



อิทธิพลของกำลังไฟฟ้าสputteringและอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เตรียมโดยวิธีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสputtering

Influence of Sputtering Power and Nitrogen Gas Flow Rate on Properties of Titanium Aluminum Nitride Thin Film Deposited by Reactive DC Magnetron Sputtering

พิมพ์ชนก ฤกษ์อุโฆษ¹ วิทวัช วงศ์พิศาล² กীরติ วารี² มนตรี เอี่ยมพานากิจ³ และ กมล เอี่ยมพานากิจ^{1*}

Pimchanok Reakaukot¹, Witthawat Wongpisan², Kirati Waree², Montri Aiempnanakit³ and Kamon Aiempnanakit^{1*}

¹สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ศูนย์รังสิต

²ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.)

³สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

¹Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Thammasat University, Rangsit Center

²National Metal and Materials Technology Center (MTEC), National Science and Technology Department Agency (NSTDA)

³Department of Physics, Faculty of Science, Silpakorn University

Received : 11 September 2020

Revised : 19 April 2021

Accepted : 16 May 2021

บทคัดย่อ

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ถูกเคลือบลงบนแผ่นซิลิกอนด้วยเทคนิคแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสputtering โดยศึกษาอิทธิพลของกำลังไฟฟ้าและอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ส่งผลต่อสมบัติทางโครงสร้างและเชิงกลของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และความขรุขระพื้นผิวได้รับการศึกษาโดย XRD FE-SEM และ AFM ตามลำดับ ยิ่งไปกว่านั้นองค์ประกอบของธาตุและความแข็งของฟิล์มบางได้รับการวิเคราะห์โดยเทคนิค EDX และนาโนอินเดนเทนชัน ตามลำดับ ผลที่ได้แสดงให้เห็นโครงสร้างผลึกและสัณฐานวิทยาของพื้นผิวมีลักษณะเป็นสามเหลี่ยมเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.6 เป็น 1.0 sccm สำหรับการเพิ่มกำลังไฟฟ้าที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 1.0 sccm แสดงให้เห็นความเป็นผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ และความขรุขระพื้นผิวมีค่าลดลง โดยเงื่อนไขที่ดีที่สุดของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์คือ TAN2 เนื่องจากสัดส่วนขององค์ประกอบของธาตุ (Ti + Al):N เป็น 50:50 พบว่ามีความแข็งสูงสุด 13.26 GPa ซึ่งความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ได้นั้นคล้ายคลึงกับฟิล์มไทเทเนียมไนไตรด์ เพราะว่ามีองค์ประกอบของธาตุไทเทเนียมมากกว่าอะลูมิเนียม 2.25 เท่า

คำสำคัญ : ไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ; สputtering ; กำลังไฟฟ้า ; องค์ประกอบของธาตุ ; ความแข็ง



Abstract

TiAlN thin films were deposited on silicon substrate by reactive DC magnetron sputtering. Influences of sputtering power and nitrogen gas flow rate on structural and mechanical properties of TiAlN thin film were investigated. The crystal structure, morphology and surface roughness were studied by XRD, FE-SEM and AFM, respectively. Moreover, elemental composition and hardness of TiAlN thin film were analyzed by EDX and nanoindentation, respectively. The result showed that crystal structure was found and morphology was promoted texture with triangle when increasing nitrogen gas flow rate from 0.6 to 1.0 sccm. Increasing sputtering power at nitrogen gas flow rate of 1.0 sccm exhibited decrease crystallinity, crystallite size, lattice constant and surface roughness. The best condition of TiAlN thin film was TAN2 due to elemental composition ratio of (Ti+ Al):N about 50:50 showed highest hardness of 13.26 GPa. The obtained hardness of TiAlN thin film was similar to TiN film because elemental composition of Ti more than Al of 2.25 times.

Keywords : TiAlN ; sputtering ; sputtering power ; elemental composition ; hardness

บทนำ

การใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่ทำจากโลหะ มักจะมีปัญหาจากการขีดและกัดกร่อนในขณะการใช้งานจนทำให้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่ทำจากโลหะนั้นเกิดความเสียหายจากปัญหาการสึกหรอ เนื่องจากตัวโลหะนั้นมีความแข็งไม่มากพอหรือโลหะเกิดออกซิเดชัน ซึ่งส่งผลให้มีอายุการใช้งานที่สั้นลงทำให้ต้องมีการใช้จ่ายในการซ่อมแซมอุปกรณ์นั้น ๆ อย่างไรก็ตามปัญหาดังกล่าวนี้สามารถแก้ไขได้ด้วยการปรับปรุงพื้นผิววัสดุโดยเคลือบฟิล์มบางที่มีความแข็งสูง ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธีแต่วิธีที่กำลังได้รับความสนใจจากกลุ่มวิจัยและภาคอุตสาหกรรมในปัจจุบันคือการเคลือบในสูญญากาศซึ่งแบ่งเป็น 2 กลุ่ม คือ การทับถมของไอทางเคมี (chemical vapor deposition) และ การทับถมของไอเชิงกายภาพ (physical vapor deposition) ทั้งนี้ส่วนใหญ่แล้วการเคลือบฟิล์มบางที่มีความแข็งสูงในภาคอุตสาหกรรมนิยมเคลือบด้วยเทคนิคการทับถมของไอเชิงกายภาพมากกว่าเทคนิคทางเคมี เพราะสามารถเคลือบได้ปริมาณมากกว่า ระบบไม่ยุ่งยากซับซ้อน และที่สำคัญคือฟิล์มที่เคลือบได้มีการยึดเกาะที่พื้นผิววัสดุรองรับ

ตัวอย่างการปรับปรุงพื้นผิววัสดุที่นิยมใช้ในการเคลือบฟิล์มบางที่มีความแข็งสูงคือ การเคลือบฟิล์มที่ใช้สารประกอบของธาตุ 2 ชนิด (binary hard coating) เช่น ไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) โดยมีความแข็งประมาณ 20 GPa (McIntyre *et al.*, 1990) แต่ฟิล์มดังกล่าวมีข้อด้อยคือไม่สามารถทำงานที่อุณหภูมิสูงเกินกว่า 550 °C ได้ เพราะเกิดการเสื่อมสภาพเป็นออกไซด์เกิดขึ้นที่ผิวของชั้นฟิล์ม (Somwangsakun, 2013) จึงได้มีการวิจัยและพัฒนาเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและคุณภาพของชั้นฟิล์มบาง โดยการเติมอะตอมของธาตุบางชนิดเช่น อะลูมิเนียม (Al) โครเมียม (Cr) และเซอร์โคเนียม (Zr) ทำให้เกิดเป็นสารประกอบของธาตุ 3 ชนิด (ternary hard coating) เพื่อเพิ่มความแข็งและความทนทานต่อการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง โดยฟิล์มที่กำลังได้รับความสนใจในปัจจุบันคือ ไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) เนื่องจากเป็นฟิล์มบางที่มีความเสถียรทั้งทางด้านเคมีและความร้อน มีความแข็งสูงประมาณ 34 GPa (Mei *et al.*, 2005) และสามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงถึง 900 °C ทำให้ใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ดีกว่าไทเทเนียมไนไตรด์

ทั้งนี้ในการเคลือบฟิล์มด้วยเทคนิคการทับถมของไอเชิงกายภาพนิยมเตรียมฟิล์มด้วยวิธีรีดอกซ์ที่พดซีแมกนีตรอนสเปคโตรริง โดยมีตัวแปรต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อสมบัติของฟิล์มได้แก่ กำลังไฟฟ้า (Jalali *et al.*, 2015) ความต่างศักย์ไบแอส (Chu *et al.*, 2006) อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน (Chaiyakun *et al.*, 2013) และอุณหภูมิ (Barshilia *et al.*, 2005) จากการศึกษาอิทธิพลของกำลังไฟฟ้าต่อสมบัติของฟิล์มพบว่าเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้า อัตราการเคลือบของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นซึ่งสามารถอธิบายได้จากสเปคโตรริงยัดที่เพิ่มขึ้น จึงเป็นผลให้มีอนุภาคตกเคลือบลงบนวัสดุรองรับได้มากทำให้ความหนาของฟิล์มที่เตรียมได้เพิ่มขึ้น (Xiao *et al.*, 2018) และจากการศึกษาอิทธิพลอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนฟิล์มมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างผลึกได้ดีขึ้น ซึ่งส่งผลให้มีความแข็งเพิ่มขึ้นด้วย (Shew & Huang, 1995) โดยตัวแปรทั้งสองที่กล่าวมานี้มีอิทธิพลอย่างมากต่อฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ อย่างไรก็ตาม งานวิจัยที่ผ่านมายังไม่ค่อยแสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของตัวแปรเหล่านี้ต่อองค์ประกอบของธาตุในเนื้อฟิล์มที่สัมพันธ์กับสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์ม ดังนั้นในงานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าและอัตราการไหลของ



แก๊สไนโตรเจนที่มีต่อองค์ประกอบของธาตุสมบัติทางโครงสร้างและความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง

วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ถูกเคลือบโดยกระบวนการรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปีดเตอริง โดยการติดตั้งแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงเข้ากับระบบเคลือบด้วยการต่อคีย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วแคโทดซึ่งคือเป้าสารเคลือบและขั้วแอโนดเป็นวัสดุรองรับ โดยเป้าสารเคลือบเป็นสารประกอบระหว่างไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมด้วยสัดส่วน 70/30 at% ความบริสุทธิ์ 99.8% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50.8 mm หนา 6 mm วัสดุรองรับใช้แผ่นซิลิกอนระนาบ (100) ใช้แก๊สอาร์กอน ความบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปีดเตอริงและแก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995% เป็นแก๊สไวต่อปฏิกิริยาโดยควบคุมผ่านเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส (mass flow controller)

ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มเริ่มจากนำวัสดุรองรับซิลิกอนขนาด $2 \times 2 \text{ cm}^2$ ที่ผ่านการทำความสะอาดแล้ววางบนแท่นวางวัสดุรองรับภายในภาชนะสุญญากาศโดยปรับระยะห่างระหว่างวัสดุรองรับให้ห่างจากเป้าสารเคลือบ 10 cm และปิดชัตเตอร์ไว้หน้าเป้าสารเคลือบ หลังจากนั้นทำการสร้างสภาวะสุญญากาศโดยลดความดันภายในห้องเคลือบลงด้วยเครื่องสูบลูกสูบและเปิดเครื่องสูบลูกสูบโอมิเลกุลให้ได้เท่ากับ $5 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ ใช้เป็นความดันพื้น หลังจากนั้นป้อนแก๊สอาร์กอนเข้าไปในภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบ (pre-sputtering) ก่อนการเคลือบจริง ด้วยการใส่พลาสมาของแก๊สอาร์กอนซึ่งเกิดจากการแตกตัวของแก๊สอาร์กอนในกระบวนการโกลด์ริสชาร์จด้วยกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 150 W โดยจะปิดชัตเตอร์ไว้เพื่อไม่ให้อะตอมของสารเคลือบที่หลุดออกจากหน้าเป้าไปตกบนวัสดุรองรับ ซึ่งใช้เวลาประมาณ 5 min หลังจากนั้นป้อนแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศและปรับกำลังไฟฟ้าตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลองดังตารางที่ 1 จึงเริ่มการเคลือบฟิล์มโดยการเปิดชัตเตอร์ออกเพื่อให้อะตอมของสารเคลือบตกลงบนวัสดุรองรับ

ฟิล์มที่เตรียมได้ถูกนำไปศึกษาสมบัติทางโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD, รุ่น RIGAKU TTRAX III) โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างระดับจุลภาคและความหนาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (field emission scanning electron microscope, FE-SEM, รุ่น MIRA3 TESCAN) ศึกษาองค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคสเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงาน (energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX) วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM, รุ่น SEIKO SPA400) และตรวจสอบความแข็งด้วยเทคนิคนาโนอินเดนเทนชัน (nanoindentation test, รุ่น TI PREMIER)

**ตารางที่ 1** เงื่อนไขและรายละเอียดของการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

ชื่อตัวอย่าง	กำลังไฟฟ้า (W)	อัตราการไหลของ แก๊สไนโตรเจน (sccm)	อัตราการไหลของ แก๊สอาร์กอน (sccm)	อัตราการเคลือบ (nm/min)	ความหนา (nm)	เวลาในการเคลือบ (min)
TAN1	50	0.6	20	7.58	720	95
TAN2	50	1.0	20	6.27	595	95
TAN3	100	0.6	20	14.32	859	60
TAN4	100	1.0	20	12	720	60

ผลการวิจัย

ภาพที่ 1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อพิจารณาอิทธิพลของค่ากำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบเท่ากับ 50 และ 100 W ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 0.6 sccm ผลที่ได้พบว่าไม่ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แต่เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.0 sccm ที่กำลังไฟฟ้า 50 W ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 37.11° , 43.05° และ 62.64° ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกของสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์จากฐานข้อมูล JCPDS เลขที่ 381420 ที่ระนาบ (111) (200) และ (220) ตามลำดับ และที่กำลังไฟฟ้า 100 W ปรากฏพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 37.27° ซึ่งสอดคล้องกับระนาบ (111) เพียงพีคเดียว สำหรับพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.30° เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ

ตารางที่ 2 แสดงค่าคงที่แลตทิซและขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111) ซึ่งเป็นพีคที่มีความเข้มสูงสุด โดยขนาดผลึกหาได้จากสมการเชอร์เรอร์ซึ่งอาศัยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้และค่าคงที่แลตทิซหาได้จากระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ดังสมการที่ (1) และ (2) ตามลำดับ พบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 50 เป็น 100 W สำหรับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 1.0 sccm ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซมีขนาดลดลงจาก 23.5 เป็น 10.9 nm และ จาก 4.1928 เป็น 4.1754 Å ตามลำดับ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

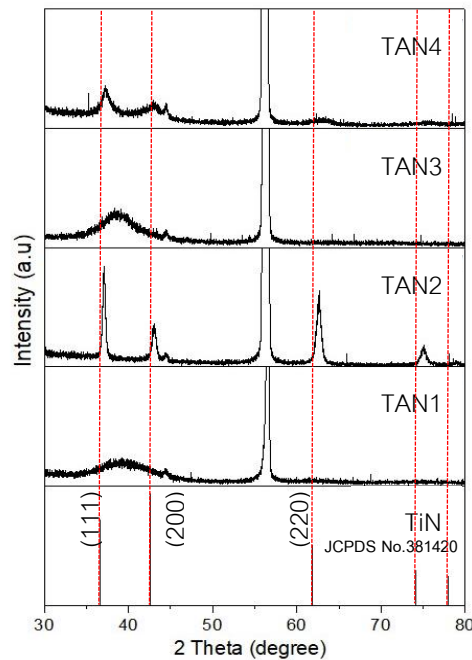
เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ k คือ ค่าคงที่เชอว์เรอร์เท่ากับ 0.9λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ โดยใช้ Cu-K α ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ β คือ ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด และ θ คือ มุมการเลี้ยวเบนของแบรกก (Bragg's angle)

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (2)$$

เมื่อ d_{hkl} คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก a คือ ค่าคงที่แลตทิซ และ $h k l$ คือ ดัชนีมิลเลอร์

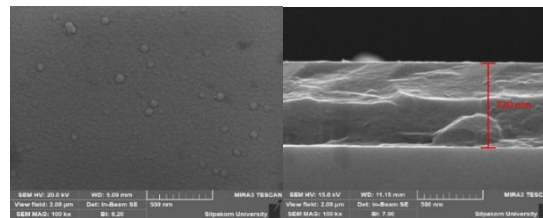
ตารางที่ 2 ขนาดผลึกและค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ระนาบ (111)

ชื่อตัวอย่าง	ระนาบ (111)		
	FWHM (rad)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
TAN2	0.006	23.5	4.1928
TAN4	0.12	10.9	4.1754

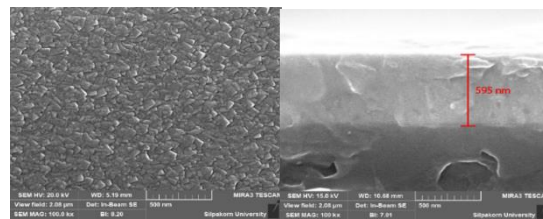


ภาพที่ 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ

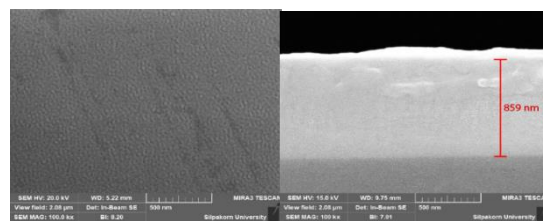
ภาพที่ 2 แสดงโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 50 เป็น 100 W ความเรียบของพื้นผิวฟิล์มมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยมีขนาดเกรนที่ลดลงสอดคล้องกับผลที่คำนวณจาก XRD ส่วนอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้พื้นผิวของฟิล์มมีลักษณะของเกรนที่ใหญ่ขึ้นในเงื่อนไขทั้งสองของกำลังไฟฟ้า ทั้งนี้ลักษณะของเกรนจะเป็นแบบกลมทุกเงื่อนไข ยกเว้นเงื่อนไข TAN2 จะได้ลักษณะเกรนเป็นแบบเหลี่ยม สอดคล้องกับงานวิจัย (Wuhrer *et al.*, 2002) ที่เตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์และได้โครงสร้างผลึกสอดคล้องกับลักษณะของเกรนดังกล่าว สำหรับความหนาของฟิล์มที่พิจารณาจากภาพตัดขวาง พบว่าเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้า ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน พบว่าความหนาของฟิล์มมีค่าลดลง โดยที่เงื่อนไข TAN1 TAN2 TAN3 และ TAN4 มีความหนาเป็น 720 595 859 และ 720 nm ตามลำดับ



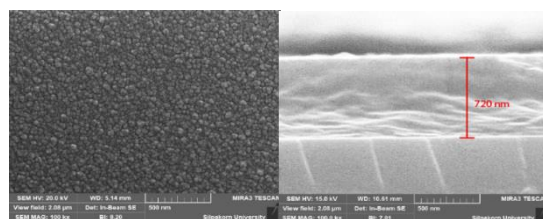
(a)



(b)



(c)



(d)

ภาพที่ 2 ลักษณะพื้นผิวและภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM

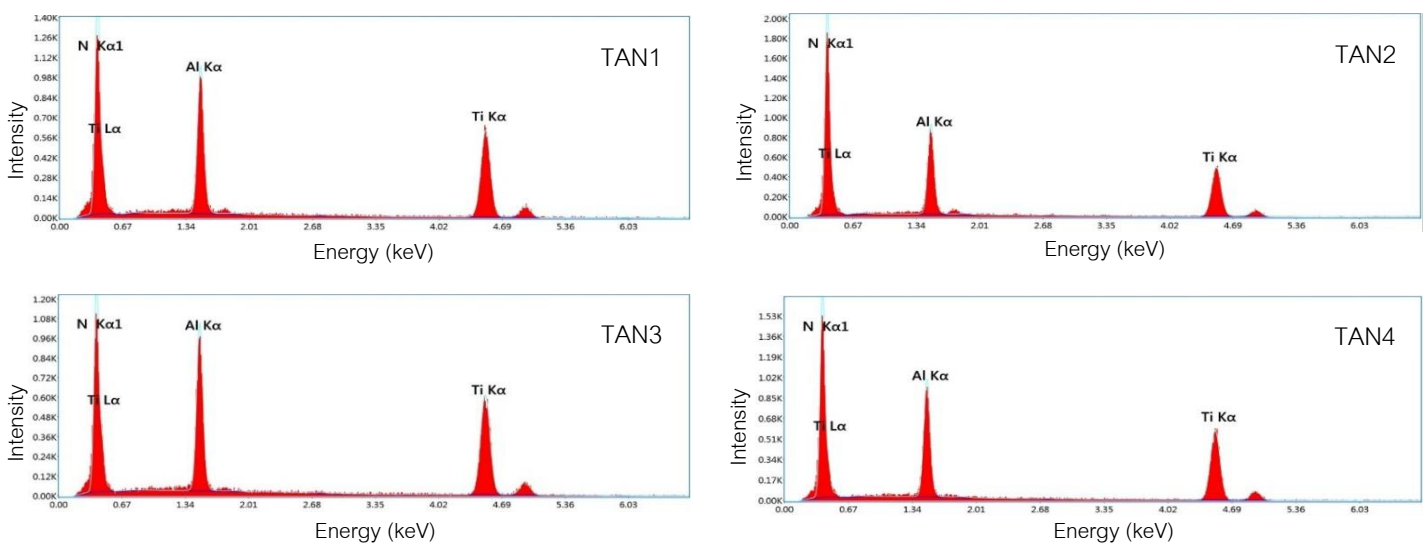
(a) TAN1 (b) TAN2 (c) TAN3 และ (d) TAN4

จากความหนาของฟิล์มที่วัดได้เมื่อพิจารณาอัตราการเคลือบฟิล์มแสดงดังตารางที่ 1 พบว่าเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าจาก 50 เป็น 100 W อัตราการเคลือบของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.6 เป็น 1.0 sccm อัตราการเคลือบของฟิล์มมีค่าลดลง

ภาพที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDX ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ และข้อมูลที่ได้แสดงดังตารางที่ 3 พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีองค์ประกอบเป็นไทเทเนียม อะลูมิเนียม และไนโตรเจน ทุกเงื่อนไข สอดคล้องกับค่าพลังงานในการเคลือบ โดยเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าจาก 50 เป็น 100 W พบว่าปริมาณไทเทเนียมและอะลูมิเนียมมีค่าเพิ่มขึ้นสอดคล้องกับผลของอัตราการเคลือบที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่ปริมาณไนโตรเจนมีค่าลดลง ซึ่งแตกต่างกับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นจาก 0.6 เป็น 1.0 sccm พบว่าปริมาณไทเทเนียมและอะลูมิเนียมมีค่าลดลง ในขณะที่ปริมาณไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับผลของอัตราการเคลือบที่ลดลง เมื่อพิจารณาถึงฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ สัดส่วนของฟิล์มที่ได้ระหว่างไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมต้องมีค่าใกล้เคียงกัน (Alarcon *et al.*, 2013) และผลรวมของสัดส่วนทั้งสองต้องมีค่าเท่ากับไนโตรเจน จึงจะได้ฟิล์มที่มีความเหมาะสม (Schramm *et al.*, 2017)

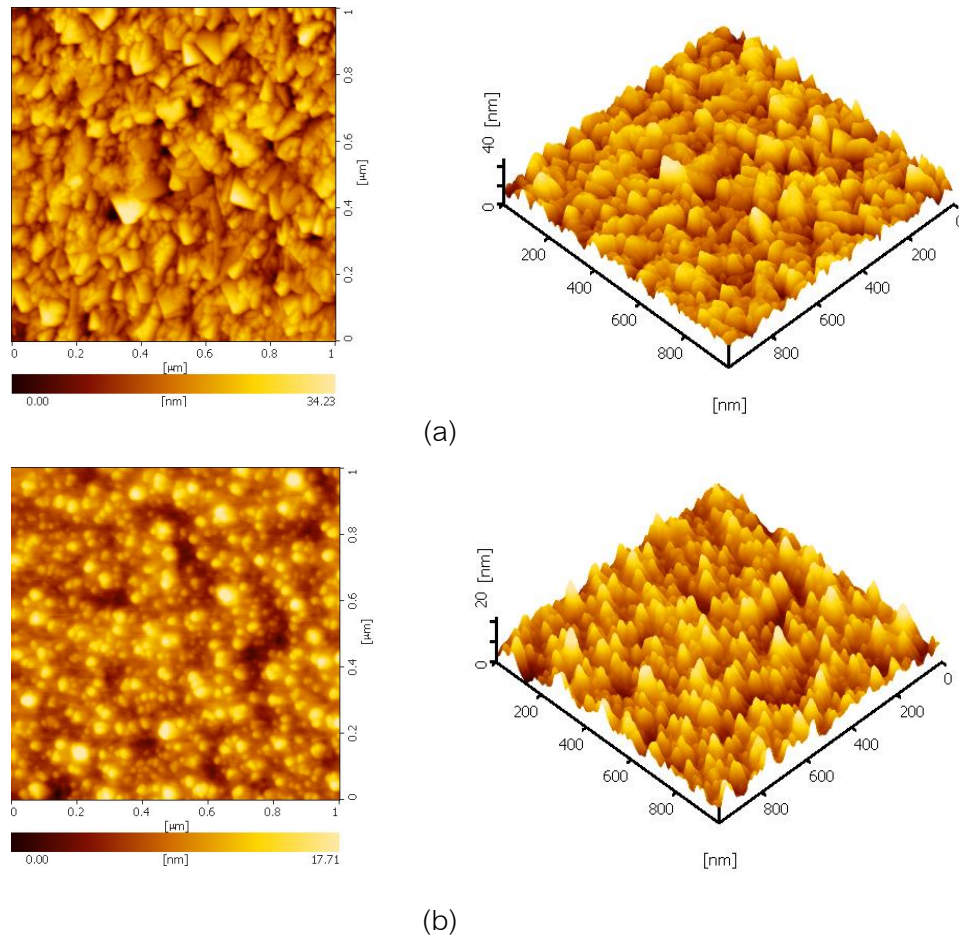
ตารางที่ 3 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ

ชื่อตัวอย่าง	ไทเทเนียม (at%)	อะลูมิเนียม (at%)	ไนโตรเจน (at%)
TAN1	44.50	18.59	36.90
TAN2	34.17	15.17	50.66
TAN3	47.64	19.87	32.50
TAN4	41.08	17.10	41.82



ภาพที่ 3 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ

ภาพที่ 4 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์วิเคราะห์จากเทคนิค AFM เฉพาะฟิล์มที่เตรียมได้เป็นโครงสร้างผลึกที่เงื่อนไข TAN2 และ TAN4 โดยพบว่าที่เงื่อนไข TAN2 เกรนมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนปลายแหลมคล้ายพีระมิด มีค่าความขรุขระพื้นผิวเท่ากับ 4.102 nm ส่วนเงื่อนไข TAN4 เกรนมีลักษณะเป็นแท่งเรียวยาวปลายแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม มีค่าความขรุขระพื้นผิวเท่ากับ 2.116 nm ผลที่ได้มีความสอดคล้องกับผลจาก XRD ที่พบพีคความเข้มของระนาบ (111) มีค่าสูงสุด

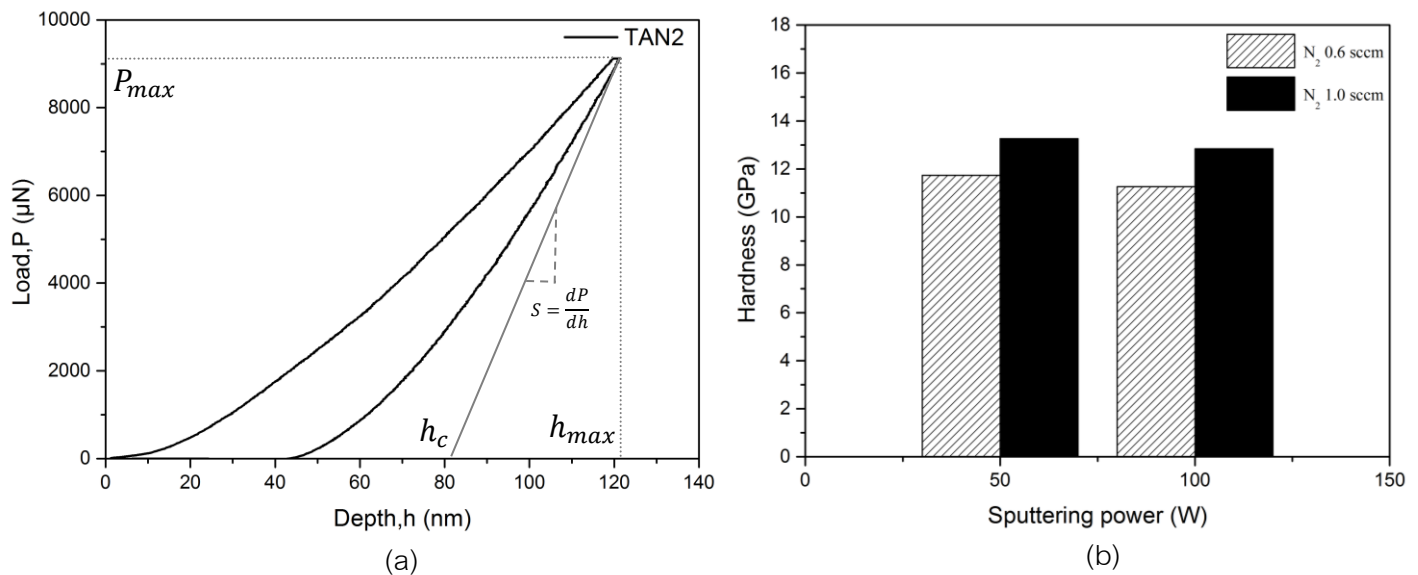


ภาพที่ 4 ลักษณะพื้นผิวแบบ 2 และ 3 มิติที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM (a) TAN2 และ (b) TAN4

ภาพที่ 5 แสดงค่าความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์วิเคราะห์จากเทคนิคนาโนอินเดนเทนชัน ในงานวิจัยนี้ใช้หัวกดแบบเบอร์โกวิช (berkovich) ในการควบคุมแรงโหลดขนาด 9 mN โดยกดทั้งหมด 6 ครั้ง มีระยะห่างกัน 50 μm สามารถคำนวณค่าความแข็งได้ ดังสมการที่ (3) พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ความแข็งของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้า พบว่าความแข็งของฟิล์มมีค่าลดลง โดยเงื่อนไข TAN1 TAN2 TAN3 และ TAN4 มีค่าความแข็งเท่ากับ 11.73 13.26 11.25 และ 12.84 nm ตามลำดับ

$$H = \frac{P_{max}}{A_s} = \frac{P_{max}}{24.56h_c^2} \quad (3)$$

เมื่อ H คือ ความแข็ง P_{max} คือ แรงโหลดสูงสุดที่ใส่กด A_s คือ พื้นที่ของหัวกดเบอร์โกวิทซ์มีค่าเท่ากับ $24.56h_c^2$ h_c คือ ความลึกสัมผัส สามารถหาได้จาก $h_c = h_{max} - 0.75 \frac{P_{max}}{S}$ S คือ ความชันเส้นสัมผัส และ h_{max} คือความลึกสูงสุดในการกด



ภาพที่ 5 การวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์จากเทคนิคนาโนอินเดนเทนชัน

(a) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างแรงโหลดกับความลึกของรอยกด และ (b) ความแข็งของฟิล์มบาง

วิจารณ์ผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟดีโพสิชันเพื่อศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าและอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน พบว่าฟิล์มที่เตรียมด้วยเงื่อนไข TAN2 และ TAN4 แสดงโครงสร้างผลึกที่ระนาบ (111) สูงสุด สอดคล้องกับค่าคงที่แลตทิซ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (Almer *et al.*, 2003) โดยมีค่าคงที่แลตทิซน้อยกว่าฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ เนื่องจากมีอะตอมอะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่ในโครงสร้างผลึก จากระนาบผลึกที่พบส่งผลทำให้ฟิล์มมีลักษณะพื้นผิวที่มีขนาดเกรนและความขรุขระพื้นผิวเพิ่มขึ้นตามขนาดผลึก อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาถึงอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เงื่อนไข TAN1 และ TAN3 ซึ่งมีปริมาณน้อยและไม่เพียงพอต่อการฟอร์มตัวเป็นโครงสร้างผลึกไนไตรด์และเมื่อพิจารณาที่กำลังไฟฟ้าของเงื่อนไข TAN2 และ TAN4 กำลังไฟฟ้าที่สูงกว่าในเงื่อนไข TAN4 ส่งผลให้ปริมาณของไทเทเนียมและอะลูมิเนียมที่หลุดออกจากเป้าสารเคลือบสูงกว่าเงื่อนไข TAN2



ส่งผลให้มีการพอร์มตัวเป็นโครงสร้างผลึกไนโตรดได้น้อยกว่า ยิ่งไปกว่านั้นแล้ว เมื่อพิจารณาถึงองค์ประกอบของธาตุและความแข็งของฟิล์ม พบว่าที่เงื่อนไข TAN2 มีสัดส่วนของอะตอมไทเทเนียมกับอะลูมิเนียมต่อไนโตรเจนเหมาะสมที่สุดประมาณ 50:50 (Schramm *et al.*, 2017) แต่ความแข็งที่ได้ยังมีค่าน้อยกว่าฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนโตรดอยู่มาก เพราะว่เปอร์เซ็นต์ของอะตอมไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมแตกต่างกันมากเท่ากับ 2.25 เท่า ซึ่งอัตราส่วนนี้ควรจะมีค่าใกล้เคียงกันจึงจะแสดงความแข็งของฟิล์มไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนโตรด (Shugurov & Kazachenok, 2018) ในงานวิจัยนี้ฟิล์มที่เตรียมได้แข็งที่สุดมีค่าเข้าใกล้ความแข็งของฟิล์มไทเทเนียมไนโตรด (Ljungcrantz *et al.*, 1996) เนื่องจากอิทธิพลของสัดส่วนไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมที่ใช้เป็นเป้าสารเคลือบมีค่าเป็น 70/30 at%

สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนโตรดถูกเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงบนแผ่นซิลิกอน พบว่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนส่งผลต่อการก่อตัวเป็นโครงสร้างผลึกมากกว่าผลของกำลังไฟฟ้า โดยพบโครงสร้างผลึกสูงสุดที่เงื่อนไข TAN2 รองลงมาคือ TAN4 โดยเงื่อนไข TAN1 และ TAN3 ไม่พบโครงสร้างผลึกไนโตรด สอดคล้องกับสัดส่วนองค์ประกอบของธาตุไนโตรเจนที่ลดลง การเพิ่มกำลังไฟฟ้าส่งผลให้ปริมาณอะตอมไทเทเนียมกับอะลูมิเนียมมีค่าเพิ่มขึ้น ฟิล์มที่มีการก่อตัวเป็นโครงสร้างผลึกจะมีขนาดผลึกและความขรุขระพื้นผิวสูง ส่งผลให้ความแข็งของฟิล์มที่ได้มีค่าสูงสุด แต่ยังไม่ใช่สัดส่วนของอะตอมไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมที่เหมาะสมที่จะทำให้ได้ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนโตรด เนื่องจากความแข็งที่ได้เข้าใกล้ฟิล์มบางไทเทเนียมไนโตรดด้วยสาเหตุจากอะตอมของไทเทเนียมมีค่ามากกว่าอะตอมของอะลูมิเนียมอยู่มาก

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยศิลปากร สัญญาเลขที่ SURDI 60/01/18 และขอขอบคุณศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) โดยสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่และเครื่องมือในการทำงานวิจัย

เอกสารอ้างอิง

Almer, J., Lienert, U., Peng, R. L., Schlauer, C., & Oden, M. (2003). Strain and texture analysis of coatings using high-energy x-rays. *Applied Physics*, 94, 697-702.

Alarcon, L., Casados, D.A., Romero, S., Fernández, M., Alvarez, J., & Haro-Poniatowski, E. (2013). Effect of aluminum plasma parameters on the physical properties of Ti-Al-N thin films deposited by reactive crossed beam pulsed laser deposition. *Applied Surface Science*, 283, 808-812.



- Barshilia, H.C., Prakash, M., Jain, A., & Rajam, K.S. (2005). Structure hardness and thermal stability of TiAlN and nanolayered TiAlN/CrN multilayer films. *Vacuum*, 77, 169–179.
- Chu, K., Shum, P.W., & Shen, Y.G. (2006). Substrate bias effects on mechanical and tribological properties of substitutional solid solution (Ti,Al)N films prepared by reactive magnetron sputtering. *Materials Science & Engineering: B*, 131, 62-71.
- Chaiyakun, S., Somwangsakul, A., Buranawong, A., Kaewkhao, J., & Witit-anun, N. (2013). Effect of N₂ flow rates on properties of nanostructured TiAlN thin films prepared by reactive magnetron co-sputtering. 770, 161-164.
- Jalali, R., Parhizkar, M., Bidadi, H., Naghshara, H., & Hosseini, S. (2015). Effect of Al content, substrate temperature and nitrogen flow on the reactive magnetron co-sputtered nanostructure in TiAlN thin films intended for use as barrier material in DRAMs. *Korean Physical Society*, 66(6), 978-983.
- Ljungcrantz, H., Oden, M., Hultman, L., Greene, J.E., & Sundgren, J.E. (1996). Nanoindentation studies of single crystal (001), (011), and (111) oriented TiN layers on MgO. *Applied Physics*, 80(12), 6725-6733.
- Mei, F., Shao, N., Wei, L., & Li, G. (2005). Effect of N₂ partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters*, 59(17), 2210-2213.
- McIntyre, D., Greene, J.E., Hakansson, G., Sundgren, J.E., & Munz, W.D. (1990). Oxidation of metastable single phase polycrystalline Ti_{0.5}Al_{0.5}N films: kinetics and mechanisms. *Applied Physics*, 67(3), 1542-1553.
- Somwangsakul, A. (2013). Preparation and characterization of titanium aluminum nitride thin film deposited by reactive DC magnetron co-sputtering method. Master of science in physics, Faculty of science, Burapha university. (in Thai)
- Shugurov, A., & Kazachenok, M. (2018). Mechanical properties and tribological behavior of magnetron sputtered TiAlN/TiAl multilayer coatings. *Surface and Coatings Technology*, 353, 254-262.



- Shew, B., & Huang, J. (1995). The effects of nitrogen flow on reactively sputtered Ti-Al-N films. *Surface and Coatings Technology*, 71, 30-63.
- Schramm, I.C., Pauly, C., Joesaar, M.P., Slawik, S., Suarez, S., Mucklich, F., & Oden, M. (2017). Effects of nitrogen vacancies on phase stability and mechanical properties of arc deposited $(\text{Ti}_{0.52}\text{Al}_{0.48})\text{N}_y$ ($y < 1$) coatings. *Surface and Coatings Technology*, 330, 77-86.
- Wuhrer, R., & Yeung, W.Y. (2002). A study on the microstructure and property development of D.C magnetron co-sputtered ternary titanium aluminum nitride coatings: Part III effect of substrate bias voltage and temperature. *Materials science*, 37, 1993-2004.
- Xiao, W., Deng, H., Zou, S., Ren, Y., Tang, D., Lei, M., Xiao, C., Zhou, X., & Chen, X. (2018). Effect of roughness of substrate and sputtering power on the properties of TiN coatings deposited by magnetron sputtering. *Nuclear Materials*, 509, 542-549.