การออกแบบและสร้างเครื่องเคลือบระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่
Design and Construction of Double Magnetron Cathode Sputtering System

นิรันดร์ วิทิตอนันต์[1*], สุรสิงห์ ไชยคุณ[2], พัฒนะ รักความสุข[1], พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ[3]
[1]สายวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
[2]ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
[3]ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
Nirun Witit-anun[1*], Surasing Chaiyakun[2], Pattana Rakkwamsuk[1], Pichet Limsuwan[3]
[1]Division of Materials Technology, School of Energy, Environment and Materials,
King Mongkut's University of Technology Thonburi, Bangkok, Thailand.
[2]Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University, Chon Buri, Thailand.
[3]Department of Physics, Faculty of Science,
King Mongkut's University of Technology Thonburi, Bangkok, Thailand.

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการรายงานผลการสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศ ระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่ สำหรับเคลือบระบบฟิล์มบางหลายชั้น มีผลการศึกษาดังนี้ เครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นมีส่วนประกอบสำคัญ 6 ส่วนคือ (1) ภาชนะสุญญากาศ (2) ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ (3) แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ (4) ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (5) ระบบควบคุมและปล่อยแก๊ส และ (6) ระบบน้ำหล่อเย็น เครื่องเคลือบที่สร้างขึ้น สามารถลดความดันในภาชนะสุญญากาศได้ต่ำสุดประมาณ 9.0×10^{-6} mbar และสามารถเคลือบฟิล์มบางของไททาเนียมและทองแดงได้ เมื่อทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์ด้วยวิธีรีแอคตีฟสปัตเตอริงจากเป้าไททาเนียม เมื่อนำฟิล์มบางที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางแสงด้วย AFM, XRD และสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ พบว่ามีลักษณะใส ส่งผ่านแสงในช่วงตามองเห็นและอินฟราเรดดี มีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ที่ระนาบ (110), (101) และ (111) และที่ความยาวคลื่น 550 nm ฟิล์มบางที่ได้มีค่าดัชนีหักเห ค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ และค่าแถบพลังงานเท่ากับ 2.4, 0.0044 และ 3.2 eV ตามลำดับ

คำสำคัญ : เครื่องเคลือบในสุญญากาศ, สปัตเตอริง, แมกนีตรอน คาโทด, ฟิล์มบาง, ไททาเนียมไดออกไซด์

*** Corresponding author.** E-mail: nirun@buu.ac.th

Abstract

In this report a home-made double DC magnetron cathode sputtering system has been constructed. The system consisted of six major components; namely, (1) vacuum chamber (2) vacuum pump system (3) unbalanced magnetron sputtering cathode (4) DC power supply (5) gas feeding and control and (6) cooling system. The ultimate pressure of about $9x10^{-6}$ mbar could be achieved within about one hour, with a rotary pump and diffusion pump. A multilayer thin film could be deposited from two metallic targets simultaneously. However, in this work only Ti and Cu targets have been employed for testing. TiO_2 thin film was also deposited on glass slide by reactive sputtering from a titanium target. Its structure and optical property have been examined by the XRD, AFM and spectrophotometer. The films were transparent having high transmission in the visible and infrared regions. The XRD indicated that the film had a rutile structure confirmed by the presence of the peaks of its (110), (101) and (111) plane, respectively. The refractive index, extinction coefficient and energy band gap at 550 nm were 2.4, 0.0044 and 3.2 eV respectively.

Key words : vacuum coater, sputtering, magnetron cathode, thin film, titanium dioxide

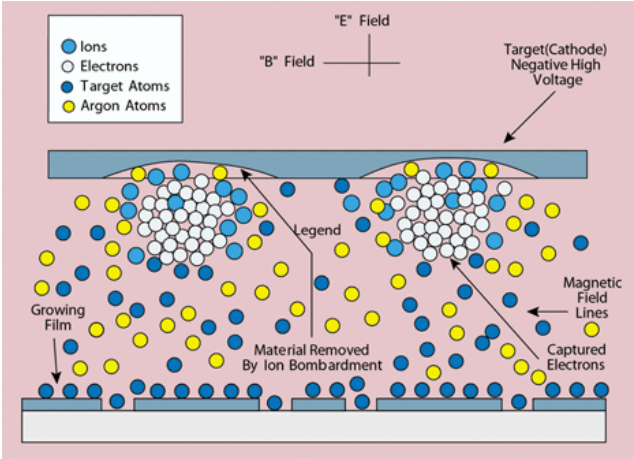
บทนำ

การเคลือบฟิล์มบาง เป็นกระบวนการที่มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุง หรือ เปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพของชิ้นงาน หรือวัสดุรองรับให้มีสมบัติตามต้องการ เช่น ให้มีความทนทาน ถาวร หรือสวยงามขึ้น ตลอดรวมถึงเพื่อการใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆ วิธีเคลือบฟิล์มบางที่มีประสิทธิภาพวิธีหนึ่งคือการเคลือบในสุญญากาศซึ่งสามารถทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมี (chemical vapor deposition: CVD) หรือกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical vapor deposition: PVD) อย่างไรก็ดีการเคลือบในสุญญากาศที่ได้รับความสนใจมากในปัจจุบันคือ กลุ่มการเคลือบในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ เนื่องจากเป็นกระบวนเคลือบที่ให้ผลการเคลือบที่ดีกล่าวคือ มีอัตราเคลือบสูง ฟิล์มบางที่ได้มีความสม่ำเสมอดีมาก ตลอดจนสามารถขยายสเกลจากระดับวิจัยไปสู่ระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย (Bunshah, 1994)

การเคลือบในสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์แบ่งได้เป็น 2 วิธี คือ วิธีระเหยสาร (evaporation) ทำได้โดยการให้ความร้อนกับสารที่ต้องการเคลือบจนกลายเป็นไอฟุ้งเข้าจับชิ้นงานในลักษณะของฟิล์มบาง และ วิธีสปัตเตอริง (sputtering) ทำได้โดยการใช้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งชนสารที่ต้องการเคลือบให้หลุดออกมาในรูปของไอฟุ้งเข้าจับชิ้นงานจนเป็นชั้นของฟิล์มบาง จากการศึกษาพบว่าการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงจะให้ผลการเคลือบที่ดีกว่าวิธีระเหยสารโดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบด้วยระบบแมกนีตรอน สปัตเตอริง ที่มีการติดตั้งแม่เหล็กไว้ด้านหลังของคาโทด ซึ่งนอกจากจะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของการเคลือบแล้วฟิล์มบางที่ได้ยังมีคุณภาพสูงกว่าอีกด้วย (Bunshah, 1994)

ปัจจุบันมีการนำการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงมาใช้ในอุตสาหกรรมในกระบวนการผลิตเครื่องมือและวัสดุต่างๆ มากมาย เช่น (hard coating) บนผิวของเครื่องมือกลต่างๆ การเคลือบ เลนส์ กระจกสะท้อนแสง กระจกเลเซอร์ สารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำและฟิล์มตัวต้านทาน ฯลฯ สำหรับในแง่ของการวิจัยนักวิจัยสามารถใช้การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางและมีความเป็นระเบียบได้ทำให้นักวิจัยสามารถศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของวัสดุในรูปฟิล์มบางได้ ซึ่งปกติสมบัติบางประการไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน (bulk) สมบัติทางฟิสิกส์ดังกล่าวเป็นข้อมูลที่มีประโยชน์มากในการพัฒนาวัสดุเพื่อใช้ในทางอุตสาหกรรมต่อไป (Smith, 1995)

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเกิดขึ้นภายใต้ภาวะสุญญากาศที่ความดันประมาณ 10^{-3}-10^{-1} mbar สามารถแสดงได้ดังภาพที่ 1 โดย อาศัยการดิสชาร์จไฟฟ้าแล้วทำให้สปัตเตอร์แก๊ส (แก๊สอาร์กอน) แตกตัวเป็นไอออน จากนั้นไอออนจะถูกเร่งให้เข้าชนแผ่นเป้าสารเคลือบ (target) ซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบของแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ทำให้อนุภาคของเป้าสารเคลือบที่ถูกชนด้วยไอออนของแก๊สอาร์กอนหลุดออกและวิ่งด้วยความเร็วสูงเข้าชนและตกเคลือบลงบนผิวของวัสดุรองรับ (substrate) ในทุกทิศทาง และเนื่องจากพลังงานของอนุภาคสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงนี้สูงมากเมื่อตกกระทบผิววัสดุรองรับก็จะฝังตัวลงในเนื้อวัสดุรองรับทำให้การยึดเกาะของฟิล์มบางที่ได้ดีมาก ข้อดีสำคัญของการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงคือเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับอาจเป็นโลหะหรืออโลหะก็ได้ (Wasa & Hayakawa, 1992)



ภาพที่ 1 กระบวนการสปัตเตอริง เริ่มเมื่อแก๊สอาร์กอนเกิดการไอออไนเซชั่นจนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ จนแก๊สอาร์กอนแตกตัวเป็นไอออนของอาร์กอนและอิเล็กตรอนบริเวณหน้าเป้าสารเคลือบจากนั้นไอออนของอาร์กอนจะวิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบที่มีศักย์เป็นลบจนเกิดกระบวนการสปัตเตอริงและมีอะตอมของสารเคลือบหลุดออกมาแล้วเกิดเป็นชั้นเคลือบที่มีลักษณะเป็นฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ

ปัจจุบันมีโรงงานอุตสาหกรรมหลายแห่งในประเทศไทยที่นำเข้าเทคโนโลยีด้านการเคลือบ โดยเฉพาะอย่างยิ่งระบบสปัตเตอริง ซึ่งเป็นเครื่องมือพื้นฐานสำหรับกระบวนการผลิต แต่ส่วนใหญ่เป็นการจัดซื้อเครื่องมือสำเร็จรูปเข้ามาทั้งหมดเพื่อเร่งการผลิตเป็นสำคัญแต่การศึกษาวิจัยด้านการเคลือบในสุญญากาศในประเทศไทยกลับมีน้อยมาก กล่าวคือไม่พบว่ามีหน่วยงานใดที่ทำการศึกษาวิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับเครื่องเคลือบในสุญญากาศอย่างต่อเนื่อง ส่วนใหญ่เป็นการศึกษากระบวนการเคลือบฟิล์มบางหรือศึกษาสมบัติของฟิล์มบางจากเครื่องเคลือบซึ่งสั่งซื้อหรือนำเข้าจากต่างประเทศเป็นหลัก อย่างไรก็ดียังมีกลุ่มนักวิจัยจากห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ได้ทำการวิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับการสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศอย่างต่อเนื่องจนสามารถออกแบบสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศขนาดต่างๆ ตลอดจนชิ้นส่วน อุปกรณ์ เครื่องมือที่เกี่ยวข้องได้หลายอย่าง (สุรสิงห์ ไชยคุณ และคณะ, 2543; สุรสิงห์ ไชยคุณและคณะ, 2545; สุรสิงห์ ไชยคุณ และคณะ, 2546; วิทิตอนันต์ และคณะ, 2547)

บทความนี้เป็นรายงานผลการออกแบบและสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่ สำหรับเคลือบระบบฟิล์มบางหลายชั้น ซึ่งพัฒนาต่อจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบระเหยสารที่ได้สร้างขึ้นโดยนักวิจัยจากห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา โดยชิ้นส่วนที่สร้างขึ้นใหม่ในงานวิจัยนี้ได้แก่ แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ (unbalance magnetron sputtering cathode) ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ระบบควบคุมและปล่อยแก๊ส รวมถึงแท่นวางชิ้นงานแบบหมุนได้ ทำให้เครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นใหม่นี้สามารถเคลือบฟิล์มบางหลายชั้นด้วยเทคนิค รีแอคตีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง สำหรับเคลือบระบบฟิล์มบางหลายชั้นสำหรับใช้ในงานด้านต่างๆ เช่น ฟิลเตอร์แสง (optical filters) กระจกสะท้อนความร้อน (heat mirror) เป็นต้น พร้อมกันนี้ ได้รายงานผลการทดสอบเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นใหม่ทั้งในส่วนสุญญากาศและส่วนการเคลือบ รวมถึงได้ทดลองเคลือบและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยเทคนิค ดีซี รีแอคตีฟ แมกนีตรอน สปัตเตอริง จากเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นสำหรับเป็นข้อมูลพื้นฐานในงานวิจัยต่อไป

วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

1. การสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศ เครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นในโครงการนี้เป็นเครื่องเคลือบระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง มีส่วนประกอบสำคัญ 2 ส่วน คือ (1) ส่วนสุญญากาศ (vacuum part) ประกอบด้วย ภาชนะสุญญากาศ และ ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ และ (2) ส่วนการเคลือบ (coating part) ประกอบด้วย แมกนีตรอน คาโทด ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ระบบปล่อยแก๊ส และ ระบบน้ำหล่อเย็น สำหรับส่วนสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่สร้างในงานวิจัยนี้จะใช้ระบบสุญญากาศพื้นฐานจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบระเหยสาร (ภาพที่ 2) ที่สร้างขึ้นโดยนักวิจัยจาก ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา ซึ่งได้รับทุนสนับสนุนจากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ร่วมกับบริษัท เอสซอม จำกัด (นิรันดร์ และคณะ, 2547) โดยส่วนการเคลือบได้เปลี่ยนจากระบบระเหยสารเดิมมาเป็นระบบสปัต-เตอริง โดยงานวิจัยนี้ได้สร้าง แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ จำนวน 2 ชุด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ระบบควบคุมและปล่อยแก๊ส รวมถึงแท่นวางชิ้นงานแบบหมุนได้

ภาพที่ 2 เครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบระเหยสารเดิมที่นำมาพัฒนาต่อเป็นเครื่องเคลือบระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่ในงานวิจัยนี้

2. การทดสอบเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้น ประสิทธิภาพของเครื่องเคลือบในสุญญากาศสามารถบอกได้ด้วยการทำงานของส่วนสุญญากาศ และ ส่วนการเคลือบ โดยได้ทดสอบการทำงานของระบบสุญญากาศ ของเครื่องเคลือบโดยหาเวลาการสูบ (pump down time) และ ความดันต่ำสุดของเครื่องเคลือบ (ultimate pressure) รวมถึงได้ทดลองเคลือบฟิล์มบางโลหะสองชนิดได้แก่ ไททาเนียมและทองแดงบนกระจกสไลด์เพื่อดูลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางที่ได้

3. การทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ทั้งนี้เพื่อทดสอบการทำงานของเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นทั้งระบบจึงได้ทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์ เริ่มจากนำกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ที่ทำความสะอาดแล้วใส่ในภาชนะสุญญากาศ จัดระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 12 cm จากนั้นสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศจนได้ความดันพื้น (base pressure) ประมาณ $3.0x10^{-5}$ mbar แล้วจึงปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนผ่านระบบควบคุมและปล่อยแก๊สเข้าภาชนะสุญญากาศเพื่อทำการเคลือบ โดยกำหนดอัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน เท่ากับ 1:4 ความดันรวมขณะเคลือบเท่ากับ $3.0x10^{-3}$ mbar ความต่างศักย์และกระแสคาโทดขณะเคลือบเท่ากับ 450 V และ 500 mA ตามลำดับ ใช้เวลาในการเคลือบ 3 ชั่วโมง จากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปหาความหนาด้วยเทคนิค AFM ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope ของ Veeco Instrument Inc. รุ่น Nano Scope IV และตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ของ Rigaku รุ่น Rint 2000 ใช้ Cu-K_α (λ = 1.54056 Å) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ที่ 40 kW และ 30 mA โดยตรวจวัดแบบ 2θ-scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (glazing incident angle) คงที่เท่ากับ 3° และสแกน 2θ จาก 20° ถึง 65° ด้วยอัตราสแกน 0.02° ต่อนาที สำหรับค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางที่เคลือบได้จะตรวจวัดด้วยเครื่อง Spectrophotometer ของ Shimadzu รุ่น UV-VIS-NIR 3100 ช่วงความยาวคลื่นแสง 190-2500 nm แล้วนำค่าการส่งผ่านแสงที่ได้ไปคำนวณค่าดัชนีหักเห (n) และค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ (k) ด้วยวิธี envelop (Swanepoel, 1983)

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

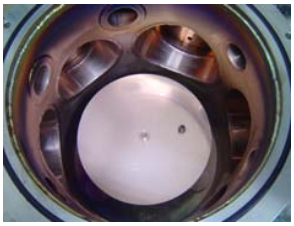
1. ลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่สร้างขึ้น เครื่องเคลือบที่ออกแบบและสร้างขึ้นในงานวิจัยนี้เป็นระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่ ลักษณะโดยรวมของเครื่องเคลือบดังแสดงในภาพที่ 3 มีไดอะแกรม ของส่วนสุญญากาศและส่วนการเคลือบดังแสดงในภาพที่ 4 และ ภาพที่ 5 ตามลำดับ ซึ่งมีส่วนประกอบสำคัญ 6 ส่วน ดังนี้คือ (1) ภาชนะสุญญากาศ (2) ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ (3) แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ (4) ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (5) ระบบควบคุมและปล่อยแก๊ส และ (6) ระบบน้ำหล่อเย็น โดยลักษณะของเครื่องเคลือบแต่ละส่วนสรุปได้ดังนี้

1.1 ภาชนะสุญญากาศ สำหรับใช้เป็นห้องเคลือบมีลักษณะเป็นทรงกระบอกทำจากสเตนเลส มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 310 mm ความสูง 370 mm มีช่องหน้าต่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 70 mm สำหรับสังเกตปรากฏการณ์ภายในภาชนะสุญญากาศ ฝาปิดบน (top plate) ของภาชนะสุญญากาศมีขนาด 390 mm และมีช่องสำหรับใส่คาโทดจำนวน 2 ชุด กลางแผ่นปิดบนของภาชนะสุญญากาศจะมีช่องเปิดสำหรับติดแกนหมุนชัตเตอร์ และมีหน้าแปลนสำหรับต่ออุปกรณ์เพิ่ม 2 ช่อง ทั้งนี้เพื่อให้ภาชนะสุญญากาศที่สร้างขึ้นสามารถติดตั้งอุปกรณ์เพิ่มเติมได้ จึงออกแบบให้ด้านข้างภาชนะสุญญากาศมีหน้าแปลนขนาดต่างๆ ดังนี้ (1) หน้าแปลนขนาด 220 mm จำนวน 1 ช่อง อยู่ด้านหลังภาชนะสุญญากาศใช้ต่อกับชุดควบคุมและปล่อยแก๊ส (2) หน้าแปลนขนาด 187 mm จำนวน 4 ช่อง และ (3) หน้าแปลนขนาด 80 mm จำนวน 6 ช่อง ใช้ติดตั้งมาตรวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศ จำนวน 2 ชุด และติดตั้งวาล์วปล่อย (vent valve) จำนวน 1 ชุด แผ่นฐานของภาชนะสุญญากาศ ทำจากสเตนเลสขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 390 mm มีช่องเปิดกลางแผ่นฐานเพื่อต่อเข้ากับระบบเครื่องสูบสุญญากาศและมีช่องเปิดขนาด 32 mm จำนวน 6 ช่อง สำหรับติดตั้งอุปกรณ์เพิ่มเติม ภายในภาชนะสุญญากาศยังมีแท่นวางชิ้นงานทำจากสเตนเลสขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 360 mm ซึ่งสามารถหมุนเลื่อนตำแหน่งและปรับระยะห่างจากผิวหน้าเป้าสารเคลือบได้

1.2 ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ทำหน้าที่สูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อสร้างภาวะสุญญากาศภายในภาชนะสุญญากาศที่ออกแบบไว้ให้อยู่ในระดับที่ทำงานได้ (ประมาณ 10^{-6} mbar) ประกอบด้วยเครื่องสูบ 2 ชนิด ได้แก่ (1) เครื่องสูบแบบแพร่ไอที่ออกแบบและสร้างขึ้นเอง มีอัตราสูบ (N_2) ประมาณ 200 l/s พิสัยทำงาน 10^{-2}-10^{-6} mbar ระบายความร้อนด้วยน้ำพร้อม baffle สำหรับดักไอน้ำมันที่อาจจะไหลย้อนจากเครื่องสูบแบบแพร่ไอเข้าในภาชนะสุญญากาศและ (2) เครื่องสูบกลโรตารีของ Edwards รุ่น E2M8 (2 state) อัตราสูบประมาณ 8 m^3/hr

(a)

(b)

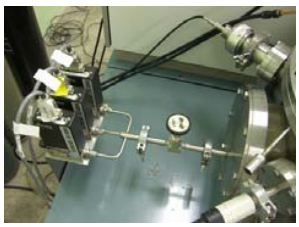


(c)

(d)

(e)

(f)



(g)

(h)

(i)

ภาพที่ 3 เครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ปรับแต่งและพัฒนาขึ้นใหม่

(a) ลักษณะของเครื่องเคลือบระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่ ที่พัฒนาขึ้นทั้งระบบ

(b) ภาชนะสุญญากาศของเครื่องเคลือบจะมีหน้าต่างสำหรับสังเกตปรากฏการณ์ในภาชนะสุญญากาศด้านหน้า

(c) ลักษณะภายในภาชนะสุญญากาศ ซึ่งมีแท่นวางชิ้นงานที่สามารถหมุนเลื่อนตำแหน่งและปรับความเร็วได้

(d) แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ ขนาด 2 นิ้ว จำนวน 2 ชุด ที่ติดกับแผ่นปิดบน

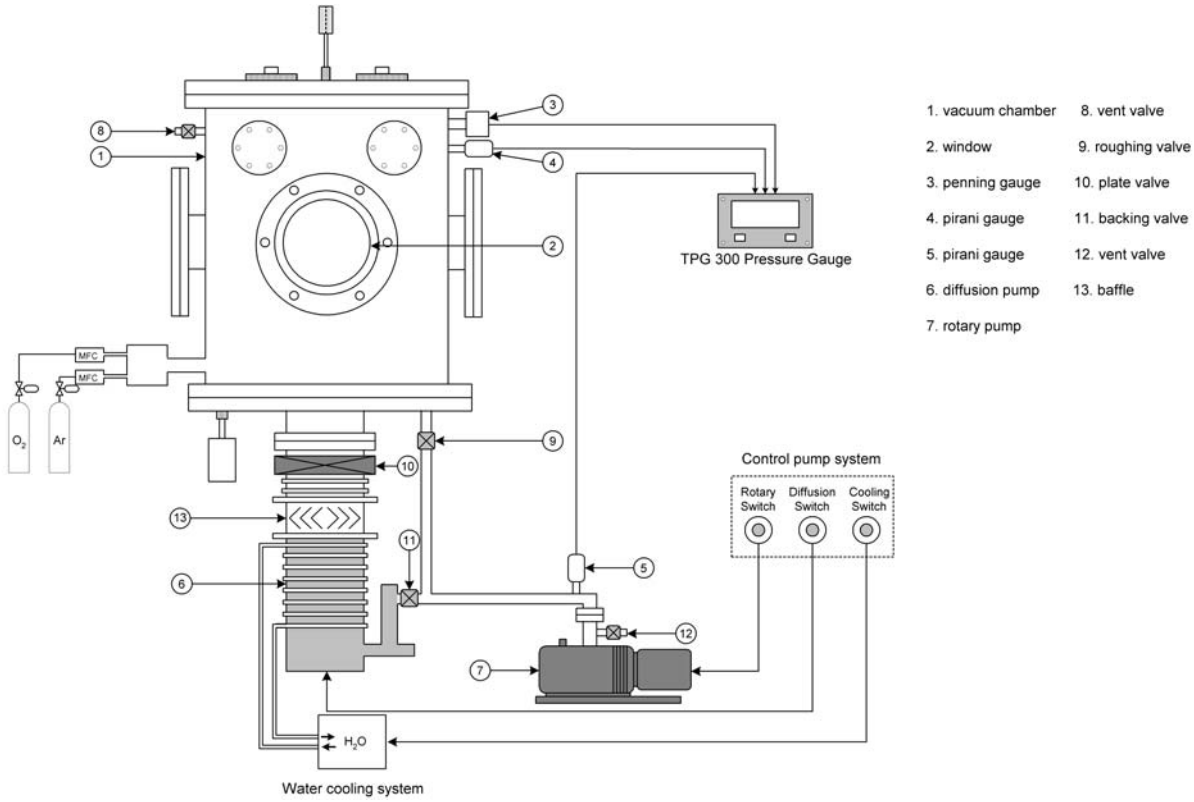
(e) ระบบน้ำหล่อเย็นของเครื่องเคลือบสำหรับหล่อเย็นเครื่องสูบแบบแพร่ไอและแมกนีตรอน คาโทด

(f) แก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ 3 ชนิด ได้แก่ Ar, O_2 และ N_2

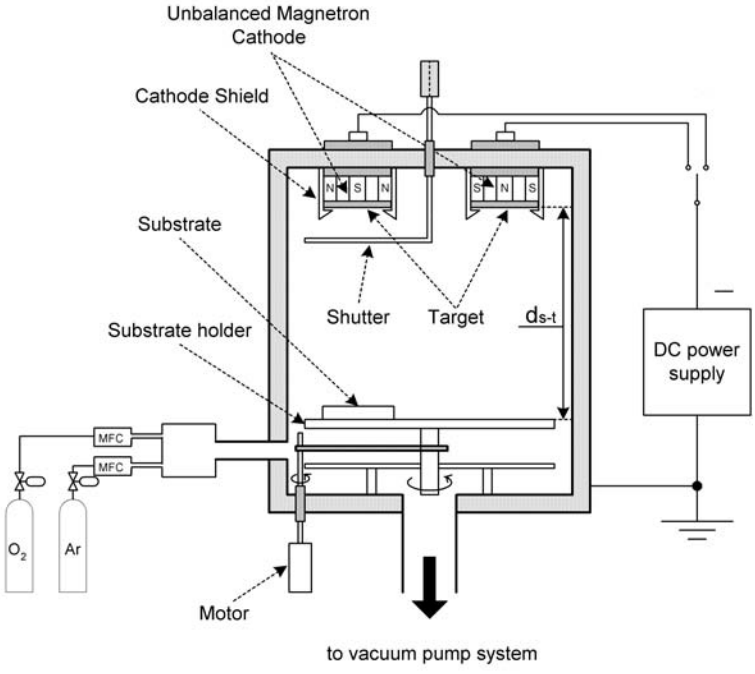
(g) ทรานดิวเซอร์สำหรับควบคุมการปล่อยแก๊สที่ใช้ในการเคลือบเป็นแบบรวมแก๊สก่อนปล่อยเข้าภาชนะสุญญากาศ

(h) ระบบเครื่องสูบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอและเครื่องสูบกลโรตารี

(i) ชุดควบคุมการทำงานของเครื่องเคลือบทั้งระบบประกอบด้วย (1) ชุดควบคุมการปล่อยแก๊ส และ มาตรวัดความดัน (2) ชุดควบคุมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ และ (3) ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง



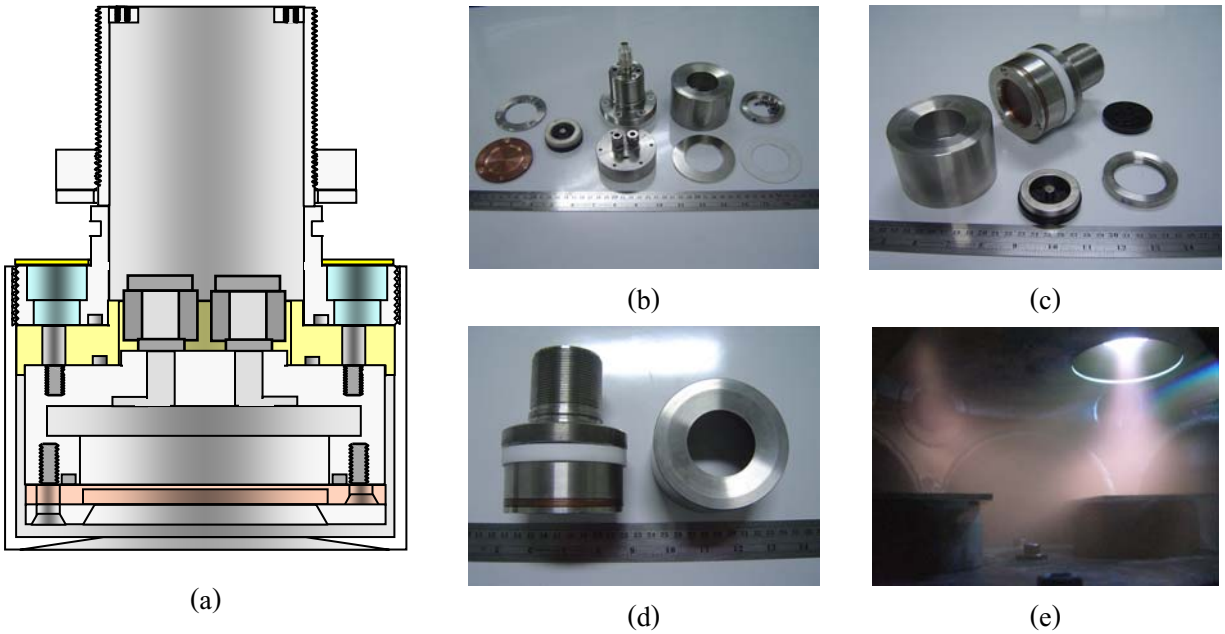
ภาพที่ 4 ไดอะแกรมของส่วนสุญญากาศของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่สร้างขึ้นในงานวิจัย



ภาพที่ 5 ไดอะแกรมแสดงส่วนการเคลือบของเครื่องเคลือบในสุญญากาศที่สร้างขึ้นในงานวิจัย

ทำหน้าที่เป็นเครื่องสูบหยาบ (roughing pump) และเครื่องสูบท้าย (backing pump) ของเครื่องสูบแบบแพร่ไอ ในส่วนของชุดมาตรวัดความดันเป็นของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้มาตรวัดความดันแบบเพนนิงรุ่น IKR050 และมาตรวัดความดันแบบพิรานีรุ่น TPR010 สำหรับวาวล์และข้อต่อของเครื่องเคลือบทั้งหมดทำจากสเตนเลสโดยระบบเครื่องสูบสุญญากาศที่ออกแบบและสร้างขึ้นนี้สามารถทำความดันในภาชนะสุญญากาศที่สร้างขึ้นให้ลดลงต่ำสุดถึง 9.0×10^{-6} mbar

1.3 แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ ทำหน้าที่สร้างสารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอร์ (ภาพที่ 6) โดยออกแบบเป็น แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ โครงสร้างส่วนใหญ่ทำจากสเตนเลส ยกเว้นเทฟลอนซึ่งเป็นฉนวนไฟฟ้า แกนเหล็กอ่อนที่เป็นขั้วแม่เหล็ก และแผ่นปิดหลัง (backing plate) ซึ่งทำจากทองแดง คาโทดที่สร้างขึ้นมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับ 78 mm มีคาโทดชีลด์เส้นผ่าศูนย์กลาง 87 mm สำหรับติดตั้งเป้าสารเคลือบ (target) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 55 mm หนา 3 mm โดยวางอยู่บนแผ่นปิดหลังขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับ 78 mm แล้วยึดกับตัวคาโทดด้วยตัวยึด (clamp) วงแหวนสเตนเลส เส้นผ่าศูนย์กลาง 78 mm และสกรูจำนวน 3 จุด ในส่วนของการติดตั้งตัวคาโทดกับแผ่นปิดบนจะมีแท่นจับตัวคาโทดทำจากสเตนเลส สำหรับการแยกขั้วไฟฟ้าใช้เทฟลอนเป็นฉนวนไฟฟ้ากั้นระหว่างตัวคาโทดกับแท่นจับซึ่งจะยึดกับแผ่นปิดบนของภาชนะสุญญากาศ ในส่วนของสนามแม่เหล็กใช้แม่เหล็กถาวรรูปวงแหวนวางติดกับคาโทดในแนวระนาบของฝาปิดบนและใช้เหล็กอ่อนทรงกระบอกซุบนิคเกิลเป็นทางนำสนามแม่เหล็กสู่เป้าสารเคลือบ และออกแบบให้สนามแม่เหล็กบริเวณกึ่งกลางคาโทดมีความเข้มน้อยและมีความเข้มมากบริเวณขอบของคาโทด การจัดสนามแม่เหล็กแบบนี้จะทำให้สนามแม่เหล็กมีลักษณะไม่สมมาตร ทำให้คาโทดที่สร้างขึ้นเป็น แมกนีตรอน คาโทด แบบอันบาลานซ์ชนิดที่สอง (unbalance magnetron cathode type II) (สุรสิงห์ ไชยคุณ และคณะ, 2546)



ภาพที่ 6 ลักษณะส่วนประกอบของแมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ ของเครื่องเคลือบ ที่สร้างขึ้นใหม่

(a) ไดอะแกรมของแมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด

(b) ส่วนประกอบหลักของแมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด

(c) แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทดที่ประกอบเรียบร้อยแล้ว

(d) แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด และคาโทดชีลด์

(e) ลักษณะโกลว์ดีสชาร์จของ แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด ขณะทำการเคลือบฟิล์มบาง

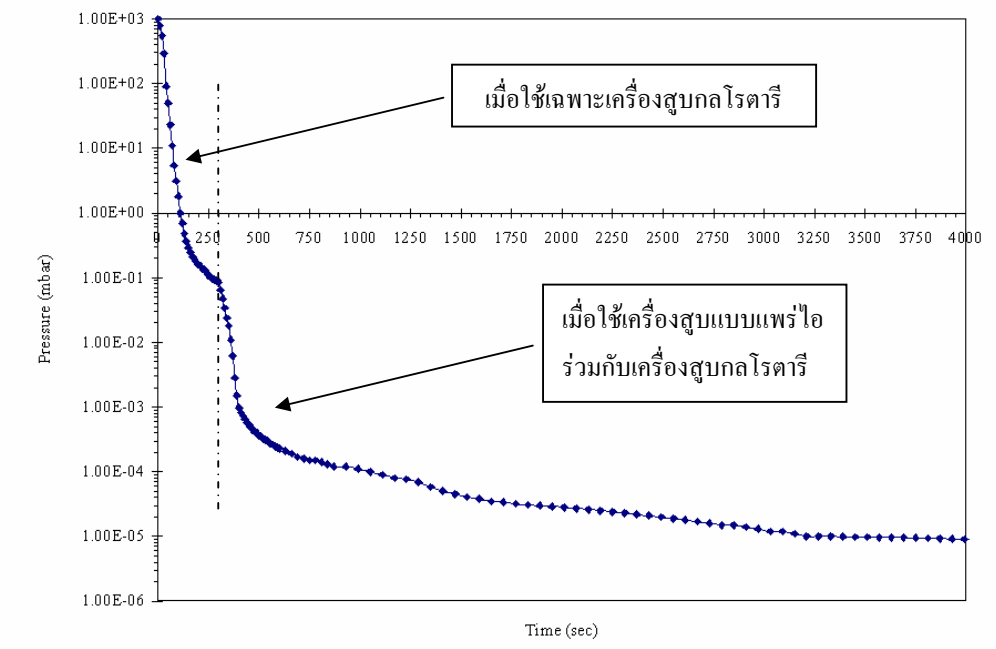
1.4 ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ทำหน้าที่จ่ายไฟฟ้าแรงสูงให้กับ แมกนีตรอน คาโทด เพื่อสร้างโกลว์ดีสชาร์จ (glow discharge) สำหรับสร้างสารเคลือบในกระบวนการเคลือบ โดยจะจ่ายศักย์ลบให้กับแมกนีตรอน คาโทด ส่วนภาชนะสุญญากาศและแท่นวางชิ้นงานจะมีศักย์เป็นบวกต่อลงกราวน์ (ground) ทั้งนี้ภาคจ่ายไฟฟ้าที่สร้างขึ้นเป็นระบบแปลงไฟฟ้ากระแสตรง แรงสูงแบบฟูลเวฟ มีขนาดอินพุท 220 V เอาท์พุทไฟฟ้ากระแสตรงขนาด 3 A ความต่างศักย์แปรค่าได้ในช่วง 0-1000 V

1.5 ระบบควบคุมและปล่อยแก๊ส ได้แก่แก๊สอาร์กอน (99.9999%, UHP) แก๊สออกซิเจน (99.9999%, UHP) และแก๊สไนโตรเจน (99.9999%, UHP) ขึ้นกับชนิดของฟิล์มและเงื่อนไขการเคลือบที่ต้องการ เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลแก๊ส (mass flow controller) ของ MKS ซึ่งประกอบด้วยชุดควบคุมและแสดงผล type247D และ ทรานดิวเซอร์รุ่น MASS-FLO Controller ทั้งนี้แก๊สจากแต่ละทรานดิวเซอร์จะรวมกันก่อนปล่อยเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศโดยมีวาล์วของ nupro รุ่น SS-4BK ทำหน้าที่กั้นระหว่างทรานดิวเซอร์สำหรับปล่อยแก๊สกับภาชนะสุญญากาศ

1.6 ระบบน้ำหล่อเย็น เนื่องจากในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางจะมีความร้อนเกิดขึ้นกับส่วนต่างๆ ของเครื่องเคลือบจึงต้องมีการระบายความร้อนที่เกิดขึ้น เครื่องเคลือบที่พัฒนาขึ้นจะใช้น้ำเป็นตัวระบายความร้อน โดยน้ำจากระบบน้ำหล่อเย็นจะถูกนำไปใช้งาน 3 ส่วนหลัก คือ ใช้หล่อเย็นคาโทดเป้าสารเคลือบ baffle และเครื่องสูบแบบแพร่ไอ ระบบน้ำหล่อเย็นที่สร้างขึ้นมีลักษณะเป็นตู้สี่เหลี่ยม มีปริมาตรที่ทำน้ำเย็น 32x39x32 cm^3. คอมเพรสเซอร์ขนาด 746 W ทำความเย็นได้ในช่วง -4 °C -20 °C อัตราการไหลน้ำหล่อเย็น 100-350 l/hr. มีท่อลำเลียงน้ำเข้า-ออกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 mm

2. ผลการทดสอบเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้น ประสิทธิภาพของเครื่องเคลือบในสุญญากาศสามารถบอกได้ด้วยการทำงานของส่วนสุญญากาศและส่วนการเคลือบ มีผลการทดสอบดังนี้

2.1 ผลการทดสอบส่วนสุญญากาศ เครื่องเคลือบฟิล์มบางที่ดีควรทำความดันได้ต่ำมากๆ เนื่องจากคุณภาพของฟิล์มบางที่ได้จะขึ้นกับระดับความดันภายในภาชนะสุญญากาศของเครื่องเคลือบ จึงจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศให้มากที่สุด โดยความดันในภาชนะสุญญากาศควรต่ำกว่า 10^{-6} mbar (ความดันขณะเคลือบประมาณ10^{-3} mbar) ทั้งนี้เครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นในโครงการนี้เมื่อใช้เฉพาะเครื่องสูบกลโรตารีพบว่าสามารถลดความดันในภาชนะสุญญากาศได้เท่ากับ $8.6x10^{-2}$ mbar ในเวลา 5 นาที และเมื่อใช้เครื่องสูบสุญญากาศแบบแพร่ไอร่วมกับเครื่องสูบกลโรตารีพบว่าสามารถลด $9.0x10^{-6}$ mbar ภายในเวลา 60 นาที (ภาพที่ 7)

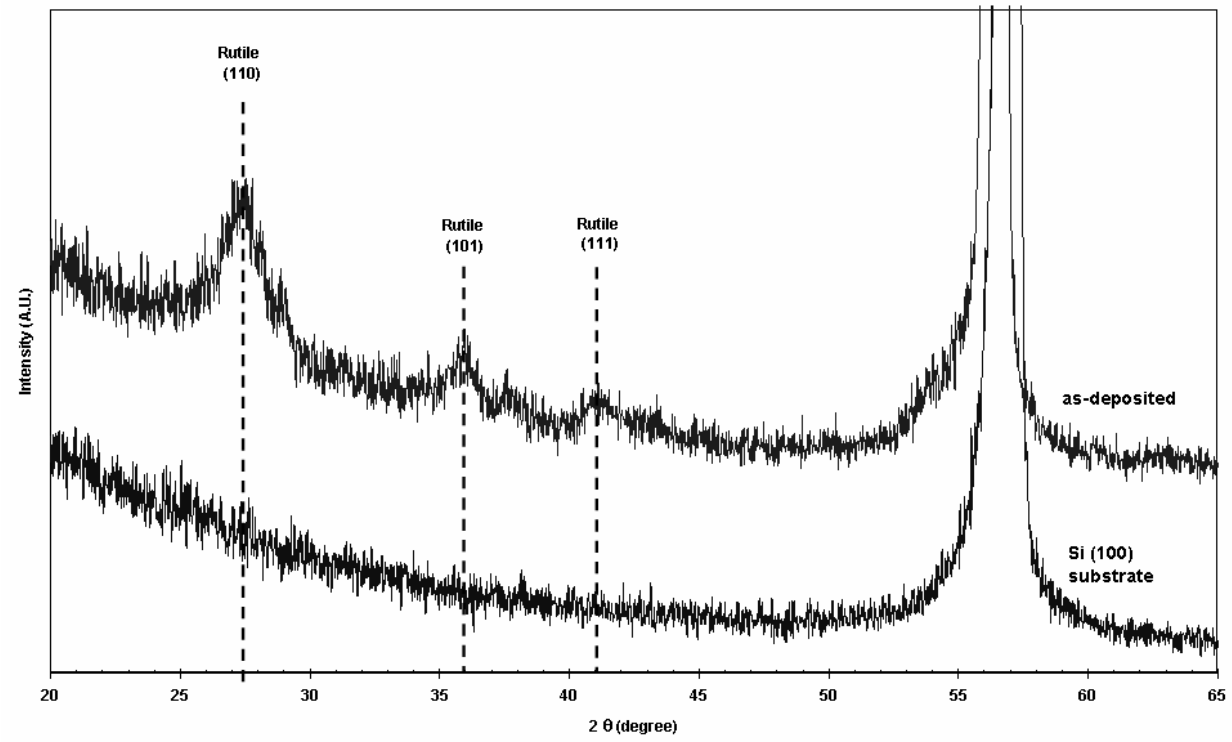


ภาพที่ 7 กราฟแสดงเวลาการสูบอากาศ (pump down time) ของระบบเครื่องสูบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้น ซึ่งสามารถลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศได้ต่ำสุดประมาณ $9x10^{-6}$ mbar

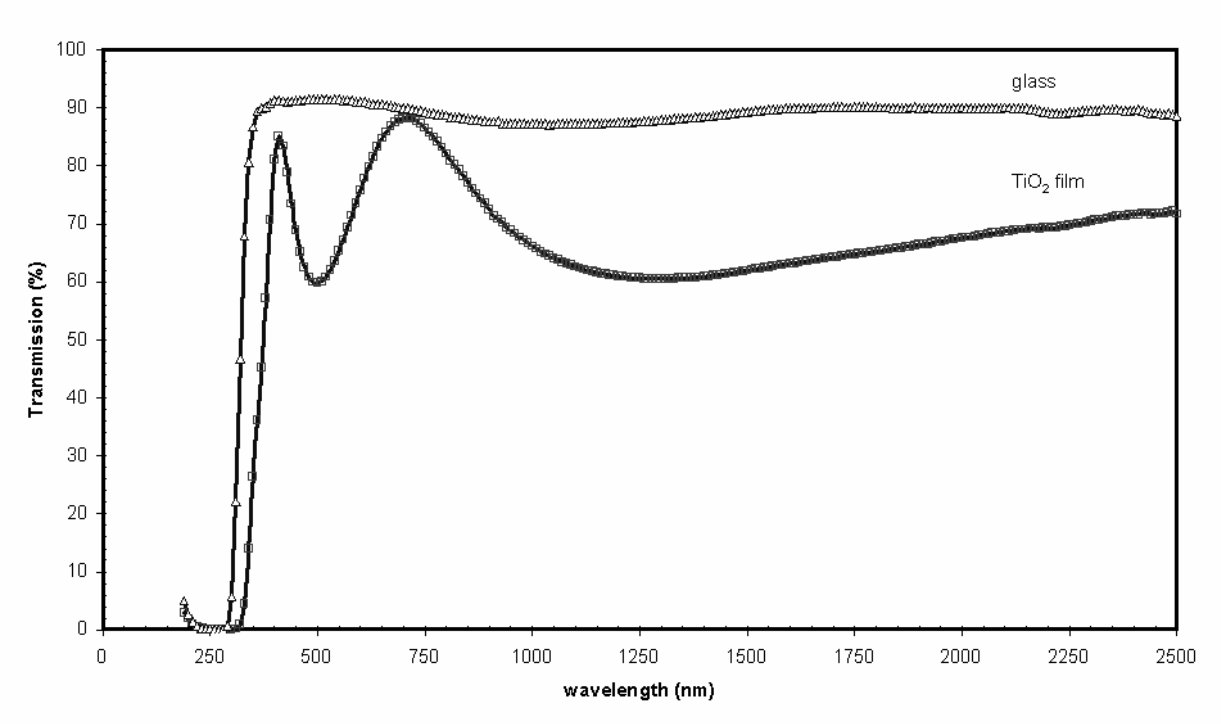
2.2 ผลการทดสอบส่วนการเคลือบ พบว่าเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นในโครงการนี้สามารถเคลือบฟิล์มบางของไททาเนียมและทองแดงได้ โดยขณะเคลือบสีคาโทดโกลว์ของไททาเนียจะมีสีฟ้าขาว ส่วนสีคาโทดโกลว์ของทองแดงจะมีสีฟ้าอมเขียว ทั้งนี้เมื่อสังเกตฟิล์มบางที่เคลือบได้ด้วยตาเปล่าพบว่าฟิล์มบางที่ได้มีสีที่แวววาวของเป้าสารเคลือบ ไม่ปรากฏสภาพหมองคล้ำ เมื่อทดลองการยึดติดของฟิล์มบางโดยการเช็ดถูด้วยนิ้วมือและขูดด้วยเล็บพบไม่สามารถทำให้ฟิล์มบางหลุดออกจากวัสดุรองรับได้ และเมื่อปล่อยทิ้งไว้ในอากาศพบว่าฟิล์มบางที่ได้จะยังคงสภาพเหมือนเดิม

3. ผลการทดลองเคลือบฟิล์มบาง ฟิล์มบางไททาเนียม-ไดออกไซด์ ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้เมื่อนำไปวัดความหนาด้วยเทคนิค AFM พบว่ามีความหนาประมาณ 170 nm เมื่อพิจารณาด้วยตาเปล่า พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีลักษณะใส สามารถส่งผ่านแสงดี มีการกระจายตัวของเนื้อฟิล์มสม่ำเสมอทั่วกระจกสไลด์ที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ สีของฟิล์มจากการสะท้อนและส่งผ่านแสง พบว่าแสงสะท้อนที่ผิวหน้าของฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกสไลด์เป็นสีม่วงอ่อน ขณะที่แสงส่งผ่านฟิล์มบางและกระจกสไลด์เป็นสีเขียวอมฟ้า

เมื่อนำฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในภาพที่ 8 ซึ่งพบว่ามีพีคเกิดขึ้นที่มุม 27.5°, 36.1° และ 41.3° เมื่อนำพีคที่มุมดังกล่าวไปเทียบกับข้อมูลของ JCPDS พบว่า พีคที่เกิดขึ้นของฟิล์มบางที่เคลือบได้นั้นตรงกับพีคของไททาเนียมไดออกไซด์ เฟสรูไทล์ที่ระนาบ (110), (101) และ (111) ตามลำดับ



ภาพที่ 8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุรองรับของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ที่อุณหภูมิห้อง



ภาพที่ 9 ค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้จากเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้น

สำหรับภาพที่ 9 แสดงค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ ในช่วงความยาวคลื่นแสงระหว่าง 190-2500 nm ซึ่งจะเห็นว่าฟิล์มบางไททาเนียม-ไดออกไซด์สามารถส่งผ่านแสงได้ดีในช่วงตามองเห็นและลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอัลตราไวโอเลต สอดคล้องกับงานวิจัยของ Mardare & Rusu (2002) โดยค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางที่ได้จะมีลักษณะเพิ่มขึ้นและลดลงสลับกันตลอดความยาวคลื่นแสงที่พิจารณา เนื่องจากเกิดการแทรกสอดของแสงที่ผ่านชั้นของฟิล์มบางโดยค่าขอบการดูดกลืน (absorption edge) ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จะมีค่าประมาณ 400 nm และเมื่อนำค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไทยทาเนียมไดออกไซด์ไปคำนวณค่าดัชนีหักเหและค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญด้วยวิธี envelop พบว่าที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 550 nm จะมีค่าเท่ากับดัชนีหักเห (n) เท่ากับ 2.4 และค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ (k) เท่ากับ 0.0044 และมีค่าแถบพลังงานเท่ากับ 3.2 eV

สรุป

งานวิจัยนี้ออกแบบสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศ ระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง แบบคาโทดคู่ สำหรับเคลือบฟิล์มบางหลายชั้น มีส่วนประกอบหลัก 6 ส่วนคือ (1) ภาชนะสุญญากาศ (2) ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ (3) แมกนีตรอน สปัตเตอริง คาโทด แบบอันบาลานซ์ (4) ภาคจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (5) ระบบควบคุมและปล่อยแก๊ส และ (6) ระบบน้ำหล่อเย็น ทั้งนี้เมื่อทดสอบด้านสุญญากาศพบว่าเครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นสามารถลดความดันในภาชนะสุญญากาศได้ต่ำสุดประมาณ 9.0×10^{-6} mbar ในเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อทดลองเคลือบไททาเนียมและทองแดงบนกระจกสไลด์พบว่าขณะเคลือบคาโทดโกลว์ของไททาเนียมมีสีฟ้าขาว ส่วนของทองแดงมีสีฟ้าอมเขียว ฟิล์มบางที่ได้มีสีแวววาว เมื่อทดลองการยึดติดของฟิล์มบางโดยการเช็ดถูด้วยนิ้วมือและขูดด้วยเล็บพบว่าไม่ทำให้ฟิล์มบางหลุดลอก เมื่อทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีรีแอคตีฟสปัตเตอริง จากเป้าไททาเนียม พบว่า ฟิล์มบางที่ได้มีลักษณะใส ส่งผ่านแสงในช่วงตามองเห็นและอินฟราเรดดี เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบพีคที่มุม 27.5°, 36.1° และ 41.3° เมื่อเทียบกับข้อมูลของ JCPDS พบว่าตรงกับพีคของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ที่ระนาบ (110), (101) และ (111) ตามลำดับ เมื่อนำค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางไททาเนียม-ไดออกไซด์ไปคำนวณค่าดัชนีหักเหและค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 550 nm พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าดัชนีหักเหเท่ากับ 2.4 ค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญเท่ากับ 0.0044 และมีค่าแถบพลังงานเท่ากับ 3.2 eV

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยบางส่วนจาก กองทุนเพื่อส่งเสริมการอนุรักษ์พลังงาน สำนักงานนโยบายและแผนพลังงาน ผ่านมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ผู้วิจัยขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้

เอกสารอ้างอิง

นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ และสำเภา จงจิตต์. (2547). การออกแบบและสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศเพื่อการศึกษาและฝึกอบรม. ใน *การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัย เกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 42.* (หน้า 137-143). กรุงเทพฯ.

สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกุล ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ถาวรธิรา. (2543). การออกแบบและสร้างระบบเคลือบสุญญากาศแบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ใน *การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 38.* (หน้า 271-278). กรุงเทพฯ.

____. (2545). การออกแบบและสร้างต้นแบบเครื่องเคลือบในสุญญากาศสำหรับอุตสาหกรรมเครื่องประดับ. ใน *การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 40.* (หน้า 48-55). กรุงเทพฯ.

____. (2546). การออกแบบและสร้าง อันบาลานซ์ แมกนีตรอน คาโทด สำหรับระบบสปัตเตอริง. ใน *การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 41.* (หน้า 169-176). กรุงเทพฯ.

Bunshah, R.F. (1994). *Handbook of deposition technologies for films and coatings*. New Jersey: Noyes.

Madare, D., & Rusu, B.I. (2002). The influence of heat treatment of the optical properties of titanium oxide thin films. *Materials Letters, 56,* 210-214.

Smith, D.L. (1995). *Thin-film deposition:principle and practice.* New York: McGraw-Hill.

Swanepoel, R. (1983). Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon. *Journal of Physics E, 16,* 1214-1222.

Wasa, K., & Shigeru Hayakawa. (1992). *Handbook of sputter deposition technology : principles, technology and applications.* New Jersey : Noyes.