

บทที่ 4  
ผลการทดลอง

4.1 ผลการขึ้นรูปชิ้นงานซิลิคอน

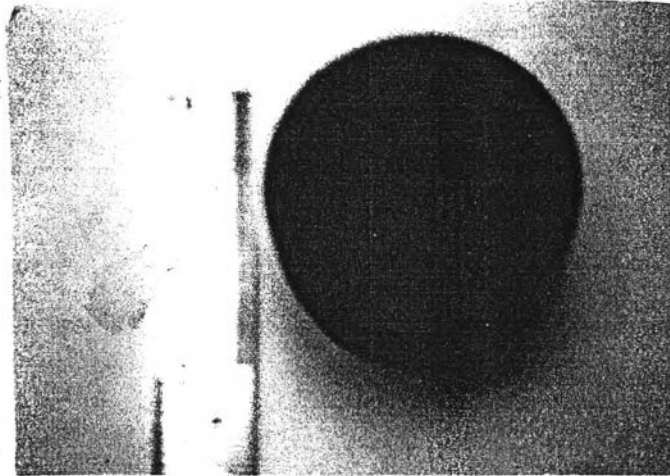
อัดขึ้นรูปผง silicon metal เป็นทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 mm. สูง 17.5 mm. ที่แรงดัน 60 kg/cm<sup>2</sup> ลักษณะดังรูปที่ 4.1 จำนวน 10 ชิ้น แล้วทำการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้ผลดังตาราง

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงขนาด, น้ำหนักของชิ้นงานซิลิคอนที่ผ่านการอัด

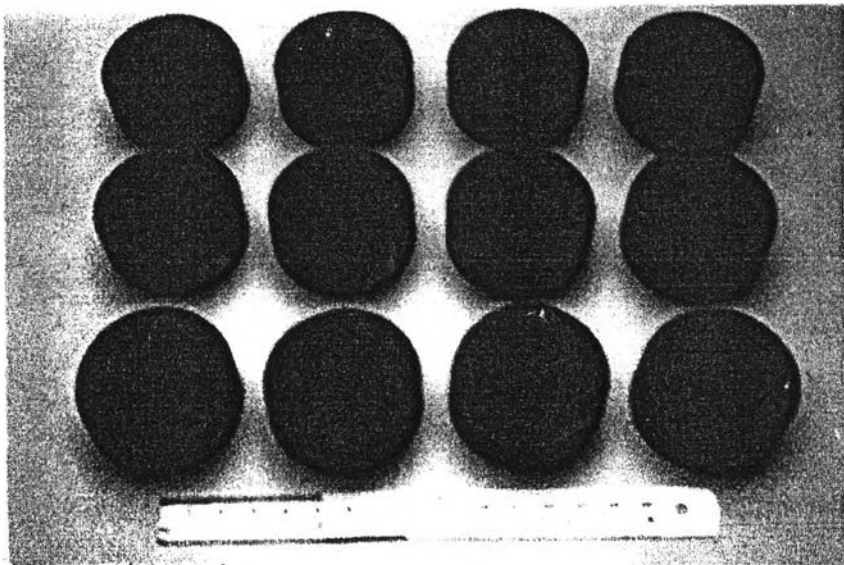
ชิ้นงาน	φD x L (mm)	ปริมาตร (cm <sup>3</sup> )	น้ำหนัก (g)
No.1	50.15x17.55	34.65	49.41
No.2	50.15x17.30	34.15	48.84
No.3	50.15x17.50	34.55	49.14
No.4	50.15x17.30	34.15	49.11
No.5	50.15x17.35	34.27	49.01
No.6	50.15x17.35	34.25	49.21
No.7	50.15x17.40	34.35	48.99
No.8	50.15x17.40	34.35	49.44
No.9	50.15x17.35	34.25	49.08
No.10	50.15x17.35	34.25	49.20
Average	-	34.32	49.14
STDV	-	0.16	0.18

ชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปมีความหนาแน่นเฉลี่ย 1.43 g/cm<sup>3</sup> คิดเป็นประมาณ 61.7 % ของความหนาแน่นทางทฤษฎี โดยค่าความหนาแน่นหลังจากการอัดขึ้นรูป ในงานวิจัยนี้มีค่าน้อยเมื่อเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมา (~1.5-1.6 g/cm<sup>3</sup>) [Moulson,1979] เนื่องจากในงานวิจัยนี้ต้องการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิไนโตรเจนชั้นต่างๆ โดยกำหนดตัวแปรอื่นๆ คงที่ การที่อัดชิ้นงานจนมีความ

หนาแน่นมาก อาจส่งผลให้ต้องใช้เวลาในการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการไนโตรเดชั่นนานขึ้น เนื่องจากการแพร่ของไนโตรเจนเข้าไปในชิ้นงานเป็นไปได้ยากขึ้น ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกที่จะอัดชิ้นงานให้มีความหนาแน่นเพียงพอ สำหรับการเคลื่อนย้ายระหว่างการนำไปเผาผนึกขั้นต้น



รูปที่ 4.1 ลักษณะชิ้นงาน silicon compact ที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วย hydraulic press



รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้น (pre-sintering)

## 4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของชิ้นงาน

### 4.2.1 ผลการตรวจสอบความหนาแน่นของชิ้นงาน

ตารางที่ 4.2 แสดงผลของความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการขึ้นรูปและเผาขึ้นต้น

Sample	Uniaxial Press		Pre-Sinter	
	Bulk density (g/cm <sup>3</sup> )	% theoretical density	Bulk density (g/cm <sup>3</sup> )	% theoretical density
No.1	1.42	61.45	1.48	64.16
No.2	1.42	61.62	1.49	64.59
No.3	1.42	61.29	1.46	63.31
No.4	1.43	61.96	1.49	64.63
No.5	1.43	61.63	1.47	63.38
No.6	1.43	61.91	1.49	64.43
No.7	1.42	61.46	1.47	63.59
No.8	1.43	62.02	1.50	65.02
No.9	1.43	61.75	1.50	64.82
No.10	1.43	61.90	1.49	64.37
Average	1.43	61.70	1.49	64.23
STDV	0.0057	0.2485	0.0014	0.6055

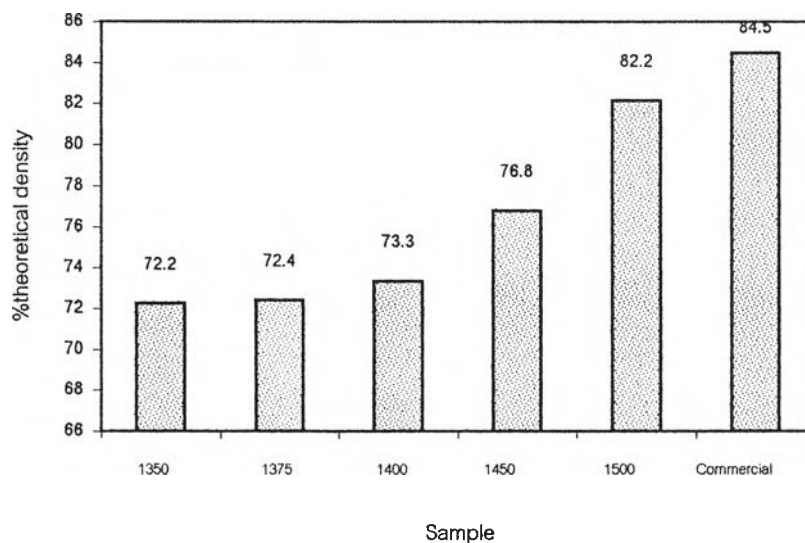
ตารางที่ 4.3 แสดงความหนาแน่นเฉลี่ยของซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนไตรด์ขึ้นที่อุณหภูมิต่างๆ

Temperature (°C)	True density (g/cm <sup>3</sup> )	Bulk density (g/cm <sup>3</sup> )	% Theoretical density	% Porosity
1350	2.73	2.283	72.24	16.37
1375	2.73	2.288	72.40	16.19
1400	3.07	2.317	73.32	24.53
1450	3.09	2.426	76.77	21.48
1500	3.11	2.596	82.15	16.53
Commercial	2.99	2.669	84.46	10.73

ชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้น ที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงมีความหนาแน่นเฉลี่ย 1.49 g/cm<sup>3</sup> คิดเป็นประมาณ 64.2 % ของความหนาแน่นทางทฤษฎี (ผลของขนาดชิ้นงาน หลังการเผาผนึกขั้นต้นแสดงในภาคผนวก) โดยหลังการขึ้นรูปชิ้นงานมีปริมาตรเฉลี่ย 34.32 cm<sup>3</sup> หลังการเผาผนึกขั้นต้นชิ้นงานมีปริมาตรเฉลี่ย 32.42 cm<sup>3</sup> คิดเป็นเปอร์เซ็นต์การหดตัว 5.53 %

ชิ้นงานหลังจากผ่านการเผาผนึกขั้นต้นจะนำไปทำการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 14 ชั่วโมง ซึ่งค่าความหนาแน่นในแต่ละอุณหภูมิการไนไตรเดชันจะแตกต่างกันไปดังแผนภูมิ

แผนภูมิแสดง bulk density ของชิ้นงานที่สภาวะต่างๆ



รูปที่ 4.3 แสดงค่าความหนาแน่นของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ที่อุณหภูมิการไนไตรเดชันต่างๆ

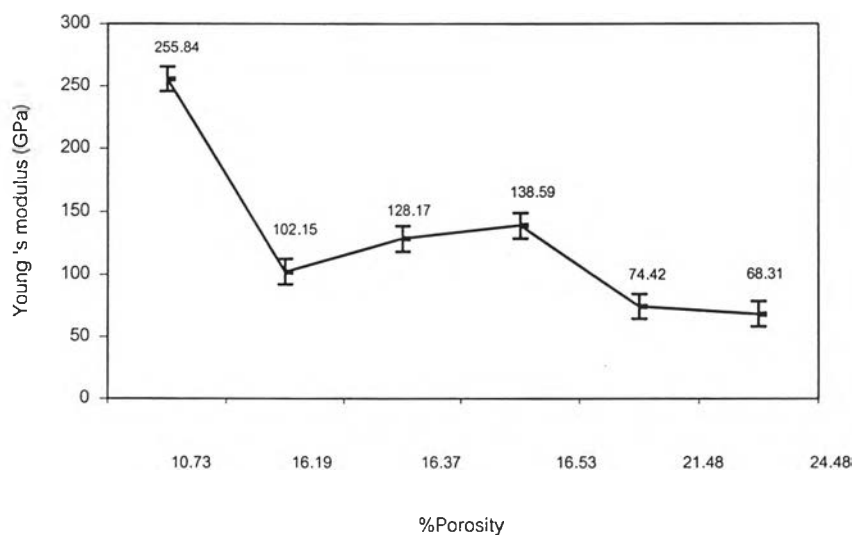
จากแผนภูมิพบว่า ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรเดชันที่สูงกว่ามีแนวโน้มที่จะให้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานมากกว่าการทำไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่ำกว่า

#### 4.2.2 ผลการวัดค่าโมดูลัสของยังด้วย Grindosonic

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าโมดูลัสของยัง ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นต้นและชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์จากบริษัท Tenmat

Nitridation Temperature	Average Young 's Modulus (GPa)	STDV (GPa)	Number of specimens
Pre-sinter (25 $\mu$ m)	13.14	4.76	10
Nitride 1350 °C	128.17	17.44	5
Nitride 1375 °C	102.15	21.89	5
Nitride 1400 °C	68.31	2.92	3
Nitride 1450 °C	74.42	12.63	5
Nitride 1500 °C	138.59	34.65	5
Commercial	255.84	8.38	3

แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ของ Young 's modulus กับ %Porosity



รูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ของค่า Young 's modulus กับ % porosity

จากภาพจะเห็นได้ว่าค่า Young 's modulus ของซิลิคอนไนไตรด์ จะแปรผกผันกับ % porosity ในชิ้นงาน

### 4.3 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกลของชิ้นงาน

#### 4.3.1 ผลการวัดค่าความแข็ง

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความแข็งเฉลี่ยของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้นและชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับชิ้นงานมาตรฐานจากบริษัท Tenmat

Nitridation Temperature	Vickers Hardness (HV)	STDV	Number of Testing
Pre-sinter (25 $\mu$ m)	26.16	7.49	16
Nitride 1350 °C	575.48	149.66	10
Nitride 1375 °C	497.17	122.05	10
Nitride 1400 °C	458.42	250.70	10
Nitride 1450 °C	545.60	202.59	10
Nitride 1500 °C	399.53	129.48	10
Commercial	780.30	263.64	10

จากผลการวัดค่าความแข็งหลังการเผาผนึกขั้นต้นของขนาดอนุภาคเฉลี่ย 25 ไมครอนพบว่า ค่าความแข็งมีค่าเฉลี่ย 26.16 HV โดยมีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน 7.49 ซึ่งค่อนข้างมาก อาจเนื่องมาจากชิ้นงานหลังการเผาผนึกขั้นต้นมีความหนาแน่นไม่สม่ำเสมอ และอนุภาคของซิลิคอนยังเกาะกันอย่างหลวมๆ (จากการสังเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์)

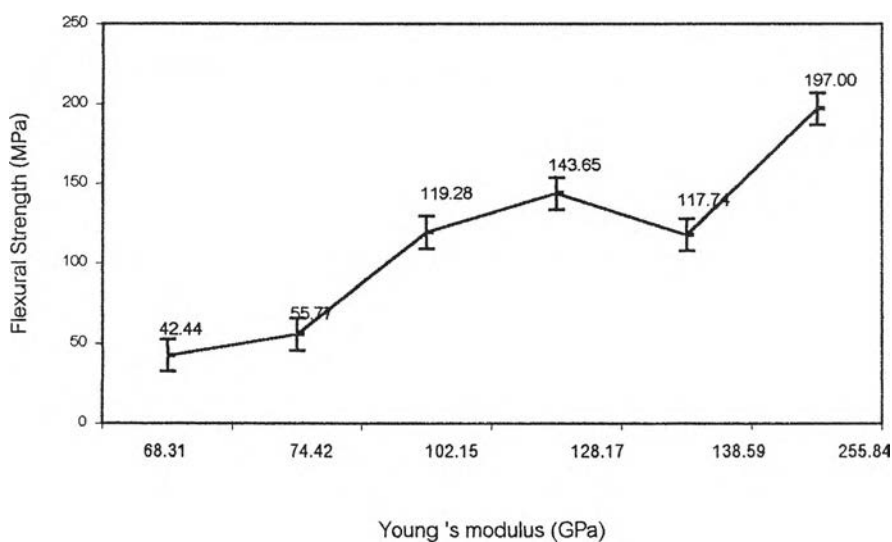
สำหรับชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ มีค่าอยู่ในช่วง 400-575 HV โดยในแต่ละอุณหภูมิการไนไตรเดชันจะมีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานค่อนข้างมาก เนื่องจากชิ้นงานที่ทดสอบมีรูพรุนขนาดเล็กและใหญ่กระจายอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง จึงทำให้การตรวจสอบให้ค่าความแข็งที่ไม่แน่นอน และค่าความแข็งไม่มีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิการไนไตรเดชันและตัวแปรอื่นๆ ในการทดลอง อย่างไรก็ตามพบว่า ค่าความแข็งของชิ้นงานเชิงพาณิชย์มีค่าสูงกว่าชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ อาจเนื่องมาจากรูพรุนที่มีขนาดเล็ก และปฏิกิริยาไนไตรเดชันที่เกิดขึ้นสมบูรณ์กว่า

#### 4.3.2 ผลการวัดค่าความแข็งแรงต่อการดัด

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความแข็งแรงต่อการดัดของชิ้นงานแบบ Three-point bending ที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับชิ้นงานมาตรฐานของบริษัท Tenmat

Nitridation Temperature (°C)	Mean Stress at Yield (Max load) (MPa)	STDV (n=5)
1350	143.65	27.50
1375	119.28	13.60
1400	42.44	12.69
1450	55.76	12.21
1500	117.25	50.15
Commercial	196.99	8.71

แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Young 's modulus กับ Flexural Strength



รูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรงต่อการดัดของชิ้นงานกับค่าโมดูลัสของยัง

จากกราฟพบว่าค่าความแข็งแรงต่อการดัดและค่าโมดูลัสของชิ้นงานมีความสัมพันธ์กัน แต่ค่าความแข็งแรงต่อการดัดไม่มีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิการไนไตรเดชัน

#### 4.4 ผลการตรวจสอบความสามารถในการเจาะและกลึงของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกชั้นต้น

##### 4.4.1 ผลการวัดความแข็งแรงต่อการอัด

ตารางที่ 4.7 แสดงผลของการวัดความแข็งแรงต่อการอัด

Sample	Critical load (kN)	Cross-section area (mm <sup>2</sup> )	Critical stress (MPa)
1	2.12	56.73	37.41
2	1.58	41.41	33.32
3	2.22	51.40	43.34
4	1.51	44.83	33.81
5	1.99	59.45	33.48
Average	-	-	36.27
STDV	-	-	4.296

ค่าความแข็งแรงต่อการอัดของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกชั้นต้นมีค่าเฉลี่ย 36.27 MPa และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน 4.29 MPa ซึ่งเป็นค่าที่มีความแข็งแรงเพียงพอต่อการนำไปตัดเจาะกลึงได้ ดังแสดงในหัวข้อการเจาะและการกลึง

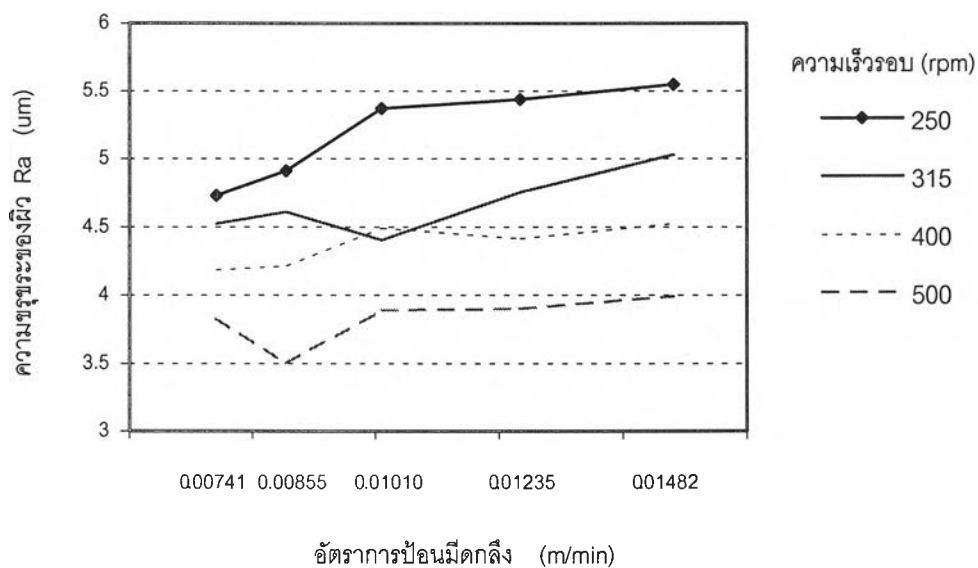
##### 4.4.2 ผลการวัดค่าความเรียบผิวของชิ้นงาน

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเรียบผิวของชิ้นงานที่ผ่านการกลึงที่สภาวะต่างๆ

Surface Roughness Average ,Ra (μm)				
Feed (m/min)	Speed (rpm)			
	250	315	400	500
0.00741	4.73	4.52	4.18	3.83
0.00855	4.91	4.61	4.21	3.50
0.01010	5.37	4.40	4.49	3.89
0.01235	5.44	4.75	4.41	3.90
0.01482	5.55	5.03	4.52	3.99

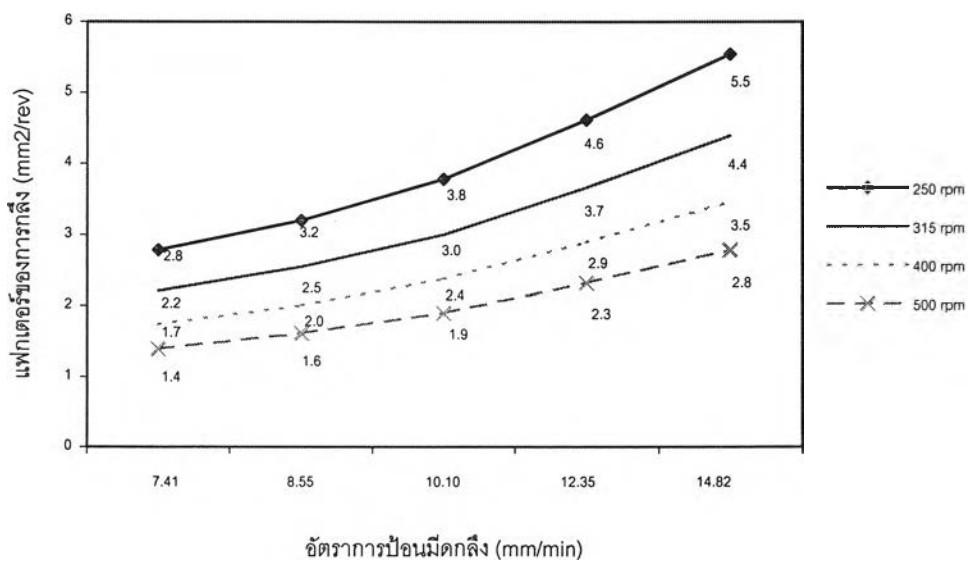


แผนภาพแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความขรุขระของผิวชิ้นงานที่ผ่านการกลึง  
ที่ความเร็วรอบและอัตราการป้อนมีดกลึงต่างๆ



รูปที่ 4.6 แสดงความความขรุขระของผิวชิ้นงานที่ผ่านการกลึงที่สภาวะต่างๆ

แผนภูมิแสดงค่าแฟกเตอร์จากการกลึงที่สภาวะต่างๆ



รูปที่ 4.7 แสดงอัตราการกินเนื้อชิ้นงานที่สภาวะการกลึงต่างๆ

จากรูปที่ 4.6 พบว่าที่อัตราการป้อนมีดกึ่งเร็วขึ้น ค่าความเรียบผิวจะหยาบขึ้นโดยพิจารณาจากค่า Ra ที่เพิ่มขึ้น และที่ความเร็วรอบสูงค่าความเรียบผิวจะเรียบมากกว่าที่ความเร็วรอบต่ำสังเกตจากค่า Ra ที่ลดลงเมื่อความเร็วรอบสูงขึ้น

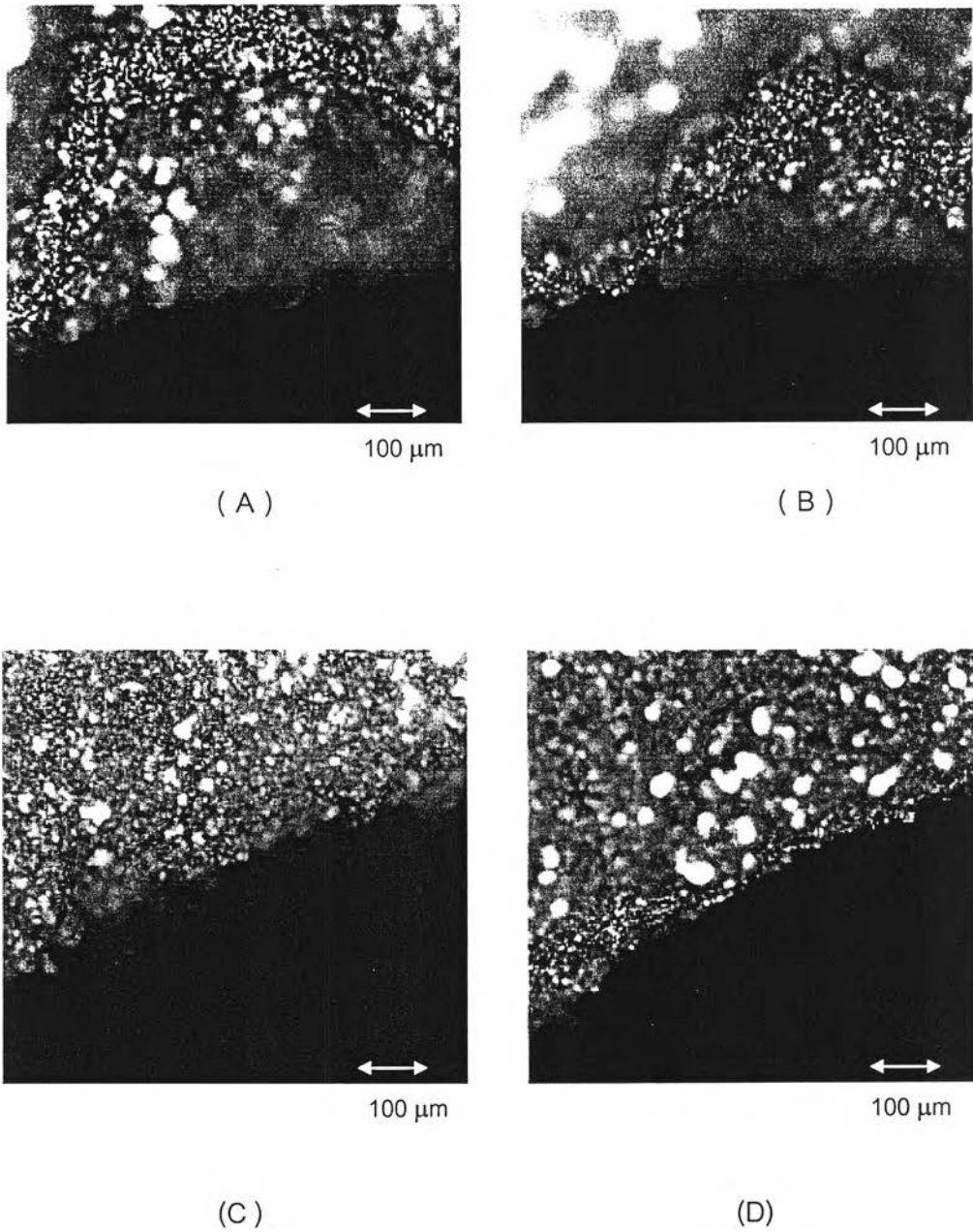
อัตราการป้อนมีดกึ่งจะส่งผลต่ออัตราการกินเนื้อชิ้นงาน พบว่าที่อัตราการป้อนมีดกึ่งสูงและความเร็วรอบการหมุนชิ้นงานต่ำ จะให้อัตราการกินเนื้อชิ้นงานสูง ซึ่งค่าแฟกเตอร์จากการกลึงชิ้นงาน (MRRV) มีค่าไม่เกิน 2.9 (จากข้อมูลการทดลองให้ความเหมาะสมของชิ้นงานไม่เกิน 4.5 ไมครอน) แสดงว่าถ้ากลึงชิ้นงานด้วยแฟกเตอร์การกลึงมากกว่า 2.9 จะทำให้ชิ้นงานมีความเหมาะสมมากกว่า 4.5 ไมครอน และอาจเสียหายได้

#### 4.2.3 ผลการตรวจสอบรอยเจาะและความเรียบของชิ้นงาน

เจาะรูขึ้นทดสอบโดยปรับเปลี่ยนความเร็วรอบของดอกสว่าน อัตราการป้อนดอกสว่านและขนาดของดอกสว่าน ตั้งแต่เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 , 4 และ 5 มิลลิเมตร โดยจะศึกษาความสามารถของการเจาะรู จากการสังเกตลักษณะของรอยแตกที่เกิดขึ้นหลังการเจาะด้วยกล้องจุลทรรศน์กำลังขยายต่ำ ( $\times 10$ ) โดยกำหนดลักษณะของรูเจาะเป็น 4 ประเภท ดังรูปที่ 4.8

กำหนดให้

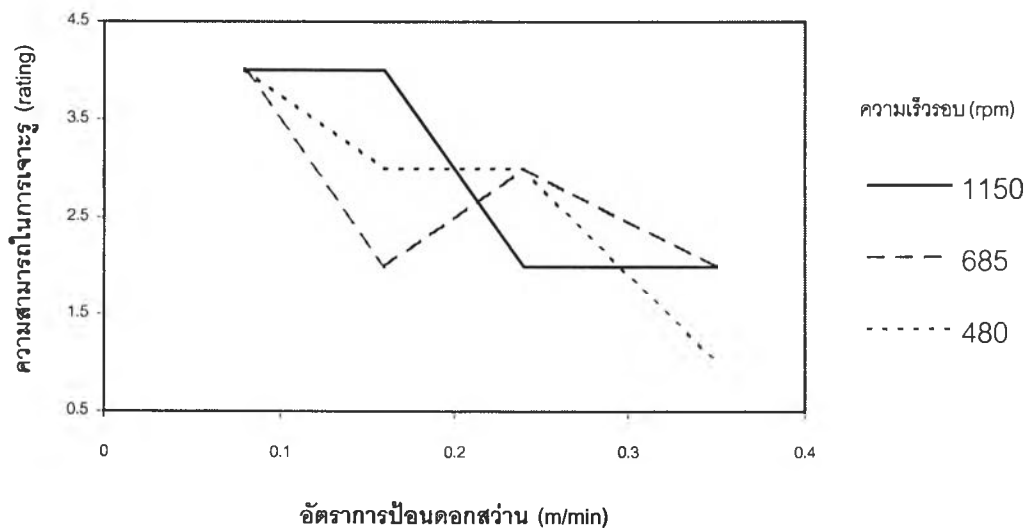
- Rating 1 คือ รอยเจาะแตกกว้างออกนอกบริเวณขอบรูเจาะ
- Rating 2 คือ รอยเจาะแตกบริเวณขอบรูเจาะ
- Rating 3 คือ รอยเจาะมีรอยบิ่นเล็กน้อยบริเวณขอบรูเจาะ
- Rating 4 คือ รอยเจาะสมบูรณ์



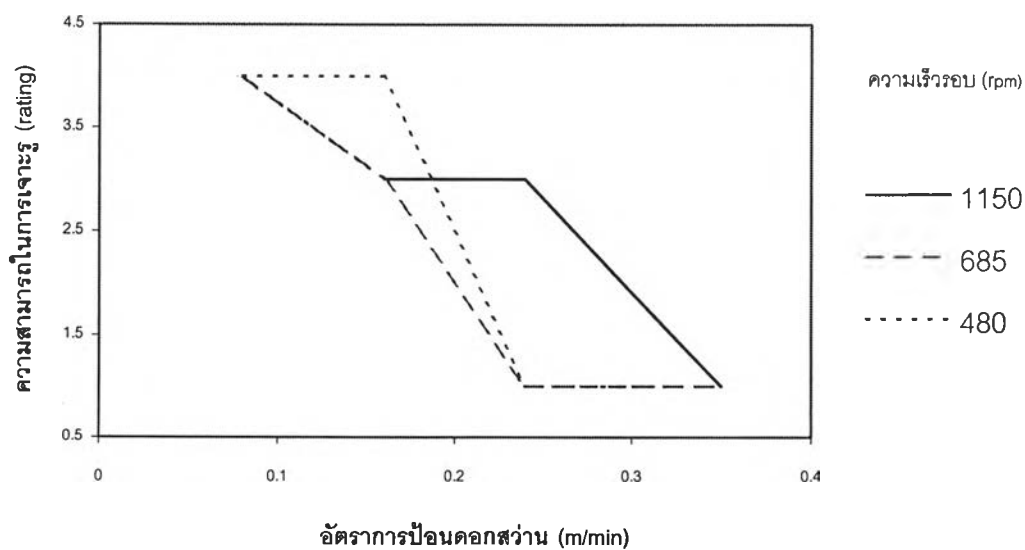
รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะของรูเจาะ 4 ประเภท (เส้นผ่านศูนย์กลางดอกสว่าน 3 mm)

A) rating 1 B) rating 2 C) rating 3 D) rating 4 (x10)

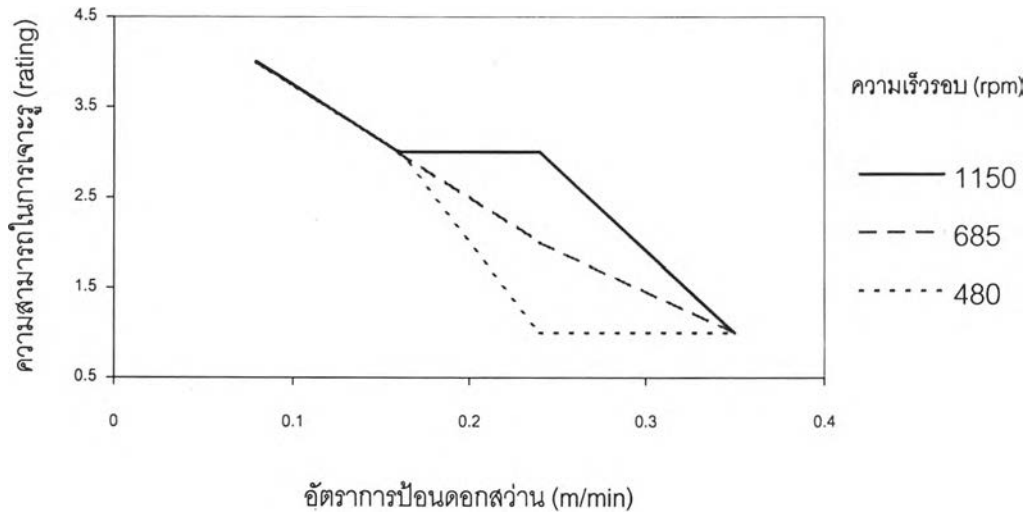
(A) แผนภูมิแสดงความสามารถในการเจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 mm กับ  
ชิ้นงาน Si compact ที่ความเร็วรอบ และอัตราการป้อนดอกสว่านต่างๆ



(B) แผนภูมิแสดงความสามารถในการเจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 mm กับ  
ชิ้นงาน Si compact ที่ความเร็วรอบ และอัตราการป้อนดอกสว่านต่างๆ



(C) แผนภูมิแสดงความสามารถในการเจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 mm กับ  
ชิ้นงาน Si compact ที่ความเร็วรอบ และอัตราการป้อนดอกสว่านต่างๆ



รูปที่ 4.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการป้อน, ความเร็วรอบดอกสว่านกับ ความสามารถ  
ในการเจาะรู เส้นผ่านศูนย์กลางรูเจาะรูป (A) 3 mm (B) 4 mm (C) 5 mm

จากผลการเจาะรูพบว่า ที่อัตราการป้อนดอกสว่านสูงจะมีความสามารถในการเจาะรูต่ำใน  
ทุกๆ ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางดอกสว่าน เช่นเดียวกับที่ความเร็วรอบของดอกสว่านต่ำ แต่เมื่อ  
เพิ่มความเร็วดอกสว่านจะทำให้ความสามารถในการเจาะรูเพิ่มขึ้นดังรูปที่ 4.10

ตารางที่ 4.9 แสดงความเรียบของผิวรอยเจาะที่สภาวะต่างๆ เมื่อใช้ดอกสว่านขนาด  $\phi$  3 mm

Surface Roughness Average ,Ra ( $\mu\text{m}$ )			
Feed (m/min)	Speed (rpm)		
	480	685	1150
0.08	6.86	6.78	6.98
0.16	7.78	6.55	7.05
0.24	7.76	7.58	7.23
0.35	8.25	7.34	7.13

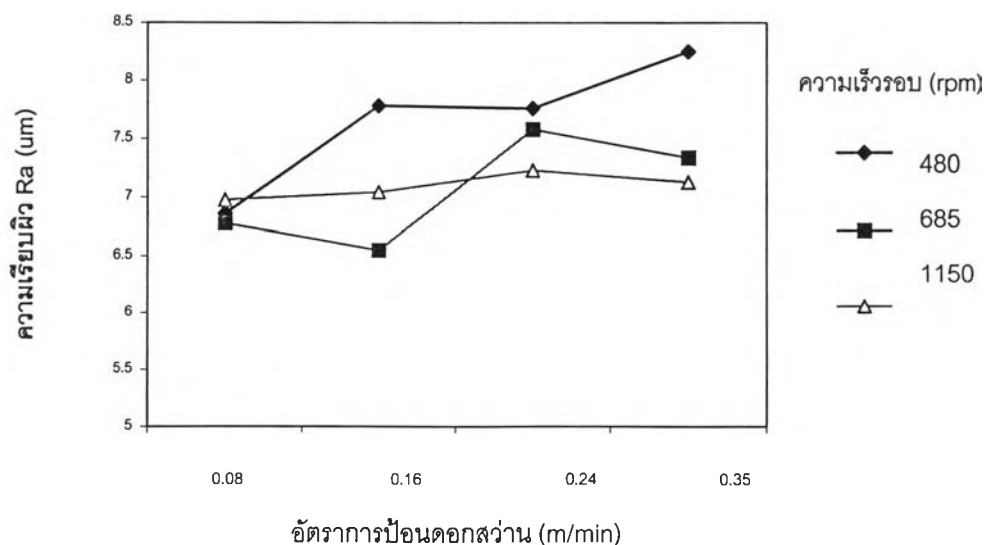
ตารางที่ 4.10 แสดงความเรียบของผิวรอยเจาะที่สภาวะต่างๆ เมื่อใช้ดอกสว่านขนาด  $\phi$  4 mm

Surface Roughness Average ,Ra ( $\mu\text{m}$ )			
Feed (m/min)	Speed (rpm)		
	480	685	1150
0.08	6.88	7.04	6.17
0.16	7.22	6.55	6.85
0.24	7.56	7.11	6.20
0.35	7.47	7.23	7.17

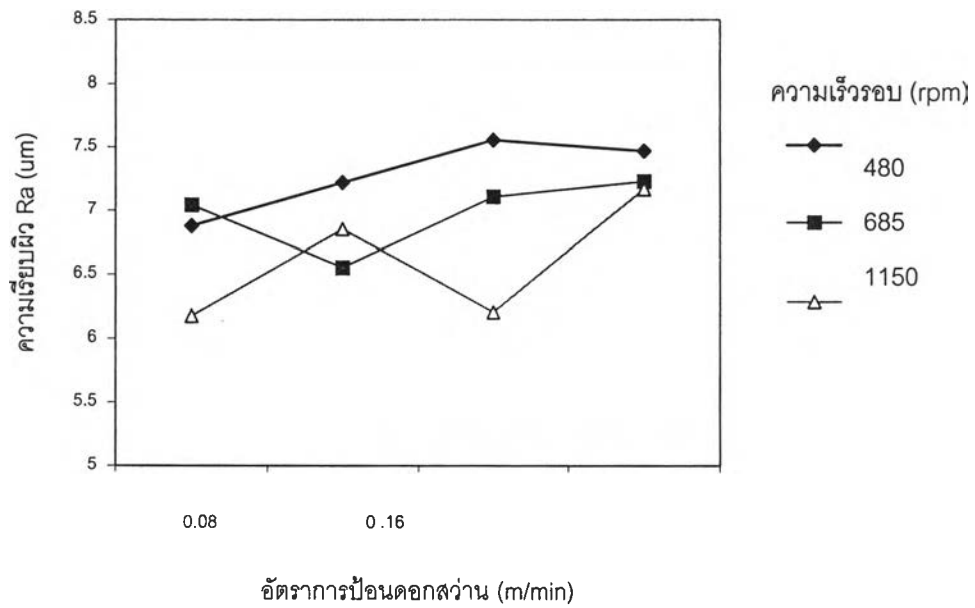
ตารางที่ 4.11 แสดงความเรียบของผิวรอยเจาะที่สภาวะต่างๆ เมื่อใช้ดอกสว่านขนาด  $\phi$  5 mm

Surface Roughness Average ,Ra ( $\mu\text{m}$ )			
Feed (m/min)	Speed (rpm)		
	480	685	1150
0.08	6.05	7.21	7.02
0.16	7.34	6.95	6.58
0.24	6.86	7.03	7.32
0.35	6.25	8.78	7.17

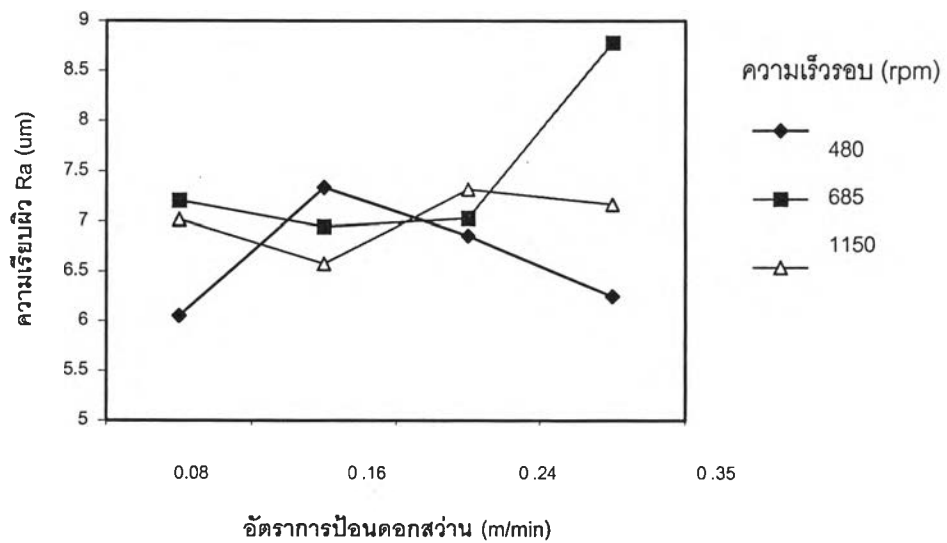
แผนภูมิแสดงความเรียบผิวรอยเจาะ เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 mm



แผนภูมิแสดงความเรียบผิวรอยเจาะ เส้นผ่านศูนย์กลาง 4 mm

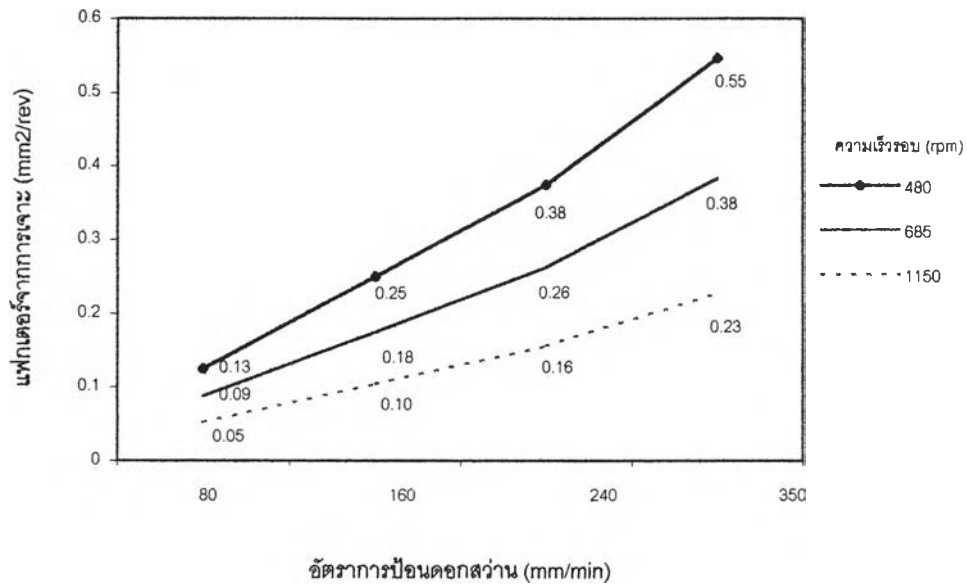


แผนภูมิแสดงความเรียบผิวรอยเจาะ เส้นผ่านศูนย์กลาง 5 mm



รูปที่ 4.10 แสดงความเรียบผิวชิ้นงานรูเจาะที่สภาวะการเจาะต่างๆ

แผนภูมิแสดงแฟกเตอร์จากการเจาะชิ้นงานที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางดอกสว่าน 3 mm



รูปที่ 4.10 แสดงอัตราการกินเนื้อชิ้นงานรอยเจาะที่สภาวะการเจาะต่างๆ

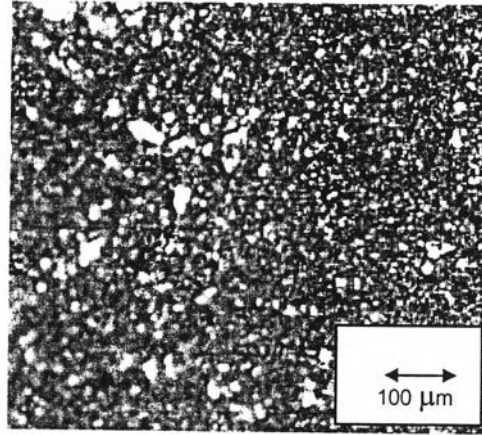
จากความเรียบผิวรอยเจาะเมื่อปรับเปลี่ยนอัตราการป้อนดอกสว่านและความเร็วรอบ พบว่าที่อัตราการป้อนดอกสว่านเร็วและความเร็วรอบต่ำ จะมีแนวโน้มให้ค่าความขรุขระของผิวชิ้นงานที่มากกว่า ( $R_a$  สูงกว่า)

จากรูปที่ 4.10 พบว่าอัตราการกินเนื้อชิ้นงานจะขึ้นอยู่กับอัตราการป้อนดอกสว่าน อัตราการป้อนดอกสว่านเร็วจะทำให้การกินเนื้อชิ้นงานมาก แต่เมื่อเพิ่มความเร็วรอบการหมุนชิ้นงานจะทำให้การกินเนื้อชิ้นงานน้อยลง ซึ่งแฟกเตอร์จากการเจาะสำหรับชิ้นงานซิลิคอนที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้นจากการทดลองมีค่าไม่เกิน 0.13 ซึ่งถ้าทำการเจาะโดยใช้แฟกเตอร์การเจาะมากกว่า 0.13 ชิ้นงานจะมีแนวโน้มเสียหายได้ (สังเกตจากรอยเจาะขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 mm) ที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรอยเจาะ 4 mm ค่าแฟกเตอร์การเจาะมีค่ามากขึ้นเป็น 0.17 เนื่องจากอัตราการกินเนื้อชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น (กราฟแสดงในภาคผนวก)

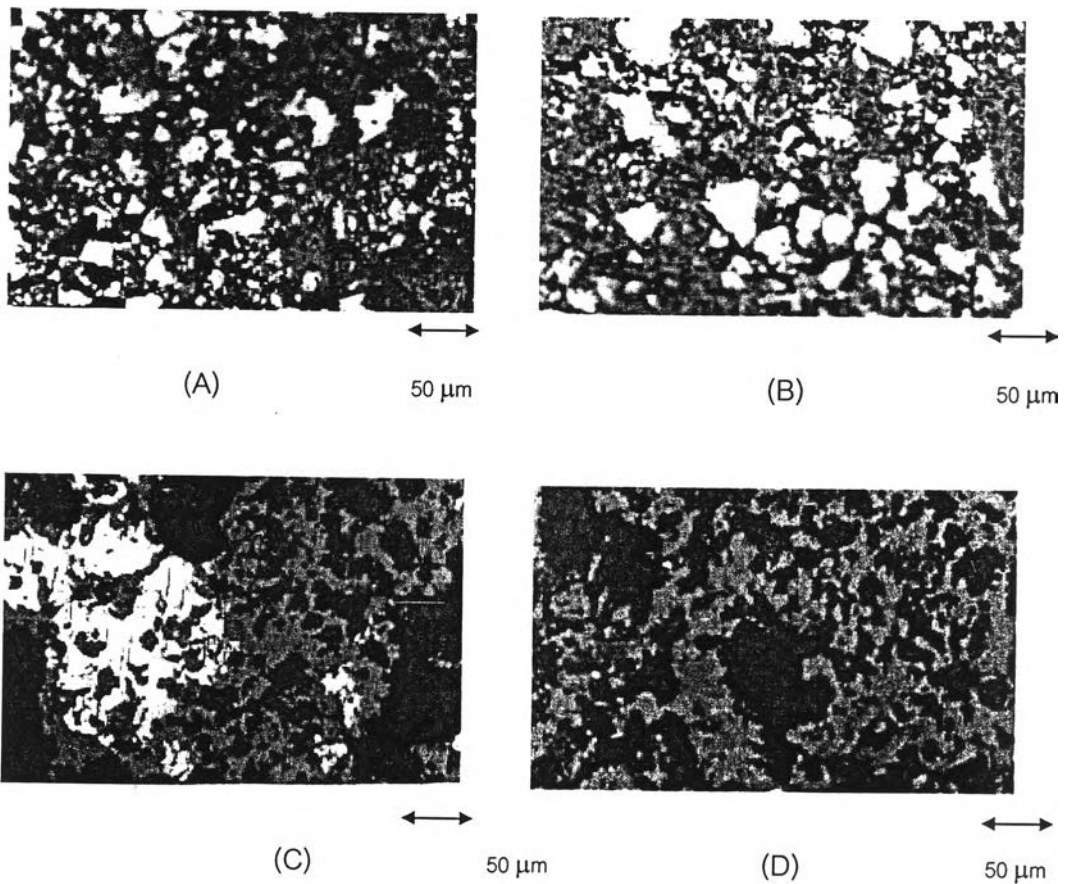


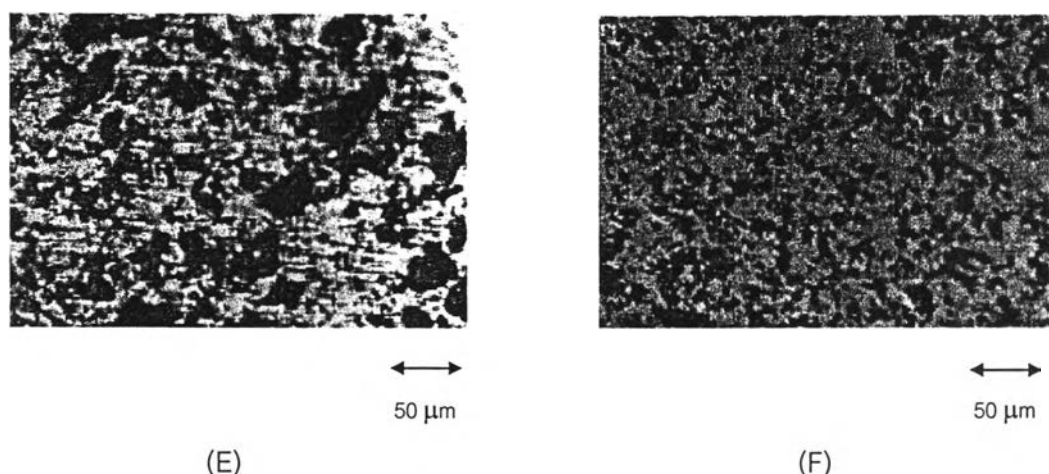
## 4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

### 4.5.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสง



รูปที่ 4.12 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนหลังจากผ่านการเผาผืนี้กชั้นต้น





รูปที่ 4.13 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ

A) 1350°C B) 1375°C C) 1400°C D) 1450°C E) 1500°C F) Commercial

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการเผาผนึกขั้นต้น ที่กำลังขยายเลนส์ใกล้วัตถุ 10 เท่า พบว่าโครงสร้างส่วนใหญ่ของซิลิคอนไนไตรด์เป็นอนุภาคที่เชื่อมติดกันเป็นบางส่วน อนุภาคยังเกาะกันไม่แน่นหนา เมื่อปรับระยะวัตถุจะเห็นอนุภาคซิลิคอนไนไตรด์เป็นชั้นๆ อย่างชัดเจน

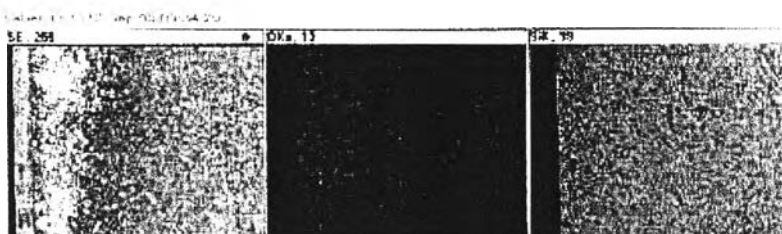
จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์ พบว่าที่อุณหภูมิไนไตรเดชันต่ำ (1350-1375°C) จะเกิดซิลิคอนไนไตรด์ (บริเวณสีขาว) น้อยกว่าชิ้นงานที่ทำไนไตรเดชันที่อุณหภูมิที่สูงกว่า พบว่าชิ้นงานที่อุณหภูมิไนไตรเดชัน 1400°C และ 1450°C มีรูพรุนขนาดใหญ่มาก (บริเวณสีดำ) กระจายอยู่ สำหรับชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรเดชัน 1500°C มีรูพรุนขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วไป และมีรูพรุนขนาดต่ำกว่า 50  $\mu\text{m}$  กระจายอยู่ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์พบว่าชิ้นงานเชิงพาณิชย์มีรูพรุนขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วไป และพบรูพรุนขนาดใหญ่ในโครงสร้างเพียงบางส่วน

#### 4.5.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด (SEM)

4.5.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ด้วย Scanning Electron Microscope ร่วมกับ Energy Dispersive Spectroscopy เปรียบเทียบโครงสร้างระหว่างผิวและภายในชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรเดชันต่างๆ โดยการทำ mapping (รูปแสดงในภาคผนวก)

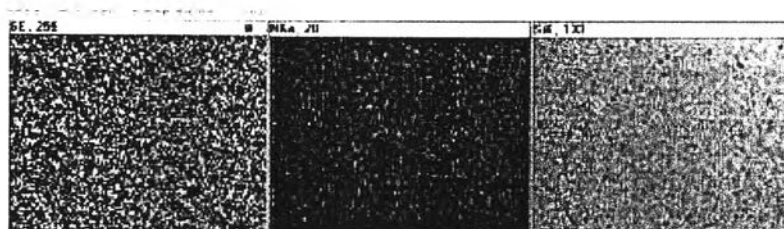


(A) N เทียบกับ Si



(B) O เทียบกับ Si

รูปที่ 4.14 แสดงตัวอย่างโครงสร้างจุลภาค (x50) และ mapping ของชั้นงาน RBSN ที่อุณหภูมิไนโตรเดชั่น 1500°C (บริเวณผิวชิ้นงาน)



(A) N เทียบกับ Si



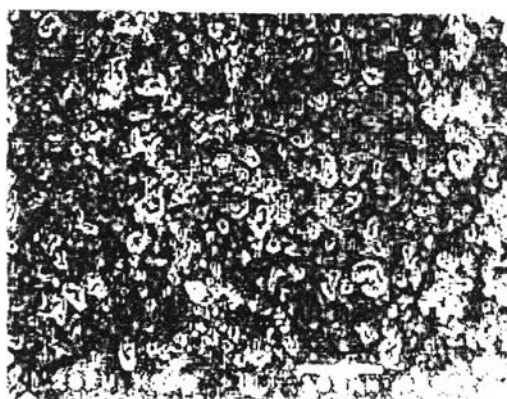
(B) O เทียบกับ Si

รูปที่ 4.15 แสดงตัวอย่างโครงสร้างจุลภาค (x50) และ mapping ของชั้นงาน RBSN ที่อุณหภูมิไนโตรเดชั่น 1500°C (บริเวณกลางชิ้นงาน)

จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวชิ้นงานและบริเวณภายในชิ้นงาน RBSN ที่อุณหภูมิการไนไตรเดชันต่างๆ พบว่า

- อุณหภูมิการไนไตรเดชันต่ำ ( $1350^{\circ}$ ) ที่กำลังขยายภาพ 50 เท่า พบว่าบริเวณผิวและบริเวณภายในชิ้นงานจะมีความสม่ำเสมอของโครงสร้าง จาก mapping พบไนโตรเจนเกิดขึ้นภายในชิ้นงานเล็กน้อย และตรวจพบออกซิเจนในชิ้นงานน้อยมาก
- อุณหภูมิการไนไตรเดชัน  $1400^{\circ}\text{C}$  พบว่าโครงสร้างบริเวณผิวและบริเวณภายในชิ้นงานไม่ค่อยสม่ำเสมอ จาก mapping พบไนโตรเจนเกิดขึ้นภายในชิ้นงานเล็กน้อย และตรวจพบออกซิเจนในชิ้นงานน้อยมากเช่นเดียวกับที่อุณหภูมิ  $1350^{\circ}\text{C}$
- อุณหภูมิการไนไตรเดชัน  $1450^{\circ}\text{C}$  พบว่าโครงสร้างที่บริเวณผิวและบริเวณภายในชิ้นงานไม่สม่ำเสมอ จึงทำการ mapping โดยแบ่งเป็น 2 ส่วน พบว่าที่บริเวณผิวชิ้นงานตรวจพบออกซิเจนมากกว่าบริเวณภายในชิ้นงาน บริเวณภายในชิ้นงานจะมีการกระจายตัวของไนโตรเจนสม่ำเสมอมากกว่า และมีโครงสร้างจุลภาคที่สม่ำเสมอกว่า
- อุณหภูมิการไนไตรเดชัน  $1500^{\circ}\text{C}$  พบว่าโครงสร้างที่บริเวณผิวและบริเวณภายในชิ้นงานไม่สม่ำเสมอ จึงทำการ mapping โดยแบ่งเป็น 2 ส่วน พบว่าที่บริเวณผิวชิ้นงานตรวจพบไนโตรเจนน้อยกว่าบริเวณภายในชิ้นงาน แต่บริเวณผิวพบออกซิเจนกระจายตัวอยู่ทั่วไป และบริเวณภายในชิ้นงานมีการกระจายตัวของไนโตรเจน และมีโครงสร้างจุลภาคที่สม่ำเสมอมากกว่าบริเวณผิวชิ้นงาน

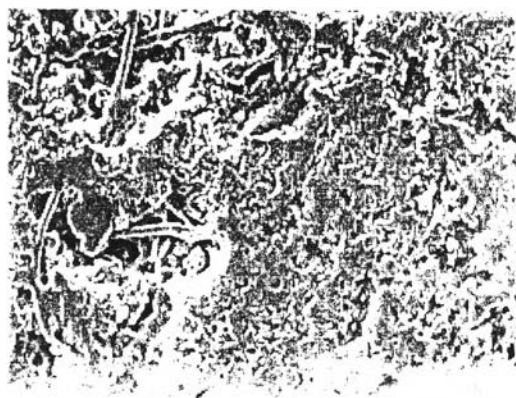
#### 4.5.1.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ด้วย SEM ที่อุณหภูมิการไนไตรเดชันต่างๆ (รูปแสดงในภาคผนวก)



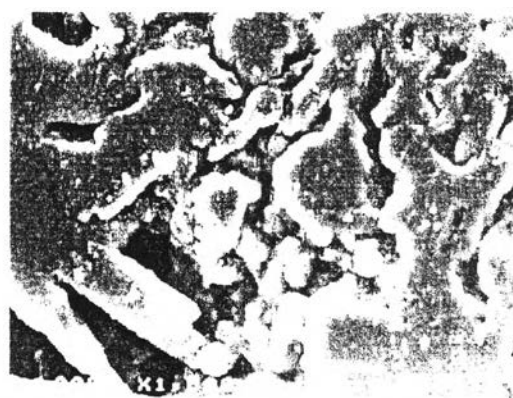
(A)  $1500^{\circ}\text{C}$  (x200)



(B)  $1500^{\circ}\text{C}$  (x1500)



(C) Commercial (x200)



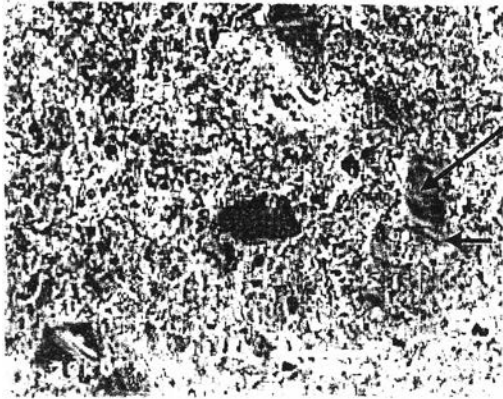
(D) Commercial (x1500)

รูปที่ 4.16 แสดงโครงสร้างจุลภาคจากกล้อง SEM ที่อุณหภูมิการไนโตรเดชั่น 1500°C เทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์ที่กำลังขยาย (x200) และ (x1500)

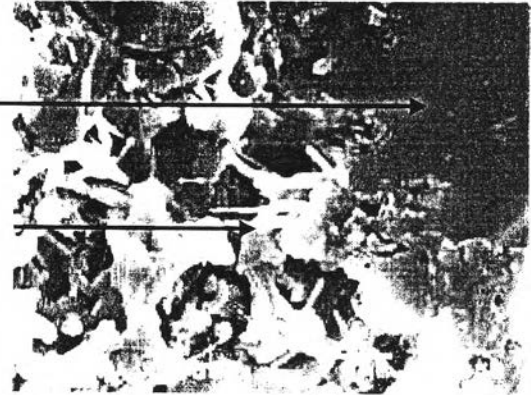
จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิคอนไนไตรด์ที่ผ่านการไนโตรเดชั่นที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์ด้วย Scanning Electron Microscope ที่กำลังขยาย x200 เท่าและ x1500 สังเกตโครงสร้างได้ดังนี้

- ที่อุณหภูมิการไนโตรเดชั่น 1350°C ชิ้นงานมีรูพรุนขนาดประมาณ 3-5  $\mu\text{m}$  กระจายตัวอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง มีบางบริเวณมีรูพรุนขนาดใหญ่ประมาณ 10-20  $\mu\text{m}$  อยู่ซึ่งเป็นรูพรุนต่อเนื่อง
- ที่อุณหภูมิการไนโตรเดชั่น 1375°C ชิ้นงานมีรูพรุนขนาดประมาณ 5-10  $\mu\text{m}$  กระจายอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง ส่วนใหญ่เป็นรูพรุนไม่ต่อเนื่อง โครงสร้างค่อนข้างสม่ำเสมอ
- ที่อุณหภูมิการไนโตรเดชั่น 1400°C ชิ้นงานมีรูพรุนขนาดประมาณ 10  $\mu\text{m}$  กระจายต่อเนื่องอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง ในบางบริเวณจะมีรูพรุนขนาดใหญ่ประมาณ 20-30  $\mu\text{m}$
- ที่อุณหภูมิการไนโตรเดชั่น 1450°C ชิ้นงานมีรูพรุนน้อยลง แต่ในบางบริเวณพบรูพรุนขนาดใหญ่มากประมาณ 50  $\mu\text{m}$  ระหว่างรูพรุนจะพบลักษณะ fiber อยู่ในบางบริเวณ
- ที่อุณหภูมิการไนโตรเดชั่น 1500°C ชิ้นงานมีรูพรุนขนาดประมาณ 10  $\mu\text{m}$  กระจายอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง ไม่ค่อยพบรูพรุนขนาดใหญ่ในโครงสร้าง
- โครงสร้างทั่วไปในชิ้นงานเชิงพาณิชย์ พบรูพรุนขนาดประมาณ 10  $\mu\text{m}$  กระจายต่อเนื่องอยู่ทั่วไปในโครงสร้าง บางบริเวณพบรูพรุนขนาดใหญ่ ระหว่างรูพรุนพบลักษณะ fiber อยู่ในบางบริเวณ

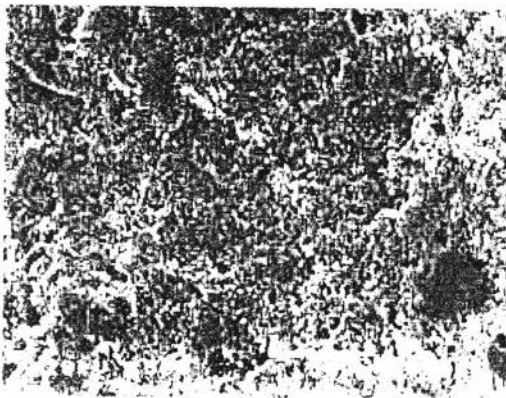
4.5.1.1 ผลการตรวจสอบผิวรอยแตก (fracture surface) ของชิ้นงานซิลิคอนไนไตรด์ด้วย SEM ที่อุณหภูมิการไนไตรด์ชันต่างๆ (รูปแสดงในภาคผนวก)



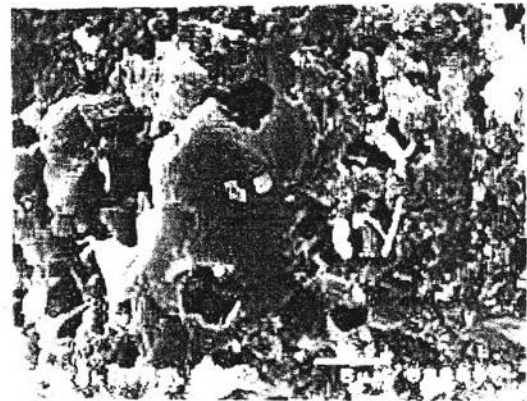
(A) 1350°C (x500)



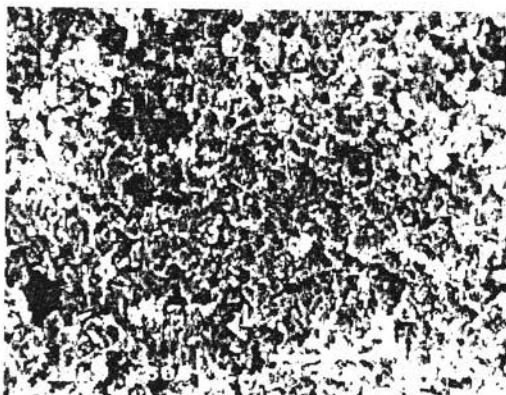
(B) 1350 °C (x3500)



(C) 1375°C (x500)



(D) 1375°C (x3500)

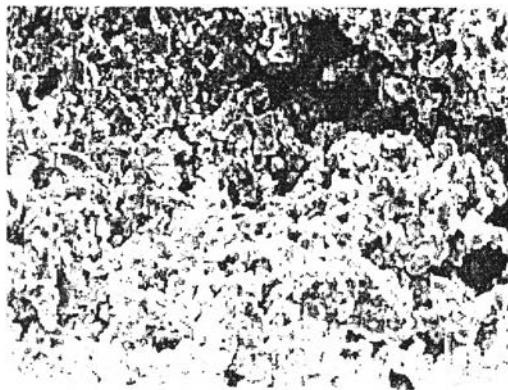


(E) 1400°C (x500)

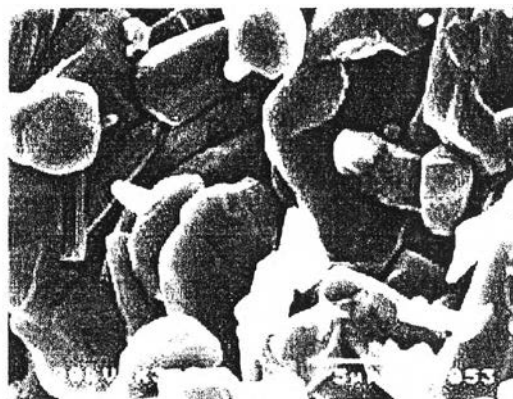


(F) 1400°C (x3500)

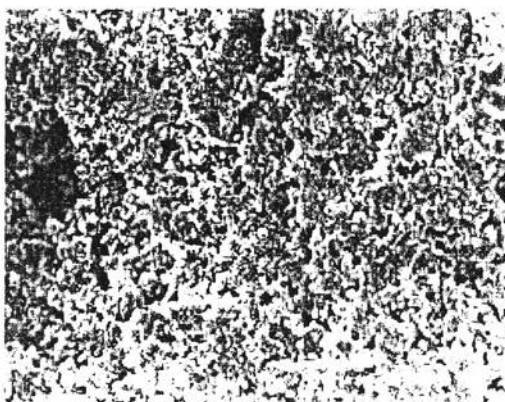




(G) 1450°C (x500)



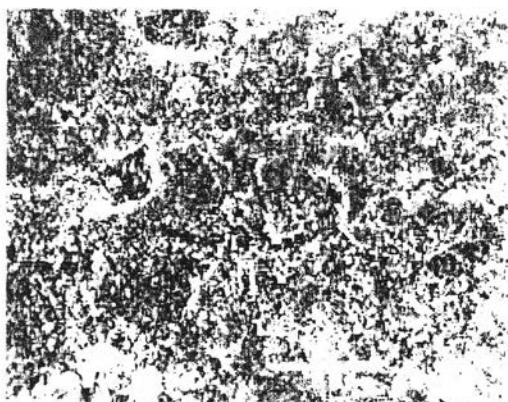
(H) 1450°C (x3500)



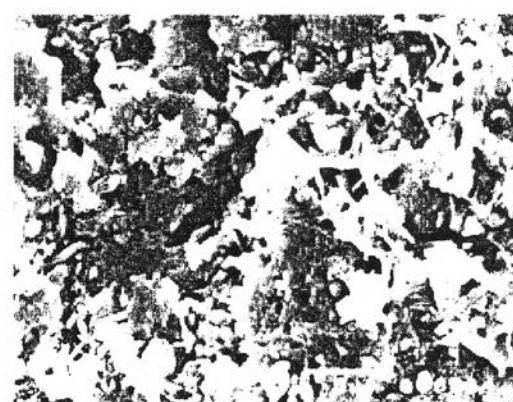
(I) 1500°C (x500)



(J) 1500°C (x3500)



(K) Commercial (x500)



(L) Commercial (x3500)

รูปที่ 4.17 แสดงผิวหน้ารอยแตกจากกล้อง SEM ที่อุณหภูมิการไนไตรเดชั่นต่างๆ (x500) และ (x3500)

จากการตรวจสอบผิวหน้ารอยแตกของซิลิคอนไนไตรด์ ที่ผ่านการไนไตรด์ขึ้นที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์ด้วย Scanning Electron Microscope ที่กำลังขยาย x500 เท่าและ x3500 สังเกตลักษณะได้ดังนี้

- ผิวรอยแตกของชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรด์ขึ้น 1350°C สังเกตพบซิลิคอน (ขนาดประมาณ 30  $\mu\text{m}$ ) ซึ่งมีรอยแตกตามผลึก (สีเทาเข้ม) กระจายอยู่ เมื่อสังเกตที่กำลังขยายสูงพบว่าบริเวณขอบของซิลิคอนจะพบรูพรุนอยู่ (สีดำ) และมีผลึกของซิลิคอนไนไตรด์ (สีขาว) อยู่ตามขอบของอนุภาคซิลิคอน
- ผิวรอยแตกของชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรด์ขึ้น 1375°C ที่สังเกตได้พบว่ามีลักษณะใกล้เคียงกับผิวรอยแตกที่อุณหภูมิ 1350°C แต่โครงสร้างทั่วไปจะสม่ำเสมอมากกว่าและพบซิลิคอน (สีเทาเข้ม) ในโครงสร้างน้อยกว่า
- ผิวรอยแตกของชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรด์ขึ้น 1400°C จากการสังเกตพบว่าซิลิคอนมีขนาดและปริมาณลดลง ขนาดของผลึกซิลิคอนไนไตรด์ใหญ่ขึ้นเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิต่ำ เมื่อสังเกตที่กำลังขยายสูงจะพบผลึกเบตา-ซิลิคอนไนไตรด์ (สีขาว) งอกออกมาอย่างชัดเจน
- ผิวรอยแตกของชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรด์ขึ้น 1450°C ที่กำลังขยาย x500 พบลักษณะใกล้เคียงกับชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1400°C แต่ผลึกมีขนาดใหญ่กว่า เมื่อสังเกตที่กำลังขยายสูงจะพบผลึกของเบตา-ซิลิคอนไนไตรด์ (สีขาว) งอกออกมา และพบผลึกลักษณะ hexagonal ที่สมบูรณ์ในโครงสร้าง
- ผิวรอยแตกของชิ้นงานที่อุณหภูมิการไนไตรด์ขึ้น 1500°C โครงสร้างละเอียดขึ้น ไม่พบซิลิคอนเหลือในโครงสร้าง ผลึกของซิลิคอนไนไตรด์มีความละเอียดมากกว่าที่อุณหภูมิไนไตรด์ขึ้น 1450°C
- ผิวรอยแตกของชิ้นงานเชิงพาณิชย์ จะพบโครงสร้างที่ละเอียดมากอาจเกิดจากอนุภาคเริ่มต้นที่มีขนาดเล็ก เมื่อสังเกตที่กำลังขยายสูง จะพบซิลิคอนไนไตรด์กระจายอยู่ทั่วไป มี 2 ลักษณะทั้งที่เป็นแบบผลึกและที่เป็น fiber ซึ่งลักษณะ fiber จะสังเกตพบบริเวณที่เป็นรูพรุน

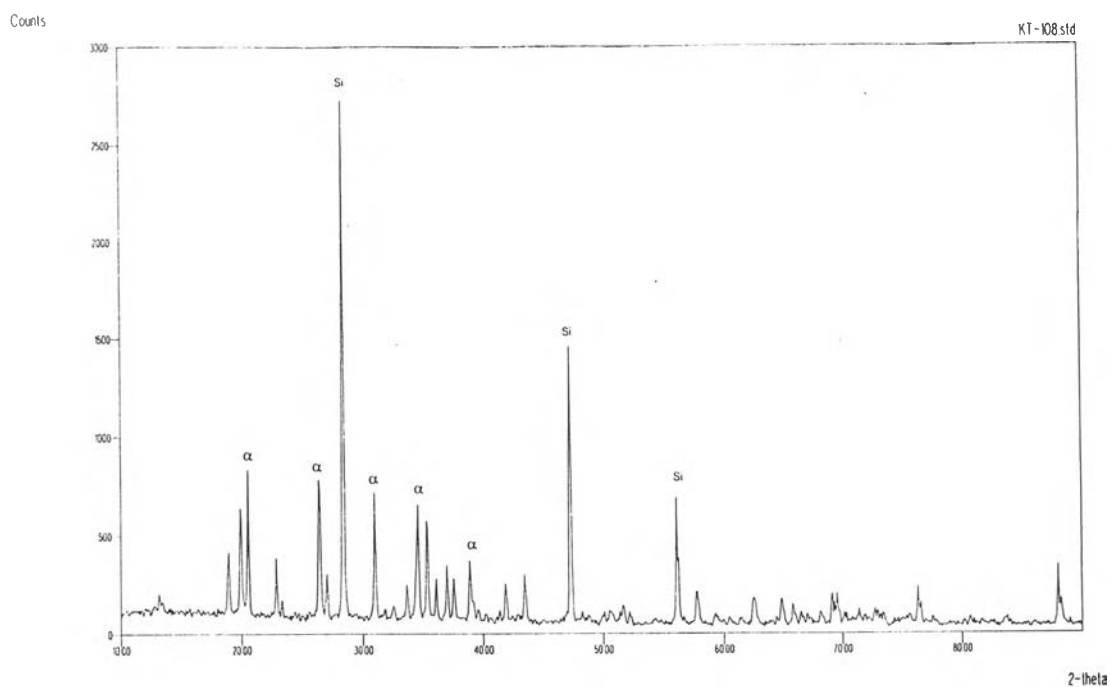
#### 4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมี

##### 4.6.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย X-ray Diffractometer

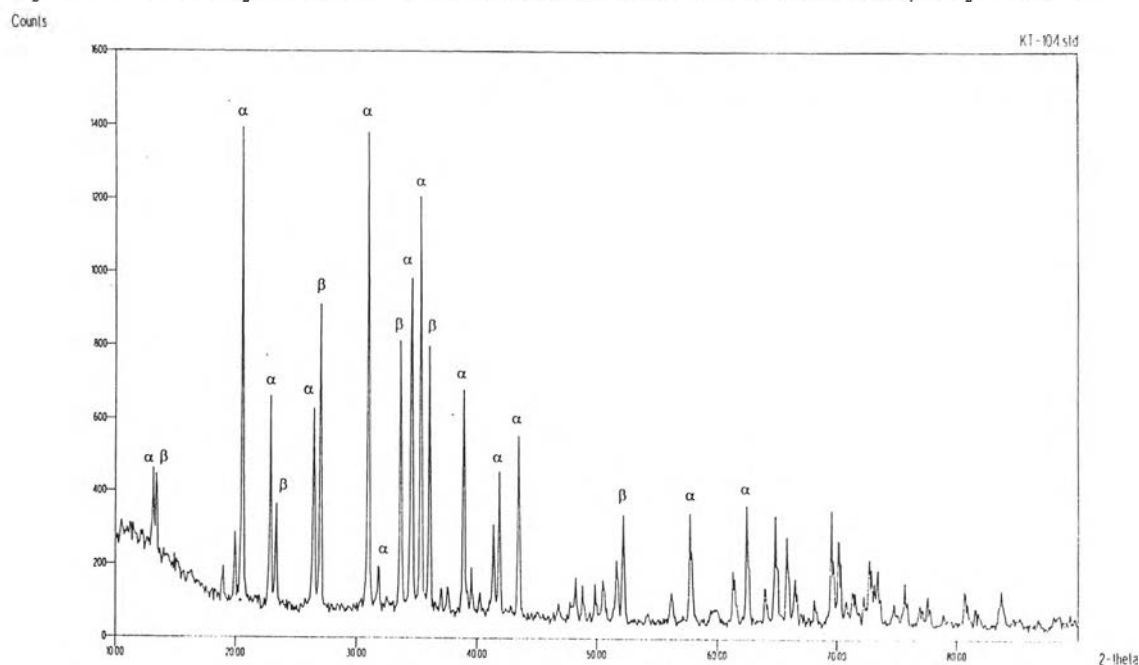
###### 4.6.1.1 ผลการตรวจสอบชิ้นงานด้วย X-ray Diffractometer ที่อุณหภูมิการไนไตรด์ขึ้นต่างๆ



(รูปแสดงในภาคผนวก)



รูปที่ 4.18 แสดงข้อมูล XRD ที่ได้จากการตรวจสอบชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชั่นที่อุณหภูมิ 1350°C



รูปที่ 4.19 แสดงข้อมูล XRD ที่ได้จากการตรวจสอบชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชั่นที่อุณหภูมิ 1500°C

จากข้อมูล XRD ที่ได้จากการตรวจสอบชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชั่นที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่า ที่อุณหภูมิไนไตรเดชั่น 1350°C และ 1375°C พบ peak ส่วนใหญ่เป็น peak ของแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ และซิลิคอน เทียบกับข้อมูลของ Charles and Donald [1977] ที่อุณหภูมิไนไตรเดชั่นสูงกว่า 1400°C

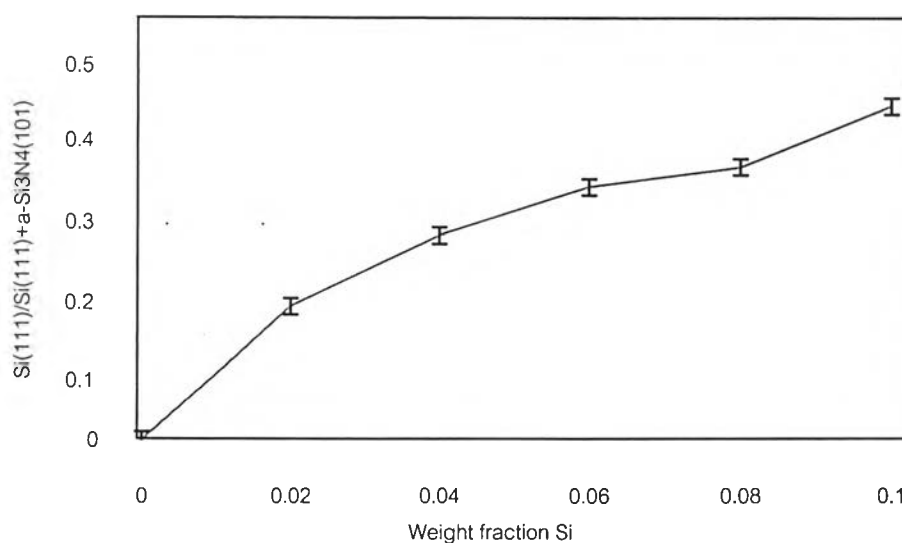
พบ peak ส่วนใหญ่เป็น peak ของแอลฟาซิลิคอนไนไตรด์ เบตาซิลิคอนไนไตรด์และซิลิคอนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา

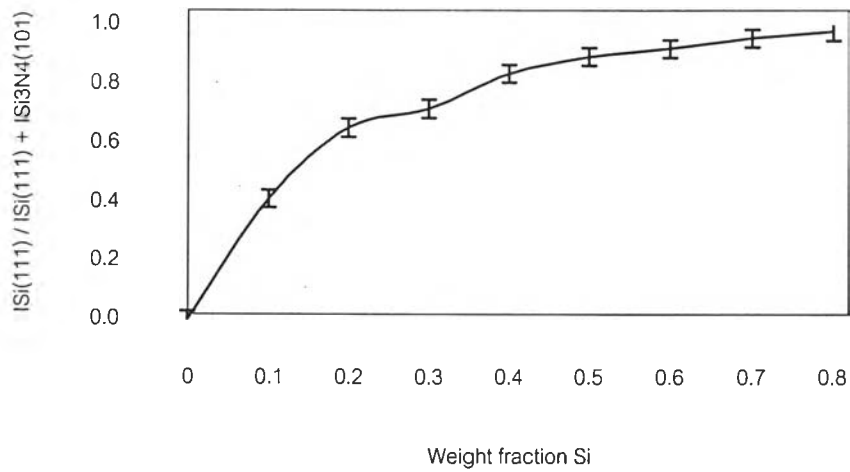
พื้นที่ใต้กราฟ (Integrated intensity) ของ peak  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  ที่ peak (101),  $2\theta$  ( $\text{CuK}\alpha$ ) เท่ากับ 20.59 เทียบกับพื้นที่ใต้กราฟของ peak silicon ที่ peak (111),  $2\theta$  ( $\text{CuK}\alpha$ ) เท่ากับ 28.48 ได้ผลดังตาราง

ตารางที่ 4.12 แสดง Relative integrated intensity ของ peak  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  เทียบกับ peak ของ Silicon

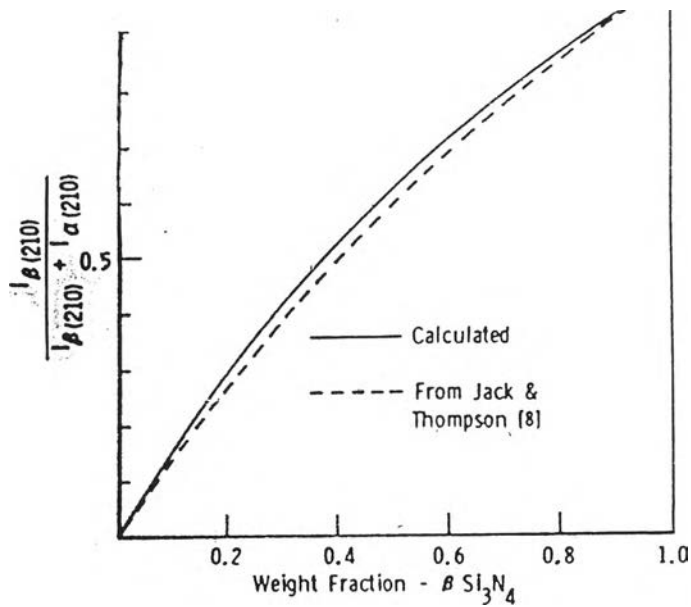
Sample	Relative Integrated Intensity ของ peak Si <sub>(111)</sub>	Relative Integrated Intensity ของ peak $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (101)	$\frac{I_{\text{Si}(111)}}{I_{\text{Si}(111)} + I_{\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4(101)}}$
Nitride1350°C	100.00	22.33	0.82
Nitride1375°C	100.00	31.44	0.76
Nitride1400°C	81.38	100.00	0.44
Nitride1450°C	26.91	100.00	0.21
Nitride1500°C	0.00	100.00	0.00
Commercial	0.00	100.00	0.00

#### 4.6.1.2 ผลการสร้าง Calibration Curve ของ ( $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ )-Silicon





รูปที่ 4.20 แสดง Calibration curve ความสัมพันธ์ระหว่าง Integrated intensity ของ Si และ  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  เทียบกับ Weight fraction Si



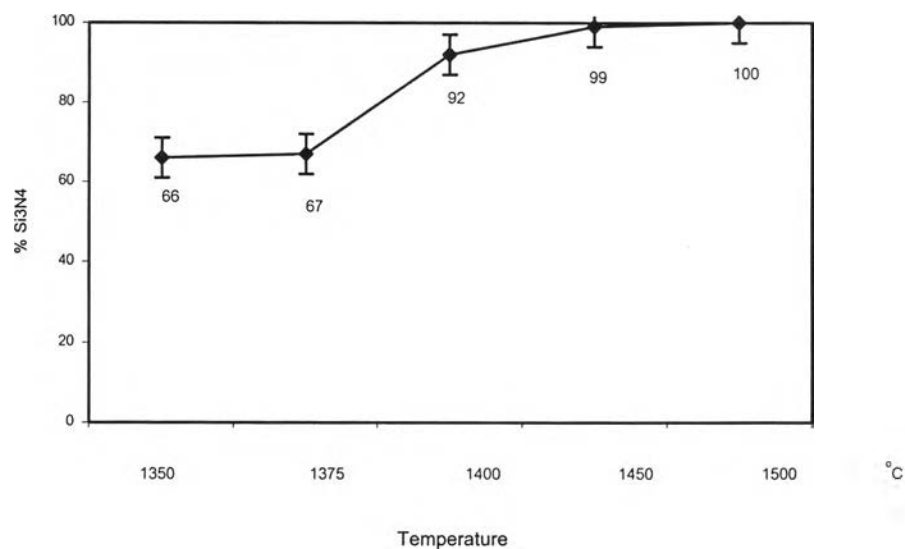
รูปที่ 4.21 แสดง Calibration curve ความสัมพันธ์ระหว่าง Integrated intensity ของ  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ เทียบกับ Weight fraction  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  [Charles and Donald, 1977]

นำค่า relative integrated intensity จากตารางที่ 4.12 มาเทียบกับ calibration curve จะได้ ปริมาณ weight fraction ของ silicon ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาเทียบกับปริมาณ  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ ปริมาณ  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาไนโตรเดชั่นดังตาราง

ตารางที่ 4.13 แสดงปริมาณของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ Silicon จากการทำปฏิกิริยา Nitridation

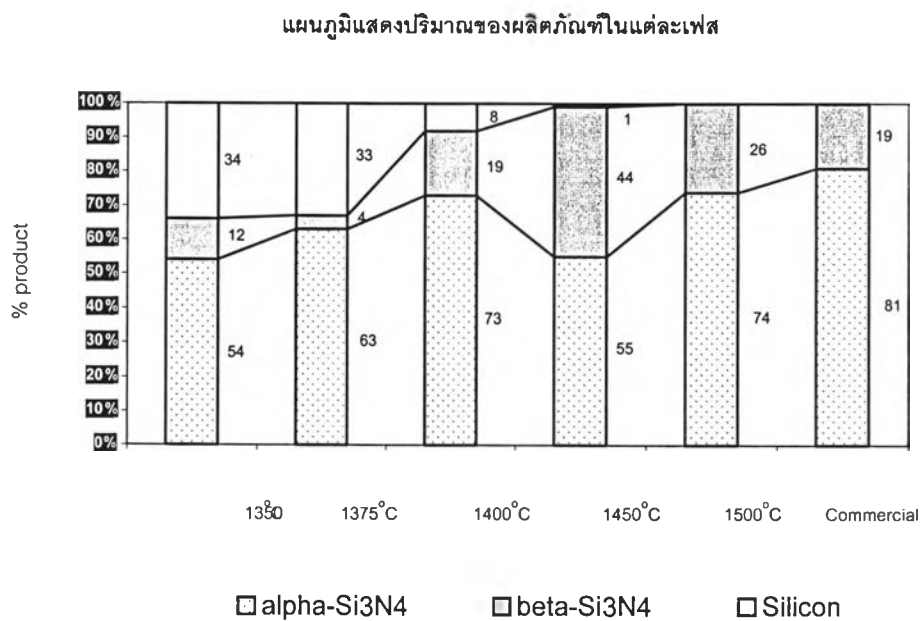
Sample	ปริมาณ $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (%)	ปริมาณ $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ (%)	ปริมาณ Silicon (%)
Nitride1350°C	54	12	34
Nitride1375°C	63	4	33
Nitride1400°C	73	19	8
Nitride1450°C	55	44	1
Nitride1500°C	74	26	0
Commercial	81	19	0

แผนภูมิแสดงปริมาณ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ที่เกิดจากปฏิกิริยาไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ



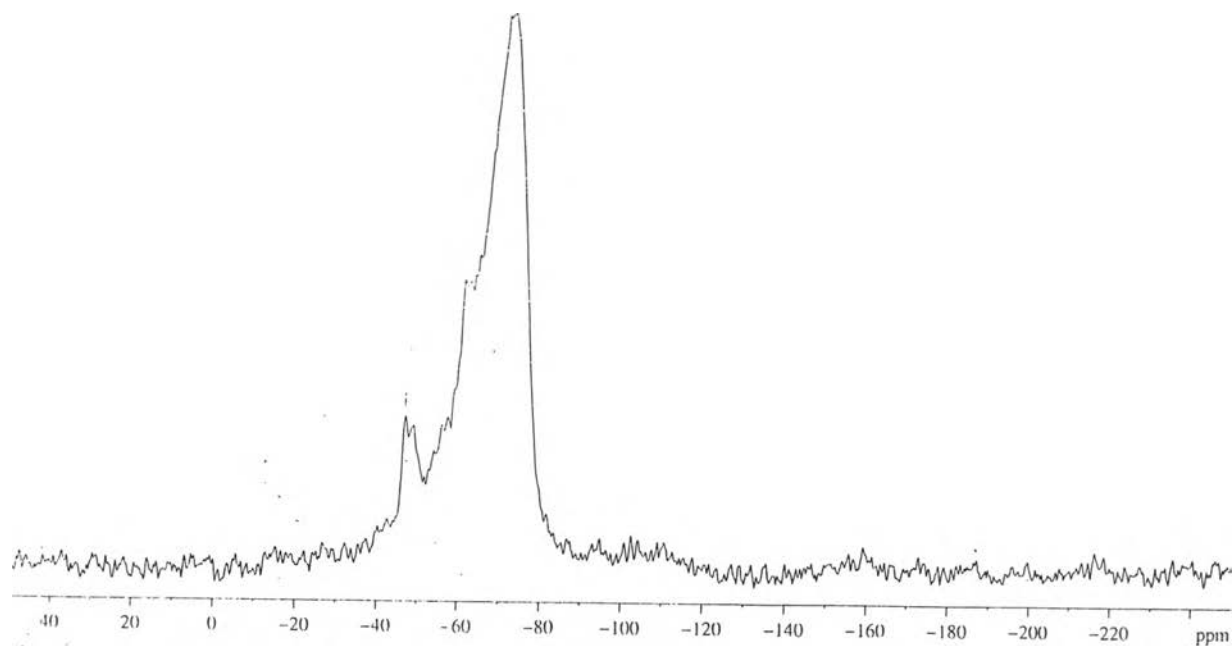
รูปที่ 4.22 แสดงปริมาณ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  คิดเป็นเปอร์เซ็นต์การเกิดปฏิกิริยา

จากแผนภาพแสดงปริมาณ  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  ที่เกิดขึ้นเทียบกับปริมาณซิลิคอน จากปฏิกิริยาไนไตรเดชันที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าปริมาณ  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  มีแนวโน้มที่จะเกิดมากขึ้นเมื่อเกิดปฏิกิริยาไนไตรเดชันที่อุณหภูมิสูงขึ้น จากข้อมูล XRD พบ  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  ในชั้นงานที่อุณหภูมิไนไตรเดชันสูงกว่าจุดหลอมเหลวของซิลิคอน คือที่อุณหภูมิสูงกว่า 1400°C ดังแสดงข้อมูลในภาคผนวก



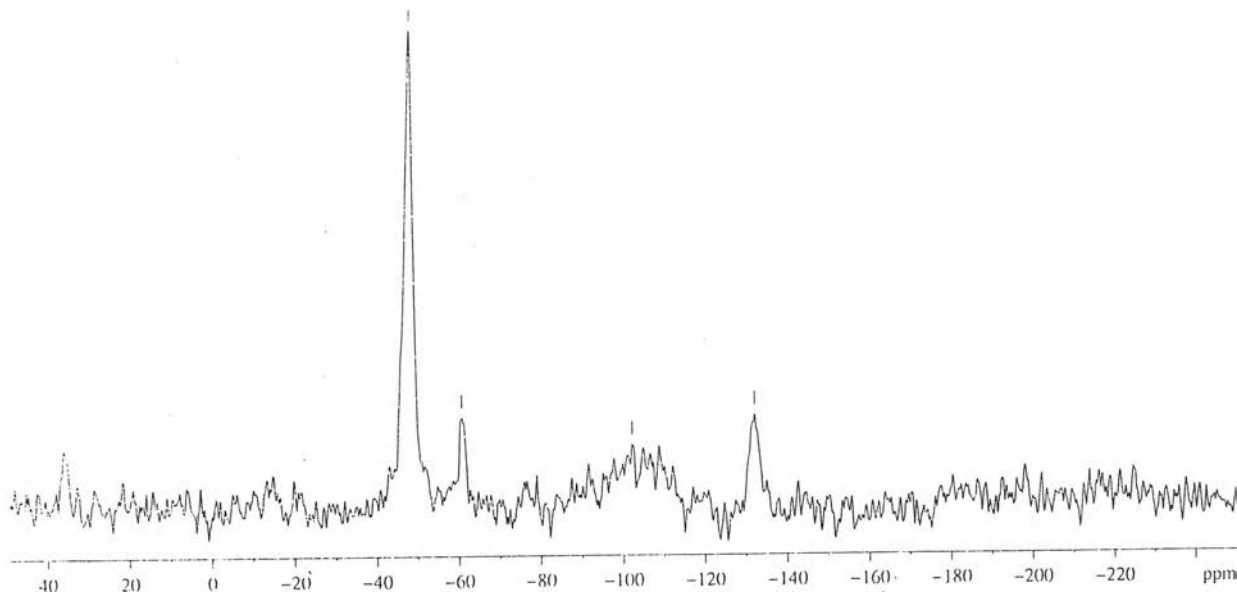
รูปที่ 4.23 แสดงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่สภาวะการไนไตรเดชันต่างๆ เทียบกับชิ้นงานเชิงพาณิชย์

#### 4.6.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย Nuclear Magnetic Resonance (NMR)



รูปที่ 4.24 แสดงตัวอย่างข้อมูล NMR ของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชันที่อุณหภูมิ 1350°C

จากข้อมูล NMR ของเฟส  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  พบ peak ที่ -48.21 ppm เป็น peak หลัก ข้อมูลของ Si จะพบ peak ที่ -61.40, -79.58 และ -81.15 ppm และข้อมูลของ  $\text{SiO}_2$  พบ peak ที่ -108.82 ppm เป็น peak หลัก (ดังแสดงในภาคผนวก)



รูปที่ 4.25 แสดงตัวอย่างข้อมูล NMR ของชิ้นงานที่ผ่านการไนไตรเดชั่นที่อุณหภูมิ 1500°C

จากข้อมูล NMR ที่อุณหภูมิการ์ไนไตรเดชั่นต่างๆ สามารถสรุปข้อมูลดังนี้

- ที่อุณหภูมิการ์ไนไตรเดชั่น 1350°C พบ peak เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง -46.74 และ -72.78 ppm เมื่อเทียบกับมาตรฐานพบว่าเป็นเฟสของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ Silicon
- ที่อุณหภูมิการ์ไนไตรเดชั่น 1375°C พบ peak เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง -48.33 และ -73.49 ppm เมื่อเทียบกับมาตรฐานพบว่าเป็นเฟสของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ Silicon
- ที่อุณหภูมิการ์ไนไตรเดชั่น 1400°C พบ peak เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง -48.743, -72.94 และ -110.35 ppm เมื่อเทียบกับมาตรฐานพบว่าเป็นเฟสของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ Silicon และ  $\text{SiO}_2$
- ที่อุณหภูมิการ์ไนไตรเดชั่น 1450°C พบ peak เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง -47.81, -60.71 และ -106.99 ppm เมื่อเทียบกับมาตรฐานพบว่าเป็นเฟสของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ Silicon และ  $\text{SiO}_2$
- ที่อุณหภูมิการ์ไนไตรเดชั่น 1500°C พบ peak เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง -48.07, -60.66, -102.14 และ -132.13 ppm เมื่อเทียบกับมาตรฐานพบว่าเป็นเฟสของ  $\text{Si}_3\text{N}_4$  และ Silicon และ  $\text{SiO}_2$