปรุงสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์ม ได้โดยการควบคุมปริมาณไทเทเนียมในฟิล์มบางเสมือนเพชรและพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้อง ผลการศึกษา ที่ได้สามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้

4.1 ผลการศึกษาการควบคุมปริมาณไทเ<mark>ทเนียม</mark>ด้วยโปรแกรมการป้อนกลับ

ในกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง T<mark>i- DLC</mark> ได้ใช้เป้าสารเคลือบโลหะทรานซิชันของไทเทเนียม ถูกติดตั้งเข้ากับหัวแมกนีตรอน จากนั้นจึง<mark>นำหัวแม</mark>กนีตรอนติดตั้งเข้ากับภาชนะสุญญากาศของระบบ แมกนีตรอนสปัตเตอริงซึ่งฟิล์ม Ti-DLC จะถูกเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (RMS process) ที่มีการปรับเปลี่ยนหรือควบคุมการป้อนกลับของกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ ในขณะทำ การทดลองตัวแปรต้นคือกระแส<mark>ไฟฟ้าดิสชาร์จ (I_{dis}) และอ</mark>ัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน ผ่านการ ควบคุมด้วยโปรแกรม Feedback control หรือโปรแกรมควบคุมการป้อนกลับแสดงตามไดอะแกรม ในรูปที่ 4.1 โดยเริ่มต้นโดยเริ่มต้นจาก<mark>การกำหนดค</mark>่ากระแสไฟฟ้าของเป้า (I_{set}) และเปรียบเทียบกับ ้ค่ากระแสดิสซาร์จที่ตรวจวัดได้<mark>จากโปรแกรม ซึ่งค่</mark>าผลต่างของ I_{set} และ I_{dis} จะถูกป้อน PID algorithm เพื่อปรับอัตราการไหลของแสอะเซทิลีน ซึ่งโปรแกรมจะพิจารณาขนาด (Proportion, P) ผลรวมสะสม (Integration, I) และ อัตราการเปลี่ยนแปลง (Differentiation, D) ของค่าผลต่าง ของกระแส โดยผลลัพธ์จากการพิจารณในแต่ละรอบดังกล่าวคือการปรับอัตราการไหลของ แก๊สอะเซิลีนใหม่เพื่อทำให้ค่าความแตกต่างของกระแสที่ตั้งค่าและกระแสที่วัดได้มีแนวโน้มเข้าใกล้ ศูนย์ ภายใต้กระบวนการรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง ค่าอัตราไหลของแก๊สอะเซทิลีนค่าใหม่จะ ส่งผลกระทบโดยตรงต่อค่ากระแสไฟฟ้าที่หัวแมกนีตรอน ซึ่งจะถูกตรวจวัด (I_{dis}) และป้อนกลับไป เปรียบเทียบกับค่าเป้า I_{set} อีกครั้งเพื่อนำไปใช้ในการพิจารณาของ PID algorithm รอบถัดไป โดย ้กระบวนการควบคุมป้อนกลับจะดำเนินการไปอย่างต่อเนื่อง ภายใต้การกำกับค่า I_{dis} ให้มีค่าใกล้เคียง ้กับค่า I_{set} ตลอดกระบวนการเคลือบฟิล์ม โดยก่อนกำหนดหรือเลือกจุดเคลือบจะทำการสแกนกราฟ

ทุกครั้งซึ่งการสแกนกราฟจะแสดงความสัมพันธ์ของอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน ความดันขณะ เคลือบ และกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จที่เปลี่ยนแปลงตามเวลา ดังรูปที่ 4.2 สังเกตเห็นว่าเมื่อเริ่มสแกน กราฟอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีนเพิ่มขึ้นแบบเชิงเส้นเริ่มตั้งแต่ 0-6 sccm [26] ซึ่งสามารถ อธิบายในรูปที่ 4.3 เป็นเหตุการณ์ที่เกิดบริเวณผิวเป้าในขณะที่ทำการสแกนกราฟดังกล่าว ซึ่งแบ่งตาม การก่อตัวของฟิล์ม Ti-DLC บนผิวเป้าสามารถแบ่งเป็นเป็น 3 โหมด ได้แก่ โหมดโลหะ (Metal mode) โหมดทรานซิชัน (Transition mode) และโหมดสารประกอบ (Compound mode) โดยใน การทดลองนี้ ได้ทำการเก็บข้อมูลของกราฟสแกนก่อนการเคลือบทุกครั้งซึ่งกราฟจะมีลักษณะ เหมือนเดิมทุกครั้ง สำหรับการเก็บข้อมูลจะใช้ความดันฐานอยู่ประมาณ 10⁻⁶ Torr ใช้อัตราการไหล ของแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 20 sccm ทำการปรับวาล์วปีกผีเสื้อให้อยู่ในตำแหน่ง 400 และใช้แหล่งจ่าง HiPIMS ศักย์ไฟฟ้า 600 V กำหนดค่ากระแสไฟฟ้าอยู่ที่ 450 mA เป็นเงื่อนไขในการเก็บข้อมูลและทำ การเคลือบแต่ละเงื่อนไข



รูปที่ 4.1 ไดอะแกรมแนวคิดการควบคุมป้อนกลับ ภายใต้ PID algorithm



รูปที่ 4.2 กราฟสแกนที่แสดงความสัมพัน<mark>ธ์ระห</mark>ว่างอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน ความดันขณะ เคลือบ และกระแสไ<mark>ฟฟ้าด</mark>ิสชาร์จที่เปลี่ยนแปลงตามเวลา



จากรูปที่ 4.3 แสดงพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงของอัตราการสปัตเตอร์และอัตราการไหลของ แก๊สอะเซทิลีนของกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จจากจด A ไปจุด B (โหมดโลหะ) เป็นช่วงที่เป้ามีอัตราการ สปัตเตอร์สูง เนื่องจากมีอัตราการไหลของแก๊สรีแอคทีฟในปริมาณน้อย จากจุด B ไปถึงจุด C (โหมดทรานซิชัน) เป็นช่วงการเปลี่ยนแปลงอัตราการสปัตเตอร์อย่างฉับพลันขณะที่อัตราการไหลของ แก๊สรีแอคทีฟถึงค่าๆหนึ่ง และจากจุด C ไปยังจุด D (โหมดสารประกอบ) เป็นช่วงที่อัตราการ สปัตเตอร์ต่ำ เนื่องจากการเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สกล่าวคือเมื่อมีการจ่ายแก๊สมากขึ้น ทำให้เป้าถูก ปกคลุมด้วยฟิล์มของสารประกอบมากขึ้นจึงทำให้อัตราการสปัตเตอร์ต่ำลง ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของ Pavel S และคณะ [22] กล่าวคือ ปริมาณคาร์บอนมากขึ้นทำให้ศักย์ไฟฟ้าดิสชาร์จมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากฟิล์มคาร์บอนปกคลุมพื้นผิวของเป้าโลหะจึงทำให้ใช้พลังงานเพื่อให้เป้ามีอัตราการสปัตเตอร์ เพิ่มขึ้น ดังนั้นการใช้โปรแกรมควบคุมการป้อนกลับจึงเป็นทางเลือกใหม่ที่จะสามารถกำหนดสัดส่วน โลหะไทเทเนียมในฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร

การพิจารณาการควบคุมการป้อน<mark>กลับข</mark>องกระแสดิสชาร์จโดยค่ากระแสดิสชาร์จถูกกำหนด ้ผ่านโปรแกรม R-HiPIMS ที่คิดค้นและพัฒ<mark>นาโด</mark>ยผู้ช่วยศาสตราจารย์พิษณุ พูลเจริญศิลป์ อาจารย์ ้ ประจำหน่วยวิจัยเทคโนโลยีพลาสมา ภาควิ<mark>ชาฟิสิ</mark>กส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ซึ่ง ้โปรแกรมจะทำหน้าที่รับสัญญาณของกร<mark>ะแสที่วั</mark>ดได้จากหัวแมกนีตรอนสปัตเตอริงแล้วจึงกำหนด ้ค่ากระแสผ่านโปรแกรมเพื่อไปควบคุมอัต<mark>ราการไห</mark>ลของแก๊สรีแอคทีฟ โดยการเปลี่ยนแปลงแสดงดัง รูปที่ 4.4 การเปลี่ยนแปลงของกระแส<mark>ดิสชาร์จที่เป็</mark>นฟังก์ชันของอัตรา<mark>การไหลของแก๊สอะเซทิลีน</mark> ในช่วงที่ 1 พบว่าเพิ่มอัตราการไห<mark>ลของแก๊สอะเซทิลีนในช่ว</mark>ง 0 ถึง 3 sccm ค่ากระแสดิสชาร์จมีค่าสูง ้ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผิวของเป้าสารเ<mark>คลือบยังมีความเป็นโลหะท</mark>ี่ดีอยู่ ยังไม่มีการก่อตัวเป็นชั้นออกไซด์บน ้ผิวเป้าและทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้ในช่วงนี้เป็นฟิล์มโลหะของ Ti เรียกพฤติกรรมที่เกิดขึ้นในช่วงนี้ว่า "โหมดโลหะ" จากนั้นเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีนขึ้นอีกไปจนถึงประมาณ 4 sccm พบว่าค่ากระแสดิสชาร์จมีค่าลดลงอย่<mark>างฉับพลัน เรียกช่วงนี้</mark>ว่า "โหมดทรานซิชัน" ต่อมาเมื่อทำการ ้เพิ่มอัตราการไหลขอ<mark>งแก๊สอะเซทิ</mark>ลีนจนถึงจุดวิกฤตที่ทำให้ค่ากระแสดิสชาร์จลดลงอย่างรวดเร็ว ซึ่ง ้เป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมบนผิวของเป้าสารเคลือบอันเนื่องมาจากผิวของเป้าสาร เคลือบมีการก่อตัวของชั้นคาร์บอนแบบอิ่มตัว ซึ่งอัตราการก่อตัวของชั้นคาร์บอนบนผิวเป้าสารเคลือบ กับอัตราการสปัตเตอร์ที่ทำให้สารประกอบคาร์บอนบนผิวเป้าสารเคลือบหลุดออกมีค่าคงที่ เรียก พฤติกรรมที่เกิดขึ้นในช่วงนี้ว่า "โหมดสารประกอบ" และฟิล์มที่เคลือบได้ในช่วงนี้จะเป็นฟิล์มของ สารประกอบคาร์บอน



รูปที่ 4.4 การเปลี่ยนแปลงของกระแสดิส<mark>ชาร์จที่วั</mark>ดได้จากหัวแมกนีตรอนขณะเพิ่มอัตราการไหลของ แก๊ส C₂H₂

4.2 ผลการศึกษาองค์ประกอบของพลาสมาตามระยะทางระหว่างเป้าไทเทเนียมและชิ้นงานด้วย เทคนิคสเปกโทรสโกปีแบบเปล่งแสง

ในงานวิจัยนี้ วัดลักษณะทางสเปกตรัมของแสงที่ปล่อยออกมาจากพลาสมาที่เกิดจากการ ระดมชนของแก๊สอาร์กอนและแก๊สอะเซทิลีนที่ผิวเป้าไทเทเนียมโดยใช้ Optical Emission Spectrometer (OES) รุ่น AvaSpec (ULS4096CL) ที่มี CCD 4096 พิกเซล สเปกโตรมิเตอร์มีความ ละเอียดประมาณ 0.4 nm และทำงานร่วมกับซอฟต์แวร์ AvaSoft 8.8 สำหรับการประมวลผลข้อมูล เงื่อนไขการรวบรวมข้อมูลประกอบด้วยเวลารวมและจำนวนค่าเฉลี่ยของข้อมูล ซึ่งสรุปไว้ในตารางที่ 4.1

ตัวแปร	ปริมาณ
จำนวนครั้งที่ข้อมูลถูกเก็บแสดงผลแบบเฉลี่ย	5
เวลาที่ใช้ในการเก็บแต่ละครั้ง (ms)	200
ช่วงความยาวคลื่นที่สแกน (nm)	200-1100

4.1				
	S L	9		66
masa	เรื่องปัญและ	ด่าตัวแขโรต่าง ส	ญี่ใช้ในการเร	ລິ້ມທັ້ວນອ
WI 13 IN VI 4.1	PAG 19 P.0 PP.0 P.	WIND 300 JAI IN .		าบงอที่ย

สำหรับการวัดสเปกตรัมของพลาสมา มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ที่ เปล่งแสงออกมาจากพลาสมาขณะเกิดการดิสชาร์จ โดยวัดจากเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ในการวัด สเปกตรัมแบ่งออกเป็นการทดลองที่มีการเปลี่ยนแปลงระยะห่างระหว่างเป้าและหัววัดเครื่องสเปกโตร มิเตอร์ ได้แก่ 1 5 และ 10 cm ดังรูปที่ 4.5 โดยแต่ละระยะจะทำการวัดสเปกตรัมของตำแหน่งจุด เคลือบหรือการเปลี่ยนแปลงกระแสดิสชาร์จตั้งแต่ position A ถึง position F ซึ่งต่อมาได้ทำการ ตรวจวิเคราะห์พีค (Peak identification) เพื่อระบุชนิดของสปีชีส์ที่คายพลังงานออกมาโดยการนำ ข้อมูลไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลออนไลน์ในเว็บไซด์ NIST Atomic Spectra Database Lines Data ผลการวิเคราะห์ตำเหน่งพีคที่สอดคล้องกับสปีชีส์ที่คายพลังงานออกมาในช่วงความยาวคลื่น 300-1100 nm ดังรูปที่ 4.6 พบว่าที่ระยะห่างระหว่างหัวแมกนีตรอนและหัววัดสเปกโตรมิเตอร์ ต่างกันเกิดสเปกตรัมที่ความยาวคลื่นเดียวกัน แต่ความเข้มแสงจะต่างกันไปในแต่ละเงื่อนไข ซึ่งที่ ระยะห่างที่มีความเข้มของสเปกตรัมเข้มมากที่สุดที่ระห่างของหัวแมกนิตรอนกับหัววัดสเปกตรัมระยะ 1 cm และมีความเข้มลดลงเรื่อย ๆ เมื่อระยะห่างมากขึ้น



รูปที่ 4.5 ไดอะแกรมระยะห่างของหัวแมกนีตรอนและหัววัดสเปกโตรมิเตอร์ที่ระยะต่างๆ

เมื่อพิจารณาเส้นสเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยจากหัวแมกนีตรอนที่เกิดจากการระดมชน ของไอออนกับผิวเป้าที่ความดัน 20 mtorr ที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 20 sccm ด้วย แหล่งจ่ายไฟฟ้าไฮพิมพ์ จากนั้นเปรียบเทียบสเปกตรัมของพลาสมาที่ระยะห่างระหว่างหัวแมกนีตรอน และแผ่นฐาน รวมถึงการพิจารณาการเปลี่ยนตำแหน่งหรือการกำหนดจุดเคลือบที่ตำแหน่งต่าง ๆ พบว่าสเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยจากหัว<mark>แ</mark>มกนีตรอนมีชนิดของสปีชีส์ที่คายพลังงานออกมาจะ พบสปีชีส์ของไทเทเนียมและอาร์กอนเป็นส่วนใหญ่และมีแนวโน้มของความเข้มแสงน้อยลงเมื่อ ระยะห่างของหัวแมกนีตรอนมากขึ้น ขณะเด<mark>ียว</mark>กันสเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยจากหัวแมกนีตรอน ู้ ที่ตำแหน่งต่าง ๆ พบสปีชีส์ของไทเทเนียมน<mark>้อย</mark>ลงเมื่อเปลี่ยนตำแหน่งเคลือบไปที่ Position D ถึง F เนื่องจากมีสปีชีส์ของไฮโดรคาร์บอนที่ความ<mark>ยา</mark>วคลื่น 390 และ 430 nm [26] เพิ่มมากขึ้นจึงทำให้ ้สเปกตรัมของไทเทเนียมและอาร์กอนลดลง และปรากฦความเข้มของสเปกตรัมออกซิเจนความยาว คลื่น 777.22 nm ที่ Position B และ C เท่านั้น เนื่องจากสเปกตรัมทางแสงของไทเทนียมและ อาร์กอนมีสัญญาณของความเข้มสูงในช่ว<mark>ง 350-</mark> 1000 nm จึงทำให้การตรวจวัดพบสเปกตรัมของ ้ออกซิเจนและไฮโครคาร์บอนน้อยมาก หร<mark>ืออาจสั</mark>นนิฐานได้ว่าอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีนที่จ่าย เข้าไปในระบบมีปริมาณมากจนทำให้แก๊ส<mark>แตกตัวแ</mark>ละการสปัตเตอร์ของไทเทเนียมได้น้อยเช่นกัน โดย ผลจากการว**ัดสปีชีส์ที่ตรวจพบจากกา<mark>รวิเคราะห์เส้นสเปกตรัมของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจาก</mark>** พลาสมา ดังตารางที่ 4.2

Species	Wavelength (nm)			Tran (j-	Transition (j→i)		Ej	g _k A _{ki}
identify	$\lambda_{ij}^{exp.}$	$\lambda_{ij}^{ref.}$	$\Delta \lambda_{ij}$	i		(eV)	(eV)	(s ⁻¹)
Till	322.05	322.91	0.86	4s	4p	0	3.84	1.76e+08
Ti II	334.93	334.94	0.01	4s	4р	0.05	3.75	2.02e+09
Ti II	364.04	364.24	0.2	3d	4p	1.23	4.64	9.8e+07
Ti II	368.14	368.07	0.07	3d	4р	1.58	4.95	1.73e+07
Ti II	375.98	376.03	0.05	4s	4р	0.61	3.90	7.5e+08
Ti I	398.39	398.29	0.1	4s	4р	0	3.11	2.1e+08
Ti I	429.37	429.21	0.16	4s	4р	0.81	3.70	1.4e+08

ตารางที่ 4.2 สเปกตรัมของไทเทเนียมและอาร์กอนในเงื่อนไขการทดสอบวัดสเปกตรัมแสงของ พลาสมาที่ปลดปล่อยของพลาสมาที่ระยะห่างระหว่างหัวแมกนีตรอนและแผ่นฐาน

Til	445.42	445.87	0.45	4s	4р	1.46	4.24	5.0e+08
Til	453.63	453.45	0.18	4s	4р	0.85	3.58	9.71e+08
Ti I	467.26	467.64	0.38	4s	4р	1.07	3.72	1.30e+07
Ti I	498.80	498.31	0.49	4s	4р	0.85	3.34	8.58e+08
Ti I	520.83	520.25	0.58	4р	5s	2.09	4.48	5.37+07
Ar I	696.65	696.74	0.09	4s	4р	11.54	13.32	1.9e+07
Ar I	750.59	750.59	0	4s	4р	11.83	13.48	4.5e+07
Ar I	763.84	763.72	0.12	4s	4р	11.54	13.17	1.22e+08
Ar I	772.06	772.59	0.5 <mark>3</mark>	4s	4р	11.55	13.15	1.6e+07
Ar I	795.02	795.04	0.02	4s	4р	11.72	13.28	5.8e+07
Ar I	800.98	800.84	0. <mark>14</mark>	4s	4р	11.62	13.17	2.4e+07
Ar I	811.07	811.75	0. <mark>68</mark>	4s	4р	11.55	13.08	2.3e+08
Ar I	826.56	826.68	0 <mark>.12</mark>	4s	4р	11.83	13.33	4.59e+07
Ar I	851.20	852.37	1 <mark>.17</mark>	4s	4р	11.83	13.28	4.17e+07
Ar I	912.04	912.55	0.51	4s	4р	11.55	12.91	5.67e+07
Ar I	922.50	922.70	0.2	4s	4р	11.83	13.17	2.5e+07
Ar I	965.05	966.0 <mark>4</mark>	0.99	4s	4р	11.62	12.91	1.6e+07

จากตารางที่ 4.2 สเปกตรัมที่ตรวจวัดของพลาสมาที่หัวแมกนีตรอนมีการเปลี่ยนระดับ พลังงานของอิเล็กตรอน โดยสปีชีส์ที่พบจะเป็นอะตอมเดี่ยวเป็นหลักที่เปล่งแสงหรือมีความเข้มสูง ในช่วงความยาวคลื่นที่ใกล้ช่วงที่ตามองเห็น และอยู่ในช่วงที่ใกล้อินฟาเรด จึงสามารถใช้เครื่อง วิเคราะห์สเปกตรัมทางแสงวิเคราะห์ได้ และจากการพล็อตกราฟแสดงให้เห็นเปรียบเทียบสเปกตรัม ของแสงที่ปลดปล่อยออกมาจากที่ระยะระหว่างหัวแมกนีตรอนและแผ่นฐาน รวมถึงการเปลี่ยน ตำแหน่งเคลือบที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.6 และ รูปที่ 4.7

อนู สุโ





รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มแสง และความยาวคลื่นที่กระแสไฟฟ้าแตกต่างกันที่ ระยะห่างระหว่างหัวแม<mark>กนีตรอนและหัววัดสเปกโต</mark>รมิเตอร์ที่ระยะ 1 5 และ10 cm







รูปที่ 4.7 สเปกตรัมของพลาสมาที่ระยะ1 5 และ 10 cm ที่ตำแหน่งของการเคลือบแตกต่าง ก) Position A ข) Position B ค) Position F และ ง) สเปกตรัม CH ที่ Position F

จากรูปที่ 4.7 แสดงสเปกตรัมของพลาสมาที่ระยะห่างหัวแมกนีตรอนและหัววัดสเปกโตร มิเตอร์ที่ตำแหน่งการเคลือบแตกต่างกันผลปรากฏว่าพบพีคที่โดเด่นทั้งหมด 13 พีค ซึ่งพีคที่สอดคล้อง กับไทเทเนียม I (Ti I) ที่ความยาวคลื่น 398.2 429.9 453.5 498.5 และ 520.7 nm พีคที่สอดคล้อง กับไทเทเนียม II (Ti II) ที่ความยาวคลื่น 322.7 368.3 และ 375.3 nm และเป็นพีคที่สอดคล้องกับ อาร์กอน I ที่ความยาวคลื่น 763.3 811.3 842.3 และ 912 nm ทั้งนี้ตั้งแต่ Position C ถึง F พบช่วง ของสเปกตรัมของสปีชีส์ที่อยู่ในกลุ่มไฮโดรคาร์บอน (CH)

4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มผ่านก<mark>ารค</mark>วบคุมการป้อนกลับ

ในส่วนของกระบวนการเคลือบฟิล์มจะใช้แผ่นฐานซิลิกอนขนาด 1.5 × 1.5 cm² ซึ่งเป็น ขนาดที่เหมาะสมในการนำชิ้นงานไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ XRR โดยเงื่อนไขที่ใช้ในการ เคลือบฟิล์มจะทำการเลือกจุดการเคลือบหรือโหมดการเคลือบจากการสแกนกราฟกระแสที่ เปลี่ยนแปลงตามเวลา เมื่อมีการจ่ายแก๊สอะเซทิลีนระหว่างกระบวนการจุดพลาสมาจากเป้า ไทเทเนียม ซึ่งแสดงการเลือกจุดเคลือบดังรูปที่ 4.8 และมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

สำหรับเงื่อนไข Position A ที่ใช้ในการเคลือบจะเป็นการเคลือบฟิล์มไทเทเนียม (Ti film) โดยใช้เวลาในการเคลือบ (Deposition time) 5 min ในการเคลือบฟิล์ม Ti จะให้อัตราการไหลของ แก๊สอะเซทิลีน (C₂H₂ flow rate) เป็นศูนย์ แต่เงื่อนไขอื่นๆใช้อัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน 6 sccm เท่ากัน ซึ่งเงื่อนไขการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.3

Sample code	Ar (sccm)	Voltage (V)	Discharge current (A)	Time (min)
Position A			Ti (I _{dis} = 16 A)	
Position B			Ti-DLC (I _{dis} = 19.5 A)	
Position C		600	Ti-DLC (I _{dis} = 22 A)	E
Position D	20	000	Ti-DLC (I _{dis} = 10 A)	5
Position E	4 91		Ti-DLC (I _{dis} = 4 A)	
Position F		ณ ส	Ti-DLC (Idis = 3 A)	

a		ৰ	1 0	ব	4 1 24	1 9 6	ਂ ਕ	a		
ตารางท่	43	เงื่อน	ไขเการกาหน	ดจดเคลื่อบเขอ	งกระแสโฟฟ	าดสทาร	จทไเ	ໄລ້ຍາ.	1669	ลงตามเวลา
		0.000	001110111010		11100000101111		01100			01 471 1040 001 1



รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะสัญญาณการสแกนกราฟของจุดเคลือบ ก. สัญญาณการสแกนของเป้าใหม่ ข. สัญญาณการสแกนของเป้าที่ผ่านการใช้งานแล้ว ค. ตำแหน่งที่ใช้ในการเคลือบ

จากรูปที่ 4.8 ก) และ ข) เป็นการสแกนกราฟก่อนกำหนดจุดเคลือบของเป้าใหม่และเป้าที่ ผ่านการใช้งานมาแล้วพบลักษณะสัญญาณของกระแสดิสชาร์จมีค่ามากขึ้นเมื่อเป้ามีอายุใช้งานนาน หรือมีบริเวณ racetrack ของเป้าลึกมากขึ้นจึงทำให้วัดค่ากระแสดิสชาร์จสูง อย่างไรก็ตามลักษณะ สัญญาณมีรูปแบบการเปลี่ยนแปลงเช่นเดิม ดังนั้นการกำหนดจุดเคลือบจำเป็นต้องสแกนกราฟทุกครั้ง เพื่อความแม่นยำของการใช้งานโปรแกรมการป้อนกลับ ซึ่งการควบคุมจุดเคลือบดังกล่าวแสดง ภาพถ่ายของฟิล์มบนแผ่นฐานซิลิกอนที่เงื่อนไขการเคลือบที่แตกต่างกันทั้งหมด 6 เงื่อนไขดังรูปที่ 4.9 ที่เคลือบด้วยเวลา 5 min ซึ่งภายหลังการเคลือบจะนำไปฟิล์มไปตรวจวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้าง ผลึกด้วยเทคนิค XRD และ XRR สำหรับของผลการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD จะแสดงข้อมูลความ เป็นผลึกของฟิล์มที่เตรียมได้ และเทคนิค XRR จะแสดงข้อมูลเกี่ยวกับความหนา และความหนาแน่น ของฟิล์ม ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อถัดไป



ร**ูปที่ 4.9** ภาพถ่ายลักษณะของฟิล์มที่เคลือบการเลือกจุดของกราฟกระแสดิสชาร์จต่างกัน ก. Position A (ใช้เฉพาะแก๊ส Ar เท่านั้นในเคลือบฟิล์ม) ข. Position B ค. Position C ง. Position D จ. Position E และ ฉ. Position F

4.3.1 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มด้วยเทคนิค X-ray reflectometry

ในกระบวนการวัดจะทำให้ได้สัญญาณข้อมูลที่เป็นข้อมูลของการวัด (Experimental data) จากนั้นจะนำข้อมูลที่วัดได้มาฟิตกราฟเปรียบเทียบสัญญาณที่ทำการสร้างเป็นแบบจำลองโครงสร้าง ของชั้นฟิล์ม (Simulated data) ขึ้นมา เพื่อที่จะให้สามารถอนุมานข้อมูลความหนา และความ หนาแน่นของฟิล์มได้ โดยจะใช้โปรแกรม Leptos 7.0 ที่เป็นโปรแกรมที่ใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูล XRR โดยตรงมาใช้ในการฟิตกราฟในกระบวนการฟิตกราฟ จะต้องทำการปรับตัวแปรต่างๆ ที่เกี่ยวข้องไม่ ว่าจะเป็นความหนา ความขรุขระ และความหนาแน่นของชั้นฟิล์ม ชั้นออกไซด์ของแผ่นฐานซิลิกอน และแผ่นซิลิกอน เพื่อให้เส้นกราฟของ Simulated data มาซ้อนทับกับเส้นกราฟ Experimental data ให้ได้มากที่สุด ดังรูปที่ 4.10 ซึ่งจะทำให้ได้ข้อมูลที่แม่นยำ นอกจากนี้การปรับโมเดลโครงสร้าง ของชั้นฟิล์มก็สามารถทำให้เส้นกราฟ Simulated data มีความถูกต้องมากขึ้น

จากการฟิตกราฟทำให้ได้ข้อมูลควา<mark>มห</mark>นาและความหนาแน่นของฟิล์มทั้ง 6 เงื่อนไข ดังแสดง ในตาราง พบว่าความหนาของฟิล์มที่เตรียมไ<mark>ด้</mark>มีค่าแตกต่างกันและอยู่ในช่วง 37-62 nm เมื่อใช้เวลา ในการเคลือบเท่ากันที่ 5 min ค่าความหน<mark>าที่แ</mark>ตกต่างกันเป็นผลมาจากการใช้โหมดของการเคลือบ ้ และค่ากระแสดิสชาร์จในการเคลือบแตกต่า<mark>งกัน</mark> ซึ่งกรณีดังกล่าวจะทำให้อัตราการตกสะสมของฟิล์ม ้มีค่าแตกต่างกันออกไปตามชนิดของฟิล์ม ใน<mark>ส่ว</mark>นของความหนาแน่นของฟิล์มจะแยกออกเป็น 2 กลุ่ม ตามโมเดลการฟิตกราฟคือ กลุ่มที่ใช้ชั้นฟิล์ม Ti ในการฟิต คือเงื่อนไขการเคลือบที่ Position A และ ึกลุ่มที่ใช้ชั้นฟิล์มคาร์บอน (C) ในการฟิต ค<mark>ือ Pos</mark>ition B ถึง F โดยพบว่าฟิล์ม Position A มีค่าความ ้หนาแน่นเท่ากับ 4.70 g/cm³และมีค่าใกล้<mark>เคียงกั</mark>บค่าความหนาแน่นของฟิล์มไทเทเนียมที่ได้จากการ เตรียมด้วยวิธีดีซีพัลส์แมกนีตรอนสปัตเต<mark>อริง (4.5</mark> e/cm³) [27] ในขณะที่ฟิล์ม Position B จะมีค่า ้ความหนาแน่นเท่ากับ 3.68 g/cm³ และ<mark>มีค่าต่ำก</mark>ว่าค่าความหนาแน่นของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ เตรียมด้วยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (4.<mark>93 g/cm³)</mark> [28] ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากช่องว่างหรือรูพรุนที่ ้อยู่ในชั้นฟิล์ม ในขณะที่ฟิล์มกลุ่มที่<mark>จัดเป็นฟิล์มคาร์บอนเส</mark>มือนเพชรตั้งแต่ Position C ถึง F จะมีค่า ้ความหนาแน่นต่ำกว่าค่าความห<mark>นาแน่นฟิล์ม DLC ที่ได้จ</mark>ากการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีดีซีแมกนีตรอน สปัตเตอริง โดยการใช้เป้าคาร์บอนเป็นสารตั้งต้น เท่ากับ 3.52 g/cm³ [29] และพบว่าการเตรียมฟิล์ม ู้ ที่ค่ากระแสเท่ากับ 22 A หรือที่ Position C ให้ค่าความหนาแน่นที่สูงที่สุด (2.29 g/cm³) ซึ่งอาจเป็น ผลมาจากการใช้ค่ากระแสดิสซาร์จ<mark>ที่สูงจะไปส่งผลให้แก๊สอ</mark>ะเซทิลีนแตกตัวได้ดีและยังมีปริมาณของ ้ไทเทเนียมที่ใช้เจือใน<mark>โครงสร้างของชั้นฟิล์</mark>มค่อนข้<mark>างสูง ทั้งนี้ค่าความหนาแน่นของฟิล์มจะมีค่าลดลง</mark> ้สอดคล้องกับค่ากระแสดิสซาร์จในการเคลือบที่ลดลง ซึ่งจากการวิเคราะห์ข้อมูลดังกล่าวทำให้ สามารถเชื่อมโยงค่ากระแสดิสชาร์จที่ใช้ในการเคลือบกับค่าความหนาแน่นของฟิล์มได้ อย่างไรก็ตาม จากการเตรียมฟิล์มที่กระแสดิสชาร์จต่างกันทำให้ค่าความหนาแน่นของฟิล์มแตกต่างเช่นกัน ซึ่งความ หนาของฟิล์มที่แตกต่างกันที่เกิดจากการก่อตัวของฟิล์มที่มีความหนาแน่นต่างกัน และนอกจากนี้ข้อ มูลค่าความหนาสามารถนำไปพิจารณาการเลือกเงื่อนไขในการเคลือบฟิล์มบนชิ้นงานจริง (SUS410) ได้อย่างแม่นยำ



รูปที่ 4.10 แสดงการ Simulated data ของฟิล์มที่เงื่อนไขต่างกันที่ได้จากเทคนิค XRR

Films	Thickness (nm)	Density (g/cm³)
Position A	48	4.70
Position B	52	3.68
Position C	55	2.29
Position D	62	2.05
Position E	54	1.83
Position F	37	1.64
N289:		5163

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความหนาข<mark>องฟิล์มบางที่เงื่อนไขต่างกั</mark>น

4.3.2 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มด้วยเทคนิค X-ray diffraction

จากการนำชิ้นงานชุดที่เคลือบด้วยเวลา 5 min วัดด้วยเทคนิค XRD พบว่าไม่ปรากฏ สัญญาณพีคของฟิล์ม ซึ่งคาดว่าอาจะเป็นผลมาจากฟิล์มมีความหนาที่น้อยไปแสดงดังรูปที่ 4.11 เมื่อ นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จึงส่งผลให้ลำรังสีเอกซ์ทะลุผ่านชั้นฟิล์มลงไปตกกระทบกับแผ่นฐาน ซิลิกอน จึงทำให้สัญญาณรังสีที่เลี้ยวเบนออกมาเป็นสัญญาณของแผ่นฐาน เพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีความ หนามากขึ้นจึงได้เพิ่มเวลาในการเคลือบเป็น 15 min แล้วนำไปทดสอบวัด XRD อีกครั้ง

จากรูปที่ 4.11 แสดงผลการวัดสัญญาณลักษณะโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง รูปแบบการการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่งมุม **20** ต่าง ๆ โดยได้นำซิลิกอนที่ไม่ถูกเคลือบฟิล์มทดสอบเพื่อใช้ เปรียบเทียบกับเงื่อนไขการเคลือบฟิล์ม Position A B เป็นเวลา 5 min และ Position A ที่เคลือบ เป็นเวลา 15 min ซึ่งจากรูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นพีคของการเลี้ยวเบนของ Si ทั้งหมด 3 พีคที่มุม **20** 51.75 53.18 และ 55.79° โดยเมื่อทำการวัดสัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ Position A 5 min และ Position B 5 min ไม่ปรากฏพีคของ Ti เนื่องจากความหนาของฟิล์มน้อยเกินไป ในขณะเคลือบ ฟิล์มที่ Position A เป็นเวลา 15 min ปรากฏพีคของไทเทเนียมที่มุม **20** เท่ากับ 37.34 ° ซึ่ง สอดคล้องกับระนาบ 002 [30] อย่างชัดเจน



รูปที่ 4.11 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ผ่านการเคลือบด้วยเงื่อนไขต่างกัน

เพื่อให้สามารถวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ได้โดยยังคงรักษาเงื่อนไขของ การเตรียมฟิล์มที่สอดคล้องกับฟิล์มที่ผ่านการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRR ในการทดลองนี้จึงทำการ เคลือบด้วยเวลาที่มากขึ้นจาก 5 min เป็น 30 min หลังจากนั้นก็นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ใน การเคลือบฟิล์มครั้งนี้จะมีทั้งหมด 6 เงื่อนไข ซึ่งจะแบ่งออกเป็นการเคลือบ 2 ชุดหรือ 2 รอบ รอบละ 3 เงื่อนไข โดยทำการติดตั้งชิ้นงานเข้าไปในระบบจำนวน 3 ชิ้นต่อ 1 เงื่อนไขในการเคลือบ โดยมี ชิ้นงานขนาด 1.5×1.5 cm² จำนวน 1 ชิ้น และชิ้นงานขนาด 1×1 cm² จำนวน 2 ชิ้น จากนั้นทำ การปิดฝาภาชนะสุญญากาศและเข้าสู่กระบวนการปั้มอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ เพื่อให้ได้ ความดันฐานในช่วง 10⁻⁶ Torr ซึ่งตำแหน่งการเคลือบเป็นตำแหน่งเดียวกันกับเงื่อนไขที่เคลือบครั้ง แรก แต่ค่ากระแสที่ตำแหน่งเดียวกันต่างกันเล็กน้อย เนื่องจากลักษณะของเป้าที่ถูกสปัตเตอร์ออกจึง ทำให้ค่ากระแสไฟฟ้าดิสชาร์จต่างกัน โดยต<mark>ำแหน่</mark>งการเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 แสดงตำแหน่งข<mark>องจุดเคลือบ และ</mark>ลักษณะเป้าหลังการเคลือบแต่ละจุด

สัญญาณกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการจุดพลาสมาด้วยแหล่งจ่ายไฟแบบ HiPIMS ที่ ศักย์ไฟฟ้าในการดิสชาร์จ 600 V โดยเงื่อนไขการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.5 เงื่อนไขที่ค่า กระแสไฟฟ้าที่แตกต่างกันและใช้เวลาในการเคลือบ 30 min ภายหลังการเคลือบจะนำไปฟิล์มไป ตรวจวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่ากราฟแสดงลักษณะโครงสร้างผลึกของ ฟิล์มทั้ง 6 เงื่อนไขแตกต่างกัน โดยพบว่าฟิล์มที่ Position A ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ มุม 2θ เท่ากับ 35.06 38.39 40.14 62.98 และ 70.69° ซึ่งสอดคล้องกับระนาบของผลึกไทเทเนียม ที่ (100) (002) (101) (110) และ (103) ตามลำดับ [31], [32] ในขณะฟิล์มที่ Position B พบว่าฟิล์ม มีโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC) โดยพบพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 36.23 42.07 และ 61.06 (°) ซึ่งสอดคล้องกับระนาบของผลึกไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ (111) (200) และ (220) ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.13 [33], [34], [35] ในขณะที่ฟิล์มเงื่อนไขอื่นๆ ไม่ปรากฏพีคอื่น นอกจากพีคของแผ่นฐานซิลิกอน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอะตอมของไทเทเนียมไม่ได้ก่อตัวเป็นผลึกหรือไป ทำพันธะเป็น Ti-C เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบได้เป็นฟิล์มคาร์บอนอสัณฐาน ไม่ได้มีการก่อตัวเป็นผลึก และมีอะตอมไทเทเนียมเจืออยู่ในโครงสร้างของคาร์บอนอสัณฐานในปริมาณน้อย



รูปที่ 4.13 การเคลือบฟิล์ม Ti doped DLC ที่เงื่อนไขแตกต่างกันถูกตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD



รูปที่ 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ก) Position A ข) Position B
รูปแบบการเลี้ยวเบนของ Position A และ Position B แสดงดังรูปที่ 4.14 เมื่อเปรียบเทียบ กับมาตรฐาน ICDD หมายเลข 00-044-1294 (Titanium) และ 01-083-2242 (Titanium Oxide) สำหรับเงื่อนการเคลือบที่ Position A พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของไทเทเนียมออกไซด์ที่มุม 2**0** เท่ากับ 35.49 37.59 และ 40.28° สำหรับเงื่อนไขที่ Position B เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนกับ มาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-042-1489 (Titanium Carbide) และ 01-084-1284 (Titanium Oxide) พบรูปแบบการเลียวเบนของผลึกไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่มุม 2**0** เท่ากับ 36.31 42.1° และ ไทเทเนียมออกไซด์ที่มุม 2**0** เท่ากับ 36.20 39.23 41.21 และ 44.24° จากกราฟรูปแบบการเบี้ยว เบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เงื่อนไข Position A และ B สามารถนำข้อมูลมาคำนวณหาระยะห่าง ระหว่างระนาบของฟิล์มที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอลของผลึก Ti โดยสามารถหาได้จาก สมการ

$$d_{hkl=\frac{1}{\sqrt{\frac{4(h^2+k^2+hk)}{3a^2}+\frac{l^2}{c^2}}}}$$

ซึ่งโครงสร้างผลึกของ Ti มีค่าคงที่แลตทิซเป็น a = b= 2.9505 Å และ c = 4.6826 Å ดังนั้นข้อมูลที่หาได้จากตำแหน่งของพีคลักษณะของโครงสร้างของผลึก Ti แล TiC สามารถนำมา คำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.6 อย่างไรก็ตามสำหรับระยะห่าง ระหว่างระนาบของผลึกที่ Position C ถึง F ไม่ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนจึงทำให้ไม่สามารถนำมา คำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบได้



Position	compound	20 (degree)	Miller indices (hkl)	d _{hkl} (Å)
		35.15	(100)	2.55
A	Ti	38.53	(002)	2.34
		40.28	(101)	2.24
	TiO ₂	35.49	(110)	3.24
		3 7.59	(101)	2.48
		<mark>4</mark> 0.28	(200)	2.29
В	TiC	36.31	(111)	2.48
		<mark>42</mark> .14	(200)	2.14
	TiO ₂	<mark>36</mark> .20	(110)	3.24
		<mark>39</mark> .23	(101)	2.48
		41.21	(200)	2.29
		44.24	(111)	2.18

ตารางที่ 4.6 ข้อมูลโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เงื่อนไข Position A และB ที่คำนวณได้จากกราฟการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

4.3.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

โครงสร้างของฟิล์มชุดสองถูกนำไปทดสอบและศึกษาโครงสร้างของฟิล์มด้วยรามานสเปก โทรสโกปี โดยใช้เครื่อง Dispersive Raman Spectroscopy ยี่ห้อ Bruker รุ่น SENTERRA เงื่อนไข ในการวัดได้ใช้กำลังขยายของเลนส์วัตถุ (Objective lens) เท่ากับ 50 เท่า (50X) ความยาวคลื่นแสง เลเซอร์เท่ากับ 532 nm กำลังของแสงเลเซอร์ (Laser power) เท่ากับ 12.5 mW ความละเอียด (Resolution) ในช่วง 3 cm⁻¹ ถึง 5 cm⁻¹ ใช้เวลาในการเก็บข้อมูล (Integration time) เท่ากับ 2 s ทำการสแกนซ้ำ (Coaddition time) จำนวน 30 รอบ ความกว้างของสลิต (Slit width) เท่ากับ 50 ไมโครเมตร หลังจากทำการวัดข้อมูลเรียบร้อยแล้ว ก็ได้นำข้อมูลมาวิเคราะห์ด้วยการฟิตกราฟโดยใช้ โปรแกรม Origin2018 โดยใช้ฟังก์ชันเกาส์เซียนดังแสดงตามรูปที่ 4.15 ซึ่งสำหรับฟิล์มคาร์บอน อสันฐานทั่วไปจะปรากฏพีคที่เกิดจากการสั่นของโครงสร้าง sp^2 อยู่ 2 รูปแบบ ดังนี้

พีคจี (G-peak หรือ G-band) คือพีคที่มีค่าพลังงานอยู่ประมาณ 1,148 cm⁻¹ – 1,563 cm⁻¹ โดยที่พีคจีเกิดจากการดูดกลืนพลังงานพันธะคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นแบบ sp² ซึ่ง G-peak

เกิดการสั่นแบบยืด-หดของพันธะ C=C (Bond-stretching mode) ทั้งในแบบโซ่ (Chains) หรือแบบ วงแหวนอะโรมาติก

2. พีคดี (D-peak หรือ D-band) คือพีคที่มีค่าพลังงานอยู่ประมาณ 1,384 cm⁻¹ – 1,462 cm⁻¹ โดยที่พีคดีเกิดจากการดูดกลืนพลังงานพันธะคาร์บอนที่มีโครงสร้างแบบ sp² เช่นเดียวกับพีคจี แต่จะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อแกร์ไฟต์มีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่เป็นระเบียบหรือไม่สมบูรณ์ และเกิดการ สั่นในโหมด Breathing mode ของพันธะ sp² ในวงแหวนอะโรมาติก



รูปที่ 4.15 กราฟ<mark>สเปกตรัมรามานของฟิล์มที่เคลือบด้วยเงื่อนไขต่างกัน</mark>

การวิเคราะห์โครงสร้างของคาร์บอนอสันฐานสามารถพิจารณาได้จากการใช้สัดส่วนปริมาณ พันธะของ sp^2 ต่อ sp^3 (sp^2/sp^3) โดยสัดส่วนปริมาณของ sp^2/sp^3 มีความเชื่อมโยงจากการปรับเส้น โค้งของสเปกตรัมรามาน ซึ่งอัตราส่วนของพื้นที่ใต้กราฟ I_D/I_G มีความเชื่อมโยงกับสัดส่วนของ sp^2/sp^3 ในฟิล์ม นั่นคือ ถ้าสัดส่วน I_D/I_G ลดลงจะสัมพันธ์กับโครงสร้างของคาร์บอนอสันฐานที่มีสัดส่วน sp^3 มากขึ้น เนื่องจาก D-band เกิดจากการสั่นแบบหด-ขยายของวงอะโรมาติกที่เป็นโครงสร้างแบบ sp^2 ที่มีลักษณะเป็นวง ส่วน G-band เกิดจากการสั่นของคาร์บอนโครงสร้างแบบ sp^2 ที่ถูกล้อมรอบด้วย โครงสร้าง sp^3 กล่าวคือ ถ้าเป็นแกรไฟต์แบบไพโรไลติค (Pyrolytic graphite) จะมีโครงสร้างของ คาร์บอนซ้อนกันอย่างเป็นระเบียบและไม่เกิด D-band หรืออาจจะมีพื้นที่ใต้พีคเล็กน้อย แสดงว่า โครงสร้าง *sp*² แบบวงอะโรมาติกในแต่ละคลัสเตอร์ (Cluster) มีปริมาณลดลง [36] เมื่อพิจารณา สเปกตรัมที่ได้จากการทดลอง ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.16 แสดงลักษณะของฟิล์ม Ti-DLC ปรากฏที่เลข คลื่นโดยประมาณ 1,411.1±31.9 cm⁻¹ และ 1,566.0 ±76.0 cm⁻¹ ตามลำดับ ค่าอัตราส่วน I_D/I_G มี ค่าตั้งแต่ 0.5-2.5



รูปที่ 4.16 อัตราส่วน I_D/I_G <mark>และตำแหน่งของพีคจีข</mark>องฟิล์มที่เคลือบด้วยเงื่อนไขต่างกัน

ซึ่งจากรูปที่ 4.17 การพล็อตกราฟของรามานในช่วง 50 ถึง 2500 cm⁻¹ พบพีครามานของ ไทเทเนียมออกไซด์ที่ Position A ถึง C ที่พี<mark>ค</mark>รามานเท่ากับ 144 197 และ 641 cm⁻¹ [37] และพบพี ครามานของไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ Position B และ D ที่พีครามานเท่ากับ 295 and 541 cm⁻¹ [38] สำหรับพีครามานที่ Position E และ F ปรากฏพีครามานที่ตำแหน่ง 521 cm⁻¹ [39] ทั้งนี้การพบ ไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่ Position B นั้นสอดคล้องกับผล XRD ขณะเดียวกันที่ Position A ไม่ปรากกฏพี ครามานของพีคดีและพีคจี เนื่องจากฟิล์มมีความเป็นผลึกสูงจึงทำให้การตรวจวัดด้วยเทคนิครามาน ตรวจวัดลักษณะของการสั่นของคาร์บอนอสัณฐานได้ [40], [41]



รูปที่ 4.17 สเปกตรัมรามานขอ<mark>งการเคลื</mark>อบฟิล์ม Ti doped DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน

4.3.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มด้วยเทคนิค FESEM และเทคนิค EDS

ลักษณะสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบของฟิล์มสามารถตรวจสอบด้วยเทคนิค FESEM และ เทคนิค EDS โดยข้อมูลที่ได้จากเทคนิค FESEM สามารถอธิบายถึงลักษณะพื้นผิว รูปร่างของอนุภาค และลักษณะการกระจายของเฟสในโครงสร้างจุลภาค ในขณะที่เทคนิค EDS จะใช้ในการวิเคราะห์ องค์ประกอบทางเคมีโดยอาศัยการตรวจสอบสเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานที่ใช้ ร่วมกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราค ซึ่งจะสามารถนำไปเชื่อมโยงกับเงื่อนไขในการ เคลือบที่ค่ากระแสแตกต่างกัน

ภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยาเชิงพื้นผิวของฟิล์ม Ti- doped DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน แสดง ดังรูปที่ 4.18 ก) พบว่าที่ Position A หรือฟิล์มไทไทเนียมจะมีความเป็นผลึกซึ่งสังเกตได้จากพื้นผิวที่ มีลักษณะเป็นเกรนอนุภาค ในขณะที่รูปที่ 4.18 ข) ที่ Position B หรือฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์จะเห็น ว่าความเป็นผลึกของฟิล์มมีความเด่นชัดมากขึ้นสังเกตได้จากพื้นผิวที่มีลักษณะเป็นเกรนที่หยาบมาก ขึ้น ในขณะที่ Position C ถึง F หรือฟิล์มกลุ่มคาร์บอนอสัณฐานดังรูปที่ 4.18 ค-ฉ) พบว่าพื้นผิวจะมี ความเป็นเม็ดอนุภาคน้อยลดลงหรือพื้นผิวมีความเรียบมากกว่า ซึ่งเป็นลักษณะของฟิล์มอสัณฐาน



รูปที่ 4.18 ภาพ FE<mark>SEM แสดงพื้นผิวของฟิล์ม Ti-doped DLC ที่เงื่อนไ</mark>ขต่างกันที่กำลังขยาย 50 kX

ภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยาภาคตัดขวางของฟิล์ม Ti-doped DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน แสดง ดังรูปที่ 4.19 จากรูปพบชั้นฟิล์มบนแผ่นฐานซิลิกอน ซึ่งมีลักษณะการแบ่งชั้นอย่างชัดเจน จากการหา ค่าความหนาโดยใช้โปรแกรม ImageJ จะได้ค่าเฉลี่ยความหนาของชั้นฟิล์มแต่ละเงื่อนไขที่ 237±3.08 nm 277.30±3.63 nm 358.20±5.52 nm 324.05±10.18 nm 222.50±5.76 nm และ 291.30±4.46 nm ตามลำดับ โดยฟิล์มไทเทเนียมที่เคลือบด้วยเงื่อนไข Position A ในรูปที่ 4.19 ก) พบการเรียงตัวของผลึกที่เป็นคลัสเตอร์ขนาดใหญ่ ในส่วนของฟิล์มไทเทเนียมคาร์ไบด์ที่เคลือบเงื่อนไข Position B รูปที่ 4.19 ข) พบการก่อตัวของฟิล์มที่เป็นคอลัมนาร์ขนาดเล็กเรียงตัวกันอย่างเป็น ระเบียบ ในขณะฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชรที่ถูกเตรียมที่ Position C และ D รูปที่ 4.19 ค) และ ง) มี ลักษณะเนื้อฟิล์มที่เกิดจากการอัดตัวกันอย่างหนาแน่นของอนุภาคขนาดเล็ก ส่วนฟิล์มคาร์บอน เสมือนเพชรที่ถูกเตรียมที่ Position E และ F รูปที่ 4.19 จ) และ ฉ) ลักษณะของชั้นฟิล์มมีความเรียบ สม่ำเสมอ ซึ่งถือเป็นลักษณะทั่วไปของฟิล์มคาร์บอนอสัณฐานคล้ายคลึงกับงานวิจัยของ Xie และคณะ ที่ได้ทำการเตรียมฟิล์ม DLC โดยวิธีการสะสมไอเชิงเคมีด้วยแหล่งจ่ายคลื่นความถี่วิทยุบนสแตนเลส (SUS304) นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยของ Sharifahmadian O. และคณะ ที่ได้เตรียมฟิล์ม DLC ด้วยวิธี ดีซีพัลส์ของการสะสมไอเชิงเคมี ซึ่งทั้งสองงานวิจัยพบชั้นของฟิล์ม DLC ที่มีลักษณะเรียบเนียนเหมือน เนื้อเดียวกัน [42], [43]



ร**ูปที่ 4.19** ภาพ FESEM แสดงภาคตัดขวางของฟิล์ม Ti-doped DLC ที่กำลังขยาย 50 kX

สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDS ของฟิล์ม Ti-doped DLC ที่ เงื่อนไขต่างกันได้ใช้วิธีวิเคราะห์แบบจุด (point analysis) และใช้ภาพถ่าย FESEM แบบภาคตัดขวาง ในการวิเคราะห์ โดยเลือกจุดที่ต้องการวัดจำนวน 3 จุดคือ ขอบด้ายซ้าย ตรงกลาง และขอบด้านขวา ตามลำดับ โดยสเปกตรัม EDS ที่ได้นั้นจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง แกน Y คือ จำนวนสัญญาณของ รังสีเอกซ์ที่ตรวจวัดได้ และแกน X คือพลังงานของรังสีเอกซ์ในหน่วยของ keV ซึ่งพีคที่เกิดขึ้นจะบ่ง บอกถึงธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่างของชิ้นงานหรือฟิล์ม พร้อมทั้งสามารถบอกถึงปริมาณของ องค์ประกอบของธาตุได้ตัวอย่างผลการวิเครา<mark>ะห์</mark>แสดงดังรูปที่ 4.20



ร**ูปที่ 4.20** ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ที่แสดงภาพถ่าย FESEM แบบภาคตัดขวาง สเปกตรัม EDS และข้อมูลองค์ประกอบของธาตุของฟิล์มที่ Position A

รูปที่ 4.21 แสดงความสัมพันธ์เชิงปริมาณของธาตุที่คิดเป็นเปอร์เซ็นต์และเงื่อนไขที่ใช้ในการ เคลือบ พบว่าที่กระแสไฟฟ้าเฉลี่ยเท่ากับ I_{dis} =22 แอมแปร์ (Position A) มีปริมาณของไทเทเนียม สูงสุด และเมื่อเปลี่ยนช่วงในการเคลือบในโหมดที่เป็นโลหะคาร์ไบด์ (Position B) ของฟิล์มไทเทเนียม คาร์ไบด์ ไปจนถึงโหมดที่เป็น Poisoning ของฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชร (Position C ถึง F) พบว่า ปริมาณของไทเทเนียมลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ในทางตรงกันข้ามปริมาณของคาร์บอนก็มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่ง สอดคล้องกับค่ากระแสไฟฟ้าเฉลี่ยที่ใช้ในการเคลือบที่มีค่าลดลง อย่างไรก็ตามจากกราฟจะสังเกตได้ ว่าปริมาณออกซิเจนในฟิล์มค่อนข้างสูง ซึ่งอาจจะเกิดจากระบบแก๊สและระบบสุญญากาศที่อาจจะมี อากาศบางส่วนรั่วซึมเข้าไปในภาชนะสุญญากาศในระหว่างกระบวนการเคลือบ ทั้งนี้สำหรับการวัด องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDS ซึ่งเป็นเทคนิคที่วิเคราะห์องค์ประกอบในระดับที่ลึกจากผิวของ ชิ้นงานประมาณ 3-5 μm ดังนั้นจึงเป็นไปได้ว่าออกซิเจนที่ตรวจพบมาจากกาก่อตัวของฟิล์มขณะทำ การทดลอง



4.3.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มด้วย X-ray photoelectron spectroscopy

การตรวจวัดฟิล์ม Ti-DLC ด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy หรือ XPS ในการศึกษาลักษณะเชิงโครงสร้างของฟิล์มโดยใช้ซอต์ฟรังสีเอกซ์ในการกระตุ้นผิวของวัสดุ ทำให้เกิด ปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริคที่อิเล็กตรอนหลุดออกจากวัสดุ เมื่อสสารนั้นสัมผัสกับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ที่มีความถี่สูง พลังงานสูง เช่น รังสีอัลตราไวโอเลต เรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาว่า โฟโตอิเล็กตรอน ซึ่งโฟโตอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกตรวจวัดด้วยอุปกรณ์ที่ตรวจจับพลังงานจลน์ และนำไปหาพลังงานยึด เหนี่ยวของอิเล็กตรอนภายในอะตอม และโฟโตอิเล็กตรอนที่หลุดนั้นสามารถระบุถึงปริมาณและ พันธะของอะตอมได้ ในการตรวจวัดจะวัดแบบหยาบ (Survey scan) เพื่อให้ได้ข้อมูลโดยรวมของธาตุ องค์ประกอบที่สนใจ โดยและจะวัดเฉพาะธาตุซึ่งสเปกตรัม XPS ของการสแกนแบบหยาบแสดงดังรูป ที่ 4.22 จากกราฟจะพบว่าสเปกตรัม XPS ของฟิล์ม Ti-doped DLC ปรากฏสเปกตรัมหลักของ C1s Ti 2p และ O1s ซึ่งหมายถึง ความเข้มของอิเล็กตรอน (Count per second, cps) ที่ตรวจวัดได้ที่มี พลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) สอดคล้องกับระดับพลังงานที่ 1 ออบิทอล s ของอะตอม คาร์บอนมีค่าเท่ากับ 284-288.5 eV ไทเทเนียมมีค่าเท่ากับ 452-464 eV และออกซิเจนมีค่าเท่ากับ 531-533 eV ซึ่งจากข้อมูลการสแกนหยาบพบพืคของธาตุชนิดต่างๆ ได้แก่ คาร์บอน ไทเทเนียม และ ออกซิเจน เป็นต้น โดยการวัดแบบเฉพาะจุดปรากฏยอดพีคของพลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s ที่ ตำแหน่ง 284.4 284.9 286.6 และ 288.8 eV ที่เงื่อนไขการเคลือบ Position A ถึง Position F แสดงดังรูปที่ 4.23 ซึ่งสอดคล้องกับอะตอมของคาร์บอนที่มีโครงสร้างแบบ C-sp² C-sp³ C- O และ C= O ของคาร์บอน ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบรูปแบบของสเปกตรัมที่เกิดขึ้นกับงานวิจัยของ Mukhtar และคณะ [44] สามารถวิเคราะห์เพิ่มเติมได้ดังนี้

- สเปกตรัมที่ 1 ตำแหน่ง 282 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ C1s ที่เป็นพันธะระหว่าง อะตอมไทเทเนียมกับคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นผลึกของไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC)
- สเปกตรัมที่ 2 ตำแหน่ง 284.5 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ C1s ที่เป็นพันธะระหว่าง อะตอมของคาร์บอนกับคาร์บอนที่มีโครงสร้างของแกรไฟต์ (C-C sp²)
- สเปกตรัมที่ 3 ตำแหน่ง 285.3 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ C1s ที่เป็นพันธะระหว่าง อะตอมของคาร์บอนกับคาร์บอนที่มีโครงสร้างของเพชร (C- C sp³)
- สเปกตรัมที่ 4 ตำแหน่ง 286.2 eV ถูกเพิ่มเข้ามาและมีสาเหตุมาจากการปนเปื้อนกับ ออกซิเจนที่เกิดขึ้นที่พื้นผิวของตัวอย่างเนื่องจากการสัมผัสกับอากาศ สอดคล้องกับ องค์ประกอบของ C1s ที่เป็นพันธะระหว่างอะตอมของคาร์บอนกับออกซิเจนที่เป็นพันธะ เดี่ยว (C-O)
- สเปกตรัมที่ 5 ตำแหน่ง 288.5 eV ถูกเพิ่มเข้ามาและมีสาเหตุมาจากการปนเปื้อนกับ ออกซิเจนที่เกิดขึ้นที่พื้นผิวของตัวอย่างเนื่องจากการสัมผัสกับอากาศ สอดคล้องกับ องค์ประกอบของ C1s ที่เป็นพันธะระหว่างอะตอมของคาร์บอนกับออกซิเจนเป็นพันธะคู่ (C=O)

ตามรูปที่ 4.24 สัดส่วนคลัสเตอร์ C-*sp*³ (*sp*³ content) สามารถประมาณได้จากอัตราส่วน ของพื้นที่เส้นสเปกตรัมพันธะระหว่างอะตอมของคาร์บอนกับคาร์บอนที่มีโครงสร้างของเพชรต่อพื้นที่ ใต้กราฟรวมของพีค C1*s* ผลการคำนวณ พันธะ Ti-C สัดส่วนคลัสเตอร์ C-*sp*³ สัดส่วนคลัสเตอร์ C-*sp*² สัดส่วนพันธะ C-O และสัดส่วนพันธะ C=O แสดงดังตารางที่ 4.7

Structure	Center	Position	Position	Position	Position	Position	Position
		А	В	С	D	Е	F
	(eV)	(at%)	(at%)	(at%)	(at%)	(at%)	(at%)
Ti-C	282	-	8.6 <mark>3</mark>	-	-	-	-
C-C sp ²	284.4	58.61	43.79	62.41	58.80	45.25	44.30
C-C sp ³	284.9	26.83	32 <mark>.20</mark>	22.74	29.03	40.57	40.90
C-O	286.6	8.76	9 <mark>.90</mark>	12.67	12.67	11.99	12.59
C=O	288.7	5.80	5 <mark>.50</mark>	2.18	1.82	2.26	2.21

ตารางที่ 4.7 พลังงานยึดเหนี่ยว C1s และเป<mark>อร์</mark>เซ็นต์ของพลังงานพันธะของฟิล์มที่เงื่อนไขต่างกัน



ร**ูปที่ 4.22** แสดงสเปกตรัม XPS ช่วงการสแกนหยาบของฟิล์ม Ti-doped DLC ที่เงื่อนไขแตกต่างกัน



รูปที่ 4.23 สเปกตรัม XPS ของสถานะ C1s ในฟิล์ม Ti-doped DLC ที่ตกสะสมเงื่อนไขต่างกัน









รูปที่ 4.24 พื้นที่ใต้กราฟรวมของพีค C1s ที่เงื่อนไขต่างกัน

การตรวจวัดเฉพาะจุดพบพลังงานยึดเหนี่ยว Ti 2p ที่ตำแหน่ง 453.5 eV 454.9 eV 456.7 eV 458.6 eV 460.5 eV และ 464.2 eV ของการเคลือบฟิล์มฟิล์ม Ti-DLC ที่ตกสะสมด้วยกระแสไฟฟ้า ดิสซาร์จที่เปลี่ยนแปลงดังรูปที่ 4.25 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Tsai และคณะ [41] ได้กล่าวถึง พลังงานยึดเหนี่ยวดังนี้

- สเปกตรัมที่ 1 ตำแหน่ง 453.5 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ Ti 2p เป็นพันธะ อะตอมไทเทเนียม (Ti)
- สเปกตรัมที่ 2 ตำแหน่ง 454.9 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ Ti 2p ที่เป็นพันธะ อะตอมไทเทเนียมกับคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นผลึกของไทเทเนียมคาร์ไบด์ (TiC)
- สเปกตรัมที่ 3 ตำแหน่ง 456.7 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ Ti 2p ที่เป็นพันธะ ระหว่างอะตอมของไทเทเนียมกับออกซิเจน (Ti₂O₃)
- สเปกตรัมที่ 4 ตำแหน่ง 458.6 eV และ 464.2 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ Ti 2p ที่ เป็นพันธะระหว่างอะตอมของไทเทเนียมกับออกวิเจน (TiO₂)
- 5. สเปกตรัมที่ 5 ตำแหน่ง 460.2 eV สอุดคล้องกับองค์ประกอบของ Ti 2p ที่เป็นพันธะ ระหว่างอะตอมของไทเทเนียม ค<mark>าร์บอนแ</mark>ละออกซิเจน (TiC_xO_y)

ซึ่งจากกาวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วงดังกล่าวพบว่า Position B-F ไม่พบพลังงานยึด เหนี่ยวของไทเทเนียมที่บริเวณพื้นผิวของฟิล์ม ยกเว้นที่ Position A เนื่องจากเป็นตำแหน่งที่มีปริมาณ ของไทเทียมค่อนข้างสูงจึงสามารถตรวจวัดพบพลังงานยึดเหนี่ยวของไทเทเนียมได้ และจะพบพลังงาน ยึดเหนี่ยวของ TiC ที่ Position B เท่านั้น เนื่องจากโครงสร้างฟิล์มที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค XRD ถูกระบุว่าเป็นผลึกของไทเทเนียมคาร์ไบด์ ในทางตรงกันข้าม ที่ Position C-F พบพลังงานยึดเหนี่ยว ของ TiC น้อยลงและจะไม่พบองค์ประกอบของไทเทเนียมที่ Position F เนื่องจากฟิล์มที่ตำแหน่ง ดังกล่าวมีปริมาณ Ti อยู่น้อยมาก โดยปริมาณของพลังงานยึดเหนี่ยวของพันธะที่มีอยู่ในสปีชีส์ของ Ti ชนิดต่าง ๆ แสดงดังรูปที่ 4.26

พนุน ปณุสุโต ชีเว







รูปที่ 4.25 สเปกตรัม XPS Ti 2p ในฟิล์ม Ti- doped DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน



รูปที่ 4.26 เปอร์เซ็นต์สเปกตรัม XPS Ti <mark>2p ของ</mark>ฟิล์ม Ti-doped DLC ด้วยกระแสดิสชาร์จต่างกัน

การตรวจวัดเฉพาะจุดพบพลังงานยึดเหนี่ยว O1s ที่ตำแหน่ง 530.1 eV 531.8 eV และ 533.4 eV ของการเคลือบฟิล์ม Ti-doped DLC ที่ตกสะสมด้วยกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จที่ต่างกันดังรูปที่ 4.27 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Tsai และคณะ [41] ได้กล่าวถึงพลังงานยึดเหนี่ยวดังนี้ 1.สเปกตรัมที่ 1 ตำแหน่ง 530.1 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ O1s เป็นพันธะอะตอม ไทเทเนียมออกไซด์ (TiO₂)

2.สเปกตรัมที่ 2 ตำแหน่ง 531.8 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ O1s ที่เป็นพันธะ
อะตอมไทเทเนียมกับคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นผลึกของไทเทเนียมคาร์ใบด์และออกซิเจน (TiC_xO_y)
3.สเปกตรัมที่ 3 ตำแหน่ง 533.4 eV สอดคล้องกับองค์ประกอบของ O1s ที่เป็นพันธะ
ระหว่างอะตอมของคาร์บอนกับออกซิเจน (C-O)

ซึ่งจากรูปที่ 4.29 การวิเคราะห์พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วงดังกล่าวพบว่า พลังงานยึดเหนี่ยว ของไทเทเนียมออกไซด์มีแนวโน้มลดลงจาก Position A-F ขณะที่พลังงานยึดเหนี่ยวของไทเทเนียม คาร์ไบด์และออกซิเจน และคาร์บอนกับออกซิเจนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยปริมาณของพลังงานยึด เหนี่ยวของพันธะที่มีอยู่ในสปีชีส์ของ O ชนิดต่าง ๆ แสดงดัง รูปที่ **4.28** นอกจากนี้การพบพลังงานยึดเหนี่ยวของออกซิเจนสามารถยืนยันได้ว่าฟิล์มมี ออกซิเจนภายในฟิล์ม อีกทั้งยังสอดคล้องกับผล EDS ที่ตรวจพบองค์ประกอบของธาตุออกซเจน เช่นกัน





รูปที่ 4.28 เปอร์เซ็นต์สเปกตรัม XPS O<mark>1s ของ</mark>ฟิล์ม Ti-doped DLC ด้วยกระแสดิสชาร์จต่างกัน









ร**ูปที่ 4.29** สเปกตรัม XPS O1s ในฟิล์ม Ti- doped DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน

4.3.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มด้วยเทคนิค GDOES

ฟิล์ม Ti-DLC ถูกศึกษาองค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค Glow-discharge optical emission spectroscopy: GDOES โดยเปรียบเทียบการเคลือบแบบการควบคุมกการป้อนกลับ (with feedback control) และไม่ใช้การควบคุมแบบป้อนกลับ (without feedback control) ได้แก่เงื่อนไขการเคลือบ Position A Position D Position F และกำหนดอัตราการไหลของแก๊สอะ เซทีลีนคงที่ที่ 2 sccm ที่ความดัน 8 mTorr แรงดันที่ใช้ 600 V ใช้เวลาในการตกสะสม 30 min ซึ่ง รูปแบบการเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.30



รูปที่ 4.30 การจำลองรูปแบบการเคลือบฟิล์มที่ตำแหน่งต่างๆ

จากรูปที่ 4.31 เป็นความสัมพันธ์ของกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ อัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน และความดันขณะเคลือบของการเคลือบแบบไม่ใช้การควบคุมการป้อนกลับ โดยเส้นสีชมพูคือความ ดันขณะเคลือบ เส้นสีเหลืองคืออัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีน และเส้นสีน้ำเงินคือกระแสไฟฟ้า ดิสชาร์จ เมื่อเริ่มจ่ายแก๊สอะเซทิลีนจะสังเกตเห็นว่า ค่ากระแสไฟฟ้าดิสชาร์จมีการเปลี่ยนแปลงอย่าง ฉับพลันจากกระแสดิสชาร์จสูงไปยังกระแสดิสชาร์จต่ำในช่วงเวลาประมาณ 1 min และสังเกตอัตรา การไหลของแก๊สอะเซทิลีนของรูปแบบการเคลือบที่ไม่ใช้การควบคุมการป้อนกลับเทียบกับการเคลือบ แบบใช้การควบคุมการป้อนกลับที่ Position A D และ F ดังรูปที่ 4.32 พบว่า ที่เวลาการเคลือบผ่าน ไป 30 min รูปแบบการควบคุมการป้อนกลับมีอัตราการไหลของแก๊สค่อนข้างคงที่ แต่จะมีเฉพาะ เงื่อนไขการเคลือบ Position D ที่อัตราการไหลของแก๊สมีการเปลี่ยนแปลงอย่างเห็นได้ชัด ใน ขณะเดียวกันสำหรับค่ากระแสไฟฟ้าดิสชาร์จที่มีการควบคุมการป้อนกลับจะมีค่ากระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ



รูปที่ 4.31 ลักษณะกราฟความสัมพันธ์ร<mark>ะหว่าง</mark>กระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ อัตราการไหลของแก๊ส และ ความดันขณะเคลือบของเงื่อนไ<mark>ขการเค</mark>ลือบแบบไม่ใช้การควบคุมการป้อนกลับ



รูปที่ 4.32 การเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลตามเวลาของแก๊สอะเซทิลีนขณะเคลือบฟิล์ม Ti-DLC



รูปที่ 4.33 การเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าดิสชาร์จของการเคลือบฟิล์ม Ti-DLC ที่เงื่อนไขต่างกัน

ภายหลังจากการเคลือบฟิล์ม Ti-DLC เรียบร้อยได้นำชิ้นงานไปทดสอบด้วยเทคนิค GDOES ซึ่งใช้แหล่งจ่ายคลื่นความถี่วิทยุ 20 W ในการสปัตเตอร์อาร์กอนไอออนไประดมชนชั้นฟิล์มที่ความดัน 520 Pa (3.9 Torr) ใช้เวลาในการตรวจวัด 600 s ลักษณะของชิ้นงานที่ถูกวัด GDOES แสดงดังรูปที่ 4.34



รูปที่ 4.34 ภาพถ่ายการ<mark>เคลือบ</mark>ฟิล์ม Ti-DLC บนสแตนเลส 304

้ จากรูปที่ 4.34 ลักษณะพื้นที่การร<mark>ะดมชน</mark>ของไอออนบนผิวชั้นฟิล์มมีรัศมี 3 mm ลึกลงไปถึง ผิวของชิ้นงานที่ระยะประมาณ 20 µm ลักษณะการตรวจวัดของเทคนิค GDOES จะมีการวัด ้สเปกตรัมของธาตุแล้วแสดงข้อ<mark>มูลในรูปของเปอร์เซ็นต์โ</mark>ดยน้ำหนักของธาตุแต่ละชนิด ซึ่งแสดง รายละเอียดดังรูปที่ 4.35 แสดงเ<mark>ปอร์เซ็นต์ธาตุโดยน้ำหนักข</mark>องชั้นฟิล์มและชิ้นงาน จากรูปที่ 4.35 (ก.) แสดงเปอร์เซ็นต์ธาตุโดยน้ำหนักของผิวชิ้นงาน SUS304 ที่ระยะความลึก 1 μm จะพบปริมาณของ ้เหล็กมากที่สุด รองลงมาเป็นโครเมียมและนิกเกิล ตามลำดับ รูปที่ 4.35 ข) แสดงเปอร์เซ็นต์ ้องค์ประกอบธาตุโดยน้ำหนักของเงื่อ<mark>นไขการเคลือบแบ</mark>บไม่ใช้การควบคุมการป้อนกลับพบว่าที่ระยะ ้ความลึก 400 nm มีองค์ประกอบของคาร์บอนคงที่ ในขณะที่ปริมาณไทเทเนียมมีค่าลดลงเมื่อความ หนาเข้าใกล้ผิวของฟิล์มชั้นบนสุด และรูปที่ 4.35 (ค-จ) แสดงเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักขององค์ประกอบ ของธาตุที่เงื่อนไขการเคลือบแบบควบคุมการป้อนกลับที่ Position A D และ F พบว่าที่ Position A มีปริมาณไทเทเนียมสูงที่ระยะความลึก 500 nm ระยะความหนาของชั้นฟิล์ม 600 nm ที่ Position D จะพบปริมาณคาร์บอนและปริมาณไทเทเนียมมีลักษณะคงที่ แต่เมื่อความหนา 200 nm ปริมาณ คาร์บอนมีการเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และที่ Position F สังเกตว่าทั้งปริมาณคาร์บอนและไทเทเนียมมี แนวโน้มลดลงเมื่อความหนาฟิล์มอยู่ที่ 600 nm ทั้งนี้สามารถอัตราส่วนการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอน ต่อปริมาณไทเทเนียมในช่วงความหนา 0-400 nm ดังรูปที่ 4.35 ฉ) นอกจากนี้การเปรียบเทียบ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของปริมาณไทเทเนียมและคาร์บอนแสดงดังรูปที่ 4.36 พบว่าเปอร์เซ็นต์โดย ้น้ำหนักของไทเทเนียมอยู่ในช่วง 0-85 และมีเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของคาร์บอน 0-45 ของความหนา



500 nm ปริมาณไทเทเนียมของเงื่อนไขที่ไม่ใช้การควบคุมการป้อนกลับมีการลดลงอย่างมากเมื่อ เทียบกับเงื่อนไขที่ควบคุมการป้อนกลับอย่างเห็นได้ชัด

รูปที่ 4.35 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักขององค์ประกอบธาตุแต่ละชนิดของฟิล์ม Ti-doped DLC ที่ ตรวจสอบด้วยเทคนิค GDOES





รูปที่ 4.37 เปรียบเทียบสัญญาณกระแสดิสซาร์จ ก) Non- feedback control ข) Feedback control (Position D)

จากรูปที่ 4.37 แสดงลักษณะสัญญาณของกระแสดิสชาร์จที่การไม่ใช้การควบคุมการ ป้อนกลับพบลักษณะสัญญาณที่เปลี่ยนแปลงค่ากระแสดิสชาร์จอย่างฉับพลัน โดยเปลี่ยนจาก ค่ากระแส 4 A เป็น 1 A ซึ่งภายหลังที่กระแสอยู่ที่ 1 A กระแสดิสชาร์จที่วัดจากเป้ามีกระแสสูงเป็น ช่วง ๆ เกิดจากเป้าถูกครอบคลุมด้วยฟิล์มคาร์บอนเป็นปริมาณมากทำให้เป้าเกิดการอาร์กเนื่องจากมี การสะสมสารประกอบหรือฟิล์มคาร์บอนที่เป็นฉนวนสูง ดังนั้นการสปัตเตอร์ของเป้าจึงมีทั้งสถานะ ของโลหะและความเป็นฉนวนเกิดขึ้นพร้อมกันบนพื้นผิวแคโทดจึงทำให้การถ่ายโอนโมเมนตัมหรือการ ระดมชนของไอออนที่แคโทดส่งผลให้เป้าเกิดการอาร์กขึ้น [45] และเมื่อเปรียบเทียบกับการควบคุม การป้อนกลับไม่พบการเปลี่ยนแปลงของกระแสดิสชาร์จ นอกจากนี้สัญญาณของกระแสดิสชาร์จยังคง ที่ตามค่าที่ได้กำหนดจากโปรแกรมและไม่มีเกิดอาร์กที่บริเวณเป้าเช่นเดียวกับเงื่อนไขที่ไม่ใช้การ ควบคุมการป้อนกลับ

4.3.7 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มด้ว<mark>ยเทคนิ</mark>ค Nanoindentation

้ได้ทำการวัดความแข็งของชิ้นงาน<mark>ซิลิกอน</mark>ที่ไม่ผ่านและผ่านการเคลือบฟิล์ม Ti-doped DLC ที่ตำแหน่งต่าง ๆ ซึ่งผลการทดสอบความแข็งระดับนาโน (Nanohardness) แบบวิกเกอร์ โดยใช้หัว กดแบบวิคเกอร์ (Vickers) จากเครื่อง Nanoindentor ใช้โหลดขนาดต่างกันอยู่ในช่วง 0.5-1.3 mN โดยกดแช่ 10 s คิดเป็น 10 % ต<mark>ามความหนาของฟิล์มซึ่งท</mark>ำการวัดทั้งหมด 5 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ย ผล การทดสอบแสดงดังรูปที่ 4.38 แสดงกราฟเปรียบเทียบแรงกดและแรงคลายต่อระยะลึกที่เงื่อนไขการ ้เคลือบที่แตกต่างกันทั้งหมด 6 เงื่อนไขจะได้ข้อมูลของความลึกของการกดวัด ความแข็ง และค่า ้มอดูลัสความยึดหยุ่น ซึ่งแสดงค่าจริงแ<mark>ละความคาดเคลื่</mark>อนของการวิเคราะห์ ซึ่งจะเห็นว่าความลึกของ การกดวัดของฟิล์ม<mark>จะอยู่ในช่วง 29.954 nm</mark> ถึง 34.427 nm โดยฟิล์มที่มีความลึกของการกดวัด ้ต่ำสุดที่ Position E มีค่าเท่ากับ 29.954 nm และเงื่อนไขที่มีความลึกสูงสุดคือเงื่อนไขการเคลือบที่ Position D มีค่าเท่ากับ 34.427 nm และจากรูปที่ 4.39 แสดงค่าความแข็งของแต่ละเงื่อนไขจะ พบว่าค่าความแข็งของฟิล์มไทเทเนียมมีค่าความแข็งเท่ากับ 5.55 ± 0.05 GPa ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ เทียบกับค่าของแข็งของฟิล์มไทเทเนียมที่ได้จากเทคนิคสปัตเตอริง (อยู่ในช่วง 2.52 ถึง 3.34) [39] ขณะที่ฟิล์มที่มีการเจือไทเทเนียมเข้าไปในโครงสร้างของคาร์บอนอสันฐานมีค่าความแข็งลดลง โดยทั่วไป สำหรับฟิล์มทั้งหมดค่าความแข็งจะมีค่าลดลงเมื่อความลึกของการกดวัดเพิ่มขึ้นและ ต่อเนื่องถึงความลึก 50 nm จะเห็นว่าฟิล์มที่มีการเจือไทเทเนียมที่มีปริมาณ 50 at% (อ้างอิงจากผล การวัด EDS) มีความแข็งสูงสุดเท่ากับ 13.33 ± 0.48 GPa ในขณะที่ปริมาณของการเจือไทเทเนียม ในช่วง 0.5 at% ถึง 22 at% เป็นช่วงที่ใช้กระแสดิสชาร์จในการเคลือบน้อยลง พบว่าความแข็งมีค่า ลดลงอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Jinfeng Cui และคณะ [46] ได้ทำการศึกษาการเจือ ไทเทเนียมในฟิล์ม DLC ที่ปริมาณแตกต่างกัน พบว่าการเพิ่มปริมาณไทเทเนียมในฟิล์ม DLC ช่วยลด ความเค้นภายในฟิล์ม และมีค่าความแข็งสูงกว่าฟิล์ม DLC แต่เมื่อฟิล์มมีการเจือปริมาณไทเทเนียม มากขึ้นค่าความแข็งมีค่าลดลง อย่างไรก็ตามสำหรับงานวิจัยนี้

สำหรับการตรวจวัดความแข็งยังไม่สามารถนำมาเปรียบเทียบกันได้ เนื่องจากใช้โหลดในการ วัดแตกต่างกัน รวมถึงการฟิล์มมีความหนาแตกต่างกัน จึงทำให้การวิเคราะห์มีความคลาดเคลื่อนและ ยากต่อการนำมาอภิปราย





บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการพัฒนาวิธีการควบคุมปริมาณสารเจือ Ti ในฟิล์ม DLC ด้วยวิธี รีแอคทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง ตรวจวัดสเปกตรัมและสปีชีส์ของพลาสมาที่ เกิดขึ้นในกระบวนการรีแอคทีฟแมกนี ตรอนสปัตเตอริงด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีแบบเปล่งแสงและ ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารเจือ Ti ที่มีต่อโครงสร้างทางเคมีและความแข็งของฟิล์ม Ti-DLC โดยใช้ เป้าสารประกอบไทเทเนียมที่มีความบริสุทธิ์ 99,995% ขนาด 50.2×364×6 mm ด้วยเทคนิครีแอค ทีฟไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งสามารถปรับปรุงสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มได้ โดยการ ควบคุมปริมาณสารเจือไทเทเนียมในฟิล์มบางเสมือนเพชรและพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้อง ซึ่งผลการ ทดลองแบ่งออกเป็น 2 ตอน ดังนี้

ตอนที่ 1 การเคลือบฟิล์มโดยกา<mark>รกำหนด</mark>สัดส่วนการเจือไทเทเนียมในฟิล์มบางเสมือนเพชร จากกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงตามเวลา เมื่อมีการจ่ายแก๊สอะเซทิลีนระหว่างกระบวนการจุด พลาสมาจากเป้าไทเทเนียม พบว่าปริมาณไทเทเนียมภายในฟิล์มอยู่ในช่วง 80 at% ถึง 0.5 at% เมื่อ ปริมาณไทเทเนียมมากกว่า 60 at% ฟิล์มจะมีลักษณะเป็นคอลัมนาร์อย่างชัดเจน พร้อมทั้งยังมีความ หนาแน่นของฟิล์มค่อนข้างสูงที่ 4.7 g/cm³ การลดลงของปริมาณไทเทเนียมที่อยู่ในช่วง 40-60 at% ฟิล์มที่ได้เกิดการฟอร์มตัวของไทเทเนียมคาร์ไบด์ขึ้น ทำให้ฟิล์มมีความแข็งที่ 13.33 ± 0.48 GPa เมื่อ ปริมาณไทเทเนียมมีค่าน้อยกว่า 40 at% ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างอสัณฐานที่มีความหนาแน่นของฟิล์ม ลดลง 1.64 g/cm³ และมีความแข็งที่ 5.58 ± 0.03 GPa เมื่อปริมาณไทเทเนียมลดลงโครงสร้างของ ฟิล์มมีค่า J_D/J_G ลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งบงชี้ให้เห็นว่าฟิล์มมีความเป็นอะมอร์ฟัสมากขึ้น ซึ่งความ เสถียรของกระบวนการเคลือบสามารถปรับปรุงได้โดยการควบคุมการป้อนกลับ ซึ่งช่วยให้ปรับปรุง คุณสมบัติของฟิล์มได้อย่างแม่นยำ

ตอนที่ 2 การใช้เทคโนโลยีแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อสังเคราะห์ฟิล์มบางเสมือนเพชรที่เจือ ด้วยโลหะไทเทเนียมผ่านการควบคุมป้อนกลับของกระแสไฟฟ้าดิสชาร์จ ภายหลังจ่ายแก๊สอะเซทิลีน เข้าสู่ระบบเกิดการแตกตัวของแก๊สเกิดเป็นพลาสมา จากตรวจวัดสเปกตรัมของพลาสมาที่เกิดขึ้นขณะ เคลือบพบว่าพฤติกรรมเปลี่ยนแปลงกระแสไฟฟ้าการดิสชาร์จที่มีผลต่อการแตกตัวหรือสปีชีร์ของ โลหะไทเทเนียมมีความเข้มของสเปกตรัมลดลง เมื่อจ่ายแก๊สอะเซทิลีนเข้าสู่ระบบจะเกิดฟิล์มคาร์บอน
ตกสะสมบนผิวเป้า ทำให้พื้นที่บริเวณที่เป็นไทเทเนียมเปลี่ยนแปลง และส่งผลต่อปริมาณกระแสที่วัด ได้ กล่าวคือการตกสะสมของฟิล์มคาร์บอนบนพื้นผิวของเป้ามากขึ้นทำให้อัตราการสปัตเตอร์โลหะ ไทเทเนียมลดลง ทำให้อิเล็กตรอทุติยภูมิที่หลุดออกมาจากเป้ามีค่าน้อยลง ดังนั้นการที่ มีฟิล์ม คาร์บอนเคลือบบนผิวเป้ามากขึ้น ทำให้ไทเทเนียมที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาได้น้อย ทำให้เกิดการ Excitation น้อยลง จึงสามารถวัดสเปกตรัมได้น้อยลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

 สำหรับการเคลือบฟิล์มคาร์บอนเสมือนเพชรที่เจือด้วยไทเทเนียมโดยใช้เทคนิครีแอคคทีฟ ไฮเพาเวอร์อิมพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอริง การควบคุมการป้อนกลับของกระแสดิสชาร์จค่อนข้าง ซับซ้อนในการกำหนดจุดเคลือบ เนื่องจากกระแสที่วัดได้จากเป้ามีช่วงการเปลี่ยนแปลงอย่างฉับพลัน ทำให้ในบางครั้งโปรแกรมตอบสนองช้า ทั้งนี้การพัฒนาวิธีการควบคุมดังกล่าวสามารถควบคุมการเจือ โลหะไทเทเนียมได้ดีกว่าการเคลือบที่ไม่ใช้วิธีการควบคุมการป้อนกลับ

 การตรวจวัดสเปกตรัมของพลาสมาขณะเคลือบเป็นเวลานานอาจเกิดความคลาดเคลื่อนได้ เนื่องจากบริเวณหน้าต่างของภาชนะสุญญากาศถูกเคลือบฟิล์ม ดังนั้นควรคำนึงถึงเวลาที่ใช้ในการ ทดลองให้เร็วขึ้น หรือเปลี่ยนแผ่นสไลด์ทุกครั้งที่ทำการทดลอง นอกจากนี้การส่งชิ้นงานไปตรวจวัด สมบัติเชิงโครงสร้างและสมบัติเชิงกล เพื่อเป็นการประหยัด หรือไม่ใช้จ่ายจนเกินไป





- K. Bewilogua and D. Hofmann, "History of diamond-like carbon films From first experiments to worldwide applications," *Surface and Coatings Technology*, vol. 242. pp. 214–225, Mar. 15, 2014. doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.01.031.
- [2] A. Matthews and S. S. Eskildsen, "Engineering applications for diamond-like carbon HU6 7RX (UK)," 1994.
- [3] C. P. O. Treutler, "Industrial use of plasma-deposited coatings for components of automotive fuel injection systems," *Surf Coat Technol*, vol. 200, no. 5–6, pp. 1969–1975, Nov. 2005, doi: 10.1016/j.surfcoat.2005.08.012.
- [4] J. Robertson, "Diamond-Like Carbon Films, Properties and Applications," in *Comprehensive Hard Materials*, vol. 3, Elsevier Ltd., 2014, pp. 101–139. doi: 10.1016/B978-0-08-096527-7.00043-X.
- [5] J. Li, X. Tian, C. Gong, S. Yang, R. K. Y. Fu, and P. K. Chu, "Hybrid radiofrequency/direct-current plasma-enhanced chemical vapor deposition system for deposition on inner surfaces of polyethylene terephthalate bottles," *Review of Scientific Instruments*, vol. 80, no. 12, Dec. 2009, doi: 10.1063/1.3273944.
- [6] T. Kubart *et al.*, "High power impulse magnetron sputtering of diamond-like carbon coatings," *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol. 38, no. 4, p. 043408, Jul. 2020, doi: 10.1116/6.0000070.
- [7] J. A. Santiago *et al.*, "Tribomechanical properties of hard Cr-doped DLC coatings deposited by low-frequency HiPIMS," *Surf Coat Technol*, vol. 382, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.124899.
- [8] S. Khamseh *et al.*, "Magnetron-sputtered copper/diamond-like composite thin films with super anti-corrosion properties," *Surf Coat Technol*, vol. 333, pp. 148–157, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.11.012.

- [9] S. Zhang, M. Yan, Y. Yang, Y. Zhang, F. Yan, and H. Li, "Excellent mechanical, tribological and anti-corrosive performance of novel Ti-DLC nanocomposite thin films prepared via magnetron sputtering method," *Carbon N Y*, vol. 151, pp. 136–147, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.carbon.2019.05.031.
- [10] S. Gayathri *et al.*, "Influence of transition metal doping on the tribological properties of pulsed laser deposited DLC films," *Ceram Int*, vol. 41, no. 1, pp. 1797–1805, 2015, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.09.125.
- [11] G. Ma, S. Gong, G. Lin, L. Zhang, and G. Sun, "A study of structure and properties of Ti-doped DLC film by reactive magnetron sputtering with ion implantation," *Appl Surf Sci*, vol. 258, no. 7, pp. 3045–3050, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.11.034.
- [12] T. Kimura, H. Kamata, S. Nakao, and K. Azuma, "Preparation of Titanium-Doped Diamond-Like Carbon Films with Electrical Conductivity Using High Power Pulsed Magnetron Sputtering System with Bipolar Pulse Voltage Source for Substrate," *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 44, no. 12, pp. 3083–3090, Dec. 2016, doi: 10.1109/TPS.2016.2587750.
- [13] X. Jiang, F.-C. Yang, J.-W. Lee, and C.-L. Chang, "Effect of an optical emission spectrometer feedback-controlled method on the characterizations of nc-TiC/a-C:H coated by high power impulse magnetron sputtering," *Diam Relat Mater*, vol. 73, pp. 19–24, Mar. 2017, doi: 10.1016/j.diamond.2016.11.007.
- B. Schultrich, "Hydrogenated amorphous carbon films (a-C:H)," in Springer Series in Materials Science, vol. 263, Springer Verlag, 2018, pp. 111–192. doi: 10.1007/978-3-662-55927-7_5.
- [15] P. Koidl, Ch. Wild, B. Dischler, J. Wagner, and M. Ramsteiner, "Plasma Deposition, Properties and Structure of Amorphous Hydrogenated Carbon Films," *Materials*

Science Forum, vol. 52–53, pp. 41–70, Jan. 1991, doi: 10.4028/www.scientific.net/msf.52-53.41.

- [16] F. Olaitan Kolawole, S. Kolade Kolawole, L. Bernardo Varela, A. Felix Owa, M. Antonio Ramirez, and A. Paulo Tschiptschin, "Diamond-Like Carbon (DLC) Coatings for Automobile Applications," in *Engineering Applications of Diamond*, IntechOpen, 2021. doi: 10.5772/intechopen.95063.
- [17] S. K. Putatunda, "Fracture toughness of a high carbon and high silicon steel," 2001. [Online]. Available: www.elsevier.com/locate/msea
- [18] Ö. D. Coşkun and T. Zerrin, "Optical, structural and bonding properties of diamondlike amorphous carbon films deposited by DC magnetron sputtering," *Diam Relat Mater*, vol. 56, pp. 29–35, Jun. 2015, doi: 10.1016/j.diamond.2015.04.004.
- [19] J. Schwan *et al.*, "Tetrahedral amorphous carbon films prepared by magnetron sputtering and dc ion plating," *J Appl Phys*, vol. 79, no. 3, pp. 1416–1422, Feb. 1996, doi: 10.1063/1.360979.
- [20] K. Strijckmans, R. Schelfhout, and D. Depla, "Tutorial: Hysteresis during the reactive magnetron sputtering process," *J Appl Phys*, vol. 124, no. 24, Dec. 2018, doi: 10.1063/1.5042084.
- [21] I. Safi, "Recent aspects concerning DC reactive magnetron sputtering of thin films: a review," 2000.
- [22] P. Souček *et al.*, "Superhard nanocomposite nc-TiC/a-C:H coatings: The effect of HiPIMS on coating microstructure and mechanical properties," *Surf Coat Technol*, vol. 311, pp. 257–267, Feb. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.01.021.

- [23] L. Qiang, B. Zhang, Y. Zhou, and J. Zhang, "Improving the internal stress and wear resistance of DLC film by low content Ti doping," *Solid State Sci*, vol. 20, pp. 17–22, 2013, doi: 10.1016/j.solidstatesciences.2013.03.003.
- [24] X. Jiang, F.-C. Yang, J.-W. Lee, and C.-L. Chang, "Effect of an optical emission spectrometer feedback-controlled method on the characterizations of nc-TiC/a-C:H coated by high power impulse magnetron sputtering," *Diam Relat Mater*, vol. 73, pp. 19–24, Mar. 2017, doi: 10.1016/j.diamond.2016.11.007.
- Y. Zhou *et al.*, "Mechanical and tribological behaviors of Ti-DLC films deposited on 304 stainless steel: Exploration with Ti doping from micro to macro," *Diam Relat Mater*, vol. 107, p. 107870, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.diamond.2020.107870.
- [26] K. J. Clay, S. P. Speakman, G. A. J. Amaratunga, and S. R. P. Silva, "Characterization of a -C:H:N deposition from CH4/N2 rf plasmas using optical emission spectroscopy," J Appl Phys, vol. 79, no. 9, pp. 7227–7233, May 1996, doi: 10.1063/1.361439.
- [27] K. Drogowska *et al.*, "RBS, XRR and optical reflectivity measurements of Ti–TiO2 thin films deposited by magnetron sputtering," *Mater Res Bull*, vol. 47, no. 2, pp. 296–301, Feb. 2012, doi: 10.1016/j.materresbull.2011.11.026.
- [28] H. Larhlimi, A. Ghailane, M. Makha, and J. Alami, "Magnetron sputtered titanium carbide-based coatings: A review of science and technology," *Vacuum*, vol. 197, p. 110853, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.vacuum.2021.110853.
- [29] M. Rubio-Roy, E. Pascual, M. C. Polo, J. L. Andújar, and E. Bertran, "Structural and optical properties of diamond like thin films deposited by asymmetric bipolar pulsed-DC reactive magnetron sputtering," *Surf Coat Technol*, vol. 202, no. 11, pp. 2354–2357, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.08.044.

- [30] P. K. Tripathy, A. K. Patra, and P. U. Sastry, "Studies on pore morphology of titanium and its oxide by small angle neutron scattering," *Pramana*, vol. 71, no. 5, pp. 1033– 1038, Nov. 2008, doi: 10.1007/s12043-008-0219-5.
- [31] J. Jaiswal *et al.*, "Enhanced Optical Absorption of Ti Thin Film: Coupled Effect of Deposition and Post-deposition Temperatures," *JOM*, vol. 69, no. 11, pp. 2383–2389, Nov. 2017, doi: 10.1007/s11837-017-2546-9.
- [32] T. Boonchuduang *et al.*, "Formation of Alpha-Case Layer During Investment Casting of Pure Ti and Ti-6Al-4V Using Comparative XRD and EXAFS Investigation," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, no. 2, pp. 586–596, Feb. 2020, doi: 10.1007/s11661-019-05541-1.
- [33] Z. Zhang, Y. Wang, and J. Frenzel, "Ancient technology/novel nanomaterials: casting titanium carbide nanowires," *CrystEngComm*, vol. 12, no. 10, p. 2835, 2010, doi: 10.1039/b925807h.
- [34] Z. Abdullaeva *et al.*, "High temperature stable WC 1-x @C and TiC@C core-shell nanoparticles by pulsed plasma in liquid," *RSC Adv.*, vol. 3, no. 2, pp. 513–519, 2013, doi: 10.1039/C2RA22028H.
- [35] R. Mahmoodian, M. Hamdi, M. A. Hassan, and A. Akbari, "Mechanical and Chemical Characterization of a TiC/C System Synthesized Using a Focus Plasma Arc," PLoS One, vol. 10, no. 6, p. e0130836, Jun. 2015, doi: 10.1371/journal.pone.0130836.
- [36] C. Casiraghi, F. Piazza, A. C. Ferrari, D. Grambole, and J. Robertson, "Bonding in hydrogenated diamond-like carbon by Raman spectroscopy," *Diam Relat Mater*, vol. 14, no. 3–7, pp. 1098–1102, Mar. 2005, doi: 10.1016/j.diamond.2004.10.030.

- [37] S. Paul and A. Choudhury, "Investigation of the optical property and photocatalytic activity of mixed phase nanocrystalline titania," *Appl Nanosci*, vol. 4, no. 7, pp. 839–847, Oct. 2014, doi: 10.1007/s13204-013-0264-3.
- [38] S. A. Alidokht, V. N. V. Munagala, and R. R. Chromik, "Role of Third Bodies in Friction and Wear of Cold-Sprayed Ti and Ti–TiC Composite Coatings," *Tribol Lett*, vol. 65, no. 3, p. 114, Sep. 2017, doi: 10.1007/s11249-017-0899-4.
- [39] J. Yan, "Laser micro-Raman spectroscopy of single-point diamond machined silicon substrates," *J Appl Phys*, vol. 95, no. 4, pp. 2094–2101, Feb. 2004, doi: 10.1063/1.1639953.
- [40] R. E. Shroder, R. J. Nemanich, and J. T. Glass, "Analysis of the composite structures in diamond thin films by Raman spectroscopy," *Phys Rev B*, vol. 41, no. 6, pp. 3738–3745, Feb. 1990, doi: 10.1103/PhysRevB.41.3738.
- [41] P.-C. Tsai, Y.-F. Hwang, J.-Y. Chiang, and W.-J. Chen, "The effects of deposition parameters on the structure and properties of titanium-containing DLC films synthesized by cathodic arc plasma evaporation," *Surf Coat Technol*, vol. 202, no. 22–23, pp. 5350–5355, Aug. 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2008.06.073.
- [42] Z.-H. Xie, R. Singh, A. Bendavid, P. J. Martin, P. R. Munroe, and M. Hoffman, "Contact damage evolution in a diamond-like carbon (DLC) coating on a stainless steel substrate," *Thin Solid Films*, vol. 515, no. 6, pp. 3196–3201, Feb. 2007, doi: 10.1016/j.tsf.2006.01.035.
- [43] O. Sharifahmadian, F. Mahboubi, and S. Yazdani, "Comparison between corrosion behaviour of DLC and N-DLC coatings deposited by DC-pulsed PACVD technique," *Diam Relat Mater*, vol. 95, pp. 60–70, May 2019, doi: 10.1016/j.diamond.2019.04.007.

- [44] I. Safi, "Recent aspects concerning DC reactive magnetron sputtering of thin films: a review," *Surf Coat Technol*, vol. 127, no. 2–3, pp. 203–218, May 2000, doi: 10.1016/S0257-8972(00)00566-1.
- [45] J. Cui, L. Qiang, B. Zhang, X. Ling, T. Yang, and J. Zhang, "Mechanical and tribological properties of Ti-DLC films with different Ti content by magnetron sputtering technique," *Appl Surf Sci*, vol. 258, no. 12, pp. 5025–5030, Apr. 2012, doi: 10.1016/j.apsusc.2012.01.072.



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	พรทิพย์ ราชโยธี
วันเกิด	8 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2542
สถานที่เกิด	อำเภอเมือง จังหว <mark>ัด</mark> ขอนแก่น
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	166 หมู่ 4 บ้านห <mark>น</mark> องบัวคำมูล ตำบลคูคำ อำเภอซำสูง จังหวัดขอนแก่น
	รหัสไปรษณีย์ 40 <mark>17</mark> 0
ตำแหน่งหน้าที่การงาน	
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	หน่วยวิจัยเทคโน <mark>โล</mark> ยีพลาสมา ภาควิชาฟิสกส์ คณะวิทยาศาสตร์
	มหาวิทยาลัยม <mark>หาสา</mark> รคาม 44150
ประวัติการศึกษา	พ.ศ.2565 สำเร <mark>็จการ</mark> ศึกษาปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (วท.บ.) สาขาฟิสิกส์
	คณะวิทยาศาส <mark>ตร์ มห</mark> าวิทยาลัยมหาสารคาม
	พ.ศ.2567 ปร <mark>ิญญาวิท</mark> ยาศาสตรมหาบัณฑิต (วท.ม.) สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะ
	วิทยาศาสตร์ ม <mark>หาวิทย</mark> าลัยมหาสารคาม
9/10	
192	
	401 67 291

1