วารสารวิทยาศาสตร์บูรพา ปีที่ 26 (ฉบับที่ 3) กันยายน – ธันวาคม พ.ศ. 2564
BURAPHA SCIENCE JOURNAL Volume 26 (No.3) September – December 2021 บทความวิจัย

อิทธิพลของอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

Influence of Nitrogen Flow Rate on Properties of TiAlN Thin Film Prepared by Reactive DC Magnetron Sputtering

จริยาภรณ์ รักคุณ[1], วิทวัช วงศ์พิศาล[2], กีรติ วารี[2] และ กมล เอี่ยมพนากิจ[1*]

Jariyaporn Rukkun[1], Witthawat Wongpisan[2], Kirati Waree[2] and Kamon Aiempanakit[1*]

[1] *สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์*

[2] *ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.)*

[1] *Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Thammasat*

[2] *National Metal and Materials Technology Center (MTEC), National Science and Technology Development Agency (NSTDA)*

Received : 11 September 2020

Revised : 6 January 2021

Accepted : 4 March 2021

บทคัดย่อ

ในบทความนี้ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ถูกเตรียมบนแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว ความหยาบผิว (surface roughness) และความแข็ง (hardness) ของฟิล์มบาง TiAlN ถูกวิเคราะห์โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer; XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ชนิดฟิลด์อิมิชชั่น (field emission scanning electron microscope; FE-SEM) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscopy; AFM) และเครื่องทดสอบความแข็งในระดับนาโน (nanoindenter test) ตามลำดับ แรงดันไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนและพบว่าโหมดทรานซิชันมีค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนอยู่ในช่วงเท่ากับ 0.2-0.8 sccm ในขณะที่โหมดสารประกอบมีค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนมากกว่า 0.8 sccm ผลจากเทคนิค XRD แสดงโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง TiAlN ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1.3 และ 2.0 sccm ที่ระนาบ (200) เด่นชัดที่สุด นอกจากนี้ความเป็นผลึกขนาดของผลึกและความหยาบผิวมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ความแข็งของฟิล์มบาง TiAlN มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 10.28 เป็น 14.99 GPa เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.4 ถึง 2.0 sccm ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับความเป็นผลึก นอกจากนี้สัดส่วนองค์ประกอบธาตุของฟิล์มบาง TiAlN ศึกษาด้วยเทคนิคสเปคโตรสโคปีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (energy dispersive x-ray spectroscopy; EDS) พบว่าสัดส่วนองค์ประกอบของธาตุของไนโตรเจนต่อไทเทเนียมรวมกับอะลูมิเนียมและไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 1.17 และ 2.3 ที่อัตราการไหลของไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ซึ่งตัวแปรเหล่านี้มีความสำคัญต่อโครงสร้างผลึกและความแข็ง โดยความแข็งที่ได้นั้นมีค่าใกล้เคียงกับ TiN มากกว่า TiAlN เนื่องจากฟิล์มบางที่เตรียมได้มีสัดส่วนของไทเทเนียมมากกว่าอลูมิเนียมถึงสองเท่า

คำสำคัญ : ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ; อัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน ; สปัตเตอริง ; องค์ประกอบของธาตุ

Abstract

In this paper, Titanium aluminium nitride (TiAlN) thin films were deposited on Si substrates by reactive DC magnetron sputtering. The effects of nitrogen gas flow rates on the crystal structure, surface morphology, surface roughness, and hardness of TiAlN films were characterized by X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscope (FE-SEM), atomic force microscope (AFM) and nanoindenter test, respectively. Target voltage was increased as a function of nitrogen gas flow rates and it indicated that transition mode was found in the range of 0.4-0.8 sccm while compound mode was found over 0.8 sccm. The XRD result showed that crystal structure of TiAlN thin films was found for nitrogen flow rates of 1.3 and 2.0 sccm with prefer orientation of (200) plane. Moreover, crystallinity, crystalline size, and surface roughness were enhanced via increasing nitrogen flow rates. Hardness of TiAlN thin films was improved from 10.28 to 14.99 GPa with increasing nitrogen flow rates from 0.4 to 2.0 sccm, respectively, corresponding with crystallinity. In addition, elemental composition ratio of TiAlN thin films was confirmed by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) technique. It was found that elemental composition ratio of N/(Ti+Al) and Ti/Al were 1.17 and 2.3 for nitrogen flow rates of 2.0 sccm. These variables were important for the crystal structure and hardness. The resulting hardness was more similar to TiN than TiAlN because the prepared film has twice atomic proportion of titanium than aluminum.

Keywords : TiAlN thin film ; N_2 gas flow rate ; sputtering ; elemental composition

***Corresponding author. E-mail:** akamon@tu.ac.th

บทนำ

การพัฒนาอุตสาหกรรมที่ผ่านมาได้สร้างความต้องการหลายอย่างของเทคโนโลยีวัสดุที่มุ่งเน้นไปที่การปรับปรุงพื้นผิวของเครื่องมือตัดและเจาะ เพื่อเพิ่มความต้านทานการสึกหรอและการกัดกร่อนของเครื่องมือ มีการนำสารประกอบคาร์ไบด์และไนไตรด์มาใช้ในอุตสาหกรรม ซึ่งฟิล์มบางของโลหะทรานซิชันไนไตรด์ได้รับการศึกษาอย่างกว้างขวาง เนื่องจากมีสมบัติที่น่าสนใจ เช่น มีความแข็งสูง สามารถต้านทานการสึกหรอได้ดีและมีความเสถียรทางเคมี อย่างไรก็ตามธาตุไนไตรด์หลายชนิดได้รับความสนใจเป็นพิเศษ ซึ่งหนึ่งในฟิล์มบางที่มีแนวโน้มมากที่สุด คือ ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ (TiN) เนื่องจากมีสมบัติดีเยี่ยมหลายประการ (Devia *et al*., 2011) แต่ฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์มีข้อจำกัดบางประการ คือไม่สามารถต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงเกิน 500 องศาเซลเซียส เป็นผลทำให้สมบัติด้านความแข็งของฟิล์มลดลง แนวทางหนึ่งสำหรับการแก้ปัญหาที่ได้รับความสนใจ คือ การเพิ่มอะลูมิเนียม (Al) เข้าไปในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ เพื่อฟอร์มตัวเป็นชั้นของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (TiAlN) ซึ่งไม่เพียงเพิ่มสมบัติความต้านทานการกัดกร่อนเนื่องจากเกิดชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์บนผิวหน้าของฟิล์มบางหลังการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงและยังช่วยเพิ่มความแข็งให้แก่ฟิล์มบางที่ได้อีกด้วย นอกจากนั้นฟิล์มดังกล่าวยังมีค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานต่ำ ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ส่วนใหญ่ถูกเตรียมด้วยวิธีการระเหยไอทางกายภาพ เช่น รีแอคทีฟ ดีซี/อาร์เอฟ สปัตเตอริงและการอาร์คในสุญญากาศ เป็นต้น การเคลือบด้วยฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยการสปัตเตอริงได้รับความสนใจอย่างมากเนื่องจากสามารถควบคุมสัดส่วนปริมาณของธาตุในฟิล์มบางได้ง่ายและยังควบคุมพารามิเตอร์อื่น ๆ ได้ เช่น กำลังไฟฟ้า ความดัน อัตราการไหลของแก๊สและเวลาในการเคลือบ ซึ่งพารามิเตอร์เหล่านี้ส่งผลต่อสมบัติของฟิล์มบาง นอกจากนี้ฟิล์มบางที่เตรียมได้มีการยึดเกาะกับพื้นผิววัสดุรองรับได้ดี (Somwangsakun *et al*., 2012; Chakrabarti *et al*., 2002)

การสปัตเตอริงสามารถทำได้ภายใต้ความดันต่ำอาศัยการดิสชาร์จไฟฟ้าของแก๊สเฉื่อยทำให้แตกตัวเป็นไอออน จากนั้นไอออนจะถูกเร่งให้วิ่งเข้าชนแผ่นเป้าสารเคลือบ ซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้า อนุภาคของเป้าสารเคลือบที่ถูกชนด้วยไอออนของแก๊สพลังงานสูงนั้นจะหลุดจากเป้าสารเคลือบและวิ่งออกมาด้วยความเร็วสูงเข้าชนและ เคลือบเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ (Danisman *et al*., 2014) จากงานวิจัยก่อนหน้า (Ali *et al*., 2013) ได้ศึกษาผลกระทบของเงื่อนไขการเคลือบที่มีต่อสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยวิธีแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง เพื่อศึกษาผลของอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนในช่วง 2.0 ถึง 10.0 sccm ต่อลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิว พบว่าเมื่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มสูงขึ้น โครงสร้างของฟิล์มมีความหนาแน่นขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มมีความแข็งเพิ่มขึ้น เพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนและมีค่ามุมสัมผัสหยดน้ำเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ อย่างไรก็ตามในงานวิจัยต่าง ๆ ไม่ได้มีการกล่าวถึงผลกระทบของลูปฮิสเทอรีซีส (hysteresis loop) ต่อสมบัติของฟิล์ม ซึ่งเป็นส่วนที่สำคัญต่อการเกิดองค์ประกอบของฟิล์มที่ส่งผลโดยตรงต่อสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยได้สนใจเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงและศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติทางโครงสร้างและความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ โดยดูผลกระทบของลูปฮิสเทอรีซีสและพิจารณาค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่โหมดทรานซิชันและโหมดสารประกอบต่อสัดส่วนปริมาณองค์ประกอบของสารเพื่ออธิบายสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้

วิธีดำเนินการวิจัย

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ถูกเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ด้วยเป้าสารเคลือบแบบอัลลอยของไทเทเนียม/อะลูมิเนียม (70/30 at%) มีความบริสุทธิ์ 99.8% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50.8 mm หนา 6.0 mm การเคลือบใช้แก๊ส 2 ชนิด ได้แก่ แก๊สอาร์กอน (Ar) มีความบริสุทธิ์ 99.999% ทำหน้าที่เป็นแก๊สสปัตเตอร์ และแก๊สไนโตรเจน (N_2) มีความบริสุทธิ์ 99.995% ทำหน้าที่เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา วัสดุรองรับที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นแผ่นซิลิกอนระนาบ (100)

การเคลือบเริ่มจากนำวัสดุรองรับที่ผ่านการทำความสะอาดแล้วเข้าห้องเคลือบโดยวางบนแท่นวางชิ้นงาน ซึ่งสามารถปรับระยะห่างของวัสดุรองรับให้ห่างจากหน้าเป้าสารเคลือบเท่ากับ 10 cm แล้วเลื่อนชัตเตอร์มาปิดหน้าเป้าสารเคลือบ จากนั้นลดความดันภายในห้องเคลือบ โดยเปิดเครื่องสูบสกรอลล์ (scroll pump) ให้ได้ความดันเท่ากับ $5x10^{-1}$ mbar แล้วเปิดเครื่องสูบเทอร์โบโมเลกุล (turbo-molecular pump) ให้ได้ความดันเท่ากับ $1x10^{-5}$ mbar จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของวัสดุรองรับให้คงที่ที่ 400 °C ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบโดยใช้พลาสมาอาร์กอนเป็นเวลาประมาณ 5 นาที หลังจากนั้นป้อนแก๊สอาร์กอนและแก๊สไนโตรเจนเข้าห้องเคลือบพร้อมกันโดยการควบคุมความดันตามต้องการประมาณ 3 mtorr โดยการปรับวาล์วสุญญากาศ จ่ายกำลังไฟฟ้าให้กับเป้าสารเคลือบและทำการเคลือบฟิล์มเป็นเวลา 45 นาที โดยมีเงื่อนไขการเคลือบแสดงดังตารางที่ 1

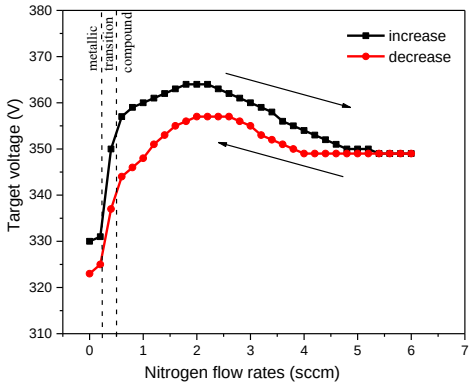
ฟิล์มบางที่เตรียมได้ถูกนำมาวัดและวิเคราะห์สมบัติ โดยวิเคราะห์ภาคตัดขวาง ลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ชนิดฟิลด์อิมิชชั่น (FE-SEM รุ่น MIRA3 TESCAN) วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคสเปคโตรสโคปีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (EDS รุ่น MIRA3 TESCAN) วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD รุ่น XRD 6000 Shimaszu) วิเคราะห์ความหยาบผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM รุ่น SEIKO SPA400) และวัดความแข็งของฟิล์มด้วยเครื่องทดสอบความแข็งในระดับนาโน (รุ่น TIPREMIER HYSITRON)

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

ตัวแปรของการเคลือบฟิล์มบาง	เงื่อนไขที่ใช้ในงานวิจัย
เป้าสารเคลือบ ไทเทเนียม/อะลูมิเนียม : Ti/Al (at%)	70/30
วัสดุรองรับ	แผ่นซิลิกอน
ความดันขณะเคลือบ (mtorr)	3
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (sccm)	20
อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน (sccm)	0-6.0
กำลังไฟฟ้า (W)	150
อุณหภูมิของวัสดุรองรับ (°C)	400
เวลาในการเคลือบ (min)	45

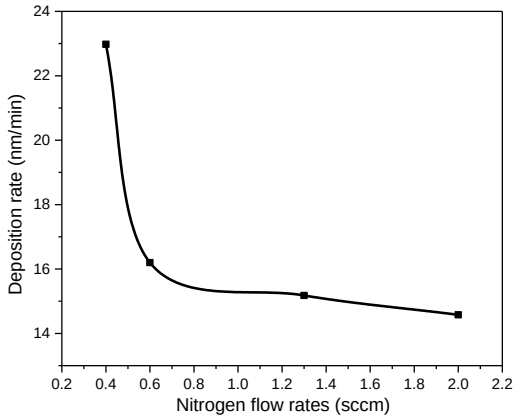
ผลการวิจัย

ภาพที่ 1 แสดงลูปฮิสเทอรีซีสของแรงดันไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบต่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน พบว่าเมื่อป้อนแก๊สอาร์กอนโดยยังไม่มีการป้อนแก๊สไนโตรเจนเป้าสารเคลือบจะอยู่ในโหมดโลหะ (matallic mode) มีค่าแรงดันไฟฟ้าประมาณ 330.0 V เมื่อเริ่มป้อนแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.2 sccm พบว่าแรงดันไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยหลังจากนั้นเมื่อเพิ่มแก๊สไนโตรเจนในช่วงเท่ากับ 0.4 sccm ถึง 0.8 sccm แรงดันไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจาก 332.0 V เป็น 358.8 V แสดงให้เห็นว่าบนหน้าเป้าสารเคลือบเริ่มมีการฟอร์มตัวของสารประกอบไนไตรด์ (nitride) ซึ่งอยู่ในโหมดทรานซิชัน (transition mode) (Musil *et al.,* 2005) หลังจากนั้นป้อนแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจนถึง 2.0 sccm แรงดันไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยและมีค่าสูงสุดเท่ากับ 364.0 V แรงดันไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นเล็กน้อยในช่วงนี้ แสดงให้เห็นถึงการฟอร์มตัวของสารประกอบไนไตรด์บนวัสดุรองรับค่อนข้างคงที่ ซึ่งอยู่ในโหมดสารประกอบ (compound mode) ผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Felmetsger และคณะ (Felmetsger *et al.,* 2008) เมื่อป้อนแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นมากกว่า 2.0 sccm แรงดันไฟฟ้ามีค่าลดลงเล็กน้อยและเริ่มคงที่จนถึงค่าแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 6.0 sccm เมื่อลดแก๊สไนโตรเจนลงพบว่าแรงดันไฟฟ้าก็จะลดลงตามปริมาณแก๊สไนโตรเจนและมีค่าแรงดันไฟฟ้าต่ำกว่าตอนที่เพิ่มปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพราะปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ลดลงทำให้เกิดการฟอร์มตัวของสารประกอบไนไตรด์ที่ผิวเป้าลดลงอย่างมาก ส่งผลให้ไอออนของอาร์กอนเข้าระดมชนที่ผิวเป้าสารเคลือบเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิได้เพิ่มขึ้น (Arif *et al.,* 2017) และเมื่อลดอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0 sccm ค่าแรงดันไฟฟ้าก็จะลดลงเข้าใกล้ค่าเริ่มต้น จากการศึกษาของ Li และคณะ (Li *et al.,* 2009) ซึ่งศึกษาลูปฮิสเทอรีซิสของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ลักษณะคล้ายกัน แต่แตกต่างกันของทิศทางการวนลูป เนื่องจากในการทดลองนี้ใช้ปริมาณแก๊สไนโตรเจนที่น้อยมากเมื่อเทียบกับปริมาณแก๊สอาร์กอน นอกจากนั้นแล้วแรงดันไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นหรือลดลงนั้นขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์การปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิของพื้นผิวเป้าสารเคลือบ (Gao *et al*., 2017; Arif *et al*., 2017) โดยการปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมินั้นเกิดจากสารประกอบที่แตกต่างกัน เช่น ออกไซด์และไนไตรด์ ซึ่งการฟอร์มตัวของสารประกอบไนไตรด์บนพื้นผิวเป้าสารเคลือบจะให้แรงดันไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีการปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่ต่ำกว่าตอนป้อนแก๊สไนโตรเจนเพิ่มและการลดลงของแรงดันไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบ โดยเกิดจากอะตอมของไนโตรเจนส่วนเกินจะทำปฏิกิริยากับอะตอมของไทเทเนียมอะลูมิเนียมที่หน้าเป้าสารเคลือบจนเกิดเป็นชั้นบาง ๆ ของสารประกอบไนไตรด์ (ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า target poisoning) (Felmetsger *et al*., 2008)



ภาพที่ 1 ลูปฮิสเทอรีซีสของแรงดันไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบต่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน

จากลักษณะลูปฮิสเทอรีซีสของการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนในโหมดทรานซิชันและโหมดสารประกอบถูกนำมาเป็นพารามิเตอร์ในการเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เพราะมีอัตราการเคลือบฟิล์มบางที่สูงและได้สารประกอบตามต้องการ ในงานวิจัยนี้ได้กำหนดอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 4 ค่า จากโหมดที่ได้กล่าวมาข้างต้น โดยเลือกจากโหมดทรานซิชันที่ค่า 0.4 sccm และโหมดสารประกอบที่ค่า 0.6 1.3 และ 2.0 sccm เมื่อทำการเตรียมฟิล์มและนำมาวิเคราะห์ความสัมพันธ์ของอัตราการเคลือบกับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ผลแสดงดังภาพที่ 2 จะเห็นได้ว่าเมื่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นอัตราการเคลือบจะลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Mei และคณะ (Mei *et al.*, 2005) ซึ่งศึกษาผลของความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่อโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ พบว่าที่ความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนต่ำอัตราการเคลือบสูงและเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นอัตราการเคลือบลดลงอย่างรวดเร็ว ทำให้อัตราการเคลือบของไทเทเนียมและอะลูมิเนียมเปลี่ยนแปลงไปเมื่อความดันย่อยแก๊สไนโตรเจนสูงเนื่องจากเกิดสารประกอบไนไตรด์ที่หน้าเป้าสารเคลือบ



ภาพที่ 2 อัตราการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ

ภาพที่ 3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.4 เป็น 0.6 sccm พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้เกิดพีคขนาดใหญ่ระหว่างมุม 37^{O} ถึง 40^{O} ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 0.6 sccm แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้เริ่มก่อตัวเป็นผลึกขนาดเล็กส่วนหนึ่งอาจเกิดจากปริมาณไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบมีค่าน้อยกว่าที่จะรวมตัวกับอะตอมของสารเคลือบที่ได้จากการสปัตเตอร์ในการฟอร์มตัวเป็นผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ (Devia *et al.*, 2011) แต่เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนให้สูงขึ้นไปจนถึง 2.0 sccm จะปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไนไตรด์ระนาบ (111) (200) และ (220) สอดคล้องกับมุม 2θ ที่ 37.14^{O} 43.15^{O} และ 62.66^{O} ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนมีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 56.50^{O} เป็นตำแหน่งพีคของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับผลการศึกษาครั้งนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Shew และคณะ (Shew *et al.*, 1997) ซึ่งพบว่าเมื่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีการจัดการเรียงตัวระนาบสูงสุดเปลี่ยนจากระนาบ (111) เป็นระนาบ (200) เนื่องจากระนาบ (111) เกิดขึ้นที่ระดับพลังงานพื้นผิวต่ำสุด เมื่อพิจารณารูปแบบการ

เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไนไตรด์ (JCPDS เลขที่ 381420) ซึ่งมีค่าคงที่แลตทิซเท่ากับ 4.241 Å เมื่อเทียบกับผลการทดลองที่ได้ พบว่าพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าของมุม 2θ เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์มีค่าลดลง ซึ่งสามารถคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึกได้จากกฎของแบรกตามสมการที่ (1)

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

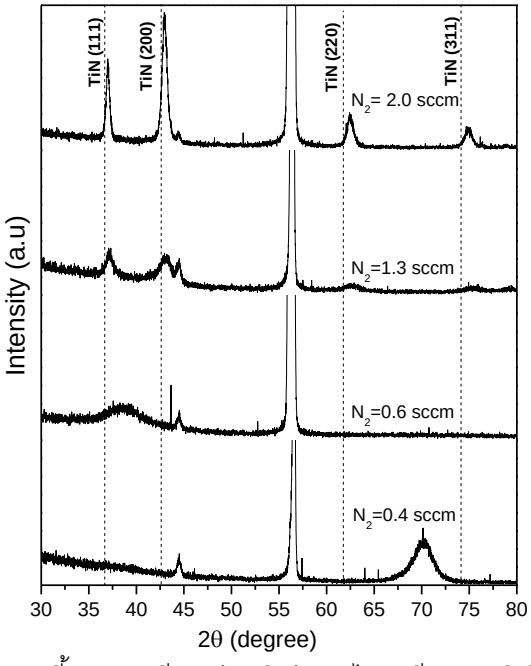
เมื่อ n คือลำดับการเลี้ยวเบน θ คือมุมการเลี้ยวเบนของแบรก (Bragg's angle) และ λ คือความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์เท่ากับ 1.54060 Å และสามารถคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ได้จากสมการที่ (2)

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

เมื่อ a คือค่าคงที่แลตทิซ d_{hkl} คือระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและ hkl คือดัชนีมิลเลอร์ ซึ่งค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่ลดลงมีค่าเท่ากับ 4.227 Å สำหรับเงื่อนไขอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 2.0 sccm ผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Liu และคณะ (Liu *et al.*, 2005) ซึ่งอธิบายว่าค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้มีค่าน้อยกว่าของค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ เนื่องจากอะตอมของอะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่อะตอมของไทเทเนียมในโครงสร้างของไทเทเนียมไนไตรด์ ซึ่งรัศมีของอะลูมิเนียมมีขนาด 145 Å เล็กกว่าอะตอมไทเทเนียมที่มีขนาด 176 Å (Liu *et al.*, 2005) สำหรับการหาขนาดผลึก (crystallite size) ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ โดยใช้สมการเชอร์เรอร์ (Seherrer equation) ดังสมการที่ (3) ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 2 ซึ่งพบว่าเมื่อปริมาณอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นขนาดผลึกเพิ่มขึ้นแสดงให้เห็นถึงการฟอร์มตัวเป็นผลึกที่ดี

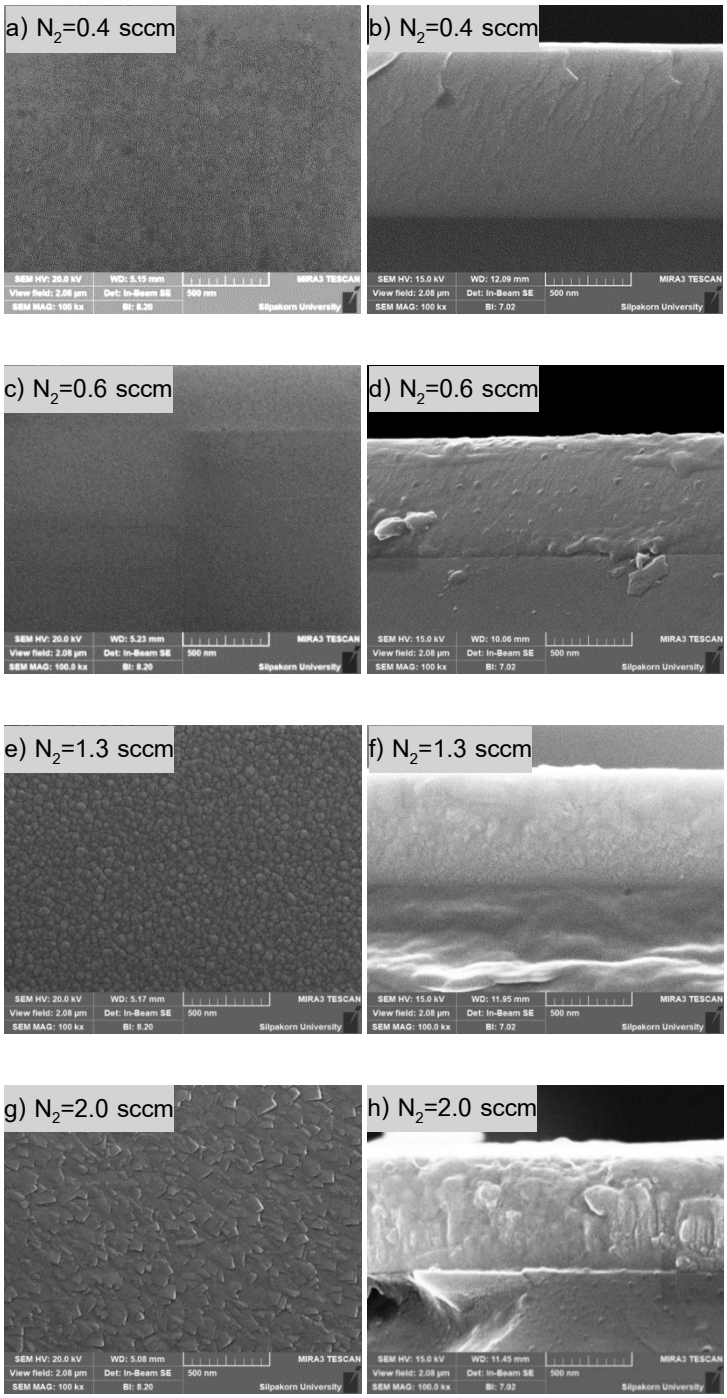
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3)$$

เมื่อ D คือขนาดผลึก β คือความกว้างที่มีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของพีค (Full Width Half Maximum: FWHM) K คือค่าคงที่ของเชอร์เรอร์เท่ากับ 0.89



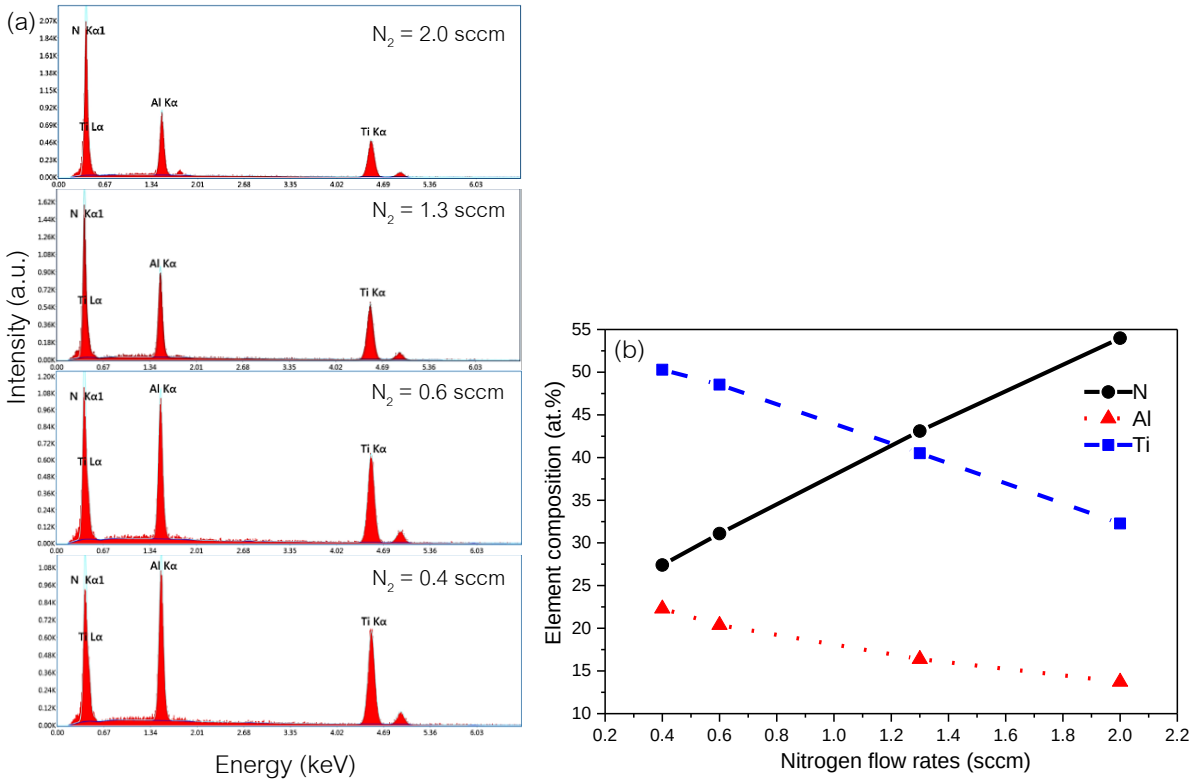
ภาพที่ 3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.4 0.6 1.3 และ 2.0 sccm

ภาพที่ 4 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่า ลักษณะพื้นผิวตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มบางมีการเปลี่ยนแปลงไปตามอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น เมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ 0.4 ถึง 0.6 sccm เนื้อฟิล์มมีความละเอียดยังไม่มีการก่อตัวเป็นเกรนอย่างชัดเจนเนื่องจากปริมาณไนโตรเจนไม่เพียงพอที่จะใช้การฟอร์มตัวเป็นผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ ส่วนฟิล์มบางที่เคลือบโดยอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ 1.3 sccm พื้นผิวของฟิล์มปรากฏเป็นลักษณะของเกรนแบบทรงกลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์มบาง และที่อัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ฟิล์มบางมีลักษณะของเกรนเป็นแผ่นเหลี่ยมแบนกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์มบาง ผลของการวิเคราะห์เหล่านี้มีความสอดคล้องกับผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่เริ่มก่อตัวเป็นโครงสร้างผลึกเมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นและพีคความเข้มของระนาบ (200) สูงสุดจากงานวิจัยของ Ali และคณะ ได้พีคความเข้มของระนาบ (111) สูงสุด ทำให้พื้นผิวของฟิล์มบางมีลักษณะคล้ายพีระมิด (Ali *et al.*, 2013) ซึ่งแตกต่างจากงานวิจัยนี้ ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าเมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ 0.4 ถึง 0.6 sccm เนื้อฟิล์มบางมีความละเอียดไม่มีช่องว่าง แต่เมื่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 1.3 และ 2.0 sccm เนื้อฟิล์มบางมีลักษณะโครงสร้างแบบคอลัมนาร์เมื่อพิจารณาความหนาของฟิล์มบาง ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 2 พบว่าความหนาของฟิล์มที่ได้ลดลงตามอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chen และคณะ เนื่องจากเมื่ออัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นอัตราการสปัตเตอริงไทเทเนียมและอะลูมิเนียมกลับมีค่าลดลงเพราะเกิดการฟอร์มไนไตรด์ที่ผิวเป้า (Chen *et al.*, 2009)



ภาพที่ 4 โครงสร้างจุลภาคและภาคตัดขวางของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ต่างกัน

ในการวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDS ผลปรากฏว่าพบพีคที่ค่าพลังงานเท่ากับ 408.2 164.2 และ 496.9 eV สอดคล้องกับอะตอม N Al และ Ti ชั้นพลังงาน kα ตามลำดับ เป็นองค์ประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ ซึ่งเปลี่ยนไปตามอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในกระบวนการเคลือบแสดงดังภาพที่ 5 โดยเมื่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 0.4 เป็น 2.0 sccm องค์ประกอบธาตุไทเทเนียมและอะลูมิเนียมมีค่าลดลง โดยที่สัดส่วนของอะตอมไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียม (Ti/Al) มีค่าเป็น 2.3 ส่วนองค์ประกอบธาตุไนโตรเจนมีค่าเพิ่มขึ้นและมีค่ามากกว่าสัดส่วนอะตอมของอะลูมิเนียมในทุกเงื่อนไขและที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ 1.3 sccm ขึ้นไปมีค่าสัดส่วนอะตอมมากกว่าไทเทเนียมสอดคล้องกับผลของ XRD ที่เริ่มปรากฏพีคของโครงสร้างผลึกไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์เนื่องจากการเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจะช่วยให้เกิดการฟอร์มตัวของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์บนเป้าสารเคลือบและแผ่นฐานรองรับ ซึ่งสอดคล้องกับแรงดันไฟฟ้าของเป้าสารเคลือบที่มีค่าสูงขึ้นดังภาพที่ 1 อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาถึงสัดส่วนของอะตอมไนโตรเจนต่อไทเทเนียมรวมกับอลูมิเนียม (N/(Ti+Al)) พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.38 0.45 0.76 เป็น 1.17 ตามการเพิ่มขึ้นของอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจาก 0.4 0.6 1.3 เป็น 2.0 sccm ตามลำดับ ซึ่งสัดส่วนดังกล่าวจะส่งผลต่อทั้งโครงสร้างและความแข็งของฟิล์ม

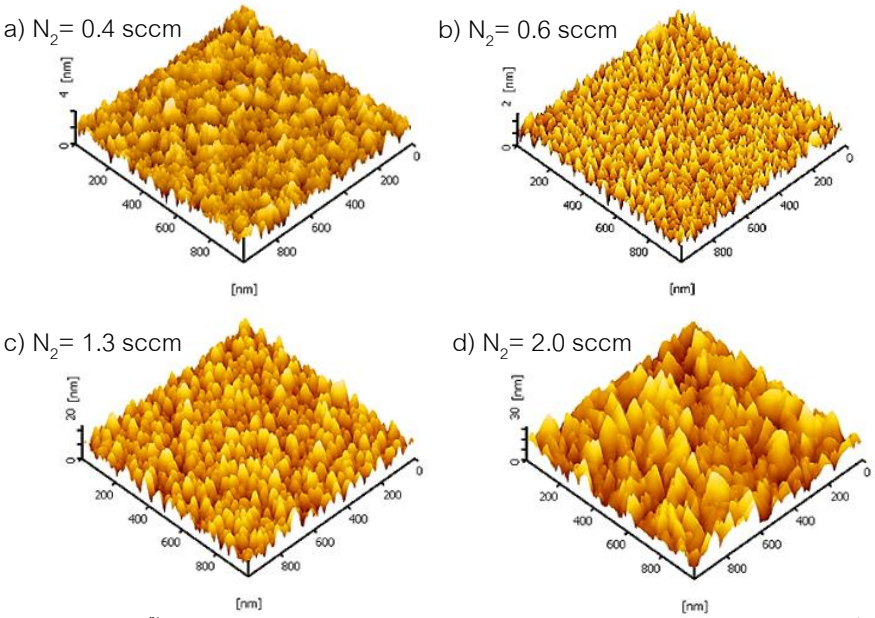


ภาพที่ 5 การวิเคราะห์ EDS (a) สเปคตรัมองค์ประกอบธาตุและ (b) ความสัมพันธ์ของสัดส่วนองค์ประกอบธาตุกับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 2 ความหนา ขนาดผลึก ความหยาบผิวและความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ต่างกัน

อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน (sccm)	ความหนา (nm)	ขนาดผลึก (nm)			ความหยาบผิว (nm)	ความแข็ง (GPa)
		(111)	(200)	(220)		
0.4	1034.0	-	-	-	3.75	10.28
0.6	720.0	-	-	-	2.41	10.74
1.3	687.5	10.89	7.00	5.89	2.69	13.85
2.0	656.0	19.20	13.73	12.69	3.74	14.99

ภาพที่ 6 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ในแบบ 3 มิติ พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบด้วยอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ 0.4 sccm ลักษณะของเกรนมีขนาดเล็กปนใหญ่ เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์กับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย XRD ฟิล์มที่เตรียมได้ยังไม่พบโครงสร้างผลึก มีความหยาบผิวสูงสุดเท่ากับ 3.75 nm เมื่อปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 0.6 1.3 และ 2.0 sccm ลักษณะของเกรนมีการกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์มบางเริ่มจากเกรนขนาดเล็กและเกาะกลุ่มกันมีขนาดใหญ่ขึ้นตามปริมาณแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าความหยาบผิวเพิ่มขึ้นจาก 2.41 2.69 และ 3.74 nm ตามลำดับ สอดคล้องกับผล XRD ที่ฟิล์มเริ่มมีการฟอร์มเป็นโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์

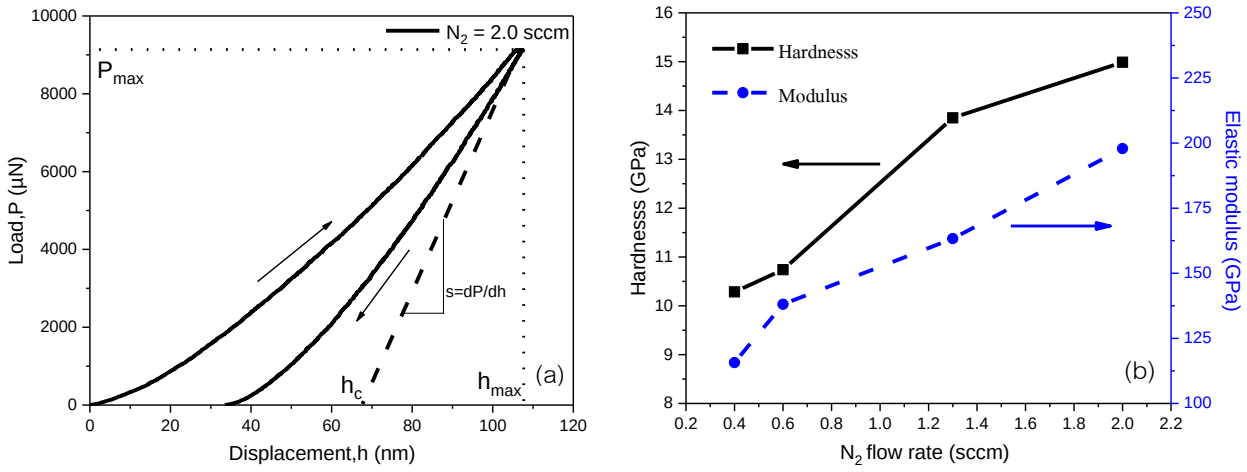


ภาพที่ 6 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแบบ 3 มิติ ด้วย AFM ของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ต่างกัน

ภาพที่ 7(a) แสดงกราฟการกระจัดของโหลดที่เงื่อนไขอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ซึ่งนำข้อมูลการกระจัดของเส้นสัมผัส (h_c) ที่ได้มาคำนวณหาความแข็งได้ดังสมการที่ (4)

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (4)$$

เมื่อ H คือความแข็ง P_{max}คือแรงของโหลดสูงสุดบนหัวกด A คือพื้นที่สัมผัสที่สนใจสำหรับหัวกดแบบ Berkovich ($A=24.5h_c^2$) h_c คือการกระจัดของเส้นสัมผัส ($h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S}$) S = dP/dh คือความชันของเส้นสัมผัส h_{max} คือการกระจัดทั้งหมด และ ε ขึ้นอยู่กับเรขาคณิตของหัวกดในงานนี้เท่ากับ 0.75 สำหรับเรขาคณิตของหัวกดแบบ Berkovich และภาพที่ 7(b) แสดงผลการวิเคราะห์ความแข็งและโมดูลัสยืดหยุ่นของฟิล์มบางที่สัมพันธ์กับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน พบว่าเมื่ออัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นจาก 0.4 ถึง 2.0 sccm ค่าความแข็งของฟิล์มบางเพิ่มขึ้นจาก 10.28 เป็น 14.99 GPa และค่าโมดูลัสยืดหยุ่น (elastic modulus) เพิ่มจาก 115.68 เป็น 197.90 GPa ตามลำดับ ผลที่ได้มีความสอดคล้องกันกับการฟอร์มเป็นโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ อย่างไรก็ตามความแข็งที่ได้นี้ยังมีค่าน้อยกว่าฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีความแข็งในช่วง 30-35 GPa (Wang *et al.*, 2011; Escobar *et al.*, 2013) เนื่องจากในงานวิจัยนี้ได้สัดส่วนองค์ประกอบธาตุของฟิล์มที่มีอะตอมไทเทเนียมมากกว่าอะลูมิเนียมถึง 2.3 เท่า ทำให้ฟิล์มแสดงสมบัติใกล้เคียงกับฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์ซึ่งมีความแข็งน้อยกว่า 25 GPa (Escobar *et al.*, 2013)



ภาพที่ 7 การวิเคราะห์ความแข็งของฟิล์ม (a) ตัวอย่างกราฟการกระจัดของโหลดระหว่างการทดสอบที่เงื่อนไขอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm และ (b) ค่าความสัมพันธ์ของความแข็งและโมดูลัสยืดหยุ่นกับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ต่างกัน

วิจารณ์ผลการวิจัย

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ถูกเคลือบบนแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.4 0.6 1.3 และ 2.0 sccm จากผลของ XRD พบว่าฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 1.3 sccm เริ่มเกิดเป็นโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 2.0 sccm ฟิล์มบางที่เคลือบได้มีความเป็นผลึกสูงขึ้น เนื่องจากปริมาณไนโตรเจนเป็นตัวแปรที่ส่งผลต่อการฟอร์มโครงสร้างผลึกไนไตรด์ ดังนั้นที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0.4 และ 0.6 sccm ซึ่งอยู่ในโหมดทรานซิชันปริมาณไนโตรเจนดังกล่าวยังไม่เพียงพอต่อการฟอร์มเป็นโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ นอกจากนั้นแล้วปริมาณแก๊สไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลให้ขนาดของผลึก ขนาดเกรน และความหยาบผิวเพิ่มขึ้น แต่อัตราการเคลือบลดลง เพราะว่าปริมาณแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นส่งผลต่อการฟอร์มตัวของสารประกอบไนไตรด์ที่ผิวหน้าของเป้าสารเคลือบทำให้ปริมาณอะตอมที่ถูกสปัตเตอริงลดลง อีกทั้งสัดส่วนอะตอมไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมที่ฟอร์มตัวกับแก๊สไนโตรเจนมีความเหมาะสมมากขึ้นที่เงื่อนไขอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ทำให้เกิดโครงสร้างผลึกและขนาดเกรนที่ใหญ่ขึ้น จึงส่งผลให้ความหยาบผิวมีค่าเพิ่มสูงขึ้น โดยมีลักษณะของเกรนเป็นแผ่นเหลี่ยมแบนสอดคล้องกับระนาบผลึกที่เด่นชัดสุดที่ระนาบ (200) รองลงมาเป็นระนาบ (111) ทำให้พื้นผิวไม่มีลักษณะคล้ายพีระมิด เมื่อพิจารณาถึงสัดส่วนอะตอมไนโตรเจนต่อไทเทเนียมรวมกับอะลูมิเนียม (N/Ti+Al) เพิ่มขึ้นเป็น 0.38 0.45 0.76 และ 1.17 ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเท่ากับ 0.4 0.6 1.3 และ 2.0 sccm ตามลำดับ สัดส่วนดังกล่าวมีความสำคัญและส่งผลต่อค่าความแข็งโดยมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 10.28 10.74 13.85 และ 14.99 GPa ตามลำดับ เนื่องจากฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีความแข็งที่สูงจะมีค่าสัดส่วนอะตอมไนโตรเจนต่อไทเทเนียมรวมกับอะลูมิเนียมมีค่าประมาณ 1.0 และสัดส่วนของไทเทเนียมต่ออะลูมิเนียมต้องมีค่าใกล้เคียงกันจะได้ความแข็งสูงสุด (Lin *et al.*, 2010) แต่อย่างไรก็ตาม ฟิล์มบางที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีค่าความแข็งที่น้อยกว่าฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์จากงานวิจัยอื่นที่มีค่าอยู่ในช่วง 30-35 GPa เนื่องจากสัดส่วนองค์ประกอบของธาตุในฟิล์มมีอะตอมไทเทเนียมมากกว่าอะลูมิเนียมอยู่ประมาณ 2.3 เท่า ทำให้ฟิล์มแสดงสมบัติคล้ายกับไทเทเนียมไนไตรด์ที่มีความแข็งน้อยกว่า 25 GPa (Escobar *et al.*, 2013)

สรุปผลการวิจัย

ฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ถูกเคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงบนแผ่นซิลิกอน ผลการศึกษาพบว่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนมีอิทธิพลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว อัตราการเคลือบ องค์ประกอบธาตุของฟิล์มและความแข็ง ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเพิ่มจาก 0.4 เป็น 0.6 sccm ฟิล์มบางที่เคลือบได้เริ่มมีการก่อตัวเป็นผลึกขึ้น และเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเป็น 1.3 และ 2.0 sccm ฟิล์มบางที่เคลือบได้แสดงโครงสร้างผลึกไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ชัดเจนที่ระนาบ (111) (200) และ (220) และส่งผลให้ขนาดผลึก ขนาดเกรนและความหยาบผิวเพิ่มขึ้นโดยมีลักษณะพื้นผิวสอดคล้องกับระนาบ (200) เด่นชัดที่สุด ที่อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 2.0 sccm ฟิล์มบางที่เตรียมได้มีค่าความแข็งสูงสุดเท่ากับ 14.99 GPa ทั้งนี้ค่าความแข็งดังกล่าวยังมีค่าน้อยกว่าค่าความแข็งของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ของงานวิจัยอื่นที่มีค่าความแข็งอยู่ในช่วง 30-35 GPa เพราะค่าสัดส่วนอะตอมของ

ไทเทเนียมมากกว่าอะลูมิเนียมประมาณ 2.3 เท่า และสัดส่วนอะตอมไนโตรเจนต่อไทเทเนียมรวมกับอะลูมิเนียมเท่ากับ 1.17 ทำให้ฟิล์มบางที่เตรียมได้แสดงสมบัติความแข็งใกล้เคียงกับฟิล์มบางไทเทเนียมไนไตรด์

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติและสาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่และเครื่องมือในการทำงานวิจัยทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงลงได้เป็นอย่างดี

เอกสารอ้างอิง

Ali, F., Park, B.S., & Kwak, J.S. (2013). The impact of surface morphology on TiAlN film's properties. *Journal of Ceramic Processing Research, 14*(4), 529-534.

Arif, M., & Eisenmenger, S.C. (2017). In situ assessment of target poisoning evolution in magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, *324*, 345-352.

Chakrabarti, K., Jeong, J.J., Hwang, S.K., Yoo, Y.C., & Lee, C.M. (2002). Effects of nitrogen flow rates on the growth morphology of TiAlN films prepared by an rf-reactive sputtering technique. *Thin Solid Films*, *406*, 159–163.

Chen, J.T., Wang, J., Zhang, F., Zhang, G.A., Fan, X.Y., Wu, Z.G., & Yan, P.X. (2009). Characterization and temperature controlling property of TiAlN coatings deposited by reactive magnetron co-sputtering. *Journal of Alloys and Compounds, 472*, 91-96.

Danisman, S., & Savas, S. (2014). Relation between coating parameters and structural and mechanical properties of magnetron sputtered TiAlN coatings. *Arabian Journal for Science and Engineering*, *39,* 5025–5034.

Devia, D.M., Restrepo, P.E., Arango, P.J., Tschiptschin, A.P., & Velez, J.M. (2011). TiAlN coatings deposited by triode magnetron sputtering varying the bias voltage. *Applied Surface Science*, *257*, 6181-6185.

Escobar, L.A., Solís-Casados, D.A., Romero, S., Fernández, M., Pérez, J.A., & Haro, E.P. (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.

Felmetsger, V.V., Laptey, P.N., & Tanner, S.M. (2008). Crystal Orientation and Stress in AC Reactively Sputtered AlN Films on Mo Electrodes for Electro-Acoustic Devices. In *IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings*. Beijing : China.

Gao, F., Li, G., & Xia, Y. (2017). Influence of hysteresis effect on properties of reactively sputtered TiAlSiN films. *Applied Surface Science*, *431*, 160-164.

Li, K., Jin, H., Wang, D., & Tang, Y. (2009). Preparation of AlN thin films for film bulk acoustic resonator application by radio frequency sputtering. *Journal of Zhejiang University SCIENCE A, 10*(3), 464-470.

Lin, Y.W., Huang, J.H., & Yu, G.P. (2010). Effect of nitrogen flow rate on properties of nanostructured TiZrN thin films produced by radio frequency magnetron sputtering. *Thin Solid Films, 518*, 7308-7311.

Liu, G.T., Duha, J.G., Chung, K.H., & Wang, J.H. (2005). Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti,Al)N coatings on dental alloys. *Surface and Coatings Technology*, *200*(7), 2100-2105.

Mei, F., Shao, N., Wei, L., & Li, G. (2005). Effect of N_2 partial pressure on the microstructure and mechanical properties of reactively sputtered (Ti,Al)N coatings. *Materials Letters, 59*, 2210-2213.

Musil, J., Barocha, P., Vlcek, J., Nam, K.H., & Han, J.G. (2005). Reactive magnetron sputtering of thin films : present status and trends. *Thin Solid Films, 475,* 208-218.

Shew, B.Y., Huang, J.L., & Lii, D.F. (1997). Effects of r.f. bias and nitrogen flow rates on the reactive sputtering of TiAlN films. *Thin Solid Films*, *293*, 212-219.

Somwangsakun, A., Buranawong, A., Witit-anun, N., & Chaiyakun, S. (2012). Preparation and characterization of titanium aluminium nitride thin film deposited by reactive DC co-unbalanced magnetron sputtering method. In *The 9th National Kasetsart University Kamphaeng Saen Conference*. (482-489). Kasetsart University. (in Thai)

Wang, X., Zhang, K., Yue, G., Peng, D., Qi, Z., & Wang, Z. (2011). Investigation on the structure and properties of TiAlN coatings deposited by dc reactive magnetron sputtering. *Advanced Materials Research*, *154-155,* 1639-1642.