บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดรวมถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนได้แก่ ค่าดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

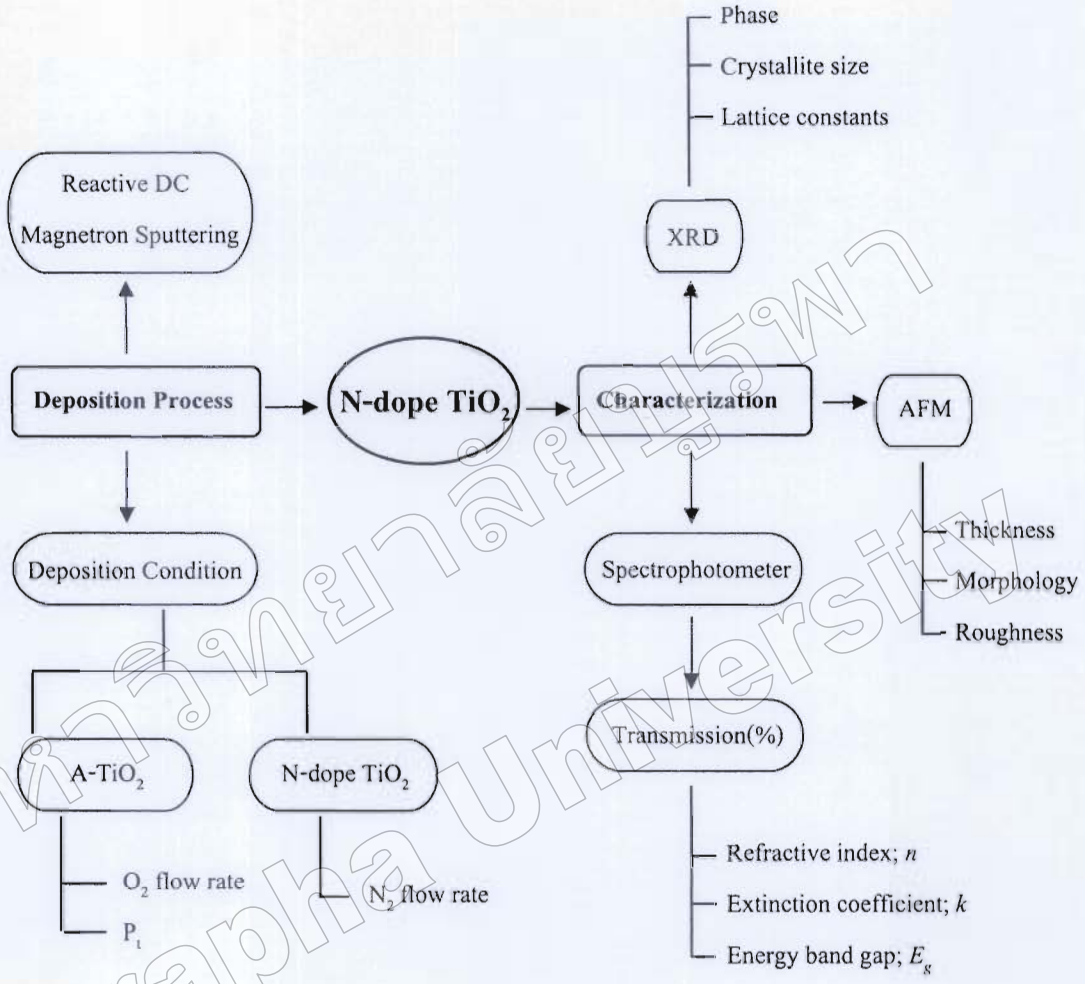
ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 4 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส (2) การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน (3) การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน และ (4) การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน สรุปได้ดังนี้

การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน เริ่มจากศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบ ตัวแปรและขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิทยานิพนธ์นี้ใช้การเคลือบด้วยวิธีรีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส โดยศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจนและความดันรวม ต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ และทดลองเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน ต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบได้ด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice Constants) และใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ศึกษาโดยนำฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ จากนั้นนำค่าการส่งผ่านแสงที่ได้ไปคำนวณหาค่าดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ

1. การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าไทเทเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระจกสไลด์ใช้เพื่อศึกษาสมบัติทางแสง
- แผ่นซิลิกอนใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 3 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สออกซิเจน (99.995%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)
- แก๊สไนโตรเจน (99.995%) เป็นแก๊สเจือ (Doped Gas)

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบาง

2.1 X-Ray Diffractrometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-ray Diffractometer Bruker รุ่น D8 โดยใช้ Cu-k_α (λ = 1.54056 Å) ของคณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี (ภาพที่ 3-3)

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนา และลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (ภาพที่ 3-4)

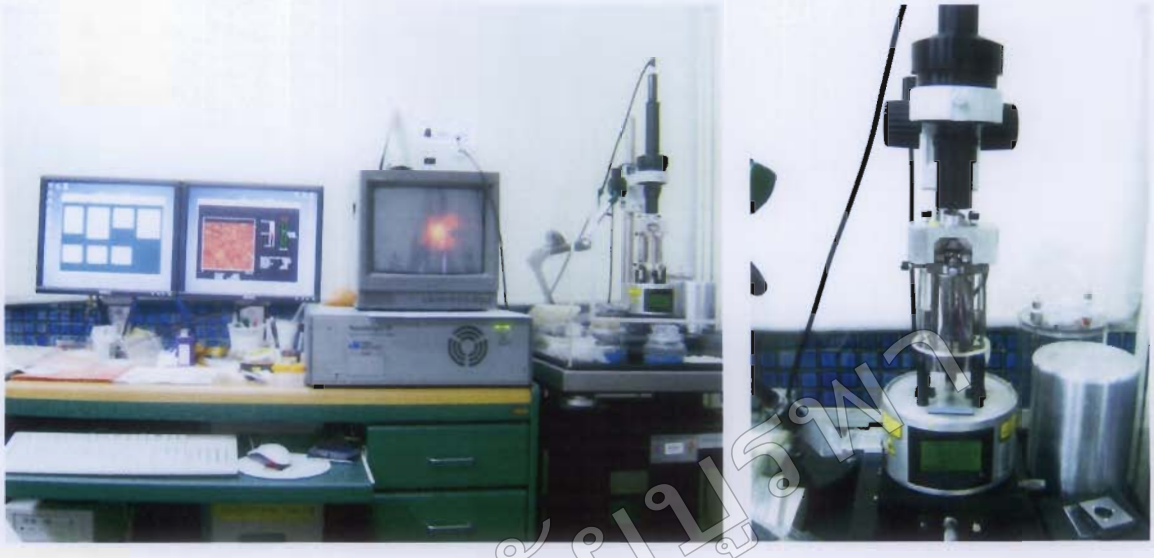
2.3 Spectrophotometer สำหรับวัดค่าการส่งผ่านแสงในช่วง 200-2500 nm งานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น UV-VIS-NIR 3600 (Shimadzu Co., Ltd) ของคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบรีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractrometer

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



(a) (b)

ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope

ภาพที่ 3-5 เครื่อง Spectrophotometer

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

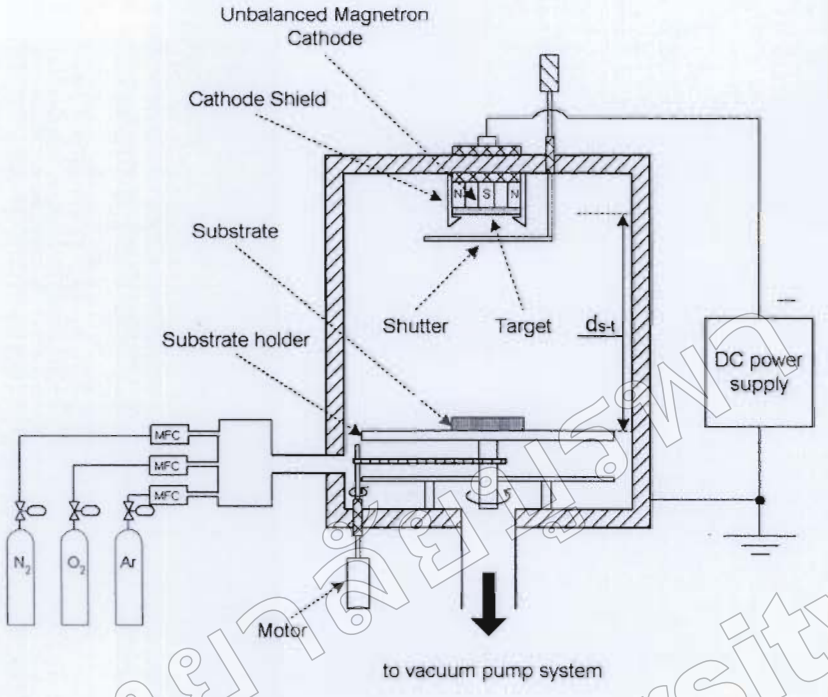
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอคตีฟดีซีสปัตเตอริง

ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนในงานวิทยานิพนธ์นี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบดีซีอันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (ภาพที่ 3-6) ด้วยเทคนิครีแอคตีฟสปัตเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) รายละเอียดดังนี้

1. ส่วนระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสเตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย การวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานีรุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด 2 หัว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 54.0 mm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าไทเทเนียม (99.99%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ใช้แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง (99.995%) และแก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง (99.995%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สอาร์กอน แก๊สออกซิเจนและแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-6 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบ

การสร้างสภาวะสุญญากาศ

ก่อนทำการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีสปัตเตอริง ต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสภาวะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-5} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) การสร้างสภาวะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบกลโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิด (ภาพที่ 3-7) โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบกลโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ต่อมาจะใช้เครื่องสูบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} mbar

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจเช็ควาล์วหยาบ (หมายเลข 9) วาล์วท้าย (หมายเลข 11) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด

2. เปิดสวิทซ์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่ระบบต่าง ๆ ของเครื่อง เช่น ระบบวัดความดัน และระบบควบคุมการทำงานของระบบเครื่องสูบสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิทซ์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารี (หมายเลข 7) ทำงาน

3. เริ่มสูบอากาศจากเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยใช้เครื่องสูบกลโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารีสูบอากาศออกจากเครื่องสูบกลแบบแพร่ไอ (หมายเลข 6) จนความดันในเครื่องสูบแบบแพร่ไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 4) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสูบแบบแพร่ไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิทซ์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสูบแบบแพร่ไอทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที

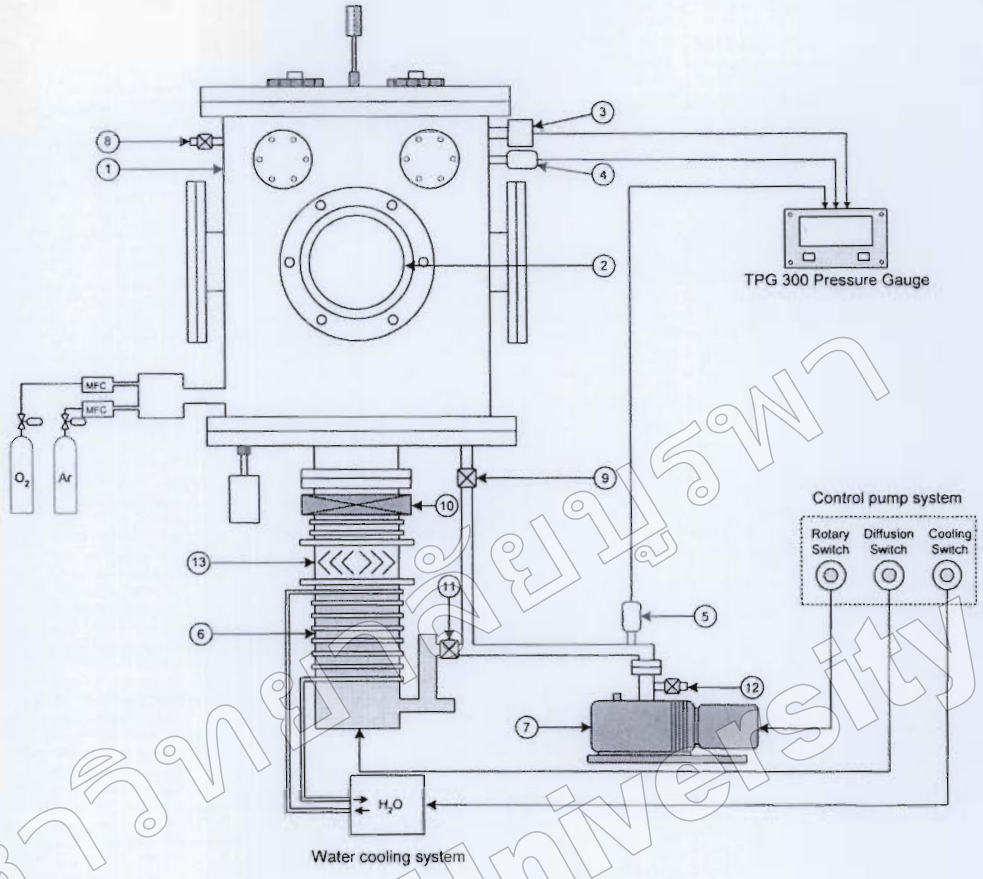
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบกลโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบกลโรตารีสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar เมื่ออ่านความดันจากมาตรวัดความดันแบบช่วงกว้าง (หมายเลข 3)

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสูบแบบแพร่ไอสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มไทเทเนียมเจือไนโตรเจน

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-7 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอริง

1. ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber)
2. หน้าต่าง (Window)
3. มาตรวัดความดันเพนนิ่ง (Penning Gauge)
4. มาตรวัดความดันพิรานี (Pirani Gauge)
5. มาตรวัดความดันแบบพิรานี (Pirani Gauge)
6. เครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump)
7. เครื่องสูบกลโรตารี (Rotary Pump)
8. วาล์วปล่อย (Vent Valve)
9. วาล์วหยาบ (Roughing Valve)
10. วาล์วสุญญากาศสูง (High Vacuum Valve)
11. วาล์วท้าย (Backing Valve)
12. วาล์วปล่อย (Vent Valve)
13. แบฟเฟิล (Baffle)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมันสารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไป ล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanal) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วย คีมคีบ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-8

ภาพที่ 3-8 การล้างวัสดุรองรับ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธีรีแอคตีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าไทเทเนียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน แก๊สออกซิเจนและแก๊สไนโตรเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนมีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดชัตเตอร์หน้าเป้าไทเทเนียม แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

2. ลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_b) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_b ที่อ่านได้

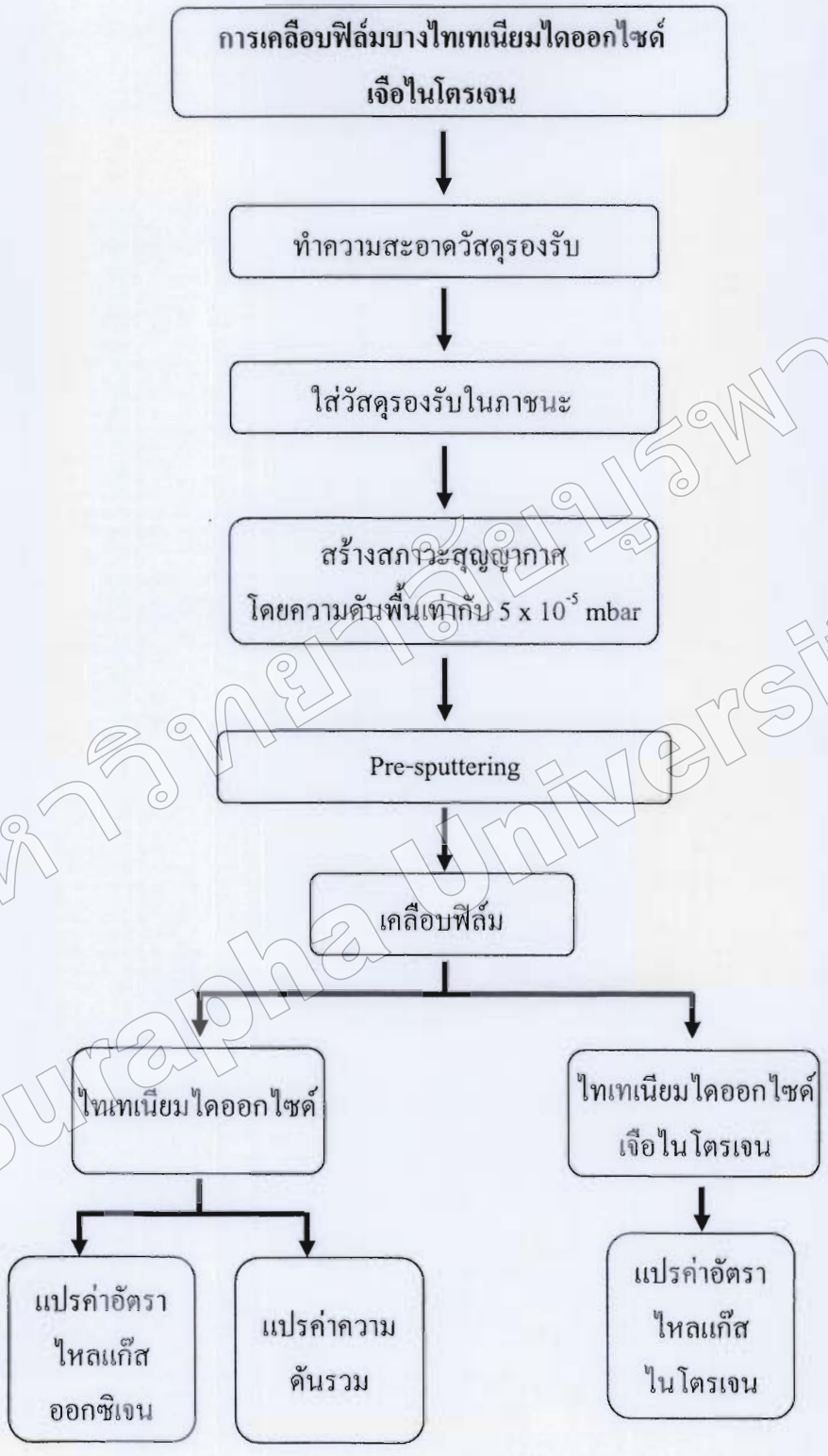
3. ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยกระบวนการ Pre-Sputtering เป็นเวลา 3 นาที

4. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอน แก๊สออกซิเจนและแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง

5. จ่ายศักย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ (ชัตเตอร์ยังคงปิดอยู่) เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง จะเริ่มการเคลือบฟิล์มบาง โดยเปิดชัตเตอร์ที่ปิดหน้าเป้าออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_t) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด

6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สออกซิเจนและแก๊สไนโตรเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

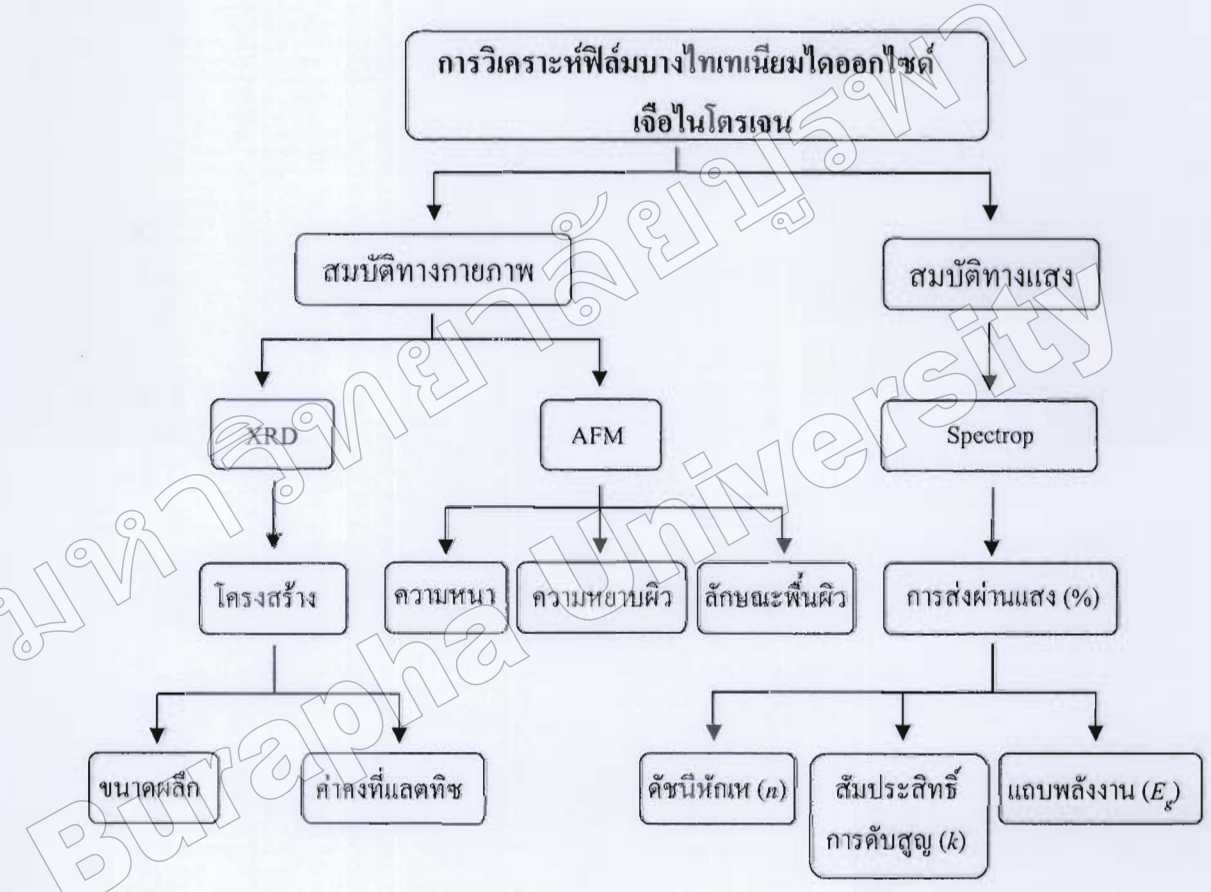


ภาพที่ 3-9 การเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนในงานวิจัยนี้ แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ (1) โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน และ (2) สมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน



ภาพที่ 3-10 การวิเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

1. โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทีซ ลักษณะพื้นผิวและความหนา โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractrometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ Cu-k_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 20° - 65° สเปกตรัมที่วัดได้นำไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์มาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนสามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้ Seherrer Equation ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ได้หลังการเคลือบ

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน สำหรับการค่าคงที่แลตทีซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนสามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล ในการคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่ได้หลังการเคลือบ

1.4 การหาความหนาของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิคอนไนไตรด์เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา

1.5 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้วไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยมีความละเอียดในระดับนาโน และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1 x 1 μm^2 พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. สมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ขั้นนี้คำนวณหาค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ วัดค่าการส่งผ่านแสงบนกระจกสไลด์ที่เป็นวัสดุรองรับ แล้วนำมาคำนวณหา ดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

2.1 การหาดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดับสูญจากสเปคตรัมการส่งผ่านแสง ดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางหาจากวิธี Envelope โดยใช้ข้อมูลจากสเปคตรัมการส่งผ่านแสงในการคำนวณซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

2.1.1 การหาดัชนีหักเห (n)

2.1.1.1 นำฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกสไลด์ไปทำการวัดเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

2.1.1.2 นำเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงไปเขียนกราฟ โดยให้แกน x เป็นแกนของความยาวคลื่น และแกน y เป็นแกนของเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง

2.1.1.3 สร้างซองครอบสเปกตรัมการส่งผ่านแสงโดยการลากเส้นผ่านค่าสูงสุด (T_M) และค่าต่ำสุด (T_m) ของสเปกตรัมการส่งผ่านแสงตลอดช่วงความยาวคลื่นที่สนใจดังภาพที่ 3-10

2.1.1.4 ลากเส้นตรงตั้งฉากกับแกน x ที่ความยาวคลื่นที่สนใจให้ตัดกับซองที่สร้างขึ้น ดังภาพที่ 3-11

2.1.1.5 นำค่า T_M และ T_m ที่ได้ไปแทนในสมการ 3-1

$$N = 2s\frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{s^2+1}{2} \qquad (3\text{-}1)$$

เมื่อ $$s = \frac{1}{T_s} + \sqrt{\frac{1}{T_s^2} - 1} \qquad (3\text{-}2)$$

เมื่อ s คือ ดัชนีหักเหของกระจกสไลด์ และ T_s เป็นเปอร์เซ็นต์ค่าการส่งผ่านแสงของกระจกสไลด์

2.1.1.6 นำค่า N ที่ได้จากสมการ 3-1 ไปแทนในสมการ 3-3 จะได้ดัชนีหักเห (n) ของแต่ละความยาวคลื่นในช่วงที่สนใจ

$$n = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - s^2}} \qquad (3\text{-}3)$$

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2.1.2 การหาสัมประสิทธิ์การดับสูญ (k)

2.1.2.1 สัมประสิทธิ์การดูดกลืน ($\alpha_{(\lambda)}$) คำนวณได้จากสมการที่ 3-4 โดย d เป็นความหนาของฟิล์ม

$$\alpha_{(\lambda)} = -\frac{1}{d}\ln x \tag{3-4}$$

เมื่อ

$$x = \frac{F-\sqrt{F^2-\left(n^2-1\right)^3\left(n^2-s^4\right)}}{\left(n-1\right)^3\left(n-s^4\right)} \tag{3-5}$$

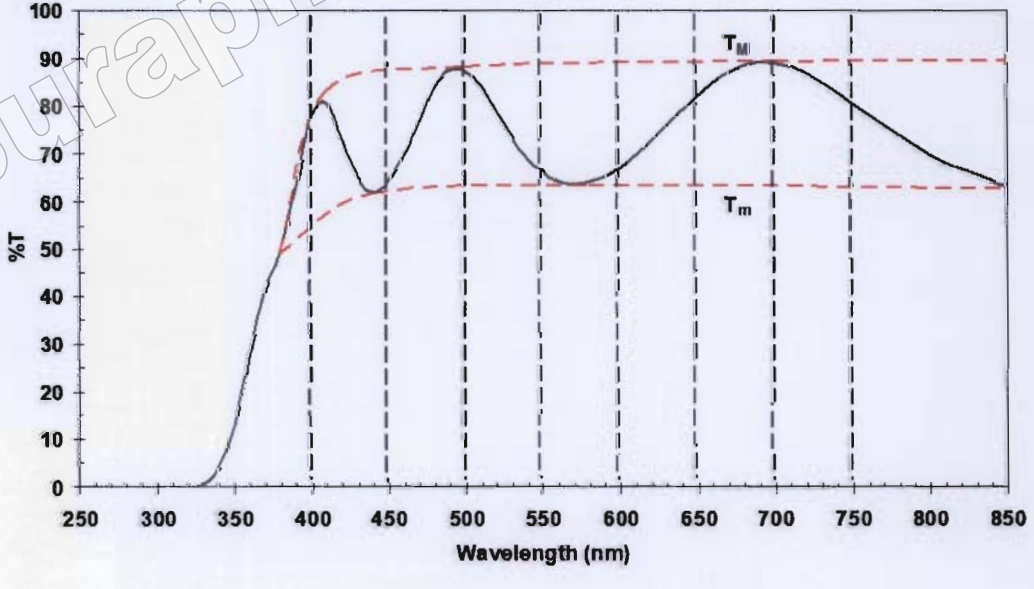
$$F = \frac{8n^2 s}{T_i} \tag{3-6}$$

และ

$$T_i = \frac{2T_M T_m}{T_M + T_m} \tag{3-7}$$

2.1.2.2 แทนค่า α จากสมการที่ 3-4 ในสมการที่ 3-8 จะได้สัมประสิทธิ์การดับสูญ (k) ของแต่ละความยาวคลื่นในช่วงที่สนใจ

$$k = \frac{\alpha\lambda}{4\pi} \tag{3-8}$$



ภาพที่ 3-11 ตัวอย่างซอง (Envelope) และการเลือกค่าการส่งผ่านแสงสำหรับใช้ในการคำนวณหาดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2.2 การหาแถบพลังงาน (E_g)

ค่าแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน ในงานวิจัยนี้สามารถคำนวณจากสมการที่ 3-9

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^m \quad (3\text{-}9)$$

เมื่อ α คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืน

$h\nu$ คือ พลังงานแสง

A คือ ค่าคงที่

E_g คือ ช่องว่างพลังงาน

m คือ ค่าคงที่โดยมีค่าขึ้นกับ Transition Mode ของสารกึ่งตัวนำ โดยที่

m = 1/ 2: Direct Allowed Transition

m = 2: Indirect Allowed Transition

โดยค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (α) หาได้จากสมการที่ 3-10

$$\alpha = -\frac{\ln T}{d} \quad (3\text{-}10)$$

เมื่อ T คือ การส่งผ่านแสง

d คือ ความหนาของฟิล์ม

ทั้งนี้ Chiu et al. (2007) ได้อธิบายว่าฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำแบบ Indirect Allowed Transition และค่าแถบพลังงาน (E_g) มีค่าเท่ากับจุดตัดบนแกน x ของกราฟระหว่าง $(\alpha h\nu)^{1/2}$ กับ $h\nu$

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ แบ่งการทดลองเป็น 3 ส่วนดังนี้

การทดลองที่ 1 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส

วัตถุประสงค์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส แบ่งออกเป็น 2 การทดลองย่อยดังนี้

การทดลองที่ 1.1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนในการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 5 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 5 sccm, 10 sccm และ 15 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 7×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที (ตารางที่ 3-1)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	7×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	5
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	5, 10, 15
เวลาเคลือบ (min)	90

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การทดลองที่ 1.2 การศึกษาผลของความดันรวม

วัตถุประสงค์ เพื่อหาความดันรวมที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าความดันรวมในการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 5 : 15 sccm แปรค่าความดันรวมควบคุมความดันรวมเท่ากับ 3×10^{-3} mbar, 5×10^{-3} mbar, 7×10^{-3} mbar และ 9×10^{-3} mbar ตามลำดับ และใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที (ตารางที่ 3-2)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าความดันรวม

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	3×10^{-3}, 5×10^{-3}, 7×10^{-3}, 9×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	5
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	15
เวลาเคลือบ (min)	90

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การทดลองที่ 2 การเตรียมฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน มีการทดลองดังนี้

การทดลองที่ 2.1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนในการเคลือบเพื่อหาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 5 : 15 sccm แปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 0 sccm, 1 sccm, 2 sccm และ 3 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมให้คงที่เท่ากับ 7×10^{-3} mbar และใช้เวลาเคลือบนาน 90 นาที (ตารางที่ 3-3)

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบเมื่อแปรค่าอัตราไหลแก๊สไนโตรเจน

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไทเทเนียม (99.99%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	7×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	5
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	15
อัตราไหลแก๊สไนโตรเจน (sccm)	0, 1, 2, 3
เวลาเคลือบ (min)	90

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การทดลองที่ 3 การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาอัตราไหลแก๊สไนโตรเจนต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน

การศึกษาสมบัติทางแสง และแถบพลังงานของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจน โดยนำฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนที่เคลือบบนกระจกสไลด์จากการทดลองที่ 2 ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แล้วนำมาคำนวณหาดัชนีหักเห และสัมประสิทธิ์การดับสูญ ด้วยวิธี Envelope ส่วนแถบพลังงานคำนวณจากสเปคตรัมการส่งผ่านแสง จากสมการ $\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^m$ เมื่อ $m = 2$ (Indirect Allowed Transition) (Chiu et al., 2007) โดยค่าแถบพลังงาน (E_g) มีค่าเท่ากับจุดตัดบน แกน x ของกราฟระหว่าง $(\alpha h\nu)^{1/2}$ กับ $h\nu$

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University