บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดรวมถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพและสมบัติทางแสงของฟิล์มเซอร์โคเนียมออกไซด์ ได้แก่ ค่าดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 3 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ (2) การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ และ (3) การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ สรุปได้ดังนี้

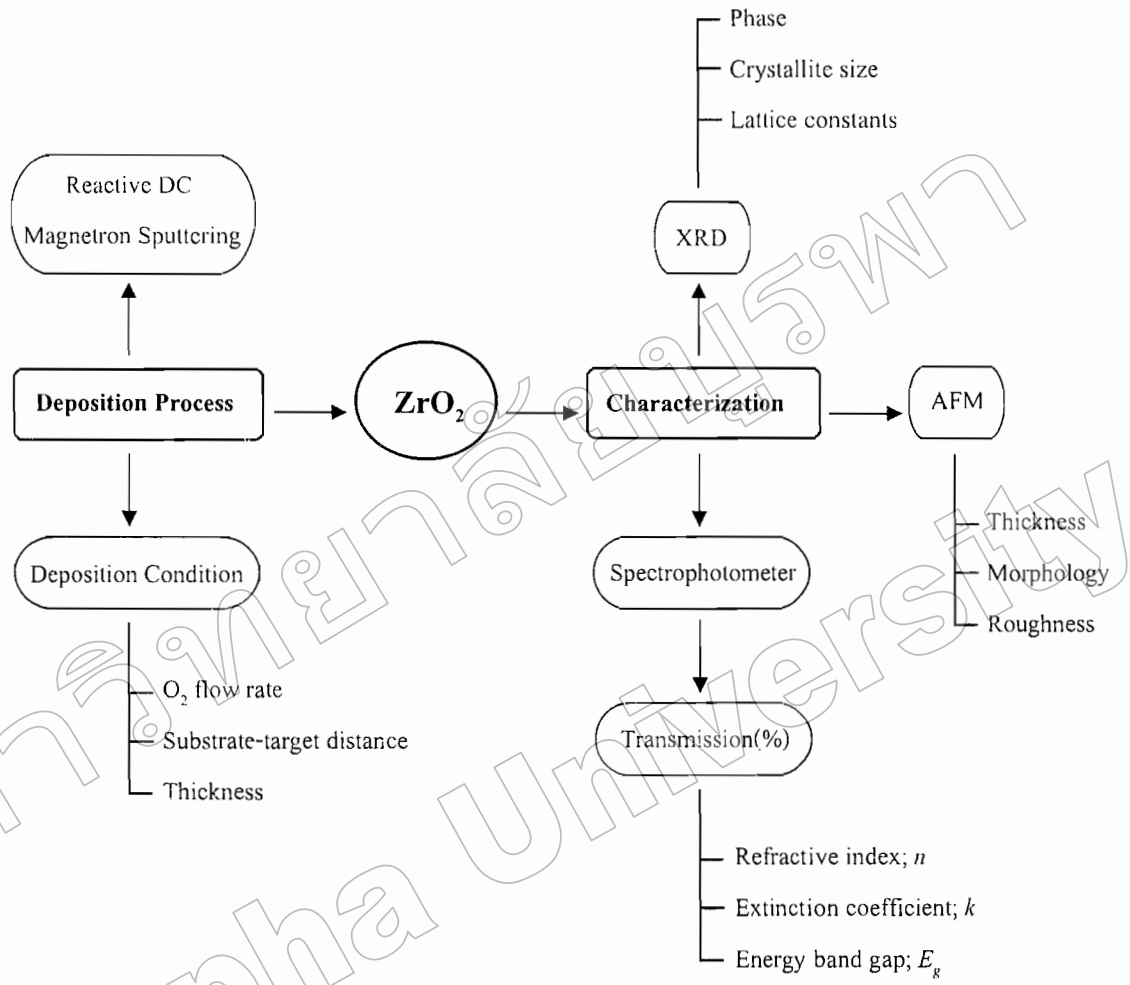
การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์นั้น เริ่มจากศึกษาอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเคลือบ ตัวแปรและขั้นตอนการเคลือบ ซึ่งวิทยานิพนธ์นี้ใช้การเคลือบด้วยวิธี รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง จากนั้นจึงทดลองเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ โดยศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และความหนาของฟิล์มเซอร์โคเนียมออกไซด์ต่อโครงสร้างของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

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

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ศึกษาโดยนำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ จากนั้นนำค่าการส่งผ่านแสงที่ได้ไปคำนวณหาค่าดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

สุดท้ายเป็นการอธิบายผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ และความหนาต่อโครงสร้างของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ และผลของความหนาต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวความคิดของการวิจัย

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ (2) การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ และ (3) การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องเคลือบที่ใช้ในการวิจัยสร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-2)

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 เป้าสารเคลือบเป็นเป้าเซอร์โคเนียม มีความบริสุทธิ์ 99.97 %

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) มี 2 ชนิดคือ

- กระจกสไลด์ใช้เพื่อศึกษาสมบัติทางแสง และ
- แผ่นซิลิกอนใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

1.2.3 แก๊ส (Gas) ประกอบด้วยแก๊ส 2 ชนิดคือ

- แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสปัตเตอร์ (Sputtered Gas)
- แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์ 99.995% เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา (Reactive Gas)

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

2.1 X-Ray Diffractrometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractrometer รุ่น Rint 2000 (Rigaku Corporation) ของภาควิชาโลหะการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

3. การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มเซอร์โคเนียมออกไซด์

3.1 Spectrophotometer สำหรับวัดค่าการส่งผ่านแสงในช่วง 200-2500 nm งานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง Spectrophotometer รุ่น UV-VIS-NIR 3100 (Shimadzu Co., Ltd) ของ สายวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

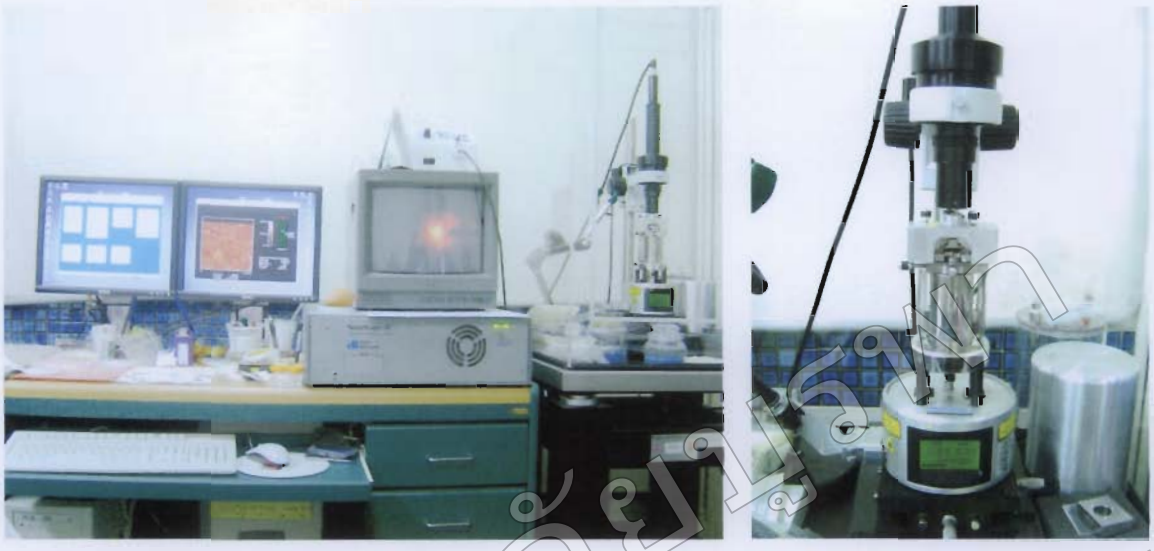
3.2 คำนวณหาค่าดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงานของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ภาพที่ 3-2 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบ รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

ภาพที่ 3-3 เครื่อง X-Ray Diffractrometer

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



(a) (b)

ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM) in a tapping mode, by Digital Instruments, Nanoscope III
(a) AFM and display part
(b) AFM probe and sample stage

ภาพที่ 3-5 เครื่อง Spectrophotometer

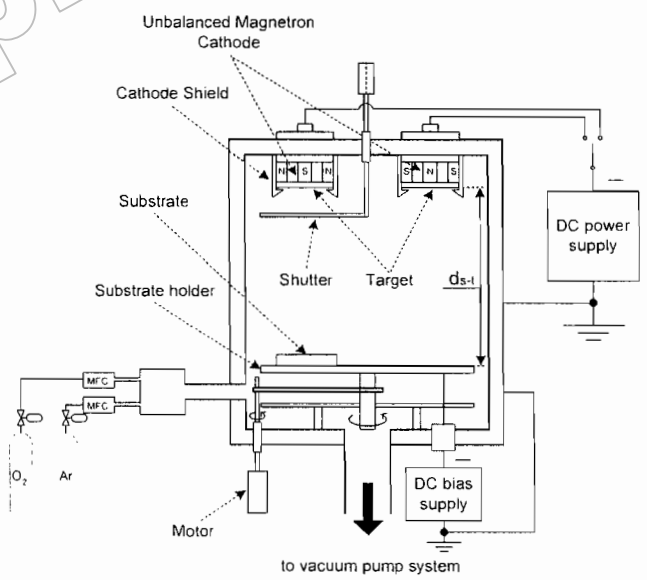
มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบ รีแอคตีฟ ดีซี สปัตเตอริง

ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ในงานวิทยานิพนธ์นี้เตรียมจากเครื่องเคลือบในสุญญากาศระบบ ดีซี อันบาลานซ์ แมกนีตรอน สปัตเตอริง (ภาพที่ 3-6) ด้วยเทคนิค รีแอคตีฟ สปัตเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ จะต้องลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสปัตเตอริงในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และ ส่วนของระบบเคลือบ (Coating System) รายละเอียดดังนี้

1. ส่วนระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจาก สเตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 370.0 mm ระบบเครื่องสูบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องสูบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบกลโรตารีเป็นเครื่องสูบท้าย การวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ Balzers รุ่น TPG300 โดยใช้หัววัดแบบพิรานี รุ่น TPR010 และหัววัดแบบเพนนิ่งรุ่น IKR050

2. ส่วนของระบบเคลือบ เป็นส่วนเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ประกอบด้วย แมกนีตรอนคาโทด 2 หัว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 54.0 mm ระบายความร้อนด้วยน้ำติดตั้งเป้าเซอร์โคเนียม (99.97%) ที่คาโทด พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรง ใช้แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สสปัตเตอร์ ใช้แก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) เป็นแก๊สไวปฏิกิริยา สำหรับการจ่ายแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนในกระบวนการเคลือบจะควบคุมด้วย Mass Flow Controller ของ MKS type247D



ภาพที่ 3-6 ไดอะแกรมของเครื่องเคลือบ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การสร้างสภาวะสุญญากาศ

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

สำหรับขั้นตอนการสร้างภาวะสุญญากาศมีดังนี้

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

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

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

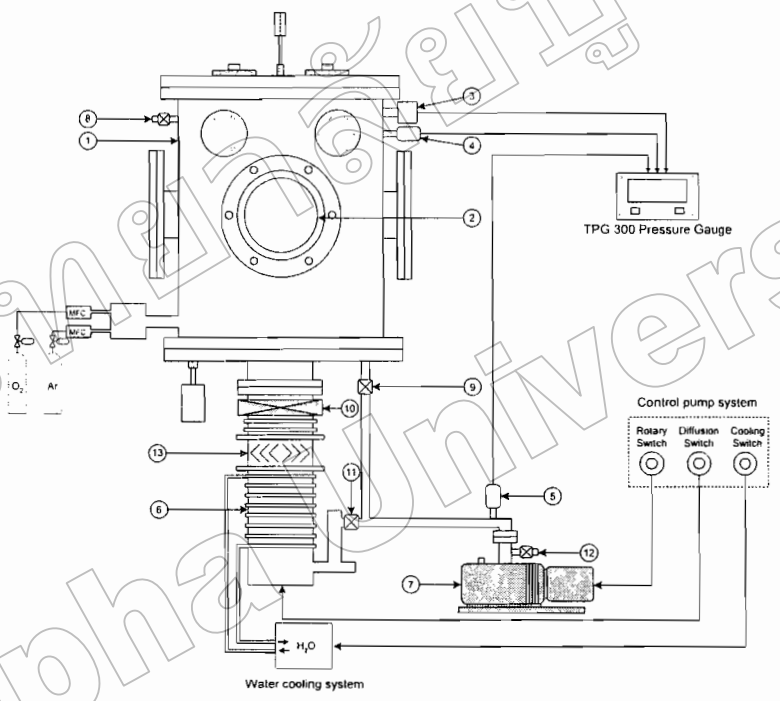
4. ในระหว่างการต้มน้ำมันนำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางในภาชนะสุญญากาศ โดยก่อนวางวัสดุรองรับต้องตรวจความดันใน ภาชนะสุญญากาศยังคงอยู่ในสภาวะเป็นสุญญากาศหรือไม่ ถ้ายังเป็นสุญญากาศก็ทำการเปิดวาล์วปล่อย เพื่อให้อากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ จนความดันในภาชนะสุญญากาศเท่ากับความดันบรรยากาศ หลังจากนั้นทำการเปิดฝาครอบภาชนะสุญญากาศออก นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบไปวาง ปิดฝาครอบและปิดวาล์วปล่อยให้สนิท

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

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

7. จับเวลาและรอจนความดันในภาชนะสุญญากาศมีค่าประมาณ 5 x 10^{-5} mbar ซึ่งกำหนดให้เป็นค่าความดันพื้น (P_b) ก่อนเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์



ภาพที่ 3-7 ไดอะแกรมระบบเครื่องสูบสุญญากาศ ของระบบเคลือบสปัตเตอริง

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมันสารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับเริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanal) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 5 นาที นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมคีบเป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-8

ภาพที่ 3-8 การล้างวัสดุรองรับ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

การเคลือบฟิล์มบางในภาชนะสุญญากาศด้วยวิธี รีแอคตีฟ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง มีรายละเอียดพอสรุปได้ดังนี้ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงถูกติดตั้งเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อศักย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อศักย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ เป้าเซอร์โคเนียมจะถูกติดตั้งกับขั้วคาโทด โดยด้านบนของคาโทดจะต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็น เพื่อใช้ระบายความร้อนที่เกิดขึ้นบริเวณคาโทดจากการสปัตเตอร์ของไอออนอาร์กอนที่บริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางที่สามารถเคลื่อนที่ขึ้นลงได้ โดยชัตเตอร์ (Shutter) ใช้สำหรับกั้นระหว่างวัสดุรองรับกับเป้าสารเคลือบ เพื่อป้องกันการเคลือบผิววัสดุรองรับในระหว่างกระบวนการทำความสะอาดหน้าเป้า (Pre Sputtering) และอุปกรณ์ Control Unit ที่เชื่อมต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) ใช้บังคับการทำงานของเครื่องควบคุมการปล่อยแก๊สอย่างละเอียด เพื่อควบคุมอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนและออกซิเจนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ โดยค่าอัตราการไหลของแก๊สจะมีหน่วยเป็น Standard Cubic Centimeter per Minute at STP (sccm)

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์มีรายละเอียดดังนี้

1. นำวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบวางไว้บนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดชัตเตอร์หน้าเป้าเซอร์โคเนียม แล้วปิดฝาภาชนะสุญญากาศ

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

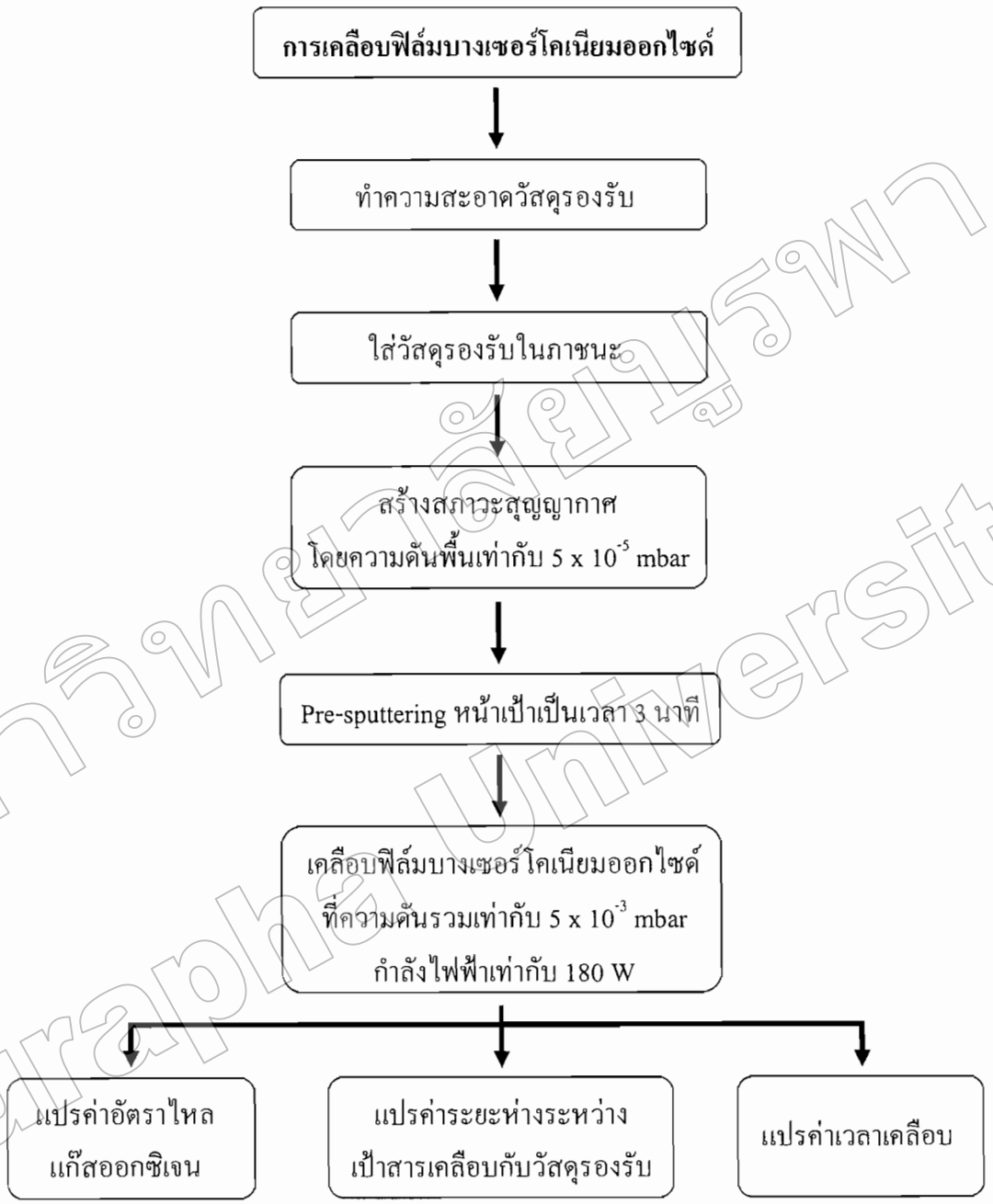
3. ทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยกระบวนการ Pre-Sputtering เป็นเวลา 3 นาที

4. ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง

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

6. หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดแก๊สอาร์กอน ปิดแก๊สออกซิเจน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-9 การเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ในงานวิจัยนี้ แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ (1) โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ และ (2) สมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

1. โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เคลือบได้มาศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทีซ ลักษณะพื้นผิวและความหนา โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractrometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ Cu-k_α เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ใน Mode Low Angle กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง 20° - 65° สเปกตรัมที่วัดได้จะบันทึกอยู่ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปรียบเทียบค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ต่อไป

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์สามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้ Seherrer Equation ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ได้หลังการเคลือบ

1.3 การหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ สำหรับการค่าคงที่แลตทีซของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์สามารถหาได้จากรูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractrometer โดยใช้สมการการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก ในการคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ได้หลังการเคลือบ

1.4 การหาความหนาของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดความหนาด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิคอนไนไตรด์เคลื่อนที่กราดบนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. สมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ขั้นตอนนี้จะทำการคำนวณหาค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์โดยใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์วัดค่าการส่งผ่านแสงบนกระจกสไลด์ที่เป็นวัสดุรองรับ แล้วนำมาคำนวณหา ดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ และแถบพลังงาน

2.1 การหาดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดับสูญจากสเปคตรัมการส่งผ่านแสง

ดัชนีหักเหและสัมประสิทธิ์การดับสูญของฟิล์มบางหาจากวิธี Envelope โดยใช้ข้อมูลจากสเปคตรัมการส่งผ่านแสงในการคำนวณซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

2.1.1 การหาดัชนีหักเห (n)

2.1.1.1 นำฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกสไลด์ไปทำการวัดเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

2.1.1.2 นำเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงไปเขียนกราฟ โดยให้แกน x เป็นแกนของความยาวคลื่น และแกน y เป็นแกนของเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง

2.1.1.3 สร้างซองครอบสเปกตรัมการส่งผ่านแสงโดยการลากเส้นผ่านค่าสูงสุด (T_M) และค่าต่ำสุด (T_m) ของสเปกตรัมการส่งผ่านแสงตลอดช่วงความยาวคลื่นที่สนใจ ดังภาพที่ 3-10

2.1.1.4 ลากเส้นตรงตั้งฉากกับแกน x ที่ความยาวคลื่นที่สนใจให้ตัดกับซองที่สร้างขึ้น ดังภาพที่ 3-11

2.1.1.5 นำค่า T_M และ T_m ที่ได้ไปแทนในสมการ 3-1

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

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

เมื่อ s คือ ดัชนีหักเหของกระจกสไลด์ และ T_s เป็นเปอร์เซ็นต์ค่าการส่งผ่านแสงของกระจกสไลด์ ($\lambda > 350\,nm$).

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

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

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2.1.2 การหาสัมประสิทธิ์การดับสูญ (k)

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

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

เมื่อ

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

$$F = \frac{8n^2s}{T_i} \quad (3\text{-}6)$$

และ

$$T_i = \frac{2T_MT_m}{T_M+T_m} \quad (3\text{-}7)$$

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

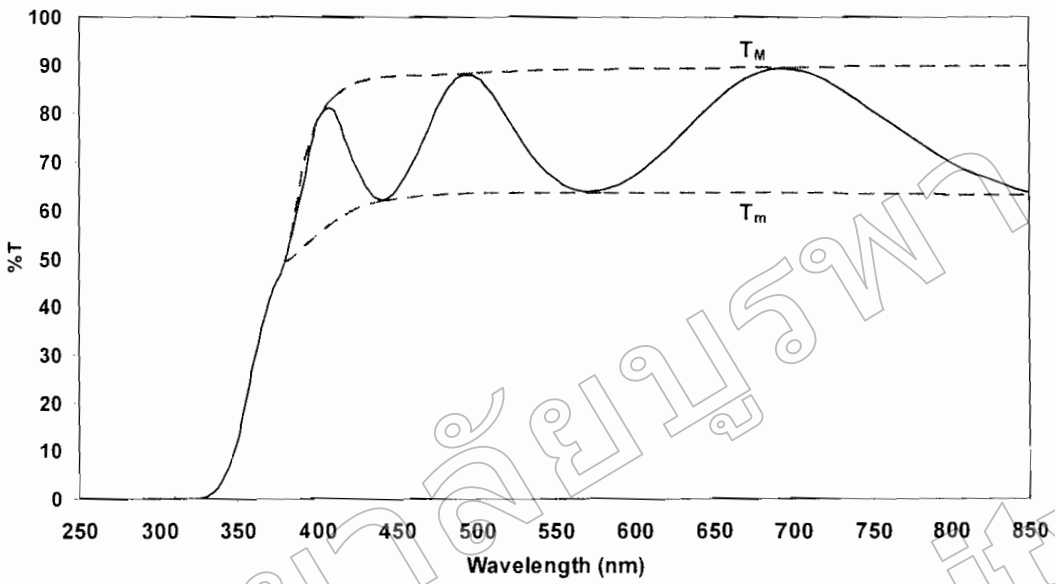
$$k = \frac{\alpha\lambda}{4\pi} \quad (3\text{-}8)$$

2.2 การหาแถบพลังงาน (E_g)

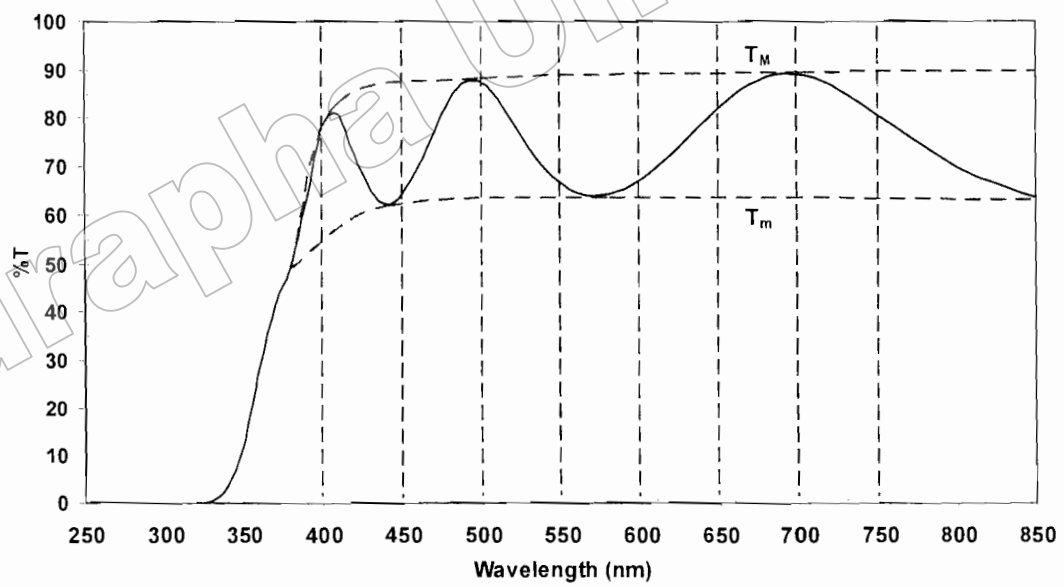
2.2.1 แถบพลังงานของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 3-9 โดย $p = 2$ (direct optical band gap) (Henri & Jansen, 1991; Balazs et al., 1998; Stapper et al., 1999)

$$\alpha_{(\lambda)} = A\frac{\sqrt[p]{h\nu-E_g}}{h\nu} \quad (3\text{-}9)$$

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

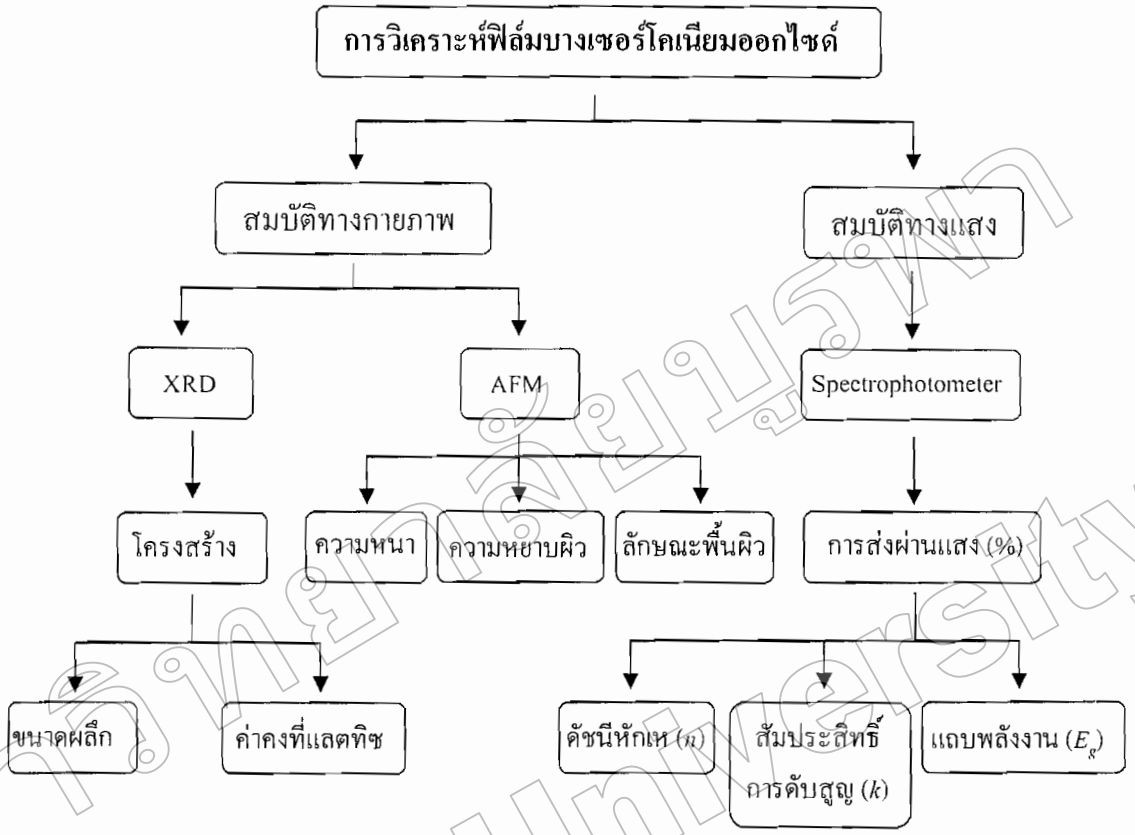


ภาพที่ 3-10 ตัวอย่างซอง (Envelope) ครอบสเปคตรัมการส่งผ่านแสงสำหรับใช้ในการคำนวณหาดัชนีหักเห สัมประสิทธิ์การดับสูญ



ภาพที่ 3-11 ตัวอย่างเส้นตั้งฉากที่ความยาวคลื่นที่สนใจ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 3-12 การวิเคราะห์ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

แนวทางการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ จากนั้นนำฟิล์มเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพ และศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ซึ่งผู้วิจัยได้แบ่งการทดลองออกเป็น 4 การทดลอง โดยแต่ละการทดลองมีขั้นตอนการทดลองสรุปได้ดังนี้

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของอัตราไหลแก๊สออกซิเจน

วัตถุประสงค์ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

1. การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอน โดยการแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนในกระบวนการเคลือบ เพื่อหาอัตราไหลแก๊สออกซิเจนที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-1

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 8 cm เสร็จแล้วก็สร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-1 โดยกำหนดให้อัตราไหลแก๊สอาร์กอนคงที่เท่ากับ 1 sccm และแปรค่าอัตราไหลแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 2 sccm, 4 sccm และ 6 sccm ตามลำดับ ควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar กำลังไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 180 W และใช้เวลาเคลือบนาน 120 นาที ตามลำดับ

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิว

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ตารางที่ 3-1 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่อัตราไหลแก๊สออกซิเจนต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	เซอร์โคเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	8
อัตราไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	1
อัตราไหลแก๊สออกซิเจน (sccm)	2, 4, 6
เวลาเคลือบ (min)	120

การทดลองที่ 2 การศึกษาผลของระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับต่อโครงสร้างของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

1. การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับในกระบวนการเคลือบเพื่อศึกษาผลของระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับต่อโครงสร้างของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-2

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยการทดลองนี้แปรค่าระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ เสร็จแล้วก็สร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-2 โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 1 sccm : 6 sccm (การทดลองที่ 1) และควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5×10^{-3} mbar กำลังไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 180 W และใช้เวลาเคลือบนาน 120 นาที ตามลำดับ

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-2 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับต่าง ๆ

เงื่อนไข	รายละเอียด
เป้าสารเคลือบ	เซอร์โคเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0×10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0×10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	6, 8, 10, 12, 14
อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน (sccm)	1 : 6
เวลาเคลือบ (min)	120

การทดลองที่ 3 การศึกษาผลของความหนาของฟิล์ม

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของความหนาต่อโครงสร้างของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

1. การเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เวลาต่าง ๆ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนโดยการแปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบ เพื่อศึกษาความหนาต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ 3-3

เมื่อนำวัสดุรองรับที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้วมาใส่ในภาชนะสุญญากาศ โดยระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm (การทดลองที่ 2) เสร็จแล้วก็สร้างสภาวะสุญญากาศให้ได้ความดันพื้นเท่ากับ 5×10^{-5} mbar จากนั้นทำความสะอาดหน้าเป้าสารเคลือบด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 3 นาที เสร็จแล้วเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ตามเงื่อนไขในตารางที่ 3-3 โดยกำหนดให้อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจนคงที่เท่ากับ 1 sccm : 6 sccm (การทดลองที่ 1) แปรค่าความหนาจากเวลาเคลือบเท่ากับ 60, 90, 120, 150 และ

180 นาทีตามลำดับ และควบคุมความดันรวมขณะเคลือบให้คงที่เท่ากับ 5 x 10^{-3} mbar กำลังไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 180 W

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ขั้นตอนนี้เป็นการนำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เคลือบได้มาศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาและลักษณะพื้นผิว

ตารางที่ 3-3 เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เวลาเคลือบต่าง ๆ

เงื่อนไข	**รายละเอียด**
เป้าสารเคลือบ	เซอร์โคเนียม (99.97%)
วัสดุรองรับ	กระจกสไลด์ และแผ่นซิลิกอน
ความดันพื้น (mbar)	5.0 x 10^{-5}
ความดันรวม (mbar)	5.0 x 10^{-3}
ระยะระหว่างเป้าสารเคลือบถึงวัสดุรองรับ (cm)	10
อัตราส่วนแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน (sccm)	1 : 6
เวลาเคลือบ (min)	60, 90, 120, 150, 180

การทดลองที่ 4 การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาความหนาต่อสมบัติทางแสงของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์

การศึกษาสมบัติทางแสง และแถบพลังงานของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ ขั้นตอนนี้จะเป็นการนำฟิล์มบางเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เคลือบนกระจกสไลด์ จากการทดลองที่ 3 ไปวัดค่าการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แล้วนำมาคำนวณหา ดัชนีหักเห และสัมประสิทธิ์การดับสูญ ด้วยวิธี Envelope ส่วนแถบพลังงานคำนวณจากสเปคตรัมการส่งผ่านแสงด้วยสมการ $\alpha_{(\lambda)} = A\sqrt[p]{h\nu - E_g} / h\nu$ เมื่อ $p = 2$ (direct optical band gap)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University