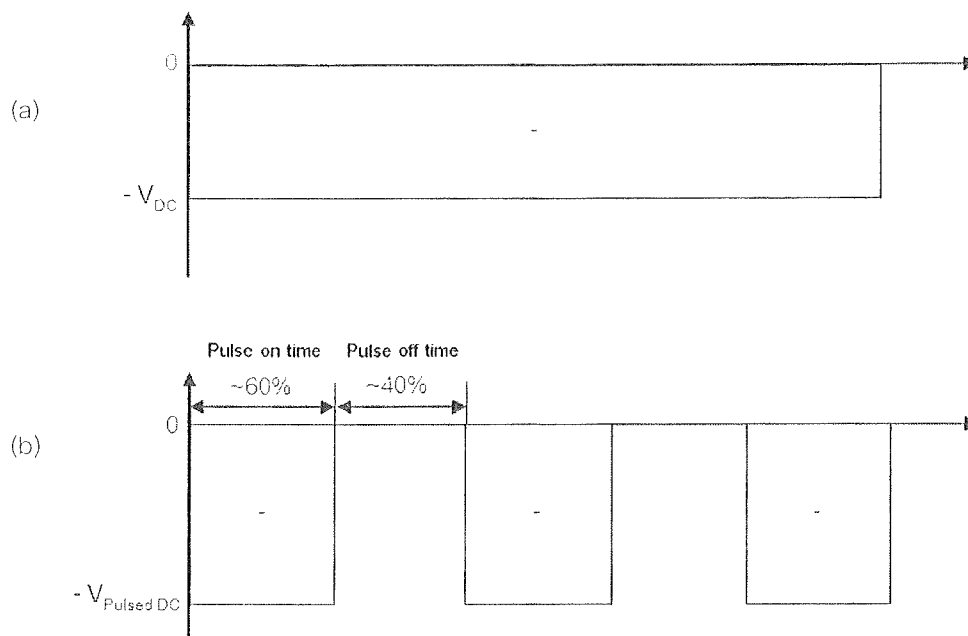


บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

ในส่วนของบทที่ 3 นี้จะอธิบายขั้นตอนในการดำเนินการวิจัยและหลักการของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โดยในส่วนของเตรียมฟิล์มตัวอย่างนั้นจะต้องทำการศึกษาเงื่อนไขต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อชั้นฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งในส่วนนี้จะต้องมีอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมฟิล์มได้แก่ เครื่องเคลือบฟิล์มบางสุญญากาศด้วยวิธีดีซีและดีซีพัลส์รีแอคทีฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง และในการวิเคราะห์ฟิล์มนั้นจำเป็นต้องใช้เครื่องมือหลายชนิดสำหรับศึกษาสมบัติทางกายภาพต่าง ๆ เช่น สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์ม สมบัติทางแสง และสมบัติทางไฟฟ้า

การเคลือบฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีสปีดเตอริงนั้น สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มจะขึ้นอยู่กับตัวแปรของการเคลือบหลาย ๆ ตัวแปร เช่น อัตราการป้อนก๊าซอาร์กอนต่อออกซิเจน [31,32] กำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่เป้าสารเคลือบ [33] ความหนาของฟิล์ม (หรือเวลาที่ใช้เคลือบฟิล์ม) [34,35] เป็นต้น ซึ่งในการเคลือบลงบนวัสดุรองรับที่มีความยืดหยุ่น น้ำหนักเบา สามารถโค้งงอได้ มีความโปร่งแสงสูง เช่น แผ่นพลาสติกใสหรือวัสดุอื่น ๆ นั้น ในการเคลือบจะต้องทำการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมโดยไม่ทำให้วัสดุรองรับนั้นเกิดความเสียหายหรือบิดงอ โดยสิ่งสำคัญที่สุดอย่างหนึ่งก็คือความร้อนที่เกิดขึ้นบนวัสดุรองรับซึ่งเกิดจากการถ่ายเทพลังงานของสปีดเตอริงอะตอมสู่วัสดุรองรับ ในการศึกษาอิทธิพลของกำลังไฟฟ้าต่ออุณหภูมิที่เกิดขึ้นบนวัสดุรองรับนี้จะใช้แผ่นกระจกเนื่องจากทนอุณหภูมิได้สูง (ประมาณ 500°C) และทำการวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าบนเป้าสารเคลือบ (Target voltage) กระแสพลาสมา (Plasma current) ที่เกิดขึ้นระหว่างการเคลือบฟิล์มโดยแยกพิจารณาการเคลือบฟิล์มด้วยแหล่งจ่ายไฟฟ้า 2 แบบ คือ ดีซี (Smooth DC) ดังรูปที่ 3.1 (a) และ ดีซี พัลส์ (Pulsed DC) ดังรูปที่ 3.1 (b) ด้วยความกว้างพัลส์ (Pulse width) ของศักย์ไฟฟ้าลบในช่วงเวลา 5984 ns (Pulse on time) หรือประมาณ 60% และที่ความกว้างพัลส์ศักย์ไฟฟ้าเป็นศูนย์ (Ground) ที่ช่วงเวลา 4016 ns (Pulse off time) หรือประมาณ 40% ด้วยความถี่พัลส์ (Pulse frequency) ที่ 100 กิโลเฮิร์ต



รูปที่ 3.1 กราฟของแรงดันไฟฟ้าขณะทำการสปีดเตอริง (a) แบบดีซี และ (b) แบบดีซีพัลส์

การวิจัยนี้เริ่มจากการจัดเตรียมวัสดุอุปกรณ์สำหรับการเคลือบฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์มที่อุณหภูมิต่ำด้วยวิธีแมกนีตรอนสปีดเตอริงแบบดีซี และดีซีพัลส์ โดยศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มเทียบกับกำลังไฟฟ้าและเวลาที่ใช้เคลือบฟิล์ม โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.1 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์

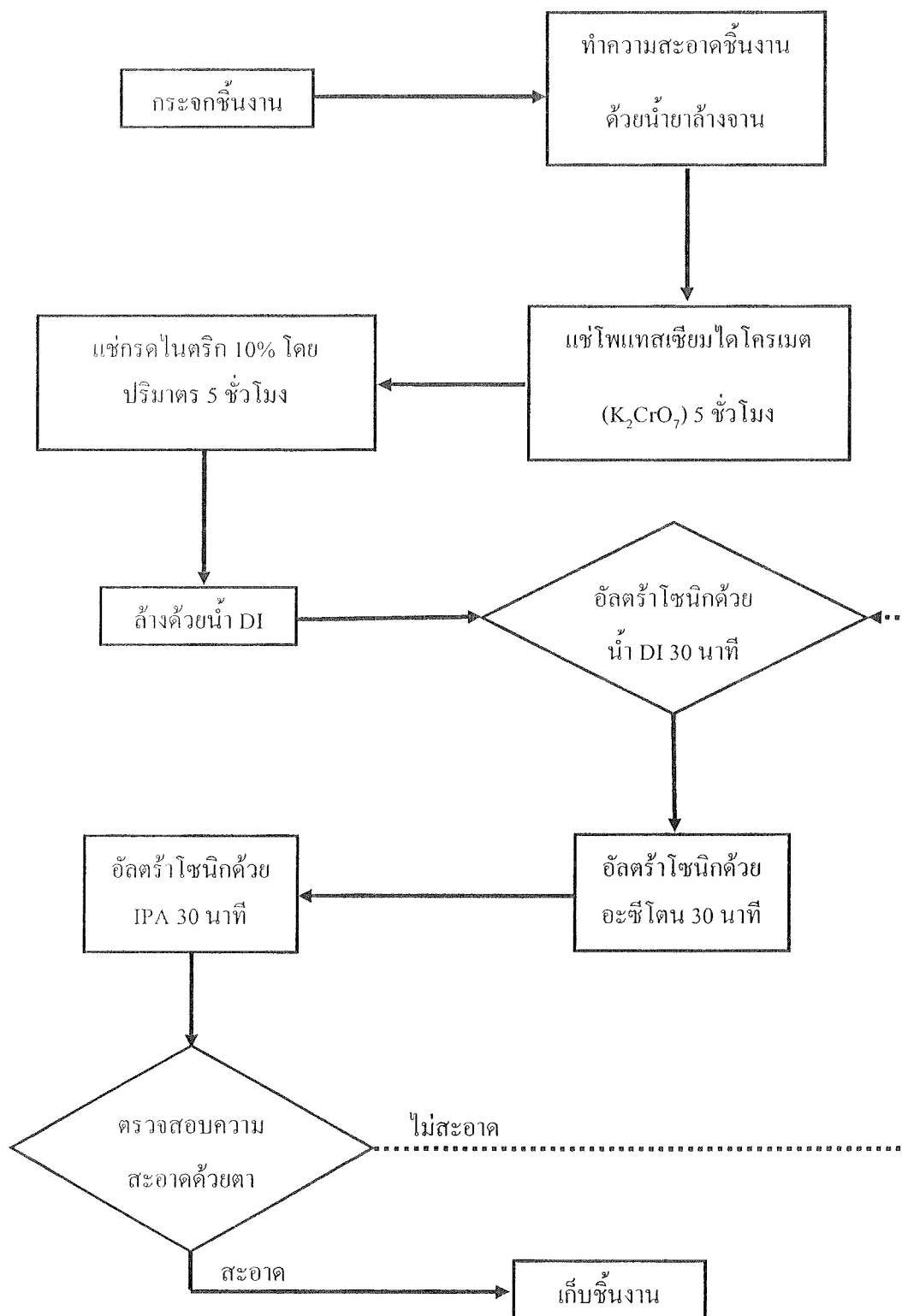
3.1.1 การเตรียมชิ้นงานสำหรับการเคลือบฟิล์ม

ชิ้นงานที่ใช้สำหรับการเคลือบฟิล์มบางคือ กระจกสไลด์และแผ่นพลาสติกซึ่งในการทดลองจะใช้กระจกสไลด์ขนาด $7.6 \times 2.6 \times 0.1 \text{ cm}^3$ (Superior Micro Slide ของ Germany) กระจกเหล่านี้ก่อนนำมาศึกษาหรือเคลือบฟิล์มจะต้องนำมาทำความสะอาดสิ่งสกปรกได้แก่ คราบฝุ่นไขมัน สารอินทรีย์ต่างๆ เพื่อให้ได้ผิวกระจกที่สะอาดทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวกระจก ซึ่งมีอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำ ความสะอาด ดังนี้

1. น้ำยาล้างจาน
2. บีเกอร์ขนาด 600 ml
3. เครื่องเป่าลมร้อน

4. ถุงมือยาง
5. น้ำดีไอออนไนซ์ (DI)
6. โพแทสเซียมไดโครเมต (K_2CrO_7)
7. กรดไนตริก
8. อะซีโตน
9. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (IPA)
10. เครื่องอัลตราโซนิก
11. ลืมปากคีบ

ในรูปที่ 3.1 แสดงแผนภาพไคอะแกรมการทำความสะอาดชิ้นงาน โดยเริ่มจากนำชิ้นกระจกล้างด้วยน้ำยาล้างจานเพื่อขจัดฝุ่นและคราบไขมันแล้วล้างออกด้วยน้ำเปล่า นำชิ้นกระจกมาเป่าลมร้อนให้แห้ง หลังจากนั้นนำมาแช่โพแทสเซียมไดโครเมต (K_2CrO_7) ที่ละลายน้ำจนอิ่มตัวทิ้งไว้ประมาณ 5 ชั่วโมง เพื่อขจัดคราบไขมันและสารอินทรีย์แล้วล้างด้วยน้ำเปล่า หลังจากนั้นนำกระจกไปแช่ในกรดไนตริกเข้มข้น 10 % ต่อปริมาตร ประมาณ 5 ชั่วโมง เพื่อกัดผิวกระจกและขจัดคราบไขมันและสารอินทรีย์ต่าง ๆ แล้วล้างออกด้วยน้ำ DI นำชิ้นงานไปอัลตราโซนิกด้วยน้ำ DI เป็นเวลา 30 นาที เป่าลมร้อนให้แห้งอัลตราโซนิกด้วยอะซีโตน 30 นาที แล้วนำไปอัลตราโซนิกต่อด้วยไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (IPA) อีก 30 นาที นำชิ้นงานขึ้น โดยใช้ลิมคีบจะเห็นว่าชิ้นงานแห้งสนิทแสดงให้เห็นว่าสะอาด แต่ถ้ายังมีส่วนที่เปียกอยู่แสดงว่ายังมีคราบสกปรกอยู่ให้นำกลับไปทำความสะอาดใหม่ในขั้นตอนการอัลตราโซนิกด้วยน้ำ DI 30 นาที ชิ้นงานที่สะอาดจะนำไปเก็บไว้ในกล่องเก็บชิ้นงานที่มีฉีดยุติ

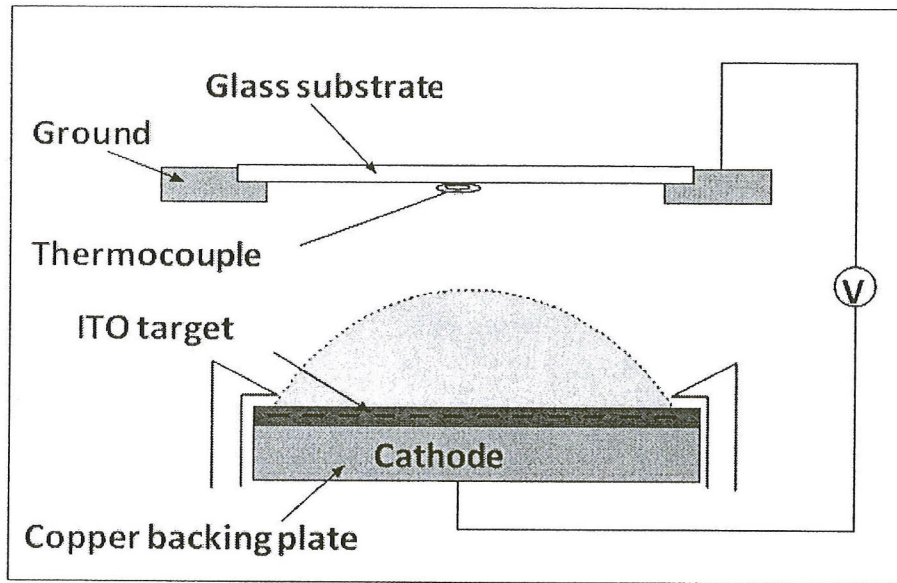


รูปที่ 3.2 แผนภาพไดอะแกรมการทำความสะอาดกระจกชิ้นงาน

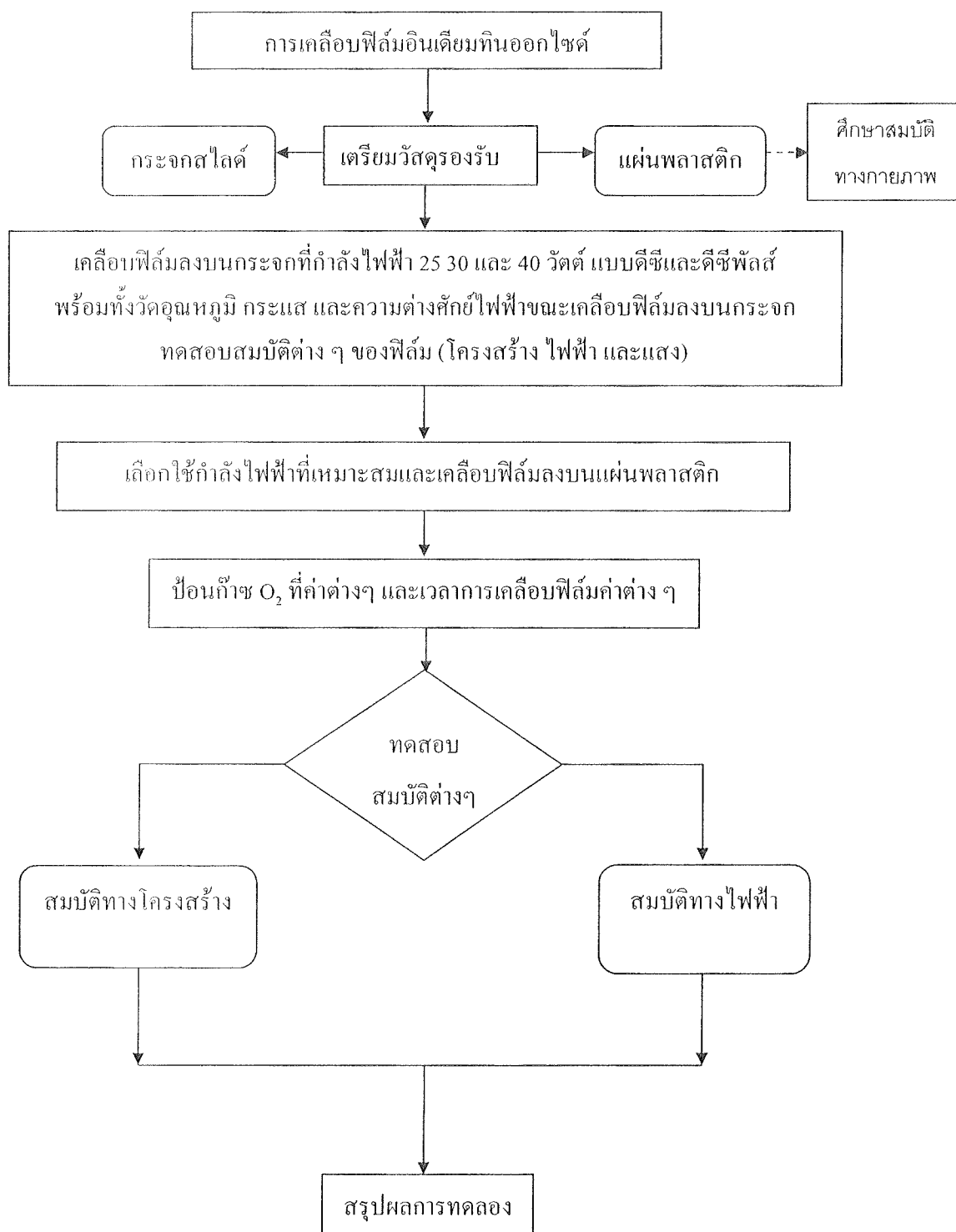
ในส่วนของแผ่นพลาสติกจะทำการเช็ดทำความสะอาดแล้วเป่าด้วยลมในโตรเจน หลังจากนั้นนำไปทดสอบสมบัติทางกายภาพก่อนคือศึกษาเกี่ยวกับอุณหภูมิที่ทนได้ของแผ่นพลาสติกที่ใช้ในการทดลอง

3.1.2 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์

ในงานวิจัยนี้จะทำการเปรียบเทียบเงื่อนไขการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธีการสปัตเตอร์ระหว่างแหล่งกำเนิดแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ ที่กำลังไฟฟ้า 25 30 และ 40 วัตต์ ด้วยเวลาการเคลือบฟิล์มค่าต่าง ๆ ตั้งแต่ 100 ถึง 800 วินาที ดังแผนภาพในรูปที่ 3.4 โดยเคลือบลงบนกระจกใสและทำการวัดค่าของอุณหภูมิกระจก กระแสพลาสมา และความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เป่าดังรูปที่ 3.3 ซึ่งแสดงแผนภาพภายในห้องเคลือบฟิล์ม อัตราการป้อนก๊าซอาร์กอนและออกซิเจนถูกควบคุมให้คงที่ที่ 50 และ 0.5 sccm (Standard cubic centimeter per minute) ตามลำดับ ด้วย Mass flow transducer ในการทดลองจะให้ความดันพื้นฐาน (Base pressure) ภายในห้องเคลือบต่ำลงไปที่ 6×10^{-6} มิลลิบาร์ ด้วยระบบปั๊ม 2 ตัว (Turbo-molecular และ Rotary pump) และความดันขณะเคลือบ (Operating pressure) ที่ความดันประมาณ 3×10^{-1} มิลลิบาร์ หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้และข้อมูลของการเคลือบมาทำการศึกษาอิทธิพลของกำลังไฟฟ้าแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ ต่อสมบัติของฟิล์มและเงื่อนไขของตัวแปรที่เกิดขึ้นระหว่างการเคลือบฟิล์ม ได้แก่ กระแสพลาสมาที่เกิดขึ้นระหว่างการเคลือบฟิล์ม ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เป่าสารเคลือบ และอุณหภูมิของแผ่นกระจกรองรับการเคลือบฟิล์ม จากผลที่ได้เลือกกำลังไฟฟ้าที่เหมาะสมโดยพิจารณาจากอุณหภูมิของวัสดุรองรับที่เกิดขึ้นแล้วทำการเคลือบฟิล์มลงบนพลาสติกโดยศึกษาอิทธิพลของการป้อนก๊าซออกซิเจนค่าต่าง ๆ และเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ค่าต่าง ๆ แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติทางโครงสร้างและสมบัติทางไฟฟ้า



รูปที่ 3.3 แผนภาพลักษณะของระบบการสปีดเตอริงและการวัดค่า



รูปที่ 3.4 แผนภาพขั้นตอนการเคลือบและการวิเคราะห์ฟิล์ม

3.2 สารเคมีและวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้

3.2.1 วัสดุที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม

- เป้าอินเดียมทินออกไซด์บริสุทธิ์ 99.99% (ประกอบด้วย 90 wt% In_2O_3 และ 10 wt% SnO_2) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้ว หน้า 0.25 นิ้ว
- กระจกใส (Glass slide) ขนาด $2.6 \times 7.6 \times 0.1 \text{ cm}^3$
- แผ่นพลาสติกใส
- ก๊าซอาร์กอน บริสุทธิ์ 99.99%
- ก๊าซออกซิเจน บริสุทธิ์ 99.7%

3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการล้างกระจก

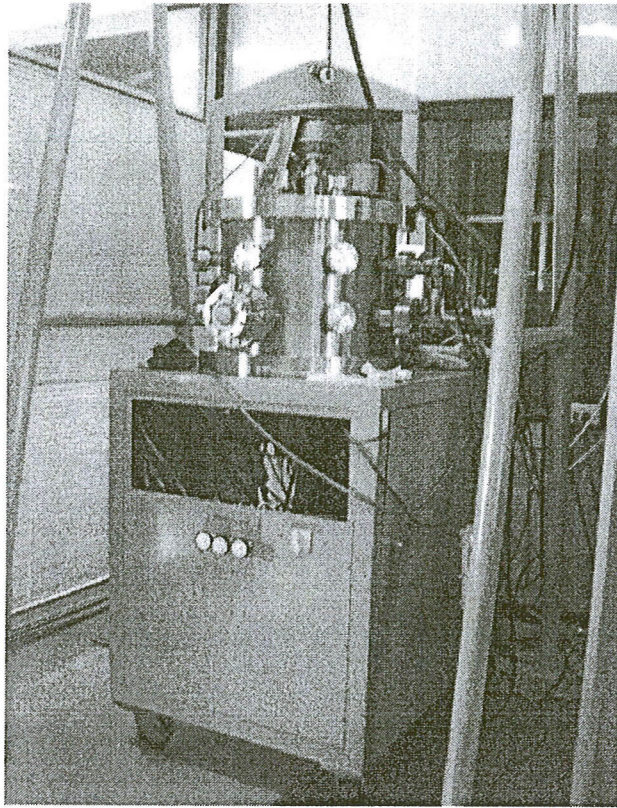
- อะซิโตน
- น้ำยาล้างจาน
- เครื่องอัลตราโซนิก
- อุปกรณ์อื่นๆ เช่น กระดาษฟอยด์ ถุงมือ และกล่องเก็บแผ่นกระจกสไลด์

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม

ในหัวข้อนี้จะแสดงรายละเอียดและส่วนประกอบของระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3.1 เครื่องดีซีพัลส์ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (DC Pulse Magnetron Sputtering)

ในรูปที่ 3.5 แสดงเครื่องเคลือบฟิล์มแบบดีซีพัลส์แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์โดยจะเห็นในส่วนของแชมเบอร์ที่ทำจากโลหะสแตนเลส และในรูปที่ 3.6 แสดงเป้าสารเคลือบอินเดียมทินออกไซด์



รูปที่ 3.5 เครื่องมือซี พัลส์ แมกนีตรอน สปีดเตอร์ริง



รูปที่ 3.6 เป้าอินเดียมทินออกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง

3.3.2 องค์ประกอบของเครื่องเคลือบฟิล์มระบบ ดีซี พัลส์ แมกนีตรอนสปีดเตอริง

จากรูปที่ 3.5 แสดงภาพถ่ายเครื่องเคลือบฟิล์มแบบดีซีพัลส์แมกนีตรอน สปีดเตอริงโดยประกอบไปด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้

1. หัวสปีดเตอริงเป็นชนิดแมกนีตรอนสปีดเตอริงใช้กับเป้าสารเคลือบที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้วและหนาได้สูงสุด 1/4 นิ้ว สามารถจ่ายกำลังได้ทั้งแบบดีซี (DC) หรือดีซี พัลส์ (DC Pulse)

2. แหล่งจ่ายกำลังเป็นแบบดีซี พัลส์ ขนาด 5 kW โดยแหล่งจ่ายกำลังสามารถควบคุมการจ่ายกำลังได้ทั้งในโหมดของแรงดัน กระแส และกำลังไฟฟ้าในช่วง 0-5 กิโลวัตต์ ในช่วงความถี่ตั้งแต่ 0-100 กิโลเฮิร์ตซ์

3. ห้องสุญญากาศเป็นแบบทรงกระบอก (Cylindrical Chamber) เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 18 นิ้ว สูง 15 นิ้ว แผ่นฐาน (Base Plate) ทำจาก โลหะสแตนเลสเบอร์ 304 มีความหนา 1 นิ้วและขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 22 นิ้ว เป็นที่สำหรับติดตั้งหัวสปีดเตอริงและแผ่นปิดชิ้นงานควบคุมด้วยมือ (Manual Shutter) และหัววัดความหนา (Thickness Gauge Monitor)

4. แผ่นฝาปิดด้านบน (Top Plate) แผ่นฐานทำจากโลหะสแตนเลสเบอร์ 304 มีความหนา 1 นิ้ว และขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 22 นิ้ว เป็นที่สำหรับติดตั้งชุดหมุนชิ้นงาน (Rotating Substrate) สายวัดอุณหภูมิจากเทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple Feed through) และชุดให้ความร้อนชิ้นงาน (Substrate Heating)

5. อุปกรณ์วัดความดันภายในห้องสุญญากาศ (Pressure Measurements) หัววัดความดันมีจำนวน 2 หัว โดยหัวที่ 1 ต่ออยู่กับผนังด้านข้างของห้องสุญญากาศ ส่วนหัวที่ 2 ต่ออยู่ที่บริเวณช่องอากาศทางเข้าโรตารีปั๊มสำหรับวัดความดันในช่วง $760-10^{-3}$ Torr ที่ช่วงความดันต่ำจะใช้ Cold cathode จำนวน 1 หัว โดยต่ออยู่ด้านข้างของผนังห้องสุญญากาศสำหรับวัดความดันในช่วง 10^{-3} ถึง 10^{-8} Torr นอกจากนี้ยังมีเกจวัดความดันในช่วงการสปีดเตอริง (Baratron Capacitance Manometer) โดยวัดความดันในช่วง $10^{-2} - 10^{-4}$ Torr ซึ่งต่ออยู่ด้านข้างของผนังสุญญากาศ

6. อุปกรณ์วัดความหนาของฟิล์ม (Film Thickness Monitor) อุปกรณ์วัดความหนาของฟิล์มตัววัดความหนาฟิล์ม (Quartz Crystal Sensor Head) โดยมีช่วงความถี่ของผลึกอยู่ระหว่าง 5.0-6.0 MHz ที่

ความถี่ตรง 0.05 Hz ความละเอียดในการวัดความหนาอยู่ในระดับ 0.0617 อังสตรอม โดยหัววัดความหนาของฟิล์มมีระบบระบายความร้อนด้วยน้ำที่ติดตั้งอยู่ที่แผ่นฐาน

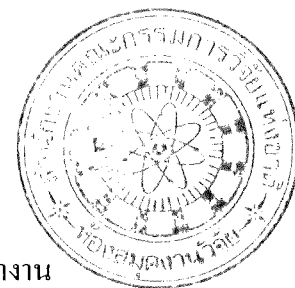
7. อุปกรณ์ควบคุมการไหลของก๊าซ (Mass Flow Transducer) ขนาดอัตราการไหล 100 sccm ติดตั้งอยู่ทางตอนล่างของห้องสุญญากาศ เพื่อทำการปล่อยก๊าซเข้าห้องสุญญากาศสำหรับการสปีดเตอริงแบบรีแอคทีฟ (Reactive) และอุปกรณ์ควบคุมการไหลของก๊าซ มีขนาดอัตราการไหล 200 sccm ติดตั้งอยู่ทางตอนล่างของห้องสุญญากาศต่อเข้ากับพอร์ต (Port) ที่หัวสปีดเตอริง

8. ระบบควบคุมแบบหน้าจอสัมผัส เป็นอุปกรณ์ควบคุมการทำงานของอุปกรณ์ทั้งหมดภายในระบบสามารถทำการควบคุมการทำงานของโรตารีปั๊ม (Rotary Pump) เทอร์โบโมเลกุลปั๊ม (Turbo Molecular Pump) และตัวควบคุมการให้ความร้อนแก่แผ่นรองรับ (Substrate Heater Control)

9. ระบบยก (Hoist System) คืออุปกรณ์ที่ช่วยในการเปิดปิดฝาทางตอนบน (Top Plate) ของระบบห้องสุญญากาศ ทำการจับขึ้นด้วยเกียร์และรอกโซ่ เพื่ออำนวยความสะดวกแก่ผู้ใช้ โดยมีสวิตช์ควบคุมเฉพาะ

3.3.3 ขั้นตอนการใช้งานของเครื่องเคลือบฟิล์มสุญญากาศระบบดีซี พัลส์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง

1. เปิดระบบทำความเย็นด้วยน้ำ (Cooling-Water Supply) และท่อก๊าซ (Air Supply) ความดันที่เปิด ประมาณ 1×10^{-3} มิลลิบาร์
2. เปิดสวิตช์สำหรับระบบสุญญากาศ
3. กดปุ่มจอตัสกรีน เพื่อให้โรตารีปั๊มทำงาน
4. รอจนความดันต่ำประมาณ 5×10^{-2} มิลลิบาร์ แล้วกดเทอร์โบโมเลกุลปั๊มให้ทำงาน
5. เมื่อได้ความดันสุญญากาศพื้นฐาน ประมาณ 10^{-6} มิลลิบาร์ แล้วตรวจสอบความเรียบร้อยของระบบ Work Holder อยู่ตำแหน่งถูกต้อง ชัตเตอร์ต้องอยู่ในตำแหน่งปิด หน้าเป่า
6. ปล่อยก๊าซอาร์กอนเข้าระบบจนระดับความดันสุญญากาศคงที่
7. เปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้าดีซี พัลส์และปรับระดับกำลังไฟฟ้าตามต้องการ ทิ้งไว้สักครู่เพื่อทำความสะอาดผิวเป้าสารเคลือบ



8. เปิดชุดเตอร์และปล่อยก๊าซ O_2 เข้าระบบเพื่อทำการเคลือบ และเพิ่มกำลังสปีดเตอร์ริงไปสู่ระดับที่ต้องการหลังจากครบบเวลาในการสปีดเตอร์ริงตามที่ต้องการให้ปิดชุดเตอร์และปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้า (Magnetron Power Supply)

9. ปิดก๊าซที่ป้อนทั้งหมด

10. กดปุ่มปิดเทอร์โบโมเลกุลปั๊ม รอให้ความเร็วลดลงแล้วกดปุ่มเปิดวาล์วสุญญากาศ (High Vacuum Valve) บนจอทัชกรีน จากนั้นเปิดวาล์วปล่อยอากาศเข้า (Vent Valve) เพื่อให้ห้องสุญญากาศมีความดันสูงขึ้นเท่ากับความดันบรรยากาศ

11. หยิบชิ้นงานออกดูผลงาน

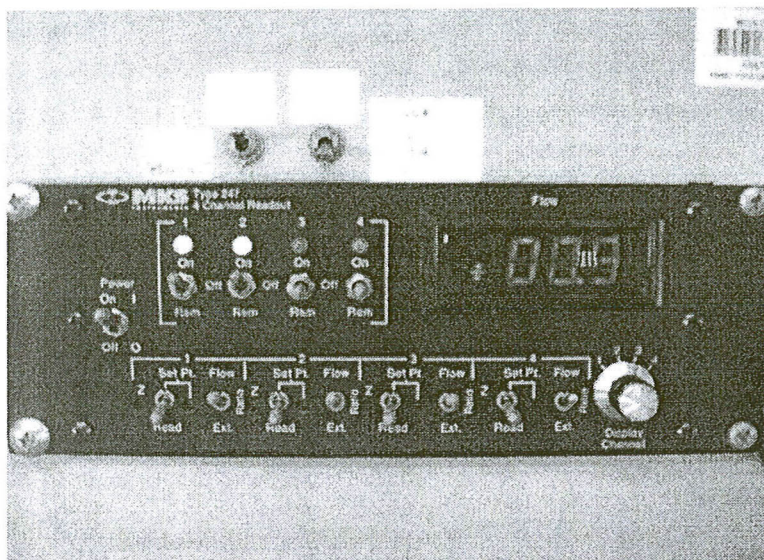
12. เปลี่ยนชิ้นงานใหม่ปิดวาล์วปล่อยอากาศเข้า (Vent Valve) ปิดฝาห้องสุญญากาศ

13. กดเปิดท่อสู้ปั๊มหยาบ (Roughing Valve) เพื่อทำความดันในห้องสุญญากาศให้ ถึง 5×10^{-2} มิลลิบาร์

14. กดเปิดเทอร์โบโมเลกุลปั๊ม รอความดันให้ได้ประมาณ 10^{-6} มิลลิบาร์ แล้วทำซ้ำ ตั้งแต่ข้อ 5

3.3.4 อุปกรณ์ควบคุมการไหลของก๊าซ Mass Flow Controller

ในการป้อนก๊าซอาร์กอน ออกซิเจน หรือก๊าซอื่น ๆ จากถังบรรจุที่มีความดันสูงกว่าบรรยากาศ เข้าสู่ระบบที่มีระดับความดันต่ำมาก ๆ (High Vacuum) มีความแตกต่างของระดับความดันที่ต่างกันมากๆ จึงจำเป็นต้องใช้อุปกรณ์ที่มีความละเอียดและแม่นยำสูง ในการป้อนการก๊าซชนิดต่างๆ ที่มีอัตราการไหลอย่างเหมาะสม เพื่อให้ขบวนการในการเคลือบฟิล์มบาง ได้คุณสมบัติตามความต้องการซึ่งในระบบของเครื่องเคลือบนี้ ใช้อุปกรณ์ควบคุมการไหลคือ Mass Flow Controller ดังรูปที่ 3.7 ซึ่งจะมีองค์ประกอบที่สำคัญ 2 ส่วนคือ ส่วนที่ทำการวัดอัตราการไหล และวาล์วควบคุมอัตราการไหล (Mass Flow meter and Control Valve) และส่วนที่แสดงผลของอัตราการไหลรวมทั้งตั้งค่าควบคุม (Display and Set Point)

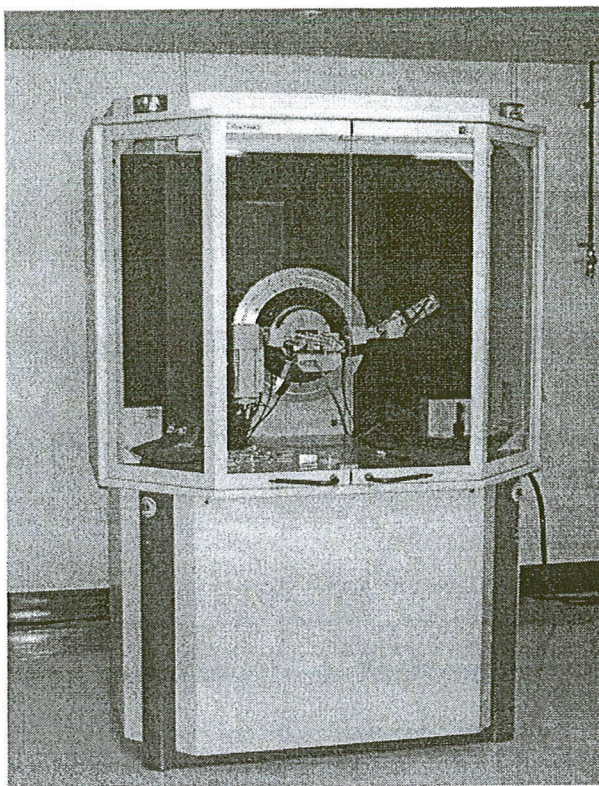


รูปที่ 3.7 จอแสดงผลชุด Mass Flow Controller ที่ใช้ในการปรับระดับการจ่ายก๊าซ

3.4 เครื่องมือทดสอบและวิเคราะห์ฟิล์ม

3.4.1 การศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างผลึกของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์จะใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffractometer, XRD) ตั้งอยู่ที่ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ดังรูปที่ 3.8 โดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน หรือ เทคนิค XRD นี้เป็นเทคนิคที่นำรังสี X มาใช้ในการวิเคราะห์ เกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง เทคนิค XRD อาศัยหลักการของการยิงรังสี X ที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆ กัน โดยมีหัววัดเป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากองศาในการเลี้ยวเบนของรังสี X จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่าง นั้น ๆ ได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถวิเคราะห์ความหนาของฟิล์มได้



รูปที่ 3.8 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้จะเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสมการ

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (3.1)$$

เมื่อ d คือ ความกว้างของระนาบผลึก

θ คือ มุมระหว่างรังสีเอกซ์กับระนาบของผลึก

λ คือ ความยาวคลื่น

n คือ จำนวนเต็มใดๆ

3.4.2 การศึกษาสมบัติทางแสง

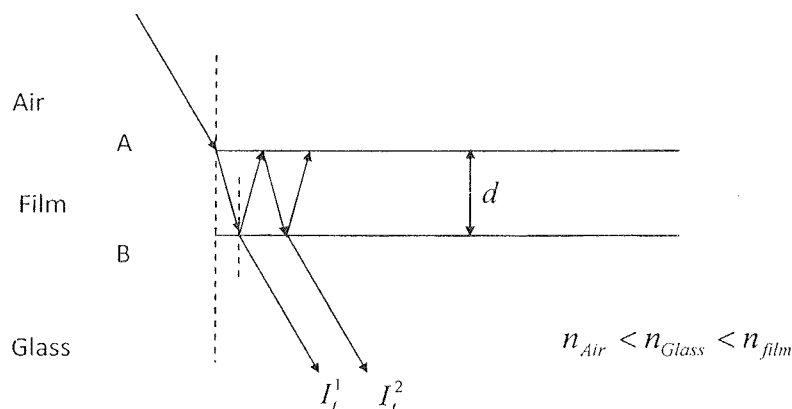
ในการวัดค่าการส่งผ่านทางแสงจะใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis Spectrophotometer) ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีสิ่งทอมหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัด ปริมาณแสง ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาว ที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืน โดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณ และชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่างซึ่งโดยส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ โดยสามารถทดสอบสมบัติทางแสง ได้ 3 ค่าคือค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านของแสง (Transmittance, %T) ค่าเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของแสง (Reflectance, %R) และ ค่าเปอร์เซ็นต์การดูดกลืน (Absorb, %A)

ในการทดลองนี้จะสนใจศึกษาค่าการส่งผ่านแสงโดยทำการวัดเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่มีชิ้นงานวางอยู่ (เทียบกับอากาศ) ค่าการส่งผ่านแสงที่ได้จะเป็นตัวกำหนดเงื่อนไขที่เหมาะสมของฟิล์มที่เตรียมได้ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มสามารถคำนวณได้จากค่าการส่งผ่านแสง รูปที่ 3.9 แสดงแผนภาพการส่งผ่านแสงผ่านชั้นฟิล์มที่มีความหนาสม่ำเสมอ d มีค่าดัชนีหักเหเป็น n_{film} ถ้าแสงเคลื่อนที่จากอากาศตกกระทบแบบตั้งฉากกับผิวฟิล์มจะมีบางส่วนสะท้อนออกและบางส่วนส่งผ่าน ในกรณีนี้การสะท้อนที่ผิวฟิล์มจะทำให้เฟสของคลื่นแสงเปลี่ยนไป 180° หรือ π rad ส่วนการส่งผ่านเฟสยังคงเหมือนเดิม

ความยาวคลื่นแสงที่เคลื่อนที่ในฟิล์ม λ_n สัมพันธ์กันกับค่าดัชนีหักเหของฟิล์ม n_{film} ดังสมการ

$$\lambda_n = \frac{\lambda}{n_{film}} \quad (3.2)$$

เมื่อ λ คือความยาวคลื่นแสงในอากาศ



รูปที่ 3.9 การแทรกสอดของแสงที่เคลื่อนที่ผ่านฟิล์มหนา d

จากรูปร่างการส่งผ่านแสงที่ 1 (I_1^1) จะส่งผ่านออกไปที่ผิว B ด้วยเฟสที่ไม่เปลี่ยนแปลงคือมีเฟสเหมือนกับรังสีที่ตกกระทบ ส่วนรังสีที่ 2 (I_1^2) จะถูกสะท้อนภายในฟิล์มด้วยเฟสที่ไม่เปลี่ยนแปลง แต่จะมีทางเดินของรังสีมากกว่า I_1^1 เท่ากับ $2d$ ดังนั้นคลื่นแสงที่ส่งผ่านจะแทรกสอดแบบเสริมกัน (T_{Max}) ก็ต่อเมื่อ

$$2d = m\lambda_n \quad (3.3)$$

เมื่อ m คือเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0 ขึ้นไป ($m=0, 1, 2, \dots$) หรือเขียนสมการใหม่เป็น

$$2n_{film}d = m\lambda \quad (3.4)$$

คลื่นแสงที่ส่งผ่านจะแทรกสอดแบบหักล้าง (T_{Min}) ก็ต่อเมื่อ

$$2n_{film}d = \left(m + \frac{1}{2}\right)\lambda \quad \text{เมื่อ } m=0, 1, 2, \dots \quad (3.5)$$

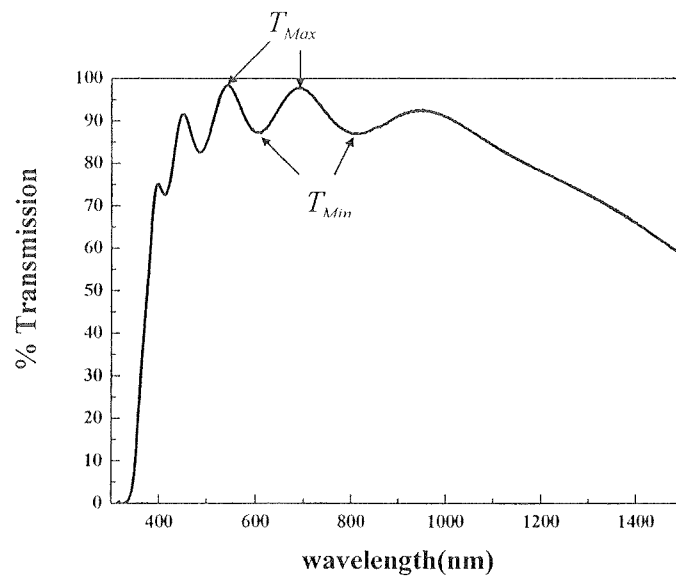
จากสมการที่ (3.4) สามารถหาความหนาของฟิล์มได้จากความสัมพันธ์

$$d = \frac{m\lambda_0}{2n} = \frac{(m+1)\lambda_1}{2n} = \frac{(m+i)\lambda_i}{2n} \quad (3.6)$$

พิจารณาเทอมที่ 2 และ 4 จะได้ $m = i\lambda_i / [\lambda_0 - \lambda_i]$ เมื่อ i คือจำนวนที่ครบรอบจาก λ_0 ถึง λ_i สำหรับ $i=1$ จะได้

$$d = \frac{1}{2n(1/\lambda_1 - 1/\lambda_0)} = \frac{1}{2n\Delta(1/\lambda)} \quad (3.7)$$

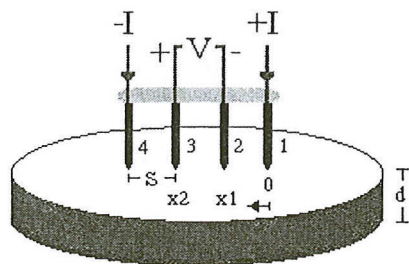
เมื่อ $1/\lambda$ คือเลขคลื่น (wave number) และ $\Delta(1/\lambda)$ คือ เลขคลื่นของการออสมิลเลทคลื่นแสงในช่วงระหว่าง 2 ค่าสูงสุดหรือต่ำสุดคงรูป



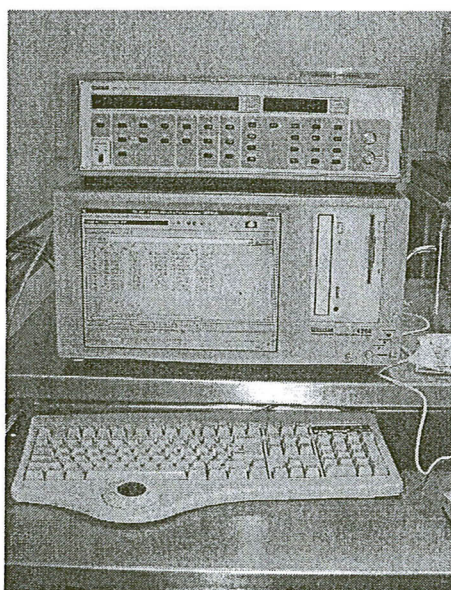
รูปที่ 3.10 ค่าสูงสุดและต่ำสุด 2 ค่าของการออสซิลเลทคลื่นแสงที่ส่งผ่านฟิล์มบาง

3.4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า

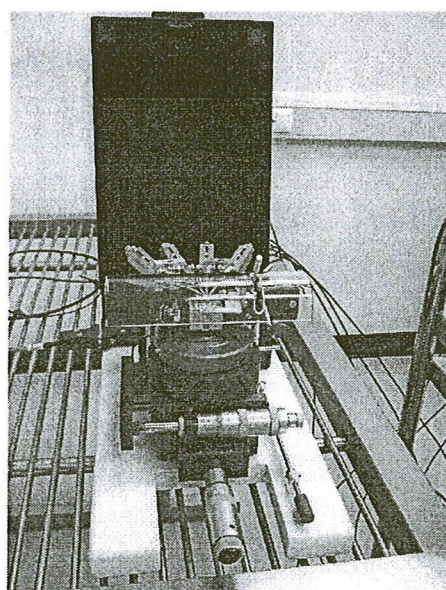
การศึกษาค่าความต้านทานของฟิล์มบางจะใช้เครื่องโพรบสี่จุด (Four Point Probe) ของ Keithley 4200 แบบ Linear ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จากศูนย์อิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดประกอบด้วยเข็มโลหะสี่เข็มสัมผัสกับระนาบผิวของแท่งสารกึ่งตัวนำ เข็มทั้งสี่นั้นมีระยะห่างเท่า ๆ กันและวางอยู่ในแนวเดียวกัน ดังรูปที่ 3.11 ซึ่งเป็นวิธีการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าเชิงแผ่น หลักการของการวัดคือ เครื่องโพรบสี่จุดจะประกอบด้วยหัวเข็มโลหะขนาดเล็กที่มีระยะห่างเท่ากันประมาณ 1 มิลลิเมตร เรียงกัน 4 หัว จ่ายกระแสผ่านหัวเข็มสองข้างที่อยู่ริมแล้ววัดความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สองหัวเข็มคู่กลาง ดังรูปที่ 3.11 และรูปที่ 3.12 แสดงเครื่องโพรบสี่จุดที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.11 ลักษณะการวัดค่าทางไฟฟ้าที่เข็มทั้ง 4 ของเครื่องโพรบอยท์โพรบ



(1)



(2)

รูปที่ 3.12 เครื่องโพรบอยท์โพรบ (1) จอภาพแสดงผล (2) หัววัด

ค่าความต่างศักย์ตกคร่อมระหว่างหัวเข็มด้านใน แสดงดังสมการ

$$\Delta R = \rho \left(\frac{dx}{A} \right) \quad (3.8)$$

เมื่อ ΔR คือ ความต้านทานเชิงเส้น (Ω)

ρ คือ สภาพความต้านทานไฟฟ้า (Ω -m)

A คือ พื้นที่ตัดขวางที่กระแสไหลผ่าน (m^2)

x คือ ระยะทางจากหัวเข็มที่จ่ายกระแสบวก (m)

ในการวัดชิ้นงานที่เป็นฟิล์มบางจะมีค่าความหนาน้อยกว่าระยะห่างระหว่างหัวโพรบมาก ๆ ($d \ll S$) สามารถหาค่าจาก x_1 ถึง x_2 ได้ดังสมการ

$$R = \int_{x_1}^{x_2} \rho \frac{dx}{A} = \int_{x_1}^{x_2} \rho \frac{dx}{2\pi dx} = \int_s^{2s} \frac{\rho}{2\pi d} \frac{dx}{x} = \frac{\rho}{2\pi d} \ln(x) \Big|_s^{2s} = \frac{\rho}{2\pi d} \ln 2 \quad (3.9)$$

โดยที่ $A = 2\pi dx$

$$R = \frac{V}{2I}$$

เมื่อ s คือ ระยะระหว่างหัวเข็ม

d คือ ความหนาของฟิล์ม

จะได้

$$\rho = \left(\frac{\pi d}{\ln 2} \right) \left(\frac{V}{I} \right) \quad (3.10)$$

ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าสำหรับแผ่นเวเฟอร์ (Wafer) และ ฟิล์มบางหาได้จาก

$$\rho = R_s \times d \quad (3.11)$$

ทำให้ได้ค่าความต้านทานไฟฟ้าเชิงแผ่นเป็น

$$R_s = \frac{\pi}{\ln 2} \times \frac{V}{I}$$

หรือ

$$R_s = 4.532 \times \frac{V}{I} \quad (3.12)$$

เมื่อ R_s คือ ความต้านทานไฟฟ้าเชิงแผ่น (Ω)

ค่าการนำไฟฟ้าสามารถคำนวณได้ดังสมการ

$$G_s = \frac{1}{R_s} \quad (3.13)$$

เมื่อ G_s คือ ค่าการนำไฟฟ้า ($1/\Omega$)

ขั้นตอนการวัดโดยใช้เครื่องโพร์พอยท์โพรบมีรายละเอียด ดังนี้

1. นำชิ้นงานที่ต้องการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้ามาวางไว้ที่แท่นวางชิ้นงาน (ในที่นี้คือฟิล์มที่เคลือบลงบนกระจกสไลด์) แล้วปล่อยให้หัววัดทั้งสองหัวลงไปสัมผัสกับบริเวณตรงกลางของผิวชิ้นงาน
2. ป้อนกระแสไฟฟ้าค่าต่างๆเข้าไปยังหัววัดในตำแหน่งที่ 1 และ 4 โดยกำหนดค่ากระแสให้มีค่าเปลี่ยนแปลงไปตั้งแต่ 0.0001 ถึง 0.001 แอมแปร์ จำนวน 10 ค่า โดยเพิ่มขึ้นทีละ 0.0001 แอมแปร์
3. หลังจากนั้นจะวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าจากการป้อนกระแสไฟฟ้าโดยการวัดจากหัววัดในตำแหน่งที่ 2 และ 3 แล้วนำค่าที่วัดได้มาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์กับกระแสไฟฟ้าโดยกำหนดให้แกน x เป็นค่ากระแสไฟฟ้า และแกน y เป็นค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า
4. ค่าความชันที่ได้จากกราฟจะเป็นค่าของความต่างศักย์ (V) ต่อ ค่ากระแสไฟฟ้า (I)
5. นำค่าความชันที่ได้มาคำนวณหาค่าความต้านทานไฟฟ้าของผิวชิ้นงาน (R_s) ดังสมการ (3.12)