บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์

ผลการทดลองและการวิเคราะห์นี้จะเริ่มต้นจากการศึกษาสมบัติทางกายภาพของแผ่นพลาสติกใสโดยสังเกตลักษณะของแผ่นพลาสติกใสขณะได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ และทำการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ด้วยวิธี ดีซี และดีซี พัลส์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง เพื่อหาสภาวะเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบลงบนแผ่นพลาสติก โดยแบ่งการศึกษาออกเป็น 3 ขั้นตอนคือ

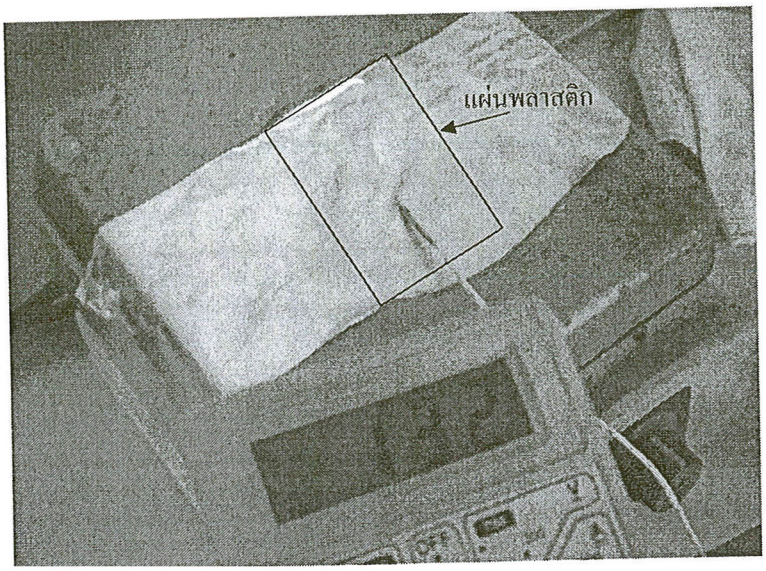
1. การศึกษาสมบัติทางกายภาพของแผ่นพลาสติกใส
2. การศึกษาฟิล์มอินเดียมเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบลงบนกระจก
3. การศึกษาการเคลือบฟิล์มอินเดียมเดียมทินออกไซด์ลงบนพลาสติกใส

ผลการทดลองที่ได้มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของแผ่นพลาสติกใส

เนื่องจากแผ่นพลาสติกใสเมื่อมีการให้ความร้อนที่ระดับหนึ่งจะเกิดการอ่อนตัวและหดตัวทำให้พลาสติกเปลี่ยนรูปร่างจากแผ่นตรงไปเป็นแบบบิดโค้งงอและหลอมละลายในที่สุด ในการเคลือบฟิล์มบางลงบนแผ่นพลาสติกใสด้วยวิธีสปัตเตอริงนั้นจะมีพลังงานของสปัตเตอร์อะตอมถ่ายเทให้กับแผ่นพลาสติกซึ่งพลังงานที่สูงเกินไปก็จะส่งผลเสียต่อแผ่นพลาสติกทำให้ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ ส่วนพลังงานที่ต่ำเกินไปอัตราการเคลือบฟิล์มก็จะต่ำและส่งผลต่อคุณสมบัติของฟิล์มบาง ในการวิจัยนี้สนใจศึกษาเงื่อนไขของการเตรียมฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ลงบนแผ่นพลาสติก ดังนั้นจะต้องมีการศึกษาก่อนว่าที่อุณหภูมิเท่าไหร่แผ่นพลาสติกใสที่นำมาทำการทดลองนั้นเริ่มเกิดการบิดงอ

ในการทดลองจะนำตัวอย่างแผ่นพลาสติกใสไปวางไว้บนเครื่องให้ความร้อน (Hot Plate) โดยวางแผ่นอลูมิเนียมฟอล์ยแทรกไว้ระหว่างเครื่องให้ความร้อนและพลาสติกเพื่อป้องกันไม่ให้พลาสติกหลอมเหลวติดตัวเครื่อง ในการวัดอุณหภูมิของแผ่นพลาสติกจะใช้เทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิที่ตัวพลาสติกซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.1 โดยทำการปรับกระแสของเครื่องให้ความร้อนทำให้อุณหภูมิค่อย ๆ สูงขึ้นจากอุณหภูมิห้องและสังเกตลักษณะของแผ่นพลาสติก



รูปที่ 4.1 อุณหภูมิ (132°C) ขณะที่แผ่นพลาสติกเริ่มบิดงอ

จากการพิจารณาค่าอุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆ จะพบว่าอุณหภูมิที่ทำให้แผ่นพลาสติกใสเริ่มเกิดการบิดงออยู่ที่ค่า 132°C ดังนั้นในการเตรียมฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ลงบนแผ่นพลาสติก อุณหภูมิสะสมระหว่างการเคลือบฟิล์มจะต้องมีค่าไม่เกิน 132°C ซึ่งปัจจัยที่จะทำให้เกิดอุณหภูมิสะสมในขณะเคลือบฟิล์มได้แก่ เวลาที่ใช้ในการเคลือบ ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับแผ่นพลาสติก และกำลังไฟฟ้าที่ใช้ขณะเคลือบฟิล์ม อิทธิพลต่าง ๆ เหล่านี้ตัวแปรที่มีความสำคัญมากที่สุดคือกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่เป้าสารเคลือบเนื่องจากจะส่งผลโดยตรงต่อพลังงานที่สปัตเตอร์อะตอมได้รับ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาอิทธิพลของกำลังไฟฟ้าทั้งแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ แมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยทำการทดลองเคลือบลงบนกระจกก่อนเพื่อหาเงื่อนไขของอุณหภูมิที่เหมาะสมซึ่งจะใช้กำลังไฟฟ้าค่าต่าง ๆ ได้แก่ 25 30 และ 40 วัตต์ หลังจากนั้นจะทำการเคลือบฟิล์มลงบนแผ่นพลาสติกต่อไป

4.2. การศึกษาฟิล์มอินเดียมเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบลงบนกระจก

4.2.1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์

ในการเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ด้วยเทคนิค ดีซี และ ดีซี พัลส์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง โดยการเคลือบลงบนกระจกเงื่อนไขในการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ลงบนกระจกด้วยกำลังไฟฟ้าต่าง ๆ

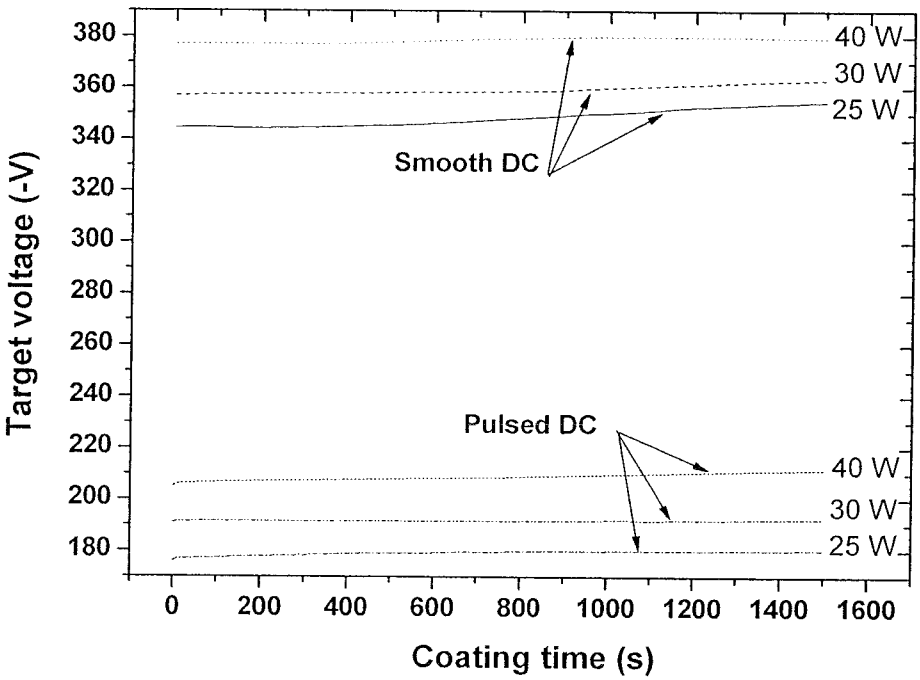
ตัวแปร	ค่าที่ใช้ทดลอง
Base pressure (mbar)	6×10^{-6}
Working pressure (mbar)	3×10^{-3}
Sputtering power (W)	25 30 40
Target	ITO
Coating time(s)	100 - 800
Argon flow rate (sccm) purity 99.99%	50
Oxygen flow rate (sccm) purity 99.99%	0.5

ตารางที่ 4.1 แสดงเงื่อนไขของการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ซึ่งความดันภายในห้องเคลือบฟิล์มก่อนการเคลือบฟิล์มจะถูกปั๊มออกจนมีความดันประมาณ 6×10^{-6} มิลลิบาร์ ด้วยปั๊มเทอร์โบโมเลกุลาและปั๊มกลโรตารี แล้วทำการป้อนก๊าซอาร์กอน 50 sccm โดยเลือกใช้กำลังไฟฟ้าในการเคลือบเป็น 25 30 และ 40 วัตต์ และป้อนก๊าซออกซิเจน 0.5 sccm ที่ความดันขณะเคลือบมีค่าประมาณ 3×10^{-3} มิลลิบาร์ เพื่อศึกษาอิทธิพลของกำลังไฟฟ้าในการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ลงบนกระจก

4.2.2 อิทธิพลของกำลังไฟฟ้าระหว่างการเคลือบฟิล์ม

รูปที่ 4.2 แสดงความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เป้าสารเคลือบระหว่างการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ พบว่าค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เป้าสารเคลือบของการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี มีค่าต่ำกว่าแบบ ดีซี พัลส์ ซึ่งมีค่าแตกต่างกันในช่วง 160-170 โวลต์ ซึ่งค่ากระแสที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี จะมีค่าต่ำกว่า แบบ ดีซี พัลส์ เนื่องจากได้ทำการควบคุมให้กำลังไฟฟ้ามีค่าคงที่ อย่างไรก็ตามกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบที่สูงขึ้นส่งผลให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำลง (เป็นลบมากขึ้น) และกระแสพลาสมาสูงขึ้นสำหรับการเคลือบฟิล์มทั้ง 2 แบบ ในการเคลือบฟิล์ม แบบ ดีซี พัลส์ โดยมีการจ่ายไฟฟ้าแบบ Pulse on time และ Pulse off time จะส่งผลให้การฟอร์มออกไซด์ที่ผิวเป้าสารเคลือบลดลงทำให้เกิดกระแสพลาสมาได้สูงขึ้น ส่งผลให้ศักย์ไฟฟ้าที่เป้าสารเคลือบมีค่าต่ำกว่าการเคลือบแบบ ดีซี ซึ่งโดยปกติในการเตรียมฟิล์มบางด้วยกระบวนการสปัตเตอริงแบบ ดีซี นั้นเมื่อมีการป้อนก๊าซออกซิเจนเข้าในระบบ ก๊าซออกซิเจนสามารถแตกตัวเป็นไอออนซึ่งเป็นก๊าซที่ไวต่อปฏิกิริยาและสามารถฟอร์มตัวกับอะตอมของสารเคลือบเป็นฟิล์มออกไซด์บนวัสดุรองรับตามต้องการ แต่ใน

ขณะเดียวกันก็สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับเป้าสารเคลือบและเกิดเป็นชั้นออกไซด์ที่ผิวเป้าซึ่งเรียกว่า Target poisoning ทำให้เป้าสารเคลือบมีความต้านทานเพิ่มขึ้น นั่นคือกระแสจะลดลงและศักย์ไฟฟ้าที่เป้าสารเคลือบจะสูงขึ้น ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.2 และรูปที่ 4.3 ผลที่ได้นี้มีความสอดคล้องกับรายงานการวิจัยก่อนหน้า [36] ของการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์แบบต่อเนื่องและไม่ต่อเนื่อง

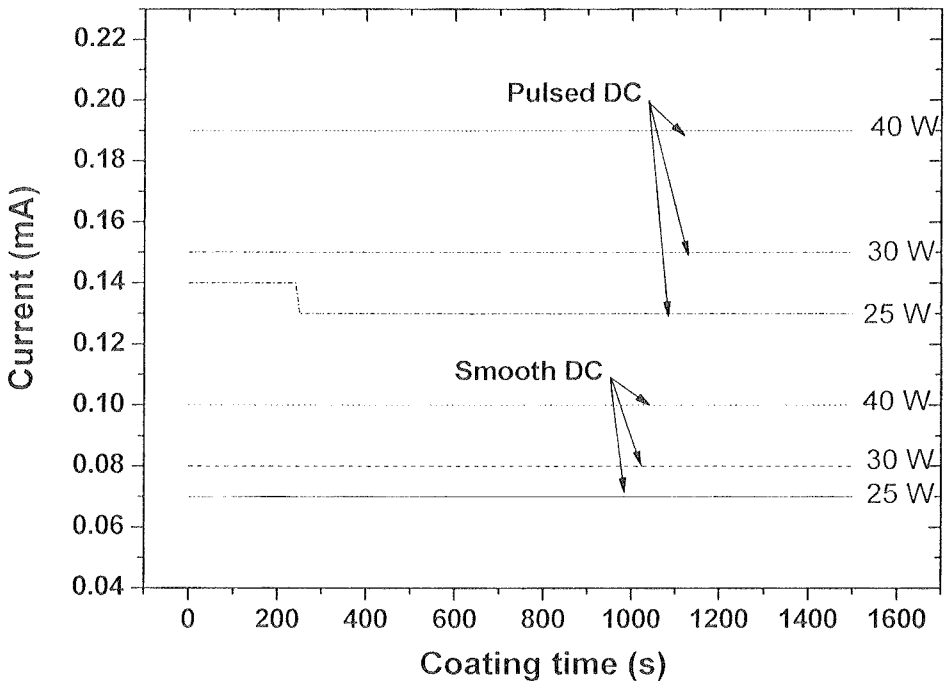


สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

รูปที่ 4.2 ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เป้าสารเคลือบเปลี่ยนแปลงตามเวลาด้วยกำลังไฟฟ้าในการสปัตเตอริงแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ เป็น 25 30 และ 40 วัตต์

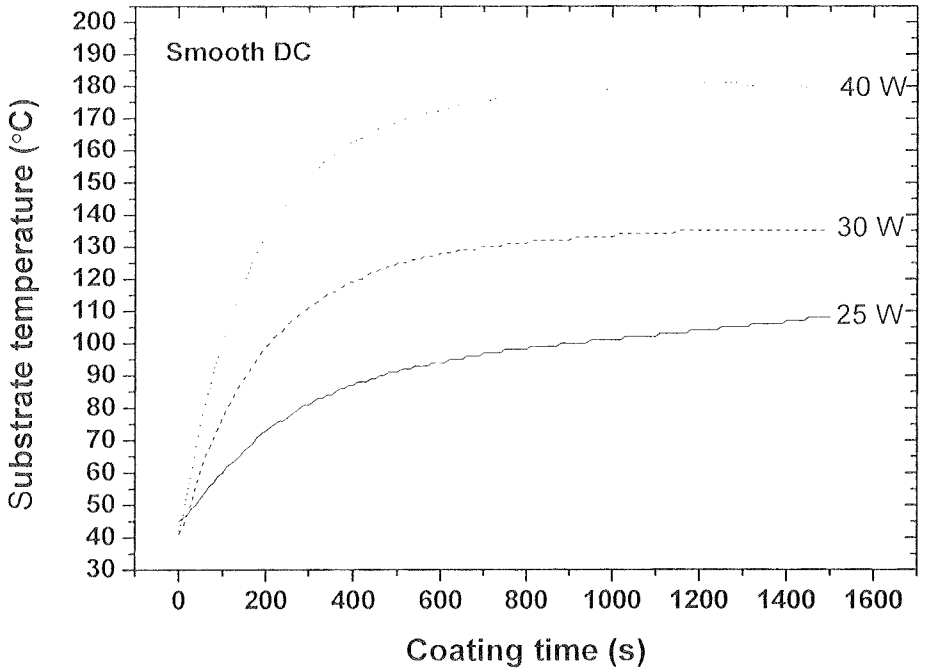
รูปที่ 4.4 แสดงอุณหภูมิของกระจกที่ใช้เป็นวัสดุรองรับการเคลือบฟิล์ม ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเคลือบฟิล์มที่จ่ายกำลังไฟฟ้าให้กับขั้วแคโทรดแบบ ดีซี พัลส์ จะให้ค่าอุณหภูมิของวัสดุรองรับที่ต่ำกว่าการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี เนื่องจากพลังงานที่ถ่ายเทจากสปัตเตอร์อะตอมมาที่วัสดุรองรับจะไม่มีความต่อเนื่องเหมือนกับการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี และประกอบกับผลของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ยที่เป้าสารเคลือบมีค่าต่างกันถึง 160-170 โวลต์ ซึ่งส่งผลต่อค่าของสนามไฟฟ้าที่ใช้เร่งอาร์กอนไอออนสำหรับวิ่งเข้าชนอะตอมของเป้าสารเคลือบ นั่นคือ ส่งผลต่อพลังงานของสปัตเตอร์อะตอมและอุณหภูมิของวัสดุรองรับ ดังนั้นการเคลือบแบบ ดีซี พัลส์ จึงเหมาะสำหรับใช้เคลือบฟิล์มลงบนวัสดุที่ทนความ

ร้อนได้ไม่มาก อย่างไรก็ตามกำลังไฟฟ้าที่ป้อนให้แก่ขั้วแคโทรดที่เพิ่มขึ้นก็จะส่งผลให้อุณหภูมิของวัสดุรองรับเพิ่มสูงขึ้นตาม

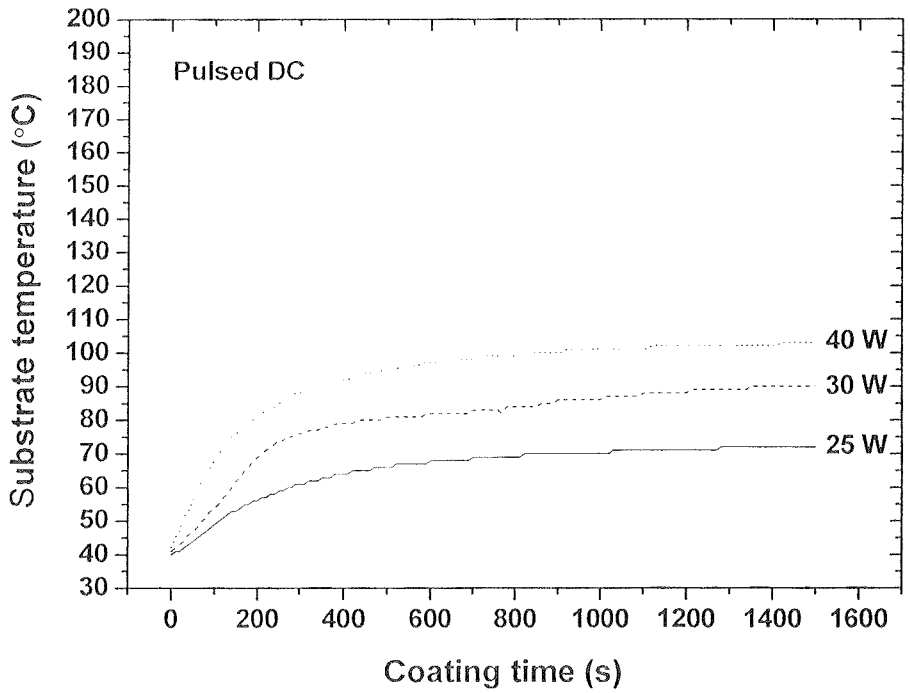


รูปที่ 4.3 กระแสพลาสมาเปลี่ยนแปลงตามเวลาด้วยกำลังไฟฟ้าในการสปัตเตอริงแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ เป็น 25 30 และ 40 วัตต์

(a)



(b)



รูปที่ 4.4 อุณหภูมิของวัสดุรองรับเปลี่ยนแปลงตามเวลาด้วยกำลังไฟฟ้าเป็น 25 30 และ 40 วัตต์ ในการสปัตเตอริงแบบ ดีซี (a) และ ดีซี พัลส์ (b)

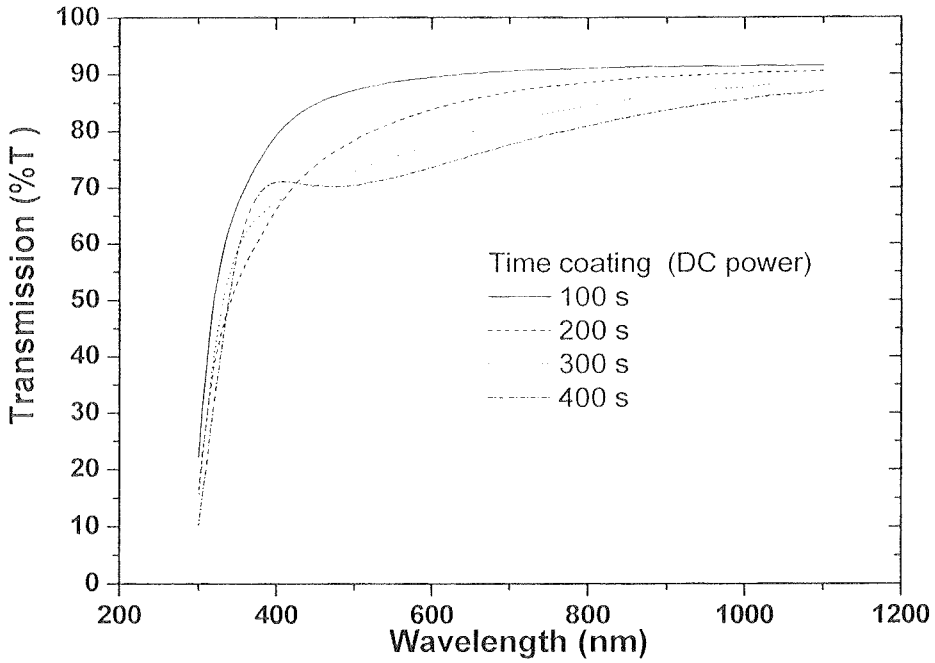
4.2.3 การศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์ม

ในการศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์นั้นจะเลือกใช้เงื่อนไขของกำลังไฟฟ้าต่ำสุดคือที่ 25 วัตต์ ของการเคลือบแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ ซึ่งในการวิจัยได้ทดลองจ่ายกำลังไฟฟ้าที่ต่ำกว่าค่านี้แต่ไม่สามารถเคลือบฟิล์มได้เนื่องจากพลังงานไม่พอที่จะสร้างสภาวะโกลว์ดิชชาร์จ (Grow discharge) ได้ ทั้งนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มที่เวลาต่าง ๆ กัน หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ต่อไป รูปที่ 4.5 แสดงค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มอินเดียมทิน-ออกไซด์พบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบฟิล์มเพิ่มขึ้นค่าการส่งผ่านแสงจะลดต่ำลงดังรูปที่ 4.5 (a) ที่เวลาการเคลือบฟิล์ม 400 วินาที จะเริ่มเกิดพีคการแทรกสอดของแสงขึ้นที่ความยาวคลื่นประมาณ 400 นาโนเมตร ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะคล้ายคลึงกันกับกรณีรูปที่ 4.5 (b) ที่เวลาการเคลือบฟิล์ม 800 วินาที ลักษณะที่เกิดขึ้นเป็นอิทธิพลจากความหนาฟิล์มโดยถ้าฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นก็จะเกิดพีคการแทรกสอดของแสงชัดเจนขึ้นและมีจำนวนเพิ่มมากขึ้น [37]

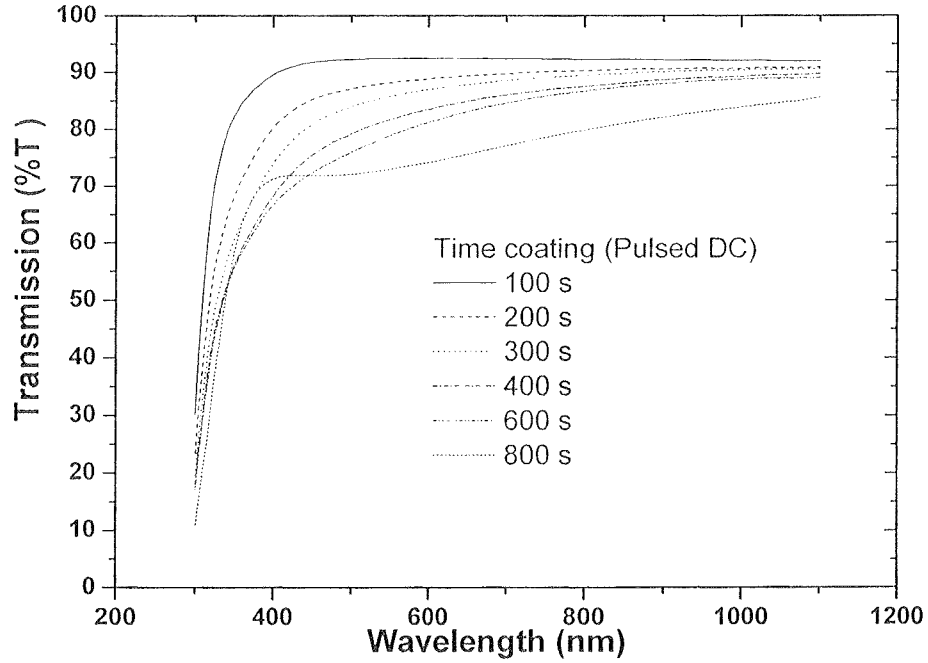
ดังนั้นการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี พัลส์ จะให้อัตราการเคลือบฟิล์มที่ต่ำกว่าการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี ซึ่งแตกต่างกันประมาณเท่าตัว โดยดูจากเวลาที่ใช้เคลือบต้องมากกว่าเท่าตัวจึงจะได้ลักษณะพีคการแทรกสอดคลื่นแสงที่เหมือนกัน เหตุผลดังกล่าวนี้มีความสอดคล้องกับอุณหภูมิของวัสดุรองรับเพราะถ้าอัตราการเคลือบฟิล์มสูงซึ่งเป็น แบบ ดีซี แสดงว่าสปัตเตอร์อะตอมที่ตกเคลือบมีจำนวนมากกว่าในช่วงเวลาเท่ากันเมื่อเทียบกับแบบ ดีซี พัลส์ ทำให้อุณหภูมิที่สะสมบนวัสดุรองรับมีค่าสูงขึ้นอย่างรวดเร็วและมีค่ามากกว่า

รูปที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ของฟิล์มอินเดียมทิน-ออกไซด์ที่เคลือบแบบ ดีซี และ ดีซี พัลส์ ด้วยเวลาการเคลือบ 400 และ 800 วินาที ตามลำดับ ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มทั้ง 2 เงื่อนไขด้วยความหนาใกล้เคียงกันมีโครงสร้างแบบอสัญฐาน (Amorphous structure) เนื่องจากฟิล์มที่เคลือบมีความหนาน้อยเกินไปที่จะทำการวิเคราะห์โครงสร้างแบบผลึกได้ประกอบกับกำลังงานที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มมีค่าต่ำเกินไปคือ 25 วัตต์ ทำให้ฟิล์มมีการฟอร์มตัวเป็นผลึกได้ยาก

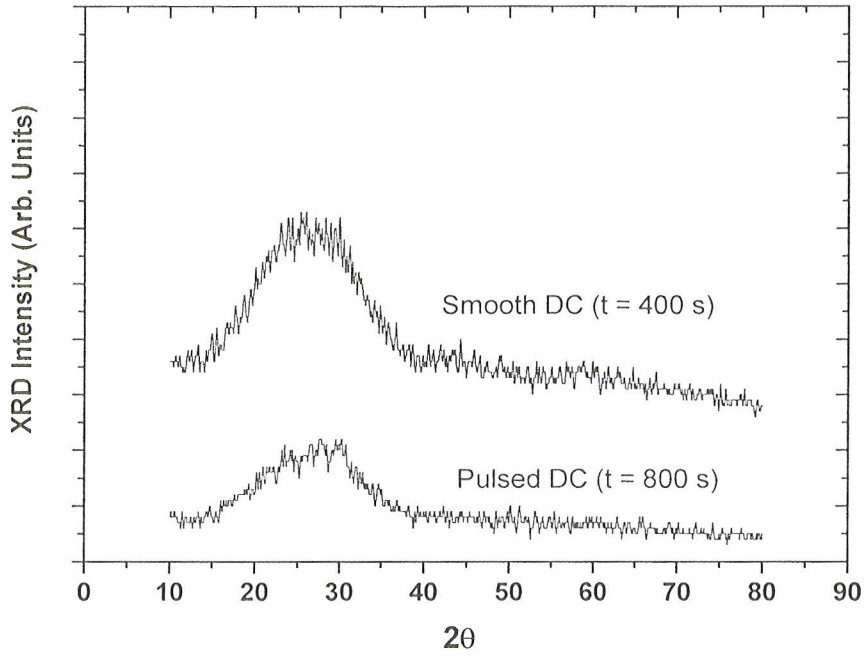
(a)



(b)



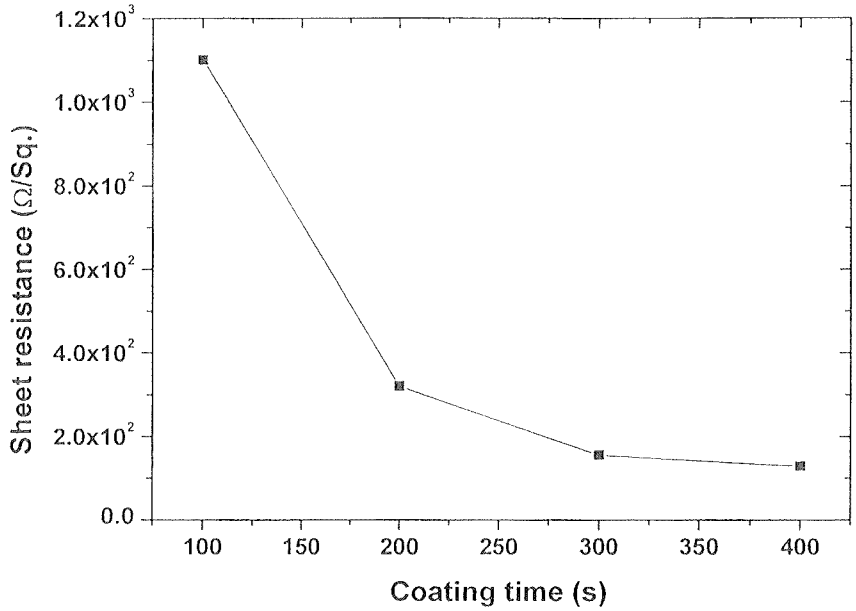
รูปที่ 4.5 การส่งผ่านทางแสงของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบด้วยเวลาค่าต่าง ๆ ด้วยกำลังไฟฟ้า 25 วัตต์ ในการสปัตเตอริงแบบ ดีซี (a) และ ดีซี พัลส์ (b)



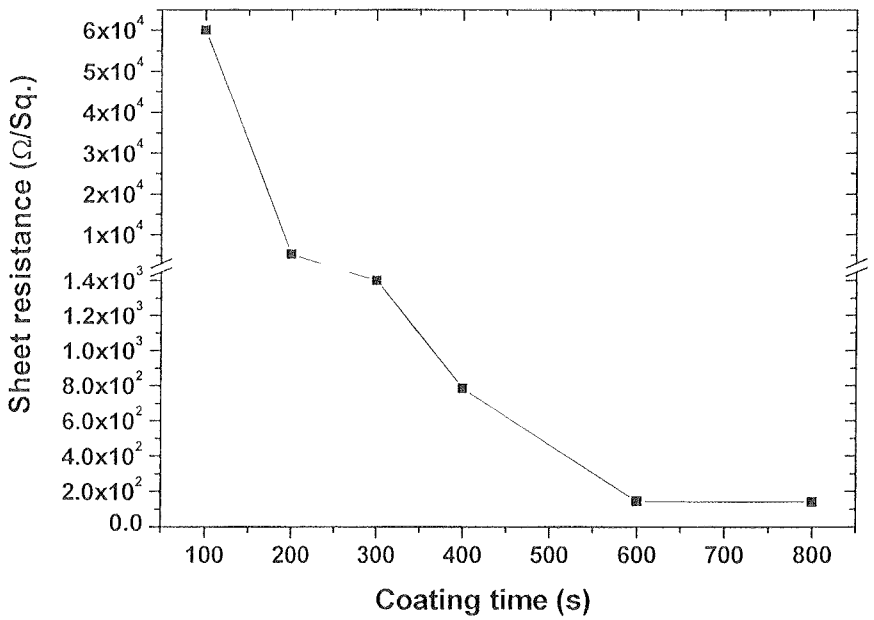
รูปที่ 4.6 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบ ดีซี ด้วยเวลา 400 วินาที และแบบ ดีซี พัลส์ ด้วยเวลา 800 วินาทีที่กำลังไฟฟ้าเดียวกัน 25 วัตต์

ในรูปที่ 4.7 แสดงผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่องทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า (Four point probe) พบว่าฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบด้วยเงื่อนไข ดีซี และ ดีซี พัลส์ ทั้งสองแบบที่เงื่อนไขของกำลังไฟฟ้า 25 วัตต์เหมือนกัน เมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น (ดูจากเวลาที่ใช้เคลือบเพิ่มขึ้น) ค่าความต้านทานเชิงแผ่นมีค่าลดลงแต่เมื่อเปรียบเทียบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ระหว่างที่เคลือบด้วยเงื่อนไข ดีซี และ ดีซี พัลส์ พบว่าความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธี ดีซี มีค่าต่ำกว่าฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธี ดีซีพัลส์ เป็นผลเนื่องมาจากอัตราการเคลือบของฟิล์มทินออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธี ดีซี มีค่ามากกว่า อัตราการเคลือบของฟิล์มทินออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธี ดีซี พัลส์ แต่ถ้าพิจารณาที่ความหนาฟิล์มใกล้เคียงกัน คือที่การเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี 400 วินาที และแบบ ดีซี พัลส์ 800 วินาที ค่าของความต้านทานเชิงแผ่นของฟิล์มก็จะมีค่าใกล้เคียงกัน คือมีค่าเท่ากับ 129 และ 140 Ω/Sq. ตามลำดับ

(a)



(b)



รูปที่ 4.7 ค่าความต้านทานเชิงแผ่น (Sheet resistance) ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่เคลือบด้วยวิธี ดีซี (a) และดีซี พัลส์ ที่กำลังไฟฟ้าเดียวกัน 25 วัตต์

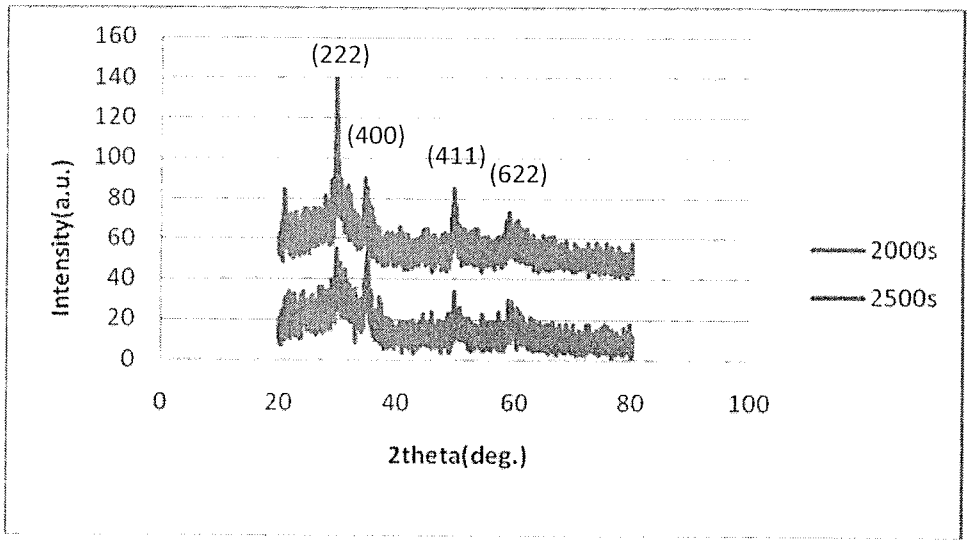
4.3 การศึกษาฟิล์มอินเดียมเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบลงบนพลาสติกใส

เนื่องจากความเป็นผลึกของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์จะส่งผลต่อค่าสมบัติทางไฟฟ้า [38] แต่จากการศึกษาที่ผ่านมาการเคลือบฟิล์มด้วยกำลังไฟฟ้า 25 วัตต์ นั้นมีค่าต่ำเกินไปต่อการฟอร์มโครงสร้างผลึก เมื่อพิจารณาค่าอุณหภูมิระหว่างการเคลือบ (ดูรูปที่ 4.4) กำลังไฟฟ้า 30 วัตต์ สำหรับการเคลือบแบบ ดีซี จะให้พลังงานแก่วัสดุรองรับที่สูงกว่าและยังเป็นช่วงอุณหภูมิที่แผ่นพลาสติกรองรับยังคงทนอยู่ได้ ดังนั้นในการทดลองการศึกษาฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์เคลือบลงบนแผ่นพลาสติกใสนี้จะเคลือบฟิล์มโดยพิจารณากำลังงานที่จ่ายให้กับเป้าสารเคลือบสูงกว่า 25 วัตต์ โดยมีเงื่อนไขการเคลือบฟิล์มแสดงดังตารางที่ 4.2 ทั้งนี้จะทดลองเคลือบลงบนกระจกก่อนทำการเคลือบลงบนแผ่นพลาสติก

ตารางที่ 4.2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ลงบนแผ่นกระจกที่เวลาต่าง ๆ

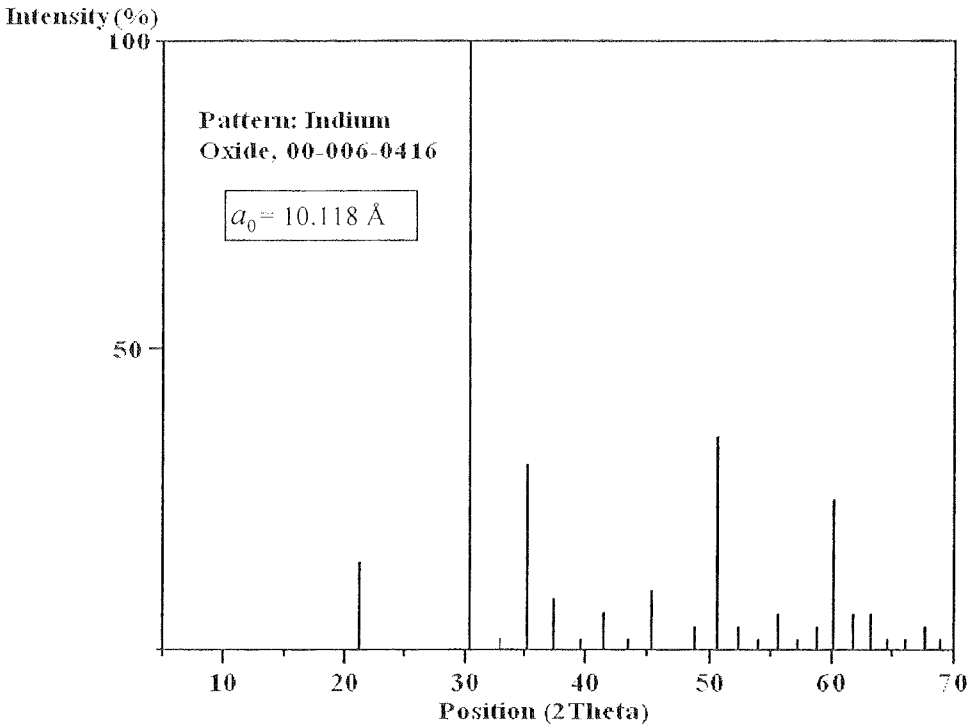
Indium tin oxide (ITO) films	
Variables	**Conditions**
Base pressure (mbar)	6×10^{-6}
Working pressure (mbar)	3×10^{-3}
Sputtering power (W)	30
Target	ITO
Coating time (s)	2000, 2500
Argon flow rate (sccm) purity 99.99%	50
Oxygen flow rate (sccm) purity 99.7%	0.5

หลังจากเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ลงบนกระจก ฟิล์มที่ได้ถูกนำมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบลงบนกระจกด้วยกำลังไฟฟ้า 30 วัตต์ ที่เวลา 2000 และ 2500 วินาที

จากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มพีคของรังสีเอกซ์และมุม 2theta พบว่าความเข้มพีคของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ปรากฏพีคขึ้นหลายพีค เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์มาตรฐาน (JDPDS, Joint Committee on Powder Diffraction Standards) ดังรูปที่ 4.9 จะตรงกับพีคที่ระนาบต่าง ๆ คือ ที่ระนาบ (222) (400) (411) และ (622) ซึ่งพบว่าที่พีคการเลี้ยวเบนในระนาบ (222) จะมีค่าสูงสุดสำหรับการเคลือบที่เวลา 2500 วินาที ตรงกับมุมการเลี้ยวเบนประมาณ 30 องศา ส่วนที่เวลาการเคลือบ 2000 วินาที พีคที่ระนาบ (222) กับ (400) จะมีค่าใกล้เคียงกันซึ่งเป็นการแสดงถึงลักษณะการจัดเรียงตัวของผลึกในทิศทางนั้น อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าที่เวลาในการเคลือบฟิล์มสูงมากขึ้นพีคจะมีความสูงเพิ่มขึ้นตาม



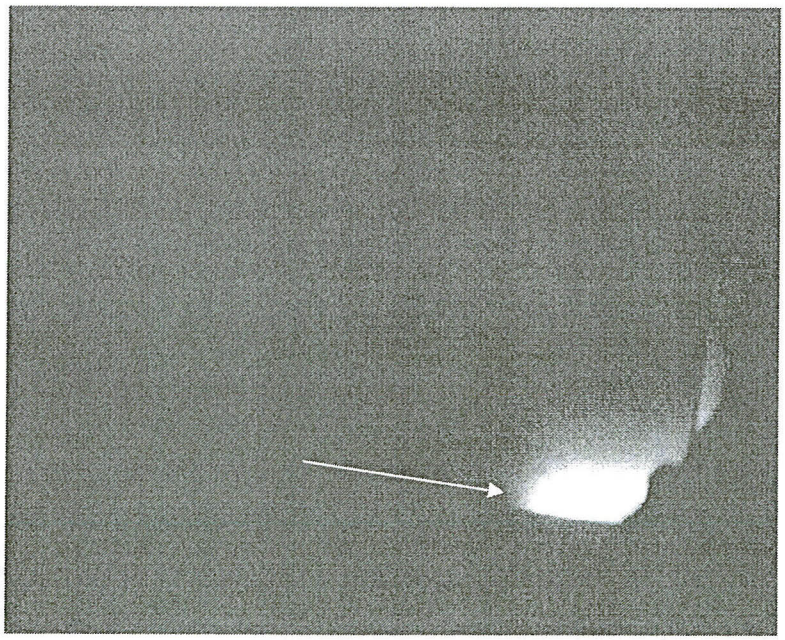
รูปที่ 4.9 พีคมาตรฐาน (JDPDS , Joint Committee on Powder Diffraction Standards) ของอินเดียมทินออกไซด์

ในการเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริงโดยการเคลือบฟิล์มลงบนพลาสติกใสนั้นเงื่อนไขของการเคลือบฟิล์มแสดงดังตารางที่ 4.3 ในที่นี้นอกจากจะพิจารณากำลังไฟฟ้าที่ใช้คือ 30 วัตต์ แล้วยังได้ทดลองเคลือบฟิล์มที่กำลังไฟฟ้าสูงขึ้นอีกคือที่ 40 และ 50 วัตต์ โดยความดันภายในห้องเคลือบฟิล์มก่อนการเคลือบฟิล์มจะถูกปั๊มออกจนมีความดันประมาณ 6×10^{-6} มิลลิบาร์ แล้วทำการป้อนก๊าซอาร์กอน 50 sccm สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์นั้นนอกจากจะขึ้นอยู่กับโครงสร้างแล้วปัจจัยหลักของการนำไฟฟ้าได้ดีก็คือการทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระขึ้นในเนื้อฟิล์มมาก ๆ ซึ่งสามารถทำได้ด้วยการให้อะตอม Sn ไปแทนที่อะตอมของ In แต่เนื่องจากอัตราส่วนของสัดส่วนสารทั้ง 2 นั้น เหมาะสมแล้วสำหรับเป้าสารเคลือบที่เป็นที่นิยมใช้กันทั่วไป [32-34] การจะแทนที่อะตอมดังกล่าวให้ได้ดีนั้นจึงขึ้นกับพลังงานในการเคลือบฟิล์มซึ่งเป็นข้อจำกัดสำหรับการทดลองนี้และจะเป็นการส่งผลเสียต่อตัวเป้าสารเคลือบเมื่อมีความร้อนเกิดขึ้นสูงมากเกินไป ปัจจัยอีกอย่างหนึ่งที่สามารถทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระขึ้นได้ก็คือการทำให้เกิดสภาวะขาดออกซิเจนซึ่ง

สามารถทำได้โดยการป้อนก๊าซออกซิเจนน้อย ๆ หรือนำฟิล์มที่ได้ไปอบในสุญญากาศที่อุณหภูมิสูง กรณีการเคลือบลงบนพลาสติกการอบฟิล์มจะไม่สามารถทำได้ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้จะทำการป้อนก๊าซออกซิเจนในช่วงต่าง ๆ ตั้งไม่มีการป้อนก๊าซออกซิเจนจนถึงปริมาณการป้อนก๊าซที่ 3.5 sccm โดยที่ความดันขณะเคลือบมีค่าประมาณ 3×10^{-3} มิลลิบาร์

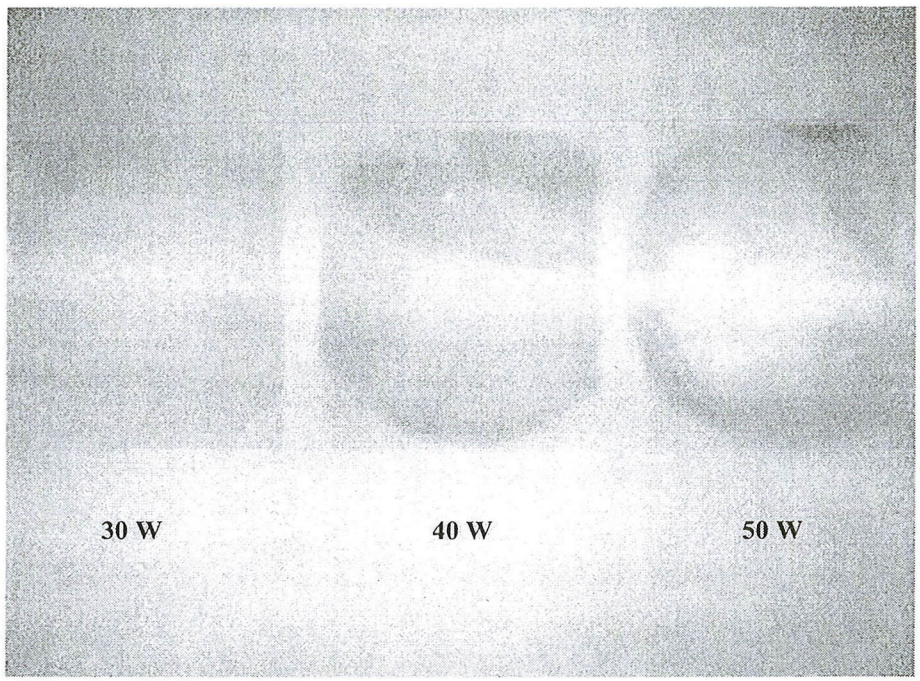
ตารางที่ 4.3 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ลงบนแผ่นพลาสติก

Indium tin oxide (ITO) films	
Variables	**Conditions**
Base pressure (mbar)	6×10^{-6}
Working pressure (mbar)	3×10^{-3}
Sputtering power (W)	30, 40, 50
Target	ITO
Coating time (s)	300, 600, 900, 1200
Argon flow rate (sccm) purity 99.99%	50
Oxygen flow rate (sccm) purity 99.7%	0 - 3.5



รูปที่ 4.10 พลาสมาขณะการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์

ในรูป 4.10 แสดงพลาสมาขณะเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ซึ่งให้แสงสีม่วงอมชมพู โดยปริมาณของก๊าซอาร์กอนและออกซิเจนที่แตกต่างกันจะเป็นตัวกำหนดทำให้เกิดสีที่แตกต่างกันซึ่งเกิดจากการรวมตัวของอะตอมก๊าซที่แตกตัวไปแล้วกับอิเล็กตรอน



รูปที่ 4.11 ฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบลงบนแผ่นพลาสติกใสที่กำลังไฟฟ้าแตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่ายฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบลงบนแผ่นพลาสติกด้วยเงื่อนไขการเคลือบด้วยค่ากำลังไฟฟ้าแตกต่างกัน 30 40 และ 50 วัตต์ เคลือบด้วยเวลาที่เท่ากัน จะเห็นว่าที่ตัวแผ่นพลาสติกของฟิล์มที่เคลือบด้วยกำลังไฟฟ้า 30 วัตต์ จะไม่เกิดการบิดงอเห็นเป็นแผ่นเรียบแต่เมื่อทำการเพิ่มกำลังไฟฟ้าเป็น 40 วัตต์ ฟิล์มจะเกิดการบิดงอและมากที่สุดเมื่อให้กำลังไฟฟ้าที่ 50 วัตต์ ผลที่ได้มีความสัมพันธ์กับรูปที่ 4.4 เมื่อทำการเคลือบฟิล์มด้วยกำลังไฟฟ้าที่ต่ำจะทำให้อุณหภูมิขณะการเคลือบต่ำกว่าฟิล์มที่ใช้กำลังไฟฟ้าที่สูงขึ้นเพราะเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ในขณะเคลือบความร้อนที่สะสมในตัวแผ่นพลาสติกก็เพิ่มสูงขึ้น ดังนั้นกำลังไฟฟ้าที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์มลงบนพลาสติกใสคือ 30 วัตต์ อย่างไรก็ตามในการศึกษาอิทธิพลต่าง ๆ ของการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์เหล่านี้เพื่อดูว่ามีผลกระทบต่อการเคลือบฟิล์มอย่างไรจำเป็นต้องทำการวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ทั้งนี้สามารถแบ่งการศึกษาออกเป็นดังนี้

4.3.1 สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์

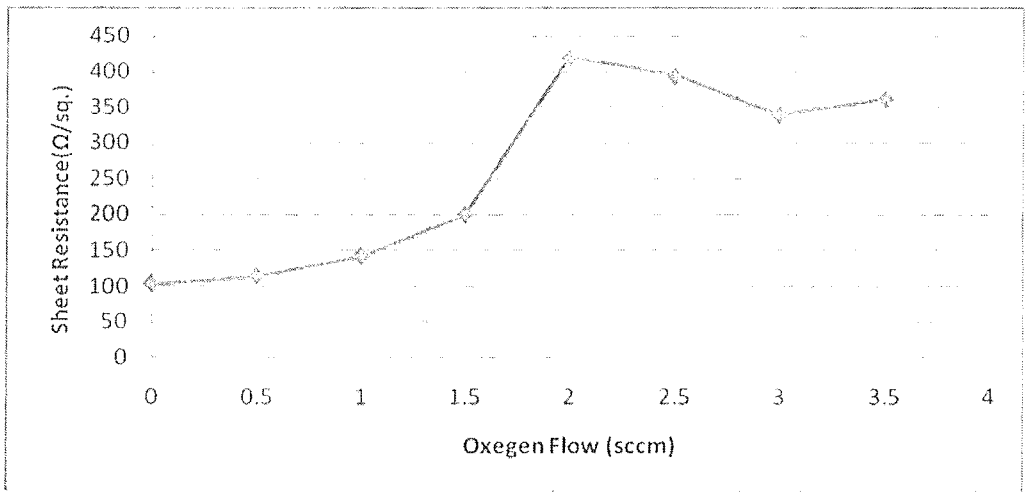
สมบัติที่สำคัญของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์คือสามารถนำไฟฟ้าได้ดี โดยการนำไฟฟ้าขึ้นอยู่กับองค์ประกอบหลายอย่างของการเคลือบฟิล์ม โดยในการทดลองนี้จะดูที่ค่าความต้านทานที่เรียกว่าค่าความต้านทานเชิงแผ่น (Sheet Resistance, Rs) ซึ่งจะใช้หลักการของโฟร์พอน์ยโพรบ (Four point probe) ในการหาสมบัติดังกล่าวซึ่งคำนวณหาค่าความต้านทานเชิงแผ่นได้จากสมการที่ (4.1)

$$R_S=(V/I)\ C.F. \qquad \Omega/sq. \tag{4.1}$$

เมื่อ V และ I คือแรงดันไฟฟ้าและค่ากระแสไฟฟ้าตามลำดับ และ C.F. เป็นค่า Correction Factor

เมื่อหาค่าความต้านทานเชิงแผ่นได้จะสามารถหาค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า (Resistivity, ρ) ได้ถ้ารู้ความหนาของฟิล์มดังสมการที่ (4.2)

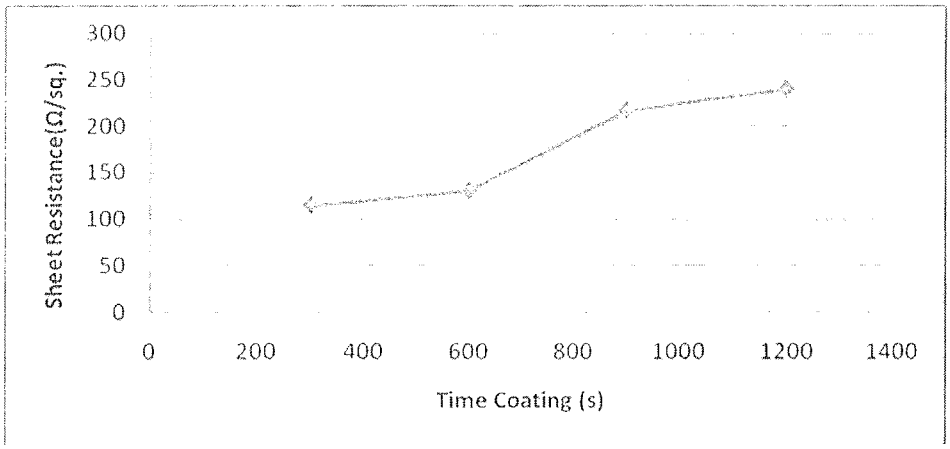
$$\rho = R_s d \qquad \Omega - cm. \tag{4.2}$$



รูปที่4.12 ค่าความต้านทานเชิงแผ่น (R_s) ที่วัดจากเครื่องโฟร์พอยท์โพรบเมื่อป้อนออกซิเจนต่างกัน

ในรูปที่ 4.12 แสดงค่าความต้านเชิงแผ่นเมื่อทำการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เวลาการเคลือบ 300 วินาที โดยใช้กำลังไฟฟ้า 30 วัตต์ พบว่าฟิล์ม ITO ที่เตรียมได้เมื่อมีการป้อนก๊าซออกซิเจนเพิ่มสูงขึ้นจะทำให้ค่าความต้านทานเชิงแผ่น (R_s) มีแนวโน้มที่สูงขึ้นและค่าความต้านเชิงแผ่นสูงที่สุดเมื่อมีการให้ออกซิเจนที่ 2 sccm เมื่อพิจารณาที่ปริมาณการป้อนก๊าซออกซิเจนต่ำ ๆ คือ 0.5 sccm และไม่ป้อนก๊าซออกซิเจนเลย ค่าความต้านทานจะมีผลอยู่และใกล้เคียงกัน แต่ลักษณะของฟิล์ม ITO จะมีสีคล้ำ

นั่นคือ มีค่าการส่งผ่านแสงลดต่ำลงเนื่องจากปริมาณออกซิเจน ที่เข้าทำปฏิกิริยาไม่เพียงพอ แต่ฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ที่เคลือบด้วยการป้อนก๊าซออกซิเจนเท่ากับ 0.5 sccm ฟิล์มที่ได้จะมีความใสมากขึ้น โดยค่าความต้านทานไม่สูงมากนักดังนั้น เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มที่ป้อนก๊าซออกซิเจนเท่ากับ 0.5 sccm จึงเหมาะสมที่จะนำมาศึกษาต่อไป

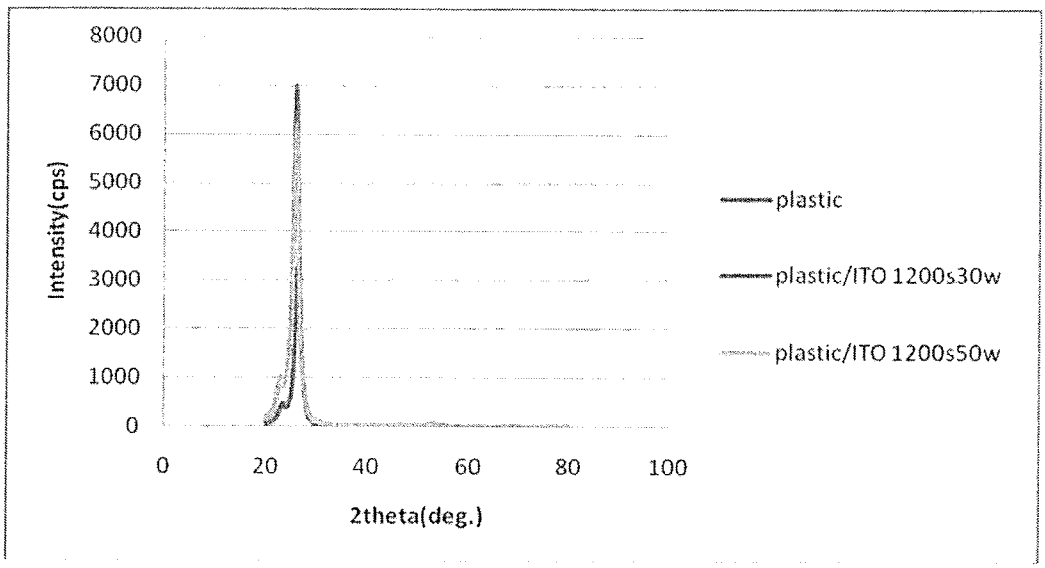


รูปที่ 4.13 ความต้านทานไฟฟ้าเชิงแผ่น (R_s) ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์เคลือบด้วยเวลาที่แตกต่างกันจาก 300 ถึง 1200 วินาที

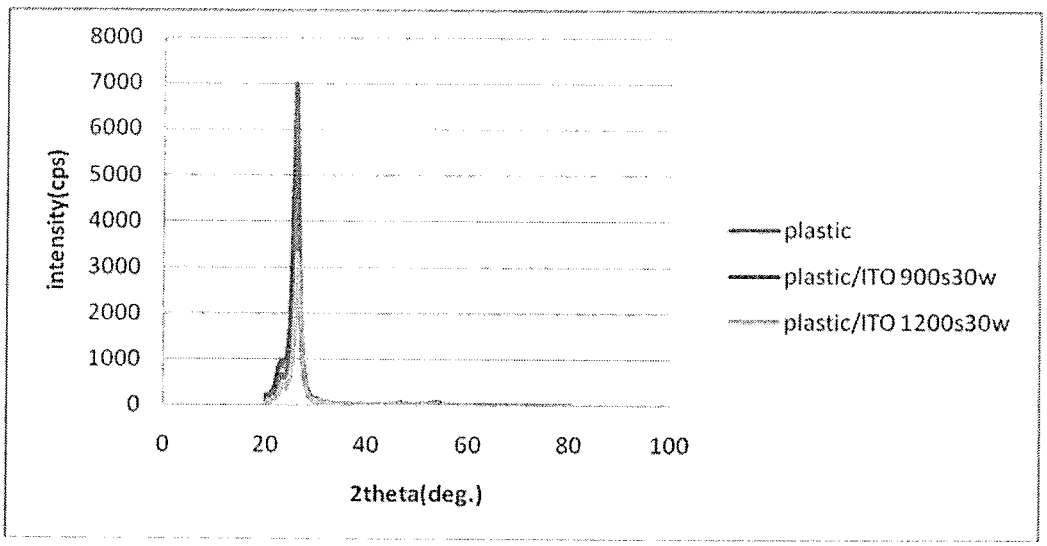
จากรูปที่ 4.13 ค่าความต้านเมื่อทำการเคลือบฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ด้วยกำลังไฟฟ้า 30 วัตต์ และป้อนก๊าซออกซิเจน 0.5 sccm พบว่าฟิล์มเมื่อให้เวลาในการเคลือบที่สูงขึ้นจะทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าเชิงแผ่น (R_s) มีแนวโน้มที่สูงขึ้นและค่าความต้านสูงที่สุดเมื่อใช้เวลาในการเคลือบที่ 1200 วินาที

4.3.2 สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์

หลังจากเตรียมฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ลงบนพลาสติก แล้วนำฟิล์มมาวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันโดยศึกษาเงื่อนไขในการเคลือบฟิล์มที่ต่างกันของกำลังไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่เป้าสารเคลือบและเวลาการเคลือบฟิล์มผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.14 และ 4.15 ตามลำดับ



รูปที่ 4.14 ผล XRD ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ที่เคลือบลงบนพลาสติกใสกับฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลา 1200 s ที่กำลังไฟฟ้าต่างกัน



รูปที่ 4.15 ผล XRD ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ ที่เคลือบลงบนพลาสติกใสกับฟิล์มที่เคลือบด้วยกำลังไฟฟ้า 30 W ที่เวลาต่างกัน

ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของพลาสติกมีค่ามุม 2θ ประมาณ 25 องศา ซึ่งจะมีค่าลดลงเมื่อพลาสติกถูกเคลือบด้วยฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ เมื่อพิจารณาเวลาการเคลือบฟิล์มที่ต่างกันในรูปที่ 4.15 เวลาที่ใช้เคลือบฟิล์มมากขึ้นฟิล์มที่ได้จะหนาขึ้นตามซึ่งพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของพลาสติกจะมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์ม ทั้งนี้จะไม่เห็นพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์เนื่องจากค่าความเข้มพีคของแผ่นพลาสติกมีค่าสูงมากเมื่อเทียบกับค่าความเข้มพีคของฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ อย่างไรก็ตามจากผลการทดลองที่ได้ทำให้สามารถสรุปได้ว่าการเคลือบฟิล์มลงบนแผ่นพลาสติกใสนี้สามารถเตรียมได้ด้วยกำลังไฟฟ้า 30 วัตต์ ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ส่วนการใช้แหล่งกำเนิดแบบ ดีซี พัลส์ จะทำให้พลังงานความร้อนที่สะสมบนแผ่นวัสดุรองรับลดลงกว่าการเคลือบแบบ ดีซี ซึ่งอัตราการเคลือบก็จะลดลงประมาณครึ่งหนึ่งที่กำลังไฟฟ้าเดียวกันคือ 25 วัตต์