



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะจากการสputter ด้วย
เทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

Thickness Measurement of Metal Sputtered Thin Film by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559

มหาวิทยาลัยบูรพา

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะจากการสputter ด้วย
เทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน
**Thickness Measurement of Metal Sputtered Thin Film by
Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique**

นิรันดร์ วิทอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยบูรพา

บทสรุปสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

ข้าพเจ้า ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ได้รับทุนสนับสนุนโครงการวิจัยจากมหาวิทยาลัยบูรพา ประเภทงบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) มหาวิทยาลัยบูรพา ในหัวข้อโครงการวิจัย เรื่อง “การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะจากการสเปกโตรสโกปีด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน” (Thickness Measurement of Metal Sputtered Thin Film by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique) รหัสโครงการ 222738 / สัญญาเลขที่ 91/2559 ได้รับงบประมาณรวมทั้งสิ้น 489,500.00 บาท (สี่แสนแปดหมื่นเก้าพันห้าร้อยบาทถ้วน) ระยะเวลาดำเนินงาน 1 ปี (ระหว่างวันที่ 1 ตุลาคม 2558 ถึง 30 กันยายน 2559)

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางที่มีความหนาระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ซึ่งติดตั้งต่อฟองอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ฟิล์มบางโลหะที่ใช้เป็นตัวอย่างในการศึกษาคือฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ที่เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง โดยโครงสร้างผลึก ความหนาผิว ความหนาโครงสร้างจุลภาค และ องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางที่เตรียมได้ถูกศึกษาด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ GA-XRD, AFM, FE-SEM และ EDS ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้มมันวาว ผิวเนียนเรียบ สะท้อนแสงดี ความหนาของฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีค่าอยู่ในช่วง 50.5 - 284.5 nm โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L_{α} จากชั้นฟิล์มกับความหนาของฟิล์ม สัมพันธ์กันตามสมการ $I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มอิมิตัวของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น ส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับกับความหนาฟิล์ม สัมพันธ์กันตามสมการ $I_d = I_s e^{-\alpha d}$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับที่ยังไม่มีชั้นของฟิล์มบางเคลือบทับ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น ความหนาของฟิล์มบางจากเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้มีความถูกต้องถึง 95% เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค FE-SEM

Output / Outcome

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับนานาชาติ จำนวน 1 บทความ

วิรุฬห์ พรหมมากุล อติศร บุรณวงค์ สุรสิงห์ ไชยคุณ และ นิรันดร์ วิทิตอนันต์ (2559). การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน. ใน การประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ ครั้งที่ 41 (หน้า 344-358). ปทุมธานี: มหาวิทยาลัยวลัยลักษณ์.

2. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับบัณฑิตศึกษา วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นายวิรุฬห์ พรหมมากุล

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การวัดความหนาของฟิล์มบางนาโนด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

Thickness Measurement of Nano Thin Film by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

ข้อเสนอแนะ

1. แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ในงานวิจัยนี้ใช้ฟิล์มที่มีค่าอยู่ในช่วง 50 – 285 nm ในการสร้างและใช้ฟิล์มที่มีความหนาอยู่ในช่วง 70 – 260 nm ในการทดสอบความถูกต้องของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ งานวิจัยต่อไปควรศึกษาถึงช่วงของความหนาฟิล์มที่ใช้ในการสร้างแบบจำลองและทดสอบ เพื่อตรวจสอบว่าความหนาของฟิล์มที่บางที่สุดและหนาที่สุดที่ การวัดความหนาฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานเหมาะสมยังสามารถให้ค่าที่ถูกต้องได้

2. ฟิล์มโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีความเรียบสูงมาก (ค่าความหยาบผิวน้อย) แต่อย่างไรก็ดี การเตรียมฟิล์มจากเทคนิคอื่นอาจให้ความหยาบผิวที่ต่างออกไป ดังนั้นจึงควรศึกษาถึงผลของความเรียบหรือความหยาบผิวของฟิล์มที่มีผลต่อความถูกต้องของค่าที่ได้จากเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

3. ฟิล์มที่ใช้บางบางครั้งอาจเป็นฟิล์มของสารประกอบ (งานวิจัยนี้ใช้ฟิล์มของโลหะเดี่ยว คือ Cr) ดังนั้นจึงควรศึกษามีการศึกษาว่าการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานเหมาะสมกับฟิล์มของสารประกอบหรือไม่

4. ควรมีการขยายผลไปทดลองวัดชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มจริง ซึ่งอาจมีรูปร่างรูปทรงที่ต่างไป เพราะในงานวิจัยนี้ฟิล์มบางที่ใช้ศึกษาเป็นฟิล์มบางที่เคลือบบนวัสดุแผ่นเรียบเท่านั้น

ชื่อโครงการวิจัย: การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะจากการสเปกโตรสโกปีด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

นักวิจัย: ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์
รศ.ดร.สุรสิงห์ ไชยคุณ
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางที่มีความหนาระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ซึ่งติดตั้งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ฟิล์มบางโลหะที่ใช้เป็นตัวอย่างในการศึกษาคือฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ที่เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง โดยโครงสร้างผลึก ความหนาผิว ความหนาโครงสร้างจุลภาค และ องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางที่เตรียมได้ถูกศึกษาด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ GA-XRD, AFM, FE-SEM และ EDS ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้มมันวาวผิวเนียนเรียบ สะท้อนแสงดี ความหนาของฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีค่าอยู่ในช่วง 50.5 - 284.5 nm โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L_{α} จากชั้นฟิล์มกับความหนาของฟิล์ม สัมพันธ์กันตามสมการ $I_d = I_s (1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มอิมิตัวของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น ส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับกับความหนาฟิล์ม สัมพันธ์กันตามสมการ $I_d = I_s e^{-\alpha d}$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับที่ยังไม่มีชั้นของฟิล์มบางเคลือบทับ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น ความหนาของฟิล์มบางจากเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้มีความถูกต้องถึง 95% เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค FE-SEM

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง, สปัตเตอร์ริง, ความหนา, เอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

Research Title: Thickness Measurement of Metal Sputtered Thin Film by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique
Researcher: Asst.Prof.Dr.Nirun Witit-anun
Assoc.Prof.Dr.Surasing Chaikun
Department of Physics, Faculty of Sciences, Burapha University

Abstract

The objective of this research work is to study the thickness measurement of the thin films with the nanometer range in thickness by energy dispersive X-ray spectroscopy technique (EDS), which equips in the scanning electron microscope (SEM). The metal thin films of chromium (Cr) were deposited on glass slides and silicon substrates by sputtering method. The Crystal structure, roughness, thickness, microstructure and chemical composition of the as-deposited thin films were characterized by various techniques, such as GA-XRD, AFM, FE-SEM, and EDS technique, respectively. The results showed that the as-deposited chromium films exhibit bright color of dark gray, smooth surface and highly reflectance. The thickness of the films in this study is in the range of 50.5 - 284.5 nm. The intensity of the characteristic X-ray of Cr L_{α} from films are related to film thickness obeyed the equation as $I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d})$, where I_d is the intensity of the characteristic X-ray from the film thickness d , I_s is the saturation intensity of the characteristic X-ray and α is the linear attenuation coefficient. The intensity of the characteristic X-ray of Si K_{α} from substrates are related to film thickness obeyed the equation as $I_d = I_s e^{-\alpha d}$, where I_d is the intensity of the characteristic X-ray from the film thickness d , I_s is the intensity of the characteristic X-ray from bare Si substrate and α is the linear attenuation coefficient. The thickness of the thin films from the mathematical models in this research work is agreement with the thickness from FE-SEM technique of 95%.

Keywords: Thin film, Sputtering, Thickness, Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

กิตติกรรมประกาศ

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ของโครงการวิจัยเรื่อง “การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะจากการสเปกตรัมด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน” (Thickness Measurement of Metal Sputtered Thin Film by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique) เป็นโครงการวิจัยที่ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2559 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (รหัสโครงการ 222738 / สัญญาเลขที่ 91/2559)

โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยดี โดยความช่วยเหลือจากหลายฝ่าย ซึ่งคณะผู้วิจัยต้องขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้เป็นอย่างสูงได้แก่ มหาวิทยาลัยบูรพาที่ให้การสนับสนุนงบประมาณของโครงการวิจัยนี้ ทำให้คณะผู้วิจัยได้มีโอกาสเริ่มต้นดำเนินการวิจัยและประสบความสำเร็จในที่สุด คณะผู้วิจัยขอขอบคุณบุคลากรและเจ้าหน้าที่ของ งานส่งเสริมการวิจัย มหาวิทยาลัยบูรพา สำหรับความช่วยเหลือในการติดต่อประสานงานตลอดระยะเวลาการดำเนินงาน ท้ายที่สุดขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพาที่สนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการดำเนินการวิจัยด้วยดีตลอดมา

นิรันดร์ วิทิตอนันต์

สุรสิงห์ ไชยคุณ

สารบัญ

	หน้า
บทสรุปสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)	i
บทคัดย่อ	iii
ABSTRACT	iv
กิตติกรรมประกาศ	v
สารบัญ	vi
สารบัญตาราง	viii
สารบัญภาพ	ix
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	4
1.3 ขอบเขตการศึกษา	4
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 फिल्मบางกับการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	5
2.2 ความหนาและการวัดความหนาฟิล์ม	7
2.3 รังสีเอกซ์และการเกิดรังสีเอกซ์	12
2.4 การวัดความหนาโดยเทคนิคทางรังสี	14
2.5 เอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน	18
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	23
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	27
3.1 วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือ	27
3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบสปีดเตอริง	30
3.3 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง	32
3.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง	33
3.5 หลักการและแนวคิดของการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค EDS	35
3.6 แนวทางการทดลอง	38

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 4 ผลและอภิปรายผล	40
4.1 การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	40
4.2 การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	56
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	70
5.1 สรุปผล	70
5.2 ข้อเสนอแนะ	72
เอกสารอ้างอิง	73
ภาคผนวก	76
ภาคผนวก ก ผลผลิตของโครงการ	77
ภาคผนวก ข ประวัตินักวิจัย	96

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัย	39
4.1	ค่าความหนา ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาผิว ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1	42
4.2	ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	47
4.3	ค่าความหนา ความหนาผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2	58
4.4	ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	63
4.5	ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมจากเทคนิค FE-SEM และ จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มบาง	67
4-6	ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมจากเทคนิค FE-SEM และ จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ	69

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	5
2.2	แนวคิดของการวัดความหนาด้วยสไตส์	9
2.3	ไดอะแกรมการวัดความหนาด้วยเทคนิคการแทรกสอดหลายลำแสง	10
2.4	สเปกตรัมของรังสีเอกซ์	13
2.5	การการจับอุปกรณ์การวัดความหนาโดยหลักการแผ่รังสี	14
2.6	การเรียงรังสีเอกซ์จากฟิล์มบางที่ความหนาต่างกัน	15
2.7	ความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีกับความหนาฟิล์ม	16
2.8	องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	18
2.9	การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง	20
2.10	การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ	20
2.11	การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะโดยใช้ลำอิเล็กตรอน	21
2.12	การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ	22
2.13	องค์ประกอบหลักของเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน	22
3.1	ไดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย	28
3.2	เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)	28
3.3	เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) พร้อมระบบ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)	29
3.4	เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)	29
3.5	ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย	30
3.6	ลักษณะและการติดตั้งคาโทด และพลาสมาจากคาโทดของเครื่องเคลือบขณะเคลือบ	31
3.7	ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS	34
3.8	ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและ ความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิค FE-SEM	34
3.9	ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของฟิล์มบาง	37
3.10	ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ	37
4.1	ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	40
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1	41
4.3	ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ	43

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
4.4	ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1 และผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนค่าต่าง ๆ	48
4.5	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV	51
4.6	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV	51
4.7	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV	52
4.8	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV	52
4-9	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV	54
4-10	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV	54
4-11	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV	55
4-12	กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV	55
4-13	ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	56
4-14	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2	57
4-15	ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ	59
4-16	ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2 และผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนค่าต่าง ๆ	64

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ปัจจุบันการปรับปรุงผิววัสดุเพื่อเพิ่มความทนทาน สี สันสวยงาม รวมถึงมีสมบัติอื่น ๆ ตามต้องการสามารถทำได้หลายวิธี แนวทางหนึ่งที่น่าสนใจคือ การเคลือบผิววัสดุด้วยสารเคลือบที่เหมาะสมในลักษณะฟิล์มบาง (Thin Films) ซึ่งหมายถึงชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับตัวรวมกันเป็นของแข็งบาง ๆ ที่ปิดทับอยู่บนผิวหน้าของวัสดุรองรับ ชิ้นงานหรือวัสดุที่ต้องการปรับผิว (Wasa & Hayakawa, 1992) โดยการจำแนกว่าฟิล์มใดเป็นฟิล์มบางหรือฟิล์มหนานั้นอาจพิจารณาได้จากลักษณะการใช้งานฟิล์มนั้น ๆ โดยฟิล์มบางเป็นกลุ่มของฟิล์มที่ใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) เป็นหลัก แต่ถ้าเป็นการใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) เรียกฟิล์มนั้นว่า ฟิล์มหนา (Bunshah, 1994)

ในอดีตการเคลือบผิววัสดุส่วนใหญ่มักใช้การเคลือบด้วยวิธีอิเล็กโทรเพลตติง (Electroplating) เนื่องจากเป็นวิธีเคลือบที่ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อน และสามารถเคลือบชิ้นงานได้จำนวนมากในแต่ละครั้ง แต่การเคลือบวิธีนี้ต้องใช้สารละลายเคมีเป็นจำนวนมากซึ่งมักก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมหลังการเคลือบ จึงมีการพัฒนาการเคลือบแบบใหม่ขึ้นมาทดแทน คือ การเคลือบในสุญญากาศ (Vacuum Deposition) ซึ่งต่อมาได้รับความนิยมและความสนใจจากภาคอุตสาหกรรมและกลุ่มวิจัยต่าง ๆ เพิ่มขึ้นเป็นลำดับ เนื่องจากชั้นเคลือบที่ได้มีคุณภาพสูงกว่าชั้นเคลือบจากวิธีอิเล็กโทรเพลตติง ที่สำคัญการเคลือบวิธีนี้เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในสุญญากาศและไม่ต้องใช้สารละลายเคมี ทำให้ไม่มีสารละลายเคมีทิ้งออกสู่สิ่งแวดล้อมภายหลังการเคลือบ ทำให้การเคลือบในสุญญากาศได้รับการยอมรับจากผู้เกี่ยวข้องว่าเป็นกระบวนการเคลือบที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (Environmental Friendly Processes)

อย่างไรก็ดีการเคลือบในสุญญากาศยังแยกได้เป็นอีกหลายวิธี แต่วิธีที่ได้รับความนิยมจากนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรม คือ การเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition; PVD) เนื่องจากเป็นวิธีเคลือบที่สามารถควบคุมการเกิดของชั้นเคลือบได้อย่างแน่นอนเที่ยงตรง ชั้นเคลือบที่ได้มีการยึดติดดี อีกทั้งยังสามารถเคลือบผิววัสดุได้หลายประเภท ทั้งโลหะ โลหะหรือของผสม (พิเชษฐ ลัมสุวรรณ, 2551) ปัจจุบันภาคอุตสาหกรรมได้มีการนำฟิล์มบางมาใช้ในงานต่าง ๆ หลายลักษณะ ทั้งแบบฟิล์มบางชั้นเดียว (Single Layer) หรือ แบบหลายชั้น (Multi-Layer) รวมถึงอาจเป็นฟิล์มบางของสารชนิดเดียว (Single Element) อัลลอยด์ (Alloys) หรือสารประกอบ (Compound) ซึ่งขึ้นกับวัตถุประสงค์และลักษณะการใช้งานที่ต่างกัน โดยสมบัติของฟิล์มบางส่วนใหญ่ขึ้นกับลักษณะเฉพาะที่สำคัญของฟิล์ม เช่น โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) ขนาดผลึก (Crystallite Size) โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ความหนา (Thickness) ความหยาบผิว (Roughness) ขนาดเกรน (Grain Size) องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Composition) ความหนาแน่น (Density) ความพรุน (Porosity) เป็นต้น

ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มเป็นลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์ม เนื่องจากมีสมบัติหลายอย่างของฟิล์มที่เปลี่ยนแปลงไปตามความหนา เช่น สมบัติการสะท้อนแสง การส่งผ่านแสง สมบัติทางกล หรือสมบัติทางไฟฟ้า ฯลฯ ดังนั้นการเตรียมหรือใช้ฟิล์มบาง ความหนาจึงเป็นตัวแปรสำคัญที่ต้องศึกษาและควบคุมอย่างใกล้ชิด ซึ่ง Berry, Hall and Harris (1968) ให้ความหมายของความหนาฟิล์มว่า หมายถึงระยะวัดตั้งฉากจากผิวหน้าหรือขอบด้านหนึ่งของฟิล์ม ผ่านเนื้อฟิล์มไปยังอีกขอบหนึ่งของฟิล์ม โดยถ้าหากขอบผิวหน้าของฟิล์มไม่เรียบหรือไม่ขนาน ความหนาของฟิล์มที่วัดได้อาจมีความคลาดเคลื่อนสูง อย่างไรก็ตาม ฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่มีผิวหน้าที่ราบเรียบและขนานกันจึงทำให้ไม่มีปัญหานี้ แต่เนื่องจากความหนาของฟิล์มบางจากการเคลือบในสุญญากาศมักอยู่ในระดับนาโนเมตรจึงเป็นการยากที่จะระบุหรือวัดความหนาอย่างตรงไปตรงมา กรณีนี้ Mattox (2010) ได้อธิบายว่าความหนาของฟิล์มบางอาจระบุได้ 3 ลักษณะดังนี้ (1) ความหนาเชิงเรขาคณิต (Geometrical Thickness) (2) ความหนาเชิงมวล (Mass Thickness) และ (3) ความหนาเชิงสมบัติ (Property Thickness) ทั้งนี้จากความสำคัญของความหนาฟิล์มต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์ม ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาวิธีการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคต่าง ๆ เช่น เทคนิคทางแสง เทคนิคเชิงกล และเทคนิคทางรังสี (Piegari & Masetti, 1985) ซึ่งแต่ละเทคนิคก็มีข้อดี-ข้อเสียต่างกันไป โดยปัจจัยในการเลือกใช้เทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางที่เหมาะสมขึ้นกับหลายปัจจัย เช่น ชนิดของฟิล์ม ระดับความหนาของฟิล์ม ลักษณะการใช้งาน ความละเอียดที่ต้องการ ซึ่งปกติแล้วไม่มีเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มวิธีใดที่ดีที่สุด แต่ขึ้นกับการตัดสินใจของผู้ศึกษาเป็นสำคัญ (Pliskin & Zamin, 1970)

สำหรับเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางนั้นสามารถทำได้หลายวิธี ซึ่ง Echertová (1986) ได้แบ่งวิธีการวัดความหนาของฟิล์มเป็น 2 กลุ่มใหญ่ ดังนี้คือ

1. การวัดความหนาระหว่างการเคลือบ (*in situ method*) เป็นการวัดความหนาฟิล์มระหว่างการเคลือบเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการควบคุมความหนาระหว่างการเคลือบฟิล์ม ตัวอย่างการวัดความหนาฟิล์มระหว่างการเคลือบ เช่น Interferometry หรือ Quartz Balance และ Vibrating Quartz Crystal เป็นต้น การวัดความหนาของฟิล์มบางวิธีนี้ถึงจะให้ค่าที่เที่ยงตรงแม่นยำและมีความละเอียดสูง แต่ก็มีข้อเสียที่สำคัญคือ อุปกรณ์และเครื่องมือมีความยุ่งยากซับซ้อนในการใช้งานและมีราคาแพงมาก

2. การวัดความหนาภายหลังการเคลือบ (*ex-situ Method*) เป็นการวัดความหนาฟิล์มที่เคลือบบนชิ้นงานเรียบร้อยแล้ว วิธีนี้ทำให้ทราบเพียงค่าความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้เท่านั้น แต่ไม่สามารถใช้ในการควบคุม ความหนาของฟิล์มที่กำลังเคลือบ ซึ่งเป็นข้อจำกัดที่สำคัญ อย่างไรก็ตามวิธีการวัดความหนาของฟิล์มด้วยวิธีนี้ก็มิข้อยได้เปรียบในด้านราคาของเครื่องมือซึ่งไม่แพงมากนักเมื่อเทียบกับเทคนิคการวัดความหนาระหว่างการเคลือบ นอกจากนี้อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน แต่ให้ผลหรือค่าความหนาของฟิล์มที่เชื่อถือได้ ตัวอย่างการวัดความหนาฟิล์มหลังการเคลือบเช่น Micrometers หรือ Profilometer หรือ X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) และ X-ray Fluorescence Technique (XRF) Atomic Force Microscopy (AFM) หรือ เป็นต้น

จากรายละเอียดข้างต้นสำหรับภาคอุตสาหกรรมที่มีการเคลือบผิวเป็นส่วนหนึ่งของกระบวนการผลิต ในขั้นตอนการควบคุมคุณภาพ (Quality Control) ความหนาของชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางจึงเป็นสิ่งสำคัญ ซึ่งต้องถูกตรวจสอบและควบคุมอย่างละเอียดแม่นยำ โดยเทคนิคหนึ่งที่ยอมรับใช้คือการใช้การวัดความหนาแบบไม่ทำลายด้วยเทคนิคทางรังสี ตัวอย่างเช่น (1) การวัดความหนาหลังการเคลือบแบบต่อเนื่องด้วยไอโซโทปรังสี โดยใช้ไอโซโทปรังสีฉายไปยังชิ้นงานและวางหัววัดรังสีอยู่ฝั่งตรงข้าม ให้ชิ้นงานเคลื่อนที่ผ่านระหว่าง ไอโซโทปรังสีและหัววัดรังสี ถ้าวัดรังสีได้สูงแสดงว่าชั้นเคลือบมีความหนาน้อย ถ้าวัดได้ต่ำแสดงว่าชั้นเคลือบ มีความหนามาก จุดเด่นของวิธีนี้คือ ไม่ต้องหยุดกระบวนการผลิตและไม่ต้องสัมผัสกับชิ้นงาน ทำให้สามารถ ผลิตพร้อมควบคุมความหนาได้อย่างต่อเนื่อง แต่วิธีนี้มักใช้กับชั้นเคลือบที่มีความหนาระดับไมโครเมตร หรือ (2) การวัดความหนาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ วิธีนี้ทำได้โดยการใช้รังสีเอกซ์ต้นที่เป็นโพรบ (Probe) ฉายไปยังชิ้นงาน เพื่อกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะหรือเกิดการเรืองรังสีเอกซ์ออกมาจากชิ้นงาน โดยความหนาของชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางจะแปรตามความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ตรวจวัดได้ แต่วิธีนี้ก็เหมาะสำหรับใช้วัดความหนาในระดับไมโครเมตรเช่นกัน (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, และวีระพงศ์ จิวประดิษฐ์กุล, 2544)

หากพิจารณาชั้นเคลือบหรือฟิล์มที่ได้จากการเคลือบด้วยไอกายภาพที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร การวัดความหนาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์เป็นวิธีที่น่าสนใจ แต่ยังมีข้อจำกัดเนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ใช้ เป็นโพรบ ถ้ามีความเข้มสูงมากอาจทะลุผ่านชั้นฟิล์มลงไปถึงวัสดุรองรับ ทำให้การเรืองรังสีเอกซ์ที่ได้จาก ฟิล์มมีความเข้มน้อยกว่าการเรืองรังสีเอกซ์จากวัสดุรองรับ ซึ่งส่งผลให้ค่าความหนาที่ตรวจวัดได้อาจมีความ คลาดเคลื่อนสูง ดังนั้นการวัดความหนาด้วยเทคนิคนี้จึงไม่เหมาะสำหรับใช้วัดความหนาฟิล์มบางที่มีความ หนาในระดับนาโนเมตร แต่ก็มีข้อดีในประเด็นทำงานง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน อย่างไรก็ตามหากสามารถลด พลังงานของโพรบ (กรณีนี้คือรังสีเอกซ์) ไม่ให้มีความเข้มสูงเกินไปก็อาจนำไปใช้วัดความหนาของฟิล์มใน ระดับนาโนเมตรได้ ทั้งนี้พบว่าการใช้การวิเคราะห์วัสดุด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique; EDS) สามารถปรับใช้เพื่อวัดความหนาฟิล์ม ในระดับนาโนเมตร เนื่องจากอิเล็กตรอนที่เป็นโพรบในการวิเคราะห์วัสดุของเทคนิค EDS นั้นมีระดับ พลังงานที่ไม่สูงจนเกินไป จึงเหมาะสำหรับใช้กระตุ้นสารที่มีปริมาณน้อย (กรณีนี้คือฟิล์มบางโลหะที่มีความ หนาระดับนาโนเมตร) ให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้ ที่สำคัญ EDS เป็นอุปกรณ์ที่มีติดตั้งในเครื่อง SEM ทั่วไปจึงเหมาะในการนำมาประยุกต์ใช้วัดความหนาของฟิล์มระดับนาโนเมตรได้

สำหรับหลักการของเทคนิคเอกซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน อธิบายได้ดังนี้ เมื่อยิง ลำอิเล็กตรอนไปที่ชิ้นงาน อิเล็กตรอนพลังงานสูงจะเคลื่อนที่เข้าชนกับอิเล็กตรอนชั้นในของชิ้นงานตัวอย่าง เช่น ชั้น K หรือชั้น L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอนทำให้มีพลังงานสูงมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจร จนอิเล็กตรอนชั้นในหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิด ที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นของ วงโคจรนั้น อะตอมที่เสียอิเล็กตรอนจะอยู่ในสถานะกระตุ้น (Excited State) จากนั้นอะตอมในสถานะ กระตุ้นจะลดระดับพลังงานลงสู่สถานะพื้น (Ground State) ซึ่งเป็นภาวะปกติ โดยอิเล็กตรอนในวงโคจร

ชั้นถัดออกไปจะลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะเข้ามาแทนที่ในวงโคจรที่ว่าง โดยพลังงานส่วนเกินนี้มีค่าเท่ากับผลต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของธาตุนั้น ๆ และเรียกรังสีเอกซ์ชนิดนี้ว่า รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-Ray) (นิพนธ์ ตังคณานุรักษ์ และ คณิตา ตังคณานุรักษ์, 2547) สำหรับแนวคิดของการใช้เอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในการวัดความหนาฟิล์มจะคล้ายกับการวัดความหนาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ กล่าว คือความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่วัดได้จะสัมพันธ์กับปริมาณอะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์ม ดังนั้นถ้าฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น (อะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์มมากขึ้น) ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่วัดได้จากฟิล์มก็จะเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, และวีระพงศ์ จิวประดิษฐ์กุล, 2544)

รายงานฉบับนี้เป็นผลการศึกษาการวัดความหนาฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน โดยฟิล์มตัวอย่างที่ใช้ศึกษาคือฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ที่มีความหนาระดับนาโนเมตร ซึ่งเตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงโดยให้ความหนาต่าง ๆ แล้วนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วัดความหนาจากเทคนิค FE-SEM สำหรับใช้เป็นค่าอ้างอิง จากนั้นนำฟิล์มตัวอย่างที่ทราบความหนาไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS เพื่อให้ได้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะซึ่งสัมพันธ์กับความหนาของฟิล์มบางตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษา นำข้อมูลข้างต้นมาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ซึ่งเป็นสมการความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะกับความหนาของฟิล์มบางตัวอย่าง สุดท้ายเป็นการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นด้วยฟิล์มบางชุดที่ใช้สำหรับทดสอบ

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อพัฒนาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะที่ได้จากการสปัตเตอร์ ซึ่งมีความหนาระดับนาโนด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน
2. เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ของความหนาระดับนาโนของฟิล์มบางโลหะที่ได้จากการสปัตเตอร์กับเงื่อนไขที่ใช้การวิเคราะห์ด้วยเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

1.3 ขอบเขตการศึกษา

วัตถุประสงค์หลักของงานวิจัยนี้คือ พัฒนาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะที่เตรียมจากเทคนิคสปัตเตอร์ริงซึ่งมีความหนาในระดับนาโน ด้วยเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy; EDS) โดยแปรค่าพลังงานของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการวิเคราะห์กับค่าความหนาของฟิล์ม จากนั้นเปรียบเทียบความหนาของฟิล์มที่ได้จากเทคนิค EDS กับความหนาของฟิล์มที่ได้จากเทคนิค FE-SEM

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

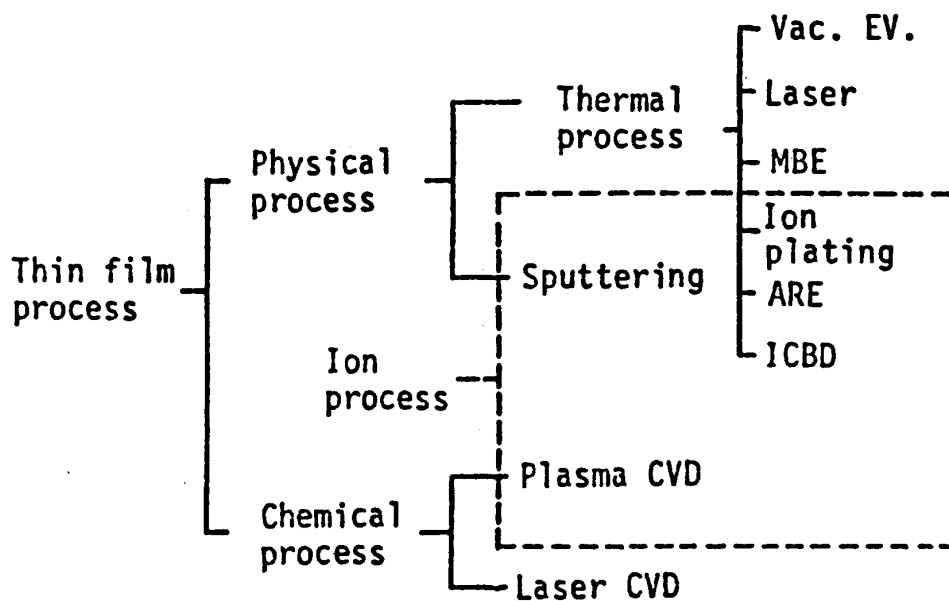
2.1 พิล์มบางกับการเคลือบในสุญญากาศ

ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นหรือกลุ่มของอะตอมที่จับตัวรวมกันบนผิวของวัสดุรองรับ ทั้งนี้ การระบุว่าฟิล์มใดเป็นฟิล์มบางหรือฟิล์มหนา อาจพิจารณาจากลักษณะการใช้งาน โดยถ้าใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) ให้เรียกว่า “ฟิล์มบาง” แต่ถ้าใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) ให้เรียกว่า “ฟิล์มหนา” (Bunshah, 1994)

การเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) ที่เกิดจากการสะสมพอกพูน (Deposition) ของสารเคลือบบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางมาก มีความหนาในระดับนาโนเมตร ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางไปใช้งานต่าง ๆ มากมาย ทั้งนี้การเคลือบฟิล์มในสุญญากาศแบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) (ภาพที่ 2-1) ได้แก่

1. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สและเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New Species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธี plasma CVD และ วิธี laser CVD เป็นต้น

2. การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ (Physical Process) เป็นการเคลือบที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วฟุ้งกระจายหรือวิ่งเข้าไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับ เช่น วิธีระเหยสาร (Evaporation) และ วิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นต้น



ภาพที่ 2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ (Wasa & Hayakawa, 1992)

Wasa and Hayakawa (1992) กล่าวว่า การเคลือบฟิล์มบางด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ เป็นกระบวนการที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วพุ่งกระจายวิ่งไปจับและยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มภายใต้สุญญากาศ แบ่งเป็น 2 วิธี คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร (Evaporation) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ ทำได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะพุ่งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโตเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้า นอกจากนี้ยังมีวิธีอื่น เช่น การให้ความร้อนจากตัวต้านทาน (Resistive Heating) การระเหยแบบวาบแสง (Flash Evaporation) การระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser Evaporation) การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Beam Evaporation) การระเหยด้วยการอาร์ค (Arc Evaporation) การให้ความร้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (Radio Frequency Heating)

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering) เป็นการพอกพูนของชั้นฟิล์มบางของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด กระบวนการสปัตเตอริงเป็นการทำให้อะตอมหลุดจากผิววัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูง ซึ่งมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบ ไอออนที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบวิ่งเข้ากระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบมากกว่าวิธีระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง จะทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีกว่า

โดยพื้นฐานแล้วกระบวนการเคลือบฟิล์มบางมีขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน (Smith, 1995) ดังนี้คือ

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) ทั้งนี้สารเคลือบอาจอยู่ในรูปของ ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส แต่สารเคลือบขณะทำการเคลือบนั้นจำเป็นต้องอยู่ในรูปของไอ ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การสะสมพอกพูน (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ขั้นตอนนี้จะขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับหรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ความสะอาดของผิววัสดุรองรับ ตลอดจนพลังงานที่ใช้ในการเคลือบ

2.2 ความหนาและการวัดความหนาฟิล์ม

ความหนาฟิล์ม หมายถึง ระยะที่วัดตั้งฉากจากจุดใด ๆ บนผิวหน้าของฟิล์มบางหรือขอบด้านหนึ่งของฟิล์ม ผ่านเนื้อฟิล์มไปยังอีกขอบหนึ่งของฟิล์ม ถ้าขอบของผิวหน้าฟิล์มที่ต้องการวัดไม่เรียบหรือไม่ขนาน ความหนาของฟิล์มที่วัดได้อาจมีความคลาดเคลื่อนสูง อย่างไรก็ตามฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่มีผิวหน้าที่ราบเรียบและขนานกันทำให้ไม่มีปัญหาในประเด็นนี้ (Berry, Hall, & Harris, 1968) อย่างไรก็ตามสำหรับความหนาของฟิล์มบางจากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่จะบางมากมีความหนาอยู่ในระดับนาโนเมตรซึ่งทำให้ยากต่อการวัดความหนาฟิล์ม ซึ่ง Mattox (2010) กล่าวว่าความหนาของฟิล์มบางอาจระบุได้จาก 3 ลักษณะดังนี้คือ

1. ความหนาเชิงเรขาคณิต (Geometrical Thickness) วิธีนี้เป็นการวัดความหนาของฟิล์มจากลักษณะทางกายภาพของฟิล์มโดยตรง โดยวัดในหน่วย มิลลิเมตร หรือ นิ้ว หรือ นาโนเมตร หรือ อังสตรอม วิธีนี้ไม่ต้องใช้สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์ม ทั้งองค์ประกอบ ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม แต่จำเป็นต้องระบุผิวหน้าฟิล์ม ลักษณะผิวและรอยต่อของฟิล์มอย่างแม่นยำ ที่สำคัญลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเป็นปัจจัยสำคัญในการวัดความหนา

2. ความหนาโดยมวล (Mass Thickness) วิธีนี้ใช้แนวคิดที่ว่าความหนาของฟิล์มแปรผันตรงกับมวลของสารที่เป็นชั้นฟิล์ม วิธีนี้วัดในหน่วย กรัมต่อตารางเซนติเมตร และสามารถแปลงเป็นความหนาเชิงเรขาคณิตได้ถ้าหากทราบความหนาแน่นของสารเคลือบที่เป็นชั้นฟิล์ม โดยวิธีนี้ไม่จำเป็นต้องทราบองค์ประกอบ ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม รวมถึงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มก็ไม่ปัจจัยสำคัญในการวัดความหนา

3. ความหนาโดยสมบัติของฟิล์ม (Property Thickness) วิธีนี้อาศัยแนวคิดที่คิดว่าสมบัติบางประการของฟิล์มจะเปลี่ยนแปลงไปตามความหนาของฟิล์ม ตัวอย่างของการวัดความหนาดังวิธีนี้ เช่น การวัดโดยการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption) หรือ การเรืองรังสีเอกซ์ หรือ การสะท้อนกลับของอิเล็กตรอน (Electron Backscatter) หรือ การสะท้อนกลับของไอออน (Ion Backscatter) โดยปริมาณต่าง ๆ ที่วัดจากสมบัติของฟิล์มเหล่านี้สามารถแปลงเป็นความหนาเชิงเรขาคณิตได้หากทราบความสัมพันธ์ของความหนาและสมบัติของฟิล์ม ซึ่งปกติต้องสร้างกราฟเปรียบเทียบเพื่อใช้ในการอธิบายความสัมพันธ์ของความหนาและสมบัติฟิล์ม วิธีนี้เกี่ยวข้องกับ สัมพันธ์กับ องค์ประกอบ ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม

ทั้งนี้จากความสำคัญของความหนาของฟิล์มมีผลต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์ม ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคต่าง ๆ ขึ้นเช่น เทคนิคทางแสงเทคนิคเชิงกลเทคนิคทางแม่เหล็กไฟฟ้า และเทคนิคทางรังสี (Piegari & Masetti, 1985) ซึ่งแต่ละเทคนิคมีข้อดี-ข้อเสียต่างกันไป โดยปัจจัยในการเลือกใช้เทคนิคการวัดความหนาที่เหมาะสมนั้นขึ้นกับตัวแปรต่าง ๆ เช่น ชนิดของฟิล์ม ระดับความหนาของฟิล์ม ลักษณะการใช้งาน ความละเอียดที่ต้องการ ปกติแล้วไม่มีเทคนิคการวัดความหนาฟิล์มใดที่ดีที่สุด แต่ขึ้นกับการตัดสินใจของผู้ศึกษาเป็นสำคัญ (Pliskin & Zamin, 1970)

อย่างไรก็ดี Echertová (1986) ได้สรุปและแบ่งการวัดความหนาของฟิล์มบางออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ คือ การวัดระหว่างการเคลือบ (in situ method) และ การวัดภายหลังการเคลือบ (ex-situ Method) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การวัดระหว่างการเคลือบ วิธีนี้เป็นการวัดความหนาของฟิล์มบางระหว่างการเคลือบฟิล์มบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ เป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับฟิล์มบางในกลุ่มที่สมบัติของฟิล์มยวไวต่อเปลี่ยนแปลงตามความหนาฟิล์ม วิธีนี้ใช้การควบคุมความหนาระหว่างการเคลือบฟิล์ม ตัวอย่าง การวัดความหนาฟิล์มระหว่างเคลือบ เช่น Interferometry หรือ Quartz Balance และ Vibrating Quartz Crystal เป็นต้น การวัดความหนาของฟิล์มบางวิธีนี้ถึงจะให้ค่าที่เที่ยงตรงแม่นยำและมีความละเอียดสูง แต่ข้อเสียสำคัญคือ อุปกรณ์และเครื่องมือมีความยุ่งยากซับซ้อนและมีราคาแพงมาก

2. การวัดภายหลังการเคลือบ เป็นการวัดความหนาฟิล์มที่เคลือบแล้ว วิธีนี้ทำให้ทราบเพียงค่าความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้เท่านั้น แต่ไม่สามารถใช้ในการควบคุม ความหนาของฟิล์มที่กำลังเคลือบ ซึ่งเป็นข้อจำกัดที่สำคัญ อย่างไรก็ตามการวัดความหนาของฟิล์มด้วยวิธีนี้ก็มิข้อยได้เปรียบในด้านราคาของเครื่องมือซึ่งไม่แพงมากนักเมื่อเทียบกับเทคนิคการวัดความหนาระหว่างการเคลือบ นอกจากนี้ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน แต่ให้ผลหรือค่าความหนาของฟิล์มที่เชื่อถือได้ ตัวอย่างการวัดความหนาฟิล์มหลังเคลือบเช่น Micrometers หรือ Profilometer หรือ X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) หรือ X-ray Fluorescence Technique (XRF) และ Atomic Force Microscopy (AFM) เป็นต้น

ทั้งนี้ในทางปฏิบัติแล้ว เทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบาง อาจแบ่งเป็นหลายเทคนิคหลายวิธี แต่ละวิธีก็มีข้อดี-ข้อเสีย ที่ต่างกันไป ซึ่ง American Society for Testing and Materials (1997) ได้แบ่งวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางออกเป็น 4 กลุ่มใหญ่ ๆ ได้แก่

1. วิธีวัดความหนาแบบไม่ทำลาย (Nondestructive Methods) เช่น Magnetic Methods, Eddy-Current Methods, X-ray Fluorescence Methods และ Energy Dispersive Spectroscopy Methods

2. วิธีวัดความหนาแบบกึ่งทำลาย (Semi-destructive Methods) เช่น Coulometric Method, Double-beam Method

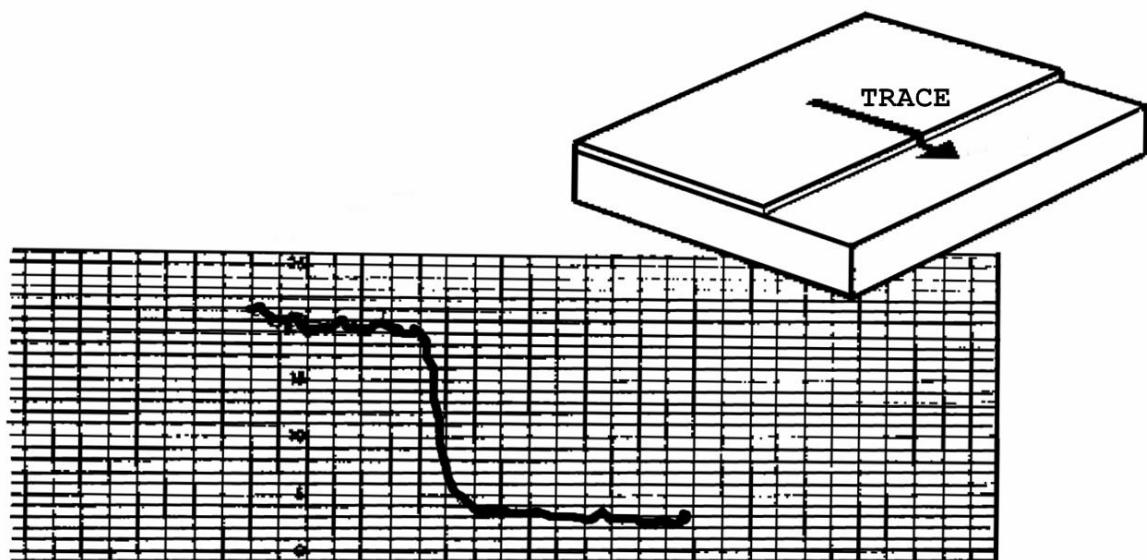
3. วิธีวัดความหนาแบบทำลาย (Destructive Methods) เช่น Microscopical Method, Gravimetric Method

4. วิธีวัดความหนาด้วยวิธีอื่น เช่น Profilometry, Multiple-beam Method, Microscope

Berry, Hall, and Harris (1968) ได้สรุปวิธีวัดความหนาฟิล์มบางแบบวัดหลังการเคลือบของฟิล์มที่เตรียมจากกระบวนการเคลือบในสุญญากาศที่นิยมใช้ในปัจจุบันพบว่า มี 5 วิธีดังนี้คือ

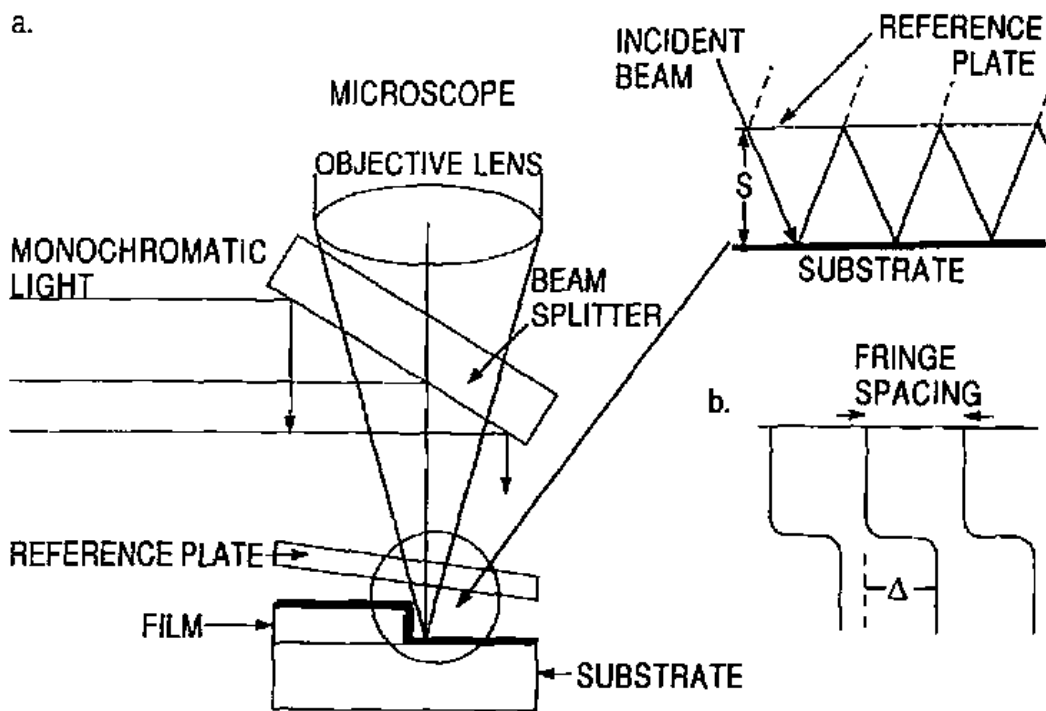
1. การวัดความหนาด้วยวิธีชั่งมวล (Weighing) การวัดความหนาวิธีนี้อาศัยแนวคิดที่ว่าความหนาของฟิล์มจะแปรผันตรงกับมวลของฟิล์มที่เคลือบบนผิววัสดุ วิธีนี้ทำได้โดยชั่งมวลของวัสดุรองรับก่อนและหลังการเคลือบ และผลต่างของมวลก่อนและหลังเคลือบจะมีค่าเท่ากับมวลของฟิล์มบนผิววัสดุ โดยความหนาฟิล์มเป็นไปตามสมการ $d = m / (A \rho)$ เมื่อ d คือความหนาฟิล์ม m คือมวลของฟิล์ม A คือพื้นที่ของฟิล์ม และ ρ คือความหนาแน่นของสารที่เคลือบ โดยมวลต้องมีความคาดเคลื่อนไม่เกิน $\pm 2 \mu\text{g}$ โดยต้องทำหลังจากการวัดโดยเร็วที่สุด เพื่อป้องกันการทำปฏิกิริยากับน้ำและอากาศเป็นผลทำให้มวลของฟิล์มที่ชั่งได้มีค่าไม่ถูกต้อง การวัดความหนาด้วยวิธีนี้เหมาะสำหรับฟิล์มที่ทำการเคลือบสารเพียงชนิดเดียวบนวัสดุรองรับ ความหนาจะได้จากอัตราส่วนของมวลต่อพื้นที่คูณกับความหนาแน่นของสารเคลือบ ดังนั้นความหนาจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของสารแต่ละชนิดด้วยถึงแม้ว่าการวัดจะใช้พื้นที่และชั่งมวลได้เท่ากัน ความหนาที่ได้จะไม่เท่ากันเพราะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นหรือชนิดของสารเคลือบด้วย

2. การวัดความหนาด้วยสไตลัส (Stylus) เป็นการวัดด้วยอาศัยการเคลื่อนที่ของสไตลัสผ่านฟิล์มกับวัสดุรองรับที่เป็นขั้นบันได (Step) การวัดเริ่มจากเลื่อนหัวของสไตลัสที่ทำมาจากเพชร ในแนวตั้งลงมาติดกับชิ้นงาน จากนั้นจึงเลื่อนหัววัดไปตามแนวราบด้วยแรงคงที่ค่าหนึ่ง จากนั้นนำค่าแรงที่ได้จากการเลื่อนหัวของสไตลัส ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปเมื่อถึงขอบของฟิล์มและวัสดุรองรับไปแปลงเป็นสัญญาณลากเส้นกราฟบนกระดาษ จะได้ความสูงของขั้นบันได ฟิล์มซึ่งเป็นความหนาของฟิล์มนั่นเอง (ภาพที่ 2-2)



ภาพที่ 2-2 แนวคิดของการวัดความหนาด้วยสไตลัส (Pliskin & Zamin, 1970)

3. การวัดความหนาด้วยการแทรกสอดหลายลำแสง (Multiple Beam Interferometry) วิธีนี้อาศัยหลักการสะท้อนแสงหลายครั้งระหว่างผิวหน้าของฟิล์มและวัสดุรองรับ ความเข้มที่ได้จากการสะท้อนตัวเครื่องจะนำไปสร้างขอบที่เป็นไปได้ ได้ความแตกต่างของขอบทำให้ได้ความหนาของฟิล์มออกมา ส่วนขั้นตอนที่ทำให้เกิดระยะขอบ คือ ชั้นชั้นใดระหว่างผิวหน้าฟิล์มกับวัสดุรองรับ โดยผิวหน้าฟิล์มต้องถูกเคลือบด้วยฟิล์มสะท้อนแสงสูงอีกชั้นส่วนใหญ่ชั้นฟิล์มเงินเป็นตัวสะท้อนแสง แล้วนำมาวางเหนือชั้นงาน โดยมีมุมเอียงเล็กน้อยกับชั้นงาน ใช้ลำแสงเดียวฉายไปที่ชั้นงานขอบของฟิล์มก็จะแสดงให้เห็นเมื่อส่องดูด้วยกล้องจุลทรรศน์ ระยะระหว่างขอบและชั้นชั้นใดจะถูกวัดและคำนวณออกมาอยู่ในรูปความหนาของฟิล์มได้ ปัจจัยที่มีผลต่อการวัดด้วยวิธีนี้คือ ฟิล์มที่นำมาวัดต้องมีขอบของชั้นชั้นใดที่ชัดเจนและการสะท้อนสูง บนพื้นที่ขนาดเล็ก มีการดูดซับต่ำ วัสดุรองรับและฟิล์มต้องมีความเรียบและสม่ำเสมอที่ใช้ในการวัดคือ 1° - 3° แสงที่นำมาใช้ในการวัดต้องเป็นแสงเดี่ยวที่สะท้อนได้ดี (ภาพที่ 2-3)



ภาพที่ 2-3 ไดอะแกรมการวัดความหนาด้วยเทคนิคการแทรกสอดหลายลำแสง (Ohring, 2002)

4. การวัดความหนาด้วยเทคนิคการสะท้อนกลับของอนุภาคอัลฟา (Beta Particle Back-Scattering) เกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิถ่ายโอนพลังงานแก่อะตอมของตัวอย่าง เมื่ออิเล็กตรอนได้รับพลังงานสูงกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอะตอม อิเล็กตรอนก็จะหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron, SE) สัญญาณนี้มีความสำคัญต่อการศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง โดยโอกาสการเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิและอิเล็กตรอนกระเจิงกลับขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุ ถ้าเลขอะตอมสูงขึ้นเราสามารถบ่อนุภาคที่กระเจิงจากฟิล์มแล้วแปรค่าเป็นความหนาของฟิล์มได้ โดยสามารถวัดได้ทั้งฟิล์มชั้นเดียวและหลายชั้น ทั้งนี้โอกาสการเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิขึ้นกับความลึกที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิสามารถเคลื่อนผ่านไปในตัวอย่าง ซึ่งถ้าความลึกของอิเล็กตรอนปฐมภูมิมากโอกาสเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิก็จะน้อยลงนั่นหมายถึง สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่หลุดออกมาจากตัวอย่างส่วนใหญ่จะออกมาจากบริเวณผิวของตัวอย่าง ทั้งนี้อธิบายได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิเป็นอิเล็กตรอนที่มีพลังงานต่ำ ดังนั้นเมื่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิลงไปกระตุ้นอะตอมของตัวอย่างในบริเวณลึกจากผิวตัวอย่าง โอกาสที่อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะหลุดออกมาจากชั้นความลึกนั้นมีน้อยเพราะสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกดูดกลืนโดยอะตอมบนผิวก่อนที่จะเล็ดลอดออกมา

5. การวัดความหนาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray Fluorescence) เกิดจากรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มถูกกระตุ้นโดยรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ ความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิสัมพันธ์กับความหนาของฟิล์ม รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิทำอันตรกิริยากับอะตอมบริเวณชั้นโคจรของอิเล็กตรอนของอะตอม ถ้าอิเล็กตรอนชั้นใดได้รับพลังงานสูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนชั้นนั้นจะหลุดออก ทำให้เกิดช่องว่าง อิเล็กตรอนในวงโคจรถัดไปก็จะเข้ามาแทนที่ โดยลดพลังงานลงด้วยการคายพลังงานในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เช่น อิเล็กตรอนปฐมภูมิทำอันตรกิริยากับวงโคจรชั้น K แล้วอิเล็กตรอนในชั้น L ก็เข้ามาแทนที่พร้อมทั้งคายพลังงาน พลังงานที่ปล่อยมาเป็นพลังงานเฉพาะระดับชั้นของอิเล็กตรอน จึงเรียกคลื่นแม่เหล็กชนิดนี้ว่า รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ เนื่องจากระดับพลังงานในชั้นโคจรของอิเล็กตรอนสำหรับแต่ละธาตุนั้นมีค่าไม่เท่ากันจึงสามารถนำความแตกต่างของระดับพลังงานเป็นตัวจำแนกชนิดของธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างซึ่งเป็นการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และนอกจากนั้นความเข้มของรังสีเอกซ์บอกถึงปริมาณของธาตุในเนื้อตัวอย่างได้อีกด้วย ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ ข้อดีของการใช้เทคนิคการวัดด้วยวิธีนี้คือ ไม่ต้องเตรียมฟิล์ม เป็นการวัดแบบไม่ทำลายชิ้นงาน การวัดธาตุเชิงปริมาณและคุณภาพเป็นอิสระต่อกัน ค่าคงที่สำหรับมวลต่อพื้นที่ สามารถวัดได้โดยไม่ต้องนำไปเทียบกับค่ามาตรฐาน สำหรับข้อจำกัดของการใช้เทคนิคนี้คือเครื่องมือมีราคาแพง และระดับพลังงานที่ใช้เหมาะสำหรับการวัดฟิล์มบาง ถ้าฟิล์มมีความหนามากจะได้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะคงที่

2.3 รังสีเอกซ์และการเกิดรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์ ถูกพบครั้งแรก ในปี ค.ศ.1895 โดย Wilhelm Conrad Roentgen นักฟิสิกส์ชาวเยอรมัน ปัจจุบันพบว่ารังสีเอกซ์มีสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีช่วงความยาวคลื่นสั้น (0.1-10.0 nm) ไม่เบี่ยงเบนในสนามแม่เหล็กหรือสนามไฟฟ้าและมีอำนาจในการทะลุทะลวงสูง รังสีเอกซ์อาจเกิดจากการเร่งอนุภาคอิเล็กตรอนให้วิ่งไปชนอะตอมของโลหะ เมื่ออิเล็กตรอนถูกทำให้หยุดอย่างกะทันหันจะคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ นอกจากนี้ยังรังสีเอกซ์ยังอาจเกิดจากการเปลี่ยนชั้น (Transition) อิเล็กตรอนวงใน (Inner Orbits) ของอะตอมแล้วมีการปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ และเมื่อฉายรังสีเอกซ์ไปยังสสาร พบว่าอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น การแผ่รังสี การดูดกลืน การกระเจิงและการเลี้ยวเบน ทั้งนี้รังสีเอกซ์สามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ รังสีเอกซ์แบบต่อเนื่อง (Continuous X-ray) และรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-ray) สรุปได้ดังนี้

1. รังสีเอกซ์แบบต่อเนื่อง เป็นรังสีเอกซ์ที่มีการกระจายพลังงานอย่างต่อเนื่องโดยความเข้มรังสีเอกซ์จะเพิ่มขึ้นตามเลขอะตอมของเป้าแอโนดในหลอดรังสีเอกซ์ ภาพที่ 2-4(a) เป็นสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องจากเป้าทั้งสแตนที่เปลี่ยนแปลงตามความต่างศักย์ พบว่าความยาวคลื่นต่ำสุด λ_{\min} ของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับความต่างศักย์ที่ใช้ แต่ไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าแอโนดดังแสดงในภาพที่ 2-4(b) โดยความสัมพันธ์ของ λ_{\min} และความต่างศักย์ระหว่างขั้วแอโนดและแคโทด เป็นไปตามสมการ

$$\lambda_{\min} (\text{Å}) = \frac{12.4}{V(\text{kV})} \quad \text{..... (2.1)}$$

จากทฤษฎีแม่เหล็กไฟฟ้าของแมกซ์เวลล์ เมื่ออนุภาคที่มีประจุเคลื่อนที่ด้วยความเร่งหรือความหน่วงจะปล่อยพลังงานออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีหลายความถี่ ในหลอดรังสีเอกซ์เมื่ออิเล็กตรอนถูกเร่งและวิ่งไปชนเป้าแอโนด อิเล็กตรอนจะถูกหน่วงลงอย่างรวดเร็วและปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านของรังสีเอกซ์ออกมา ที่มีความยาวคลื่น λ ตามสมการ

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad \text{..... (2.2)}$$

เมื่อ E คือพลังงานโฟตอน

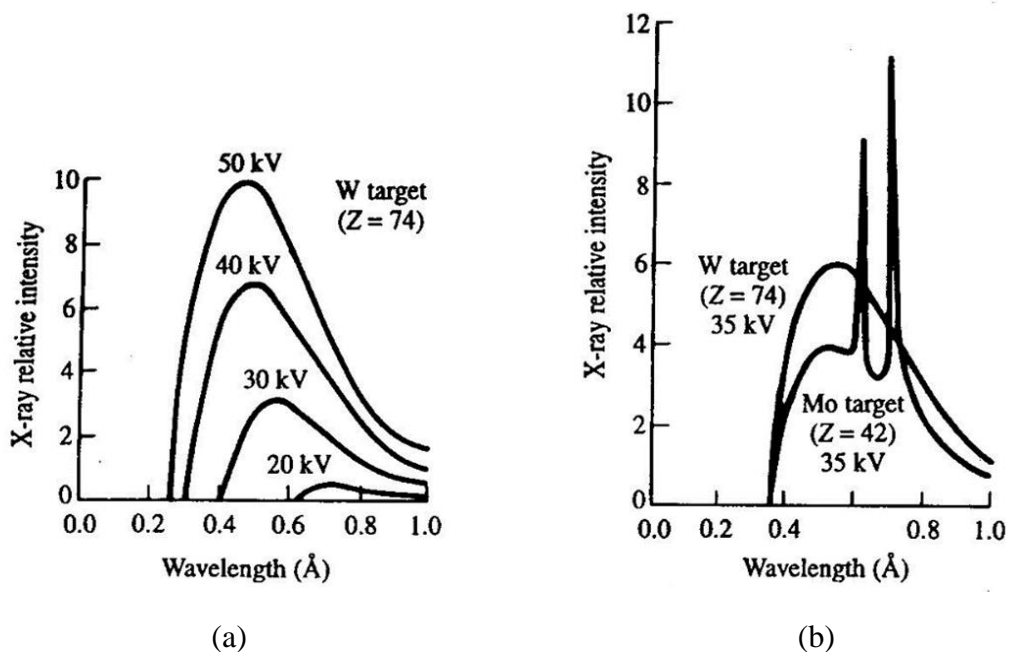
h คือค่าคงที่ของพลังค์ = 6.62×10^{-34} J·s

c คือความเร็วแสงในสุญญากาศ $\approx 3.0 \times 10^8$ m/s

2. รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ พิจารณารังสีเอกซ์จากเป้าโมลิบดีนัม ในภาพที่ 2-4(b) พบว่านอกจากจะมีสเปกตรัมแบบต่อเนื่องแล้วยังมีสเปกตรัมแบบเส้น (Line Spectrum) ที่มีลักษณะเป็นยอดแหลมของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะซ้อนทับอยู่บนสเปกตรัมของรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่อง รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเกิดจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมที่ถูกกระตุ้น เนื่องจากรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าพลังงานที่แน่นอนตามชนิดของธาตุ ทำให้สามารถนำรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะไปใช้วิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ได้ โดยระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมเป็นสถานะทางควอนตัม โดยแต่ละระดับพลังงานจะถูกกำหนดด้วยเลขควอนตัม n, l, j และการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนจะเป็นไปตามกฎการคัดเลือก (Selection Rule)

$$\begin{aligned} \Delta l &= \pm 1 \\ \Delta j &= 0, \pm 1 \end{aligned} \quad \dots\dots (2.3)$$

กรณี K-series เมื่ออิเล็กตรอนในชั้น K ได้รับพลังงานที่มากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน (ซึ่งอาจมาจากลำอิเล็กตรอน หรือ รังสีเอกซ์ก็ได้) แล้วทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอม อิเล็กตรอนในชั้นถัดไปเช่น L, M, N, ... จะลงมาแทนที่โดยขณะที่เปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอนอะตอมก็จะปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา และเรียกรังสีเอกซ์นี้ว่า K X-rays และเช่นเดียวกันสำหรับกรณี L-series จะเป็นการแทนที่อิเล็กตรอนในชั้น L ที่หายไป ด้วยอิเล็กตรอนจากชั้น M, N, ... และให้รังสีเอกซ์ที่เรียกว่า L X-rays ออกมาเป็นต้น



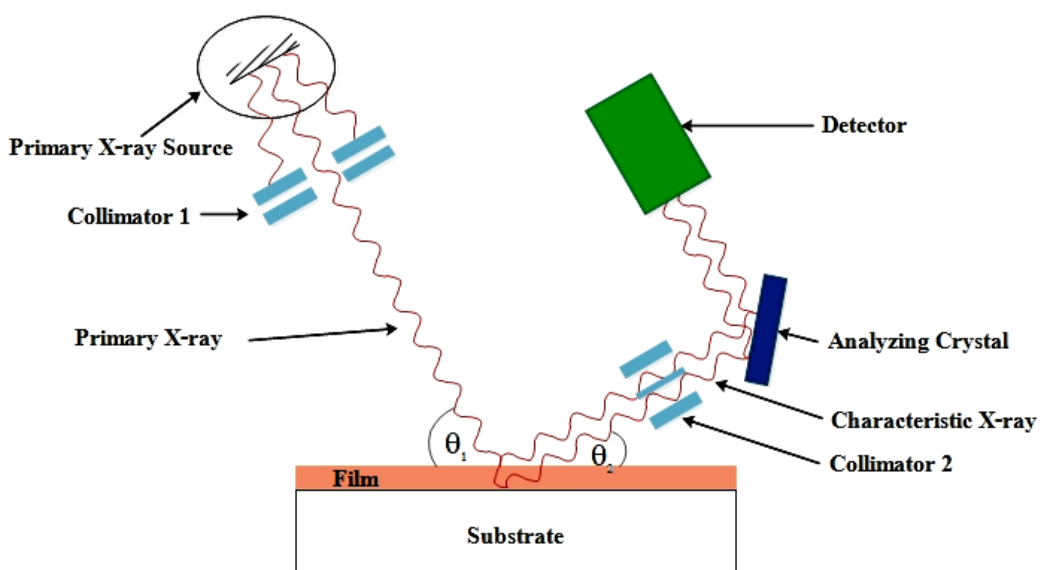
ภาพที่ 2-4 สเปกตรัมของรังสีเอกซ์ (นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, 2542)

- (a) สเปกตรัมแบบต่อเนื่องของเป้าทั้งสแตน ที่เปลี่ยนแปลงตามความต่างศักย์
- (b) สเปกตรัมเฉพาะธาตุของเป้าโมลิบดีนัม ที่ซ้อนอยู่บนสเปกตรัมต่อเนื่อง

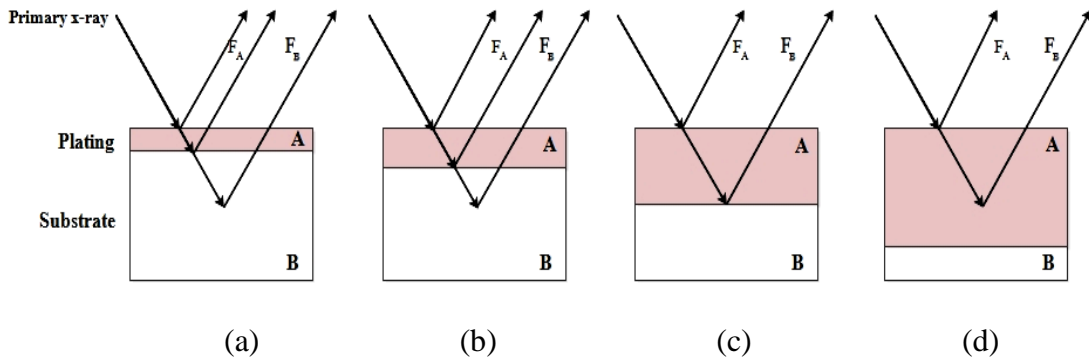
2.4 การวัดความหนาโดยเทคนิคทางรังสี

การวัดความหนาฟิล์มอาจทำได้ทั้งทางตรงคือใช้เครื่องมือวัดความหนาของฟิล์มโดยตรงหรือโดยอ้อมผ่านสมบัติของฟิล์มที่สัมพันธ์กับความหนา การวัดความหนาโดยเทคนิคทางรังสีเป็นการวัดทางอ้อม โดยพิจารณาความเข้มของรังสีที่แปรไปตามความหนาฟิล์ม ซึ่งทำได้โดย (1) การวัดความเข้มรังสีที่กระเจิงหรือแผ่จากวัสดุรองรับ โดยความเข้มของรังสีที่วัดได้จะลดลงตามความหนาฟิล์ม และ (2) การวัดความเข้มรังสีที่เลี้ยวเบนหรือแผ่จากฟิล์ม ซึ่งความเข้มรังสีที่วัดได้จะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม จากหลักการพื้นฐานนี้สามารถแบ่งการวัดความหนาฟิล์มเป็น 3 วิธีคือ การวัดความหนาโดยหลักการเลี้ยวเบนรังสี การวัดความหนาโดยหลักการแผ่รังสี และการวัดความหนาโดยหลักการส่งผ่านรังสี (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2542)

สำหรับแนวคิดเกี่ยวกับการวัดความหนาของฟิล์มโดยหลักการแผ่รังสี อธิบายได้ดังนี้ถ้าให้พลังงานที่มากพอแก่ชิ้นงานที่ต้องการวัดความหนา ซึ่งอาจเป็นอิเล็กทรอนิกส์หรือ รังสีเอกซ์ปฐมภูมินั้นจะกระตุ้นให้ธาตุที่อยู่ในฟิล์มบางและวัสดุรองรับแผ่รังสีทุติยภูมิ ที่เรียกว่า การเรืองรังสีเอกซ์ออกมา ถ้าการแผ่รังสีเอกซ์นี้เกิดที่วัสดุรองรับความเข้มรังสีที่วัดได้จะลดลงตามความหนาฟิล์ม ทำนองเดียวกันถ้าเกิดจากฟิล์มความเข้มรังสีที่วัดได้ก็จะเพิ่มตามความหนาฟิล์ม ภาพที่ 2-5 แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับใช้ในการวัดความหนาของเทคนิคนี้ จากรูปรังสีเอกซ์ปฐมภูมิจากหลอดรังสีเอกซ์จะผ่านคอลลิเมเตอร์ที่หนึ่งซึ่งทำหน้าที่จำกัดความกว้างของลำรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ใช้เพื่อให้ตกกระทบชิ้นงานในมุม θ_1 พลังงานของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิจะไปกระตุ้นธาตุที่เป็นส่วนประกอบของฟิล์มบางและวัสดุรองรับ ให้ปล่อยรังสีเอกซ์ทุติยภูมิลักษณะการเรืองรังสีเอกซ์ออกมาในทุกทิศทาง รังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่ออกมานี้จะผ่านคอลลิเมเตอร์ที่สองในมุม θ_2 ไปตกบนผลึกวิเคราะห์ (Analyzing Crystal) ซึ่งถูกจัดวางไว้สำหรับสะท้อนเฉพาะรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่มีความยาวคลื่นตามต้องการให้เข้าสู่ตัวตรวจวัด ความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้นอกจากเปลี่ยนแปลงตามความหนาของฟิล์มแล้ว ยังขึ้นกับการจัดวางเครื่องมือ (Geometry of Apparatus) และสมบัติของฟิล์มนั้น ๆ ด้วย



ภาพที่ 2-5 การจัดอุปกรณ์การวัดความหนาโดยหลักการแผ่รังสี



ภาพที่ 2-6 การเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มบางที่มีความหนาต่างกัน (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2542)

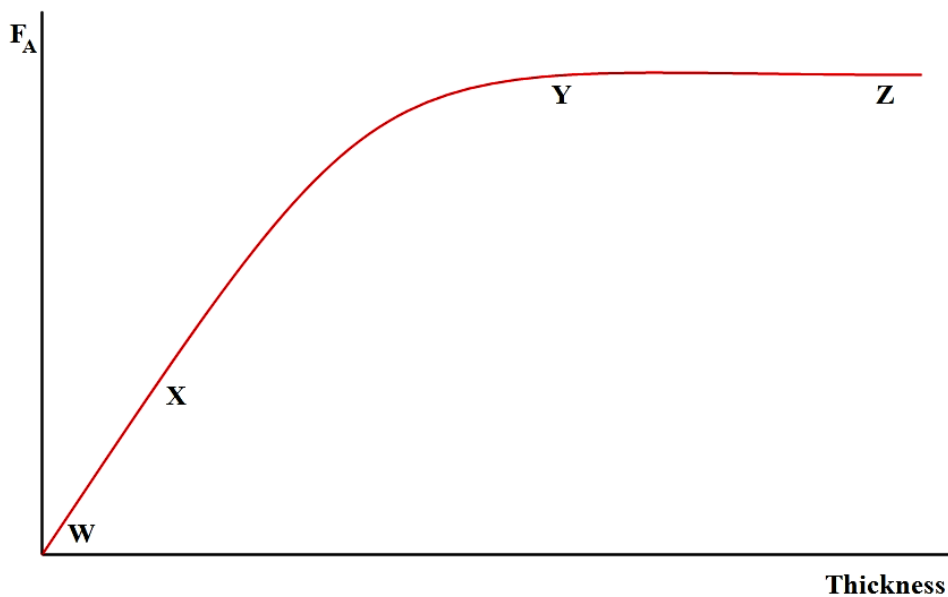
หากพิจารณาการเรืองรังสีเอกซ์ของฟิล์ม A ที่เป็นธาตุบริสุทธิ์ชั้นเดียวซึ่งเคลือบอยู่บนวัสดุรองรับ B ที่มีความหนาต่างกัน ด้วยรังสีเอกซ์ปฐมภูมิพลังงานเดี่ยว (Mono Energetic) แสดงได้ดังภาพที่ 2-6 จะเห็นว่าในภาพที่ 2-6 (a) และ 2-6 (b) รังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ใช้จะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปยังวัสดุรองรับแล้วทำให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ทุติยภูมิทั้งจากฟิล์มและวัสดุรองรับ (F_A และ F_B ตามลำดับ) ถ้าพิจารณาเฉพาะความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์ม A จะพบว่าค่าที่ตรวจวัดได้ในภาพที่ 2-6(b) จะมีค่ามากกว่าในภาพที่ 2-6(a) เนื่องจากฟิล์มในภาพที่ 2-6(b) มีความหนากว่าฟิล์มในภาพที่ 2-6(a) ดังนั้นถ้าความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น ความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์มที่วัดได้ก็จะเพิ่มขึ้นตามไปด้วยจนถึงค่าหนึ่ง (รูปที่ 2-6(c)) พบว่ารังสีเอกซ์ปฐมภูมิไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มลงไปได้อีก ทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าคงที่เรียกว่าความเข้มอิ่มตัว (Saturated Intensity) และเรียกความหนาที่ว่า ความหนาวิกฤต (Critical Thickness) ซึ่งถ้าฟิล์มที่ต้องการวัดมีความหนามากกว่าความหนาวิกฤต (รูปที่ 2-6(d)) พบว่าค่าความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้จะไม่เพิ่มสูงไปมากกว่าความเข้มที่วัดได้ขณะที่ฟิล์มมีความหนาเท่าความหนาวิกฤต เนื่องจากอิเล็กตรอนไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางไปได้มากกว่านี้

หากนำความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้จากชิ้นงาน มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิกับความหนาฟิล์มที่ทราบค่าจะได้กราฟดังภาพที่ 2-7 ซึ่งแบ่งได้เป็น 3 ช่วง คือ (1) บริเวณเชิงเส้น (Linear Region) (2) บริเวณเอกซ์โพเนนเชียล (Exponential Region) และ (3) บริเวณคงที่ (Flat Region) ดังนี้

1. บริเวณเชิงเส้น (บริเวณ WX ภาพที่ 2-7) ช่วงนี้เป็นช่วงสั้นๆ และเนื่องจากความหนาของฟิล์มช่วงนี้น้อยมากจนอาจกล่าวได้ว่าไม่มีผลจากเมทริกซ์ (Matrix Effects) ทำให้ความสัมพันธ์ของความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความหนาฟิล์มมีลักษณะเป็นเชิงเส้น

2. บริเวณเอกซ์โพเนนเชียล (บริเวณ XY ในภาพที่ 2-7) ช่วงนี้ผลการดูดกลืนเนื่องจากธาตุในฟิล์มเริ่มมีความสำคัญ ดังนั้นถึงแม้ว่าความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิจะยังคงมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม แต่จะเห็นได้ว่าเป็นไปในลักษณะที่อัตราการเพิ่มค่อย ๆ ลดลง ความชันกราฟในช่วงนี้จึงเพิ่มอย่างช้า ๆ ทำให้กราฟมีลักษณะโค้งลง

3. บริเวณคงที่ (บริเวณ YZ ในภาพที่ 2-7) ช่วงนี้จะเกิดขึ้นเมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นจนมีค่าเท่ากับความหนาวิกฤติของฟิล์มนั้น ทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้มีค่าคงที่แม้ว่าความหนาของฟิล์มจะเพิ่มมากขึ้นก็ตาม



ภาพที่ 2-7 ความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิกับความหนาฟิล์ม (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2542)

การวัดความหนาด้วยหลักการแผ่รังสีแบ่งเป็น 3 กรณีคือ (นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, 2542)

1. กรณีการแผ่รังสีจากวัสดุรองรับ เมื่อรังสีตกกระทบฟิล์มและวัสดุรองรับ รังสีบางส่วนจะถูกดูดกลืนโดยชั้นฟิล์มและบางส่วนทะลุผ่านถึงชั้นของวัสดุรองรับ แล้วกระดอนธาตุในวัสดุรองรับทำให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและแผ่รังสีนั้นผ่านชั้นของฟิล์มกลับออกมา ตามสมการ

$$I_d = I_s e^{-\alpha d} \quad \dots\dots (2.4)$$

เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่หนา d

d คือ ความหนาของฟิล์มบาง

I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับเมื่อไม่มีชั้นฟิล์ม

α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น

2. กรณีการแผ่รังสีจากฟิล์ม พิจารณารังสีเอกซ์ความเข้ม I_0 กระทบฟิล์มซึ่งหนา d แล้ว ไปกระตุ้นให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความเข้ม I_d แผ่รังสีกลับออกมา โดยค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่แผ่กลับออกมามีค่าตามสมการ

$$I_d = I_s (1 - e^{-\alpha d}) \quad \dots\dots (2.5)$$

เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่หนา d

d คือ ความหนาของฟิล์มบาง

I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะอิมิตัวของชั้นฟิล์ม

α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น

3. กรณีการแผ่รังสีจากวัสดุรองรับและฟิล์ม เป็นการวัดความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่แผ่ออกมาจากวัสดุรองรับและฟิล์ม ตามสมการ

$$\ln \left[\frac{(I - I_s)}{(I_0 - I_s)} \right] = -\alpha d \quad \dots\dots (2.6)$$

เมื่อ I คือ ความเข้มรังสีรวมจากชิ้นงาน

I_0 คือ ความเข้มรังสีที่ฉายไปยังชิ้นงาน

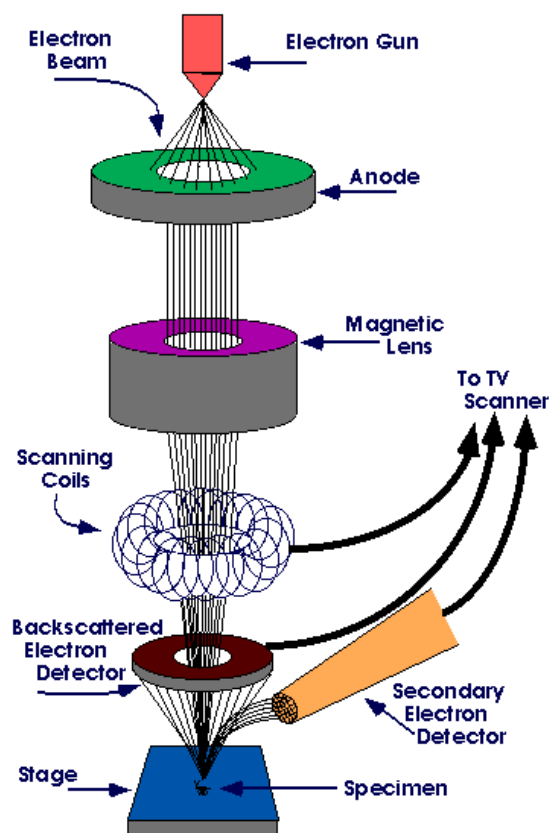
I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับ

d คือ ความหนาของฟิล์มบาง

α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น

2.5 เอกซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

เทคนิคเอกซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน หรือ EDS เป็นอุปกรณ์ที่ติดตั้งเพิ่มเติมอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) เพื่อเก็บสัญญาณรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ทำให้ง่ายและสะดวกในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุไปพร้อมกัน ปกติกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด มักใช้ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของวัสดุหรือฟิล์มบาง วีรศักดิ์ อุตมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานไว้ดังนี้ สัญญาณภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron detector; SE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron detector; BSE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 2-8 โดยอิเล็กตรอนทุติยภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงปรับค่าได้จากนั้นจึงถูกดึงลงด้านล่างโดยแผ่นแอโนดภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} torr โดยมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์วัตถุ ทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิให้โฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิวตัวอย่าง มีขนาดในช่วง 5 - 200 nm โดยมีชุดควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวชิ้นงานตัวอย่าง



ภาพที่ 2-8 องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

เมื่ออิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุในตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ความลึกต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (Electron Signal) ต่าง ๆ ออกมาดังนี้ (ภาพที่ 2-9 และภาพที่ 2-10) (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) เป็นส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรของอะตอม หลังจากดูดกลืนพลังงานจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิ มีพลังงานต่ำและเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมค่อนข้างต่ำ

2. อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electrons) เป็นอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานบางส่วนให้กับอะตอมและกระเจิงกลับออกมา มีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

3. อิเล็กตรอนทะลุผ่าน (Transmitted Electron) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่เหลือจากการดูดกลืนพลังงานของชิ้นตัวอย่าง ปริมาณของอิเล็กตรอนจะขึ้นอยู่กับความหนา ความหนาแน่นและภาคตัดขวางการดูดกลืนพลังงานของธาตุดังประกอบในชิ้นตัวอย่าง

4. อิเล็กตรอนที่ถูกดูดกลืน (Absorbed Electrons) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นตัวอย่างหมด พลังงานที่สูญเสียจะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนซึ่งทำให้ตัวอย่างใหม่ได้

5. รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาหลังจากอันตรกิริยาระหว่างอะตอมบนชิ้นตัวอย่างกับอิเล็กตรอนพลังงานสูง แบ่งเป็น 2 ชนิด

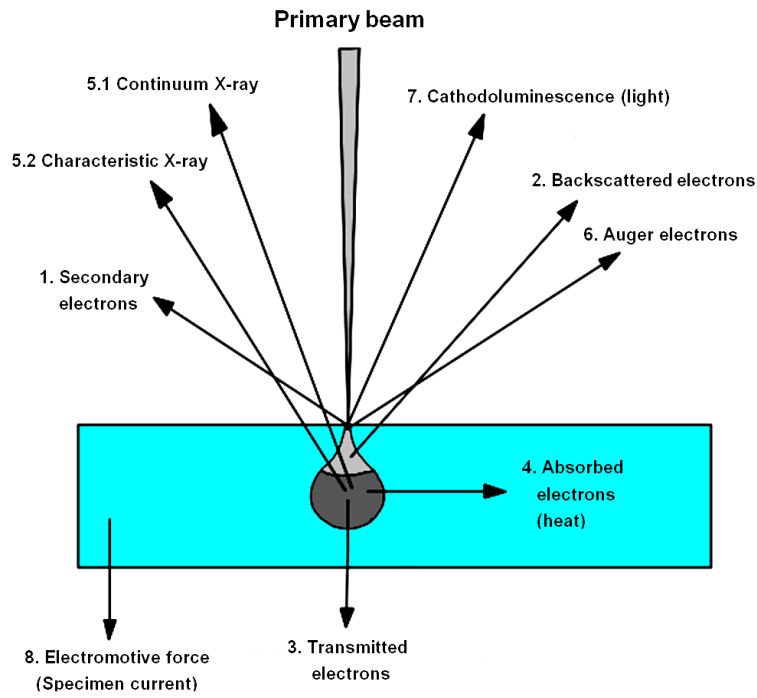
5.1 รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuum X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นกระจายเป็นช่วงกว้าง (Broad Spectrum) เกิดจากการที่อิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสูงบริเวณสนามไฟฟ้าที่มีความหนาแน่นสูงระหว่างนิวเคลียสกับวงโคจรชั้นในของอะตอม มีผลจึงทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงสูญเสียพลังงานและปลดปล่อยพลังงานในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทันที

5.2 รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-rays) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นเฉพาะอะตอมของธาตุที่ถูกกระตุ้น เกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงชนกับอิเล็กตรอนในชั้น K L หรือ M แล้วอิเล็กตรอนของชั้นใดชั้นหนึ่งหลุดออก อิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะเข้าแทนที่โดยลดพลังงานด้วยการปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าออกมา คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปล่อยออกมาจึงมีความยาวคลื่นเฉพาะระดับพลังงานของอะตอมของธาตุนั้น ๆ สามารถใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุในเชิงปริมาณและคุณภาพได้

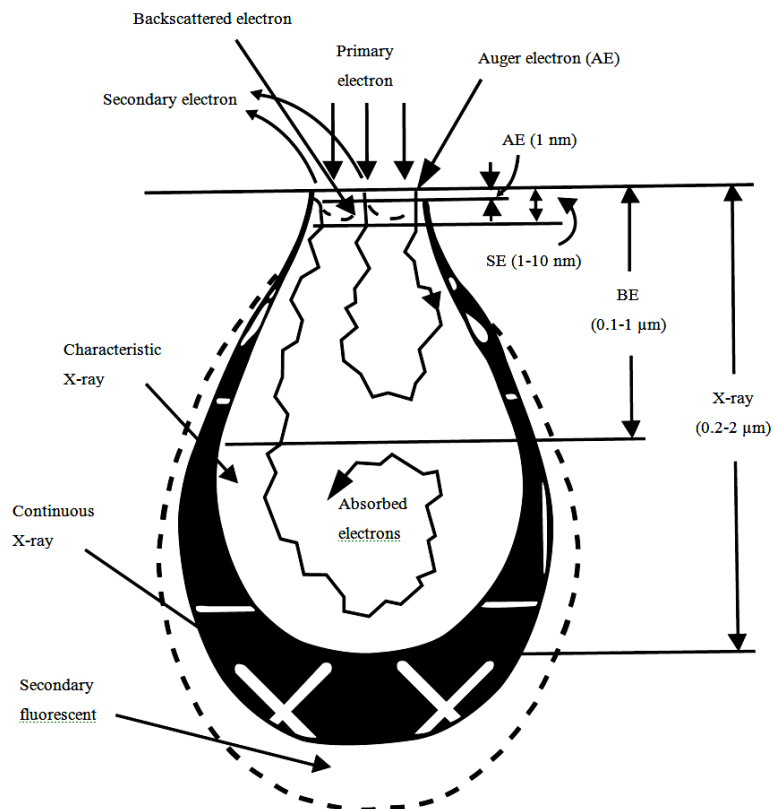
6. โอลิเจอร์อิเล็กตรอน (Auger Electrons) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรจากการกระตุ้นของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากชิ้นตัวอย่าง ให้ประโยชน์มากในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเบา

7. แสงเรืองจากชิ้นตัวอย่าง (Cathodoluminescence) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วงตามองเห็น เกิดจากอะตอมของชิ้นตัวอย่างได้รับพลังงานจากลำอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกเลื่อนเข้าสู่สถานะถูกกระตุ้น (Excited State) และกลับเข้าสู่สถานะปกติ (Ground State) พร้อมทั้งปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

8. แรงเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive Force) เป็นปริมาณไฟฟ้าที่เกิดจากความแตกต่างของประจุระหว่างด้านหน้าและหลังของชิ้นตัวอย่าง

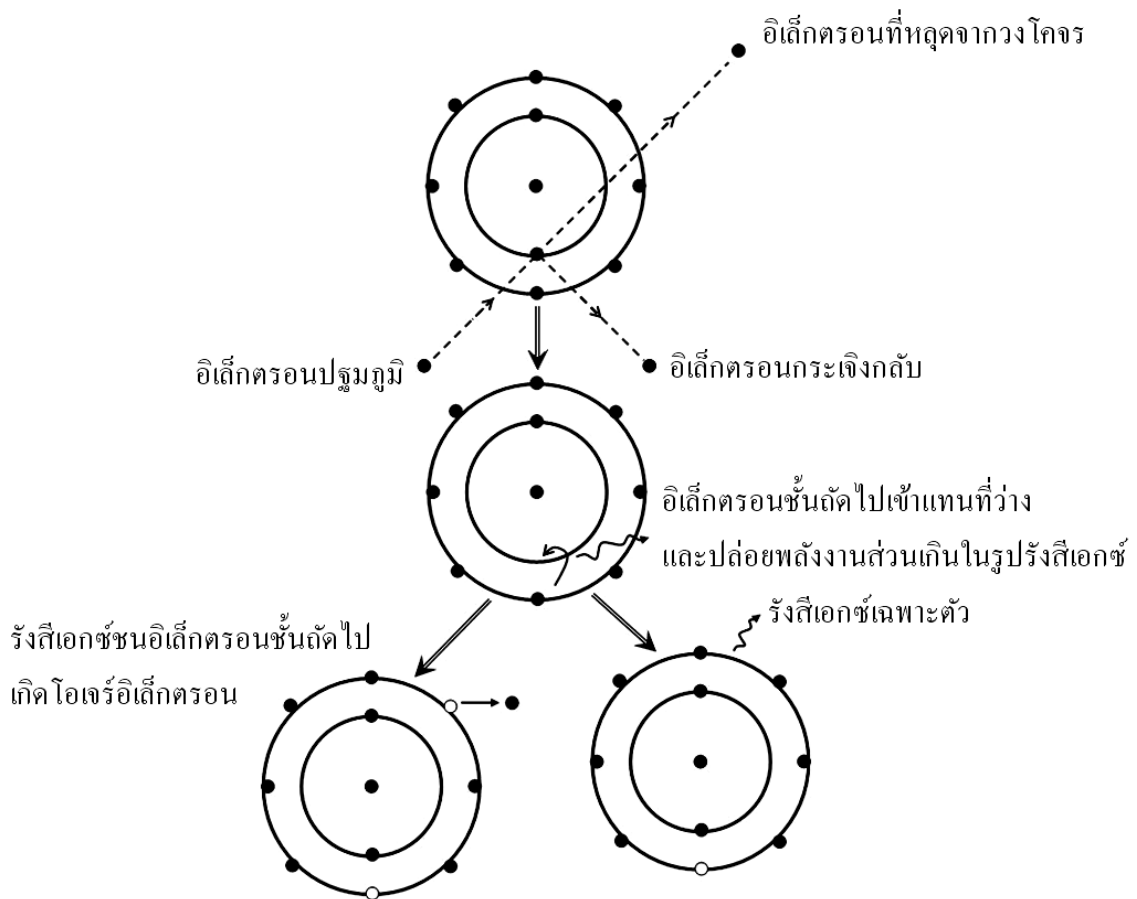


ภาพที่ 2-9 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง

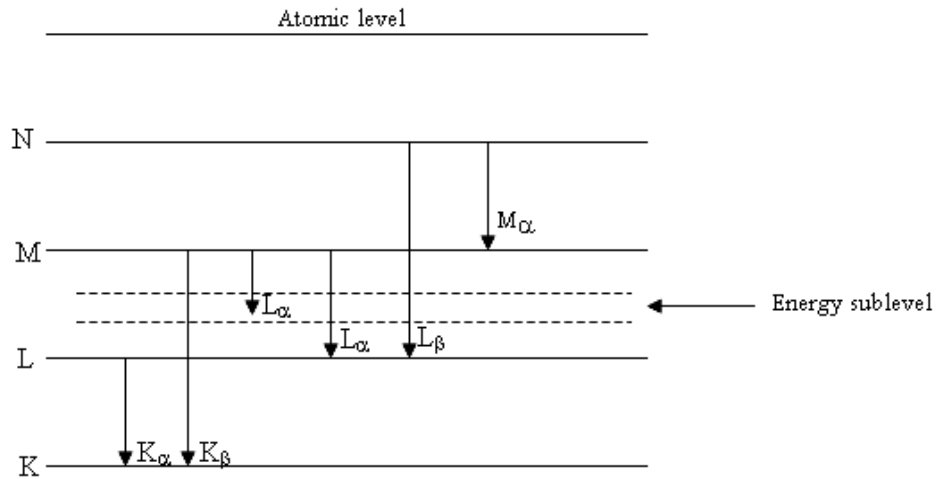


ภาพที่ 2-10 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ (วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานของเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานไว้ดังนี้ เมื่ออิเล็กตรอนพลังงานสูงเข้าชนอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ ชั้น L แล้วถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสถานะกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น (10^{-15} วินาที) โดยอิเล็กตรอนของวงจรชั้นถัดออกไปลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่ พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนและเฉพาะธาตุนั้น ๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า ซึ่งเรียกรังสีชนิดนี้ว่า “รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ” (ภาพที่ 2-11 และ ภาพที่ 2-12)

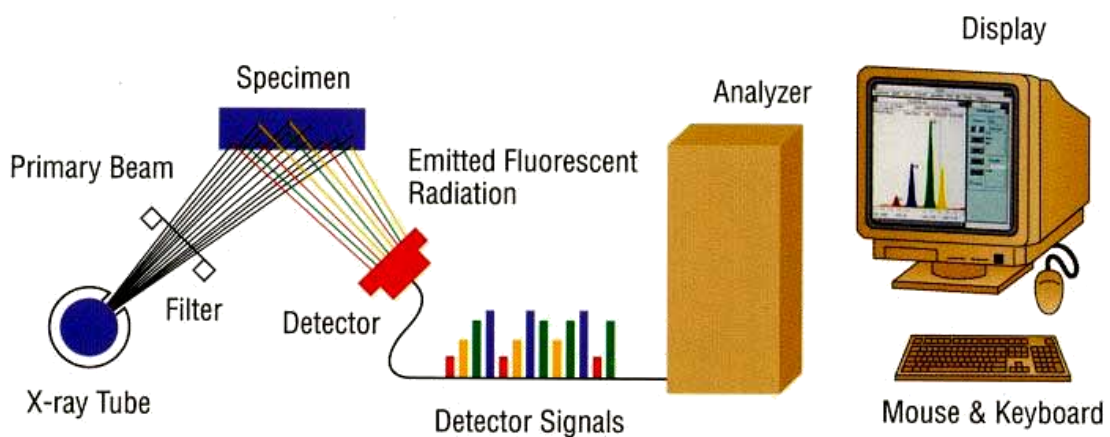


ภาพที่ 2-11 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะโดยใช้ลำอิเล็กตรอน (วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)



ภาพที่ 2-12 การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

ระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยม คือ หัววัดรังสีแบบ Si (Li) เหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 keV หรือหัววัดรังสีชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium; HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้ช่วงกว้างคือ 3 ถึง 200 keV โดยหัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสอง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดียวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลวิเคราะห์บนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพโดยโปรแกรมสำเร็จรูปดังภาพที่ 2-13



ภาพที่ 2-13 องค์ประกอบหลักของเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

นิรันดร์ วิทิตอนันท์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และวีรพงศ์ จีวประดิษฐ์กุล (2544) ศึกษาการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ ตัวอย่างฟิล์มที่ใช้คือฟิล์มทองคำที่เคลือบบนกระจกด้วยระบบอานาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอร์ โดยความหนาของฟิล์มที่ใช้เป็นค่ามาตรฐานหาจากวิธีชั่งมวล นำฟิล์มทองคำไปวิเคราะห์การเรืองรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRF พิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์เนื่องจากสเปกตรัมของ $Au L_{\beta}$ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่ได้มีสีทองลักษณะผิวเนียนเรียบ มีนวลสะท้อนแสงได้ดี ความหนาของฟิล์มอยู่ในช่วง $0.13-5.89 \mu m$ โดยความเข้มของรังสีเอกซ์จาก $Au L_{\beta}$ กับความหนาของฟิล์มมีความสัมพันธ์แบบเอกซ์โพเนนเชียล ตามสมการการเรืองรังสีเอกซ์ คือ $I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มหนา d และ I_s เป็นความเข้มรังสีเอกซ์อิมิตัว ส่วน α เป็นตัวประกอบเชิงเรขาคณิต และเมื่อทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นพบว่ามีความถูกต้องถึง 95%

ไพโรจน์ แก้วอภิชัย และพิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ (2544) ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ โดยใช้ฟิล์มทองคำที่เคลือบบนแผ่นทองแดง ซึ่งทราบความหนาจากวิธีชั่งมวลและนำมาวิเคราะห์การเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์ม โดยพิจารณาความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์จากสเปกตรัมของ AuL_{α} ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มทองคำมีความหนาในช่วง $0.00-7.00 \mu m$ ซึ่งตรงกับค่าความหนาฟิล์มที่นำมาใช้ในการทดลอง โดยความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์กับความหนาของฟิล์มที่ในการศึกษามีความสัมพันธ์แบบเอกซ์โพเนนเชียลตามสมการ $I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มหนา d และ I_s เป็นความเข้มรังสีเอกซ์อิมิตัว ส่วน α เป็นตัวประกอบเชิงเรขาคณิต และเมื่อทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นพบว่ามีความถูกต้องถึง 97%

วีระพงศ์ จีวประดิษฐ์กุล, เกษรา อินนุรักษ์ และวรพจน์ อิงคสรรัตน์ (2549) ได้พัฒนาสเปกโตรมิเตอร์เรืองรังสีเอกซ์เพื่อใช้วัดความหนาของโลหะเคลือบชนิดต่าง ๆ บนแผ่นวัสดุรองรับ วิธีนี้ลำรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์กำลังต่ำจะถูกบีบให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm แล้วฉายลงบนชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ซึ่งสามารถกำหนดตำแหน่งได้อย่างแม่นยำ โดยการปรับแทนวางชิ้นงานสามมิติจนเห็นพื้นผิวได้อย่างชัดเจนจากกล้องจุลทรรศน์ รังสีเอกซ์เรืองจากสารเคลือบถูกวัดด้วยหัววัดแบบพรอพเพอร์ชันนอลชนิดแก๊สซีนอน (Xe) และวิเคราะห์ด้วยมัลติแชนแนลนาไลเซอร์ (MCA) ความหนาของสารเคลือบหาจากความเข้มรังสีเอกซ์เรืองที่สอดคล้องกับธาตุของสารเคลือบ โดยคำนวณจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นมา โดยใช้สารเคลือบมาตรฐาน $Cu/glass$ และ Au/Ni ผลการศึกษาพบว่าการใช้วิธีการเรืองรังสีเอกซ์ร่วมกับการใช้วิธีการทางคณิตศาสตร์ซึ่งได้อธิบายในงานวิจัยนี้ เป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับการหาความหนาของสารเคลือบ ซึ่งปรากฏว่าให้ค่าคลาดเคลื่อน $1-16 \%$ สำหรับสารเคลือบทองแดงบนกระจกที่มีความหนา $0.35-6.20 \mu m$ และคลาดเคลื่อน $1-5 \%$ สำหรับ สารเคลือบทองบนนิกเกิลที่มีความหนา $0.41-9.40 \mu m$

Prencipe, Dellasega, Zani, Rizzo, and Passoni (2015) ศึกษาวิธีวัดความหนาของฟิล์มบางแบบไม่ทำลายชิ้นงาน ด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานที่ต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สำหรับวัดความหนาฟิล์มบางที่มีความหนาแน่นน้อยมีองค์ประกอบทางเคมีและพื้นผิวที่ต่างกัน โดยยิงลำอิเล็กตรอนไปที่ชิ้นงานตัวอย่าง ระบบ EDS จะรับสัญญาณที่ออกมาเพื่อวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเปรียบเทียบกับการวัดความหนาแบบภาคตัดขวาง (Cross Section) จากเครื่อง SEM พบว่ามีความแตกต่างกันอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ เทคนิคนี้ได้รับการยอมรับว่าเป็นวิธีการวัดนี้ เร็ว ง่าย และราคาถูก

Franquet, Conard, Gilbert, Hantschel, and Vandervorst (2013) ศึกษาการวัดความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มบางนาโนแบบหลายชั้น (Multilayer Thin Films) ด้วยเทคนิค Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ซึ่งสามารถวัดได้ทั้งความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มที่มีหลายชั้นครอบคลุมธาตุเกือบทั้งหมดในปัจจุบัน การวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS ทำได้โดยยิงลำอิเล็กตรอนไปในพื้นที่ขนาดเล็กของฟิล์มที่ต้องการวัด ด้วยศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV และ 12 kV ผลที่ได้จะอยู่ในรูปของความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ แล้วนำความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้ไปแทนค่าในโปรแกรม ThinFilmID จะได้ความหนาฟิล์ม ซึ่งนำไปเทียบกับค่าที่วัดโดยใช้เทคนิค RBS, Atom Probe และ TEM พบว่าความหนาของฟิล์มที่ได้จากเทคนิค EDS มีความถูกต้องใกล้เคียงกัน โดยสามารถวัดความหนาของฟิล์มบางที่มีขนาดน้อยกว่า 500 nm ได้

Vrieling, Tiggelaar, Gardeniers, and Lefferts (2012) ศึกษาการวัดความหนาฟิล์มแบบไม่ทำลายชิ้นงานด้วยเทคนิค XRF โดยรังสีจากแหล่งกำเนิดภายในเครื่องมือ (Primary X-ray Source) จะปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาพุ่งเข้าชนชิ้นงานตัวอย่าง ส่งผลให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมภายในวัตถุหลุดออก เกิดช่องว่างขึ้นในวงอิเล็กตรอนนั้น ทำให้อะตอมไม่เสถียร และอะตอมจะกลับสู่สภาวะที่เสถียรโดยการเปลี่ยนระดับพลังงานของ อิเล็กตรอนวงนอกเข้ามาแทนที่ช่องว่างดังกล่าว ซึ่งในการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนทำได้โดยการปลดปล่อยพลังงานออกมาซึ่งเป็นค่าเฉพาะสำหรับธาตุนั้น ๆ จึงทำให้บ่งชี้ชนิดของธาตุในตัวอย่างได้ ปริมาณการเรืองรังสีเอกซ์ขึ้นกับปริมาณของธาตุในตัวอย่าง ข้อมูลนี้จึงสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุแต่ละชนิดได้ การวัดความหนาทำได้โดยวัดความเข้มของการเรืองรังสีเอกซ์ของสารเคลือบ และวัดฟิล์มเดี่ยวและฟิล์มเชิงซ้อนที่เคลือบภายใต้ระบบสเปกโตรมิเตอร์และระเหยสารบนกระจกและซิลิกอน จากนั้นนำไปวัดด้วยเทคนิค XRF ซึ่งจะได้ความเข้มของการเรืองรังสีเอกซ์นำไปหาความหนา ด้วยโปรแกรมสำเร็จรูป แล้วเปรียบเทียบกับความหนาจากเทคนิค SEM และสไตลัส ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการวัดฟิล์มด้วยเทคนิค XRF สามารถแยกองค์ประกอบและความหนา ซึ่งเป็นวิธีที่ยืดหยุ่นคล่องตัวกว่าการวัดด้วยเทคนิค SEM และสไตลัสซึ่งไม่สามารถทำได้หรือทำได้ยาก และความหนาสามารถวัดได้ถึงระดับ 50 nm สรุปได้ว่าการวัดฟิล์มด้วยเทคนิค XRF นอกจากวัดความหนายังสามารถวัดความหนาแน่นและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มโลหะ ซึ่งสามารถทำได้ก่อนหรือหลังการนำฟิล์มไปใช้งานได้

Kailash and Hore (2010) ศึกษาการวัดความหนาของฟิล์มด้วยหลักการแทรกสอดของแสงผ่านเนื้อฟิล์มไปยังสเปกโทรกราฟจะได้ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัว ดัชนีหักเหของแสงและความยาวคลื่นแสง ในกระบวนการวัดจะทำการวัดค่าการกระจายตัวดัชนีหักเหของแสงและความยาวคลื่นแสง ของวัสดุรองรับที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มและฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุรองรับนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงกับความยาวคลื่น และดัชนีหักเหกับความยาวคลื่น จากกราฟเปรียบเทียบทั้งสองจะได้ข้อมูลที่นำไปคำนวณหาความหนาของฟิล์มตามความสัมพันธ์ของค่าดัชนีหักเหที่แตกต่างกันได้ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องความหนาของฟิล์มมีความถูกต้องและใกล้เคียงกัน สรุปแล้วการวัดความหนาโดยเทคนิคนี้ไม่จำเป็นต้องทราบค่าคงที่ทางแสงของวัสดุที่นำมาวัด เทคนิคการวัดรูปแบบนี้สามารถวัดได้อย่างถูกต้อง กระบวนการวัดไม่ซับซ้อน เป็นการวัดแบบไม่ทำลายชิ้นงาน

Canli (2010) ใช้เทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะ โดยการใช้อุปกรณ์สำหรับการวัดองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุด้วยระบบ EDS ซึ่งเป็นโมดูลที่ต่อพ่วงอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ออกมาจากชิ้นงานจะแสดงให้ถึงองค์ประกอบและลักษณะเฉพาะของสารที่เคลือบบนวัสดุรองรับ อัตราส่วนของปริมาณของสารที่เคลือบมีความแตกต่างกันเมื่อเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน และฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบเดียวบนวัสดุรองรับจะให้อัตราส่วนของพลังงานจากกราฟค่าเดียว ดังนั้นความหนาของฟิล์มบางสามารถคำนวณโดยการวิเคราะห์รูปแบบเฉพาะของกราฟอัตราส่วนพลังงานของข้อมูลเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานที่ได้รับจากฟิล์ม

Zhuang et al. (2009) ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางแบบไม่ทำลายชิ้นงานของฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุรองรับ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีการติดตั้งระบบ EDS ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์องค์ประกอบลักษณะทางกายภาพของฟิล์ม โดยเมื่ออิเล็กตรอนถูกยิงจากปืนอิเล็กตรอนไปที่ชิ้นงาน ถ้าอิเล็กตรอนจะแทรกซึมผ่านผิวหน้าของฟิล์มบางเข้าไปในผิวของฟิล์มแล้วทะลุผ่านไปถึงวัสดุรองรับ แล้วทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะแผ่กลับออกมา ซึ่งแปรค่าตามศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้เพื่อเร่งอิเล็กตรอน ทั้งนี้ระบบ EDS จะมีตัวรับสัญญาณความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์ม (I_f) และความเข้มจากวัสดุรองรับ (I_s) ซึ่งสามารถนำไปคำนวณหาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนของความเข้ม I_s/I_f เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน แล้วนำไปสร้างสมการทางคณิตศาสตร์ของฟิล์มได้ ตามทฤษฎีแล้วความหนาของฟิล์มสามารถคำนวณได้จากความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ตรวจได้ ทั้งนี้เมื่อทดลองใช้การวัดความหนาวิธีนี้วัดความหนาของฟิล์มของสารประกอบ $FeCoSiB$ ที่เคลือบบนแก้ว แล้วเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวัดโดยใช้เทคนิคสโตลส์ผลการศึกษาพบว่าวิธีวัดความหนาโดยใช้เทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานมีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงว่าการวัดความหนาวิธีนี้เป็นวิธีที่เหมาะสมและใช้งานได้

Oliva Arias, López-Garduza, and Sosa (2006) ศึกษาการวัดความหนาแบบ *in situ* ของฟิล์มบางทองคำซึ่งเตรียมจากการเคลือบ 2 วิธี ได้แก่ วิธีระเหยสารและวิธีสปัตเตอร์ริง โดยการวัดความหนาวิธีนี้เป็น การวัดทางอ้อมจากสมบัติความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มซึ่งแปรค่าตามความหนา โดยวิธีนี้ต้องมีฟิล์มบาง เริ่มต้นที่มีความหนาประมาณ 10 nm ทำหน้าที่เป็นฟิล์มสำหรับใช้ตรวจวัด หรือที่เรียกว่า Probe Film สำหรับวัดค่าความต้านทานไฟฟ้า โดยต้องต่อขั้วไฟฟ้าที่ Probe Film เพื่อวัดค่าความต้านทานเมื่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบบน Probe Film เปลี่ยนแปลงไป สำหรับการวัดความหนาจะทำโดยการนำ Probe Film ไปวางใกล้แท่นวางชิ้นงานหรือวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบ เมื่อฟิล์มเริ่มเคลือบบนชิ้นงานหรือแผ่น วัสดุรองรับ ผิวหน้าของ Probe Film ก็จะถูกเคลือบด้วยเช่นกัน ซึ่งกรณีนี้จะทำให้ค่าความต้านทานที่วัดได้ จาก Probe Film เปลี่ยนไปตามความหนาฟิล์มที่เคลือบบนชิ้นงานหรือวัสดุรองรับ จากการศึกษาพบว่า ความหนาของฟิล์มบางทองคำที่ได้จากการวัดด้วยวิธีนี้เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มบางที่วัดจากเครื่อง Profilometer พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน

Kongsakul, Witit-anun, Chaiyakun, and Kaewtrakulpong (2005) ศึกษาการวัดความหนาของฟิล์มบางแบบไม่ทำลายชิ้นงาน ที่สะดวก ง่ายและค่าใช้จ่ายไม่สูงนัก ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้เทคนิคทางแสงที่ เรียกว่า Fizeau Interferometer Technique การวัดความหนาของฟิล์มบางวิธีนี้คำนวณได้จาก ตำแหน่งที่แตกต่างกันของรีฟลักซ์การแทรกสอดของแสง การทดลองนี้ใช้เลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสงขนานฉาย ไปตกกระทบกระจกแผ่นเรียบ (Optical Flat) ซึ่งใช้อ้างอิง ทั้งนี้บางส่วนของแสงเลเซอร์จะทะลุผ่านกระจกแผ่น เรียบไปกระทบผิวของฟิล์มที่ต้องการวัดความหนา โดยลำแสงส่วนหนึ่งสะท้อนจากผิวด้านหลังของกระจก แผ่นเรียบ และอีกลำหนึ่งสะท้อนจากผิวด้านหน้าของฟิล์มที่นำมาทดสอบ แล้วเกิดการแทรกสอดระหว่าง ลำแสงทั้งสองเป็นรีฟลักซ์การแทรกสอด ความหนาของฟิล์มได้จากการวัดระยะของรีฟลักซ์การแทรกสอดที่มีความ ต่างกัน ในงานวิจัยนี้ได้ใช้วิธีนี้วัดความหนา ของฟิล์มบางอะลูมิเนียมซึ่งมีค่าความหนาอยู่ระหว่าง 0.11 - 0.39 μm พบว่ามีค่าใกล้เคียงกับค่าความหนาที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคสไตลัส

Pascal, Cruz, Ferreira, and Gomes (1994) ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบาง โดยการเปรียบเทียบอัตราส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์จากฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ซึ่งวัดจากเทคนิคเอกซเรย์ สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน ซึ่งติดตั้งในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วิธีนี้เป็น การวัด ความหนาของฟิล์มบางโดยอาศัยความเข้มสูงสุดของรังสีเอกซ์ที่ได้จากราฟการวัดองค์ประกอบทางเคมีของ ธาตุด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานแล้วนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความ เข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาของฟิล์มบาง สร้างสมการความหนาของฟิล์มจากราฟ เปรียบเทียบความหนาของชิ้นงานที่ได้จากสมการเทียบกับความหนาที่ได้จากการวัดโดยใช้เทคนิคแบบ Stylus Profilometry, Interferometry หรือ Rutherford Back Scattering ผลที่ได้มีความคลาดเคลื่อน น้อย พลังงานที่ใช้มีระดับต่ำ เป็นการวัดแบบไม่ทำลายชิ้นงานเป็นที่น่าสนใจและมีความเหมาะสมที่จะนำไป ประยุกต์ใช้ในการวัดความหนาของฟิล์มบาง

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือ

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางโครเมียม และ(2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียม

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบสปัตเตอร์ริง เป็น เครื่องเคลือบที่สร้างโดยห้องปฏิบัติการวิจัย เทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-1)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบ (Target) ใช้ โครเมียม (Cr) ความบริสุทธิ์ 99.97%

1.2.2 วัสดุรองรับ ใช้ 2 ชนิดคือ กระดาษสไลด์ และ แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas)

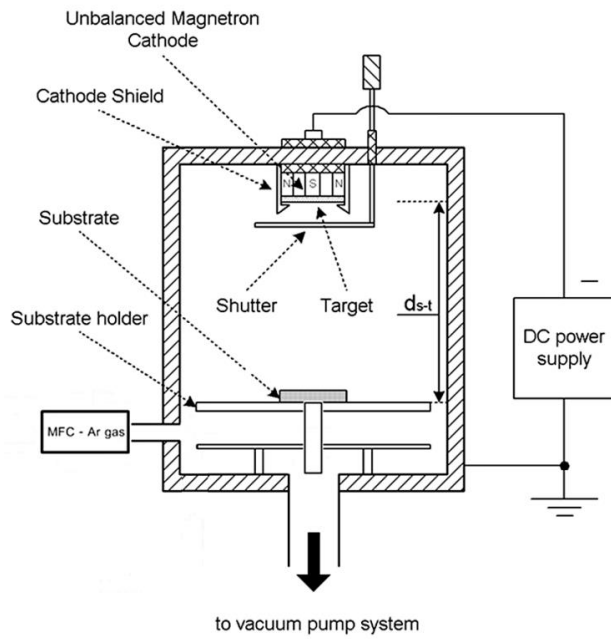
2. การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียม

2.1 X-Ray Diffractometer (XRD) สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์ม ใช้เครื่อง X-ray Diffractometer Bruker รุ่น D8 ของ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี (ภาพที่ 3-2)

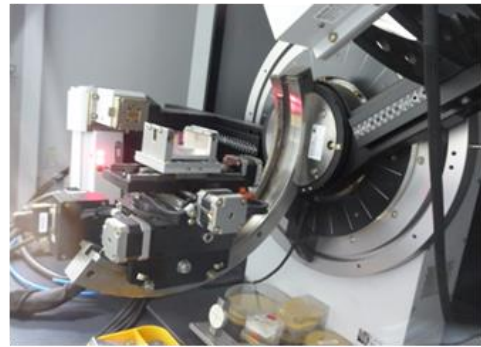
2.2 Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) การวัดความหนาและ โครงสร้างจุลภาค ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น Hitashi S-4700 ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC) (ภาพที่ 3-3)

2.3 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) สำหรับศึกษาองค์ประกอบทางเคมี ของฟิล์ม ใช้ระบบ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ของ IXRF systems รุ่น EDS2006 550i Analyzer ซึ่งต่อพ่วงกับ FE-SEM (Hitashi S-4700) ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC) (ภาพที่ 3-3)

2.4 Atomic Force Microscope (AFM) สำหรับศึกษาความหยาบผิวของฟิล์มบาง ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope ของ SEIKO Instrument รุ่น SPA400 ของศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ (NANOTEC) (ภาพที่ 3-4)



ภาพที่ 3-1 ไดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศระบบสปัตเตอร์ิ่งที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)



ภาพที่ 3-3 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)
พร้อมระบบ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

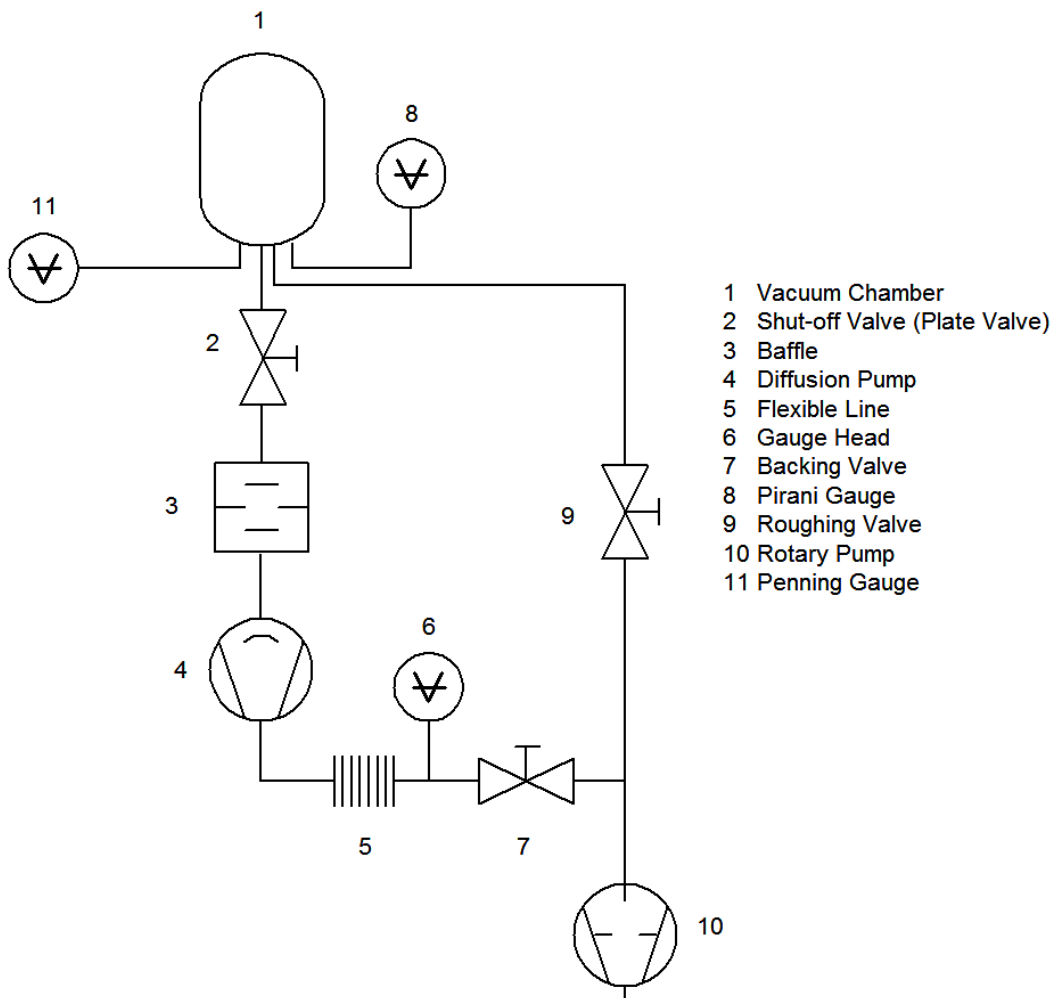


ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)

3.2 เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบสปีดเตอริง

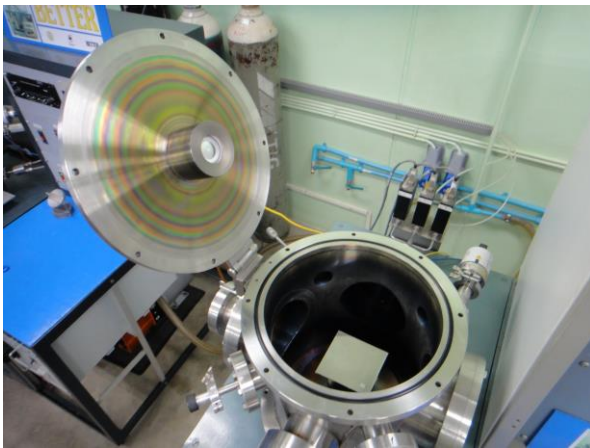
การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคแมกนีตรอนสปีดเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดภายใต้สภาวะสุญญากาศ ซึ่งต้องลดความดันในห้องเคลือบให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar (กำหนดให้เป็นความดันพื้น (Base Pressure)) ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วน ได้แก่ ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และระบบการเคลือบ (Coating System) มีรายละเอียดดังนี้

1. ระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 310.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพรโอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย การวัดความดันภายในห้องเคลือบใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251 ภาพที่ 3-5 เป็นผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบ

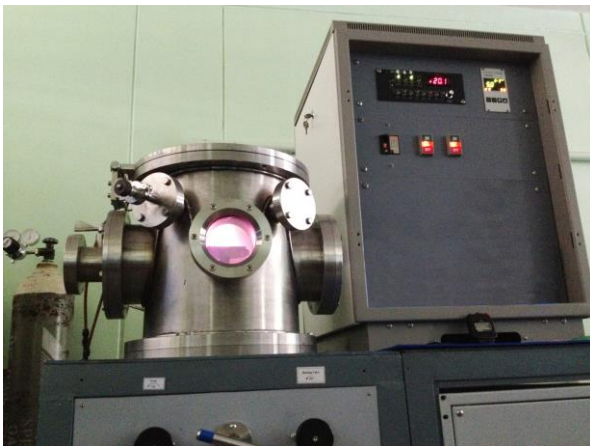


ภาพที่ 3-5 ผังระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

2. ระบบการเคลือบ (Coating System) เป็นส่วนเคลือบฟิล์มบางโครเมียม แสดงดังภาพที่ 3-6 ซึ่งประกอบด้วยแมกนีตรอนคาโทด (ภาพที่ 3-6 (a)) แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 50.0 mm ติดตั้งที่แผ่นปิดบน (Top Plate) ของห้องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูง กระแสตรงขนาด 1000 V 3 A ในส่วนของการจ่ายแก๊สในกระบวนการเคลือบ (แก๊สอาร์กอน) จ่ายโดยการควบคุมของเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D สำหรับภายในห้องเคลือบมีแท่นวางชิ้นงานที่กลางห้องเคลือบ ตรงข้ามกับแมกนีตรอนคาโทด โดยแท่นวางชิ้นงานสามารถปรับระยะห่างจากหน้าปัดสารเคลือบได้ ภาพที่ 3-6 (b) และ ภาพที่ 3-6 (c) แสดงลักษณะของพลาสมาจากคาโทดขณะเคลือบ



(a)



(b)



(c)

ภาพที่ 3-6 ลักษณะและการติดตั้งคาโทด และพลาสมาจากคาโทดของเครื่องเคลือบขณะเคลือบ

3.3 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางโลหะด้วยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ในงานวิจัยนี้มีการจัดเตรียมเครื่องเคลือบ โดยสรุปดังนี้ ติดแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ ติดตั้งเป้าโครเมียมกับขั้วคาโทดซึ่งต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นจากการสปัตเตอริงบริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางตรงข้ามคาโทด และอุปกรณ์ชุดควบคุมระบบ ที่ต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) สำหรับควบคุมอัตราไหลของแก๊สอาร์กอนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ

สำหรับขั้นตอนในการเคลือบฟิล์ม มีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียม นำวัสดุรองรับวางบนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. การสร้างภาวะสุญญากาศ ขั้นตอนนี้เป็นการลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศ ให้มีค่าเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_b) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_b ที่อ่านได้

3. การเคลือบ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง แล้วจ่ายศักย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทดจนเกิดโกลว์ดิสชาร์จ เมื่อความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง แล้วจึงเปิดชัตเตอร์เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมจับเวลาในขั้นนี้ให้บันทึกผลค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_t) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด

4. การนำชิ้นงานออกจากภาชนะสุญญากาศ หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ให้ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดการจ่ายแก๊สอาร์กอน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

5. ตรวจสอบเช็คสภาพของชิ้นงานที่เคลือบได้ก่อนเก็บเพื่อส่งวิเคราะห์ต่อไป

3.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางในงานวิจัยนี้มี 3 ส่วน ได้แก่ โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก โครงสร้างจุลภาค ความหนา และองค์ประกอบทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. โครงสร้างผลึก ศึกษาจากฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ซึ่งใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) โดยตรวจวัดใน Mode Low Angle ด้วยมุมตกกระทบคงที่เท่ากับ 2° กำหนดมุมวัดในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากนั้นนำไปเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ บัญานข้อมูล JCPDS และกฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสมการ

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3-1)$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

n คือ ลำดับของการสะท้อน

d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ ($h k l$)

θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่พิจารณา

2. ขนาดผลึก สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ หากากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยใช้ สมการของ Scherrer ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียมที่ได้หลังการเคลือบ ดังสมการ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3-2)$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึก

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$)

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

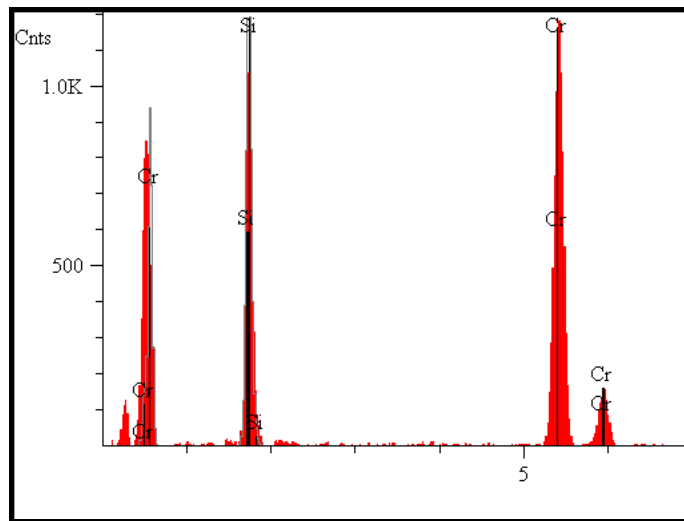
θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

3. ค่าคงที่แลตทิซ หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้ โดยใช้สมการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มโครเมียม ซึ่งมีโครงสร้างแบบบอดีเซ็นเตอร์คิวบิก (bcc) ตามสมการ (3-3)

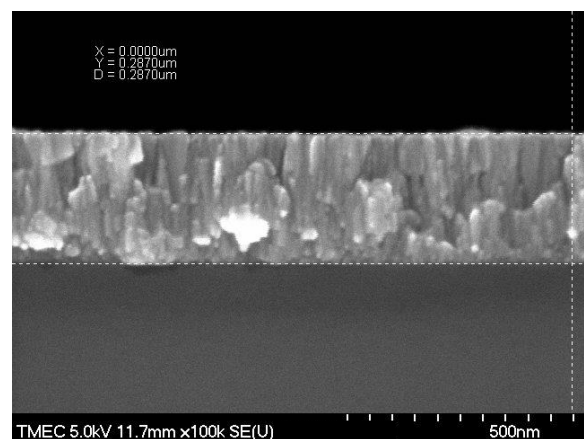
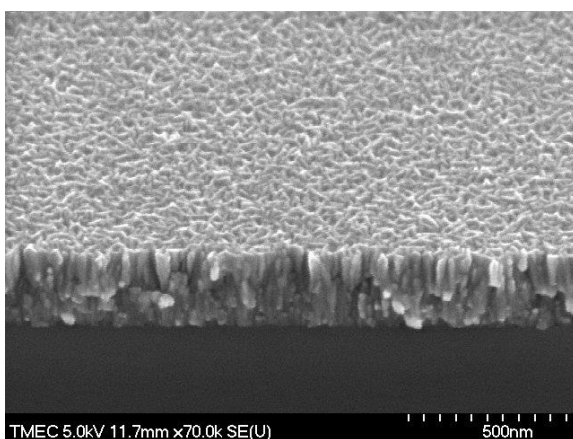
$$\text{ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกแบบคิวบิก}; d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3-3)$$

4. องค์ประกอบทางเคมี นำฟิล์มที่ได้มาศึกษาองค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิค EDS ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-7

5. ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา นำฟิล์มมาศึกษาลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา ด้วยเทคนิค FE-SEM ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-8



ภาพที่ 3-7 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS



ภาพที่ 3-8 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนาของฟิล์ม ด้วยเทคนิค FE-SEM

3.5 หลักการและแนวคิดของการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค EDS

การวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ในงานวิจัยนี้เป็นการวัดภายหลังเคลือบแบบไม่ทำลายชิ้นงาน ซึ่งเป็นการวัดความหนาฟิล์มทางอ้อม โดยอาศัยหลักการและแนวคิดที่ว่า “จำนวนอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของฟิล์มบางที่เคลือบบนผิวของวัสดุรองรับจะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม” ซึ่งอาจแยกพิจารณาได้เป็น 2 กรณี คือ

1. กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม หากสามารถกระตุ้นให้อะตอมของธาตุในชั้นฟิล์มปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ออกมาจะแปรผันตรงกับ ความหนาของชั้นฟิล์ม

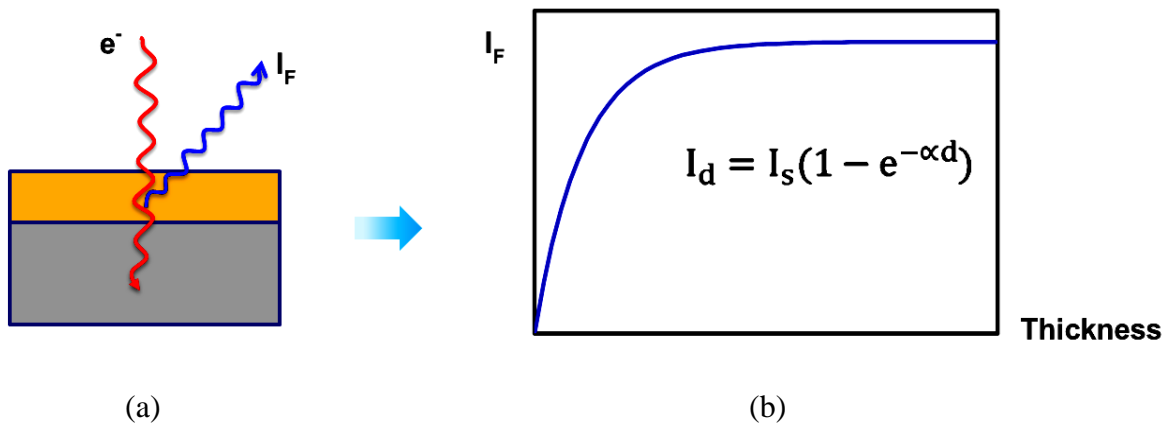
2. กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ หากกระตุ้นให้อะตอมของวัสดุรองรับ (ที่มีชั้นของฟิล์มบางเคลือบปิดทับอยู่) ปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับที่ออกมาจะแปรผกผันกับความหนาของชั้นฟิล์ม เนื่องจากรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับที่เกิดขึ้นอาจถูกดูดกลืนโดยอะตอมของธาตุในชั้นฟิล์มก่อนทะลุผ่านกลับออกมาจากชิ้นงาน

จากแนวคิดข้างต้น งานวิจัยนี้ใช้อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของ FE-SEM เป็นตัวกระตุ้นให้อะตอมของฟิล์มหรือวัสดุรองรับปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา โดยเมื่อลำอิเล็กตรอนถูกยิงไปที่ชิ้นงาน (ฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอน) แล้วทะลุผ่านชั้นของฟิล์มลงไปถึงชั้นของวัสดุรองรับ ระหว่างนั้นอิเล็กตรอนจะเกิดอันตรกิริยา (Interaction) กับอะตอมของฟิล์มบางและวัสดุรองรับซึ่งทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะปล่อยกลับออกมาจากชิ้นงาน (รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะนี้เป็นสัญญาณที่สามารถเกิดขึ้นจากการทำงานของเทคนิค FE-SEM ซึ่งสามารถตรวจวัดได้ด้วยระบบ EDS ที่ติดตั้งต่อพ่วงกับเครื่อง FE-SEM) โดยระดับความลึกที่อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านชิ้นงานลงไป และค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ส่งกลับออกมาจากชิ้นงานอาจเกิดขึ้นจากหลายปัจจัย สำหรับกรณีชิ้นงานที่มีองค์ประกอบของธาตุชนิดเดียวปัจจัยหนึ่งที่มีผล คือ ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน (Accelerating Voltage) ของแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนในเครื่อง FE-SEM เพราะหากใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่มีค่าสูง สัญญาณที่ได้จากชิ้นงานก็จะเพิ่มสูงขึ้นตามไปด้วย (กรณีนี้สัญญาณดังกล่าวคือรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ทั้งจากชั้นฟิล์มและวัสดุรองรับ) ซึ่งแยกพิจารณาเป็น 2 กรณีคือ (1) การเพิ่มค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้จากชั้นฟิล์มตามความหนาของฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้น และ (2) การลดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้จากวัสดุรองรับตามความหนาของฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้น โดยงานวิจัยนี้จะพิจารณาผลของค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่มีต่อความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะทั้งจากชั้นฟิล์มบางและจากวัสดุรองรับ

1. กรณีพิจารณาค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม กรณีนี้อิเล็กตรอนที่ถูกยิงทะลุผ่านเข้าไปในชิ้นงานแล้วเกิดอันตรกิริยากับอะตอมของโครเมียมในฟิล์มบางที่ใช้ศึกษา ทำให้เกิดสัญญาณรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชั้นฟิล์มปล่อยออกมา (ภาพที่ 3-9 (a)) โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่วัดได้จะแปรผันกับจำนวนอะตอมโครเมียมในชั้นฟิล์ม ซึ่งสัมพันธ์กันแบบเอกซ์โพเนนเชียล (ภาพที่ 3-9 (b)) การสร้างกราฟเปรียบเทียบหรือแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ของกรณีนี้ในทางปฏิบัติต้องนำฟิล์มบางที่ทราบชนิดของธาตุและความหนา (หรือฟิล์มมาตรฐาน) มาวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS แล้วจึงนำค่าความหนาของฟิล์มกับค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มมาสร้างกราฟเปรียบเทียบและแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ

$$I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d}) \quad \text{..... (3.4)}$$

- เมื่อ I_d คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนา d
- I_s คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะอิมิตัวของฟิล์ม
- α คือค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น
- d คือความหนาของฟิล์มที่ศึกษา

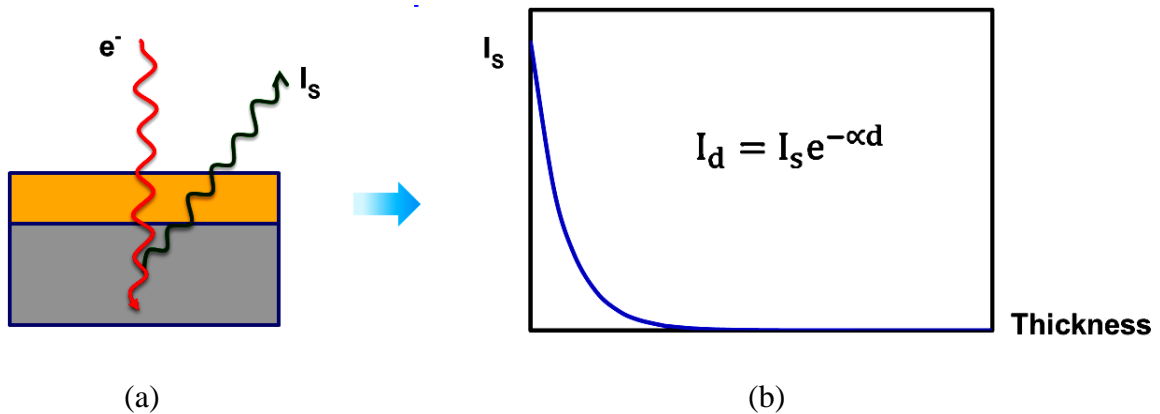


ภาพที่ 3-9 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของฟิล์มบาง

2. กรณีพิจารณาค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของวัสดุรองรับ กรณีนี้เมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบาง ถ้าหากให้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่มากพอ อิเล็กตรอนจะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มลงไปถึงชั้นของวัสดุรองรับ แล้วทำให้เกิดสัญญาณรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ แต่เนื่องจากชั้นงานมีชั้นของฟิล์มเคลือบปิดทับวัสดุรองรับ จึงทำให้รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับถูกดูดกลืนจากอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชั้นฟิล์ม ซึ่งส่งผลให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นงาน (ชั้นของวัสดุรองรับ) มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มมากขึ้น (ภาพที่ 3-10(a)) ซึ่งสัมพันธ์กับแบบเอกซ์โพเนนเชียล (ภาพที่ 3-10(b)) โดยการสร้างกราฟเปรียบเทียบหรือแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ทำได้เช่นเดียวกับกรณีความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม โดยค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของวัสดุรองรับเป็นไปตามสมการ

$$I_d = I_s e^{-\alpha d} \quad \dots\dots (3.5)$$

- เมื่อ I_d คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนา d
- I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับเมื่อไม่มีชั้นฟิล์ม
- α คือค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น
- d คือความหนาของฟิล์มที่ศึกษา



ภาพที่ 3-10 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ

3.6 แนวทางการทดลอง

การวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้ พิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะทั้ง 2 กรณีคือจากชั้นของฟิล์มและจากวัสดุรองรับ โดยแบ่ง ออกเป็น 2 ตอน คือ (1) การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ และ (2) การทดสอบแบบจำลองทาง คณิตศาสตร์ ดังนี้

1 การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ มีขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

1.1 การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ขั้นนี้เป็นการเคลือบ ฟิล์มโครเมียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง บนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อใช้เวลาเคลือบต่าง ๆ เท่ากับ 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 นาที (กำหนดให้เป็นฟิล์มบางชุดที่ 1) สำหรับเงื่อนไขการเคลือบฟิล์มสรุปได้ ดังตารางที่ 3-1 จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะซึ่งประกอบด้วย โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ด้วยเทคนิค XRD ความหนาผิวศึกษาด้วยเทคนิค AFM สุกท้ายศึกษาโครงสร้างจุลภาค และความหนาด้วยเทคนิค FE-SEM

1.2 การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 1 ด้วยเทคนิค EDS โดยนำฟิล์ม บางโครเมียมที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน ที่เวลาการเคลือบต่าง ๆ กัน ไปวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะ โดยใช้ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์ต่างกัน 4 ค่าคือ 6, 8, 10 และ 12 kV โดยพิจารณาพีคของ Cr L α จากฟิล์มบางซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม และ พีคของ Si K α จาก วัสดุรองรับซึ่งมีค่าลดลงตามความหนาฟิล์ม

1.3 การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดยใช้ค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และค่าความเข้มรังสีลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1 ที่ได้จาก ข้อ 1.2 มาสร้าง แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดยใช้ SOLVER ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งของชุดคำสั่งของเครื่องมือช่วยใน การคำนวณประเภท Linear Programming ซึ่งเป็น Add-Ins ของโปรแกรม EXCEL ในการช่วยหาคำตอบที่เหมาะสมที่สุด (Optimization) ซึ่งในงานวิจัยนี้คือสมการความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่วัดด้วยเทคนิค EDS และความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM ซึ่งสัมพันธ์กัน แบบเอกซ์โพเนนเชียล ตามสมการ (3.4) เมื่อพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของฟิล์มบาง และ สมการ (3.5) เมื่อพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ

2. การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ มีขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

2.1 การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดยการเคลือบ ฟิล์มโครเมียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง บนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อใช้เวลาเคลือบต่าง ๆ เท่ากับ 7.5, 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที (กำหนดให้เป็นฟิล์มบางชุดที่ 2) สำหรับเงื่อนไขการเคลือบฟิล์มสรุปได้ดัง ตารางที่ 3-1 ฟิล์มที่เตรียมได้จะนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะได้แก่ โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ด้วยเทคนิค XRD ส่วนความหนาผิวศึกษาด้วยเทคนิค AFM สุกท้ายศึกษาโครงสร้างจุลภาคและ ความหนาด้วยเทคนิค FE-SEM

2.2 การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 2 ด้วยเทคนิค EDS โดยนำฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน ที่เวลาการเคลือบต่าง ๆ กัน ไปวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ โดยใช้ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์ต่างกัน 4 ค่าคือ 6, 8, 10 และ 12 kV สำหรับใช้ในการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดยพิจารณาพีคของ Cr L α จากฟิล์มบางซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม และ พีคของ Si K α จากวัสดุรองรับซึ่งมีค่าลดลงตามความหนาฟิล์ม

2.3 การเปรียบเทียบความหนาจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับความหนาฟิล์มที่วัดได้จากเทคนิค FE-SEM ขั้นนี้เป็นการเปรียบเทียบความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มชุดที่ 2 กับความหนาฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น โดยพิจารณาความแตกต่างของค่าที่คำนวณได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับค่าที่ได้จากเทคนิค FE-SEM

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัย

พารามิเตอร์	รายละเอียด	
	ฟิล์มบางชุดที่ 1	ฟิล์มบางชุดที่ 2
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม (Cr)	
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์และซิลิกอน	
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง	
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	15	
ความดันพื้น (mbar)	5.0 x 10 ⁻⁵	
ความดันรวม (mbar)	5.0 x 10 ⁻³	
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20.0	
กระแสไฟฟ้า (mA)	300	
เวลาเคลือบ (min)	5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0	7.5, 12.5, 17.5, 22.5, 27.5

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผล

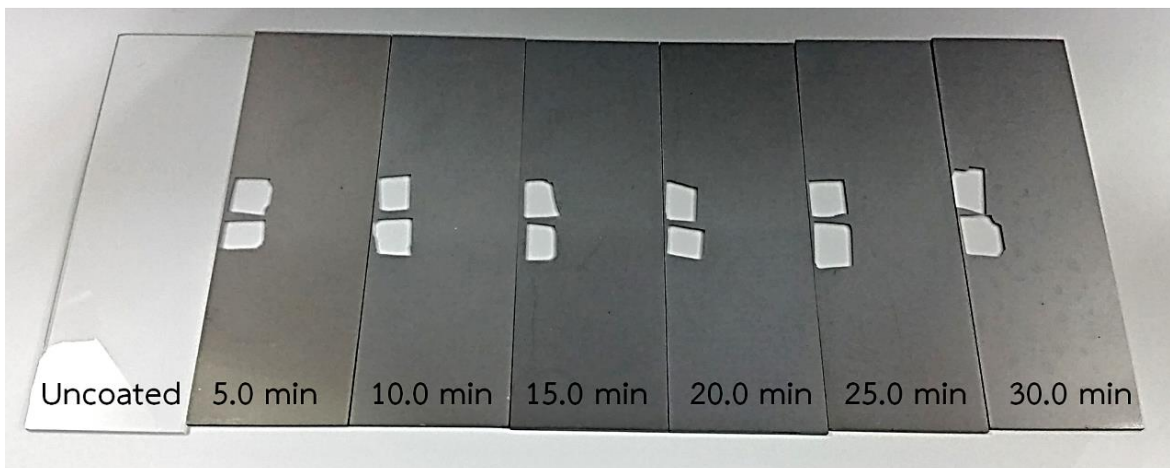
4.1 การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

การวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้ อาศัยหลักการว่าถ้ากระตุ้นให้ชั้นงานปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมาได้ ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้จากจากชั้นงาน (ฟิล์มบางที่เคลือบบนวัสดุรองรับ) จะแปรค่าไปตามความหนาของฟิล์ม ซึ่งสามารถแยกพิจารณาได้เป็น 2 กรณีคือ กรณีพิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม หรือ กรณีพิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ โดยในขั้นนี้ได้แบ่งงานเป็น 3 ตอน ได้แก่ การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ และการสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ซึ่งมีผลการศึกษาดังนี้

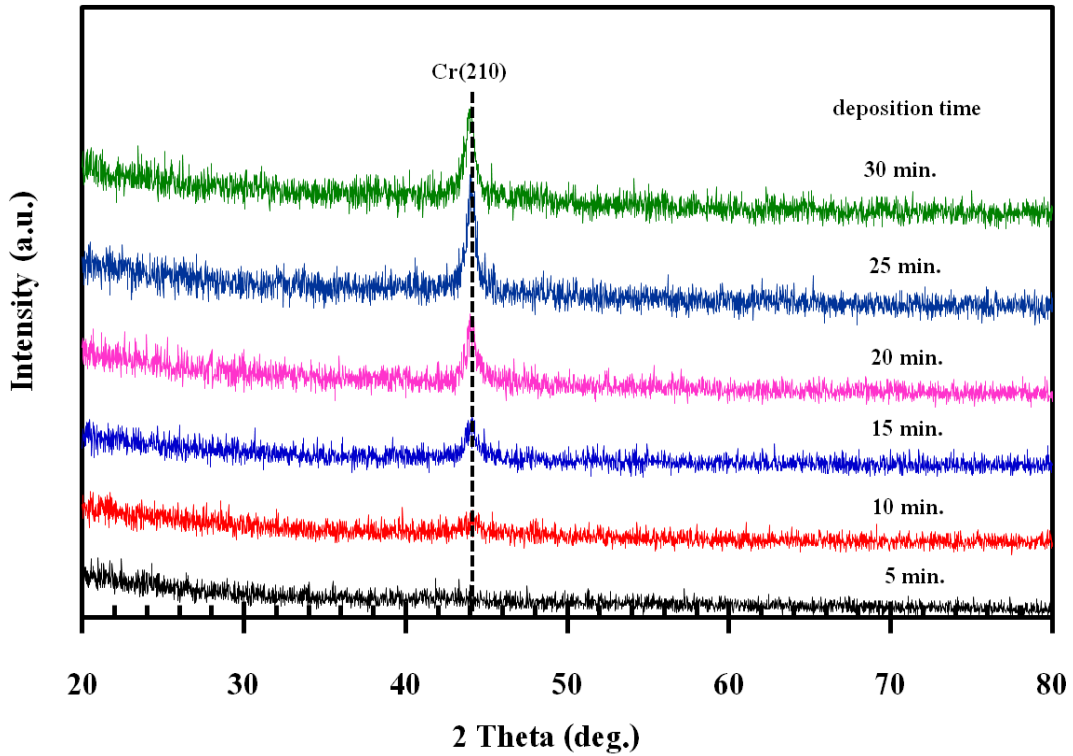
1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ฟิล์มบางโครเมียม (ฟิล์มบางชุดที่ 1) ที่เคลือบจากเทคนิคสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 นาที มีผลการศึกษาประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ดังนี้

ฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ พบว่าผิวหน้าของฟิล์มมีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มันวาวทึบแสงและสะท้อนแสงดี (ภาพที่ 4-1) โดยฟิล์มบางชุดที่ 1 นี้ ความหนามีค่าอยู่ในช่วง 50.5 - 284.5 nm



ภาพที่ 4-1 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 ซึ่งเคลือบบนซิลิกอน รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มชุดที่ 1 ที่ได้เปลี่ยนแปลงไปตามเวลาเคลือบ โดยฟิล์มที่เตรียมได้เมื่อใช้เวลาเคลือบในช่วง 5.0 - 10.0 นาที ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟิล์มที่ได้อาจมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานหรือฟิล์มที่ได้บางมาก แต่เมื่อเพิ่มเวลาการเคลือบ (15.0 นาทีขึ้นไป) พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม ประมาณ 44.02° - 44.90° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมที่ระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) โดยความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ยังมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบที่เพิ่มขึ้นอีกด้วย

สำหรับ ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก และค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางชุดที่ 1 สรุปได้ดังตารางที่ 4-1 ทั้งนี้ฟิล์มที่ได้มีความหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาเคลือบ โดยฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 5.0 นาที ฟิล์มหนาเท่ากับ 50.5 nm และเพิ่มเป็น 284.5 nm เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 30 นาที เนื่องจากเมื่อใช้เวลาเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาตกเคลือบควบแน่นสะสมพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ (นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, วุฒิพงศ์ ศาสนสุพิน และสยาม วีรวิศกุล, 2552)

ขนาดผลึกของฟิล์ม คำนวณจากสมการ Scherrer พบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 32.3 nm เป็น 38.1 nm โดยฟิล์มชุดที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 5.0 และ 10.0 นาที ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟิล์มอาจมีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานจึงคำนวณขนาดผลึกไม่ได้

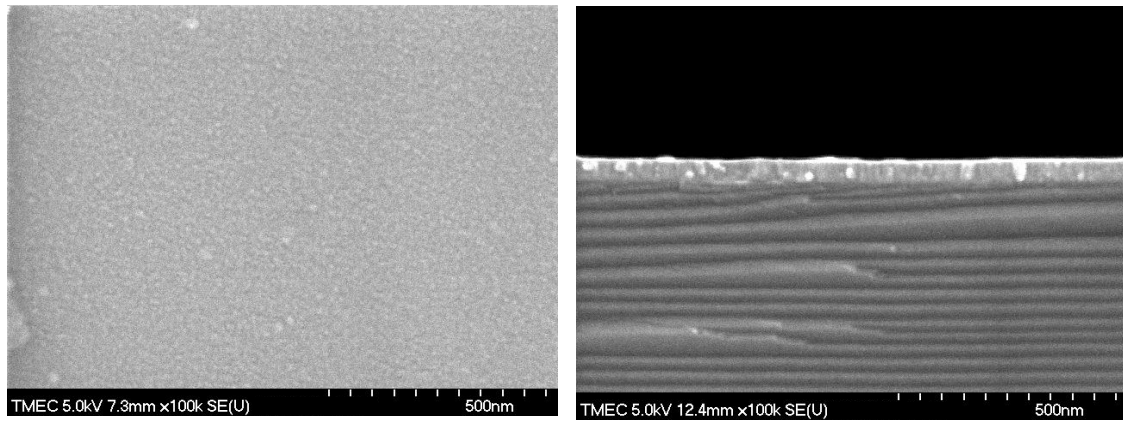
ตารางที่ 4-1 ค่าความหนา ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาผิว ของฟิล์มบางโครเมียมซุติที่ 1

เวลาเคลือบ (นาทิจ)	ความหนา (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	ความหนาผิว (nm)
5.0	50.5	N/A	N/A	0.3
10.0	94.0	N/A	N/A	0.7
15.5	143.0	32.3	4.5877	0.8
20.0	191.0	34.9	4.5907	1.0
25.0	232.5	36.5	4.5897	0.9
30.0	284.5	38.1	4.5946	1.3

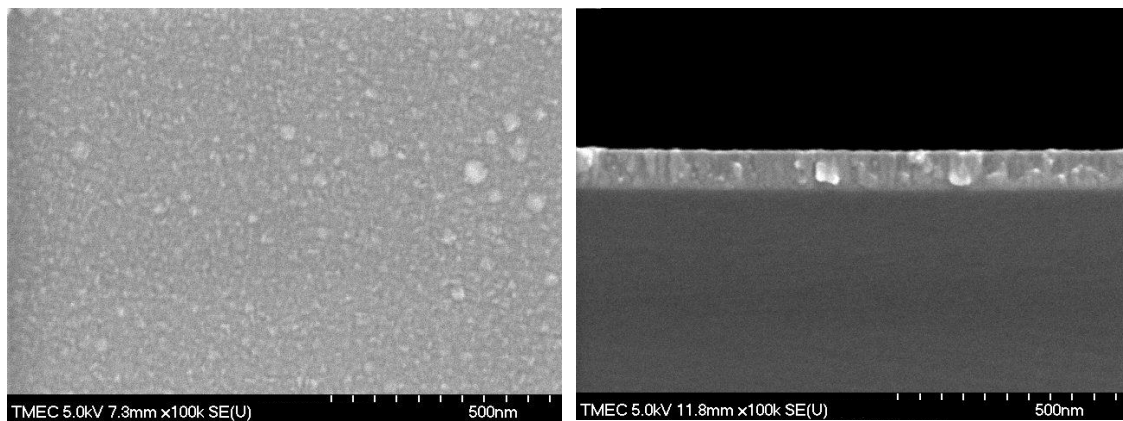
ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางซุติที่ 1 ซึ่งคำนวณจากสมการระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก พบว่าฟิล์ม มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 Å - 4.5946 Å ซึ่งใกล้เคียงค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 สำหรับความหนาผิวของฟิล์มพบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นความหนาผิวของฟิล์มที่ได้มีค่าเพิ่มขึ้น จาก 0.3 nm เป็น 1.3 nm อย่างไรก็ตามค่าความหนาผิวของฟิล์มที่ได้มีค่าอยู่ในระดับนาโนเมตร แสดงว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีพื้นผิวของหน้าฟิล์มที่เรียบเป็นอย่างดี

ภาพที่ 4-3 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 5.0 และ 10.0 นาทิจ สารเคลือบมีการกระจายตัวทั่วพื้นผิวหน้าของฟิล์มซึ่งมีลักษณะเรียบสม่ำเสมอ ความหนาผิวมีค่าประมาณ 0.3 – 0.7 nm ส่วนฟิล์มที่เคลือบเมื่อใช้เวลานานขึ้นเป็น 15.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 นาทิจ เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมยาวยอดแหลมกระจายทั่วพื้นผิวหน้าของฟิล์ม ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น และความหนาผิวเพิ่มขึ้นมีค่าประมาณ 0.8 – 1.3 nm (ตารางที่ 4-1) เนื่องจากเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ตกเคลือบสะสมพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มมีมากขึ้นอีกทั้งยังทำให้เกิดความร้อนจากการตกเคลือบของอะตอมสารเคลือบซึ่งส่งผลให้มีพลังงานในการเคลื่อนที่เร็วสูง (Mobility) นอกจากนี้ขณะที่เกิดการเคลือบอะตอมของสารเคลือบจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid Like Behavior) ซึ่งเคลื่อนที่จนไปชนและรวมตัวกันเป็นชั้นของฟิล์มที่หนาขึ้น เกรนของฟิล์มจึงมีขนาดใหญ่ขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ

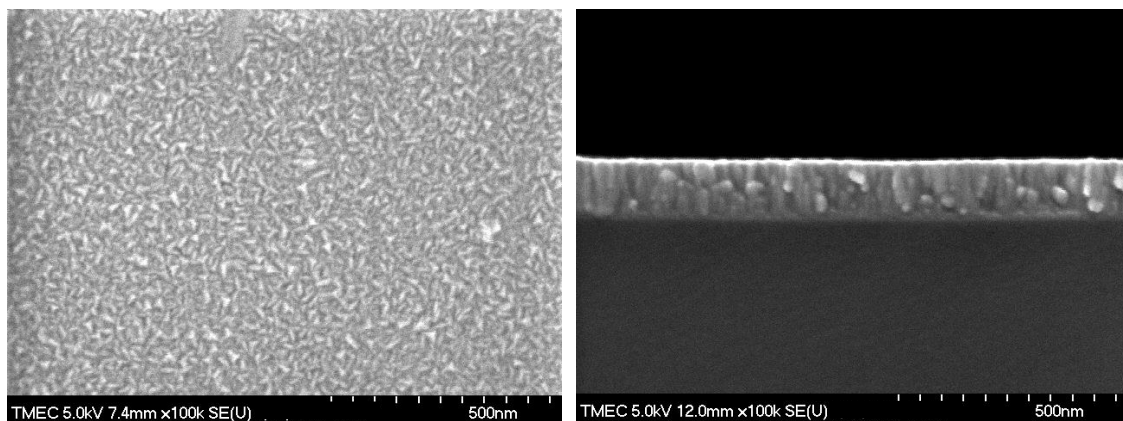
เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าฟิล์มที่ใช้เวลาในการเคลือบเท่ากับ 5.0 และ 10.0 นาทิจ เนื้อฟิล์มมีโครงสร้างที่บีบแน่นไม่มีช่องว่าง และเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15.0, และ 20.0 นาทิจ ฟิล์มเริ่มรวมกันเป็นกลุ่มก้อนมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบแท่งแต่ยังไม่ชัดเจน ต่อมาเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มเป็น 25.0 และ 30.0 นาทิจ พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งแหลมเรียวยาวในลักษณะคอลัมน์ชัดเจนนมากขึ้น และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างน้อย ส่วนความหนาของฟิล์มที่ได้พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มเพิ่มจาก 50.5 nm เป็น 284.5 nm (ตารางที่ 4-1) เนื่องจากเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่ม อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้มากขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนามากขึ้น



(a)

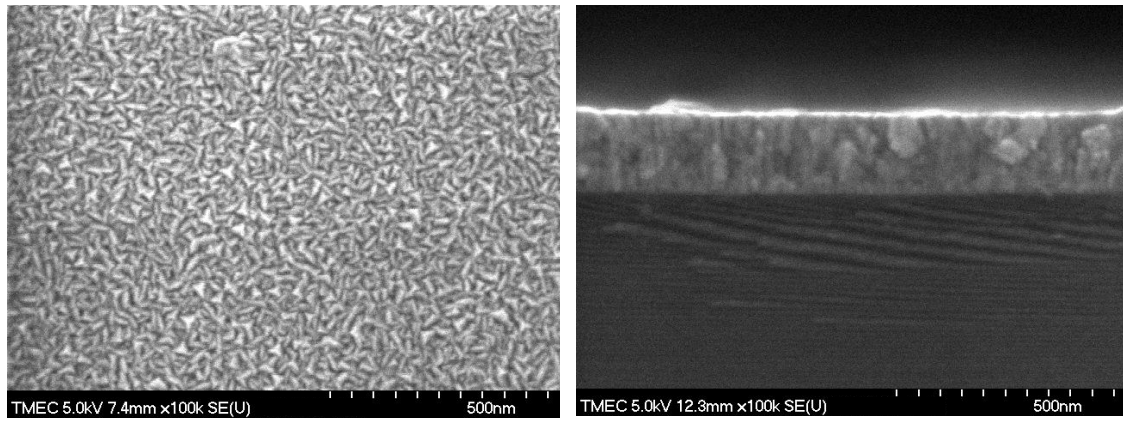


(b)

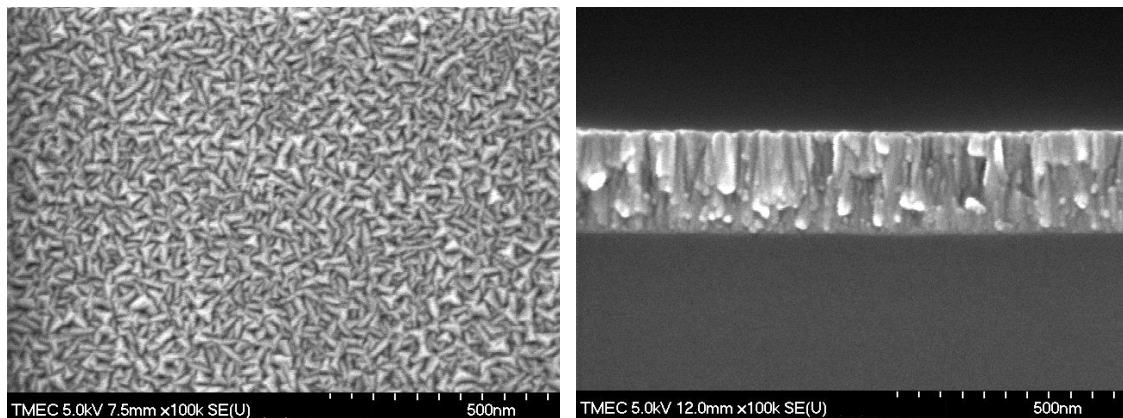


(c)

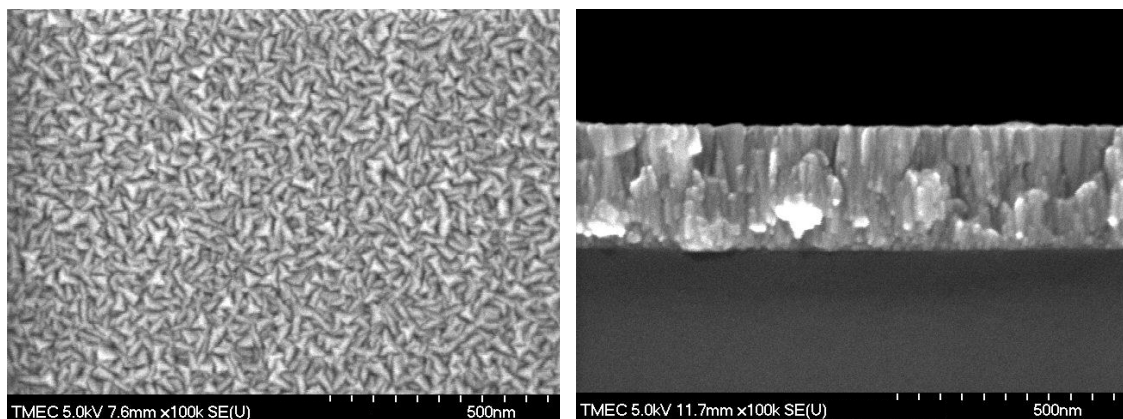
ภาพที่ 4-3 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ
 (a) 5.0 นาที (b) 10.0 นาที (c) 15.0 นาที (d) 20.0 นาที (e) 25.0 นาที (f) 30.0 นาที



(d)



(e)



(f)

ภาพที่ 4-3 (ต่อ) ภาควัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ

(a) 5.0 นาที (b) 10.0 นาที (c) 15.0 นาที (d) 20.0 นาที (e) 25.0 นาที (f) 30.0 นาที

2. การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1

เมื่อนำฟิล์มบางชุดที่ 1 ไปวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS โดยใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนต่างกัน 4 ค่าคือ 6, 8, 10 และ 12 kV พบว่าค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มบางและวัสดุรองรับ มีค่าเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอนและความหนาของฟิล์มบาง ดังแสดงในตารางที่ 4-2 ส่วนภาพที่ 4-4 เป็นตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางจากเทคนิค EDS และความหนาของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1 พบว่า

2.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L_α ที่ได้จากชั้นของฟิล์มบาง พบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้ความเข้มพิกของ Cr L_α เท่ากับ 32.88 C/S และเพิ่มขึ้นเป็น 102.64 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm เมื่อเพิ่มศักย์เร่งอิเล็กตรอนเป็น 8 kV ฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้ความเข้มพิกของ Cr L_α เท่ากับ 35.23 C/S และเพิ่มขึ้นเป็น 113.08 C/S เมื่อฟิล์มหนาเท่ากับ 284.5 nm เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้ความเข้มพิกของ Cr L_α เท่ากับ 33.73 C/S และเพิ่มเป็น 136.94 C/S เมื่อฟิล์มหนาเท่ากับ 284.5 nm สุดท้ายเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้ความเข้มพิกของ Cr L_α เท่ากับ 24.75 C/S และเพิ่มเป็น 108.63 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาพิกของ Cr L_α จากฟิล์มบาง พบว่าความเข้มพิกของ Cr L_α มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง เนื่องจากเมื่อยิงอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์มโครเมียมซึ่งเคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ อิเล็กตรอนที่กระทบและผ่านเข้าไปในชิ้นงานจะเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอม เกิดการถ่ายโอนพลังงานทำให้อิเล็กตรอนชั้นในมีพลังงานสูงขึ้นมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจรทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนวงในที่ชั้นโคจรนั้น ซึ่งเป็นผลให้อะตอมดังกล่าวอยู่ในสถานะกระตุ้น จากนั้นอะตอมจะลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน โดยปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543) ทำให้ความเข้มของพิก Cr L_α จากฟิล์มโครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับจึงมีค่ามากขึ้นเมื่อฟิล์มโครเมียมหนามากขึ้น โดยความสัมพันธ์ของความเข้มพิก Cr L_α จากฟิล์มมีลักษณะเดียวกันสำหรับทุกค่าของศักย์เร่งอิเล็กตรอน

หากพิจารณากรณีที่แปรค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน ซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าความเข้มพิกของ Cr L_α จากฟิล์มบางโครเมียมมีค่าเพิ่มขึ้นตามค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน เนื่องจากเมื่อเพิ่มศักย์เร่งอิเล็กตรอน พลังงานของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการวิเคราะห์จะมีค่าสูงทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสทะลุผ่านเข้าไปในชั้นฟิล์มทำอันตรกิริยากับอะตอมของโครเมียมในฟิล์มได้มากกว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนต่ำ ๆ

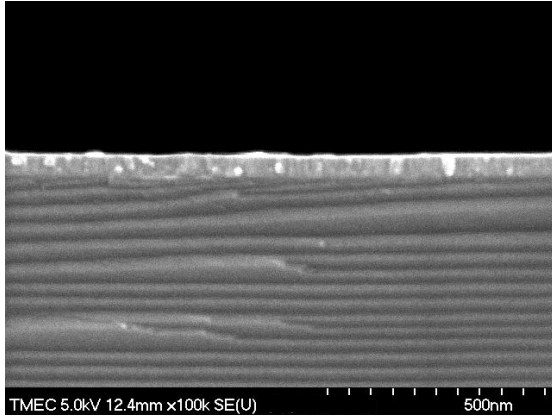
2.2 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ พบว่า เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้รับความเข้มฟลักซ์ของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับเท่ากับ 349.18 C/S และมีค่าลดลงเป็น 1.18 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm เมื่อเพิ่มศักย์เร่งอิเล็กตรอนเป็น 8 kV ฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้รับความเข้มฟลักซ์ของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับเท่ากับ 1093.14 และมีค่าลดลงเป็น 27.71 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm และเมื่อเพิ่มศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้รับความเข้มฟลักซ์ของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับเท่ากับ 2259.87 C/S และลดลงเป็น 303.40 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm สุดท้ายเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้รับความเข้มฟลักซ์ของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับ เท่ากับ 2915.91 C/S และลดลงเป็น 593.53 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาฟลักซ์ของ Si K_{α} ที่ได้จากวัสดุรองรับ พบว่าความเข้มฟลักซ์ของ Si K_{α} มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 6 kV เมื่อยิงอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์มโครเมียมซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะเสียพลังงานบางส่วนเมื่อทะลุผ่านชั้นของฟิล์มโครเมียม และเมื่อลงไปถึงชั้นของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับแล้วเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนวงในของซิลิกอนทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะลดระดับชั้นพลังงานเข้าแทนที่โดยคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ แต่รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ Si K_{α} จากวัสดุรองรับต้องผ่านชั้นฟิล์มโครเมียมออกมา (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543) กรณีนี้ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ Si K_{α} จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มโครเมียมที่เพิ่มขึ้น โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 8, 10 และ 12 kV ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

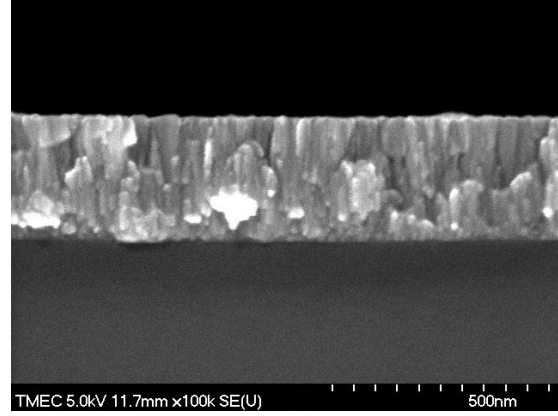
สำหรับความเข้มฟลักซ์ของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับมีค่าเพิ่มขึ้นตามศักย์เร่งอิเล็กตรอนพิจารณาฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm เนื่องจากพลังงานในการเร่งอิเล็กตรอนให้เข้าชนชิ้นงานมีพลังงานต่ำ ทำให้อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุรองรับได้น้อยและวิ่งเข้าชนอิเล็กตรอนวงในจึงหลุดได้ยาก เมื่อตรวจวัดความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะพบว่าค่าที่ตรวจวัดได้มีค่าน้อยกว่าการใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนพลังงานสูง และเมื่อพิจารณาความหนาที่ 284.5 nm ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

ตารางที่ 4-2 ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ จากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

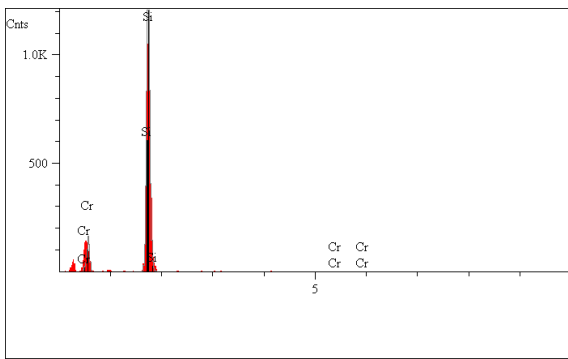
ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาเคลือบ (min)	ความหนา (nm)	ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (C/S)	
			Cr L α	Si K α
6	5.0	50.5	32.88	349.18
	10.0	94.0	54.69	128.99
	15.0	143.0	59.33	35.55
	20.0	191.0	60.85	7.09
	25.0	232.5	57.81	3.44
	30.0	284.5	102.64	1.18
8	5.0	50.5	35.23	1093.14
	10.0	94.0	54.52	613.00
	15.0	143.0	73.38	303.57
	20.0	191.0	86.16	147.75
	25.0	232.5	96.00	66.88
	30.0	284.5	113.08	27.71
10	5.0	50.5	33.73	2259.87
	10.0	94.0	63.85	1753.85
	15.0	143.0	89.69	1116.66
	20.0	191.0	101.97	686.29
	25.0	232.5	120.2	405.38
	30.0	284.5	136.94	303.40
12	5.0	50.5	24.75	2915.91
	10.0	94.0	49.95	2398.29
	15.0	143.0	66.97	1725.40
	20.0	191.0	85.26	1245.75
	25.0	232.5	102.8	897.03
	30.0	284.5	108.63	593.53



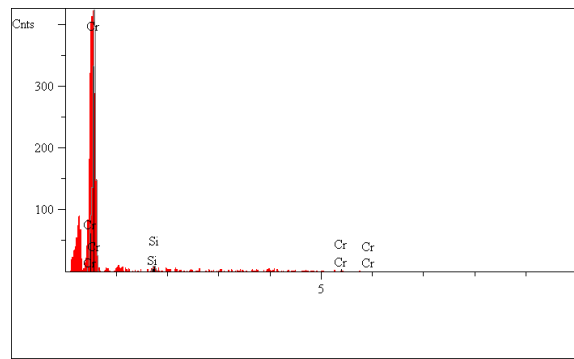
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm



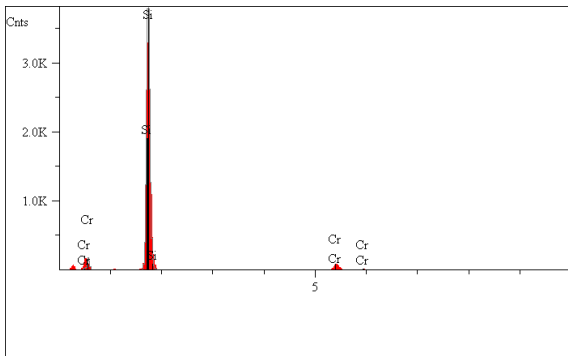
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 284.5 nm



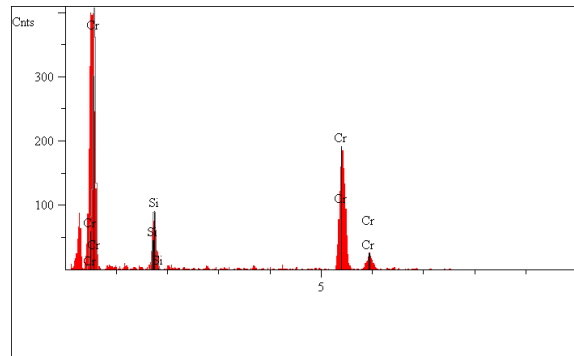
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 6 kV ฟิล์มหนา 50.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 6 kV ฟิล์มหนา 284.5 nm



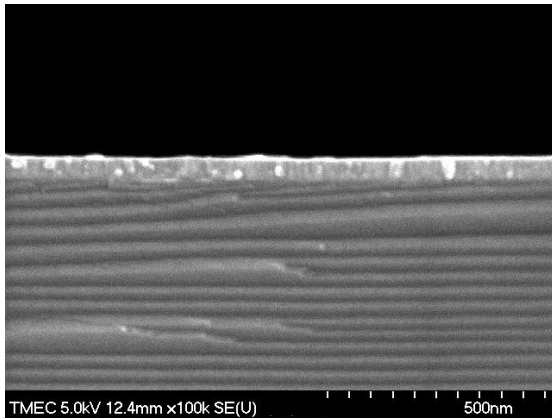
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 8 kV ฟิล์มหนา 50.5 nm



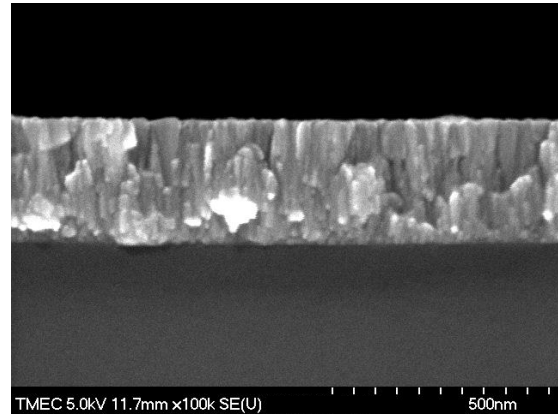
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 8 kV ฟิล์มหนา 284.5 nm

ภาพที่ 4-4 ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1

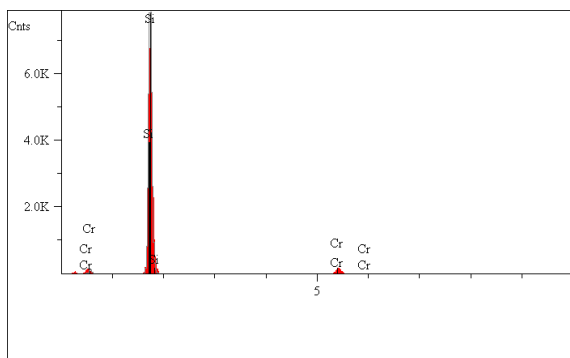
และผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนค่าต่าง ๆ



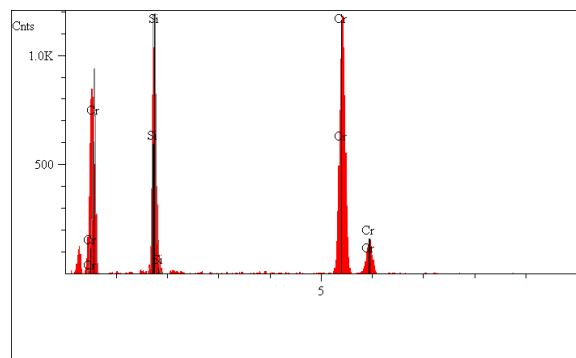
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm



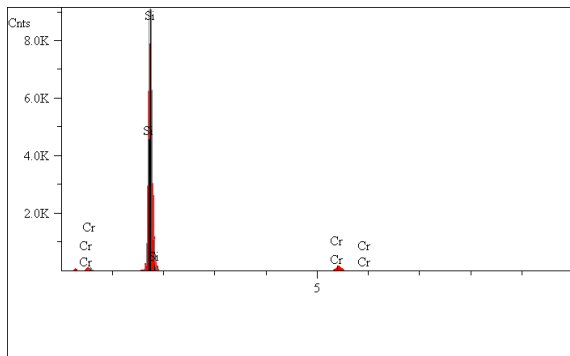
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 284.5 nm



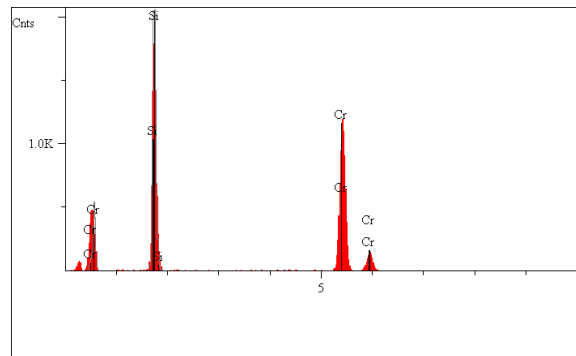
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 10 kV ฟิล์มหนา 50.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 10 kV ฟิล์มหนา 284.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 12 kV ฟิล์มหนา 50.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 12 kV ฟิล์มหนา 284.5 nm

ภาพที่ 4-4 (ต่อ) ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1
และผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนค่าต่าง ๆ

3. การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ในงานวิจัยนี้สร้างขึ้น โดยใช้ค่าความหนาของฟิล์มจากที่ตรวจวัดได้จากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้จากชิ้นงาน (ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอน) โดยแบ่งพิจารณาเป็น 2 กรณี คือ (1) พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Cr } L_\alpha$ จากฟิล์มบาง และ (2) พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Si } K_\alpha$ จากวัสดุรองรับ

3.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มบาง สมการของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น เมื่อใช้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของพีค $\text{Cr } L_\alpha$ จากฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค EDS และค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM พบว่ามีความสัมพันธ์กันตามสมการ

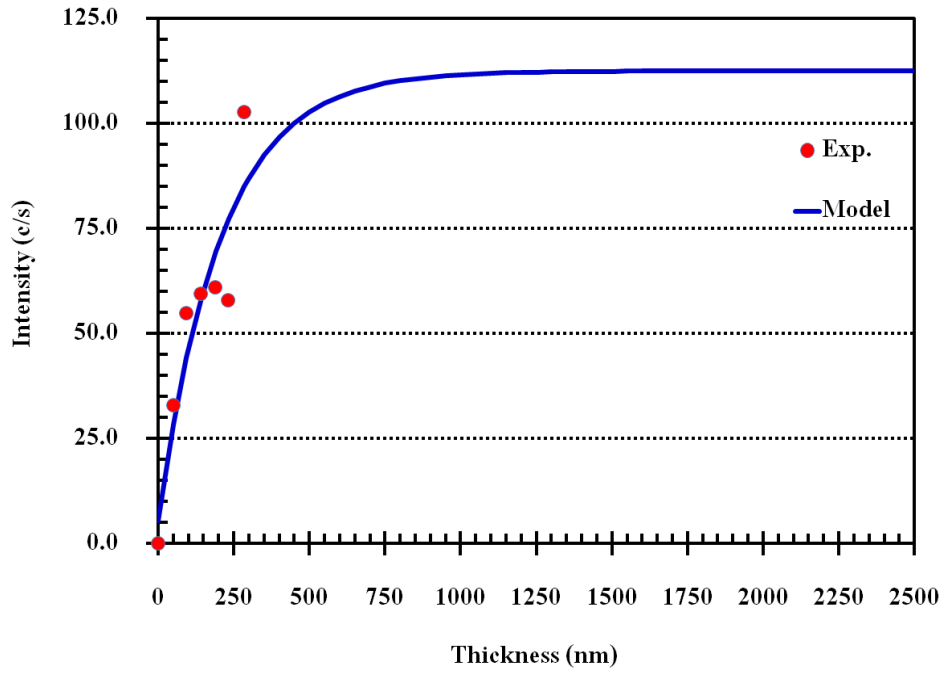
$$I_d = 107.15 (1 - e^{-0.0048 d}) \quad \dots\dots (4.1)$$

$$I_d = 147.637 (1 - e^{-0.0046 d}) \quad \dots\dots (4.2)$$

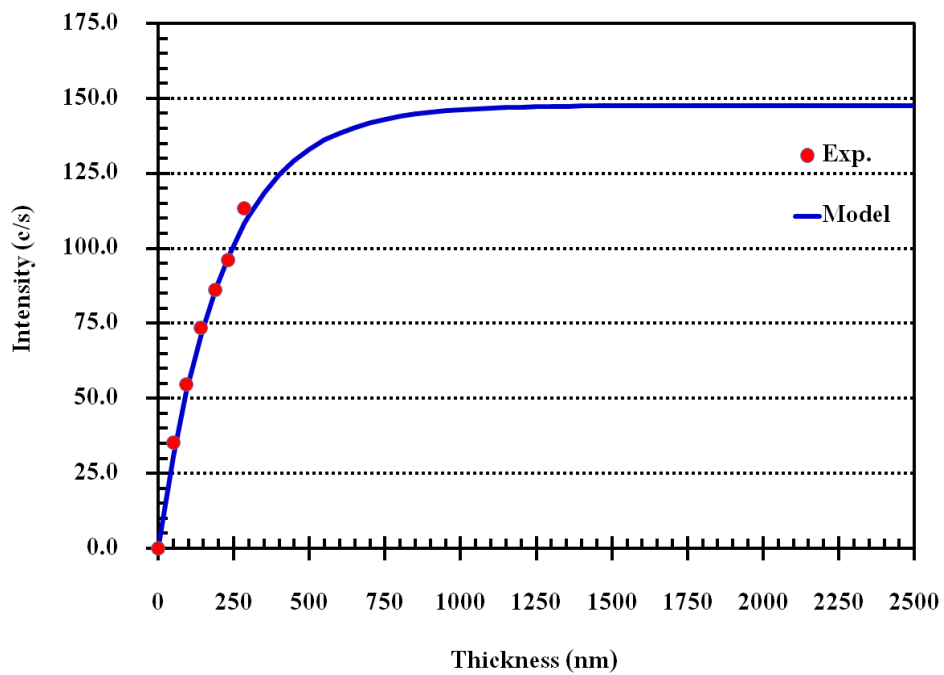
$$I_d = 203.29 (1 - e^{-0.0039 d}) \quad \dots\dots (4.3)$$

$$I_d = 187.67 (1 - e^{-0.0032 d}) \quad \dots\dots (4.4)$$

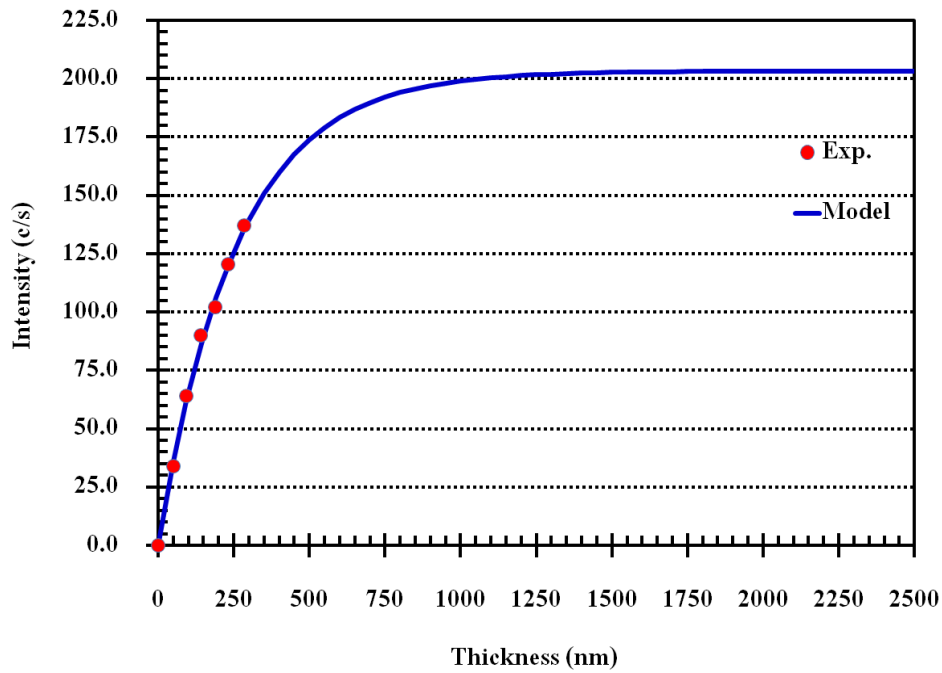
เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ d โดยสมการ 4.1 ถึง สมการ 4.4 ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6, 8, 10 และ 12 kV ตามลำดับ ในการวิเคราะห์และเมื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะกับความหนาฟิล์มได้กราฟดังภาพที่ 4-5 ถึง 4-8 ตามลำดับ พบว่าความสัมพันธ์ของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาของฟิล์ม ทั้ง 4 กรณีมีลักษณะคล้ายกัน กล่าวคือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Cr } L_\alpha$ จากฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม โดยช่วงแรกความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม (ในช่วง 0 - 250 nm) เนื่องจากชั้นฟิล์มยังมีความหนาน้อยอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจึงสามารถทะลุผ่านชั้นฟิล์มบางลงไปทำอันตรกิริยากับอะตอมโครเมียมเกิดเป็นรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมาได้ จากนั้นความเข้มรังสีเอกซ์เพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ (ในช่วง 250 - 1000 nm) เนื่องจากช่วงนี้ฟิล์มเริ่มมีความหนามากขึ้นทำให้อิเล็กตรอนทะลุผ่านชั้นฟิล์มลงไปได้น้อยลง จนช่วงสุดท้ายค่ารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเพิ่มเข้าสู่ค่าความเข้มอิ่มตัวในที่สุดเมื่อความหนามากกว่า 1000 nm ช่วงนี้อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปได้อีกความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจึงมีค่าคงที่ (เป็นค่าอิ่มตัวของแต่ละกรณี)



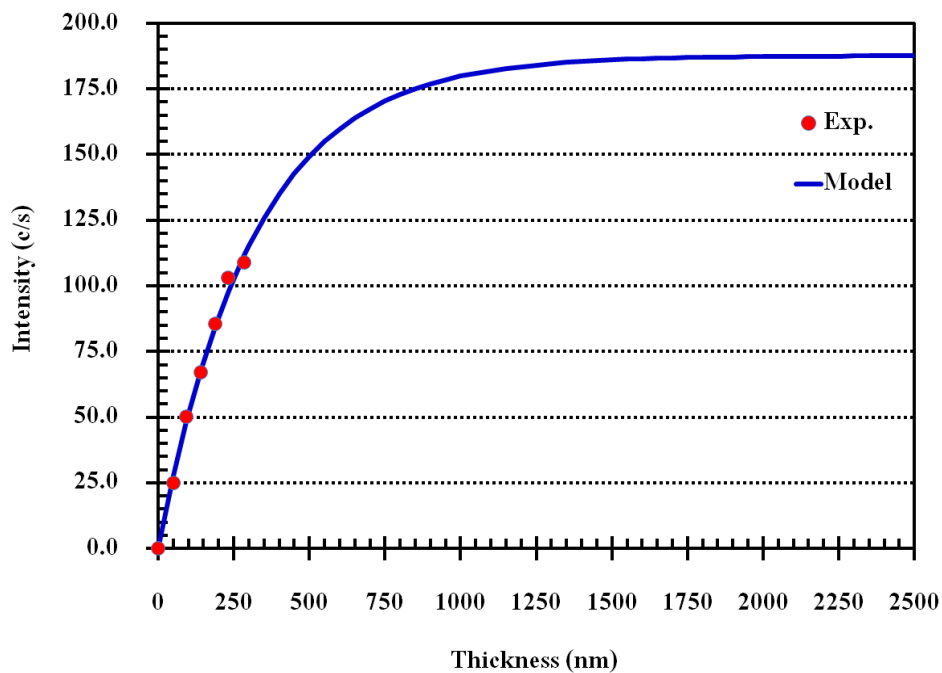
ภาพที่ 4-5 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV



ภาพที่ 4-6 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV



ภาพที่ 4-7 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV



ภาพที่ 4-8 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV

3.2 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ สมการของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น เมื่อใช้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของพีค Si K α ของวัสดุรองรับจากเทคนิค EDS และความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM พบว่ามีความสัมพันธ์กันตามสมการ

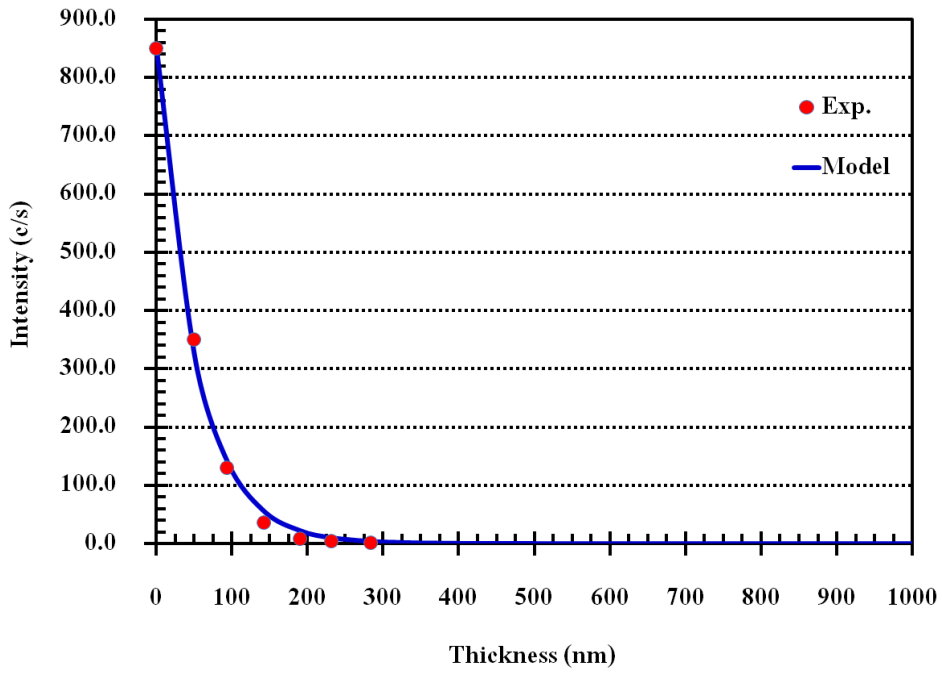
$$I_d = 855.44 e^{-0.0192 d} \quad \dots\dots (4.5)$$

$$I_d = 2249.24 e^{-0.0141 d} \quad \dots\dots (4.6)$$

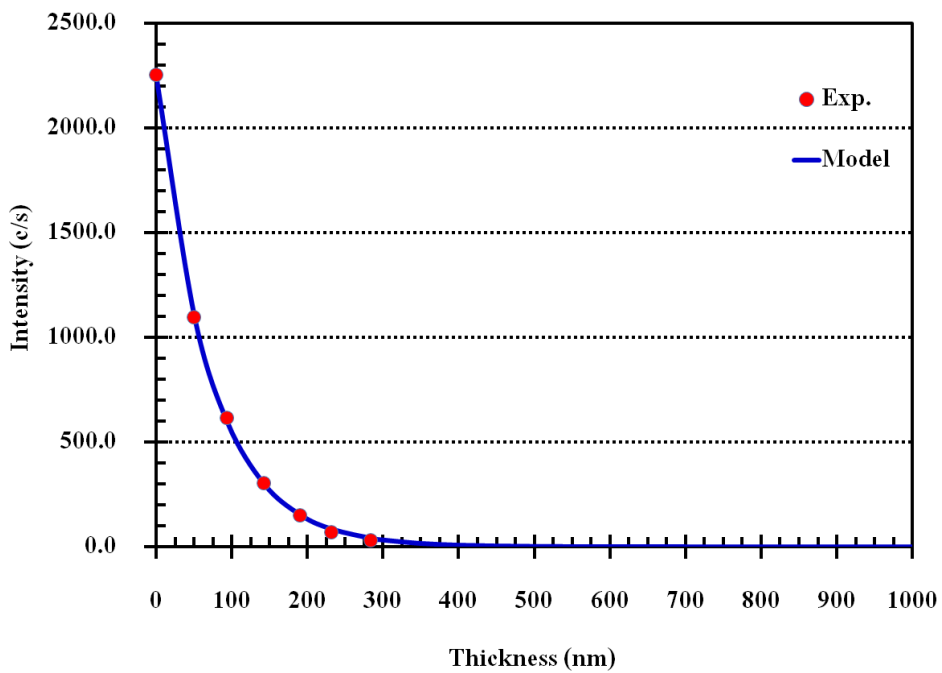
$$I_d = 3735.73 e^{-0.0088 d} \quad \dots\dots (4.7)$$

$$I_d = 5269.21 e^{-0.0083 d} \quad \dots\dots (4.8)$$

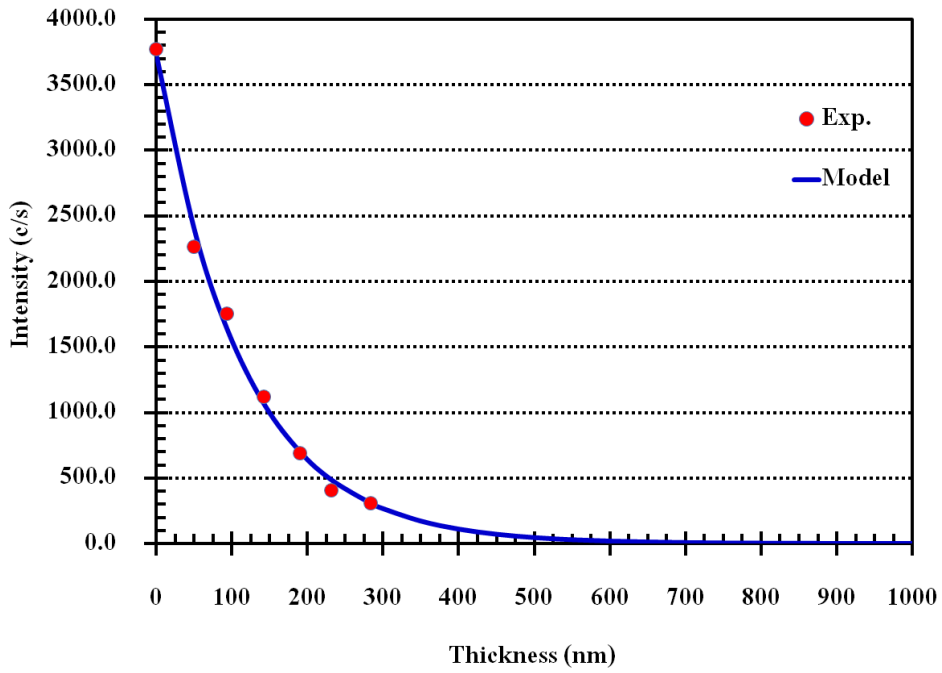
เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชิ้นงานที่มีฟิล์มบางหนาเท่ากับ d โดยสมการ 4.5 ถึง สมการ 4.7 ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6, 8, 10 และ 12 kV ตามลำดับ ในการวิเคราะห์และเมื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะกับความหนาฟิล์มได้กราฟดังภาพที่ 4-9 ถึง 4-12 ตามลำดับ ซึ่งพบว่าความสัมพันธ์ของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาของฟิล์ม ทุกกรณีมีลักษณะคล้ายกัน กล่าวคือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น โดยในช่วงแรกความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วตามความหนาฟิล์ม (ในช่วง 0 - 150 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV และ ช่วง 0- 200 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV ส่วนศักย์เร่งอิเล็กตรอนช่วง 10 - 12 kV มีค่าในช่วง 0- 300 nm) เนื่องจากเมื่อฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้นอิเล็กตรอนที่ฉายไปยังชิ้นงานส่วนใหญ่เสียพลังงานไปในชั้นฟิล์มโครเมียม ทำให้อิเล็กตรอนที่ผ่านไปถึงชั้นของวัสดุรองรับมีปริมาณน้อยทำให้ช่วงนี้รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับน้อยตามไปด้วย การลดลงของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะนี้ยังเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง เมื่อฟิล์มมีความหนา ในช่วง 150 - 250 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6- 8 kV และ ในช่วง 300 - 500 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 - 12 kV แต่ลดลงอย่างช้า ๆ ต่างจากช่วงแรก จนสุดท้ายค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ เมื่อฟิล์มมีความหนามากกว่า 250 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6-8 kV และ มากกว่า 500 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 - 12 kv



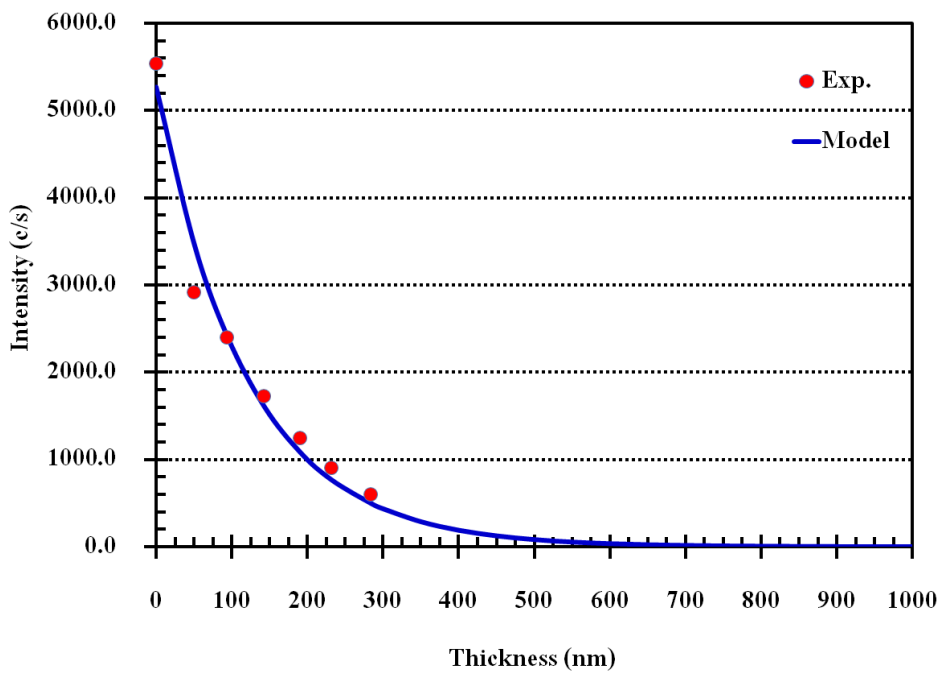
ภาพที่ 4-9 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV



ภาพที่ 4-10 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV



ภาพที่ 4-11 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV



ภาพที่ 4-12 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ วิเคราะห์จากฟิล์มบางชุดที่ 1
พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV

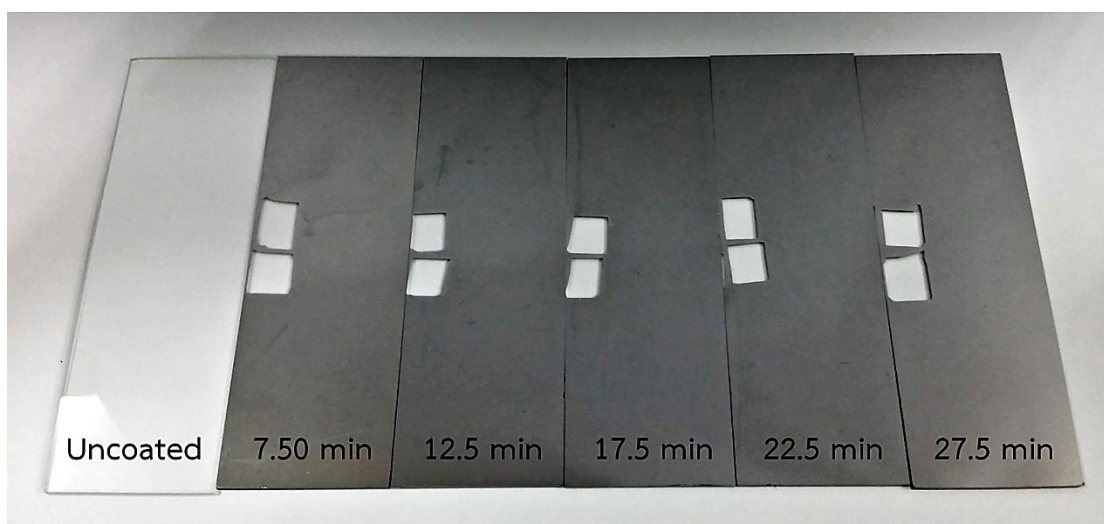
4.2 การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ส่วนนี้เป็นผลทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (สร้างจากฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1) โดยขั้นนี้ได้แบ่งงานออกเป็น 3 ส่วนย่อยได้แก่ การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และการเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และความหนาฟิล์มจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ซึ่งมีผลการศึกษาดังนี้

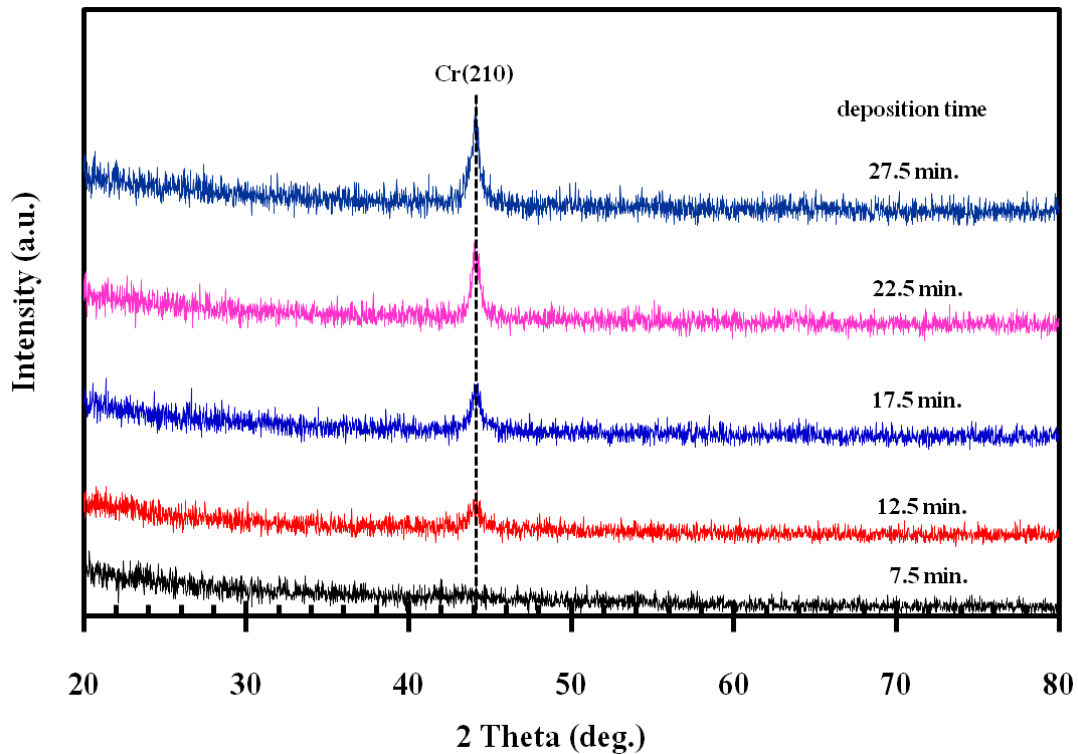
1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (ฟิล์มบางชุดที่ 2) เคลือบด้วยระบบสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5, 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที ผลการศึกษาประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ดังนี้

ฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบพบว่าผิวหน้าของฟิล์มมีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มีนวลและสะท้อนแสงดี (ภาพที่ 4-13) โดยฟิล์มบางชุดนี้ ความหนามีค่าอยู่ในช่วง 70.5 - 263.5 nm



ภาพที่ 4-13 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์



ภาพที่ 4-14 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

ภาพที่ 4-14 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มโครเมียมชุดที่ 2 ซึ่งเคลือบบนซิลิกอน ทั้งนี้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มชุดที่ 2 ที่เตรียมได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ โดยฟิล์มที่ได้เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 นาที ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟิล์มที่ได้อาจมีโครงสร้างแบบอสัณฐานหรือฟิล์มที่เตรียมได้มีความหนาน้อยมาก แต่เมื่อเพิ่มเวลาเคลือบ (12.5 นาทีขึ้นไป) พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ $44.11^{\circ} - 44.16^{\circ}$ ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) ทั้งนี้ยังพบอีกว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้มีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบด้วย

สำหรับ ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก และค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางชุดที่ 2 สรุปได้ดังตารางที่ 4-3 พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ โดยฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 นาที ฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 70.5 nm และเพิ่มเป็น 263.5 nm เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 27.5 นาที เนื่องจากเมื่อใช้เวลาเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ถูกสปัตเตอร์ออกมาอยู่ในสถานะไอจะมีโอกาสตกเคลือบควบแน่นและสะสมพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ (นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, วุฒิพงศ์ ศาสนสุพิน และสยาม วีรวิศกุล, 2552)

ตารางที่ 4-3 ค่าความหนา ความหนาผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

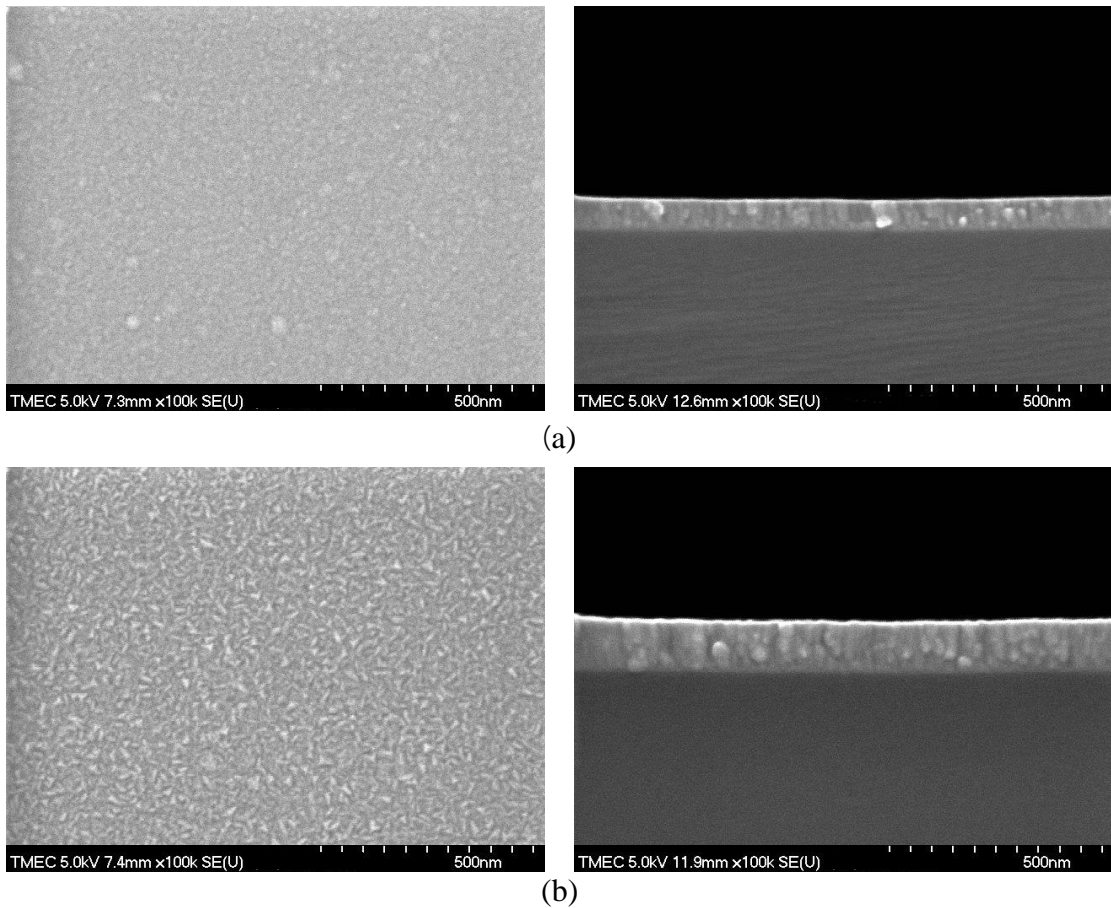
เวลาเคลือบ (นาทีก)	ความหนา (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	ความหนาผิว (nm)
7.5	70.5	N/A	N/A	0.5
12.5	122.0	31.7	4.5833	0.8
17.5	165.0	33.6	4.5808	0.9
22.5	210.0	35.7	4.5823	1.0
27.5	263.5	37.3	4.5852	1.2

ในส่วนของคุณสมบัติของฟิล์มบางที่เคลือบซึ่งคำนวณจากสมการ Scherrer พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 31.7 nm เป็น 37.3 nm โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 7.5 นาที ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ซึ่งอาจมีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานจึงไม่สามารถคำนวณขนาดผลึกได้

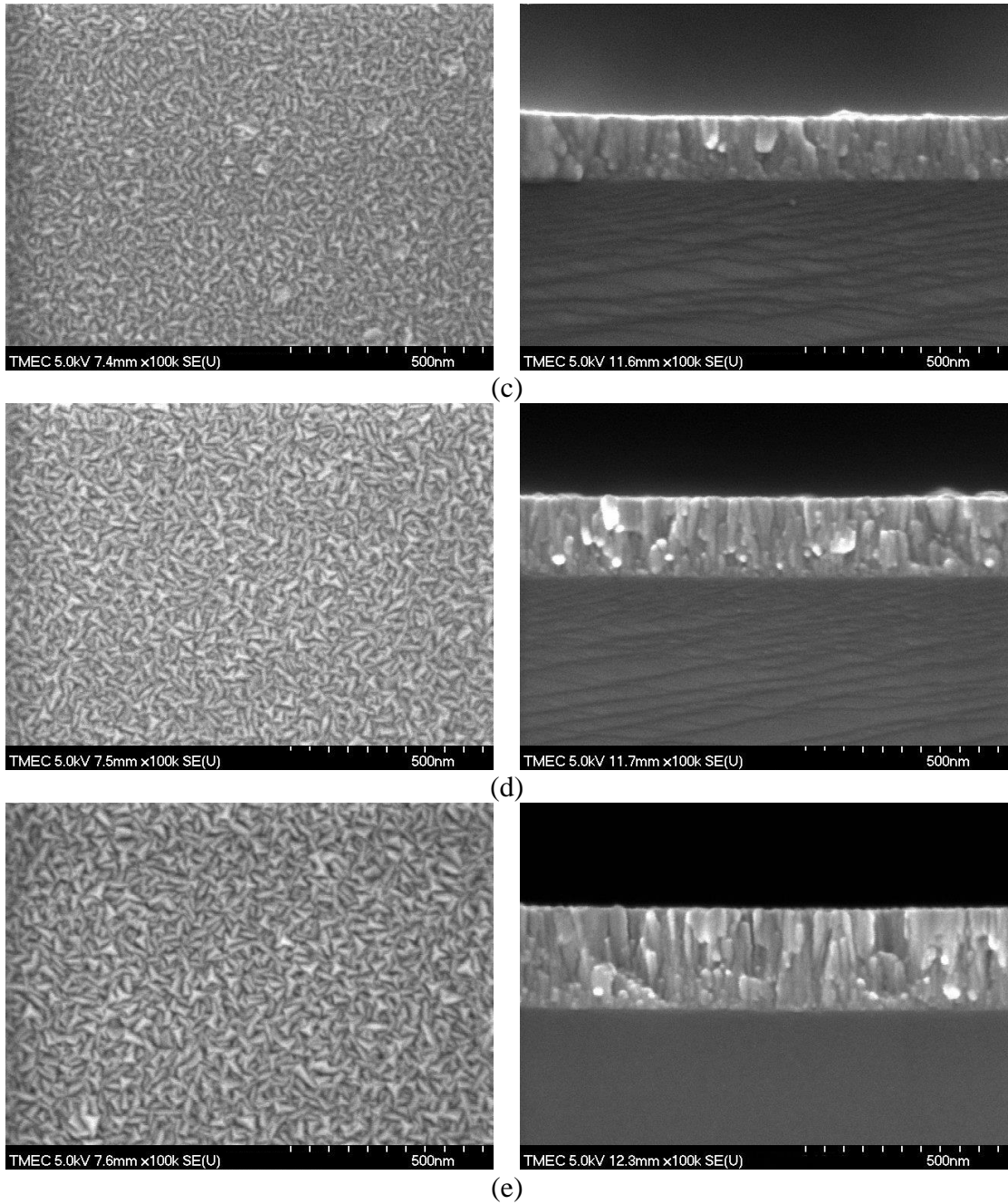
ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางชุดที่ 2 ซึ่งคำนวณจากสมการระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 – 4.5852 Å ใกล้เคียงค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 สำหรับความหนาผิวของฟิล์มพบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นความหนาผิวของฟิล์มที่เตรียมได้มีค่าเพิ่มขึ้น จาก 0.3 nm เป็น 1.3 nm แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีพื้นผิวของหน้าฟิล์มที่เรียบเป็นอย่างดี

ภาพที่ 4-15 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อเคลือบโดยใช้เวลา 7.5 นาที เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม โดยรวมค่อนข้างเรียบส่วนฟิล์มที่เคลือบโดยใช้เวลาเพิ่มขึ้นเป็น 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็น แท่งเหลี่ยมพีระมิดยอดแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น และความหนาผิวเพิ่มจาก 0.5 nm เป็น 1.2 nm (ตารางที่ 4-3) เนื่องจากเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ตกเคลือบสะสมพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มมีมากขึ้นอีกทั้งยังทำให้เกิดความร้อนจากการตกเคลือบของอะตอมสารเคลือบซึ่งส่งผลให้มีพลังงานในการเคลื่อนไหวสูง นอกจากนี้ขณะที่เกิดการเคลือบอะตอมของสารเคลือบจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว ซึ่งเคลื่อนที่จนไปชนและรวมตัวกันเป็นชั้นของฟิล์มที่มีความหนาเพิ่มขึ้น เกรนของฟิล์มจึงมีขนาดใหญ่ขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ

ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ จะเห็นว่าเมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 นาที เนื้อฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งในลักษณะคอลัมน์าร์และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างน้อย และเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างเป็นแบบแท่งมีลักษณะแหลมเรียว แสดงลักษณะแบบคอลัมน์าร์ชัดเจนขึ้น และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างน้อย ในส่วนของความหนาฟิล์ม พบว่าเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มจาก 70.5 nm เป็น 263.5 nm (ตารางที่ 4-3) เนื่องจากเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่ม อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้มากขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนามากขึ้น



ภาพที่ 4-15 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ
(a) 7.5 นาที (b) 12.5 นาที (c) 17.5 นาที (d) 22.5 นาที (e) 27.5 นาที



ภาพที่ 4-15 (ต่อ) ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2
เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ
(a) 7.5 นาที (b) 12.5 นาที (c) 17.5 นาที (d) 22.5 นาที (e) 27.5 นาที

2. การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2

เมื่อนำฟิล์มบางชุดที่ 2 ไปวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS โดยใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนต่างกัน 4 ค่า คือ 6, 8, 10 และ 12 kV พบว่าค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางและวัสดุรองรับ มีค่าเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอนและความหนาของฟิล์มบาง ดังแสดงในตารางที่ 4-4 โดยภาพที่ 4-16 เป็นตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2 โดยพบว่า

2.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L_α ที่ได้จากฟิล์มบาง พบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm ได้ความเข้มพิกของ Cr L_α เท่ากับ 42.02 C/S และเพิ่มขึ้นมีค่าเป็น 95.54 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 2863.5 nm และเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm ได้ความเข้มพิกของ Cr L_α เท่ากับ 49.23 C/S และเพิ่มเป็น 128.55 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 263.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาพิกของ Cr L_α จากฟิล์มบางพบว่าความเข้มพิกของ Cr L_α มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง เนื่องจากเมื่อยิงอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์มโครเมียมซึ่งเคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ โดยอิเล็กตรอนที่ถูกยิงเข้าไปจะเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอม เกิดการถ่ายโอนพลังงานทำให้อิเล็กตรอนชั้นในมีพลังงานสูงขึ้นมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนวงในที่ชั้นโคจรนั้น ซึ่งเป็นผลให้อะตอมดังกล่าวอยู่ในสถานะกระตุ้น จากนั้นอะตอมจะลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน โดยปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543) ทั้งนี้ความเข้มของพิก Cr L_α จากฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอนที่บนวัสดุรองรับจึงมีค่ามากขึ้นเมื่อฟิล์มบางโครเมียมหนามากขึ้น เหตุการณ์นี้เกิดขึ้นสำหรับทุกค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน

หากพิจารณากรณีที่แปรค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน ซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าความเข้มพิกของ Cr L_α จากฟิล์มบางโครเมียมมีค่าเพิ่มขึ้นตามค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน โดยเมื่อเพิ่มศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ใช้วิเคราะห์พลังงานของอิเล็กตรอนที่ออกมาจะมีค่าสูงทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสหทะลุผ่านเข้าไปในชั้นฟิล์มโครเมียมแล้วเกิดอันตรกิริยากับอะตอมของโครเมียมในฟิล์มได้มากกว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนต่ำ ๆ

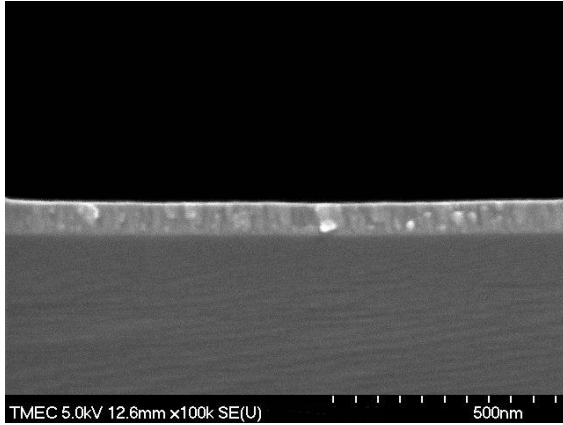
2.2 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ พบว่า โดยพบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm ได้ความเข้มพีคของ Si K α มีค่าเท่ากับ 215.63 C/S และมีค่าลดลงเป็น 4.57 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 263.5 nm และเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm ได้ความเข้มพีคของ Si K α มีค่าเท่ากับ 2049.61 C/S และมีค่าลดลงเท่ากับ 407.75 C/S เมื่อฟิล์มบางมีความหนาเท่ากับ 263.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาพีคของ Si K α ที่ได้จากวัสดุรองรับ พบว่าความเข้มพีคของ Si K α มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ เนื่องจากเมื่อยิงอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์มบางโครเมียมซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะเสียพลังงานบางส่วนเมื่อทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางโครเมียม ซึ่งเมื่อลงไปถึงชั้นของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับแล้วเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนวงในของซิลิกอนทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะลดระดับชั้นพลังงานเข้าแทนที่ โดยคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ แต่รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ Si K α จากวัสดุรองรับต้องผ่านชั้นของฟิล์มบางโครเมียมออกมา ซึ่งกรณีนี้ทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มโครเมียมที่เพิ่มขึ้น ปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นทุกค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ใช้ในงานวิจัยนี้

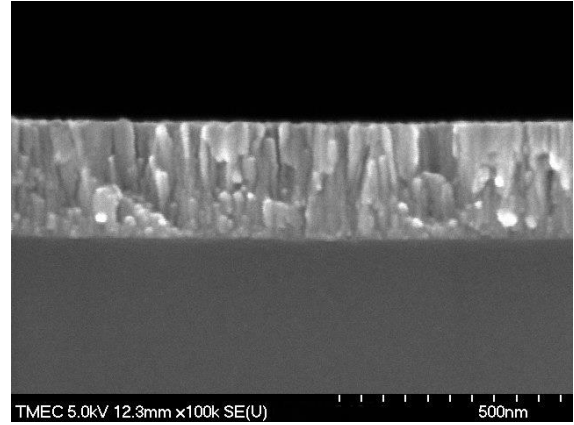
หากพิจารณากรณีแปรค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนของอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ความเข้มพีคของ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าเพิ่มขึ้นตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน หากพิจารณาฟิล์มชุดที่ 2 ที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm เนื่องจากพลังงานในการเร่งอิเล็กตรอนให้เข้าชนชิ้นงานมีพลังงานต่ำ ทำให้อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุรองรับได้น้อยการเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจึงมีค่าน้อยน้อยกว่าการใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนพลังงานสูง ปรากฏการณ์เกิดขึ้นสำหรับทุกเงื่อนไขการเคลือบในงานวิจัยนี้

ตารางที่ 4-4 ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

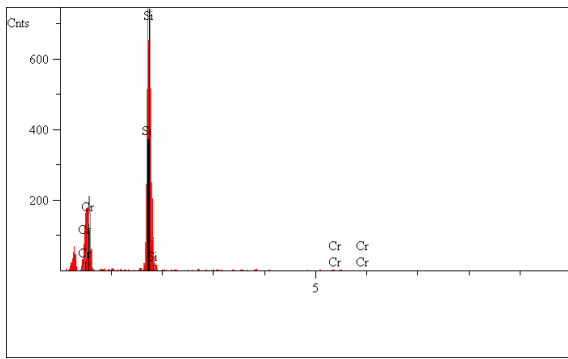
ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาเคลือบ (min)	ความหนา (nm)	ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (C/S)	
			Cr L α	Si K α
6	7.5	70.5	42.02	215.63
	12.5	122.0	58.94	65.97
	17.5	165.0	59.18	16.34
	22.5	210.0	62.50	5.20
	27.5	263.5	95.54	4.57
8	7.5	70.5	41.61	757.64
	12.5	122.0	66.99	423.18
	17.5	165.0	78.40	219.62
	22.5	210.0	87.94	99.00
	27.5	263.5	100.25	40.27
10	7.5	70.5	49.23	2049.61
	12.5	122.0	77.23	1319.91
	17.5	165.0	96.65	872.59
	22.5	210.0	110.97	540.08
	27.5	263.5	128.55	407.75
12	7.5	70.5	37.88	2683.74
	12.5	122.0	58.58	2062.09
	17.5	165.0	76.56	1465.21
	22.5	210.0	94.05	1063.17
	27.5	263.5	105.51	719.07



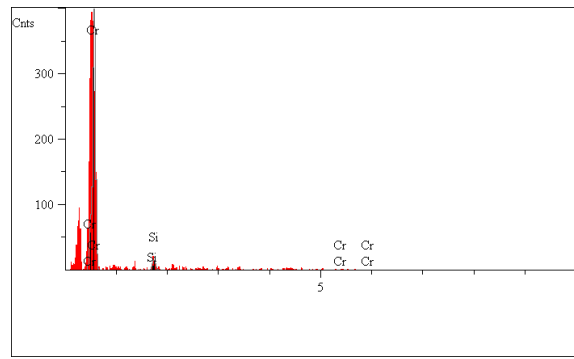
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm



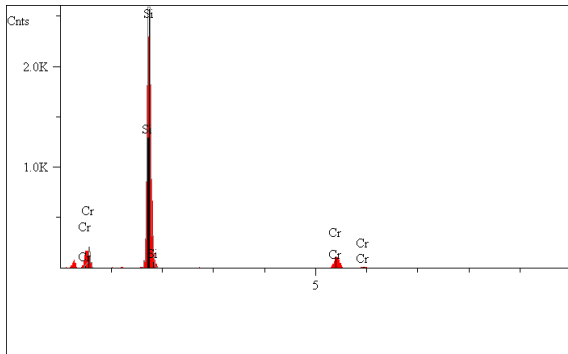
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 263.5 nm



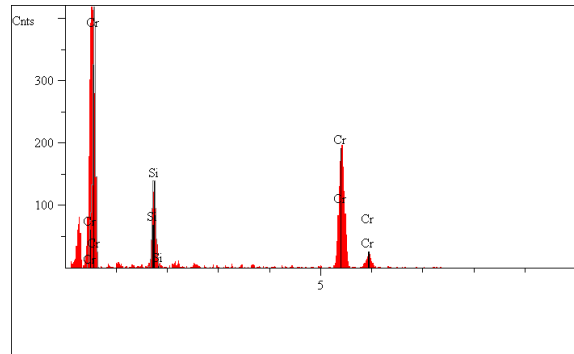
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 6 kV ฟิล์มหนา 70.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 6 kV ฟิล์มหนา 263.5 nm



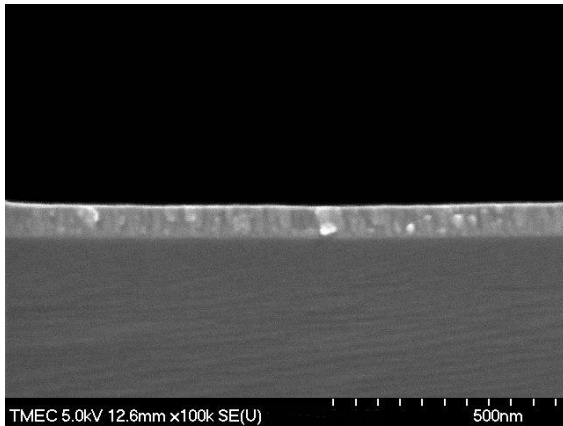
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 8 kV ฟิล์มหนา 70.5 nm



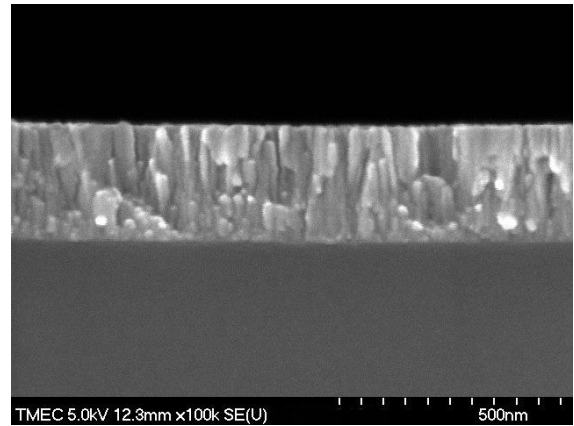
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 8 kV ฟิล์มหนา 263.5 nm

ภาพที่ 4-16 ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2

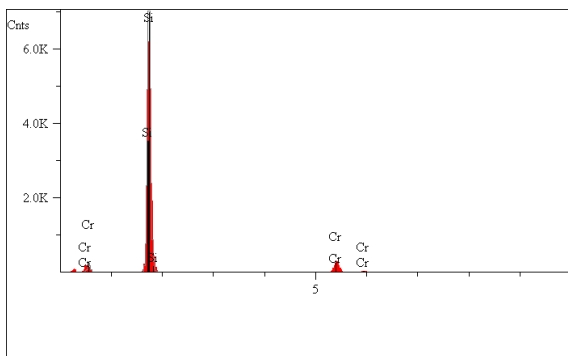
และผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนค่าต่าง ๆ



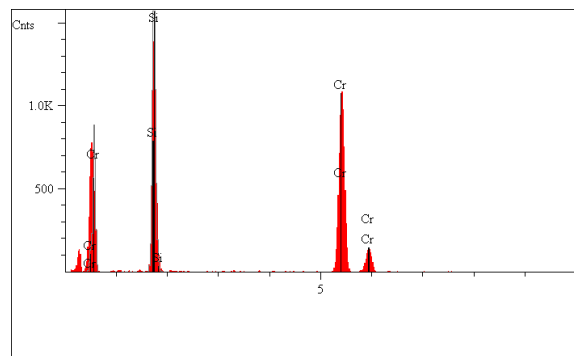
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm



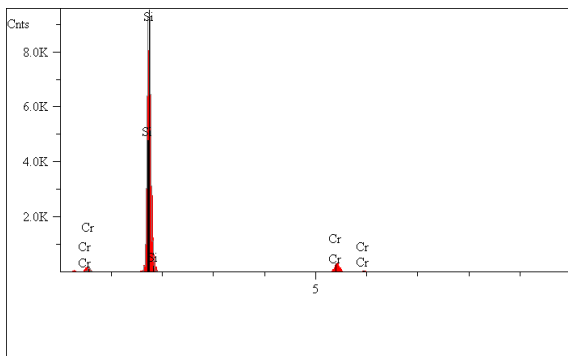
ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 263.5 nm



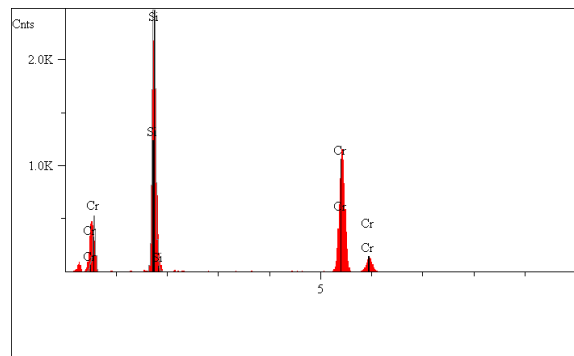
ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 10 kV ฟิล์มหนา 70.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 10 kV ฟิล์มหนา 263.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 12 kV ฟิล์มหนา 70.5 nm



ผลวิเคราะห์ EDS ที่ 12 kV ฟิล์มหนา 263.5 nm

ภาพที่ 4-16 (ต่อ) ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2

และผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนค่าต่าง ๆ

3. การเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มบางจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

การประเมินความถูกต้องของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์สำหรับวัดความหนาฟิล์มในงานวิจัยนี้ ใช้การเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มบางชุดที่ 2 ที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค FE-SEM กับค่าที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นจากฟิล์มบางชุดที่ 1 โดยนำฟิล์มบางชุดที่ 2 (ที่ได้จากวิธีเดียวกับการเตรียมฟิล์มบางชุดที่ 1) ไปวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS แล้วนำค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้ไปแทนในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ซึ่งแยกพิจารณาเป็น 2 กรณี ดังนี้

3.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง แบ่งตามค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ใช้ในการวิเคราะห์ชิ้นงาน (ตารางที่ 4-5) มีผลดังนี้คือ

3.1.1 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 2 ในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.1) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มที่ได้มีความคลาดเคลื่อนสูงมากในช่วง 1.67 - 76.04 %

3.1.2 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 2 ในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.2) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มที่ได้มีความคลาดเคลื่อนสูงมากในช่วง 0.99 - 6.97 %

3.1.2 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 2 ในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.3) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงความหนาจากเทคนิค FE-SEM โดยมีความคลาดเคลื่อนเพียง 1.09 - 2.82 %

3.1.2 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12 kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 2 ในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.4) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงความหนาจากเทคนิค FE-SEM โดยมีความคลาดเคลื่อนเพียง 0.02 - 4.23 %

จากผลการศึกษาพบว่า เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากเทคนิค FE-SEM (ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าจริง) พบว่ามีค่าใกล้เคียงกันสำหรับทุกค่าของศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้เกือบทั้งหมด โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ให้ค่าความหนาของฟิล์มที่มีค่าความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุดคือ ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV และมีความคลาดเคลื่อนสูงที่สุดเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ส่วนที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV และ 12 kV มีความคลาดเคลื่อนปานกลาง

ทั้งนี้โดยสรุปแล้วพบว่าความคลาดเคลื่อนของค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์แปรไปตามค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนโดยค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่เหมาะสมคือที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV (ความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด ในช่วง 1.09 - 2.82 %) เนื่องจาก เมื่อใช้ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่ใช้เป็นโพรบสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS มีค่า

น้อยเกินไปจึงไม่สามารถทำให้อะตอมโครเมียมในชั้นฟิล์มเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้ทั้งหมดตามที่เป็นจริง แต่เมื่อเพิ่มศักย์อิเล็กตรอนเป็น 8 - 12 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่ใช้วิเคราะห์ฟิล์มมีค่ามากพอในการกระตุ้นให้อะตอมของโครเมียมในชั้นฟิล์มปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเพิ่มขึ้น จึงทำให้ ค่าความหนาของฟิล์มบางได้มีค่าใกล้เคียงค่าความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM มากขึ้น

ตารางที่ 4-5 ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมจากเทคนิค FE-SEM และ จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มบาง

ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาเคลือบ (min)	ความหนาจาก เทคนิค FE-SEM (nm)	ความหนาจาก แบบจำลองทาง คณิตศาสตร์ (nm)	%Error
6	7.5	70.5	103.92	47.40
	12.5	122.0	166.71	36.65
	17.5	165.0	167.75	1.67
	22.5	210.0	182.72	12.99
	27.5	263.5	463.88	76.04
8	7.5	70.5	71.43	1.31
	12.5	122.0	130.46	6.93
	17.5	165.0	163.37	0.99
	22.5	210.0	195.36	6.97
	27.5	263.5	245.18	6.95
10	7.5	70.5	71.7	1.68
	12.5	122.0	123.5	1.26
	17.5	165.0	166.8	1.09
	22.5	210.0	204.1	2.82
	27.5	263.5	258.7	1.83
12	7.5	70.5	70.96	0.65
	12.5	122.0	117.77	3.47
	17.5	165.0	164.97	0.02
	22.5	210.0	218.88	4.23
	27.5	263.5	259.98	1.34

3.2 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ แบ่งตามค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ใช้ในการวิเคราะห์ชิ้นงาน มีผลดังนี้คือ

3.2.1 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.5) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มที่ได้มีความคลาดเคลื่อนค่อนข้างมาก มีค่าอยู่ในช่วง 1.99 – 26.79%

3.2.2 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.6) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มที่ได้มีความคลาดเคลื่อนน้อย (ต่ำกว่า 10%) โดยมีความคลาดเคลื่อนอยู่ในช่วง 0.13 – 9.32 %

3.2.3 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.7) พบว่า ค่าความหนาที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงความหนาจากเทคนิค FE-SEM มาก ความหนาของฟิล์มที่คำนวณได้มีความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 5% โดยมีความคลาดเคลื่อนเพียง 0.19 – 4.69%

3.2.4 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 12kV และแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.8) พบว่า ค่าความหนาที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ มีค่าต่างจากความหนาจากเทคนิค FE-SEM ปานกลาง โดยมีความคลาดเคลื่อนในช่วง 6.62 – 15.20%

จากผลการศึกษาพบว่า เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากเทคนิค FE-SEM (กำหนดให้เป็นค่าจริง) พบว่ามีค่าใกล้เคียงกันสำหรับทุกค่าของศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ใช้เกือบทั้งหมด ยกเว้นแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากกรณีศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ซึ่งให้ค่าความหนาของฟิล์มที่มีความคลาดเคลื่อนสูงที่สุด โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ให้ค่าความหนาของฟิล์มที่มีค่าความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด คือ เมื่อใช้ ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ส่วนที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 8 kV และ 12 kV มีความคลาดเคลื่อนปานกลาง

โดยสรุปแล้วพบว่าความคลาดเคลื่อนของค่าความหนาฟิล์มจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์แปรตามค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนโดยค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่เหมาะสมคือที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV (ความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด ในช่วง 0.19 – 4.69 %) เนื่องจากเมื่อใช้ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่ใช้เป็นโพรบสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS มีค่าน้อยเกินไปเมื่อส่งผ่านชั้นฟิล์มบางลงไปถึงชั้นของวัสดุรองรับพลังงานจึงมีค่าน้อยลงทำให้รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่เกิดขึ้นจากชั้นของวัสดุรองรับมีค่าน้อย อีกทั้งยังต้องทะลุ/ส่งผ่านชั้นฟิล์มซึ่งอาจถูกดูดกลืนโดยชั้นฟิล์มก่อนออกจากชิ้นงานมายังหัววัดทำให้ค่า รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับในกรณีนี้มีค่าน้อยเกินจริง ส่งผลให้ค่าความหนาที่ได้มีความคลาดเคลื่อนสูง แต่เมื่อเพิ่มศักย์เร่งอิเล็กตรอนเป็น 8-12 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการวิเคราะห์ซึ่งถูกยิงไปที่ชิ้นงานมีค่ามากพอในการกระตุ้นให้อะตอมของซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับให้ปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่มีพลังงานมากพอที่จะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มที่เคลือบทับอยู่ออกมาจากชิ้นงานได้มากขึ้น จึงทำให้ค่าความหนาของฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองมีความคลาดเคลื่อนน้อยลง

ตารางที่ 4-6 ความหนาของฟิล์มบางโครเมียมจากเทคนิค FE-SEM และ จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์
กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ

ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาการเคลือบ (min)	ความหนาจากเทคนิค FE-SEM (nm)	ความหนาจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (nm)	%Error
6	7.5	70.5	71.90	1.99
	12.5	122.0	133.70	9.59
	17.5	165.0	206.52	25.16
	22.5	210.0	266.26	26.79
	27.5	263.5	273.00	3.60
8	7.5	70.5	77.07	9.32
	12.5	122.0	118.32	3.01
	17.5	165.0	164.78	0.13
	22.5	210.0	221.22	5.34
	27.5	263.5	284.93	8.13
10	7.5	70.5	68.24	3.20
	12.5	122.0	118.27	3.06
	17.5	165.0	165.32	0.19
	22.5	210.0	219.86	4.69
	27.5	263.5	251.81	4.44
12	7.5	70.5	81.22	15.20
	12.5	122.0	112.94	7.43
	17.5	165.0	154.08	6.62
	22.5	210.0	192.69	8.24
	27.5	263.5	239.76	9.01

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

ผลการศึกษาในงานวิจัยนี้ มี 2 ส่วน ได้แก่ การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ และการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ มีผลโดยสรุปดังนี้

1. การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

1.1 फिल्मบางโครเมียมเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน ชุดที่ 1 ที่เคลือบได้ มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ ทึบสะท้อนแสงดี फिल्मที่ใช้ในการศึกษาชุดนี้มีความหนาในช่วง 50.5 - 284.5 nm

1.2 โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลา 5-10 นาที फिल्मที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบบอสน์ฐานและเปลี่ยนเป็นผลึกที่ระนาบ (210) เมื่อเวลามากกว่า 15 นาที ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้มีค่าในช่วง 4.5877 - 4.5946 Å

1.3 ความหนาผิวและขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ

1.4 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L α จากชั้นฟิล์มบาง มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น ส่วนความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากชั้นของวัสดุรองรับ มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น

1.5 แบบจำลองทางคณิตศาสตร์สร้างโดยใช้ค่าความหนาของฟิล์มที่วัดได้จากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชิ้นงาน แบ่งเป็น 2 กรณีดังนี้

1.5.1 กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L α จากชั้นของฟิล์มบาง กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีการเปลี่ยนแปลง 3 ช่วง ช่วงแรกความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม จากนั้นเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ และ เพิ่มเข้าสู่ค่าอิมิตัวในช่วงท้าย ซึ่งมีความสัมพันธ์ตามสมการ $I_d = I_s (1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มอิมิตัวของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ยังเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอนด้วย

1.5.2 กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากวัสดุรองรับ กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีการเปลี่ยนแปลง 3 ช่วง ช่วงแรกความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม จากนั้นลดลงอย่างช้า ๆ และ ลดลงมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ในช่วงท้าย ซึ่งมีความสัมพันธ์ตามสมการ $I_d = I_s e^{-\alpha d}$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับเมื่อไม่มีชั้นฟิล์ม ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มบางจาก

2. การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

2.1. फिल्मบางโครเมียมเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน ชุดที่ 2 ที่เคลือบได้ มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ ทึบสะท้อนแสงดี फिल्मที่ใช้ในการศึกษามีความหนาในช่วง 70.5 - 263.5 nm

2.2. โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลา 7.5 นาที फिल्मที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบออสธูเนียนและเปลี่ยนเป็นผลึกที่ระนาบ (210) เมื่อเวลามากกว่า 12.5 นาที ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 - 4.5852 Å

2.3. ความหนาผิวและขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ

2.4. ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L_α จากฟิล์มบาง มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น และความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K_α จากวัสดุรองรับ มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น

2.5. การทดสอบเปรียบเทียบความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค FE-SEM แบ่งเป็น 2 กรณีดังนี้

2.5.1. กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม ค่าความหนาของฟิล์มจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงค่าที่ได้จากเทคนิค FE-SEM ทั้งหมด ยกเว้นที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV มีความคลาดเคลื่อนสูงถึง 76.04 % โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ให้ค่าความหนาของฟิล์มใกล้เคียงค่าความหนาจริงจากเทคนิค FE-SEM คือ ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV โดยความหนาฟิล์มที่คำนวณได้มีความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 5%

2.5.2. กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ ค่าความหนาของฟิล์มจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงค่าจากเทคนิค FE-SEM ทั้งหมด ยกเว้นที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV มีความคลาดเคลื่อนสูงถึง 26.79 % โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ให้ค่าความหนาของฟิล์มใกล้เคียงค่าความหนาจริงจากเทคนิค FE-SEM คือ ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV โดยความหนาฟิล์มที่คำนวณได้มีความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 5%

2.6. เมื่อเปรียบเทียบความหนาฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ทั้ง 2 กรณี พบว่า

2.6.1. ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ชิ้นงาน เพื่อสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ สำหรับงานวิจัยนี้คือ 10 kV

2.6.2. เมื่อพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มและ รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ พบว่าค่าความหนาของฟิล์มที่คำนวณได้มีค่าแตกต่างกันโดย ค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม (ความคลาดเคลื่อนประมาณ 1.09 - 2.82 %) จะให้ค่าที่ถูกต้องมากกว่าค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ (ความคลาดเคลื่อนประมาณ 0.19 - 4.69%)

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ในงานวิจัยนี้ใช้ฟิล์มที่มีค่าอยู่ในช่วง 50 – 285 nm ในการสร้างและใช้ฟิล์มที่มีความหนาอยู่ในช่วง 70 – 260 nm ในการทดสอบความถูกต้องของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ งานวิจัยต่อไปควรศึกษาถึงช่วงของความหนาฟิล์มที่ใช้ในการสร้างแบบจำลองและทดสอบ เพื่อตรวจสอบว่าความหนาของฟิล์มที่บางที่สุดและหนาที่สุดที่ การวัดความหนาฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปแบบกระจายพลังงานเหมาะสมยังสามารถให้ค่าที่ถูกต้องได้

2. ฟิล์มโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีความเรียบสูงมาก (ค่าความหยาบผิวน้อย) แต่อย่างไรก็ดี การเตรียมฟิล์มจากเทคนิคอื่นอาจให้ความหยาบผิวที่ต่างออกไป ดังนั้นจึงควรศึกษาถึงผลของความเรียบหรือความหยาบผิวของฟิล์มที่มีผลต่อความถูกต้องของค่าที่ได้จากเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปแบบกระจายพลังงาน

3. ฟิล์มที่ใช้งานบางครั้งอาจเป็นฟิล์มของสารประกอบ (งานวิจัยนี้ใช้ฟิล์มของโลหะเดี่ยว คือ Cr) ดังนั้นจึงควรศึกษามีการศึกษาว่าการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปแบบกระจายพลังงานเหมาะสมกับฟิล์มของสารประกอบหรือไม่

4. ควรมีการขยายผลไปทดลองวัดชิ้นงานที่เคลือบฟิล์มจริง ซึ่งอาจมีรูปร่างรูปทรงที่ต่างไป เพราะในงานวิจัยนี้ฟิล์มบางที่ใช้ศึกษาเป็นฟิล์มบางที่เคลือบบนวัสดุแผ่นเรียบเท่านั้น

เอกสารอ้างอิง

- นิพนธ์ ตั้งคณานุกรักษ์ และคณิตา ตั้งคณานุกรักษ์. (2547). *สเปกโทรสโกปีด้านการวิเคราะห์*. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- นิรันดร์ วิทิตอนันต์, วุฒิพงษ์ ศาสนสุพิน และสยาม วีรวิศกุล. (2552). กระจกเงาเคลือบโครเมียมที่เคลือบด้วยเทคนิคสเปตเตอริงสำหรับกระจกเงาส่องหลังรถยนต์. *วารสารมหาวิทยาลัยทักษิณ*, 12(3), 52-63.
- นิรันดร์ วิทิตอนันต์. (2542). การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. *วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี*.
- นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษ ลิ้มสุวรรณ และวีระพงษ์ จิวประดิษฐ์กุล. (2544). การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. *วารสารวิจัยและพัฒนา มจร.*, 24(3), 299-310.
- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ. (2551). *เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ*. กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- ไพโรจน์ แก้วอภิชัย และพิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ. (2544). การวัดความหนาของทองที่เคลือบบนวัสดุโดยใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. ใน การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัย เกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 39 (หน้า 547-552). กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา. (2543). *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ ทฤษฎี และหลักการทำงานเบื้องต้น*. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- วีระพงษ์ จิวประดิษฐ์กุล, เกษรา อินนุรักษ์ และวรพจน์ อิงศรรัตน์. (2549). การวัดความหนาสารเคลือบโดยวิธีเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรเมตรี. ใน การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัย เกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 44 (หน้า 603-610). กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- อมรรัตน์ คำบุญ. (2551). *ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีอีแอดตีฟ สเปตเตอริง ที่มีผลต่อการเกิดอปาไทท์*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- American Society for Testing and Materials. (1997). ASTM B659-90: Standard Guide for Measuring Thickness of Metallic and Inorganic Coatings. In *1997 Annual Books of ASTM Standard* (pp. 385-387). Philadelphia: ASTM.
- Berry, R. W., Hall, P. M., & Harris, M. T. (1968). *Thin Film Technology*. New Jersey: D. Van Nostrand.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (2nd ed.). New Jersey: Noyes.

- Canli, S. (2010). *Thickness Analysis of Thin Film by Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*. Graduate school of Natural and Applied Sciences, Middle East Technical University.
- Echertová, L. (1986). *Physics of Thin Films* (2nd ed.). New York: Plenum.
- Franquet, A., Conard, T., Gilbert, M., Hantschel, T., & Vandervorst, W. (2013). Thickness and Composition Measurements of Nanoelectronics Multilayer Thin Films by Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), 15th International Conference on Thin Films. *Journal of Physics: Conference Series*, 417, 1-6.
- Kailash, C. J., & Hore, D. K. (2010). A simple transmission-based approach for determining the thickness of transparent films. *American Journal of Physics*, 79(256), 256-260.
- Kongsakul, J., Witit-anun, N., Chaiyakun, S., & Kaewtrakulpong, P. (2005). Measurement of Aluminum thin film thickness by Fizeau interferometer technique. In *Proceedings of The 2005 electrical Engineering/Electronics, Computer, Telecommunications, and Information Tehnology (ECTI) International Conference* (pp. 450-453). Chon Buri: Thailand.
- Mattox, D. M. (2010). *Handbook of Physics Vapor Deposition (PVD) Processing Film information Adhesion Surface Preparation and Contamination Control* (2nd ed.). Burlington: Elsevier.
- Oliva Arias A. I., López-Garduza, F., & Sosa, V. (2006). On the thickness measurement of metallic thin films. *Ingeniería*, 10(2), 57-65.
- Orhing, M. (2002). *Materials Science of Thin Films: Deposition & Structure* (2nd ed.). San Diego: Academic Press.
- Pascual, R., Cruz, L. R., Ferreira, C. L., & Gomes, D. T. (1990). Thin Film Thickness Measurement Using The energy Dispersive Spectroscopy Technique in a Scanning Electron Microscope. *Thin Solid Films*, 185, 279-286.
- Piegari, A., & Masetti, E. (1985). Thin Film Thickness Measurement: A Comparison of Various Technique. *Thin Solid films*, 124, 249-257.
- Pliskin, W. A., & Zamin, S. J. (1970). Film thickness and composition. In L. I. Miassel, & R. Glang (Eds.), *Handbook of Thin film technology* (pp. 1-54). New York: McGraw-Hill.

- Prencipe, I., Dellasega, D., Zani, A., Rizzo, D., & Passoni, M. (2015). Energy dispersive x-ray spectroscopy for nanostructured thin film density evaluation. *Science and Technology of Advanced Materials*, 16, 1-9.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-Film Deposition: Principle and Practice*. New York: McGraw-Hill.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of Sputter Deposition Technology: Principles, Technology and Applications*. New Jersey: Noyes.
- Zhuang, L., Bao, S., Wang, R., Li, S., Ma, L., & Lv, D. (2009). Thin Film Thickness Measurement Using Electron Probe Microanalyzer. In *Proceedings of 2009 IEEE International Conference on Applied Superconductivity and Electromagnetic Devices* (pp. 450-453). Chengdu: China.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
ผลผลิตของโครงการ

ผลผลิตของโครงการ

โครงการ การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะจากการสเปกโตรสโกปีด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

แหล่งทุน ทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้ จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559 มหาวิทยาลัยบูรพา รหัสโครงการ 222738 / สัญญาเลขที่ 91/2559

1. ผลงานตีพิมพ์: การประชุมวิชาการระดับชาติ

วิรุฬห์ พรหมมากุล อติศร บุรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ และ นิรันดร์ วิทิตอนันต์ (2559). การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน. ใน การประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ ครั้งที่ 41 (หน้า 344-358). ปทุมธานี: มหาวิทยาลัยวลัยลักษณ์.

2. การผลิตบุคลากร

โครงการวิจัยนี้มีนิสิต ระดับบัณฑิตศึกษา วท.ม.(ฟิสิกส์) เข้าร่วม 1 คน ได้แก่

ชื่อ-นามสกุล นายวิรุฬห์ พรหมมากุล

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การวัดความหนาของฟิล์มบางนาโนด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

Thickness Measurement of Nano Thin Film by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์

1. ผลงานตีพิมพ์



“Research Driven Globalization”

December 8th - 9th , 2016
Valaya Alongkorn Rajabhat University under the Royal Patronage



การประเมินค่าศักยภาพการเกิดก๊าซมีเทน (L0) และ ค่าคงที่อัตราการเกิดก๊าซมีเทน (k) โดยช่วงอายุของขยะที่แตกต่างกันที่สถานฝังกลบมูลฝอย จังหวัดสุวรรณเขต ส.ป.ป.ลาว ภูคำ นีราวรรณ และชลอ จารุสุทธิรักษ์	314
ความดีเด่นของลูกผสมข้ามระหว่างพันธุ์ในข้าวโพดหวาน 7 พันธุ์ มณวิภา พลจักรี ปราโมทย์ พรสุริยา และประพุดิ พรหมสมบูรณ์	322
การปรับปรุงกระบวนการให้บริการผู้ป่วยนอกโดยวิธีการจำลองสถานการณ์ กรณีศึกษา ศูนย์ผิวหนังและเลเซอร์ ชลิตา ยังเพ็ง ชัชวาล ชินวิทย์ และสมภพ ตลับแก้ว	330
การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจาย พลังงาน วิรุฬห์ พรหมมากุล อติศร บุรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ และนิรันดร์ วิทิตอนันต์	344
การประยุกต์เทคนิคการทำเหมืองข้อมูลสำหรับเว็บไซต์สินค้าชุมชน กรณีศึกษา : ชุมชน บ้านใหม่สันติ ตำบลมะเกลือใหม่ อำเภอสูงเนิน จังหวัดนครราชสีมา ศุภสิทธิ์ สมศรีใส สนั่น การคำ และจงกล จันทร์เรือง	359
การศึกษาปัญหาทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมและความต้องการพัฒนาของ อาสาสมัครพิทักษ์ทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมหมู่บ้าน พงศ์อมร คชศิลา สุนทรี จินธรรม และวินัย วีระวัฒนานนท์	375
การบำบัดก๊าซจากการอบยางแท่ง STR20 ด้วยระบบดักจับแบบเปียกที่มีการไหลของ อากาศที่เข้าบำบัดแบบ co-current พรรวิษา แกสมาน สมทิพย์ ด้านธีรวิชัย และพนาลี ชิวกิตาการ	391
การพัฒนาระบบบริหารห้องเรียนผ่านทางอินเทอร์เน็ต ไชย มีหนองหว้า	403
ผลของสีตาข่ายพรางแสงต่อการเจริญเติบโตและผลผลิตผักคะน้า นัฐดี มงกุฎสุวรรณ์ ปรีชาติ ดิษฐกิจ และจรรยา สิงห์คำ	419
การวิจัยแบบมีส่วนร่วมเพื่อลดการใช้สารเคมีปราบวัชพืชโดยใช้สารที่เป็นมิตรต่อ สิ่งแวดล้อมของเกษตรกรจังหวัดเพชรบูรณ์ ศศิธร แทนทอง และอัคกะบัทคาน ปาทาน	432

การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปี
แบบกระจายพลังงาน

THICKNESS MEASUREMENT OF METAL THIN FILM BY ENERGY DISPERSIVE
X-RAY SPECTROSCOPY TECHNIQUE

วิรุฬห์ พรหมมากุล¹ อติสร บูรณวงศ์² สุรัสวดี ไชยคุณ³ และนิรันทร วิทิตอนันต์⁴
Wiroon Prommakoon¹ Adisorn Buranawong² Surasing Chaiyakun³ and Nirun Witit-anun⁴

¹ หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (ฟิสิกส์) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา e-mail: krujoey1@gmail.com

² ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา e-mail: adisornb@buu.ac.th

³ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา e-mail: s-chaiy@hotmai.com

⁴ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา e-mail: nirun@buu.ac.th

บทคัดย่อ

ลักษณะเฉพาะที่สำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือความหนาของฟิล์มเนื่องจากมีสมบัติของฟิล์มหลายด้านที่สัมพันธ์กับความหนา งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ซึ่งเป็นระบบที่ติดตั้งต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ฟิล์มตัวอย่างในการศึกษาคือฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ที่เคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง โครงสร้างผลึก ความหนาผิว ความหนา โครงสร้างจุลภาค และ องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มศึกษาด้วยเทคนิค GA-XRD, AFM, FE-SEM และ EDS ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มีนวลสะท้อนแสงดี ความหนาของฟิล์มอยู่ในช่วง 50.5 - 284.5 nm โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L α จากฟิล์มกับความหนาฟิล์มมีความสัมพันธ์กันแบบเอกซ์โพเนนเชียล ตามสมการ คือ $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039 \phi})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ d ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มจากเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้มีความถูกต้องถึง 97% เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มที่วัดได้จากเทคนิค FE-SEM

คำสำคัญ : ฟิล์มบาง สปัตเตอร์ริง ความหนา เอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

ABSTRACT

The important characteristic of thin film is the thickness, due to the fact that most of film properties are related to film thickness. The objective of this research work is to study the thickness measurement of metal thin film by energy dispersive X-ray spectroscopy technique (EDS) which equipped with the scanning electron microscope (SEM). The metal thin films of chromium (Cr) have been deposited on glass slide and Si substrates by sputtering method. Crystal structure, roughness, thickness, microstructure and elemental component of the as-deposited were characterized by GA-XRD, AFM, FE-SEM and EDS technique, respectively. The results showed that the as-deposited chromium thin films give very bright color of the dark gray, smooth surface and highly reflectance. The thickness of films in this study is in the range of 50.5 - 284.5 nm. The intensity of the characteristic x-ray of Cr L α from films are related to film thickness in exponential function obeyed the equation of $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039d})$ where I_d is the intensity of the characteristic x-ray from film thickness d . The thickness of films from mathematical models is 97% in agreement with the thickness from FE-SEM technique.

Keywords: Thin film, Sputtering, Thickness, Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

บทนำ

การปรับปรุงผิวของวัสดุเพื่อให้มีความทนทาน สีสันสวยงาม หรือรวมถึงมีสมบัติตามต้องการเพื่อการใช้ประโยชน์ในงานอื่น ๆ อาจทำได้หลายวิธี ทั้งนี้แนวทางหนึ่งที่น่าสนใจในปัจจุบันคือการเคลือบผิววัสดุด้วยสารที่เหมาะสมในลักษณะของชั้นเคลือบที่เรียกว่า ฟิล์มบาง (Thin Films) (Wasa & Hayakawa, 1992) ทั้งนี้ Bunshah (1994) ได้ให้ความหมายของฟิล์มบางว่าหมายถึงชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับตัวรวมกันเป็นของแข็งบาง ๆ บนวัสดุรองรับ ทั้งนี้การจำแนกชนิดของฟิล์มยังขึ้นกับลักษณะการใช้งาน โดยฟิล์มบางเป็นการใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) แต่ถ้าใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) เรียกฟิล์มนั้นว่า ฟิล์มหนา

การเคลือบผิวของวัสดุในท้องตลาดอุตสาหกรรมส่วนใหญ่ใช้วิธีอิเล็กโทรเพลตติง (Electroplating) เนื่องจากเป็นวิธีเคลือบที่ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อน มีราคาถูก และสามารถเคลือบชิ้นงานได้จำนวนมากในแต่ละครั้ง แต่วิธีนี้ต้องใช้สารละลายเคมีจำนวนมากซึ่งมักก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม จึงมีการวิจัยและพัฒนาการเคลือบใหม่มาทดแทน คือ การเคลือบในสุญญากาศ (Vacuum Deposition) ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดในสุญญากาศและไม่ใช้สารเคมี ชั้นเคลือบที่ได้มีคุณภาพสูงกว่าชั้นเคลือบจากวิธีอิเล็กโทรเพลตติง โดยวิธีเคลือบในสุญญากาศที่ได้รับความสนใจจากนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรม คือ การเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition; PVD) เนื่องจากการเคลือบวิธีนี้สามารถควบคุมการเกิดชั้นเคลือบได้อย่างแน่นอนเที่ยงตรง ทั้งด้านความหนาและองค์ประกอบ ชั้นเคลือบที่ได้มีการยึดติดดี อีกทั้งยังสามารถเคลือบผิววัสดุได้หลายประเภท

ทั้งโลหะ อโลหะหรือของผสม (พิเศษลู ลิมสุวรรณ, 2551) ปัจจุบันภาคอุตสาหกรรมมีการนำฟิล์มบางมาใช้งานต่าง ๆ มากมาย ทั้งแบบฟิล์มชั้นเดียว (Single Layer) หรือแบบหลายชั้น (Multi-Layer) รวมถึงอาจเป็นฟิล์มของสารชนิดเดียว (Single Element) อัลลอยด์ (Alloys) หรือสารประกอบ (Compound) ขึ้นกับวัตถุประสงค์และการใช้งาน โดยสมบัติของฟิล์มบางส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับลักษณะเฉพาะของฟิล์ม เช่น โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ความหนา (Thickness) ความหยาบผิว (Roughness) องค์ประกอบทางเคมี (Elemental Composition) เป็นต้น

ความหนาเป็นลักษณะเฉพาะที่สำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบาง เนื่องจากมีสมบัติหลายด้านของฟิล์มบางที่เปลี่ยนแปลงไปตามค่าความหนาของฟิล์ม เช่น สมบัติเชิงกล สมบัติทางแสง หรือสมบัติทางไฟฟ้า ฯลฯ ดังนั้นความหนาของฟิล์มบางจึงเป็นตัวแปรสำคัญที่ต้องควบคุมอย่างใกล้ชิด ทั้งนี้ความหนาของฟิล์ม หมายถึง “ระยะตั้งฉากจากจุดใด ๆ บนผิวหน้าของฟิล์มทะลุผ่านเนื้อของฟิล์มไปยังอีกขอบหนึ่งของผิวหน้าฟิล์ม” จากนิยามดังกล่าวแล้วขอบผิวหน้าของฟิล์มบางที่ต้องการวัด ไม่นานหรือไม่ราบเรียบ ความหนาฟิล์มที่ได้จะไม่ถูกต้องหรือมีความคลาดเคลื่อนสูง แต่อย่างไรก็ดีฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่จะมีผิวหน้าที่ขนานและราบเรียบทำให้ไม่ค่อยมีปัญหาในประเด็นนี้มากนัก (Berry, Hall & Harris, 1968)

การวัดความหนาของฟิล์มอาจทำได้ทั้ง แบบการวัดระหว่างเคลือบ (*in situ* method) และการวัดภายหลังการเคลือบ (*ex-situ* Method) ทั้งนี้ ASTM ได้แบ่งการวัดความหนาของฟิล์มใน ASTM B659-90. Standard Guide for Measuring Thickness of Metallic and Inorganic Coatings. ออกเป็น 4 กลุ่มหลักคือ (1) การวัดแบบไม่ทำลายชิ้นงาน (Nondestructive Methods) (2) การวัดแบบกึ่งทำลายชิ้นงาน (Semidestructive Methods) (3) การวัดแบบทำลายชิ้นงาน (Destructive Methods) และ (4) วิธีอื่น ๆ (Other Methods) (American Society for Testing and Materials, 1997) ปัจจุบันมีการวิจัยและพัฒนาวิธีวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคต่าง ๆ เพิ่มขึ้น เช่น เทคนิคเชิงกล เทคนิคทางแม่เหล็กไฟฟ้า เทคนิคทางแสง และ เทคนิคทางรังสี (Piegarri & Masetti, 1985) แต่ละเทคนิคก็มีข้อดี-ข้อเสียต่างกันไป โดยการเลือกใช้เทคนิคการวัดความหนาฟิล์มขึ้นกับตัวแปรต่าง ๆ เช่น ชนิดของฟิล์ม ระดับความหนา การใช้งาน ความละเอียดที่ต้องการ ซึ่งปกติแล้วไม่มีเทคนิคใดที่ดีที่สุดแต่ขึ้นกับการตัดสินใจของผู้ศึกษาเป็นสำคัญ (Pliskin & Zamin, 1970)

ทั้งนี้การวัดความหนาของฟิล์มหลังการเคลือบแบบไม่ทำลายชิ้นงานเทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจคือ การวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray Fluorescence Technique; XRF) เทคนิคนี้อาศัยแนวคิดที่ว่า ปริมาณอะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์มจะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม ทั้งนี้เมื่อวัดความหนาโดยการฉายรังสีเอกซ์ไปกระตุ้นอะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์ม ถ้าฟิล์มตัวอย่างที่ต้องการวัดมีความหนามาก (อะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์มก็จะมาก) ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-ray) ที่ตรวจวัดได้จากฟิล์มก็จะมีค่าเพิ่มมากขึ้นด้วยเช่นกัน (นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิมสุวรรณ, และวีระพงศ์ จิวประดิษฐ์กุล, 2544) อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้เหมาะสำหรับฟิล์มที่มีความหนามากในระดับไมโครเมตร แต่ไม่เหมาะสำหรับฟิล์มบางที่เตรียมได้จากกระบวนการเคลือบด้วยไอกายภาพที่มีความหนาน้อยมากในระดับนาโนเมตร เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ใช้เป็นโพรบ (Probe) ในการวัดมีความเข้มสูงมากจนทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางไป

ยังวัดตรงรับ (กรณีเทคนิค XRF) ส่งผลให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัดตรงรับมีค่าสูงและแตกต่างจากความเข้มของการรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มมากจนไม่สามารถตรวจวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มได้ อย่างไรก็ตามด้วยหลักการเดียวกันการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique; EDS) ก็เป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ใช้เป็นโพรบในการวิเคราะห์ฟิล์มบางของเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานนั้น มีระดับพลังงานไม่สูงมากเกินไป เหมาะสำหรับการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากตัวอย่างที่มีปริมาณน้อย (กรณีนี้คือฟิล์มที่มีความหนาระดับนาโนเมตร) และที่สำคัญระบบวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานยังเป็นอุปกรณ์ที่มีติดตั้งอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) ทั่วไป เทคนิคนี้จึงมีความน่าสนใจในการนำมาประยุกต์ใช้ในการวัดความหนาของฟิล์มบางระดับนาโนเมตรภายหลังการเคลือบแบบไม่ทำลายชิ้นงานได้ (Franquet et al. 2013)

บทความวิจัยนี้เป็นรายงานผลการศึกษาด้านเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน โดยฟิล์มบางตัวอย่างที่ใช้ศึกษาคือฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ที่มีความหนาระดับนาโนเมตรที่เตรียมจากวิธีสปัตเตอร์ ซึ่งถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD แล้วนำไปวัดความหนาจากเทคนิค FE-SEM สำหรับใช้เป็นค่าอ้างอิง จากนั้นนำฟิล์มบางตัวอย่างที่ทราบความหนาไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS เพื่อให้ได้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะซึ่งสัมพันธ์กับความหนาของฟิล์มบางตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษา แล้วนำข้อมูลข้างต้นมาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์เพื่อหาสมการความสัมพันธ์ของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะกับความหนาของฟิล์มบางตัวอย่าง สุดท้ายเป็นการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นด้วยฟิล์มบางชุดที่ใช้สำหรับทดสอบ

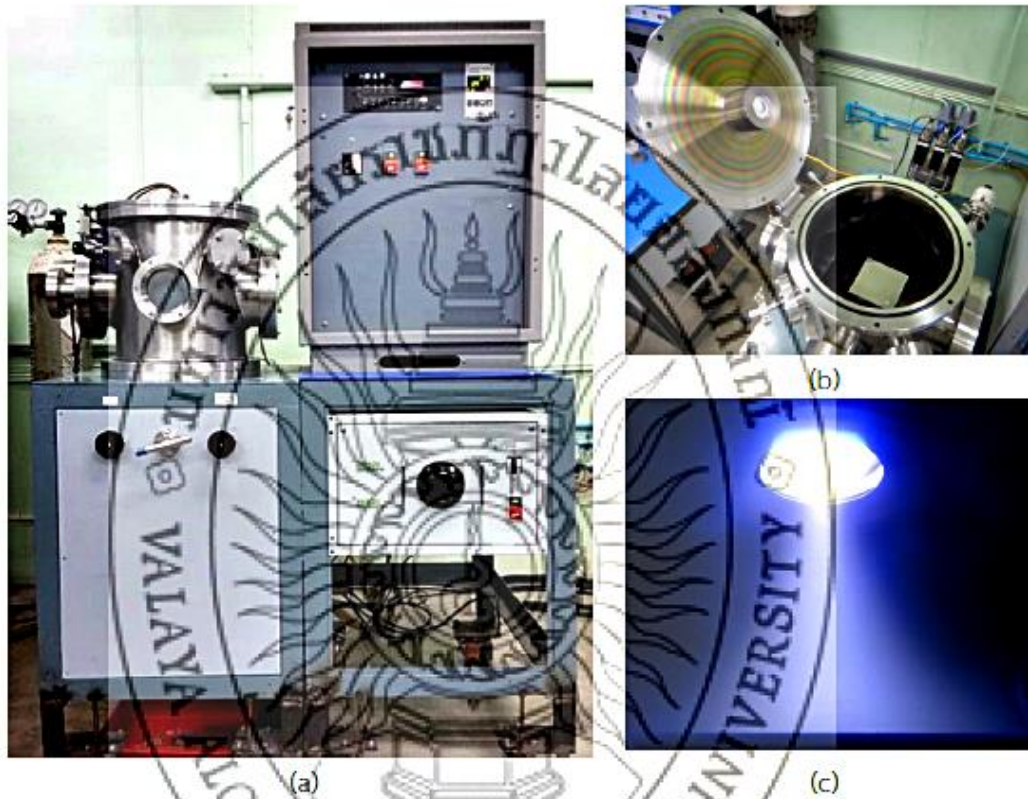
วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคสปัตเตอร์
2. เพื่อพัฒนาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

วิธีการวิจัย

ฟิล์มบางโลหะที่ใช้ในการศึกษานี้คือฟิล์มบางโครเมียม (Cr) ซึ่งเคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีสปัตเตอร์ จากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบตีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ (ภาพที่ 1) ห้องเคลือบมีทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31.0 cm สูง 31.0 cm คาโทดติดตั้งเป้าสารเคลือบ (โครเมียม) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5.0 cm พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง การเคลือบใช้แก๊สอาร์กอน (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ซึ่งจ่ายเข้าห้องเคลือบผ่านการควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลแก๊สของ MKS รุ่น type247D ระบบเครื่องสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบพรอโมมีเครื่องสูบลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย ใช้มาตรวัดความดันของ PFEIFFER ซึ่งใช้ส่วนแสดงผลรุ่น TPG262 และ มาตรวัดความดันชนิด Compact Full Range Gauge รุ่น PKR251

ฟิล์มบางโครเมียมในการศึกษามี 2 ชุด ซึ่งเคลือบด้วยเงื่อนไขเดียวกันแต่ใช้เวลาการเคลือบต่างกัน
สรุปดังตารางที่ 1 โดยฟิล์มบางชุดที่ 1 ใช้สร้างกราฟเปรียบเทียบและแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ส่วน
ฟิล์มบางชุดที่ 2 สำหรับใช้ในการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ที่ได้จากฟิล์มบางชุดที่ 1



ภาพที่ 1 เครื่องเคลือบในสุญญากาศ การติดตั้งคาโทดและแพลานมาจากคาโทดขณะเคลือบ

ตารางที่ 1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัย

พารามิเตอร์	รายละเอียด	
	ฟิล์มบางชุดที่ 1	ฟิล์มบางชุดที่ 2
เป้าสารเคลือบ	โครเมียม (Cr)	
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์และซิลิกอน	
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง	
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ (cm)	15	
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}	
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}	
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	20.0	
กระแสไฟฟ้า (mA)	300	
เวลาเคลือบ (min)	5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0	7.5, 12.5, 17.5, 22.5, 27.5

การเตรียมฟิล์มโครเมียมเริ่มจากนำวัสดุรองรับ (กระจกสไลด์และซิลิกอน) เข้าห้องเคลือบ วางห่างจากเป้าสารเคลือบเท่ากับ 15 cm จากนั้นลดความดันในห้องเคลือบให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5.0×10^{-5} mbar สายแก๊สอาร์กอนเข้าห้องเคลือบผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลสมวลโดยกำหนดให้เท่ากับ 20 sccm จากนั้นจ่ายศักย์ไฟฟ้าให้แก่คาโทดจนเกิดโกลว์ดีสชาร์จ (Glow Discharge) โดยควบคุมความดันรวมและกระแสสปีดเตอริงให้คงที่เท่ากับ 5.0×10^{-3} mbar และ 500 mA ตามลำดับ ฟิล์มแต่ละชุดเคลือบตามเวลาที่กำหนด เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มโครเมียมทั้ง 2 ชุด สรุปดังตารางที่ 1

ฟิล์มบางที่เคลือบได้นำไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD ของ Bruker รุ่น D8 โดยใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ตรวจวัดแบบ 2θ -scan ด้วยมุมตกกระทบเฉียง (Grazing Incident Angle) เท่ากับ 2° และสแกนมุม 2θ จาก 20° ถึง 80° สำหรับขนาดผลึก (Crystal Size) คำนวณตามสมการของ Scherrer คือ $L = k\lambda/\beta \cos \theta$ เมื่อ L คือขนาดผลึก, k คือค่าคงที่เท่ากับ 0.94, λ คือความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$), β คือความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM) และ θ คือมุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ค่าคงที่แลตทิซหาจากสมการระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของโครเมียมซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ bcc

ความหยาบผิวศึกษาด้วยเครื่อง AFM ของ SEIKO Instrument รุ่น SPA400 โครงสร้างจุลภาคและความหนาของฟิล์มบางใช้เครื่อง FE-SEM ของ Hitachi รุ่น S-4700 ส่วนองค์ประกอบทางเคมีใช้ระบบ EDS ของ IXRF systems รุ่น EDS2006 550i Analyzer ซึ่งต่อพ่วงอยู่กับ FE-SEM

การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ทำได้โดยใช้ค่าความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และค่าความเข้มรังสีลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1 มาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์โดยใช้ SOLVER ที่เป็นเครื่องมือช่วยในการคำนวณประเภท Linear Programming

ซึ่งเป็น Add-Ins ของโปรแกรม EXCEL ในการช่วยหาคำตอบที่เหมาะสมที่สุด (Optimization) จากเงื่อนไขที่มี ซึ่งในงานวิจัยนี้คือสมการความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่วัดด้วยเทคนิค EDS และความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM ซึ่งสัมพันธ์กันแบบเอกซ์โพเนนเชียลตามสมการ $I_d = I_s (1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มอ้อมตัวของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่ศึกษา ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น

สุดท้ายเป็นการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น โดยการนำฟิล์มบางชุดที่ 2 มาวัดค่าความเข้มรังสีลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS แล้วนำไปแทนค่าในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างจากฟิล์มบางชุดที่ 1 จากนั้นเปรียบเทียบความหนาของฟิล์มบางชุดที่ 2 ที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับความหนาที่วัดจากเทคนิค FE-SEM

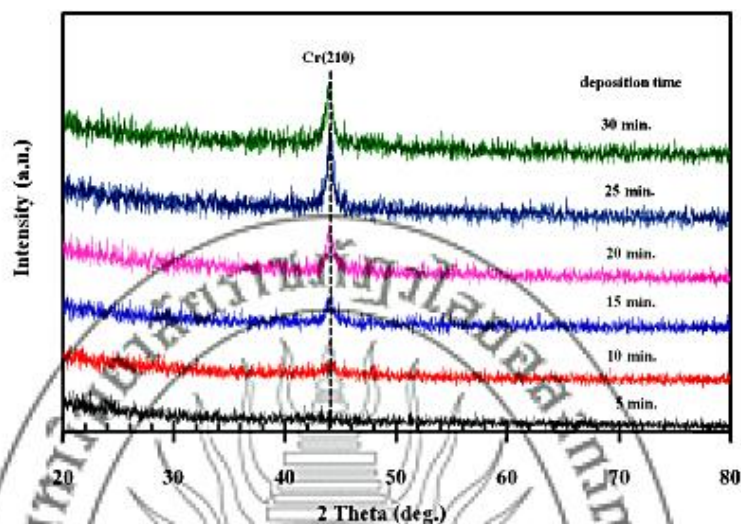
ผลและอภิปรายผลการวิจัย

การเตรียมฟิล์มบาง

ฟิล์มบางชุดที่ 1 เป็นฟิล์มสำหรับใช้สร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ พบว่า มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มีนวลวาทึบแสงและสะท้อนแสงดี (ภาพที่ 2) ความหนาที่วัดในช่วง 50.5 - 284.5 nm สำหรับโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ จดการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ (ภาพที่ 3) โดยฟิล์มที่ได้เมื่อใช้เวลาคเคลือบในช่วง 5-10 min ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ กรณีนี้อาจเกิดจากฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานหรือฟิล์มมีความหนาน้อยมาก แต่เมื่อใช้เวลาคเคลือบเพิ่มขึ้น พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ $44.02^\circ - 44.09^\circ$ สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) โดยค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง $4.5877 - 4.5946 \text{ \AA}$ ทั้งนี้พบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ยังมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาการเคลือบอีกด้วย สำหรับโครงสร้างของฟิล์มโครเมียมที่เคลือบได้เมื่อเวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นพบว่า ความหนาของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.3 nm เป็น 1.3 nm ขณะที่ขนาดผลึกเพิ่มขึ้นจาก 32.3 nm เป็น 38.1 nm สรุปดังตารางที่ 2



ภาพที่ 2 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์



ภาพที่ 3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1

ตารางที่ 2 ค่าความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1

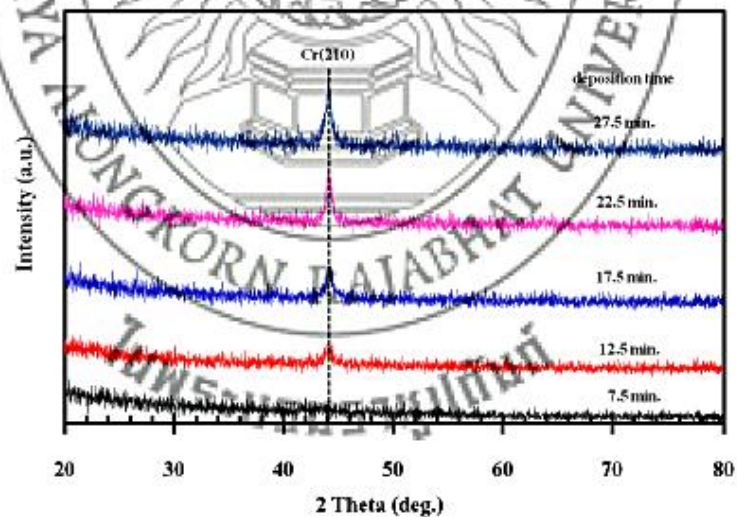
เวลาเคลือบ (นาที)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
5.0	50.5	0.3	N/A	N/A
10.0	94.0	0.7	N/A	N/A
15.5	143.0	0.8	32.3	4.5877
20.0	191.0	1.0	34.9	4.5907
25.0	232.5	0.9	36.5	4.5897
30.0	284.5	1.3	38.1	4.5946

สำหรับฟิล์มบางชุดที่ 2 ซึ่งเป็นฟิล์มสำหรับใช้ทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มันวาว ทึบและสะท้อนแสงดี เช่นเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 1 (ภาพที่ 4) โดยมีความหนาในช่วง 70.5 - 263.5 nm ในส่วนของโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางชุดที่ 2 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบเช่นเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 1 (ภาพที่ 5) โดยฟิล์มที่ได้เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 min ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ซึ่งอาจเกิดจากฟิล์มมีโครงสร้างแบบอสัณฐานหรือฟิล์มมีความบางมาก แต่เมื่อเวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ $44.11^\circ - 44.16^\circ$ สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึก

แบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 – 4.5852 Å ความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาเคลือบเช่นเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 1 ทั้งนี้เมื่อเวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นพบว่า ความหนาผิวของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.3 nm เป็น 1.3 nm ขณะที่ขนาดผลึกเพิ่มขึ้นจาก 31.7 nm เป็น 37.3 nm สรุปดังตารางที่ 3



ภาพที่ 4 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์



ภาพที่ 5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

ตารางที่ 3 ค่าความหนา ความหนาผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

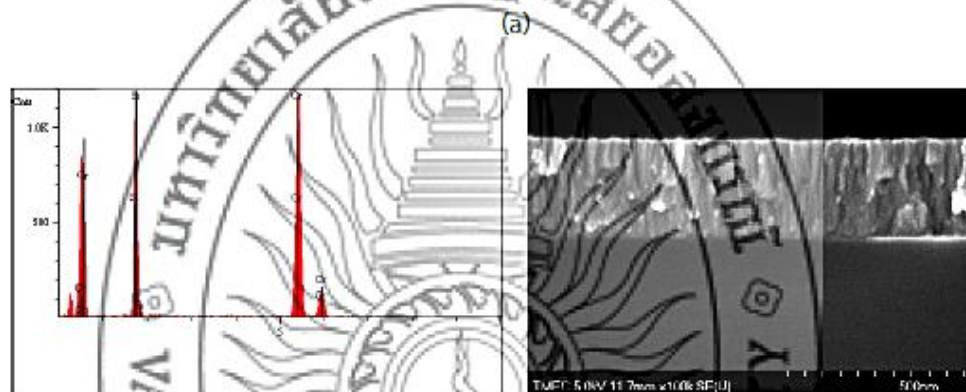
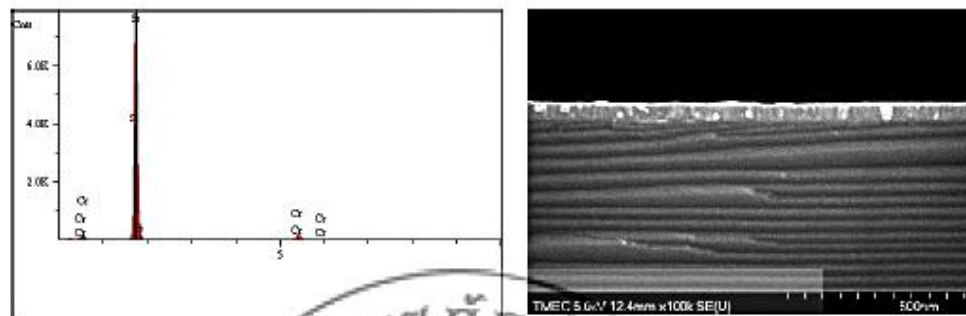
เวลาเคลือบ (นาทื)	ความหนา (nm)	ความหนาผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
7.5	70.5	0.5	-	-
12.5	122	0.8	31.7	4.5833
17.5	165	0.9	33.6	4.5808
22.5	210	1.0	35.7	4.5823
27.5	263.5	1.2	37.3	4.5852

การวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

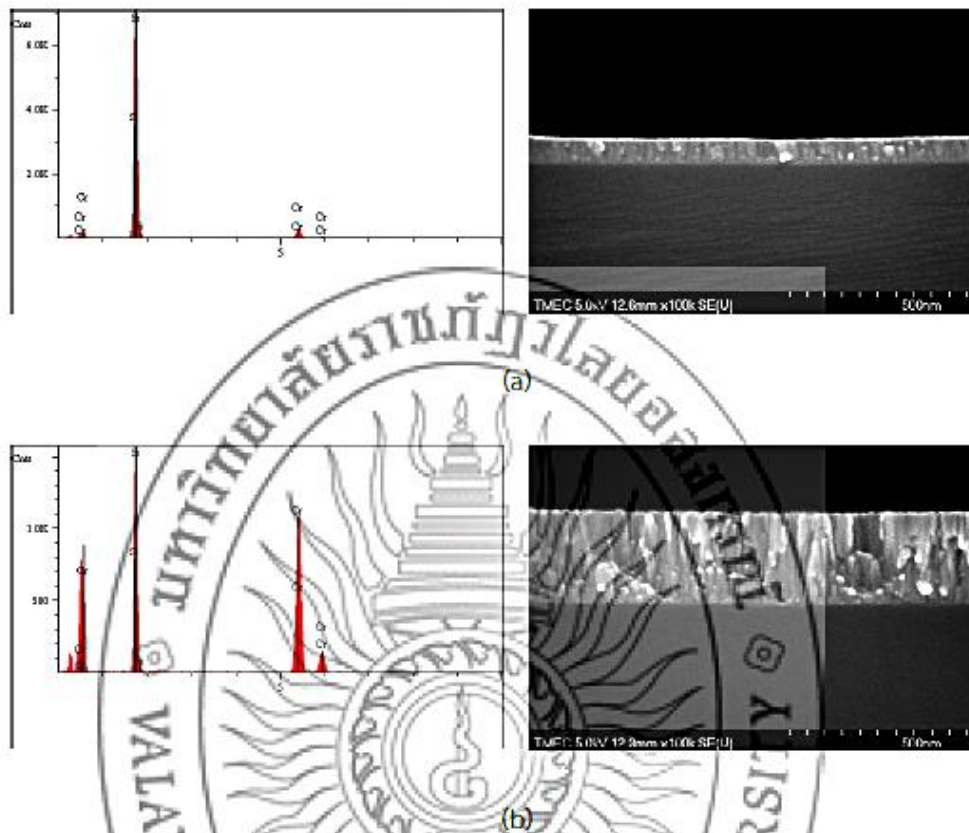
เมื่อนำฟิล์มบางชุดที่ 1 และ ชุดที่ 2 ไปวิเคราะห์ตรวจวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน ได้ผลดังแสดงตารางที่ 4 โดยพบว่าชิ้นงานตัวอย่างซึ่งเป็นฟิล์มบางโครเมียมเคลือบบนแผ่นซิลิกอน มีพีค (Peak) ของ Cr L α จากฟิล์มบางและ Si K α จากซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับที่มีความเข้มต่างกัน ภาพที่ 6 เป็นตัวอย่างของฟิล์มบางชุดที่ 1 ซึ่งมีความหนาเท่ากับ 50.5 nm พบความเข้มของพีค Cr L α จากฟิล์มบางมีค่าเท่ากับ 33.73 C/S และความเข้มของพีค Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าเท่ากับ 2,259.87 C/S เมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มเป็น 284.5 nm พบว่าความเข้มของพีค Cr L α จากฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 136.94 C/S ขณะที่ความเข้มของพีค Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงเท่ากับ 343.44 C/S ทั้งนี้การเปลี่ยนแปลงความเข้มของพีคจากฟิล์มบางชุดที่ 2 ก็มีลักษณะเช่นเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 1 ดังแสดงในภาพที่ 7

ตารางที่ 4 ตัวอย่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1 และ ชุดที่ 2

ฟิล์มบางชุดที่	ความหนา (nm)	ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (C/S)	
		Cr L α	Si K α
1	50.5	33.73	2,259.87
	284.5	136.94	343.44
2	70.5	49.23	2,049.61
	263.5	128.55	457.75



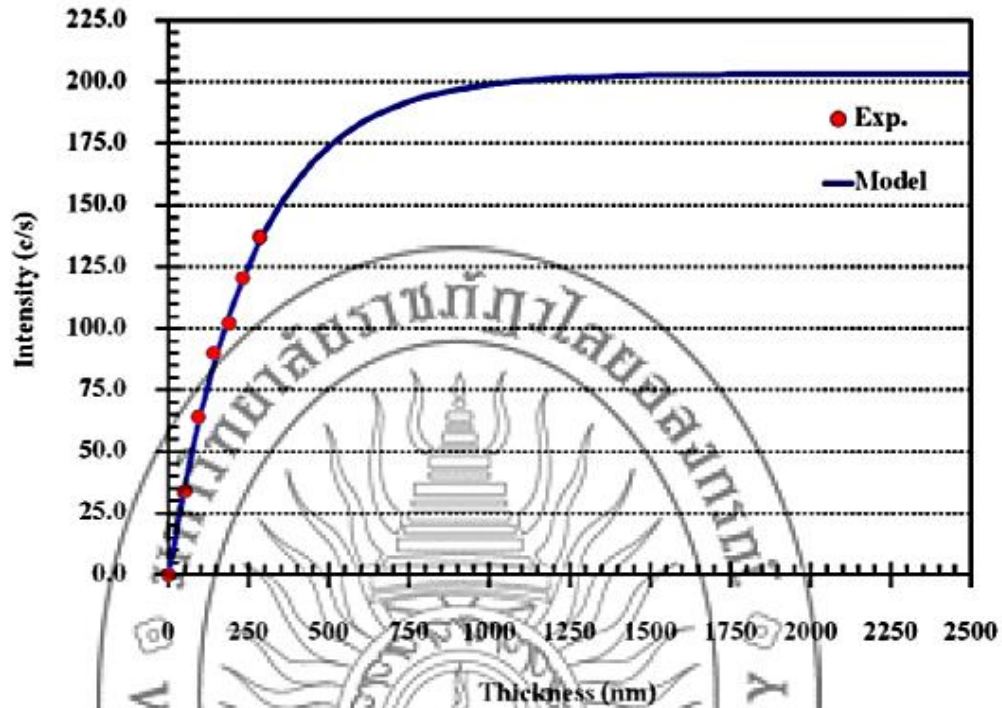
ภาพที่ 6 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน และความหนาของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1
(a) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm
(b) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 284.5 nm



ภาพที่ 7 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน และความหนาของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2
(a) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm
(b) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 263.5 nm

การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

งานวิจัยนี้สร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์โดยใช้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Cr L α) ของฟิล์มจากเทคนิค EDS และความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM มาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ได้ดังภาพที่ 8 ซึ่งสัมพันธ์กับแบบเอกซโพเนนเชียล ตามสมการ $I_d = I_s (1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มอิมิตัวของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ในงานวิจัยนี้คือ $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039 d})$ ทั้งนี้จากผลการศึกษาในภาพที่ 8 พบว่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง โดยในช่วงแรกความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม (ในช่วง 0 – 250 nm) จากนั้นเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ (ในช่วง 250 – 1000 nm) จนสุดท้ายค่ารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเพิ่มเข้าสู่ค่าความเข้มอิมิตัวในที่สุดเมื่อความหนามากกว่า 1000 nm



ภาพที่ 8 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นจากฟิล์มบางชุดที่ 1

การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

การประเมินความถูกต้องของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ใช้ในการวัดค่าความหนาของฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยใช้การเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มบางชุดที่ 2 (เคลือบด้วยเงื่อนไขเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 1) โดยนำฟิล์มบางชุดที่ 2 ไปวัดความหนาดูด้วยเทคนิค FE-SEM สำหรับใช้เป็นค่าอ้างอิง แล้วนำฟิล์มบางชุดที่ 2 ไปวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS จากนั้นจึงนำค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้ไปแทนในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ทั้งนี้พบว่าความหนาของฟิล์มที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ มีค่าใกล้เคียงกับค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM ตลอดช่วงความหนาของฟิล์มที่ศึกษา (70 – 260 nm) ดังแสดงในตารางที่ 5 โดยมีค่าความคลาดเคลื่อนในช่วง 1.1 - 2.8%

ตารางที่ 5 เปรียบเทียบค่าความหนาที่ได้จากเทคนิค FE-SEM กับแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ชั้นที่	ความหนาจากเทคนิค FE-SEM (nm)	ความหนาจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (nm)	%Error
1	70.5	71.7	1.7
2	122.0	123.5	1.3
3	165.0	166.8	1.1
4	210.0	204.1	2.8
5	263.5	258.7	1.8

สรุป

ฟิล์มบางโครเมียมถูกเคลือบด้วยเทคนิคสเปกโตรริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอนสำหรับใช้ศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ ทึบสะท้อนแสงดี ฟิล์มที่ใช้ในการศึกษามีความหนาในในช่วง 50.5 - 284.5 nm โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลา 5-10 min ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานและเปลี่ยนเป็นผลึกที่ระนาบ (210) เมื่อเวลายาวกว่า 15 min ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 – 4.5946 Å ความหนาผิวและขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ ทั้งนี้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางโครเมียม (Cr L α) มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มซึ่งแบ่งเป็น 3 ช่วงโดยช่วงแรกความเข้มรังสีที่วัดได้เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนา จากนั้นเป็นการเพิ่มอย่างช้าๆ และสุดท้ายเฉพาะเพิ่มเข้าสู่ค่าความเข้มอิ่มตัวในที่สุด โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ในงานวิจัยนี้คือ $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0059 d})$ เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากเทคนิค FE-SEM กับค่าความหนาที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นพบว่ามีคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 3%

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจาก งบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนจากรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ 2559 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (รหัสโครงการ 222738 / สัญญาเลขที่ 91/2559)

บรรณานุกรม

- นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเศษ ลิ้มสุวรรณ และวีระพงศ์ จีวประดิษฐกุล. (2544). การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์, *วารสารวิจัยและพัฒนา มจร.* 24(3), 299-310.
- พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ. (2551). เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ. กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- American Society for Testing and Materials. (1997). ASTM B659-90: Standard Guide for Measuring Thickness of Metallic and inorganic Coatings. In *1997 Annual Books of ASTM Standard*, Vol. 02.05, Philadelphia, ASTM, 385-387.
- Berry, R.W., Hall, P.M. & Harris, M.T. (1968). *Thin Film Technology*. New Jersey: D.Van Nostrand.
- Bunshah, R. F. (1994). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*. 2nd ed. New Jersey: Noyes.
- Franquet, A., Conard, T., Gilbert, M., Hantschel, T. & Vandervorst, W. (2013). Thickness and Composition Measurements of Nanoelectronics Multilayer Thin Films by Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). *Journal of Physics: Conference Series*. 417: 012033. DOI:10.1088/1742-6596/417/1/012033.
- Piegari, A., & Masetti, E. (1985). Thin Film Thickness Measurement: A Comparison of Various Techniques. *Thin Solid Films*. 124(3-4), 249-257.
- Pliskin, W.A. & Zanin, S.J. (1970). Film Thickness and Composition. In L.L. Maissel & Glang, R. (Eds.), *Handbook of Thin Film Technology* (11-1 - 11-54). New York: McGraw-Hill.
- Wasa, K., & Hayakawa, S. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles technology and applications*. New Jersey: Noyes.

ภาคผนวก ข
ประวัตินักวิจัย

ประวัตินักวิจัย
นายนิรันดร์ วิทิตอนันต์

หัวหน้าโครงการวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายนิรันดร์ วิทิตอนันต์
ตำแหน่งทางวิชาการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาสำหรับวิทยาศาสตร์พื้นผิว
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail nirun@buu.ac.th



ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สถาบัน	ปี	สาขา
ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2553	ฟิสิกส์
วท.ม.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2543	ฟิสิกส์
วท.ม.	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	2535	วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม
กศ.บ.(เกียรตินิยม)	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร	2532	วิทยาศาสตร์-ฟิสิกส์

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, สวมนาโน, ฟิสิกส์สิ่งแวดล้อม, คอมพิวเตอร์ช่วยสอน

ประวัติส่วนตัว
นายสุรสิงห์ ไชยคุณ

นักวิจัย

ข้อมูลส่วนตัว

ชื่อ-นามสกุล นายสุรสิงห์ ไชยคุณ
ตำแหน่งทางวิชาการ รองศาสตราจารย์
ที่ทำงาน ห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131.
โทรศัพท์/โทรสาร 038-103-084
E-mail s-chaikhun@hotmail.com



ประวัติการศึกษา

ปริญญา	สถาบัน	ปี	สาขา
ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	2552	ฟิสิกส์
วท.ม.	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2528	ฟิสิกส์
กศ.บ.	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ บางแสน	2525	ฟิสิกส์

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เทคโนโลยีสุญญากาศ, เทคโนโลยีฟิล์มบาง, อิเล็กทรอนิกส์, แหล่งกำเนิดไอออน
