

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดจนถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ การหาอัตราเคลือบของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ การศึกษาสมบัติของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้และที่ผ่านการอบอ่อน โดยสมบัติของฟิล์มบางที่จะศึกษาได้แก่ โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และสมบัติทางแสง ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ อุปกรณ์และวัสดุที่ใช้ในการศึกษาแบ่งเป็น 2 ส่วน ดังนี้คือ

1. ส่วนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศ เป็นระบบเคลือบแบบ รีแอคทีฟ ดีซี สเปคเตอร์ริง ออกแบบและสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

1.2 เตาอบ เป็นเตาสำหรับอบอ่อนฟิล์มบาง เป็นแบบให้ความร้อนด้วยลวดร้อน อุณหภูมิสูงสุด 1000°C มีชุดควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติ ของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

1.3 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.3.1 เป้าสารเคลือบ (Target) เป็นเป้าไททาเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.3.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ กระดาษสไลด์ มีลักษณะใส ผิวเรียบและซิลิกอนเวเฟอร์ โดยแผ่นแก้วจะใช้เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางแสง ส่วนซิลิกอนเวเฟอร์ จะใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

1.3.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% และแก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์ 99.995% โดยที่แก๊สอาร์กอนจะใช้เป็นแก๊สสเปคเตอร์ริง (Sputtering Gas) ส่วนแก๊สออกซิเจนใช้เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

2. ส่วนการหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคและเฟส ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation) ของภาควิชาโลหะการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น Nanoscope IV (Veeco Instruments Inc.) ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 Spectrophotometer สำหรับวัดค่าการส่งผ่านแสงความยาวคลื่นในช่วง 200-2500 nm งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น UV-VIS-NIR 3100 (Shimadzu Co., Ltd) ของ สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

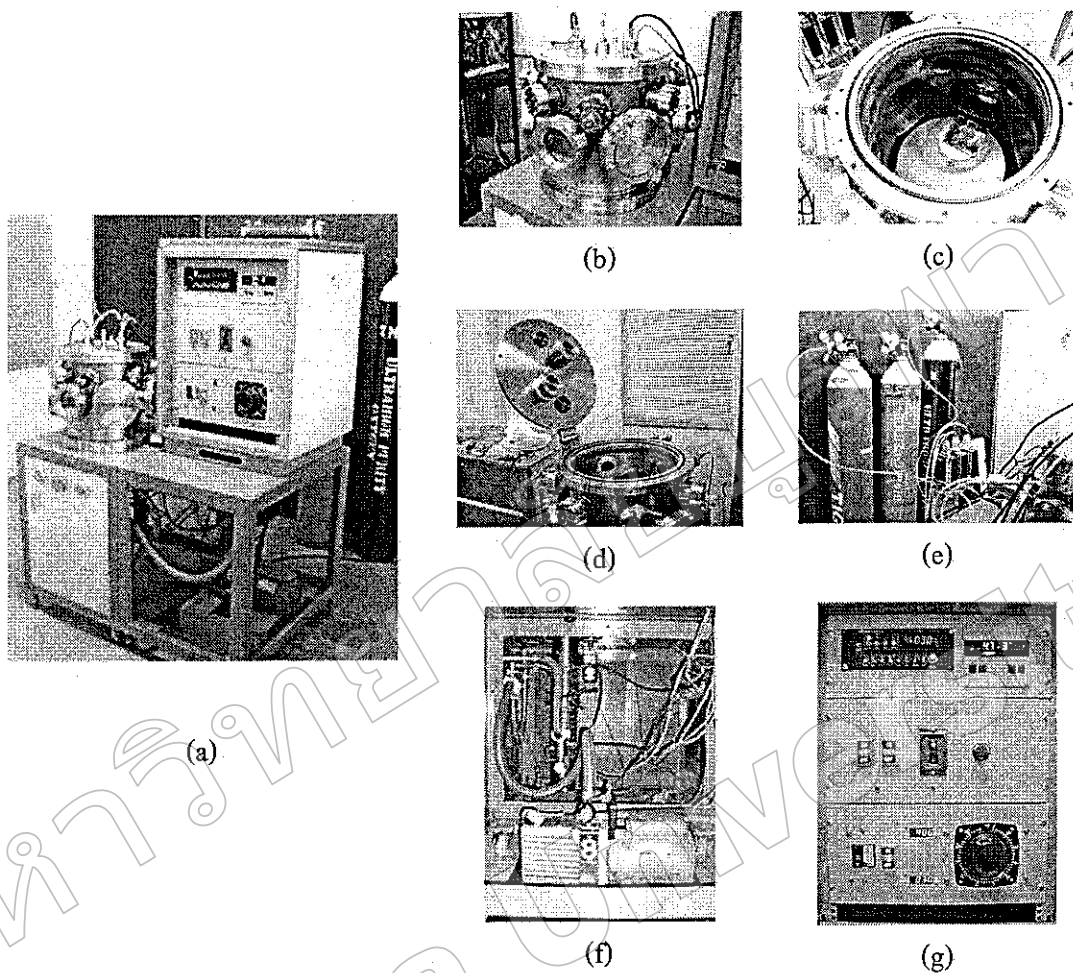
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบรีแอกทีฟ ดีซี สเป็คเตอรिंग

การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ของงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิครีแอกทีฟ ดีซี สเป็คเตอรिंग ซึ่งเป็นกระบวนการเตรียมที่เกิดขึ้นในสุญญากาศ ทั้งนี้เพื่อให้ฟิล์มบางที่มีคุณภาพตามต้องการระบบสุญญากาศของเครื่องเคลือบจะต้องสามารถลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้ได้ในระดับ 10^{-6} mbar เครื่องเคลือบนี้ออกแบบและสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-1)

ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสเป็คเตอรिंगที่ใช้ แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum Part System) และส่วนของระบบการเคลือบ (Coating Part System) มีรายละเอียดดังนี้

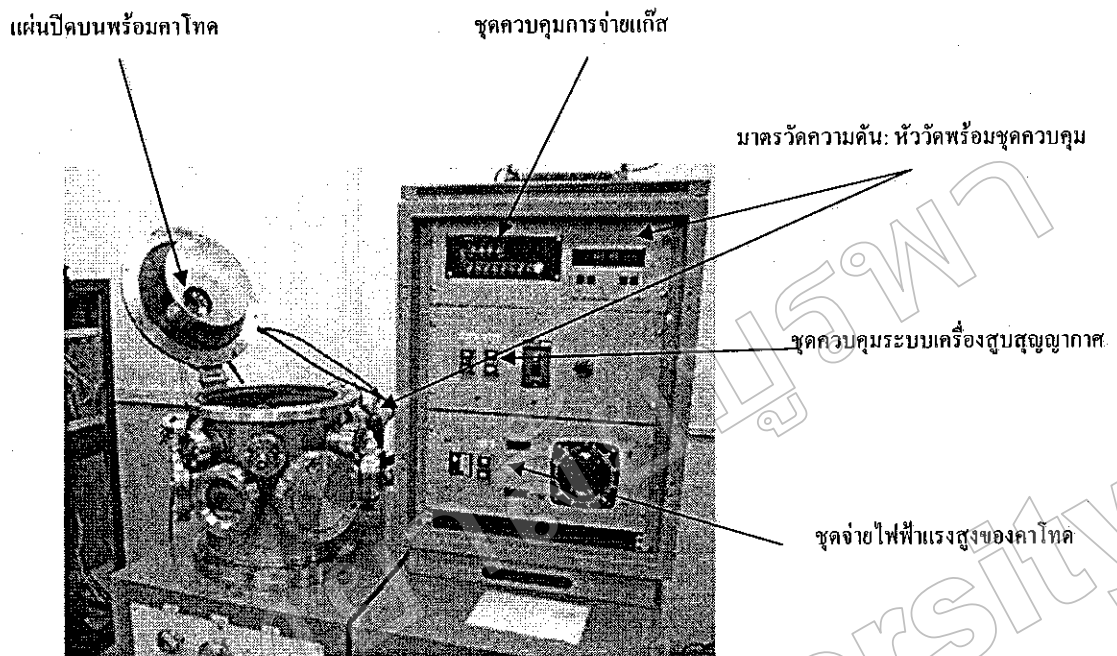
1. ส่วนระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจาก สเตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบเพอร์โอบแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลโรตารี เป็นเครื่องสูบลท้าย สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิราณี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050

2. ส่วนระบบการเคลือบ เป็นส่วนสำหรับเตรียมฟิล์มบางโดยการเคลือบบนวัสดุรองรับชนิดต่าง ๆ ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด แบบระบายความร้อนด้วยน้ำ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 54.0 mm จำนวน 2 ชุด ที่ติดตั้งบนแผ่นปิดบน (Top Plate) ของเครื่องเคลือบ พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 1000 V 3 A สำหรับการจ่ายแก๊สที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ (แก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจน) จะควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอัตราไหลของแก๊ส (Mass Flow Controller) ของ MKS ประกอบด้วย ชุดควบคุม และแสดงผลรุ่น Type 247D และใช้ทรานควิเซอร์ รุ่น MASS-FLO Controller



- หมายเหตุ (a) ลักษณะของเครื่องทั้งระบบ
 (b) ภาชนะสุญญากาศ (ห้องเคลือบ)
 (c) ลักษณะภายในภาชนะสุญญากาศ (ห้องเคลือบ)
 (d) แผ่นปิดบนพร้อมติดตั้งค่าโทดขนาด 2 นิ้ว ที่แผ่นปิดบน
 (e) ทรานคิวเซอร์สำหรับจ่ายแก๊สพร้อมแก๊สที่ใช้
 (f) ระบบเครื่องสูบล้างสุญญากาศ
 (g) ชุดควบคุมการทำงานของเครื่องเคลือบ

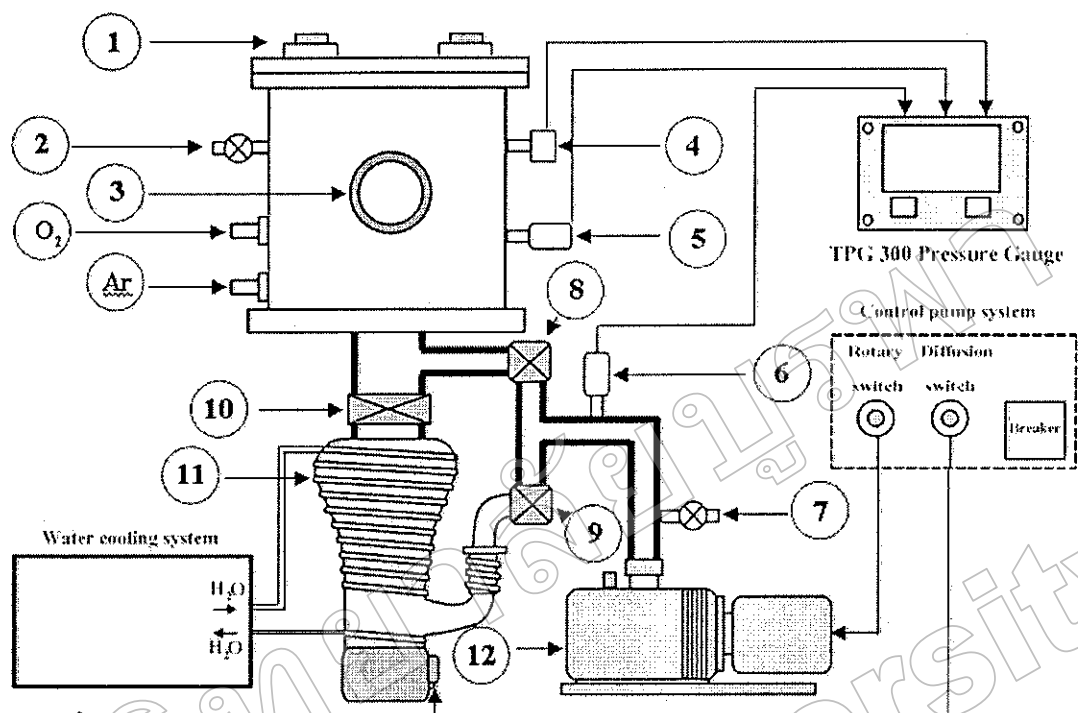
ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลือบในสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัย



ภาพที่ 3-2 ส่วนประกอบหลักของส่วนจากระบบการเคลือบของเครื่องเคลือบ

การสร้างสถานะสุญญากาศ

ก่อนการเคลือบฟิล์มในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธีสปัตเตอริง จำเป็นต้องทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในสถานะสุญญากาศที่ระดับสุญญากาศสูง (High Vacuum) ความดันประมาณ 10^{-3} - 10^{-7} mbar เพื่อลดการปนเปื้อนของฟิล์มที่เคลือบได้เนื่องจากการคงค้างของแก๊สในภาชนะสุญญากาศ (Residual Gas) โดยในการสร้างสถานะสุญญากาศจะใช้ระบบเครื่องสูบลูญากาศ ประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) หนุนหลังด้วยเครื่องสูบลูกโรตารี (Rotary Pump) ที่ต่อเข้ากับภาชนะสุญญากาศด้วยท่อและมีวาล์วควบคุมการปิด-เปิดดังแสดงในภาพที่ 3-3 โดยในตอนต้นจะใช้เครื่องสูบลูกโรตารีเพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจากความดันบรรยากาศเป็นความดันต่ำประมาณ 10^{-2} mbar ซึ่งสามารถอ่านค่าความดันที่ได้จากหัววัดแบบพิรานี่ ต่อมาจะใช้เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ เพื่อลดความดันในภาชนะสุญญากาศจาก 10^{-2} mbar ให้ลดลงอยู่ในช่วงความดัน 10^{-5} - 10^{-7} mbar โดยอ่านความดันที่ได้จากหัวอ่านแบบเพนนิ่ง



ภาพที่ 3-3 โค้ดแกรมระบบเครื่องสูบลูญากาศ ของระบบเคลือบสปีดเตอร์ริง

- | | |
|--------------------------------------|---|
| 1. คาโทด (Cathode) | 7. วาล์วปล่อย (Vent Valve) |
| 2. วาล์วปล่อย (Vent Valve) | 8. วาล์วหยาบ (Roughing Valve) |
| 3. หน้าต่าง (Window) | 9. วาล์วท้าย (Backing Valve) |
| 4. หัวอ่านแบบเพนนิ่ง (Penning Gauge) | 10. วาล์วสุญญากาศสูง (High Vacuum Valve) |
| 5. หัวอ่านแบบพิรานี (Pirani Gauge) | 11. เครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (Diffusion Pump) |
| 6. หัวอ่านแบบพิรานี (Pirani Gauge) | 12. เครื่องสูบลูกโรตารี (Rotary Pump) |

สำหรับการขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

1. ตรวจสอบวาล์วหยาบ (หมายเลข 8), วาล์วท้าย (หมายเลข 9) และวาล์วสุญญากาศสูง (หมายเลข 10) ให้อยู่ในสภาพปิดทั้งหมด
2. เปิดสวิตช์หลัก เพื่อจ่ายไฟฟ้าให้แก่อุปกรณ์ต่าง ๆ ของเครื่องสปีดเตอร์ริง เช่น ระบบวัดความดันและระบบควบคุมการทำงานของระบบปั๊มสุญญากาศ เป็นต้น หลังจากนั้นเปิดสวิตช์ Rotary เพื่อให้เครื่องสูบลูกโรตารี (หมายเลข 12) ทำงาน
3. ทำการปั๊มอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ โดยใช้ เครื่องสูบลูกโรตารี โดยเปิดวาล์วท้าย เพื่อให้เครื่องสูบลูกโรตารี ปั๊มอากาศออกจากเครื่องสูบบแบบแพร่ไอ (หมายเลข 11)

จนความดันในเครื่องสุญญากาศแบบแฟรไอ เมื่ออ่านจากพิรานีเกจ (หมายเลข 6) มีค่าน้อยกว่า 10^{-2} mbar ซึ่งเป็นความดันที่เครื่องสุญญากาศแบบแฟรไอ สามารถทำงานได้ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์ Diffusion เพื่อให้ตัวทำความร้อนของเครื่องสุญญากาศแบบแฟรไอ ทำงานเป็นการเริ่มต้มน้ำมัน ใช้ประมาณ 20 นาที

4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศ ยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศ ก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

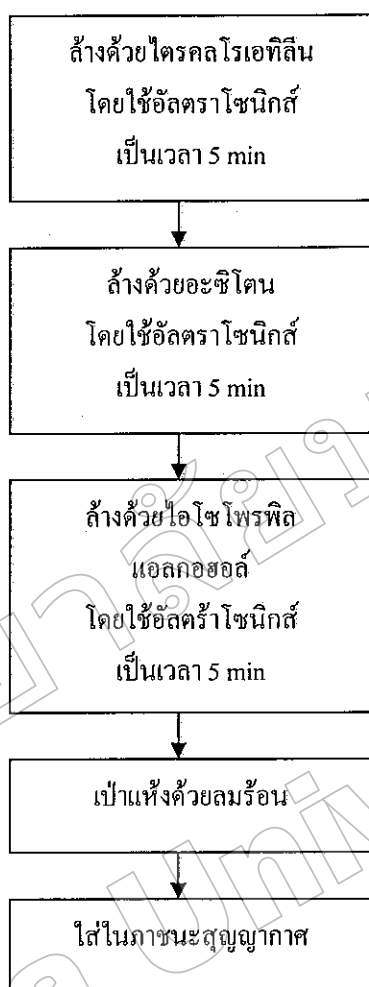
5. สร้างสภาวะสุญญากาศขั้นต้นในภาชนะสุญญากาศโดยใช้เครื่องสูบลมโรตารี โดยการปิดวาล์วท้าย แล้วเปิดวาล์วหยาบเพื่อให้เครื่องสูบลมโรตารีสูบลมอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศ มีค่าประมาณ 10^{-2} mbar (อ่านจากหัวอ่านแบบพิรานี หมายเลข 5)

6. เมื่อต้มน้ำมันจนครบ 20 นาที ทำการสร้างสภาวะสุญญากาศสูง ในภาชนะสุญญากาศ ด้วยเครื่องสุญญากาศแบบแฟรไอ โดยปิดวาล์วหยาบ แล้วเปิดวาล์วท้าย หลังจากนั้นเปิดวาล์วสุญญากาศสูง เพื่อให้เครื่องสุญญากาศแบบแฟรไอ สูบลมอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศเพื่อทำความดันในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับสภาวะสุญญากาศสูง หรืออยู่ในช่วง 10^{-5} - 10^{-6} mbar

7. จับเวลาและรอนจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 3×10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (Base Pressure) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

ขั้นตอนการเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบาง

วัสดุรองรับที่ใช้สำหรับการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้มี 2 ชนิด คือ กระดาษสไลด์ และซีดีคอนเวเฟอร์ วัสดุรองรับนี้ก่อนนำมาศึกษาหรือเคลือบฟิล์มจะต้องนำมาทำความสะอาดสิ่งสกปรกได้แก่ คราบฝุ่นไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ เพื่อให้ได้ผิววัสดุรองรับที่สะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตน (Acetone) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นโดยใช้คีมจับ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าไปในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ



ภาพที่ 3-4 ขั้นตอนการล้างวัสดุรองรับ

ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์

การเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคทีฟ ดีซี สปีดเตอร์ของงานวิจัยนี้มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่าย ไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบโดยต่อสวิตช์ไฟฟ้าลงเข้ากับขั้วคาโทดและต่อสวิตช์ไฟฟ้าบวก (หรือ Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าไททานเนียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปีดเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้า ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ ชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) ส่วนอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด (Mass Flow

Controller; MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและออกซิเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วย เป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (SCCM)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับ คือ กระดาษโลหะและซิลิกอนเวเฟอร์ วางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ โดยมีระยะห่างจากเป่าสารเคลือบเป็น 10 cm ปิดชุดเตอร์หน้าเป่าไททาเนียม แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. สร้างสภาวะสุญญากาศในภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 3×10^{-5} mbar ซึ่งจะใช้เป็นค่าความดันพื้น (P_0) ของระบบก่อนที่จะทำการเคลือบฟิล์มบันทึกค่าความดัน P_0 ที่อ่านได้
3. ทำความสะอาดหน้าเป่าสารเคลือบเป็นเวลา 3 นาที
4. ปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้
5. ป้อนศักย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทด จนกระทั่งเกิดกระบวนการ โกลว์ดีสชาร์จขึ้นโดยชุดเตอร์ยังคงปิดกั้นระหว่างคาโทดกับวัสดุรองรับ เริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ โดยการเปิดชุดเตอร์ที่ปิดหน้าเป่าไททาเนียมออก เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมทั้งบันทึกผลค่าต่างศักย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_t) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม ทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด
6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สออกซิเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

การทดลองเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ

ขั้นนี้เป็นการทดลองเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ เพื่อที่จะศึกษาโครงสร้างและคุณสมบัติทางแสงของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยเงื่อนไขที่ใช้ในการเคลือบประกอบด้วย การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ การหาอัตราเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ การอบอ่อนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยมีรายละเอียดดังนี้

1. การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

การทดลองนี้เป็นหาอัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ โดยให้ตัวแปรอื่น ๆ คงที่ ทำการทดลองโดยนำแผ่นซิลิกอน ใส่ในเครื่องเคลือบจากนั้นเคลือบฟิล์มตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-1 ทั้งนี้ระหว่างการเคลือบบันทึก

การโกล์วดีสซาร์จและความดันขณะเคลือบ เมื่อเคลือบเรียบร้อยแล้วตรวจสอบฟิล์มบางที่ได้ เบื้องต้นด้วยตาเปล่าโดยพิจารณาสีและลักษณะของฟิล์ม จากนั้นนำฟิล์มที่เคลือบได้ไปตรวจสอบ โครงสร้างด้วย XRD สุดท้ายนำฟิล์มไปอบอ่อนด้วยเตาอบในบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้เย็นแล้วจึงนำไปตรวจสอบโครงสร้างด้วย XRD

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ที่อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อ แก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไททานเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	ซิลิกอนเวเฟอร์
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง
ความดันฐาน (mbar)	3.0×10^{-5}
กำลังไฟฟ้า (watt)	120
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน	1: 2, 1: 4, 1: 8
เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (min)	180

2. การหาอัตราเคลือบของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์

ความหนาของฟิล์มบางในงานวิจัยนี้จะควบคุมด้วยเวลาที่ใช้เคลือบ (ซึ่งสามารถหาได้จากอัตราเคลือบ) รวมถึงนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค AFM ดังนั้นจึงจำเป็นต้องอัตราเคลือบของ ฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ จากเครื่องเคลือบที่ใช้ในการทดลอง งานวิจัยนี้ได้ทดลองหาอัตรา เคลือบของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์โดยการเคลือบฟิล์มด้วยเงื่อนไขดังตารางที่ 3-2 จากนั้น นำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปวัดความหนาด้วยเทคนิค AFM สุดท้ายจึงนำความหนาฟิล์มที่เวลาต่าง ๆ มาเขียนกราฟหาอัตราเคลือบ

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์สำหรับหาอัตราเคลือบ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไททาเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	ซิลิกอนเวเฟอร์
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง
ความดันฐาน (mbar)	3.0×10^{-5}
ความดันรวมขณะเคลือบ (mbar)	5.0×10^{-3}
กำลังไฟฟ้า (watt)	200
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน	1: 4
เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (min)	60, 120, 240, 360, 480

3. การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์สำหรับศึกษาผลของอุณหภูมิต่อ

ขั้นนี้เป็นการเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์สำหรับใช้ในการศึกษาผลของอุณหภูมิ

อบอ่อนที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ การทดลองทำโดยนำวัสดุรองรับประกอบด้วย กระดาษสไลด์ (สำหรับศึกษาสมบัติทางแสง) แผ่นซิลิกอน (สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิว) ใส่ในเครื่องเคลือบจากนั้นเคลือบฟิล์มตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-3 จากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วัดสมบัติการส่งผ่านแสงด้วย Spectrophotometer สุดท้ายตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและความหนาด้วยเทคนิค AFM จากนั้นนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปอบอ่อนด้วยเตาอบในบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นแล้วนำฟิล์มที่อบแล้วไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วัดการส่งผ่านแสงด้วย Spectrophotometer และตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค AFM จากนั้นนำฟิล์มที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 100°C และวิเคราะห์แล้ว มาอบอ่อนซ้ำด้วยเตาอบในบรรยากาศปกติ โดยในแต่ละครั้งจะเพิ่มอุณหภูมิขึ้นครั้งละ 100°C จนถึง 500°C โดยทุกครั้งที่นำฟิล์มมาอบอ่อนซ้ำจะนำฟิล์มไปวิเคราะห์ด้วย XRD Spectrophotometer และ AFM ทุกครั้ง

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิอบอ่อนต่าง ๆ เพื่อศึกษาสมบัติต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	ไททาเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	ซิลิกอนเวเฟอร์
อุณหภูมิวัสดุรองรับ	อุณหภูมิห้อง
ความดันฐาน (mbar)	3.0×10^{-5}
ความดันรวมขณะเคลือบ (mbar)	5.0×10^{-3}
กำลังไฟฟ้า (watt)	200
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน	1: 4
เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (min)	360
อุณหภูมิอบอ่อน ($^{\circ}\text{C}$)	100, 200, 300, 400, 500
เวลาที่ใช้ในการอบอ่อน (hr.)	1

การศึกษาสมบัติของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

ขั้นนี้เป็นนำฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เคลือบได้และที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ มาศึกษาโครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และสมบัติทางแสง โดยมีรายละเอียดดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง

โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอนเวเฟอร์ที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 20° - 65° สเตปครัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เปรียบเทียบค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มต่อไป

2. การศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง

โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นซิลิกอนเวเฟอร์ที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy เพื่อสังเกตลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง โดยมีความละเอียดในระดับนาโนสเกล (Nano Scale)

3. การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบาง

สมบัติทางแสงของฟิล์มบางจะเป็นการวัดค่าการส่งผ่านแสงบนวัสดุรองรับที่เป็นกระจกใสด้วยเครื่อง Spectrophotometer ซึ่งจะได้ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงของฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกใส

4. การหาดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดับสูญจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง

ดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางหาจากวิธี Envelope โดยจะใช้ข้อมูลจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงในการคำนวณซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

4.1 การหาดัชนีหักเห (n)

4.1.1 นำฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกใสไปทำการวัดเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่อง spectrophotometer

4.1.2 นำเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงไปทำการเขียนกราฟ โดยให้แกน x เป็นแกนของความยาวคลื่น และแกน y เป็นแกนของเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง

4.1.3 สร้างของกรอบสเปกตรัมการส่งผ่านแสงโดยการลากเส้นผ่านค่าสูงสุด (T_M) และค่าต่ำสุด (T_m) ของสเปกตรัมการส่งผ่านแสงตลอดช่วงความยาวคลื่นที่สนใจ ดังภาพที่ 3-5

4.1.4 ลากเส้นตรงตั้งฉากกับแกน x ที่ความยาวคลื่นที่สนใจให้ตัดกับของที่สร้างขึ้น ดังภาพที่ 3-6

4.1.5 นำค่า T_M และ T_m ที่ได้ไปแทนในสมการ 50

$$N = 2n_2 \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{n_2^2 + 1}{2} \quad (50)$$

เมื่อ n_2 คือ ดัชนีหักเหของกระจกใส

4.1.6 นำค่า N ที่ได้ไปแทนในสมการ 51 จะได้ค่า n ของแต่ละความยาวคลื่น

$$n = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - n_2^2}} \quad (51)$$

4.2 การหาสัมประสิทธิ์การดับสูญ (k)

4.2.1 นำฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกใสไปวัดเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่อง Spectrophotometer

4.2.2 นำเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงไปทำการเขียนกราฟ โดยให้แกน x เป็นแกนของความยาวคลื่น และแกน y เป็นแกนของเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง

4.2.3 สร้างของคอบสเปกตรัมการส่งผ่านแสงโดยการลากเส้นผ่านค่าสูงสุด (T_M) และค่าต่ำสุด (T_m) ของสเปกตรัมการส่งผ่านแสงตลอดช่วงความยาวคลื่นที่สนใจ ดังภาพที่ 3-5

4.2.4 ลากเส้นตรงตั้งฉากกับแกน x ที่ความยาวคลื่นที่สนใจให้ตัดกับของที่สร้างขึ้น ดังภาพที่ 3-6

4.2.5 นำค่า T_M และ T_m ที่ได้ไปแทนในสมการ 52

$$T = \sqrt{T_M T_m} \quad (52)$$

4.2.6 นำดัชนีหักเหของฟิล์มและดัชนีหักเหของกระจกสไลด์แทนค่าในสมการที่ 53, 54 และ 55

$$X_1 = \left[\frac{1-n}{1+n} \right]^2 \quad (53)$$

$$X_2 = \left[\frac{n-n_2}{n+n_2} \right]^2 \quad (54)$$

$$X_3 = \left[\frac{n_2-1}{n_2+1} \right]^2 \quad (55)$$

4.2.7 นำค่า X_1 , X_2 และ X_3 แทนค่าในสมการที่ 56 และ 57

$$P = (X_1 - 1)(X_2 - 1)(X_3 - 1) \quad (56)$$

$$Q = 2T(X_1 X_2 + X_1 X_3 - 2X_1 X_2 X_3) \quad (57)$$

4.2.8 นำค่า P, Q และ T แทนค่าในสมการที่ 58

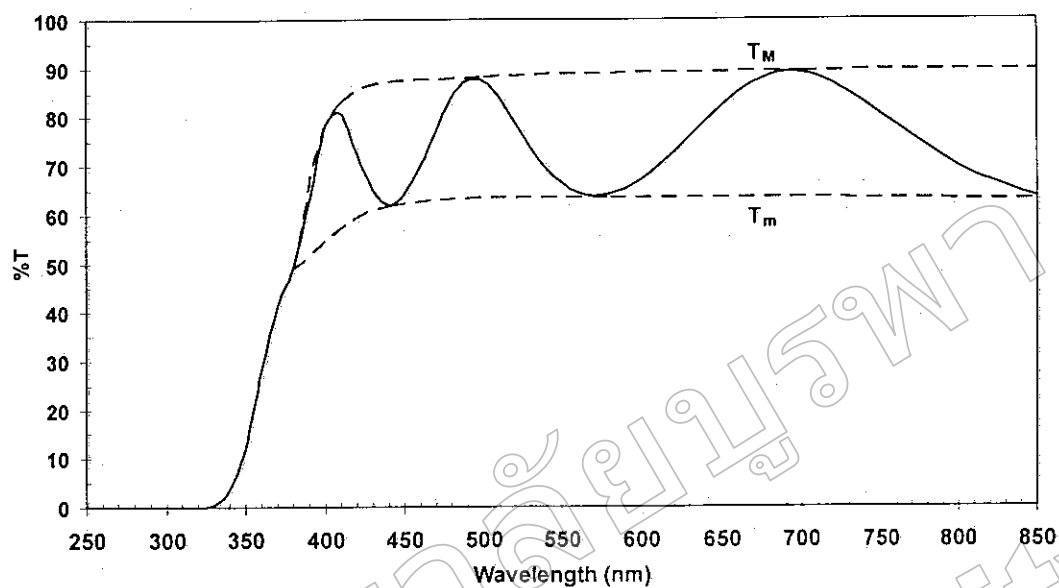
$$X = \frac{P + \sqrt{P^2 + 2QT(1 - X_2 X_3)}}{Q} \quad (58)$$

4.2.9 นำค่า X แทนในสมการที่ 59

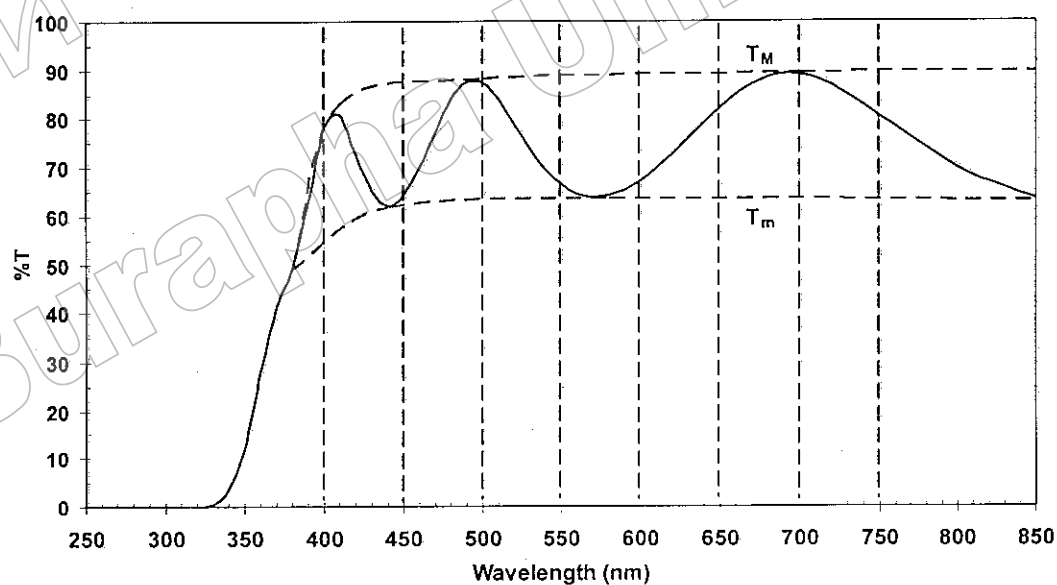
$$\alpha(\lambda) = \frac{-\ln X}{d} \quad (59)$$

4.2.10 แทนค่า α ในสมการที่ 60 จะได้ค่า k ของแต่ละความยาวคลื่นที่สนใจ

$$k = \frac{\alpha(\lambda)\lambda}{4\pi} \quad (60)$$



ภาพที่ 3-5 ตัวอย่างของ (Envelope) กรอบสเปกตรัมการส่งผ่านแสงสำหรับการคำนวณหา
ดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดูดกลืน



ภาพที่ 3-6 ตัวอย่างเส้นตั้งฉากที่ความยาวคลื่นที่สนใจ