

การวัดความหนาของฟิล์มบางนาโนด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโกปี
แบบกระจายพลังงาน

วิรุพห์ พรหมมากุล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
มกราคม 2560
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณา
วิทยานิพนธ์ของ วิรุฬห์ พรหมมากุล ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์



..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์)

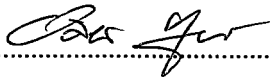
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธาน
(ดร. ภ. พึ่งบุญ ปานศิลา)



..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิรันดร์ วิทิตอนันต์)



..... กรรมการ
(ดร.อดิศร บูรณวงศ์)



..... กรรมการ
(ดร.ศรัณย์ ภิบาลชนม์)

คณะวิทยาศาสตร์อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยบูรพา



..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เอกรัฐ ศรีสุข)

วันที่ 4 เดือน มกราคม พ.ศ. 2560

การวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์/ดุษฎีนิพนธ์
จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ปีงบประมาณ 2559

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยดีโดยความกรุณาและช่วยเหลือจากผู้เกี่ยวข้องหลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิรันดร์ วิทอนันต์ ที่ให้ความกรุณาเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ขอขอบคุณ ดร.ภ.พึงบุญ ปานศิลา จากมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตศรีราชา ที่ให้ความกรุณามาเป็นประธานกรรมการสอบ ขอขอบคุณ ดร.อดิศร บุรณวงศ์ จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา และ ดร.ศรัณย์ ภิบาลชนม์ จากคณะศึกษาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นกรรมการสอบ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง ขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ณ โอกาสนี้

ผู้วิจัยขอขอบคุณผู้ช่วยเหลือประสานงาน ตลอดจนแหล่งทุนสนับสนุนงานวิจัย โดยวิทยานิพนธ์นี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยบางส่วนจาก ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์หรือคุษฎีนิพนธ์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ประจำปีงบประมาณ 2559 และขอขอบคุณ บุคลากรของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

ท้ายที่สุดผู้วิจัยขอขอบพระคุณ คุณพ่อ ไพบูลย์ พรหมมากุล และคุณแม่สมบุญ พรหมมากุล สำหรับความช่วยเหลือสนับสนุนทั้งทางด้านการร่างกายและจิตใจแก่ข้าพเจ้าอย่างต่อเนื่องตลอดมา พร้อมกันนี้ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่าวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะเป็นประโยชน์แก่วงวิชาการและผู้สนใจ ตลอดจนรวมถึงเป็นแนวทางในการศึกษาวิจัยด้านเทคโนโลยีฟิล์มบางและการเคลือบในสุญญากาศต่อไปในอนาคต ทั้งนี้ประโยชน์อันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์นี้ย่อมเป็นผลจากความกรุณาของทุกท่านที่เอื้อนามมาแล้วข้างต้น ผู้วิจัยขอขอบพระคุณไว้ ณ โอกาสนี้

วิรุพห์ พรหมมากุล

57912236: สาขาวิชา: ฟิสิกส์; วท.ม. (ฟิสิกส์)

คำสำคัญ: เอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน / फिल्मบาง/ สเปกโตรริง / ความหนา
 วิรุฬห์ พรหมมากุล: การวัดความหนาของฟิล์มบางนาโนด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตร
 สโคปีแบบกระจายพลังงาน (THICKNESS MEASUREMENT OF NANO THIN FILM BY
 ENERGY DISPERSIVE X-RAY SPECTROSCOPY TECHNIQUE) คณะกรรมการควบคุม
 วิทยานิพนธ์: นิรันดร์ วิทิตอนันต์, Ph.D. 103 หน้า. ปี พ.ศ. 2560.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางที่มีความหนาระดับ
 นาโนเมตรด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ซึ่งติดตั้งต่อพ่วงอยู่กับ
 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ฟิล์มตัวอย่างในการศึกษาคือฟิล์มโครเมียม (Cr)
 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์และแผ่นซิลิกอนด้วยวิธีสเปกโตรริง โดยโครงสร้างผลึก ความหยาบผิว
 ความหนา โครงสร้างจุลภาค และ องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มศึกษาด้วยเทคนิค GA-XRD,
 AFM, FE-SEM และ EDS ตามลำดับ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ
 มันวาวสะท้อนแสงดี ความหนาของฟิล์มบางที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีค่าอยู่ในช่วง 50.5 - 284.5 nm
 โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L_{α} จากฟิล์มกับความหนาฟิล์ม สัมพันธ์กัน
 ตามสมการ $I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d})$ ส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K_{α} จาก
 วัสดุรองรับกับความหนาฟิล์ม สัมพันธ์กันตามสมการ $I_d = I_s e^{-\alpha d}$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของ
 รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนาเท่ากับ d และ I_s เป็นความเข้มอ้อมตัวของรังสีเอกซ์
 ลักษณะเฉพาะ ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มบาง
 จากเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้มีความถูกต้องถึง 95%
 เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค FE-SEM

57912236: MAJOR: PHYSICS; M.Sc. (PHYSICS)

KEYWORDS: ENERGY DISPERSIVE X-RAY SPECTROSCOPY / THIN FILM /
SPUTTERING / THICKNESS

WIROON PROMMAKON: THICKNESS MEASUREMENT OF NANO
THIN FILM BY ENERGY DISPERSIVE X-RAY SPECTROSCOPY TECHNIQUE.

ADVISORY COMMITTEE: NIRUN WITIT-ANUN, Ph. D. 103 P. 2017.

The objective of this research work is to study the thickness measurement of the thin film with the thickness scale in the range of the nanometer using 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 elemental component of films were characterized by GA-XRD, AFM, FE-SEM, and EDS technique, respectively. The results showed that the as-deposited chromium thin films exhibit very 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 $I_d = I_s (1 - e^{-\alpha d})$, while the intensity of the characteristic X-ray of Si K_{α} from substrates are related to film thickness obeyed the equation of $I_d = I_s e^{-\alpha d}$, where I_d is the intensity of the characteristic X-ray from the film thickness d , I_s is the saturation intensity of the characteristic X-ray and α is the linear attenuation. The thickness of the films from this models is agreement with the thickness from FE-SEM technique of 95%.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ฌ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	5
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
ขอบเขตของการวิจัย.....	5
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	6
การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปีดเทอริง	8
ระบบเคลือบแบบดีซีสปีดเทอริง	11
ความหนาและการวัดความหนาของฟิล์ม	13
รังสีเอกซ์และการเกิดรังสีเอกซ์	18
การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	25
เอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน.....	27
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	33
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	38
อุปกรณ์และเครื่องมือ	38
เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบดีซีสปีดเทอริง	41
การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม.....	43
ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง	44
การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง	45

สารบัญ (ต่อ)

บทที่		
	หลักการและแนวคิดของการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค EDS.....	47
	แนวทางการทดลอง.....	50
4	ผลและอภิปรายผลการวิจัย	52
	การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์.....	52
	การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	66
5	สรุปผลการทดลอง	78
บรรณานุกรม		80
ภาคผนวก		84
ประวัติย่อของผู้วิจัย		103

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3-1	เงื่อนไขการเคลือบฟิล์มบาง โครเมียมที่ใช้ในงานวิจัย 50
4-1	ค่าความหนาขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนาผิว ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 54
4-2	ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลอง ทางคณิตศาสตร์ 60
4-3	ค่าความหนา ความหนาผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 68
4-4	ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ 73
4.5	ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 แบบจำลอง ทางคณิตศาสตร์จากฟิล์ม 75
4-6	ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 แบบจำลอง ทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ 77

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ.....	6
2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ.....	9
2-3 ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอริงอย่างง่าย	11
2-4 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่ายึดเกาะและกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอริงของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm.....	12
2-5 แนวคิดของการวัดความหนาด้วยสไตส์	15
2-6 ไดอะแกรมการวัดความหนาของบางฟิล์มด้วยเทคนิคการแทรกสอดหลายลำแสง.....	16
2-7 สเปกตรัมของรังสีเอกซ์	20
2-8 การจัดอุปกรณ์การวัดความหนาโดยหลักการแผ่รังสี.....	21
2-9 การเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มบางที่ความหนาต่างกัน	22
2-10 ความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีกับความหนาฟิล์ม	23
2-11 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก.....	27
2-12 องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	27
2-13 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง	29
2-14 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ	30
2-15 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน.....	31
2-16 การเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ	31
2-17 องค์ประกอบหลักของเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน	32
2-18 ตัวอย่างการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทางเคมีด้วยเทคนิค EDS.....	32
3-1 ไดอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริง	39
3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)	39
3-3 เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) พร้อม Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS).....	40

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)	40
3-5 ผังระบบสัญญาณของเครื่องเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย	41
3-6 ลักษณะและการติดตั้งคาโทด และพลาสมาจากคาโทดของเครื่องเคลือบ	42
3-7 ขั้นตอนการล้างวัสดุรองรับ	43
3-8 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS	46
3-9 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา ของฟิล์มด้วยเทคนิค FE-SEM	46
3-10 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง	48
3-11 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ	49
4-1 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชนิดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์	52
4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชนิดที่ 1	53
4-3 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการ เคลือบ	56
4-4 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชนิดที่ 1	61
4-5 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากฟิล์มบาง เมื่อใช้ศักย์เร่ง อิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV	63
4-6 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากฟิล์มบาง เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV	63
4-7 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV	65
4-8 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV	65
4-9 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชนิดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลอง ทางคณิตศาสตร์	66

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชนิดที่ 2.....	67
4-11 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียม เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ.....	69
4.12 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชนิดที่ 2.....	74

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การปรับปรุงผิวของวัสดุเพื่อให้มีความทนทาน สีสันสวยงาม หรือ รวมถึงมีสมบัติตามต้องการเพื่อการใช้ประโยชน์ในงานอื่น ๆ อาจทำได้หลายวิธี แนวทางหนึ่งที่น่าสนใจในปัจจุบันคือการเคลือบผิววัสดุด้วยสารที่เหมาะสมในลักษณะของชั้นเคลือบที่เรียกว่า ฟิล์มบาง (Thin Films) (Wasa & Hayakawa, 1992) ทั้งนี้ Bunshah (1994) ให้ความหมายของ ฟิล์มบางว่าหมายถึงชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับตัวรวมกันเป็นของแข็งบาง ๆ บนวัสดุรองรับ โดยการจำแนกชนิดของฟิล์มยังขึ้นกับลักษณะการใช้งาน โดยฟิล์มบางเป็นการใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) แต่ถ้าใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) เรียกฟิล์มนี้ว่า ฟิล์มหนา

การเคลือบผิวของวัสดุในช่วงแรก ภาคอุตสาหกรรมส่วนใหญ่มักเลือกใช้การเคลือบด้วยวิธีอิเล็กโทรเพลตติง (Electroplating) เนื่องจากเป็นวิธีเคลือบที่ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อน มีราคาถูก และสามารถเคลือบชิ้นงานได้จำนวนมากในแต่ละครั้ง แต่การเคลือบวิธีนี้ต้องใช้สารละลายเคมีจำนวนมากซึ่งมักก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม จึงมีการวิจัยและพัฒนาการเคลือบใหม่มาทดแทนคือ การเคลือบในสุญญากาศ (Vacuum Deposition) ซึ่งได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นเป็นลำดับ เนื่องจากการเคลือบที่เกิดขึ้นในสุญญากาศ และไม่ใช้สารละลายเคมีในกระบวนการเคลือบ ทำให้ไม่เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม ที่สำคัญชั้นเคลือบที่ได้มีคุณภาพสูงกว่าชั้นเคลือบจากวิธีอิเล็กโทรเพลตติงอีกด้วย โดยวิธีการเคลือบในสุญญากาศที่ได้รับความสนใจจากกลุ่มนักวิจัยและภาคอุตสาหกรรม คือ การเคลือบด้วยไอกายภาพ (Physical Vapor Deposition; PVD) เนื่องจากการเคลือบวิธีนี้สามารถควบคุมการเกิดของชั้นเคลือบได้อย่างแน่นอนเที่ยงตรง ชั้นเคลือบที่ได้มีการยึดติดดี อีกทั้งยังสามารถเคลือบผิววัสดุได้หลายประเภท ทั้ง โลหะ อโลหะหรือของผสม (พิเศษฐ ลีสมบูรณ์, 2551)

ปัจจุบันภาคอุตสาหกรรมได้มีการนำฟิล์มบางมาประยุกต์ในงานลักษณะต่าง ๆ มากมาย ทั้งแบบฟิล์มบางชั้นเดียว (Single Layer) หรือ แบบหลายชั้น (Multi-Layer) รวมถึงอาจเป็นฟิล์มบางของสารชนิดเดียว (Single Element) อัลลอยด์ (Alloys) หรือสารประกอบ (Compound) ซึ่งขึ้นกับวัตถุประสงค์และลักษณะการใช้งานที่แตกต่างกัน โดยสมบัติของฟิล์มบางส่วนใหญ่ขึ้นกับลักษณะเฉพาะที่สำคัญของฟิล์ม เช่น โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ความหนา (Thickness) ความหยาบผิว (Roughness) องค์ประกอบทางเคมี (Elemental Composition) ความหนาแน่น (Density) ความพรุน (Porosity) เป็นต้น

ความหนาฟิล์มเป็นลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์ม เนื่องจากมีสมบัติของฟิล์มหลายอย่าง que เปลี่ยนแปลงหรือแปรไปตามความหนาฟิล์ม เช่น สมบัติการสะท้อนหรือส่งผ่านแสง สมบัติทางกล หรือ สมบัติทางไฟฟ้า ฯลฯ ดังนั้นการเตรียมฟิล์มบางหรือใช้ฟิล์มบาง ความหนาฟิล์มจึงเป็นตัวแปรสำคัญตัวแปรหนึ่งที่ต้องศึกษาและควบคุมอย่างใกล้ชิด ทั้งนี้ Mattox (2010) กล่าวว่าความหนาของฟิล์มอาจระบุได้ 3 ลักษณะคือ (1) ความหนาเชิงเรขาคณิต (2) ความหนาโดยมวล และ (3) ความหมายโดยสมบัติของฟิล์ม ซึ่ง Berry, Hall and Harris (1968) ได้ให้ความหมายของความหนาของฟิล์ม ว่าหมายถึง ระยะที่วัดตั้งฉากจากจุดใด ๆ บนผิวหน้าของฟิล์มหรือขอบด้านหนึ่ง ผ่านเนื้อฟิล์มไปยังอีกขอบหนึ่งของฟิล์ม ถ้าขอบผิวหน้าฟิล์มที่ต้องการวัดไม่เรียบหรือไม่ขนาน ความหนาของฟิล์มที่วัดได้อาจมีความคลาดเคลื่อนสูง อย่างไรก็ตามฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่มีผิวหน้าที่ราบเรียบและขนานกันทำให้ไม่มีปัญหาในประเด็นนี้

ทั้งนี้จากความสำคัญของความหนาฟิล์มต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์มบางต่าง ๆ ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคต่าง ๆ เช่น เทคนิคทางแสงเทคนิคเชิงกล เทคนิคทางแม่เหล็กไฟฟ้า และ เทคนิคทางรังสี (Piegari & Masetti, 1985) แต่ละเทคนิคก็มีข้อดี-ข้อเสียแตกต่างกันไป โดยปัจจัยในการเลือกใช้เทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางที่เหมาะสมนั้นขึ้นกับตัวแปรต่าง ๆ เช่น ชนิดของฟิล์ม ระดับความหนาของฟิล์ม ลักษณะการใช้งาน ความละเอียดที่ต้องการ ปกติแล้วไม่มีเทคนิคการวัดความหนาฟิล์มใดที่ดีที่สุด แต่ขึ้นกับการตัดสินใจของผู้ศึกษาเป็นสำคัญ (Pliskin & Zamin, 1970)

เทคนิคการวัดความหนาฟิล์มบางสามารถทำได้หลายวิธี ซึ่ง American Society for Testing and Materials (1997) ได้แบ่งวิธีการวัดความหนาฟิล์มบางออกเป็น 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 และ (4) วิธีวัดความหนาด้วยวิธีอื่น เช่น Profilometry, Multiple-beam Method, Microscope อย่างไรก็ตาม Echertová (1986) ได้แบ่งการวัดความหนาฟิล์มบางเป็น 2 กลุ่มคือ (1) การวัดระหว่างการเคลือบ (*in situ* method) เป็นการวัดความหนาฟิล์มระหว่างการเคลือบ เป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการควบคุมความหนาระหว่างการเคลือบฟิล์ม ตัวอย่างการวัดความหนาฟิล์มระหว่างการเคลือบ เช่น Interferometry หรือ Quartz Balance และ Vibrating Quartz Crystal เป็นต้น การวัดความหนาของฟิล์มบางวิธีนี้ถึงจะให้ค่าที่เที่ยงตรงแม่นยำและมีความละเอียดสูง แต่ก็มีข้อเสียที่สำคัญคือ อุปกรณ์และเครื่องมือมีความยุ่งยากซับซ้อนในการใช้งานและมีราคาแพงมาก

และ (2) การวัดภายหลังการเคลือบ (*ex-situ* Method) เป็นการวัดความหนาฟิล์มที่เคลือบแล้ว วิธีนี้ทำให้ทราบเพียงค่าความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้เท่านั้น แต่ไม่สามารถใช้ในการควบคุมความหนาของฟิล์มที่กำลังเคลือบ ซึ่งเป็นข้อจำกัดที่สำคัญ อย่างไรก็ตามการวัดความหนาของฟิล์มด้วยวิธีนี้ก็มิใช่ได้เปรียบในด้านราคาของเครื่องมือซึ่งไม่แพงมากนักเมื่อเทียบกับเทคนิคการวัดความหนาระหว่างการเคลือบ นอกจากนี้อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน แต่ให้ผลหรือค่าความหนาของฟิล์มที่เชื่อถือได้ ตัวอย่างการวัดความหนาฟิล์มหลังการเคลือบเช่น Micrometers หรือ Profilometer หรือ Atomic Force Microscopy (AFM) หรือ X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) และ X-ray Fluorescence Technique (XRF) เป็นต้น

สำหรับภาคอุตสาหกรรมที่มีการเคลือบเป็นส่วนหนึ่งของการผลิตนั้น ในขั้นตอนของการควบคุมคุณภาพ (Quality Control) ความหนาของชั้นเคลือบหรือฟิล์มบางเป็นสิ่งสำคัญและต้องถูกตรวจสอบและควบคุมให้มีความสม่ำเสมอสำหรับแต่ละผลิตภัณฑ์ โดยเทคนิคหนึ่งที่นิยมใช้คือการวัดความหนาแบบไม่ทำลายด้วยเทคนิคทางรังสี ทำได้โดยใช้ไอโซโทปรังสีฉายไปยังชิ้นงาน โดยมีหัววัดรังสีอยู่ด้านตรงข้าม ถ้าวัดรังสีที่วัดได้มีค่าสูงแสดงว่ามีชั้นเคลือบมีความหนาน้อย ถ้าวัดรังสีที่วัดได้มีค่าต่ำแสดงว่ามีชั้นเคลือบมีความหนามาก จุดเด่นของวิธีนี้คือ ไม่มีการสัมผัสกับวัสดุที่วัดความหนาทำให้สามารถควบคุมความหนาและผลิตชิ้นงานได้อย่างต่อเนื่อง หรือ การวัดความหนาของชั้นเคลือบด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray Fluorescence Technique; XRF) (นิรันดร์ วิทอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, และวีระพงศ์ จีวประดิษฐ์กุล, 2544) ซึ่งเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการวัดความหนาของฟิล์มในระดับไมโครเมตร แต่สำหรับกรณีฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการเคลือบด้วยไอศพลภาพที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรนั้น เทคนิค XRF อาจไม่เหมาะสม เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ใช้เป็น โพรบ (Probe) ในการวิเคราะห์มีความเข้มสูงมากจนทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปถึง วัสดุรองรับทำให้การเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มมีความเข้มน้อยกว่าการเรืองรังสีเอกซ์จากวัสดุรองรับ ทำให้เทคนิค XRF ไม่เหมาะสมสำหรับใช้วัดฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร

อย่างไรก็ตามการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคทางรังสีเช่นเดียวกับเทคนิค XRF พบว่าการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Technique; EDS) เป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ใช้เป็น โพรบ ในการวิเคราะห์ฟิล์มบางของเทคนิค EDS นั้นมีระดับพลังงานที่ไม่สูงจนเกินไปเหมาะสำหรับใช้ในการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์จากสารที่มีปริมาณน้อย ๆ (กรณีนี้คือฟิล์มบางโลหะที่มีความหนาระดับนาโนเมตร) ที่สำคัญ EDS เป็นอุปกรณ์ที่มีติดตั้งอยู่ในเครื่อง SEM ทั่วไปจึงเหมาะที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในการวัดความหนาของฟิล์มระดับนาโนเมตรได้

หลักการของเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน อธิบายได้ดังนี้คือ เริ่มจากยิงลำอิเล็กตรอนไปที่ชิ้นงาน เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนกับอิเล็กตรอนของ Sample ในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือชั้น L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอนทำให้มีพลังงานสูงมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นโคจร จนอิเล็กตรอนชั้นในหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นของวงโคจรนั้น อะตอมที่เสียอิเล็กตรอนจะอยู่ในสถานะกระตุ้น (Excited State) จากนั้นอะตอมในสถานะกระตุ้นจะลดระดับพลังงานลงสู่สถานะพื้น (Ground State) ซึ่งเป็นภาวะปกติอย่างรวดเร็ว โดยอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นถัดออกไปจะลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจากชั้นถัดไปจะเข้ามาแทนที่ในวงโคจรที่ว่างนั้น โดยพลังงานส่วนเกินนี้มีค่าเท่ากับผลต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของธาตุนั้น ๆ เรียกรังสีเอกซ์นี้ว่า รังสีเอกซ์เฉพาะธาตุ (Characteristic X-Ray) (นิพนธ์ ตังคณานุรักษ์ และ คณิตา ตังคณานุรักษ์, 2547) สำหรับแนวคิดของการใช้เอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในการวัดความหนาฟิล์มจะคล้ายกับการวัดความหนาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ กล่าว คือความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่วัดได้จะสัมพันธ์กับปริมาณอะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์ม ดังนั้นถ้าฟิล์มมีความหนาเพิ่มขึ้น (อะตอมของธาตุในเนื้อฟิล์มมากขึ้น) ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่วัดได้จากฟิล์มก็จะเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ, และวีระพงศ์ จิวประดิษฐ์กุล, 2544)

วิทยานิพนธ์นี้เป็นการศึกษาวัดความหนาฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน โดยในงานวิจัยนี้ฟิล์มบางตัวอย่างที่ใช้ศึกษา คือฟิล์มบางโลหะโครเมียมที่มีความหนาระดับนาโนเมตร ซึ่งเตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD วัดความหนาจากเทคนิค FE-SEM สำหรับใช้เป็นค่าอ้างอิง จากนั้นนำฟิล์มบางตัวอย่างที่ทราบความหนาไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS เพื่อให้ได้ความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งสัมพันธ์กับความหนาของฟิล์มบางตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาซึ่งจะนำข้อมูลข้างต้นมาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์เพื่อหาสมการความสัมพันธ์ของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะกับความหนาของฟิล์มบางตัวอย่าง สุดท้ายเป็นการทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นด้วยฟิล์มบางชุดที่ใช้สำหรับทดสอบ

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคสปีดเทอริง
2. เพื่อพัฒนาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

ทำให้ทราบขั้นตอนและกระบวนการเตรียมฟิล์มบาง ตั้งแต่การเคลือบฟิล์มบาง ขั้นตอนการเคลือบ การวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS , FE-SEM ตลอดจนการวัดความหนาด้วยเทคนิค EDS

ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาเทคนิคการวัดความหนาด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน เพื่อใช้วัดความหนาของฟิล์มบางโลหะที่เตรียมจากเทคนิคสปีดเทอริงที่มีความหนาในระดับนาโนเมตร การสร้างสมการความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีเอกซ์เฉพาะตัวกับความหนาของฟิล์มเพื่อใช้ทำนายความหนาฟิล์ม จากนั้นเปรียบเทียบความหนาของฟิล์มที่ได้จากเทคนิค EDS กับความหนาของฟิล์มที่ได้จากเทคนิค FE-SEM

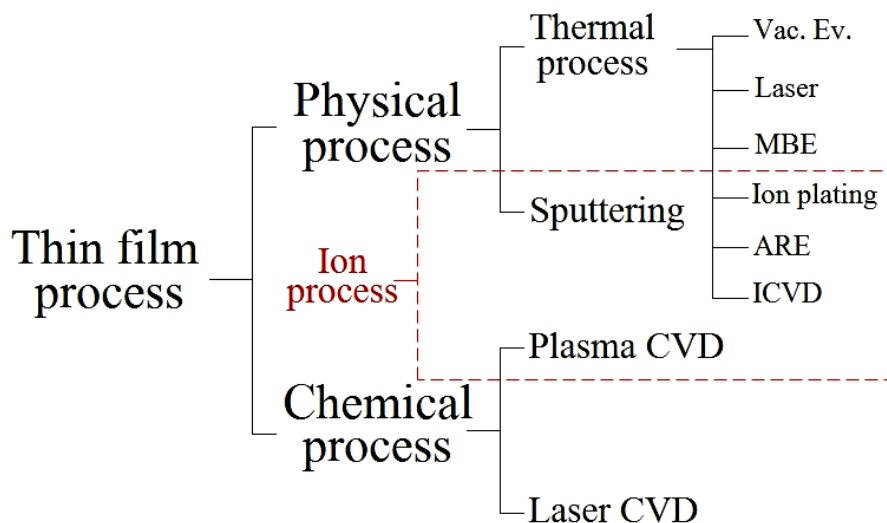
บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

การเคลือบฟิล์มบาง คือ การเรียงตัว (Fabricated) จากการทับถม (Deposition) ของสารเคลือบบนวัสดุรองรับ (Substrate) จนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มที่บางมาก ในระดับนาโนเมตร ทั้งนี้ อาจกล่าวได้ว่า “ฟิล์มบาง (Thin Film) หมายถึง ชั้นหรือกลุ่มของอะตอมที่รวมกันบนผิววัสดุรองรับ” การระบุว่าฟิล์มใดเป็น “ฟิล์มบาง” อาจพิจารณาจากรูปแบบการใช้งาน โดยถ้าใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) ให้เรียกว่า “ฟิล์มบาง” แต่ถ้าใช้สมบัติเชิงบัลค์ (Bulk Properties) ให้เรียกว่า “ฟิล์มหนา” (Bunshah, 1994) ปัจจุบันมีการนำฟิล์มบางมาใช้งานด้านต่าง ๆ อย่างหลากหลาย เช่น งานด้านทัศนศาสตร์ งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ การเคลือบฟิล์มในสุญญากาศอาจแบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม (Wasa & Hayakawa, 1992) 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 เป็นกระบวนการที่อาศัยการทำให้อะตอมของสารเคลือบหลุดออกจากผิวแล้วพุ่งกระจายวิ่งไปจับ และยึดติดกับผิวของวัสดุรองรับแล้วพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มภายใต้สุญญากาศ แบ่งเป็น 2 วิธี คือ

1. การเคลือบด้วยวิธีระเหยสาร เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มของสารเคลือบที่ทำให้ระเหยซึ่งเกิดขึ้นในสุญญากาศ (ความดันประมาณ 10^{-6} mbar) ทำให้ได้โดยการให้ความร้อนที่มากพอที่จะทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอ ซึ่งไอของสารเคลือบนี้จะพุ่งไปกระทบกับวัสดุรองรับที่มีอุณหภูมิเหมาะสมก็จะเกิดการควบแน่นของสารเคลือบและพอกพูนโดเป็นชั้นของฟิล์มบางต่อไป การให้ความร้อนในการระเหยสารเคลือบทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่นิยมใช้และไม่ยุ่งยากคือการให้ความร้อนแก่ภาชนะบรรจุสารเคลือบด้วยวิธีทางไฟฟ้า ข้อเสียของวิธีนี้คือแรงยึดติดของสารเคลือบและวัสดุรองรับจะไม่สูงนักจึงต้องอาศัยกระบวนการอบด้วยความร้อนหรือวิธีอื่นช่วยให้การยึดเกาะของสารเคลือบดีขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มบางที่ได้ อาจมีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำภาชนะบรรจุสารเคลือบได้ ถ้าภาชนะบรรจุสารเคลือบมีจุดหลอมเหลวต่ำหรือใกล้เคียงกับสารเคลือบ

2. การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นกระบวนการพอกพูนของชั้นฟิล์มของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริง (ความดันประมาณ 10^{-3} ถึง 10^{-1} mbar) การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนเป็นฟิล์มบางในที่สุด สารเคลือบจากกระบวนการสปัตเตอริงมีพลังงานสูงมาก ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบกระทบแผ่นวัสดุรองรับก็จะฝังตัวแน่นลงในเนื้อวัสดุที่ต้องการเคลือบทำให้การยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับดีมาก

Smith (1995) ได้อธิบายกระบวนการพื้นฐานของการเคลือบฟิล์มบางว่ามี 3 ขั้นตอน ดังนี้

1. การสร้างสารเคลือบ (Source) สารเคลือบอาจอยู่ในรูป ของแข็ง ของเหลว ไอ หรือแก๊ส ก็ได้ แต่ขณะเคลือบต้องอยู่ในรูปของไอระเหยเท่านั้น ซึ่งวิธีการที่ทำให้สารเคลือบกลายเป็นไอระเหยทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนหรือการระดมยิงด้วยอนุภาคที่มีพลังงานสูง เป็นต้น

2. การเคลื่อนย้ายสารเคลือบมายังวัสดุรองรับ (Transport) ในภาวะสุญญากาศ ไอระเหยของสารเคลือบอาจจะมีการเคลื่อนที่เป็นเส้นตรง ไปยังวัสดุรองรับ หรืออาจจะเคลื่อนที่ไปในลักษณะของไหล ซึ่งจะทำให้ไอระเหยของสารเคลือบมีการชนกับอนุภาคอื่นภายในภาชนะสุญญากาศ นอกจากนี้ไอระเหยอาจจะเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับในลักษณะของพลาสมาก็ได้

3. การทับถม (Deposition) เป็นขั้นตอนการพอกพูนของสารเคลือบและโตขึ้นจนกลายเป็นชั้นของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ซึ่งขึ้นกับเงื่อนไขของวัสดุรองรับ พลังงานที่ใช้ในการเคลือบ หรือการทำปฏิกิริยาของสารเคลือบกับวัสดุรองรับ ตลอดจนความสะอาดของผิววัสดุรองรับ

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสปัตเตอริง

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริง เป็นกระบวนการสะสมพอกพูนของอะตอมสารเคลือบที่ได้จากการสปัตเตอริง (Sputter) บนผิวหน้าของวัสดุรองรับซึ่งรวมตัวและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด ทั้งนี้การสปัตเตอริงเป็นกระบวนการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคพลังงานสูงที่วิ่งเข้าชนอะตอมที่ผิวสารเคลือบ จนทำให้อะตอมที่ผิวหน้าของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ทั้งนี้อะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงจะมีพลังงานสูงจึงทำให้การยึดติดของฟิล์มกับวัสดุรองรับดีมาก (พิเชษฐ ลีสุวรรณ และธนิษฐา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980)

สำหรับแนวคิดเบื้องต้นเกี่ยวกับกระบวนการสปัตเตอริง โดยสรุปมีดังนี้

1. อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวของวัสดุ เมื่อไอออนวิ่งชนผิวหน้าของวัสดุจะเกิดปรากฏการณ์ดังแสดงในภาพที่ 2-2 ดังนี้ (Chapman, 1980)

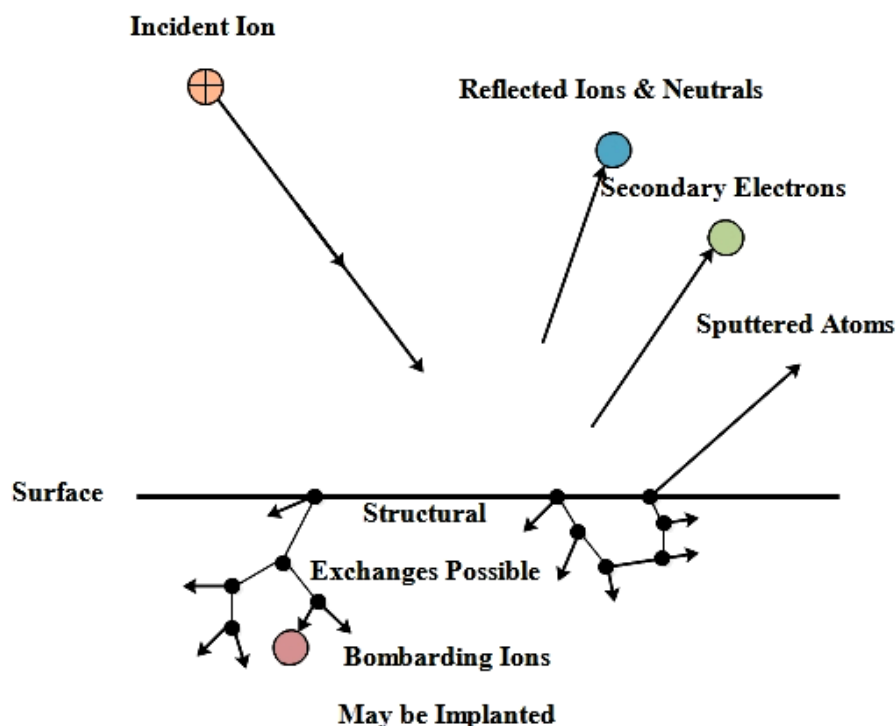
1.1 การสะท้อนของไอออนที่ผิวหน้าของวัสดุ (Reflected Ion and Neutral) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้าซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้า อันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ

1.2 การปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิจากเป้าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงเพียงพอ

1.3 การฝังตัวของไอออน (Ion Implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้นอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออน สำหรับไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง มีค่า 10 อังสตรอม/ พลังงานไอออน 1 keV

1.4 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผิวสารเคลือบ (Target Material Structural Rearrangements) การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก (Lattice Defect) โดยเรียกการจัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า Altered Surface Layer

1.5 การสปัตเตอริง (Sputter) การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกันแบบต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบ ซึ่งเรียกว่ากระบวนการสปัตเตอริง



ภาพที่ 2-2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ (Chapman, 1980)

2. กระบวนการสเปคเตอรืง เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนของอนุภาคพลังงานสูง โดยมี การแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุดังกล่าว (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนิศธา รัตนะ, 2547; Chapman, 1980) กระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ ดังนั้น สิ่งที่สำคัญในกระบวนการสเปคเตอรืง คือ

2.1 เป้าสารเคลือบ ทำหน้าที่เป็นเป้าสำหรับให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ

2.2 อนุภาคพลังงานสูง ทำหน้าที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบเพื่อให้อะตอมเป้าสารเคลือบหลุดออกมา ปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่าง ๆ แต่การทำให้อนุภาคที่เป็นกลางมีพลังงานสูงเกิน 10 eV เพื่อใช้ในกระบวนการสเปคเตอรืงทำได้ค่อนข้างยาก วิธีการหนึ่งที่นิยมคือการเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมระดับพลังงานไอออนตามต้องการ อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่ผลิตได้ง่ายและสามารถเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้ แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าอะตอมของสารเคลือบมากทำให้การถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมต่ออะตอมสารเคลือบนั้นเป็นไปได้โดยไม่

ประสิทธิภาพและไม่สามารถทำให้กระบวนการสปัตเตอร์ริงเกิดขึ้นได้ ตามทฤษฎีทางฟิสิกส์การชนกันระหว่าง 2 อนุภาคที่มีการส่งถ่ายพลังงานและโมเมนตัมดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากัน ดังนั้นเราจึงเลือกการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความถี่ความต้องการ

2.3 การผลิตอนุภาคพลังงานสูง อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปัตเตอร์ริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ทั้งนี้สามารถทำได้หลายวิธี เช่นการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูงหรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปัตเตอร์ริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

3. ค่ายิลด์ของสปัตเตอร์ริง (Sputtering Yield: S) คือ ค่าเฉลี่ยปริมาณการหลุดของอะตอมเป้าสารเคลือบต่อปริมาณการชนของไอออน 1 อนุภาค มีหน่วยเป็น อะตอมต่อไอออน โดยการวัดค่ายิลด์นี้ สามารถทำได้โดยการหาน้ำหนักหรือความหนาที่ลดลงของเป้าสารเคลือบ หรือหาได้จากวัสดุทั้งหมดที่ถูกสปัตเตอร์ หรืออาจหาได้จากการตรวจวัดสปัตเตอร์อะตอม (Sputter Atom) ขณะที่ยังพุ่งกระจาย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธณัฐธา รัตนะ, 2547) ค่ายิลด์ของกระบวนการสปัตเตอร์ริงจะเปลี่ยนไปตามปัจจัยต่าง ๆ ดังนี้

3.1 เปลี่ยนแปลงตามพลังงานไอออน ค่ายิลด์จากกระบวนการสปัตเตอร์ริง จะมีค่าเป็นศูนย์ เมื่อพลังงานไอออนมีค่าต่ำมาก เนื่องจากน้อยกว่าแรงยึดเกาะระหว่างอะตอมบนเป้าสารเคลือบได้ เมื่อไอออนมีพลังงานสูงกว่า $4H$ (H คือค่าพลังงานเฉลี่ยที่ใช้ในการระเหิด 1 อะตอม จากผิวสารเคลือบ) ถ้าพลังงานไอออนสูงมากพอทำให้เกิดการชนอย่างต่อเนื่อง จนเริ่มมีการปลดปล่อยอะตอมสารเคลือบ เรียกพลังงานค่านี้ว่า พลังงานขีดเริ่ม ซึ่งเปลี่ยนแปลงไปตามคู่การชนของอนุภาค

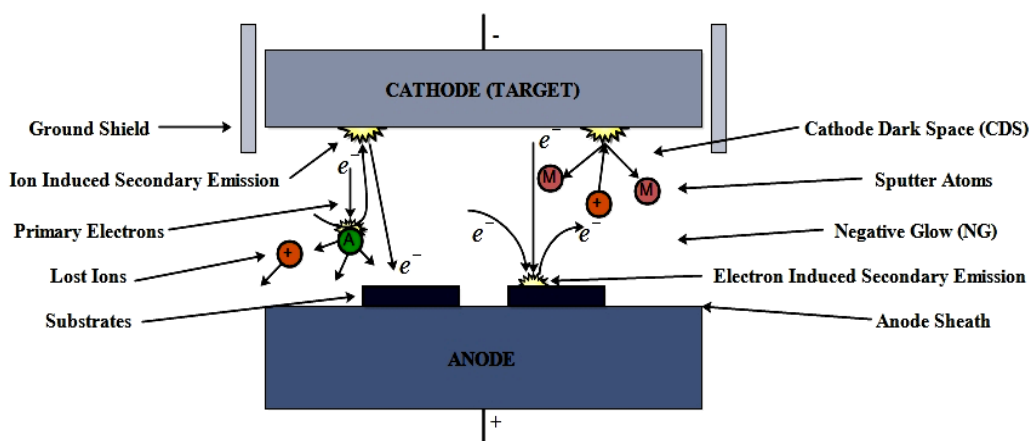
3.2 เปลี่ยนแปลงตามระนาบผลึกของผิวเป้าสารเคลือบ จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้เป้าสารเคลือบที่เป็นผลึกเดี่ยวค่ายิลด์จะมีค่ามากที่สุดเมื่อไอออนชนเป้าในแนวระนาบที่มีอะตอมหนาแน่นที่สุด และมีค่าต่ำในระนาบที่มีอะตอมเบาบาง

3.3 เปลี่ยนแปลงตามชนิดของไอออนที่ชนเป้าสารเคลือบ ค่ายิลด์จากเป้าสารเคลือบชนิดเดียวกัน เมื่อใช้ไอออนต่างชนิดกันวิ่งชนจะมีค่าแตกต่างกันออกไป โดยไอออนที่เหมาะสมคือไอออนจากแก๊สเฉื่อย ได้แก่ แก๊ส Ne, Ar, Kr, และ Xe ซึ่งเป็นอะตอมที่มีอิเล็กตรอนครบ 8 ในวงนอกสุด

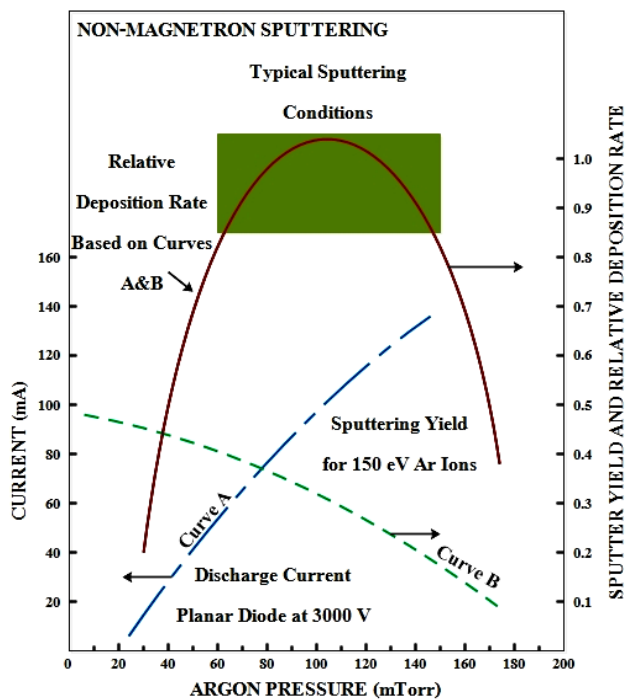
3.4 เปลี่ยนแปลงตามมุมตกกระทบของไอออนบนเป้าสารเคลือบ จากการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มมุมเอียงของการชนจากไอออนบนเป้ามากขึ้นยิลด์จะมีค่าสูงขึ้นตามมุมที่เอียง

ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์

ภาพที่ 2-3 แสดงระบบเคลือบฟิล์มบางแบบดีซีสปัตเตอร์อย่างง่าย (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตน์, 2547; Bunshah, 1994; Smith, 1995) ซึ่งประกอบด้วยแคโทด คือ แผ่นเป้าสารเคลือบและแอโนด คือ ที่วางวัสดุรองรับหรือชิ้นงานที่ต้องการเคลือบ ปกติระยะระหว่างแคโทดและวัสดุรองรับจะอยู่ระหว่าง 4 - 10 cm เพื่อป้องกันการสูญเสียอะตอมสารเคลือบที่ผนังของภาชนะสุญญากาศ โดยทั่วไประยะคาร์คสเปซ อยู่ระหว่าง 1 - 4 cm โดยแอโนดจะอยู่บริเวณเนกาทีฟใกล้ ส่วนอุปกรณ์ทำงานจะอยู่ในช่วงแอนนอร์มอล โกลว์ดีสชาร์จ แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้ยึดสูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบ (ปกติใช้แก๊สอาร์กอน) ขณะเกิดโกลว์ดีสชาร์จที่ความดันค่าหนึ่ง กระบวนการไอออนในเซชนั้นจะรักษาสภาพโกลว์ดีสชาร์จไว้ครบที่ระยะคาร์คสเปซไม่มากกว่า ระยะระหว่างแคโทดและแอโนด เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโตรดสูงขึ้น ระยะปลดการชนของอิเล็กตรอนจะสูงขึ้น ทำให้ระยะคาร์คสเปซขยายตัวออกและแหล่งผลิตไอออนในระบบมีปริมาณน้อยกระแสลดลงและอะตอมที่ถูกสปัตเตอร์มีปริมาณลดลงตามปริมาณของไอออนและกระแสไฟฟ้าในระบบ ที่ความดันต่ำกว่า 10^{-2} mbar ระยะคาร์คสเปซจะยาวกว่าระยะระหว่างอิเล็กโตรด และกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ ทำให้กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงและไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบเนื่องจากการสปัตเตอร์อีก



ภาพที่ 2-3 ระบบเคลือบแบบดีซีสปัตเตอร์อย่างง่าย (Bunshah, 1994)



ภาพที่ 2-4 ผลของความดันในระบบที่มีผลต่ออัตราเคลือบ ค่าyield และกระแสไฟฟ้าในระบบสปัตเตอร์ของนิเกิลที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่วางห่างกัน 4.5 cm (Vossen & Kerns, 1978)

ขณะที่ความดันสูงขึ้นระยะคาร์คสเปซจะสั้นลงบริเวณการผลิตไอออนมีปริมาณสูงขึ้น กระแสไฟฟ้าในวงจรเพิ่มขึ้นและการสปัตเตอร์เกิดขึ้นในอัตราสูงตามความดัน ดังภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ A ขณะที่ความดันในระบบสูงขึ้นระยะปลอดการชนระหว่างโมเลกุลของแก๊สมีค่าลดลง อะตอมสารเคลือบที่หลุดออกจากเป้าจะส่งผ่านเคลือบบนวัสดุรองรับได้ยากจากการชนกับโมเลกุลของแก๊สและสะท้อนกลับสู่เป้าสารเคลือบหรือสูญเสียสู่ผนังภาชนะสุญญากาศทำให้ค่าของ yield จากการสปัตเตอร์มีค่าลดลง แต่เมื่อความดันสูงขึ้น (ภาพที่ 2-4 เส้นกราฟ B) ผลรวมระหว่าง yield และกระแสไอออนทำให้อัตราเคลือบมีค่าสูงสุดที่ความดันค่าหนึ่ง ทั้งนี้พบว่าการสปัตเตอร์นิเกิลเมื่อใช้แรงดันไฟฟ้า 3,000 V ระหว่างขั้วอิเล็กโตรดที่ห่างกัน 4.5 cm ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน การเคลือบจะหยุดที่ความดันต่ำกว่า 2.6×10^{-4} mbar และที่ความดันสูงกว่า 1.6×10^{-5} mbar โดยอัตราเคลือบมีค่าสูงสุดและลดลงเมื่อความดันสูงเกินค่านี้ ดังนั้นบริเวณที่เหมาะสมกับการสปัตเตอร์คือบริเวณที่ให้อัตราเคลือบสูงและประสิทธิภาพดีที่สุด พบว่าความดันที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคือ 1.0×10^{-5} mbar โดยใช้ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1.0 mA/cm^2 ด้วยอัตราเคลือบ $0.036 \mu\text{m/min}$ ซึ่งเป็นอัตราเคลือบที่ค่อนข้างต่ำขณะที่ใช้แรงดันไฟฟ้าสูง (พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และธนัสถา รัตนะ, 2547)

ความหนาและการวัดความหนาฟิล์ม

ความหนาฟิล์ม หมายถึง ระยะที่วัดตั้งฉากจากจุดใด ๆ บนผิวหน้าของฟิล์มบางหรือขอบด้านหนึ่งของฟิล์ม ผ่านเนื้อฟิล์มไปยังอีกขอบหนึ่งของฟิล์ม ถ้าขอบของผิวหน้าฟิล์มที่ต้องการวัดไม่เรียบหรือไม่ขนาน ความหนาของฟิล์มที่วัดได้อาจมีความคลาดเคลื่อนสูง อย่างไรก็ตามวิธีวัดฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่มีผิวหน้าที่ราบเรียบและขนานกันทำให้ไม่มีปัญหาในประเด็นนี้ (Berry, Hall, & Harris, 1968)

ทั้งนี้จากความสำคัญของความหนาของฟิล์มมีผลต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติของฟิล์ม ทำให้มีการวิจัยและพัฒนาการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคต่าง ๆ ขึ้นเช่น เทคนิคทางแสง เทคนิคเชิงกล เทคนิคทางแม่เหล็กไฟฟ้า และ เทคนิคทางรังสี (Piegari & Masetti, 1985) ซึ่งแต่ละเทคนิคมีข้อดี-ข้อเสียต่างกันไป โดยปัจจัยในการเลือกใช้เทคนิคการวัดความหนาที่เหมาะสมนั้น ขึ้นกับตัวแปรต่าง ๆ เช่น ชนิดของฟิล์ม ระดับความหนาของฟิล์ม ลักษณะการใช้งาน ความละเอียดที่ต้องการ ปกติแล้วไม่มีเทคนิคการวัดความหนาฟิล์มใดที่ดีที่สุด แต่ขึ้นกับการตัดสินใจของผู้ศึกษาเป็นสำคัญ (Pliskin & Zamin, 1970)

Mattox (2010) กล่าวว่าความหนาของฟิล์มอาจระบุได้จาก 3 ลักษณะดังนี้คือ

1. ความหนาเชิงเรขาคณิต (Geometrical Thickness) วิธีนี้วัดในหน่วย มิลลิเมตร หรือนิ้ว หรือ นาโนเมตร หรือ อังสตรอม วิธีนี้ไม่ต้องใช้สมบัติต่าง ๆ ของฟิล์ม ทั้งองค์ประกอบ ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม แต่จำเป็นต้องระบุผิวหน้าฟิล์ม ลักษณะผิวและรอยต่อของฟิล์มอย่างแม่นยำ ที่สำคัญลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเป็นปัจจัยสำคัญในการวัดความหนา
2. ความหนาโดยมวล (Mass Thickness) วิธีนี้วัดในหน่วย กรัมต่อตารางเซนติเมตร และสามารถแปลงเป็นความหนาเชิงเรขาคณิตได้ถ้าหากทราบความหนาแน่นของสารเคลือบ โดยวิธีนี้ไม่จำเป็นต้องทราบ องค์ประกอบ ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม รวมถึงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มก็ไม่ปัจจัยสำคัญในการวัดความหนา
3. ความหนาโดยสมบัติของฟิล์ม (Property Thickness) วิธีนี้อาศัยแนวที่คิดว่าสมบัติบางประการของฟิล์มเปลี่ยนแปลงไปตามความหนาฟิล์ม ตัวอย่างของการวัดความหนาด้วยวิธีนี้ เช่น การวัดโดยการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray Absorption) หรือ การเรืองรังสีเอกซ์ หรือ การสะท้อนกลับของอิเล็กตรอน (Electron Backscatter) หรือ การสะท้อนกลับของไอออน (Ion Backscatter) โดยปริมาณต่าง ๆ ที่วัดจากจากสมบัติของฟิล์มเหล่านี้สามารถแปลงเป็นความหนาเชิงเรขาคณิตได้ หากทราบความสัมพันธ์ของความหนาและสมบัติของฟิล์ม ซึ่งปกติต้องสร้างกราฟเปรียบเทียบเพื่อใช้ในการอธิบายความสัมพันธ์ของความหนาและสมบัติฟิล์ม วิธีนี้เกี่ยวข้องกับ องค์ประกอบ ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม

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

1. การวัดความหนาฟิล์มแบบไม่ทำลาย เช่น Magnetic Methods, Eddy-Current Methods, X-ray Fluorescence Methods และ Energy Dispersive Spectroscopy Methods
2. การวัดความหนาฟิล์มแบบกึ่งทำลาย เช่น Coulometric Method, Double-beam Method
3. การวัดความหนาฟิล์มแบบทำลาย เช่น Microscopical Method, Gravimetric Method
4. การวัดความหนาฟิล์มด้วยวิธีอื่น ๆ เช่น Profilometry, Multiple-beam Method, Microscope

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

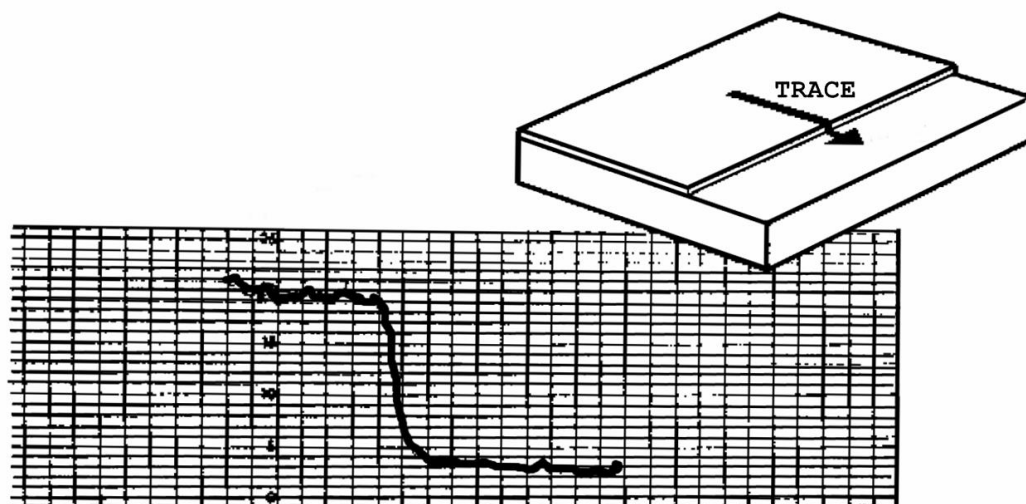
1. การวัดระหว่างการเคลือบ วิธีนี้เป็นการวัดความหนาของฟิล์มบางระหว่างการเคลือบ เป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับฟิล์มบางในกลุ่มที่สมบัติของฟิล์มไวต่อเปลี่ยนแปลงตามความหนา วิธีนี้ใช้การควบคุมความหนาระหว่างการเคลือบฟิล์ม ตัวอย่าง การวัดความหนาฟิล์มระหว่างการเคลือบ เช่น Interferometry หรือ Quartz Balance และ Vibrating Quartz Crystal เป็นต้น การวัดความหนาของฟิล์มบางวิธีนี้ถึงจะให้ค่าที่เที่ยงตรงแม่นยำและมีความละเอียดสูง แต่ข้อเสียสำคัญคือ อุปกรณ์และเครื่องมือมีความยุ่งยากซับซ้อนและมีราคาแพงมาก

2. การวัดภายหลังการเคลือบ เป็นการวัดความหนาฟิล์มที่เคลือบแล้ว วิธีนี้ทำให้ทราบเพียงค่าความหนาของฟิล์มที่เคลือบได้เท่านั้น แต่ไม่สามารถใช้ในการควบคุม ความหนาของฟิล์มที่กำลังเคลือบ ซึ่งเป็นข้อจำกัดที่สำคัญ อย่างไรก็ตามการวัดความหนาของฟิล์มด้วยวิธีนี้ก็มิข้อยได้เปรียบในด้านราคาของเครื่องมือซึ่งไม่แพงมากนักเมื่อเทียบกับเทคนิคการวัดความหนาระหว่างการเคลือบ นอกจากนี้อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน แต่ให้ผลหรือค่าความหนาของฟิล์มที่เชื่อถือได้ ตัวอย่างการวัดความหนาฟิล์มหลังการเคลือบเช่น Profilometer หรือ Atomic Force Microscopy (AFM) หรือ X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) และ Micrometers เป็นต้น

Berry, Hall, and Harris (1968) ได้สรุปวิธีวัดความหนาฟิล์มบางแบบวัดหลังการเคลือบของฟิล์มที่เตรียมจากกระบวนการเคลือบในสุญญากาศที่นิยมใช้ในปัจจุบันพบว่ามี 5 วิธีดังนี้คือ

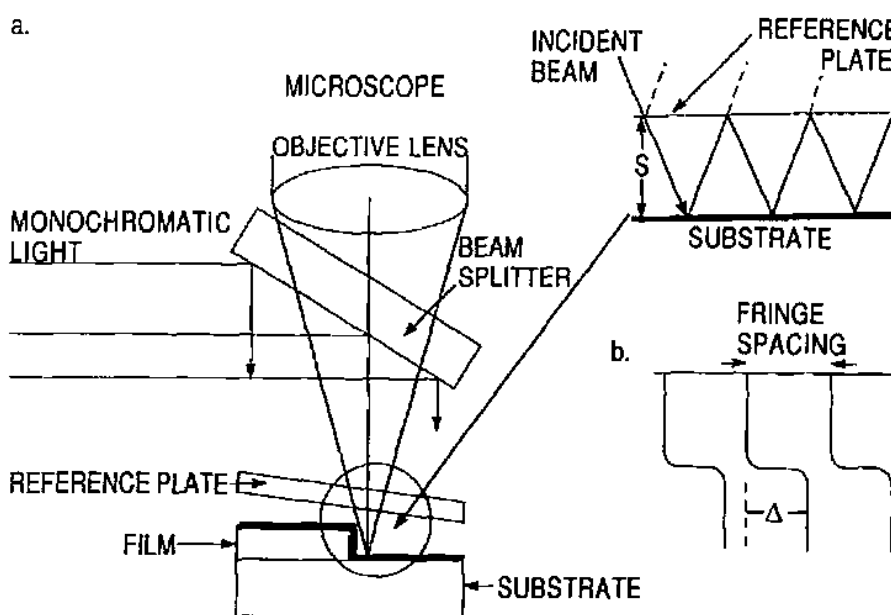
1. การวัดความหนาด้วยวิธีชั่งมวล (Weighing) การวัดความหนาฟิล์มวิธีนี้อาศัยแนวคิดที่ว่าความหนาของฟิล์มจะแปรผันตรงกับมวลของฟิล์มที่เคลือบบนผิววัสดุ วิธีนี้ทำได้โดยชั่งมวลของวัสดุรองรับก่อนและหลังการเคลือบ และผลต่างของมวลก่อนและหลังเคลือบจะมีค่าเท่ากับมวลของฟิล์มบนผิววัสดุ โดยความหนาฟิล์มเป็นไปตามสมการ $d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

2. การวัดความหนาด้วยสไตลัส (Stylus) เป็นการวัดด้วยอาศัยการเคลื่อนที่ของสไตลัสผ่านฟิล์มกับวัสดุรองรับที่เป็นขั้นบันได (Step) การวัดเริ่มจากเลื่อนหัวของสไตลัสที่ทำมาจากเพชรในแนวตั้งลงมาติดกับชิ้นงาน จากนั้นจึงเลื่อนหัววัดไปตามแนวราบด้วยแรงคงที่ค่าหนึ่ง จากนั้นนำค่าแรงที่ได้จากการเลื่อนหัวของสไตลัส ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปเมื่อถึงขอบของฟิล์มและวัสดุรองรับไปแปลงเป็นสัญญาณลากเส้นกราฟบนกระดาษ จะได้ความสูงของขั้นบันได ฟิล์มซึ่งเป็นความหนาของฟิล์มนั่นเอง (ภาพที่ 2-5)



ภาพที่ 2-5 แนวคิดของการวัดความหนาด้วยสไตลัส (Pliskin & Zamin, 1970)

3. การวัดความหนาด้วยการแทรกสอดหลายลำแสง (Multiple Beam Interferometry)
 วิธีนี้อาศัยหลักการสะท้อนแสงหลายครั้งระหว่างผิวหน้าของฟิล์มและวัสดุรองรับ ความเข้มที่ได้จากการสะท้อนตัวเครื่องจะนำไปสร้างขอบที่เป็นไปได้ ได้ความแตกต่างของขอบทำให้ได้ความหนาของฟิล์มออกมา ส่วนขั้นตอนที่ทำให้เกิดระยะขอบ คือ ชั้นบันไดระหว่างผิวหน้าฟิล์มกับวัสดุรองรับ โดยผิวหน้าฟิล์มต้องถูกเคลือบด้วยฟิล์มสะท้อนแสงสูงอีกชั้น ส่วนใหญ่ชั้นฟิล์มเงินเป็นตัวสะท้อนแสง แล้วนำมาวางเหนือชั้นงาน โดยมีมุมเอียงเล็กน้อยกับชั้นงาน ใช้ลำแสงเดี่ยวฉายไปที่ชั้นงานขอบของฟิล์มก็จะแสดงให้เห็นเมื่อส่องดูด้วยกล้องจุลทรรศน์ ระยะระหว่างขอบและชั้นบันไดจะถูกวัดและคำนวณออกมาอยู่ในรูปความหนาของฟิล์มได้ ปัจจัยที่มีผลต่อการวัดด้วยวิธีนี้คือ ฟิล์มที่นำมาวัดต้องมีขอบของชั้นบันไดที่ชัดเจนและการสะท้อนสูง บนพื้นที่ขนาดเล็กมีการดูดซับต่ำ วัสดุรองรับและฟิล์มต้องมีความเรียบและสม่ำเสมอ มุมที่ใช้ในการวัดคือ 1° - 3° แสงที่นำมาใช้ในการวัดต้องเป็นแสงเดี่ยวที่สะท้อนได้ดี (ภาพที่ 2-6)



ภาพที่ 2-6 ไตอะแกรมการวัดความหนาด้วยเทคนิคการแทรกสอดหลายลำแสง (Ohring, 2002)

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

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

รังสีเอกซ์และการเกิดรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์ ถูกค้นพบครั้งแรก ในปี ค.ศ.1895 โดย Wilhelm Conrad Roentgen นักฟิสิกส์ชาวเยอรมัน ขณะกำลังศึกษาสมบัติของหลอดรังสีแคโทด Roentgen ได้สังเกตเห็นการเรืองแสงบนกระดาษซึ่งเคลือบด้วยสารแบเรียมแพลทินไซยาไนด์ (Barium Platinocyanide : $\text{BaPt}(\text{CN})_6$) ซึ่งเรืองแสงเมื่อถูกรังสีอัลตราไวโอเล็ต แต่ขณะนั้นไม่มีการฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ต Roentgen จึงสรุปว่าการเรืองแสงที่เกิดขึ้น มีสาเหตุมาจากรังสีชนิดใหม่ที่ออกมาจากหลอดรังสีแคโทดและให้ชื่อรังสีชนิดนี้ว่า “รังสีเอกซ์” ต่อมาในปี ค.ศ.1897 Joseph John Thomson พบว่ารังสีแคโทดก็คืออนุภาคอิเล็กตรอน จากนั้นจึงได้มีการศึกษาถึงสมบัติของรังสีเอกซ์อย่างแพร่หลาย ปัจจุบันพบว่ารังสีเอกซ์มีสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีช่วงความยาวคลื่นสั้น (0.1-10.0 nm) ไม่เบี่ยงเบนในสนามแม่เหล็กหรือสนามไฟฟ้าและมีอำนาจในการทะลุทะลวงสูง รังสีเอกซ์อาจเกิดจากการเร่งอนุภาคอิเล็กตรอนให้วิ่งไปชนอะตอมของเป้าโลหะ ซึ่งเมื่ออิเล็กตรอนถูกทำให้หยุดอย่างกะทันหันก็จะคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ นอกจากนี้ยังรังสีเอกซ์ยังอาจเกิดจากการเปลี่ยนชั้น (Transition) อิเล็กตรอนวงใน (Inner Orbits) ของอะตอมแล้วมีการปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ ทั้งนี้อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น การแผ่รังสี การดูดกลืน การกระเจิงและการเลี้ยวเบน

รังสีเอกซ์สามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ รังสีเอกซ์แบบต่อเนื่อง (Continuous X-ray) และ รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-ray) สรุปได้ดังนี้

1. รังสีเอกซ์แบบต่อเนื่อง เป็นรังสีเอกซ์ที่มีการกระจายของพลังงานอย่างต่อเนื่อง โดยความเข้มรังสีเอกซ์จะเพิ่มขึ้นตามเลขอะตอมของเป้าแอโนดในหลอดรังสีเอกซ์ ภาพที่ 2-7 (a) เป็นสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องจากเป้าทั้งสแตนที่เปลี่ยนแปลงตามความต่างศักย์ พบว่าความยาวคลื่นต่ำสุด λ_{\min} ของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับความต่างศักย์ที่ใช้ แต่ไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าแอโนดดังแสดงในภาพที่ 2-7(b) โดยความสัมพันธ์ของ λ_{\min} และความต่างศักย์ระหว่างขั้วแอโนดและแคโทดเป็นไปตามสมการ

$$\lambda_{\min}^{\circ} (\text{A}) = \frac{12.4}{V(\text{kV})} \quad \dots\dots (2.1)$$

จากทฤษฎีแม่เหล็กไฟฟ้าของแมกซ์เวลล์ เมื่ออนุภาคที่มีประจุเคลื่อนที่ด้วยความเร่งหรือความหน่วงจะปล่อยพลังงานออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีหลายความถี่ ในหลอดรังสีเอกซ์เมื่ออิเล็กตรอนถูกเร่งและวิ่งไปชนเป้าแอโนด อิเล็กตรอนจะถูกหน่วงลงอย่างรวดเร็วและปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านของรังสีเอกซ์ออกมา ที่มีความยาวคลื่น λ ตามสมการ

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

เมื่อ E คือพลังงานโฟตอน

h คือค่าคงที่ของพลังค์ $= 6.62 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$

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

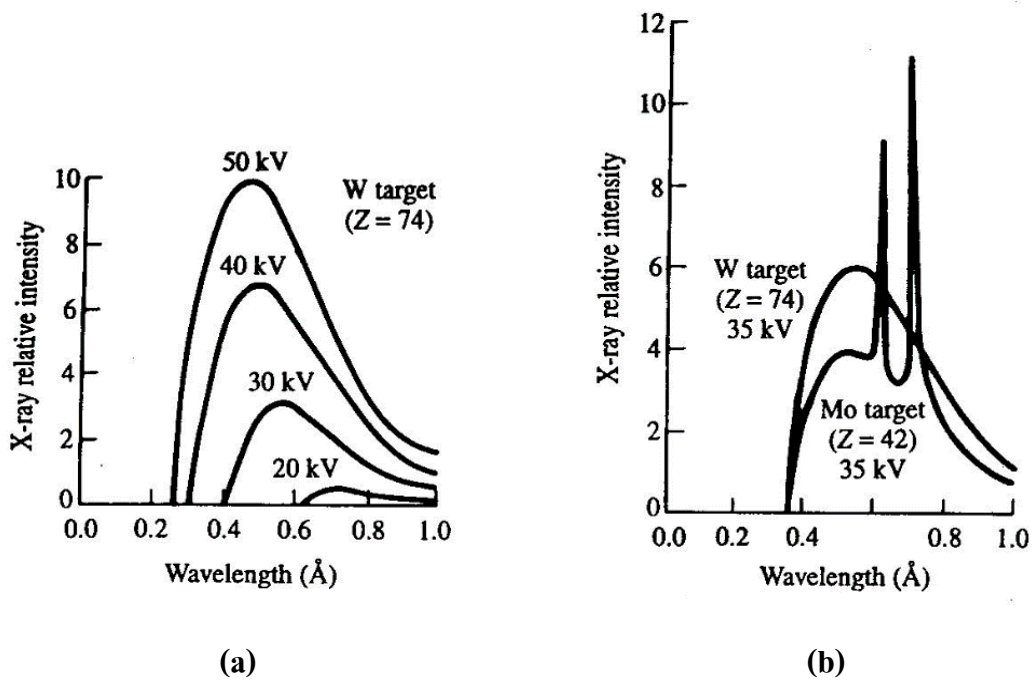
2. รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ พิจารณารังสีเอกซ์จากเป้าโมลิบดีนัม ในภาพที่ 2-7 (b)

พบว่านอกจากจะมีสเปกตรัมแบบต่อเนื่องแล้วยังมีสเปกตรัมแบบเส้น (Line Spectrum) ที่มีลักษณะเป็นยอดแหลมของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะซ้อนทับอยู่บนสเปกตรัมของรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่อง ทั้งนี้รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเกิดจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมที่ถูกกระตุ้น และเนื่องจากรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าพลังงานที่แน่นอนตามชนิดของธาตุ ทำให้สามารถนำรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะไปใช้วิเคราะห์ธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ได้

ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมเป็นสถานะทางควอนตัม 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 (ซึ่งอาจมาจาก ลำอิเล็กตรอน หรือ รังสีเอกซ์ก็ได้) แล้วทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอม อิเล็กตรอนในชั้นถัดไปเช่น L, M, N, ... จะลงมาแทนที่โดยขณะที่มีการเปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอนอะตอมก็จะปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา และเรียกรังสีเอกซ์ที่ออกมาใหม่ว่า K X-rays และเช่นเดียวกันสำหรับกรณี L-series จะเป็นการแทนที่อิเล็กตรอนในชั้น L ที่หายไป ด้วยอิเล็กตรอนจากชั้น M, N, ... และให้รังสีเอกซ์ที่เรียกว่า L X-rays ออกมาเป็นต้น



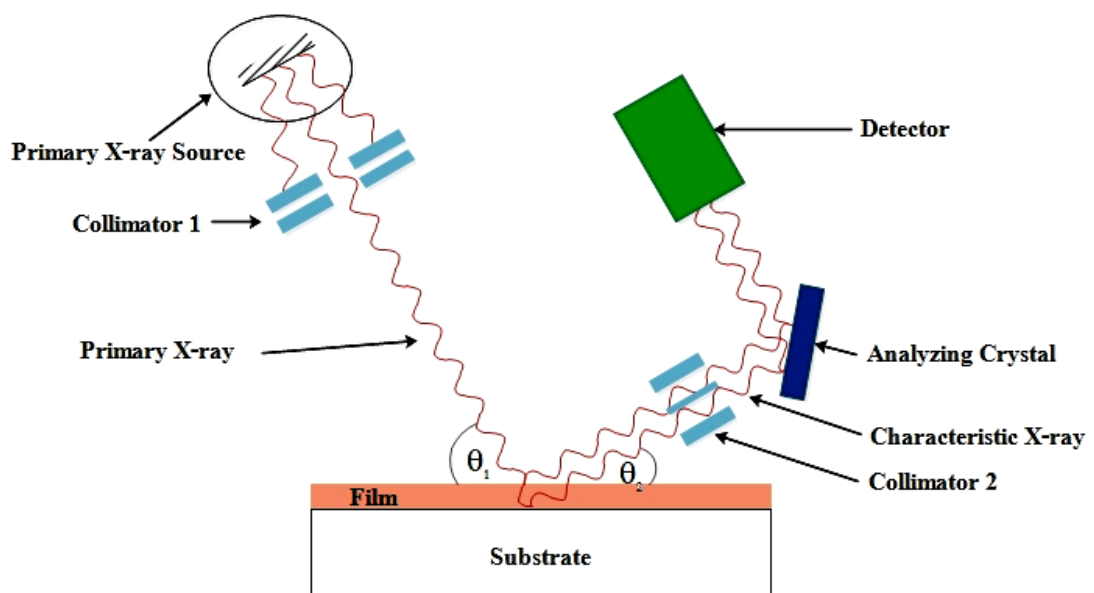
ภาพที่ 2-7 สเปกตรัมของรังสีเอกซ์ (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2542)

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

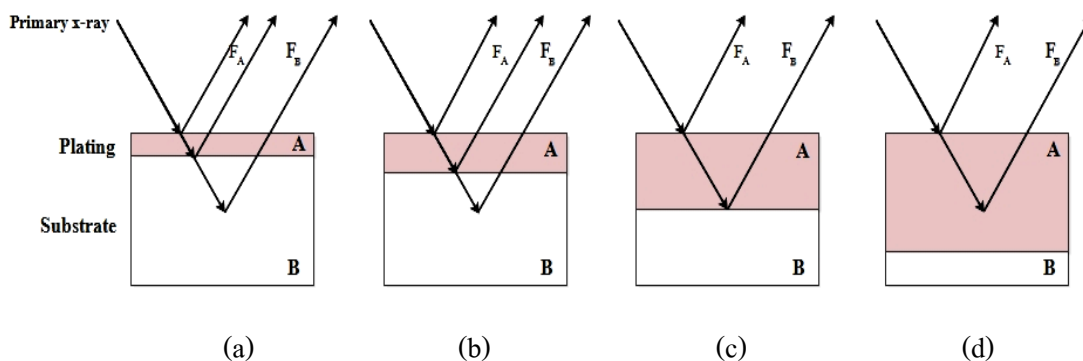
การวัดความหนาโดยเทคนิคทางรังสี

การวัดความหนาฟิล์มอาจทำได้ทั้งทางตรงคือใช้เครื่องมือวัดความหนาของฟิล์มโดยตรง หรือวัดโดยอ้อมผ่านสมบัติของฟิล์มที่สัมพันธ์กับความหนา การวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคทางรังสีนี้เป็นวิธีวัดความหนาฟิล์มทางอ้อม โดยการวัดความเข้มของรังสีที่เปลี่ยนแปลงไปตามความหนาของฟิล์มบางที่ต้องการวัด ซึ่งอาจทำได้โดย (1) การวัดความเข้มรังสีที่กระเจิงหรือแผ่จากวัสดุรองรับ โดยความเข้มของรังสีที่วัดได้จะลดลงตามความหนาฟิล์ม และ (2) การวัดความเข้มรังสีที่เลี้ยวเบนหรือแผ่จากฟิล์มโดยตรง ซึ่งความเข้มของรังสีที่วัดได้จะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม จากหลักการพื้นฐานนี้สามารถแบ่งการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคทางรังสีออกเป็น 3 วิธีคือ การวัดความหนาโดยหลักการเลี้ยวเบนรังสี การวัดความหนาโดยหลักการแผ่รังสี และการวัดความหนาโดยหลักการส่งผ่านรังสี (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2542)

สำหรับแนวคิดเกี่ยวกับการวัดความหนาของฟิล์มโดยหลักการแผ่รังสี อธิบายได้ดังนี้ ถ้าให้พลังงานที่มากพอแก่ชิ้นงานที่ต้องการวัดความหนา ซึ่งอาจเป็นอิเล็กตรอน หรือ รังสีเอกซ์ปฐมภูมินั้นจะกระตุ้นให้ธาตุที่อยู่ในฟิล์มบางและวัสดุรองรับแผ่รังสีทุติยภูมิ ที่เรียกว่า การเรืองรังสีเอกซ์ออกมา ถ้าการแผ่รังสีเอกซ์นี้เกิดที่วัสดุรองรับความเข้มรังสีที่วัดได้จะลดลงตามความหนาฟิล์ม ทำนองเดียวกันถ้าเกิดจากฟิล์มความเข้มรังสีที่วัดได้ก็จะเพิ่มตามความหนาฟิล์ม การจัดอุปกรณ์สำหรับการวัดความหนาด้วยเทคนิคนี้ (ภาพที่ 2-8) จากรูปรังสีเอกซ์ปฐมภูมิจากหลอดรังสีเอกซ์จะผ่านคอลลิเมเตอร์ที่หนึ่งซึ่งทำหน้าที่จำกัดความกว้างของลำรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ใช้เพื่อให้ตกกระทบชิ้นงานในมุม θ_1 พลังงานของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิจะไปกระตุ้นธาตุที่เป็นส่วนประกอบของฟิล์มบางและวัสดุรองรับ ให้ปล่อยรังสีเอกซ์ทุติยภูมิลักษณะการเรืองรังสีเอกซ์ออกมาในทุกทิศทาง รังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่ออกมานี้จะผ่านคอลลิเมเตอร์ที่สองในมุม θ_2 ไปตกบนผลึกวิเคราะห์ (Analyzing Crystal) ซึ่งถูกจัดวางไว้สำหรับสะท้อนเฉพาะรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่มีความยาวคลื่นตามต้องการให้เข้าสู่ตัวตรวจวัด ความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้นอกจากเปลี่ยนแปลงตามความหนาของฟิล์มแล้ว ยังขึ้นกับการจัดวางเครื่องมือ (Geometry of Apparatus) และสมบัติของฟิล์มนั้น ๆ ด้วย



ภาพที่ 2-8 การจัดอุปกรณ์การวัดความหนาโดยหลักการแผ่รังสี



ภาพที่ 2-9 การเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มบางที่มีความหนาต่างกัน (นิรันดร์ วิทอนันต์, 2542)

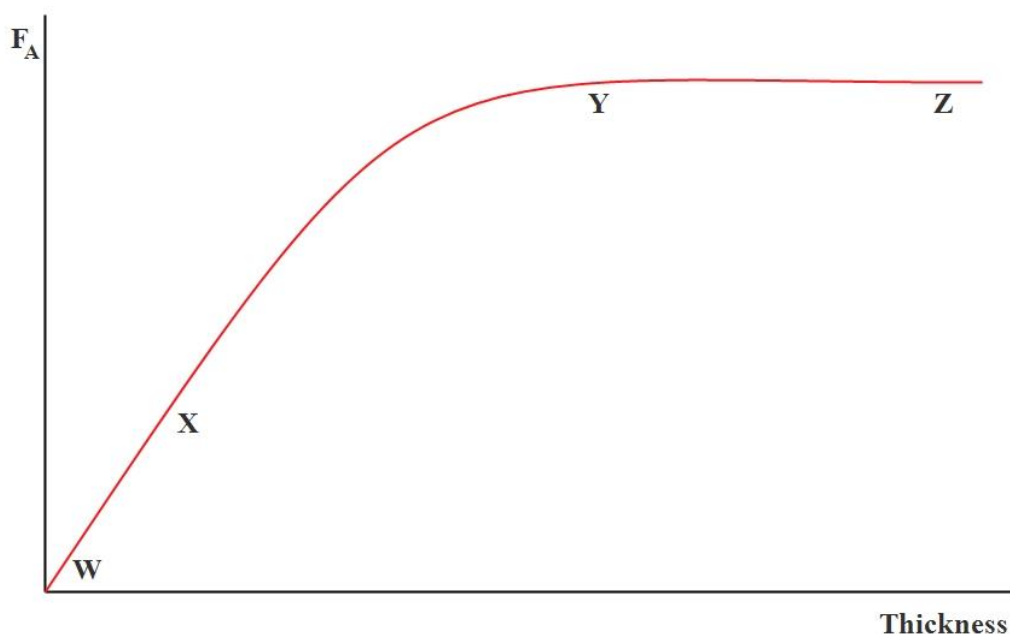
หากพิจารณาการเรืองรังสีเอกซ์ของฟิล์ม A ที่เป็นธาตุบริสุทธิ์ชั้นเดียวซึ่งเคลือบอยู่บนวัสดุรองรับ B ที่มีความหนาต่างกัน ด้วยรังสีเอกซ์ปฐมภูมิพลังงานเดี่ยว (Mono Energetic) แสดงได้ดังภาพที่ 2-9 จะเห็นได้ว่าในภาพที่ 2-9(a) และ 2-9(b) รังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ใช้จะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปยังวัสดุรองรับแล้วทำให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ทุติยภูมิทั้งจากฟิล์มและวัสดุรองรับ (F_A และ F_B ตามลำดับ) ถ้าพิจารณาเฉพาะความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์ม A จะพบว่าค่าที่ตรวจวัดได้ในภาพที่ 2-9(b) จะมีค่ามากกว่าในภาพที่ 2-9(a) เนื่องจากฟิล์มในภาพที่ 2-9(b) มีความหนากว่าฟิล์มในภาพที่ 2-9(a) ดังนั้นถ้าความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น ความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์มที่วัดได้ก็จะเพิ่มขึ้นตามไปด้วยจนถึงค่าหนึ่ง (รูปที่ 2-9(c)) พบว่ารังสีเอกซ์ปฐมภูมิไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มลงไปได้อีก ทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าคงที่เรียกว่า ความเข้มอิ่มตัว (Saturated Intensity) และเรียกความหนาที่ว่า ความหนาวิกฤต (Critical Thickness) ซึ่งถ้าฟิล์มที่ต้องการวัดมีความหนามากกว่าความหนาวิกฤต (รูปที่ 2-9(d)) พบว่าค่าความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้จะไม่เพิ่มสูงไปมากกว่าความเข้มที่วัดได้ขณะที่ฟิล์มมีความหนาเท่าความหนาวิกฤต เนื่องจากอิเล็กตรอนไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางไปได้มากกว่านี้

หากนำความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้จากชิ้นงาน มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิกับความหนาฟิล์มที่ทราบค่าจะได้กราฟดังแสดงในภาพที่ 2-10 ซึ่งแบ่งได้เป็น 3 ช่วง คือ (1) บริเวณเชิงเส้น (Linear Region) (2) บริเวณเอกซ์โพเนนเชียล (Exponential Region) และ (3) บริเวณคงที่ (Flat Region) ดังนี้

1. บริเวณเชิงเส้น (บริเวณ WX ภาพที่ 2-10) ช่วงนี้เป็นช่วงสั้นๆ และเนื่องจากความหนาของฟิล์มช่วงนี้น้อยมากจนอาจกล่าวได้ว่าไม่มีผลจากเมทริกซ์ (Matrix Effects) ทำให้ความสัมพันธ์ของความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความหนาฟิล์มมีลักษณะเป็นเชิงเส้น

2. บริเวณเอกซ์โพเนนเชียล (บริเวณ XY ในภาพที่ 2-10) ช่วงนี้ผลการดูดกลืนเนื่องจากธาตุในฟิล์มเริ่มมีความสำคัญ ดังนั้นถึงแม้ว่าความเข้มของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิจะยังคงมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม แต่จะเห็นได้ว่าเป็นไปในลักษณะที่อัตราการเพิ่มค่อย ๆ ลดลง ความชันกราฟในช่วงนี้จึงเพิ่มอย่างช้า ๆ ทำให้กราฟมีลักษณะโค้งลง

3. บริเวณคงที่ (บริเวณ YZ ในภาพที่ 2-10) ช่วงนี้จะเกิดขึ้นเมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นจนมีค่าเท่ากับความหนาวิกฤติของฟิล์มนั้น ทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วัดได้มีค่าคงที่ แม้ว่าความหนาของฟิล์มจะเพิ่มมากขึ้นก็ตาม



ภาพที่ 2-10 ความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีกับความหนาฟิล์ม (นิรันดร์ วิทิตอนันต์, 2542)

การวัดความหนาด้วยหลักการแผ่รังสีแบ่งเป็น 3 กรณีคือ (นิรันดร์ วิทอนันต์, 2542)

1. กรณีการแผ่รังสีจากวัสดุรองรับ เมื่อรังสีตกกระทบฟิล์มและวัสดุรองรับ รังสีบางส่วนจะถูกดูดกลืนโดยชั้นฟิล์มและบางส่วนทะลุผ่านถึงชั้นของวัสดุรองรับ แล้วกระตุ้นธาตุในวัสดุรองรับทำให้เกิดการเรืองรังสีลักษณะเฉพาะและแผ่รังสีผ่านชั้นของฟิล์มกลับออกมา ตามสมการ

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

เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่หนา d

d คือ ความหนาของฟิล์มบาง

I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับ

α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น

2. กรณีการแผ่รังสีจากฟิล์ม พิจารณารังสีเอกซ์ความเข้ม I_0 กระทบฟิล์มซึ่งหนา d แล้วไปกระตุ้นให้เกิดการเรืองรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความเข้ม I_d แผ่รังสีกลับออกมา โดยค่ารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่แผ่กลับออกมามีค่าตามสมการ

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

เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่หนา d

d คือ ความหนาของฟิล์มบาง

I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะอิมิตัวของชั้นฟิล์ม

α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น

3. กรณีการแผ่รังสีจากวัสดุรองรับและฟิล์ม เป็นการวัดความเข้มรังสีที่แผ่ออกมาจากวัสดุรองรับและฟิล์ม ตามสมการ

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

เมื่อ I คือ ความเข้มรังสีรวมจากชิ้นงาน

I_0 คือ ความเข้มรังสีที่ฉายไปยังชิ้นงาน

I_s คือ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับ

d คือ ความหนาของฟิล์มบาง

α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนเชิงเส้น

การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์ม คือ โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) ซึ่งหาได้ เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction; XRD) ประเสริฐศักดิ์ เกษมอนันต์กุล (2549) ได้ อธิบายหลักการของเทคนิค XRD ไว้ดังนี้ การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคสำหรับ วัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกจากผลึก โดยใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของคลื่น ทั้งนี้พบว่ารังสีเอกซ์เลี้ยวเบนได้เมื่อตกกระทบผลึก ซึ่งแบรกก์ (Bragg) ได้เสนอแนวคิด ว่า โครงสร้างผลึกหรือผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือ ระนาบ (Plane) ของอะตอม ซึ่งสามารถ สะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยมุมที่ตกกระทบจะเท่ากับมุมสะท้อน และแสดงออกมาในรูปของพีค เป็นไปตามสมการที่ 2-7 ซึ่งเรียกว่าสมการของแบรกก์ (Bragg's Law) และภาพที่ 2-11

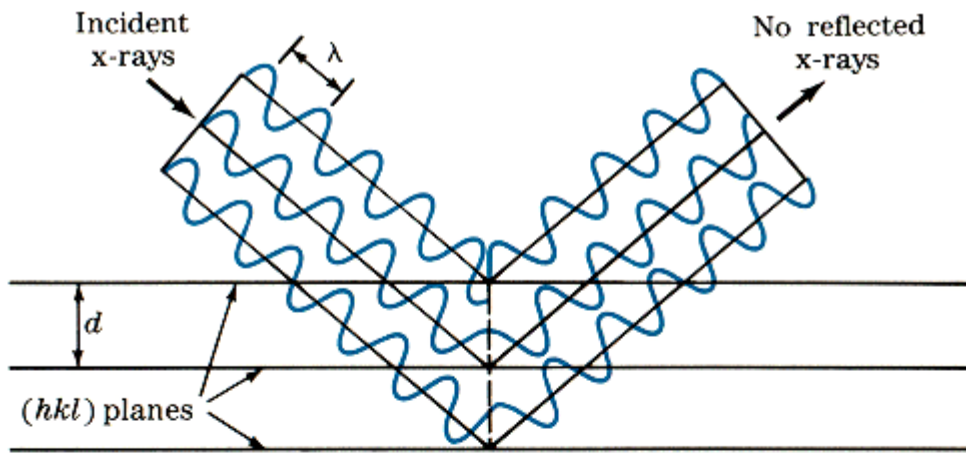
$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2-7)$$

- เมื่อ d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ ($h k l$)
 θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่พิจารณา
 n คือ ลำดับของการสะท้อน
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$)

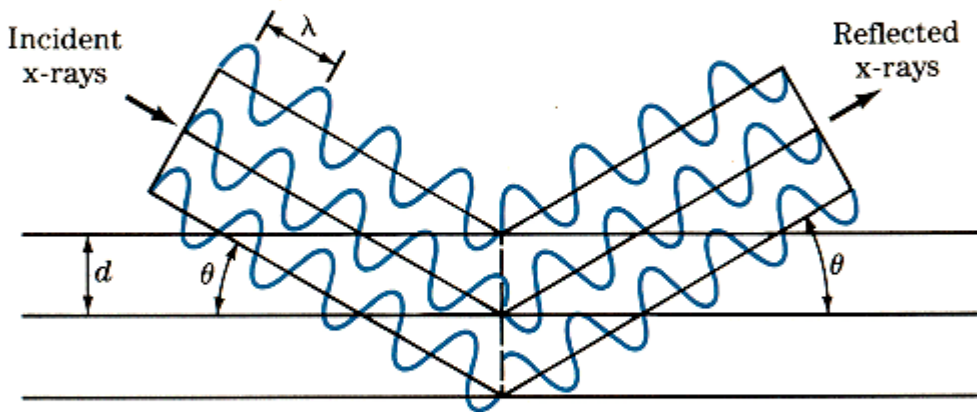
ทั้งนี้ตำแหน่งค่าสูงสุดของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ พีคที่มีค่ามากที่สุด สามารถบอกขนาดของหน่วยเซลล์ได้ ขณะที่ความกว้างให้หาค่าขนาด การจัดเรียงตัว (Orientation) และความเครียด (Strain) ภายในเกรนของวัสดุหลายผลึก โดยขนาดผลึกสามารถหาได้จากสมการ ของ Scherrer (สมการที่ 2-8)

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-8)$$

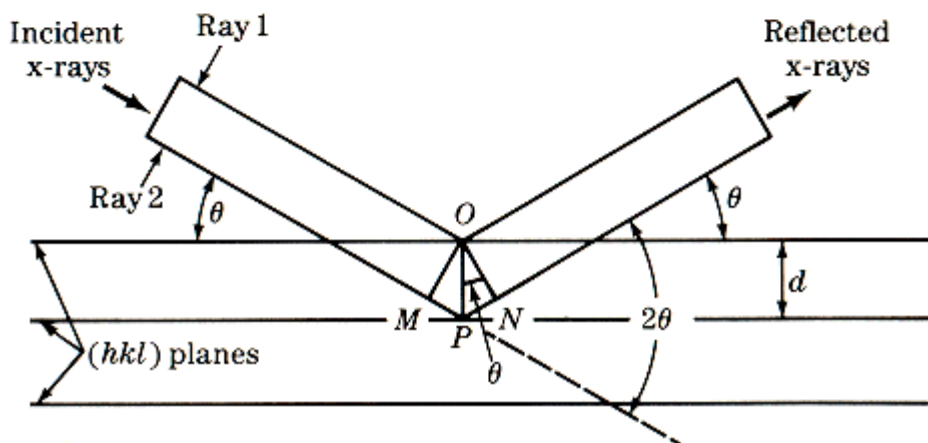
- เมื่อ L คือ ขนาดผลึก
 k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$)
 β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด
 θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมของพีค



(a)



(b)



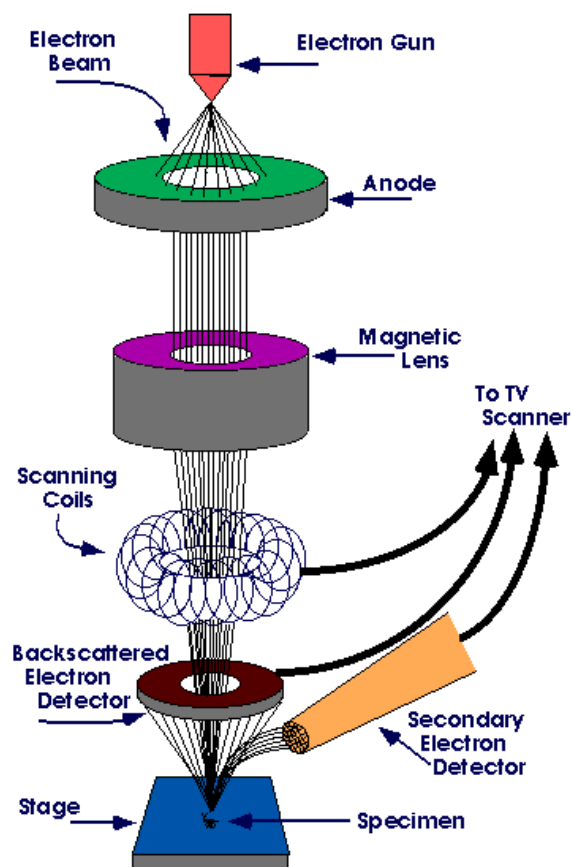
(c)

ภาพที่ 2-11 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก

เอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุทำได้จากหลายวิธี ซึ่งมีข้อดี-ข้อเสียแตกต่างกัน แนวทางหนึ่งที่น่าสนใจในการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุที่มีปริมาณน้อยเช่นฟิล์มบางนั้น คือการศึกษาด้วย เอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน หรือที่นิยมเรียกสั้น ๆ ว่า EDS เนื่องจาก EDS เป็นอุปกรณ์ที่ติดตั้งเพิ่มเติมในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) เพื่อเก็บสัญญาณรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ จึงเป็นการง่ายและสะดวกในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุไปพร้อมกัน

ปกติกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด มักใช้เป็นเทคนิคในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของ วัสดุหรือฟิล์มบาง ซึ่ง วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานไว้ดังนี้ สัญญาณภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron detector; SE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ที่เกิดขึ้น หรือใช้ ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron detector; BSE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับที่เกิดขึ้นดังแสดงในภาพที่ 2-12



ภาพที่ 2-12 องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)

อิเล็กตรอนทุติยภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงที่ปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นแอโนดภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} torr โดยมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลง เพื่อเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์วัตถุ ทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิให้โฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิวตัวอย่าง มีขนาดในช่วง 5 - 200 nm โดยมีชุดควบคุมทิศทางเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวชิ้นงานตัวอย่าง

ทั้งนี้ลำอิเล็กตรอนที่กระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุในตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (Electron Signal) ชนิดต่าง ๆ ออกมา (ภาพที่ 2-13 และภาพที่ 2-14) (วีรศักดิ์ อุคมกิจเดชา, 2543) ซึ่งสามารถนำไปใช้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคและวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่าง โดยสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิด มีดังนี้

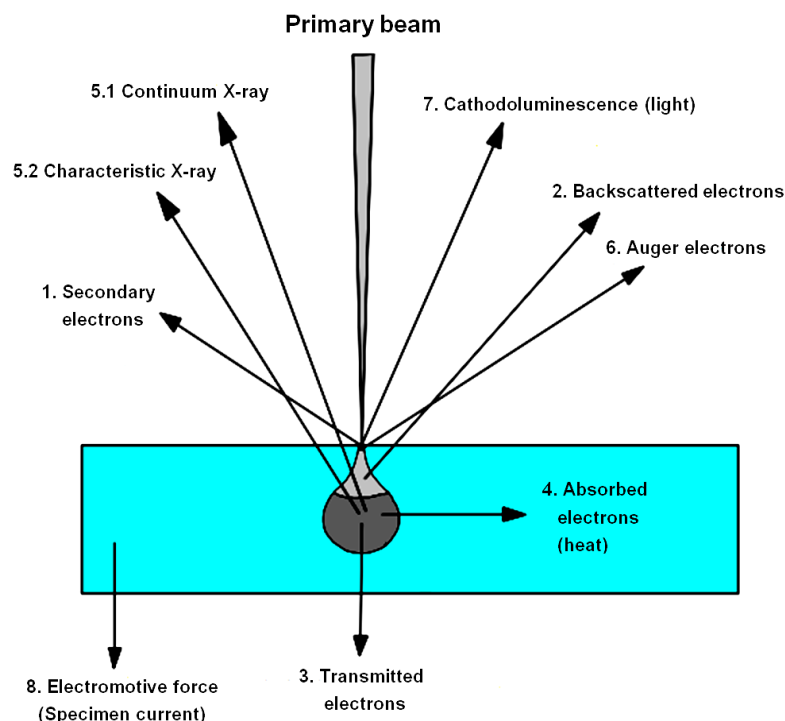
1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons) เป็นส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรของอะตอม หลังจากถูกคลื่นพลังงานจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิ มีพลังงานต่ำและจะเกิดได้กับธาตุที่มีเลขอะตอมค่อนข้างต่ำ
2. อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electrons) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานบางส่วนให้กับอะตอมและกระเจิงกลับออกมา มีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิเกิดได้กับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง
3. อิเล็กตรอนทะลุผ่าน (Transmitted Electron) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่เหลือจากการดูดกลืนพลังงานของชิ้นตัวอย่าง ปริมาณของอิเล็กตรอนจะขึ้นอยู่กับความหนา ความหนาแน่น และภาคตัดขวางการดูดกลืนพลังงานของธาตุดังประกอบในชิ้นตัวอย่าง
4. อิเล็กตรอนที่ถูกดูดกลืน (Absorbed Electrons) เป็นส่วนของอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นตัวอย่างหมด และพลังงานที่สูญเสียจะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนซึ่งมีผลให้ตัวอย่างไหม้เกรียมได้
5. รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาหลังทำอันตรกิริยาระหว่างอะตอมบนชิ้นตัวอย่างกับอิเล็กตรอนพลังงานสูง แบ่งเป็น 2 ชนิด
 - 5.1 รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuum X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นกระจายเป็นช่วงกว้าง (Broad Spectrum) เกิดจากการที่อิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่บริเวณสนามไฟฟ้าที่มีความหนาแน่นสูงระหว่างนิวเคลียสกับวงโคจรชั้นในของอะตอม มีผลจึงทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงสูญเสียพลังงานและปลดปล่อยพลังงานในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทันที

5.2 รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-rays) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นเฉพาะอะตอมของธาตุที่ถูกกระตุ้น เกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงชนกับอิเล็กตรอนในชั้น K L หรือ M แล้วอิเล็กตรอนของชั้นใดหนึ่งหลุดออก อิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะเข้ามาแทนที่ และลดพลังงานด้วยการปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าออกมา คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปล่อยออกมาจึงมีความยาวคลื่นเฉพาะระดับพลังงานของอะตอมของธาตุนั้น ๆ สามารถใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุในเชิงปริมาณและคุณภาพได้

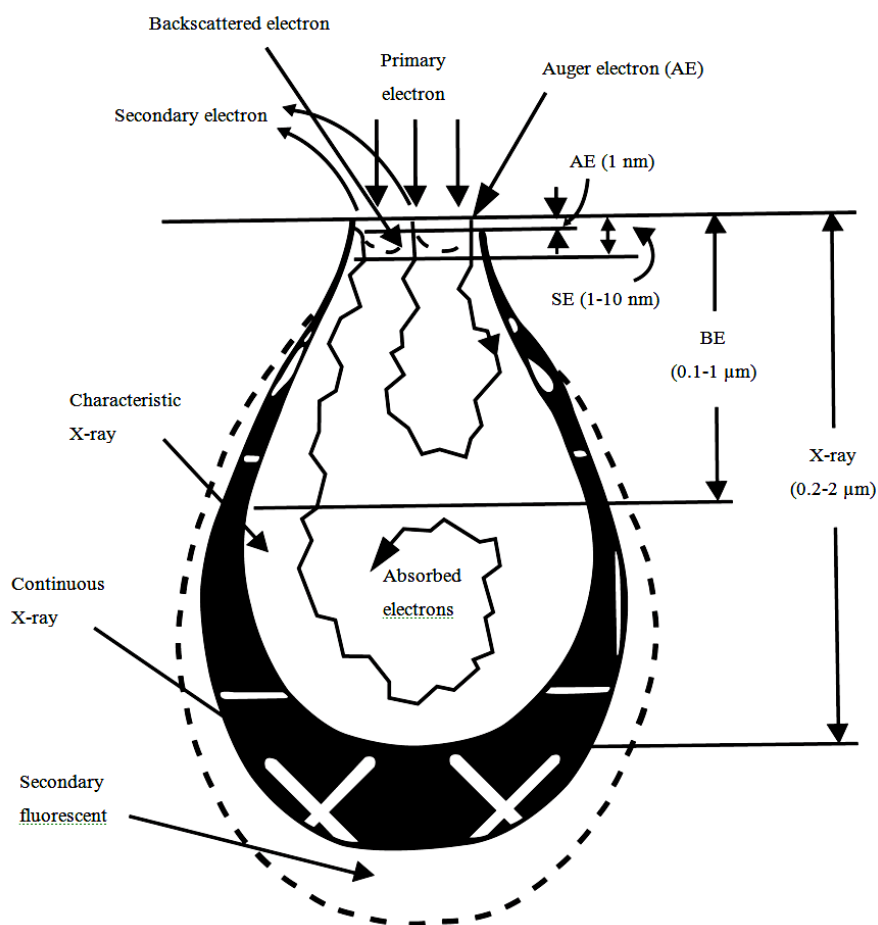
6. โอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger Electrons) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดจากวงโคจรจากการกระตุ้นของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากชั้นตัวอย่าง ให้ประโยชน์มากในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุเบา

7. แสงเรืองจากชั้นตัวอย่าง (Cathodoluminescence) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วงตามองเห็น เกิดจากอะตอมของชั้นตัวอย่างได้รับพลังงานจากลำอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นนอกเลื่อนเข้าสู่ภาวะถูกกระตุ้น (Excited State) และกลับเข้าสู่สภาวะปกติ (Ground State) พร้อมทั้งปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

8. แรงเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive Force) เป็นปริมาณไฟฟ้าที่เกิดจากความแตกต่างของประจุระหว่างด้านหน้าและหลังของชั้นตัวอย่าง

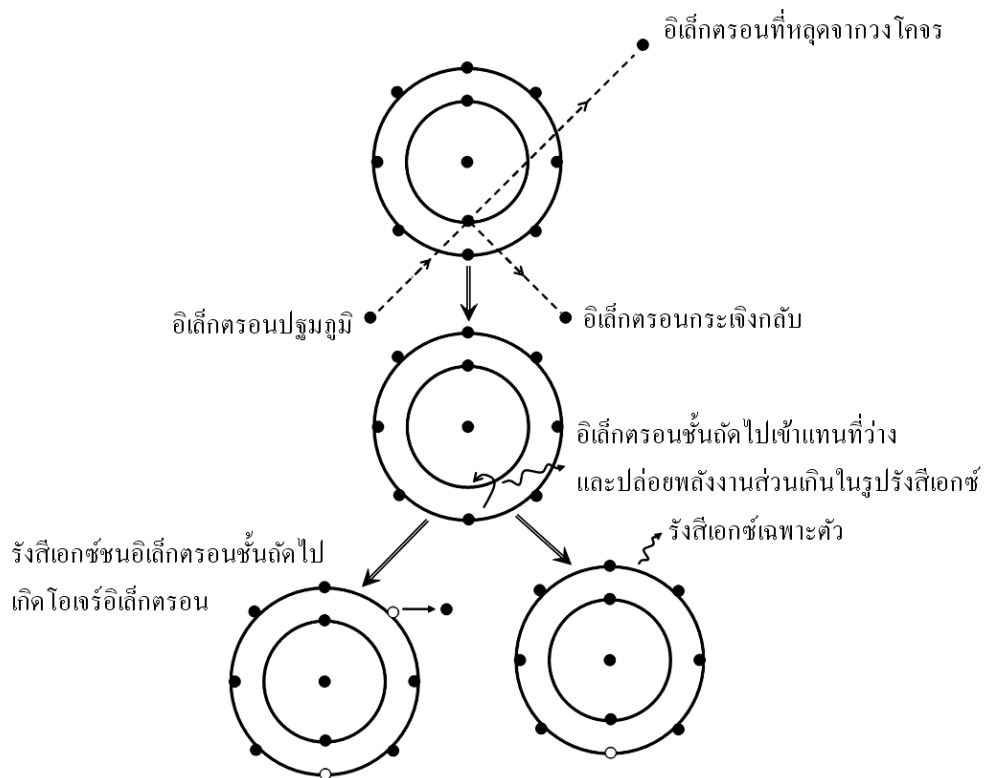


ภาพที่ 2-13 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง

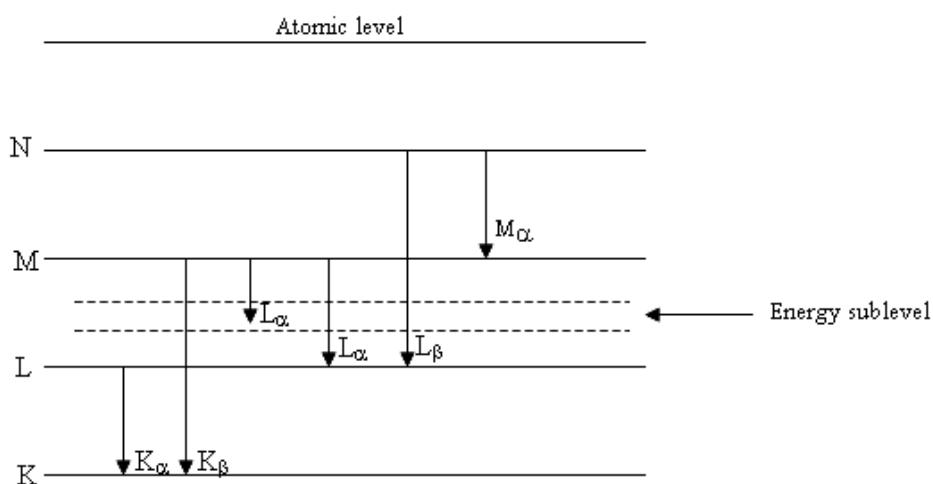


ภาพที่ 2-14 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่าง ๆ (วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

สำหรับหลักการการทำงานของเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานซึ่งต่อพ่วงกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา (2543) ได้อธิบายหลักการทำงานไว้ดังนี้ เมื่ออิเล็กตรอนพลังงานสูงเข้าชนอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ ชั้น L แล้วถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นไปมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้น โครจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสถานะกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น (10^{-15} วินาที) โดยอิเล็กตรอนของวงจรชั้นถัดออกไปลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่ พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนและเฉพาะธาตุนั้น ๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า ซึ่งเรียกรังสีชนิดนี้ว่า “รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ” ดังแสดงในภาพที่ 2-15 และภาพที่ 2-16

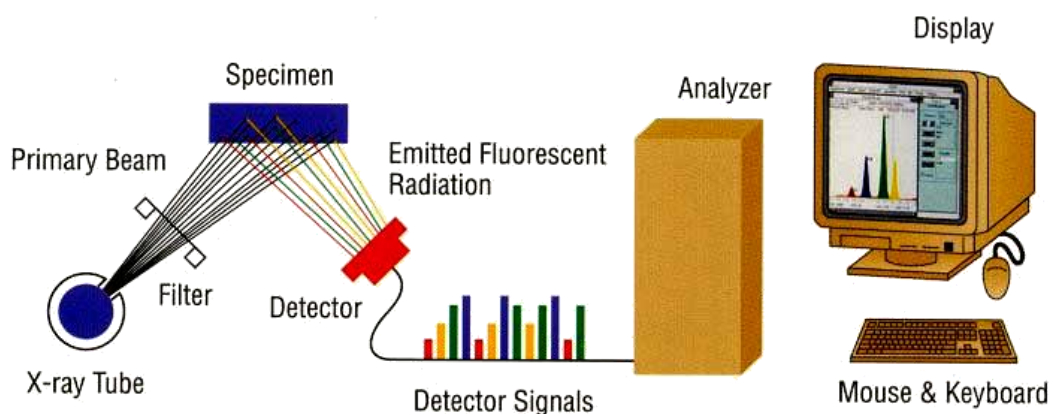


ภาพที่ 2-15 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะโดยใช้ลำอิเล็กตรอน
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

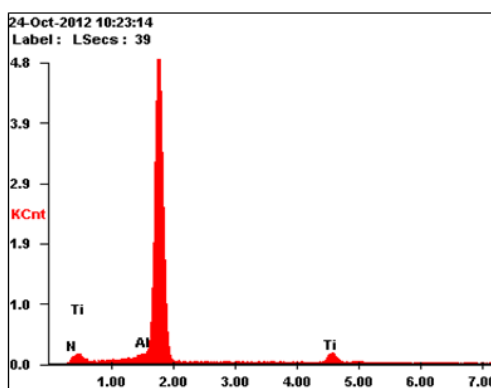


ภาพที่ 2-16 การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ระดับพลังงานของชั้น โคจรต่าง ๆ
(วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543)

ระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยม คือ หัววัดรังสีแบบ Si (Li) เหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 keV หรือหัววัดรังสีชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium; HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้ช่วงกว้าง คือ 3 ถึง 200 keV โดยหัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสอง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดียวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลวิเคราะห์หับนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพ โดยโปรแกรมสำเร็จรูปดังภาพที่ 2-17 และภาพที่ 2-18



ภาพที่ 2-17 องค์ประกอบหลักของเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน
(อมรรัตน์ คำบุญ, 2551)



Element	Wt%	At%
N	45.38	69.74
Al	16.41	13.09
Ti	38.21	17.17

ภาพที่ 2-18 ตัวอย่างผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบของทางเคมีด้วยเทคนิค EDS
(อารีรัตน์ สมหวังสกุล, 2556)

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Prencipe, Dellasega, Zani, Rizzo, and Passoni (2015) ศึกษาวิธีวัดความหนาฟิล์มบางแบบไม่ทำลายชิ้นงาน ด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงานที่ต่อพ่วงอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สำหรับวัดความหนาฟิล์มบางที่มีความหนาแน่นน้อยมีองค์ประกอบทางเคมีและพื้นผิวที่ต่างกัน โดยยิงลำอิเล็กตรอนไปที่ชิ้นงานตัวอย่าง ระบบ EDS จะรับสัญญาณที่ออกมาเพื่อวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเปรียบเทียบกับ การวัดความหนาแบบภาคตัดขวาง (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) ได้ศึกษาการวัดความหนาของฟิล์มแบบไม่ทำลายชิ้นงานด้วยเทคนิค XRF โดยรังสีจากแหล่งกำเนิดภายในเครื่องมือ (Primary X-ray Source) จะปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาพุ่งเข้าชนชิ้นงานตัวอย่าง ส่งผลให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมภายในวัตถุหลุดออก เกิดช่องว่างขึ้นในวงอิเล็กตรอนนั้น ทำให้อะตอมไม่เสถียร และอะตอมจะกลับสู่สภาวะที่เสถียร โดยการเปลี่ยนระดับพลังงานของ อิเล็กตรอนวงนอกเข้ามาแทนที่ช่องว่างดังกล่าว ซึ่งในการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนทำได้โดยการปลดปล่อยพลังงานออกมา ซึ่งพลังงานของธาตุต่างชนิดในชิ้นงานจะมีความยาวคลื่นเฉพาะสำหรับธาตุนั้น ๆ จึงทำให้สามารถบ่งชี้ชนิดของธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ ปริมาณการเรืองรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับปริมาณของธาตุนั้นในสารตัวอย่าง ข้อมูลนี้จึงสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุแต่ละชนิดได้ การวัดความหนาของสารเคลือบโดยการวัดความเข้มของการเรืองรังสีเอกซ์ของสารเคลือบ และวัดฟิล์มเดี่ยวและฟิล์มเชิงซ้อนที่เคลือบภายใต้ระบบสปีดเตอริงและระเหยสารบนกระจกและซิลิกอน จากนั้นนำไปวัดด้วยเทคนิค XRF ซึ่งจะได้ความเข้มของการเรืองรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะนำไปประมวลความหนา ด้วยโปรแกรมสำเร็จรูป แล้วนำไปเปรียบเทียบความหนาจากการวัดความหนาจากเทคนิค SEM

จากภาพภาคตัดตามขวางของฟิล์มบางและสไลด์ แสดงให้เห็นว่าการวัดฟิล์มด้วยเทคนิค XRF สามารถแยกองค์ประกอบและความหนา ซึ่งเป็นวิธีที่ยืดหยุ่นน้อยกว่าการวัดด้วยเทคนิค SEM และสไลด์ซึ่งไม่สามารถทำได้หรือทำได้ยาก และความหนาสามารถวัดได้ถึงระดับ 50 nm สรุปได้ว่าการวัดฟิล์มด้วยเทคนิค XRF นอกจากวัดความหนายังสามารถวัดความหนาแน่น และองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มโลหะ ซึ่งสามารถทำได้ก่อนหรือหลังการนำฟิล์มไปใช้งานได้

Kailash and Hore (2010) ได้ศึกษาการวัดความหนาของฟิล์มด้วยหลักการแทรกสอดของแสงของสเปกตรัมผ่านเนื้อฟิล์ม ไปยังสเปกโทกราฟีจะได้ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัวดัชนีหักเหของแสงและความยาวคลื่นแสง ในกระบวนการวัดจะทำการวัดค่าการกระจายตัวดัชนีหักเหของแสงและความยาวคลื่นแสง ของวัสดุรองรับที่ไม่ได้เคลือบฟิล์มและฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุรองรับนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างการส่องผ่านแสงกับความยาวคลื่น และดัชนีหักเหกับความยาวคลื่น จากกราฟเปรียบเทียบทั้งสองจะได้ข้อมูลที่น่าไปคำนวณหาความหนาของฟิล์มตามความสัมพันธ์ของค่าดัชนีหักเหที่แตกต่างกันได้ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องความหนาของฟิล์มมีความถูกต้องและใกล้เคียงกัน สรุปแล้วการวัดความหนาโดยเทคนิคนี้ไม่จำเป็นต้องทราบค่าคงที่ทางแสงของวัสดุที่นำมาวัด เทคนิคการวัดรูปแบบนี้สามารถวัดได้อย่างถูกต้อง กระบวนการวัดไม่ซับซ้อน เป็นการวัดแบบไม่ทำลายชิ้นงาน

Canli (2010) ใช้เทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงานในการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะ โดยการใช้อุปกรณ์สำหรับการวัดองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุด้วยระบบ EDS ซึ่งเป็นโมดูลที่ต่อพ่วงอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ออกมาจากชิ้นงานจะแสดงให้เห็นถึงองค์ประกอบและลักษณะเฉพาะของสารที่เคลือบบนวัสดุรองรับ อัตราส่วนของปริมาณของสารที่เคลือบมีความแตกต่างกันเมื่อเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน และฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบเดียวบนวัสดุรองรับจะให้อัตราส่วนของพลังงานจากกราฟค่าเดียว ดังนั้นความหนาของฟิล์มบางสามารถคำนวณ โดยการวิเคราะห์รูปแบบเฉพาะของกราฟอัตราส่วนพลังงานของข้อมูลเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงานที่ได้รับจากฟิล์ม

Zhuang et al. (2009) ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางแบบไม่ทำลายชิ้นงานของฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุรองรับ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีการติดตั้งระบบ EDS ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์องค์ประกอบลักษณะทางกายภาพของฟิล์ม โดยเมื่ออิเล็กตรอนถูกยิงจากปืนอิเล็กตรอน ลำอิเล็กตรอนจะแทรกซึมผ่านผิวหน้าของฟิล์มบางเข้าไปในผิวของฟิล์มแล้วทะลุผ่านไปถึงวัสดุรองรับ แล้วทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะแผ่กลับออกมา ซึ่งแปรค่าตามศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้เพื่อเร่งอิเล็กตรอน ทั้งนี้ระบบ EDS จะมีตัวรับสัญญาณความเข้มรังสีเอกซ์จากฟิล์ม (I_f) และความเข้มจากวัสดุรองรับ (I_s) ซึ่งสามารถนำไปคำนวณหาความสัมพันธ์ระหว่าง

อัตราส่วนของความเข้ม I_r/I_i เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน แล้วนำไปสร้างสมการทางคณิตศาสตร์ของฟิล์มได้ ตามทฤษฎีแล้วความหนาของฟิล์มสามารถคำนวณได้จากความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ตรวจได้ ทั้งนี้เมื่อทดลองใช้การวัดความหนาวิธีนี้วัดความหนาของฟิล์มของสารประกอบ FeCoSiB ที่เคลือบบนแก้ว แล้วเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวัดโดยใช้เทคนิคสไตลัส ผลการศึกษาพบว่าวิธีวัดความหนาโดยใช้เทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานมีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงว่าการวัดความหนาวิธีนี้เป็นวิธีที่เหมาะสมและใช้งานได้

Oliva Arias, López-Garduza, and Sosa (2006) ได้ศึกษาการวัดความหนาแบบ *in situ* ของฟิล์มบางทองคำซึ่งเตรียมจากการเคลือบ 2 วิธีได้แก่ วิธีระเหยสารและวิธีสปัตเตอร์ริง โดยการวัดความหนาวิธีนี้เป็นการวัดทางอ้อมจากสมบัติความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มซึ่งแปรค่าตามความหนา โดยวิธีนี้ต้องมีฟิล์มบางเริ่มต้นที่มีความหนาประมาณ 10 nm ทำหน้าที่เป็นฟิล์มสำหรับใช้ตรวจวัดหรือที่เรียกว่า Probe Film สำหรับวัดค่าความต้านทานไฟฟ้า โดยต้องต่อขั้วไฟฟ้าที่ Probe Film เพื่อวัดค่าความต้านทานเมื่อความหนาของฟิล์มที่เคลือบบน Probe Film เปลี่ยนแปลงไป สำหรับการวัดความหนาจะทำโดยการนำ Probe Film ไปวางใกล้แท่นวางชิ้นงานหรือวัสดุรองรับที่ต้องการเคลือบ เมื่อฟิล์มเริ่มเคลือบบนชิ้นงานหรือแผ่นวัสดุรองรับ ผิวหน้าของ Probe Film ก็จะถูกเคลือบด้วยเช่นกัน ซึ่งกรณีนี้จะทำให้ค่าความต้านทานที่วัดได้จาก Probe Film เปลี่ยนไปตามความหนาของฟิล์มที่เคลือบบนชิ้นงานหรือวัสดุรองรับ ทั้งนี้จากการศึกษาครั้งนี้พบว่าความหนาของฟิล์มบางทองคำที่ได้จากการวัดด้วยวิธีนี้เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มบางที่วัดจากเครื่อง Profilometer พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน

Kongsakul, Witit-anun, Chaiyakun, and Kaewtrakulpong (2005) ได้ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางแบบไม่ทำลายชิ้นงาน ที่สะดวก ง่ายและค่าใช้จ่ายไม่สูงนัก ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้เทคนิคทางแสงที่เรียกว่า Fizeau Interferometer Technique การวัดความหนาของฟิล์มบางวิธีนี้คำนวณได้จากตำแหน่งที่แตกต่างกันของริ้วการแทรกสอดของแสง การทดลองนี้ใช้เลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสงขนานฉายไปตกกระทบบนกระจกแผ่นเรียบ (Optical Flat) ซึ่งใช้อ้างอิง ทั้งนี้บางส่วนของแสงเลเซอร์จะทะลุผ่านกระจกแผ่นเรียบไปกระทบบนผิวของฟิล์มที่ต้องการวัดความหนา โดยลำแสงส่วนหนึ่งสะท้อนจากผิวด้านหลังของกระจกแผ่นเรียบ และอีกลำหนึ่งสะท้อนจากผิวด้านหน้าของฟิล์มที่นำมาทดสอบ แล้วเกิดการแทรกสอดระหว่างลำแสงทั้งสองเป็นริ้วการแทรกสอด ความหนาของฟิล์มได้จากการวัดระยะของริ้วการแทรกสอดที่มีความแตกต่างกัน ในงานวิจัยนี้ได้ใช้วิธีนี้วัดความหนาของฟิล์มบางอะลูมิเนียมซึ่งมีค่าความหนาอยู่ระหว่าง 0.11 - 0.39 μm พบว่ามีค่าใกล้เคียงกับค่าความหนาที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคสไตลัส

Piegari and Maseti (1995) ศึกษาและเปรียบเทียบการวัดความหนาของฟิล์มบาง โดยเลือกบางเทคนิคมาพิจารณา เทคนิคการวัดความหนาที่เลือกมาเปรียบเทียบนี้ถูกใช้อย่างแพร่หลายในการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง เช่น Stylus Profilometry, Interferometry, Ellipsometry, Spectrophotometric Measurements และ X-ray Microanalysis และศึกษาโดยการกำหนดพื้นที่ โดยแต่ละพื้นที่ที่ศึกษาจะใช้เทคนิคมากกว่า 1 เทคนิคในการพิจารณา โดยมีข้อเสนอแนะการเตรียมตัวอย่างอย่างเหมาะสม เพื่อให้แน่ใจว่าได้ผลลัพธ์ที่ดีที่สุดจากแต่ละเทคนิค สรุปผลจากการศึกษาการวัดในแต่ละวิธีมีความถูกต้องและมีความเหมาะสมในการใช้เทคนิคการวัดที่แตกต่างกัน ดังนั้นการเลือกเทคนิคการวัดจะขึ้นอยู่กับทางเลือกของผู้ทำการศึกษาและความเหมาะสมในงานนั้น ๆ

Pascal, Cruz, Ferreira, and Gomes (1994) ได้ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ โดยการเปรียบเทียบอัตราส่วนความเข้มของรังสีเอกซ์จากฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ซึ่งวัดจากเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงาน ซึ่งติดตั้งอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วิธีนี้เป็นการวัดความหนาของฟิล์มบางโดยอาศัยความเข้มสูงสุดของรังสีเอกซ์ที่ได้จากกราฟการวัดองค์ประกอบทางเคมีของธาตุด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโกปีแบบกระจายพลังงานแล้วนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาของฟิล์มบาง สร้างสมการความหนาของฟิล์มจากกราฟ เปรียบเทียบความหนาของชิ้นงานที่ได้จากสมการเทียบกับความหนาที่ได้จากการวัด โดยใช้เทคนิคแบบ Stylus Profilometry, Interferometry หรือ Rutherford Back Scattering ผลที่ได้มีความคลาดเคลื่อนน้อย พลังงานที่ใช้มีระดับต่ำ เป็นการวัดแบบไม่ทำลายชิ้นงานเป็นที่น่าสนใจและมีความเหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้ในการวัดความหนาของฟิล์มบาง

นิรันดร์ วิทิตอนันท์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเศษฐ ลิ้มสุวรรณ และวีรพงศ์ จิวประดิษฐ์กุล (2544) ได้ศึกษาการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ ตัวอย่างฟิล์มที่ใช้คือฟิล์มทองคำที่เคลือบบนกระจกด้วยระบบอานาลาชันแมกนีตรอนสเปคโตรริง โดยความหนาของฟิล์มที่ใช้เป็นค่ามาตรฐานหาจากวิธีชั่งมวล แล้วนำฟิล์มทองคำไปวิเคราะห์การเรืองรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRF พิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองจากสเปกตรัมของ Au L_β ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่ได้มีสีทองลักษณะผิวเนียนเรียบ มันวาวสะท้อนแสงได้ดี ความหนาของฟิล์มอยู่ในช่วง 0.13-5.89 μm โดยความเข้มของรังสีเอกซ์จาก Au L_β 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) ได้ศึกษาเทคนิคการวัดความหนาฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ โดยใช้ฟิล์มทองที่เคลือบบนแผ่นทองแดง ซึ่งทราบความหนาจากวิธีชั่งมวลและนำมาวิเคราะห์การเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์ม โดยพิจารณาความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์จากสเปกตรัมของ $AuL\alpha$ ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มทองมีความหนาในช่วง $0.00-7.00 \mu m$ ซึ่งตรงกับค่าความหนาฟิล์มที่นำมาใช้ในการทดลอง โดยความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์กับความหนาของฟิล์มที่ในการศึกษามีความสัมพันธ์กันแบบเอกซ์โพเนนเชียลตามสมการ $I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มการเรืองรังสีเอกซ์จากฟิล์มหนา d และ I_s เป็นความเข้มรังสีเอกซ์อิมิตัวส่วน α เป็นตัวประกอบเชิงเรขาคณิต และเมื่อทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น พบว่ามีความถูกต้องถึง 97%

วิระพงษ์ จิวประดิษฐ์กุล, เกษรา อินนุรักษ์ และวรพจน์ อิงศรรัตน์ (2549) ได้พัฒนาสเปกโตรมิเตอร์เรืองรังสีเอกซ์เพื่อใช้วัดความหนาของโลหะเคลือบชนิดต่าง ๆ บนแผ่นวัสดุรองรับ วิธีนี้ลำรังสีเอกซ์จากหลอดรังสีเอกซ์กำลังต่ำจะถูกบีบให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm แล้วฉายลงบนชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ซึ่งสามารถกำหนดตำแหน่งได้อย่างแม่นยำ โดยการปรับตำแหน่งชิ้นงานสามมิติจนเห็นพื้นผิวได้อย่างชัดเจนจากกล้องจุลทรรศน์ รังสีเอกซ์เรืองจากสารเคลือบถูกวัดด้วยหัววัดแบบพรอพเพอร์ชันนอลชนิดแก๊สซีนอน (Xe) และวิเคราะห์ด้วยมัลติแชนแนลนาไลเซอร์(MCA) ความหนาของสารเคลือบหาจากความเข้มรังสีเอกซ์เรืองที่สอดคล้องกับธาตุของสารเคลือบ โดยคำนวณจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นมา โดยใช้สารเคลือบมาตรฐาน Cu/glass และ Au/Ni ผลการศึกษาพบว่าการวิเคราะห์การเรืองรังสีเอกซ์ร่วมกับการใช้วิธีการทางคณิตศาสตร์ซึ่งได้อธิบายในงานวิจัยนี้ เป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับการหาความหนาของสารเคลือบ ซึ่งปรากฏว่าให้ค่าคลาดเคลื่อน 1-16 % สำหรับสารเคลือบทองแดงบนกระจกที่มีความหนา $0.35- 6.20 \mu m$ และคลาดเคลื่อน 1-5 % สำหรับสารเคลือบทองบนนิกเกิลที่มีความหนา $0.41-9.40 \mu m$

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์และเครื่องมือ

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) การเตรียมฟิล์มบางโครเมียม (2) การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียม

1.1 เครื่องเคลือบสุญญากาศระบบสเปดเตอร์ริง เป็น เครื่องเคลือบที่สร้างขึ้นโดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง 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 กระจกสไลด์ และ แผ่นซิลิกอน

1.2.3 แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแก๊สสเปดเตอร์ (Sputtered Gas)

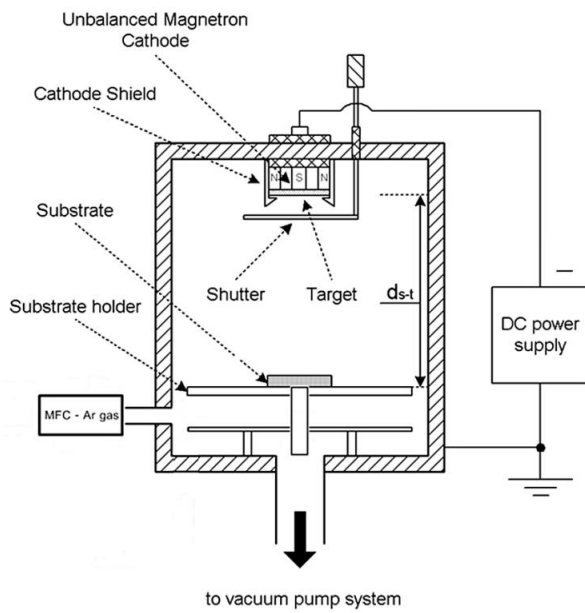
2. การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางโครเมียม

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

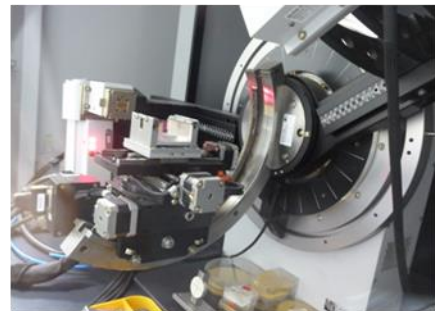
2.2 Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) สำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาค ใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope รุ่น Hitachi S-4700 ของศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai Microelectronics Center, TMEC) (ภาพที่ 3-3)

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

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



ภาพที่ 3-1 ไตอะแกรมและลักษณะของเครื่องเคลือบสุญญากาศระบบแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง



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



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

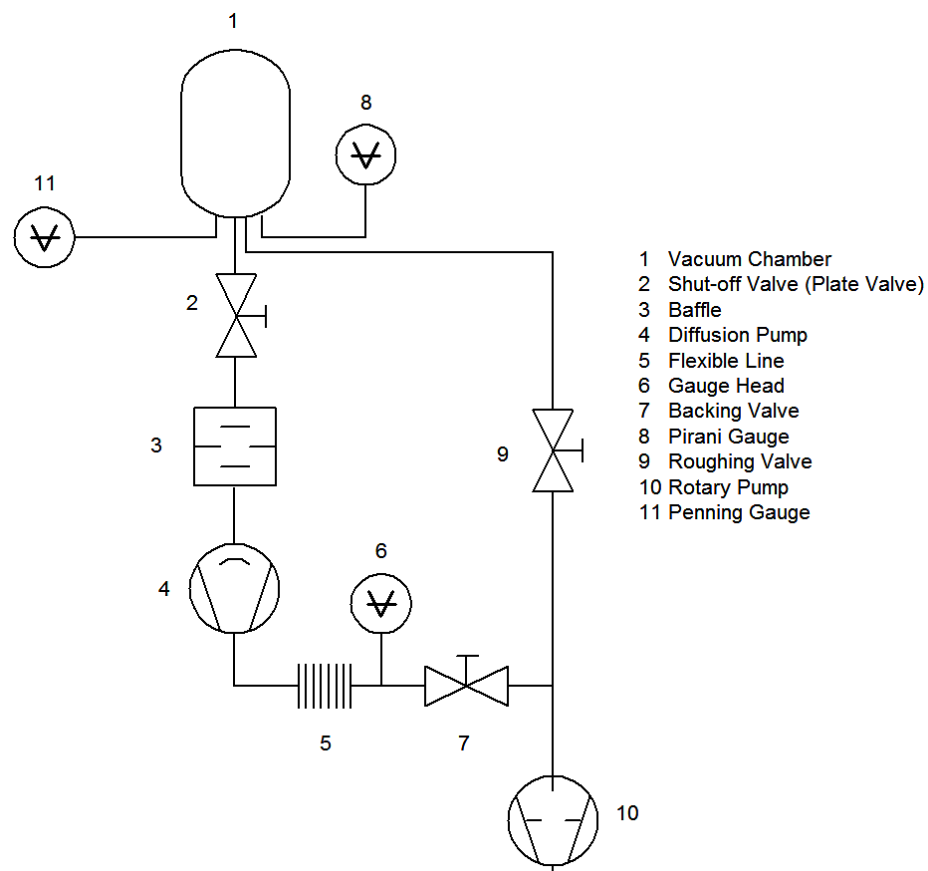


ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)

เครื่องเคลือบฟิล์มบางระบบดีซีสเป็คเตอริง

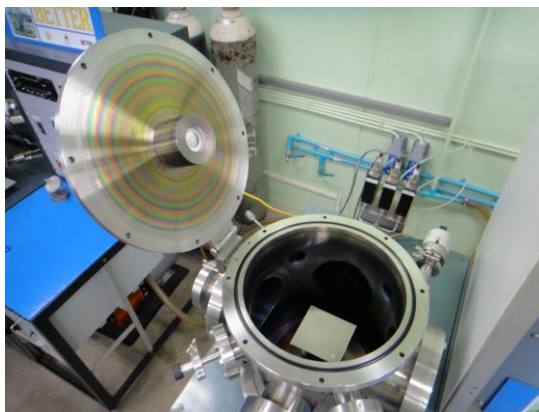
การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมที่ใช้ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคแมกนีตรอนสเป็คเตอริง ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังนั้นเพื่อให้ฟิล์มบางที่ได้มีคุณภาพและสมบัติตามที่ต้องการ ต้องลดความดันพื้น (Base Pressure) ในห้องเคลือบให้อยู่ในระดับ 10^{-5} mbar ส่วนประกอบของเครื่องเคลือบระบบสเป็คเตอริงในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) และระบบการเคลือบ (Coating System) มีรายละเอียดดังนี้

1. ระบบสุญญากาศ (Vacuum System) ประกอบด้วย ห้องเคลือบทรงกระบอกทำจากสแตนเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 310.0 mm สูง 310.0 mm ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศของเครื่องเคลือบประกอบด้วยเครื่องสูบบแบบแพร่ไอแบบระบายความร้อนด้วยน้ำและมีเครื่องสูบลกลโรตารีเป็นเครื่องสูบลท้าย สำหรับการวัดความดันภายในภาชนะสุญญากาศใช้มาตรวัดความดันของ 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 พร้อมภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงกระแสตรงขนาด 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)

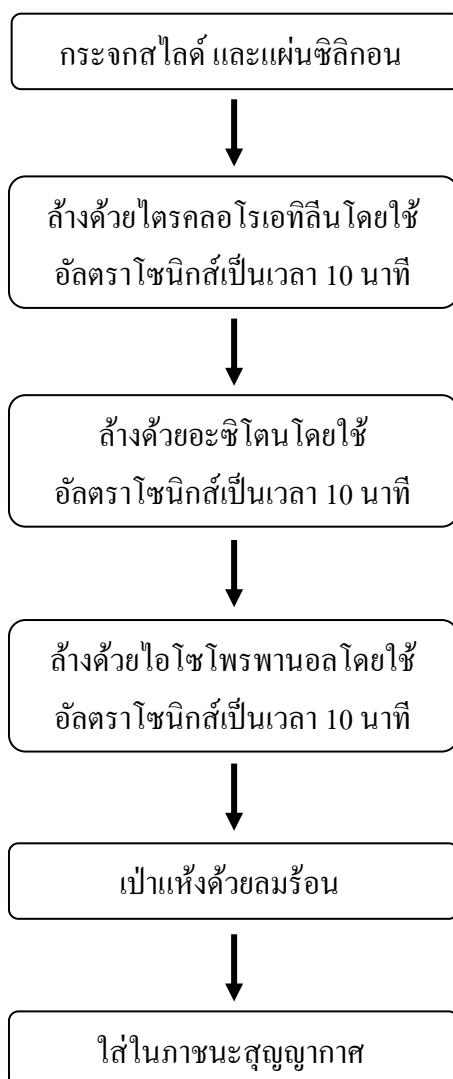


(c)

ภาพที่ 3-6 ลักษณะและการติดตั้งคาโทด และพลาสมาจากคาโทดของเครื่องเคลือบ

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมันสารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ได้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) โดยใช้อัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำไปล้างด้วยอะซิโตนโดยใช้อัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำไปล้างต่อด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยใช้อัลตราโซนิกส์อีก 10 นาที นำวัสดุรองรับขึ้น ด้วยแล้วเป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับใส่เข้าในภาชนะสุญญากาศเพื่อรอการเคลือบ ดังแสดงในภาพที่ 3-7



ภาพที่ 3-7 ขั้นตอนการล้างวัสดุรองรับ

ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางโลหะด้วยวิธีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ในงานวิจัยนี้มีการจัดเตรียมเครื่องเคลือบโดยสรุปดังนี้ ติดแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงเข้ากับระบบเคลือบ โดยต่อสัถย์ไฟฟ้าลบเข้ากับขั้วคาโทดและต่อสัถย์ไฟฟ้าบวก (Ground) กับภาชนะสุญญากาศ ติดตั้งเป้าโครเมียมกับขั้วคาโทดซึ่งต่อกับระบบไหลเวียนน้ำเย็นเพื่อระบายความร้อนที่เกิดขึ้นจากการสปัตเตอริวริเวณผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ส่วนวัสดุรองรับถูกวางบนแผ่นรองรับที่ติดตั้งบนแท่นวางตรงข้ามคาโทด และอุปกรณ์ชุดควบคุมระบบ ที่ต่อกับ Mass Flow Controller (MFC) สำหรับควบคุมอัตราไหลของแก๊สอาร์กอนที่เข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ

ขั้นตอนในการเคลือบฟิล์ม มีรายละเอียดดังนี้

1. การเตรียม นำวัสดุรองรับวางบนแท่นวางวัสดุรองรับ ปิดฝาภาชนะสุญญากาศ
2. การสร้างภาวะสุญญากาศ ขั้นตอนนี้เป็นการลดความดันภายในภาชนะสุญญากาศ ให้มีค่าเท่ากับ 5×10^{-5} mbar กำหนดเป็นค่าความดันพื้น (P_0) ของระบบก่อนทำการเคลือบฟิล์ม บันทึกค่าความดัน P_0 ที่อ่านได้
3. การเคลือบ ขั้นตอนนี้เป็นการเคลือบฟิล์มโดยเริ่มจากการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าภาชนะสุญญากาศ ตามค่าที่กำหนดไว้ในเงื่อนไขการทดลอง แล้วจ่ายสัถย์ไฟฟ้าลบให้แก่คาโทดจนเกิดโกลด์ดิสชาร์จ เมื่อความต่างสัถย์ไฟฟ้าที่จ่ายให้คาโทดและกระแสคาโทดที่วัดได้ไม่เปลี่ยนแปลง แล้วจึงเปิดชัตเตอร์เพื่อเริ่มกระบวนการเคลือบฟิล์มลงบนวัสดุรองรับ พร้อมจับเวลา ในขั้นนี้ให้บันทึกผลค่าความต่างสัถย์ไฟฟ้า (V) ค่ากระแสไฟฟ้า (I) และความดันรวม (P_t) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเคลือบฟิล์ม และทำการเคลือบฟิล์ม ตามเวลา (t) ที่กำหนด
4. การนำชิ้นงานออกจากภาชนะสุญญากาศ หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการเคลือบฟิล์ม ให้ปิดแหล่งจ่ายไฟ ปิดการจ่ายแก๊สอาร์กอน และปล่อยอากาศเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ เพื่อนำวัสดุรองรับออก
5. ตรวจสอบเช็คสภาพของชิ้นงานที่เคลือบได้ก่อนเก็บเพื่อส่งวิเคราะห์ต่อไป

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางในงานวิจัยนี้มี 3 ส่วน ได้แก่ โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก โครงสร้างจุลภาค ความหนา และองค์ประกอบทางเคมี ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. โครงสร้างผลึก ศึกษาจากฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ซึ่งใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) โดยตรวจวัดใน Mode Low Angle ด้วยมุมตกกระทบคงที่เท่ากับ 2° กำหนดมุมวัดในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากนั้นนำไปเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตามฐานข้อมูล JCPDS และ กฎของแบรกก์ (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 หากจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยใช้ สมการของ Scherrer ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางโครเมียม ที่ได้หลังการเคลือบ ดังสมการ

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

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึก

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.9

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

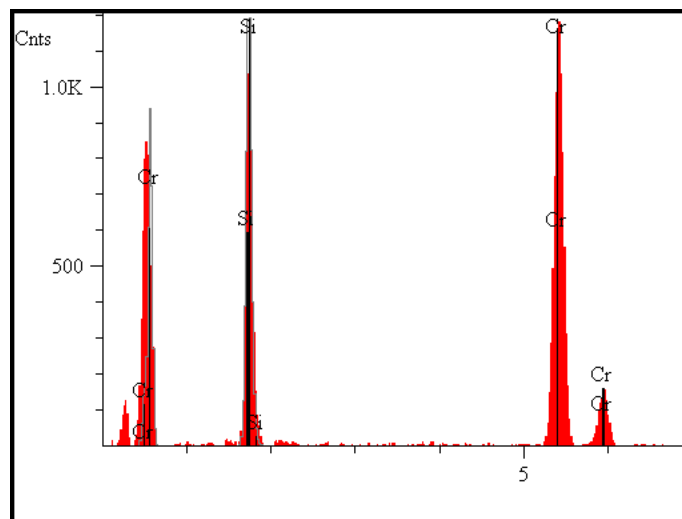
β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

3. ค่าคงที่แลตทิซ การหาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้ โดยใช้สมการหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์ม โครเมียม ซึ่งมีโครงสร้างแบบบอดีเซ็นเตอร์คิวบิก (bcc) จากสมการ (3-3)

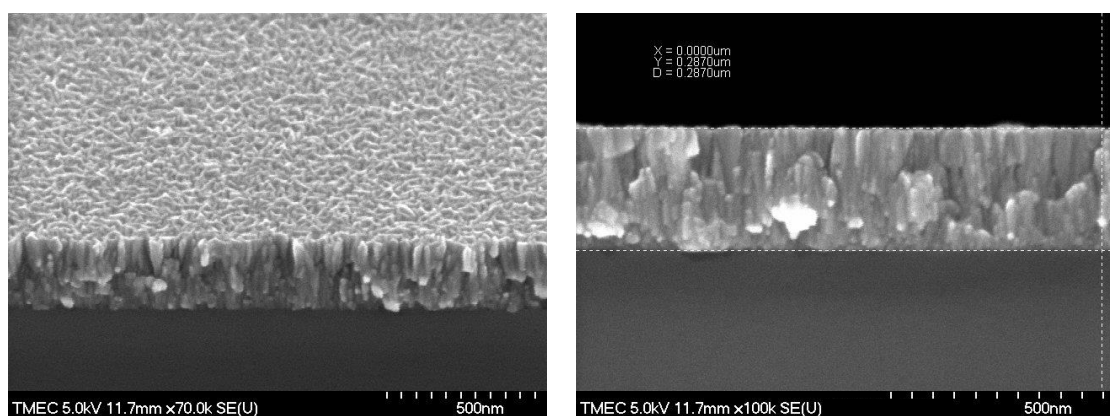
$$\text{ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกแบบคิวบิก}; d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3-3)$$

4. องค์ประกอบทางเคมี นำฟิล์มที่ได้มาศึกษาองค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิค EDS ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-8



ภาพที่ 3-8 ตัวอย่างผลการตรวจวัดองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค EDS

5. ลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา นำฟิล์มมาศึกษาลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนา ด้วยเทคนิค FE-SEM ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 3-9

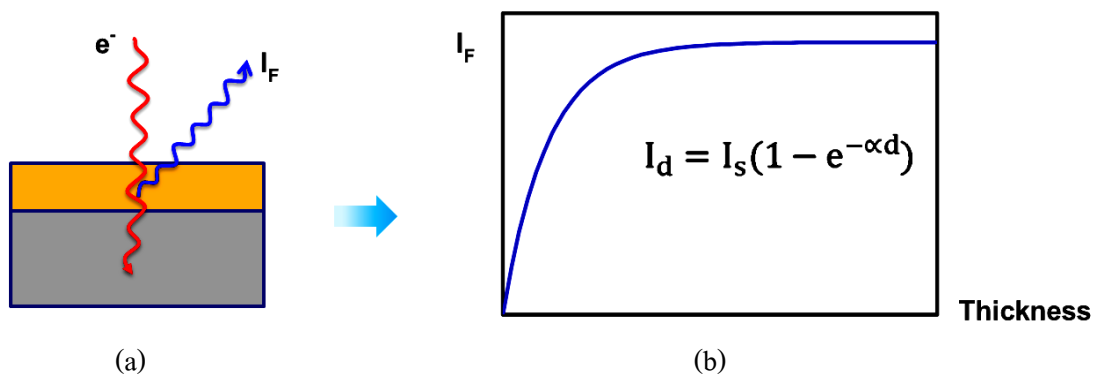


ภาพที่ 3-9 ตัวอย่างผลการตรวจวัดลักษณะพื้นผิว โครงสร้างจุลภาคและความหนาของฟิล์ม ด้วยเทคนิค FE-SEM

หลักการและแนวคิดของการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค EDS

การวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ในงานวิจัยนี้เป็นการวัดภายหลังเคลือบแบบไม่ทำลายชิ้นงานซึ่งเป็นการวัดความหนาฟิล์มทางอ้อม โดยอาศัยหลักการและแนวคิดว่า “จำนวนอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของฟิล์มบางที่เคลือบบนผิวของวัสดุรองรับ จะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม” ซึ่งอาจพิจารณาเป็น 2 กรณี คือ (1) พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มบาง โดยหากสามารถกระตุ้นให้อะตอมของธาตุในชั้นฟิล์มปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ออกมานั้นจะมีค่าแปรผันตรงกับความหนาของชั้นฟิล์ม และทำนองเดียวกัน (2) หากกระตุ้นให้อะตอมของวัสดุรองรับที่มีชั้นของฟิล์มบางเคลือบปิดทับอยู่ ปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับที่ออกมาจะแปรผกผันกับความหนาของชั้นฟิล์ม เนื่องจากรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของวัสดุรองรับที่เกิดขึ้นอาจถูกดูดกลืนโดยอะตอมของธาตุในชั้นฟิล์มก่อนทะลุผ่านกลับออกมาจากชิ้นงาน

จากแนวคิดข้างต้นงานวิจัยนี้ใช้ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของ FE-SEM เป็นตัวกระตุ้นให้อะตอมของฟิล์มหรือวัสดุรองรับปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมาจากชิ้นงาน โดยเมื่อลำอิเล็กตรอนถูกยิงไปที่ชิ้นงาน (ฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอนซึ่งเป็นวัสดุรองรับ) แล้วทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปถึงชั้นของวัสดุรองรับ ระหว่างนั้นอิเล็กตรอนจะเกิดอันตรกิริยา (Interaction) กับอะตอมของทั้งฟิล์มบางและวัสดุรองรับซึ่งทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะปล่อยกลับออกมาจากชิ้นงาน (รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะนี้เป็นสัญญาณที่สามารถเกิดขึ้นจากการทำงานของเทคนิค FE-SEM ซึ่งสามารถตรวจวัดได้ด้วยระบบ EDS ที่ติดตั้งต่อพ่วงกับเครื่อง FE-SEM) โดยระดับความลึกที่อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านชิ้นงานลงไปได้ และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ส่งกลับออกมาจากชิ้นงานอาจเกิดขึ้นจากหลายปัจจัย สำหรับกรณีชิ้นงานที่มีองค์ประกอบของธาตุนิดเดียวปัจจัยหนึ่งที่มีผล คือ ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอน (Accelerating Voltage) ของแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนในเครื่อง FE-SEM เพราะหากใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่มีค่าสูง สัญญาณที่ได้จากก็จะเพิ่มสูงขึ้นตามไปด้วย (กรณีนี้สัญญาณดังกล่าวคือรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะทั้งจากชั้นฟิล์มหรือวัสดุรองรับ) ซึ่งสามารถแยกพิจารณาได้เป็น 2 กรณีคือ (1) การเพิ่มค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้จากชั้นฟิล์มตามความหนาของฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้น และ (2) การลดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้จากวัสดุรองรับตามความหนาของฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้น โดยงานวิจัยนี้จะพิจารณาผลของค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่มีต่อความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะทั้งจากชั้นฟิล์มบางและจากวัสดุรองรับ



ภาพที่ 3-10 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง

(a) การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง

(b) กราฟเปรียบเทียบและสมการแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากฟิล์มบาง

กรณีพิจารณาค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม กรณีนี้อิเล็กตรอนที่ถูกยิงทะลุผ่านเข้าไปในชั้นงานแล้วเกิดอันตรกิริยากับอะตอมของโครเมียมในฟิล์มบางที่ใช้ศึกษา ทำให้เกิดสัญญาณรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชั้นฟิล์มบางปล่อยกลับออกมา (ภาพที่ 3-10 (a)) โดยค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่วัดได้จะแปรผันตรงกับจำนวนอะตอมของโครเมียมในชั้นฟิล์ม ซึ่งสัมพันธ์กันแบบเอกซ์โพเนนเชียล (ภาพที่ 3-10 (b)) การสร้างกราฟเปรียบเทียบหรือแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ของกรณีนี้ในทางปฏิบัติต้องนำฟิล์มบางที่ทราบชนิดของธาตุและความหนา (หรือฟิล์มมาตรฐาน) มาวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS แล้วจึงนำค่าความหนาของฟิล์มกับค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์มมาสร้างกราฟเปรียบเทียบและแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ

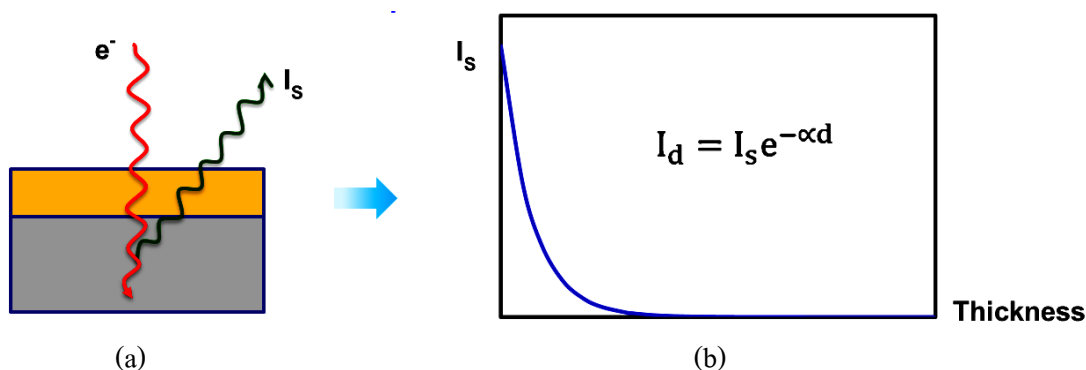
$$I_d = I_s(1 - e^{-\alpha d}) \quad \text{..... (3.4)}$$

เมื่อ I_d คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนา d

I_s คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะอิมิตัวของฟิล์ม

α คือค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น

d คือความหนาของฟิล์มที่ศึกษา



ภาพที่ 3-11 ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ

(a) การเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ

(b) กราฟเปรียบเทียบและสมการแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ

สำหรับกรณีพิจารณาค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของวัสดุรองรับ กรณีนี้เมื่ออิเล็กตรอนยิงทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบาง ถ้าหากให้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่มากพอ อิเล็กตรอนจะทะลุผ่านชั้นฟิล์มลงไปถึงชั้นของวัสดุรองรับ แล้วทำให้เกิดสัญญาณรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ แต่เนื่องจากชั้นงานมีชั้นของฟิล์มเคลือบปิดทับวัสดุรองรับ จึงทำให้เกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเนื่องอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชั้นฟิล์ม ซึ่งส่งผลให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นงานมีค่าลดลงตามความหนาฟิล์มที่เพิ่มขึ้น (ภาพที่ 3-11 (a)) สัมพันธ์กันแบบเอกซ์โพเนนเชียล (ภาพที่ 3-11 (b)) โดยการสร้างกราฟเปรียบเทียบหรือแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ทำได้เช่นเดียวกับกรณีพิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นฟิล์ม โดยค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชั้นของวัสดุรองรับเป็นไปตามสมการ

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

เมื่อ I_d คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่มีความหนา d

I_s คือความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะอิมิตัวของฟิล์ม

α คือค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น

d คือความหนาของฟิล์มที่ศึกษา

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการวัดความหนาฟิล์มด้วยเทคนิค EDS โดยพิจารณาความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะทั้ง 2 กรณีคือจากชั้นฟิล์มและจากวัสดุรองรับ แบ่งเป็น 2 ตอน คือ (1) การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ และ (2) การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ดังนี้

1. การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

1.1 การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ชั้นนี้เป็น การเคลือบฟิล์มโครเมียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง บนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อใช้เวลาเคลือบต่าง ๆ เท่ากับ 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 นาที (กำหนดให้เป็นฟิล์มบางชุดที่ 1) สำหรับเงื่อนไข การเคลือบสรุปได้ดังตารางที่ 3-1 จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปศึกษาลักษณะเฉพาะซึ่งประกอบด้วย โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ด้วยเทคนิค XRD ส่วนความหยาบผิวศึกษาด้วยเทคนิค AFM สุดท้ายศึกษาโครงสร้างจุลภาคและความหนาด้วยเทคนิค FE-SEM

1.2 การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 1 ด้วยเทคนิค EDS โดย นำฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน ที่เวลาการเคลือบต่าง ๆ กัน ไปวิเคราะห์ความเข้ม ของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ โดยใช้ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์ต่างกัน 2 ค่าคือ 6 kV และ 10 kV และพิจารณาฟลักของ Cr L_{α} จากฟิล์มบางซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม และ ฟลักของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับซึ่งมีค่าลดลงตามความหนาฟิล์ม

1.3 การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ทำได้โดยใช้ค่าความหนาของฟิล์มบาง จากเทคนิค FE-SEM และค่าความเข้มรังสีลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 1 จาก ข้อ 1.2 มาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดยใช้ SOLVER ที่เป็นเครื่องมือช่วยในการคำนวณ ประเภท Linear Programming ซึ่งเป็น Add-Ins ของโปรแกรม EXCEL ในการช่วยหาคำตอบที่ เหมาะสมที่สุด (Optimization) ซึ่งในงานวิจัยนี้คือสมการความสัมพันธ์ของความเข้มรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มที่วัดด้วยเทคนิค EDS และความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM ซึ่งสัมพันธ์ กันแบบเอกซ์โพเนนเชียล ตามสมการ (3.4) เมื่อพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์ม และ สมการ (3.5) เมื่อพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ

2. การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

2.1 การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดย การเคลือบฟิล์มโครเมียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง บนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อใช้เวลาเคลือบต่าง ๆ เท่ากับ 7.5, 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที (กำหนดให้เป็นฟิล์มบางชุดที่ 2) สำหรับเงื่อนไข การเคลือบสรุปดังตารางที่ 3-1 ฟิล์มที่เตรียมได้จะนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะได้แก่ โครงสร้างผลึก

ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ด้วยเทคนิค XRD ส่วนความหยาบผิวศึกษาด้วยเทคนิค AFM สูดทำยศึกษาโครงสร้างจุลภาคและความหนาด้วยเทคนิค FE-SEM

2.2 การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางชุดที่ 2 ด้วยเทคนิค EDS โดยนำฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบได้บนแผ่นซิลิกอน ที่เวลาการเคลือบต่าง ๆ กัน ไปวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ โดยใช้ค่าศักย์เร่งอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์ต่างกัน 2 ค่าคือ 6 kV และ 10 kV และพิจารณาพีคของ Cr L_{α} จากฟิล์มบางซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม และพีคของ Si K_{α} จากวัสดุรองรับซึ่งมีค่าลดลงตามความหนาฟิล์ม

2.3 การเปรียบเทียบความหนาจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับความหนาจากเทคนิค 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)	5.0×10^{-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

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผลการวิจัย

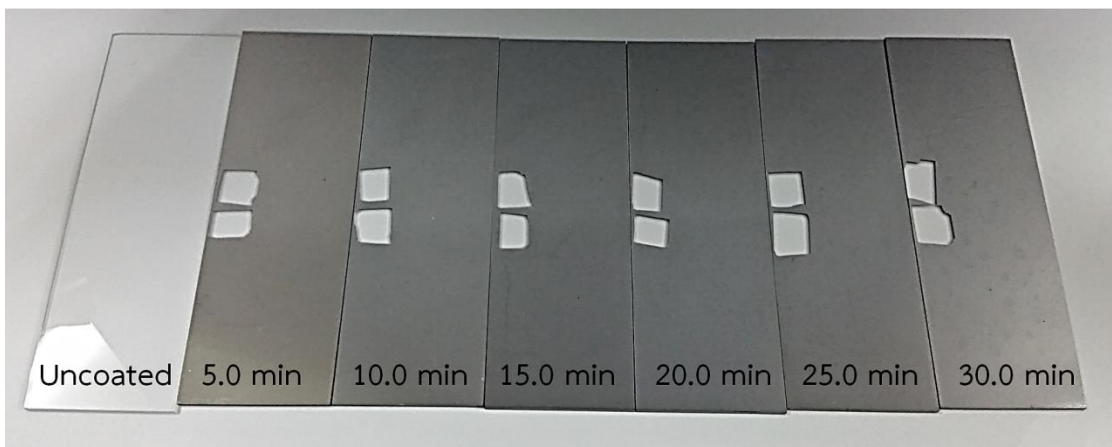
การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ส่วนนี้เป็นรายงานผลการสร้างกราฟเปรียบเทียบและแบบจำลองทางคณิตศาสตร์สำหรับใช้วัดความหนาของฟิล์มบางโครเมียมจากเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน อาศัยหลักการว่า อะตอมของโครเมียมในฟิล์มจะเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม ซึ่งทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของโครเมียมจากฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนา หรือ กรณีพิจารณา รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากซิลิกอนซึ่งเป็นวัสดุรองรับ โดยความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของซิลิกอนจะมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เคลือบปิดทับ ชั้นนี้แบ่งงานเป็น 3 ตอน ได้แก่ การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ และการสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ซึ่งมีผลการศึกษาดังนี้

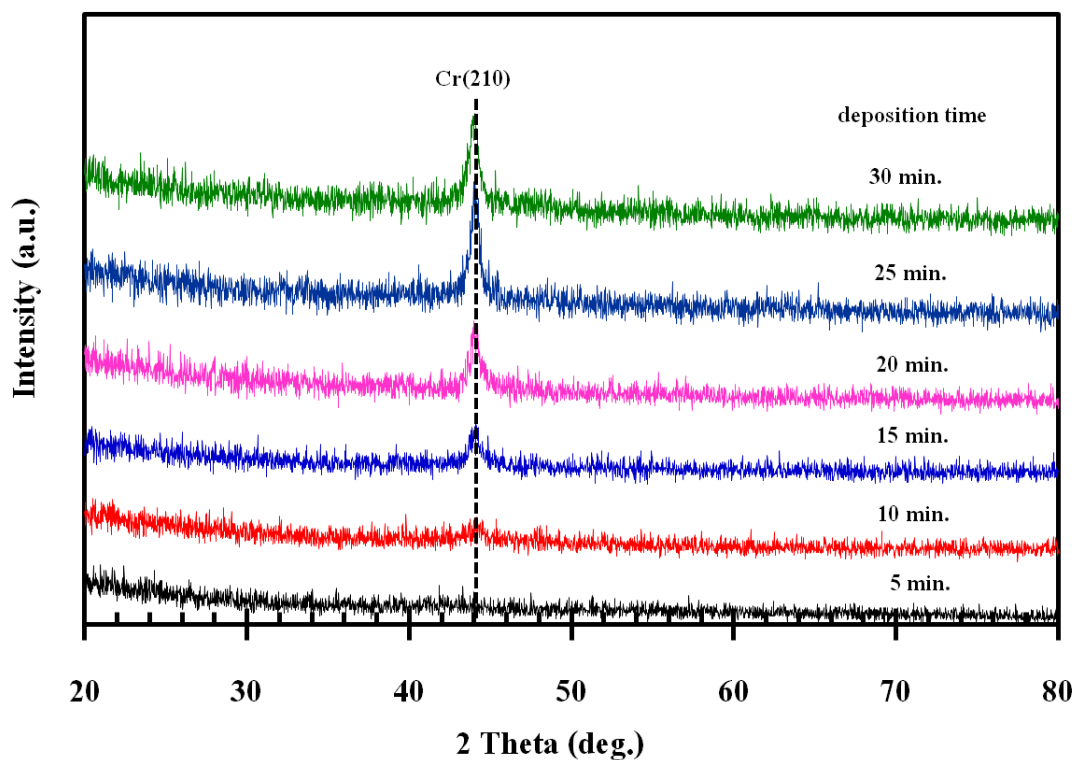
1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ส่วนนี้เป็นผลการเตรียมฟิล์มบางโครเมียม (ฟิล์มบางชุดที่ 1) จากระบบสเปคโตรริงบนกระจกสไลด์ เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 นาที ผลการศึกษาประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ดังนี้

ฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์ เมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบพบว่าผิวหน้าของฟิล์มมีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มันวาวทึบแสงและสะท้อนแสงดี (ภาพที่ 4-1) โดยฟิล์มบางชุดนี้ความหนามีค่าอยู่ในช่วง 50.5 - 284.5 nm



ภาพที่ 4-1 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1 สำหรับสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์



ภาพที่ 4-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชนิดที่ 1

ภาพที่ 4-2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางโครเมียมชนิดที่ 1 ซึ่งเคลือบบนซิลิกอน ทั้งนี้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มชนิดที่ 1 ที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ โดยฟิล์มที่เตรียมได้เมื่อใช้เวลาการเคลือบในช่วง 5.0 – 10.0 นาที ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟิล์มที่ได้อาจมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานหรือฟิล์มยังมีความหนาน้อยมาก แต่เมื่อเพิ่มเวลาการเคลือบ (15.0 นาทีขึ้นไป) พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม ประมาณ 44.02° - 44.9° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมที่ระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) ทั้งนี้ยังพบอีกว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ยังมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบที่เพิ่มขึ้นอีกด้วย

สำหรับ ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก และค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางชุดที่ 1 สรุปได้ดัง ตารางที่ 4-1 ทั้งนี้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาการเคลือบ โดยฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 5.0 นาที ฟิล์มหนาเท่ากับ 50.5 nm และเพิ่มเป็น 284.5 nm เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 30 นาที เนื่องจากเมื่อใช้เวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ถูกสปีดเตอร์ออกมา ตกเคลือบแล้วควบแน่นสะสมพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ

ขนาดผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบซึ่งคำนวณจากสมการ Scherrer พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้น จาก 32.3 nm เป็น 38.1 nm โดยฟิล์มชุดที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 5.0 และ 10.0 นาที ไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟิล์มอาจมีโครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานทำให้ไม่สามารถคำนวณขนาดผลึกได้

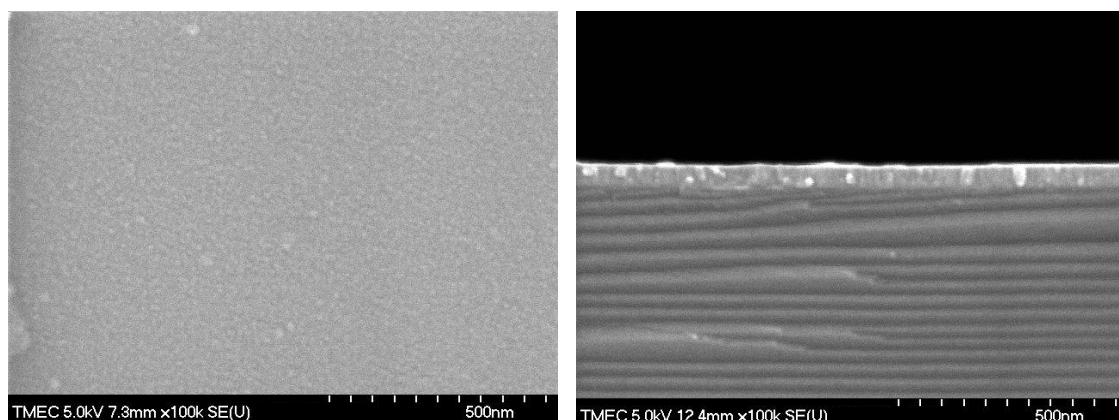
ส่วนค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางชุดที่ 1 ซึ่งคำนวณจากสมการระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้ มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 Å - 4.5946 Å ใกล้เคียงค่าคงที่แลตทิซของโครเมียมตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 สำหรับความหยาบผิวของฟิล์มพบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นความหยาบผิวของฟิล์มที่เตรียมได้มีค่าเพิ่มขึ้น จาก 0.3 nm เป็น 1.3 nm แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีพื้นผิวของหน้าฟิล์มที่เรียบเป็นอย่างดี

ตารางที่ 4-1 ค่าความหนา ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหยาบผิว ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1

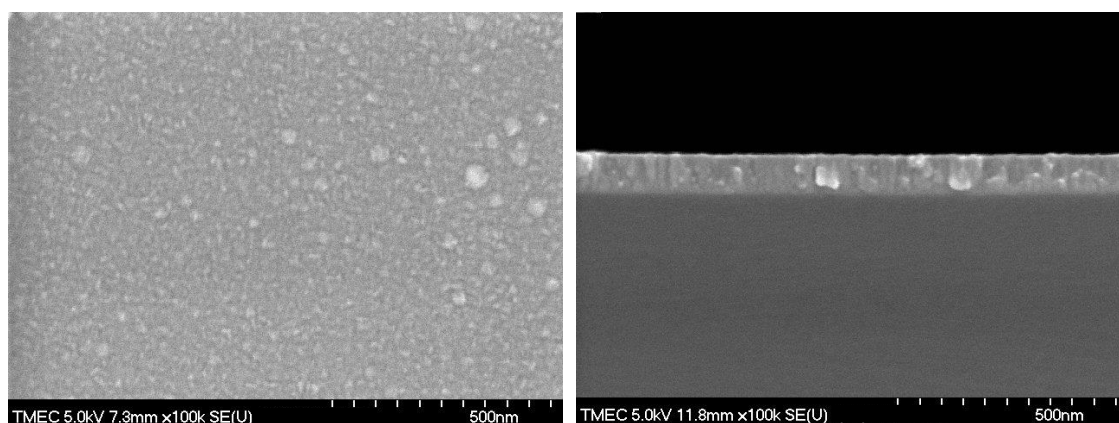
เวลาเคลือบ (นาที)	ความหนา (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	ความหยาบผิว (nm)
5.0	50.5	N/A	N/A	0.3
10.0	94.0	N/A	N/A	0.7
15.5	143.0	32.3	4.5877	0.8
20.0	191.0	34.9	4.5907	1.0
25.0	232.5	36.5	4.5897	0.9
30.0	284.5	38.1	4.5946	1.3

ภาพที่ 4-3 แสดงลักษณะ โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมจากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยฟิล์มที่เคลือบด้วยเวลาเท่ากับ 5.0 และ 10.0 นาที่ สารเคลือบมีการกระจายตัวทั่วผิวหน้าของฟิล์มซึ่งมีลักษณะเรียบสม่ำเสมอ ความหยาบผิวมีค่าประมาณ 0.3 – 0.7 nm ส่วนฟิล์มที่เคลือบเมื่อใช้เวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 นาที่ เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเหลี่ยมยาวออกแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น และความหยาบผิวเพิ่มขึ้นมีค่าประมาณ 0.8 – 1.3 nm (ตารางที่ 4-1) เนื่องจากเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ตกเคลือบสะสมพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มมีมากขึ้นอีกทั้งยังทำให้เกิดความร้อนจากการตกเคลือบของอะตอมสารเคลือบซึ่งส่งผลให้มีพลังงานในการเคลื่อนไหวสูง (Mobility) นอกจากนี้ขณะที่เกิดการเคลือบอะตอมของสารเคลือบจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว (Liquid Like Behavior) ซึ่งเคลื่อนที่จนไปชนและรวมตัวกันเป็นชั้นของฟิล์มที่หนาขึ้น เกรนของฟิล์มจึงมีขนาดใหญ่ขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ

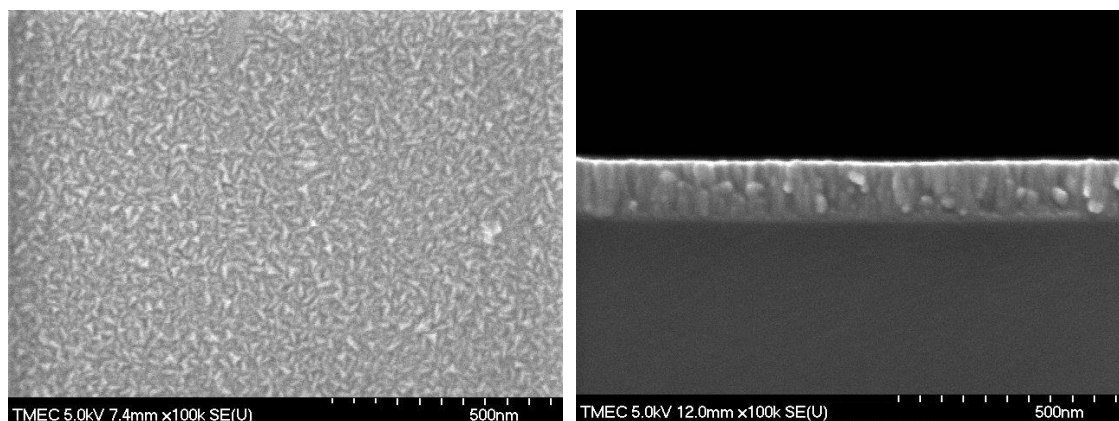
ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มบางที่เคลือบได้ พบว่าฟิล์มที่ใช้เวลาในการเคลือบเท่ากับ 5.0 และ 10.0 นาที่ เนื้อฟิล์มมีโครงสร้างที่แน่น ไม่มีช่องว่าง และเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15.0, และ 20.0 นาที่ ฟิล์มเริ่มรวมกันเป็นกลุ่มก้อนมีลักษณะ โครงสร้างเป็นแบบแท่งแต่ยังไม่ชัดเจน ต่อมาเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มเป็น 25.0 และ 30.0 นาที่ พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งแหลมเรียวย ในลักษณะคอตันร์ชัดเจนมากขึ้น และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างน้อย ส่วนความหนาของฟิล์มที่ได้พบว่าเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มเพิ่มจาก 50.5 nm เป็น 284.5 nm (ตารางที่ 4-1) เนื่องจากเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่ม อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับ ได้มากขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนามากขึ้น



(a)

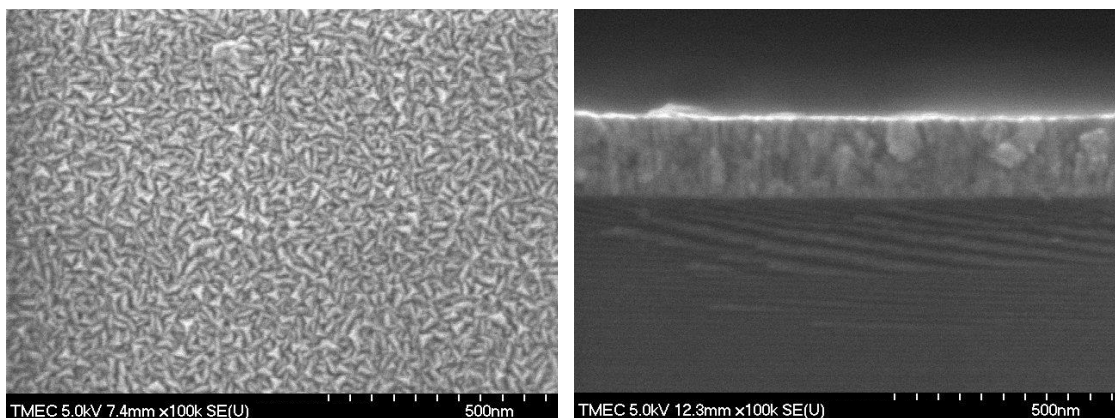


(b)

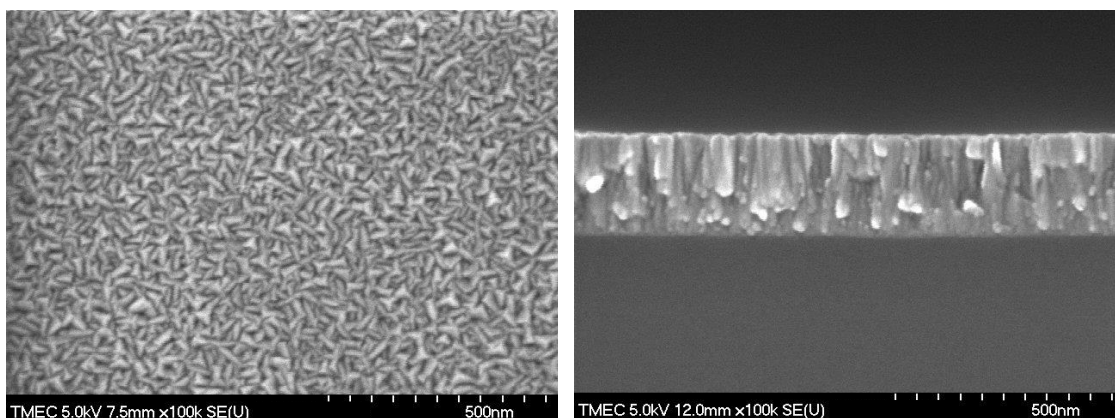


(c)

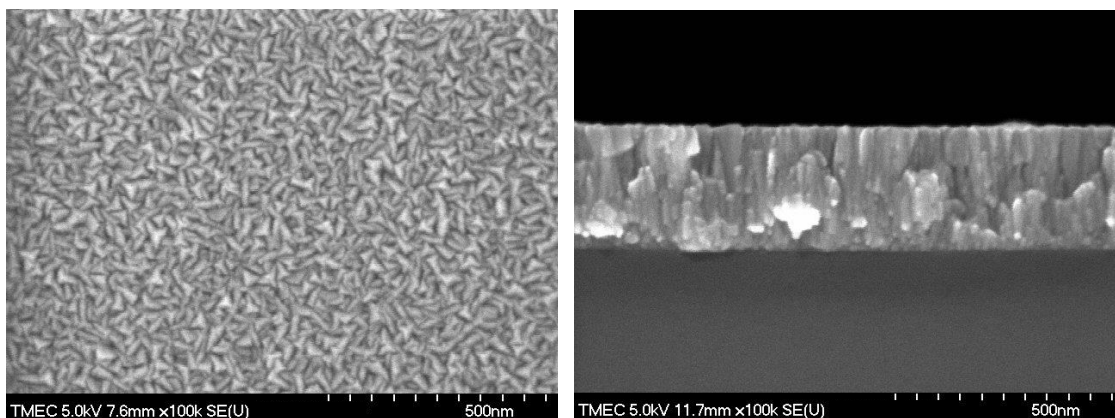
ภาพที่ 4-3 ภาคนตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ
 (a) 5.0 นาที (b) 10.0 นาที (c) 15.0 นาที (d) 20.0 นาที (e) 25.0 นาที (f) 30.0 นาที



(d)



(e)



(f)

ภาพที่ 4-3 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบาง โครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ
 (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 2 ค่า คือ 6 kV และ 10 kV พบว่าค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางและวัสดุรองรับ มีค่าเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอนและความหนาของฟิล์มบาง ดังแสดงในตารางที่ 4-2 โดยภาพที่ 4-4 เป็นตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางจากเทคนิค EDS และลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1 โดยพบว่า

2.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Cr L}\alpha$ ที่ได้จากฟิล์มบาง พบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้รับความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ เท่ากับ 32.88 C/S และเพิ่มขึ้นมีค่าเป็น 102.64 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm และเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้รับความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ เท่ากับ 33.73 C/S และเพิ่มเป็น 136.94 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบางพบว่าความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง เนื่องจากเมื่อยิงอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์ม โครเมียมซึ่งเคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ โดยอิเล็กตรอนที่ถูกยิงเข้าไปจะเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอม เกิดการถ่ายโอนพลังงานทำให้อิเล็กตรอนชั้นในมีพลังงานสูงขึ้นมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้น โครจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนวงในที่ชั้น โครจรนั้น ซึ่งเป็นผลให้อะตอมดังกล่าวอยู่ในสถานะกระตุ้น จากนั้นอะตอมจะลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน โดยปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543) ความเข้มของฟลัก $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์ม โครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับจึงมีค่ามากขึ้นเมื่อฟิล์ม โครเมียมหนามากขึ้น โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

หากพิจารณากรณีที่ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ต่างกัน พบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบาง โครเมียมจะมีค่าน้อยกว่าที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV เนื่องจาก ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV อิเล็กตรอนมีโอกาสดูผ่านชั้นฟิล์มลงไปทำอันตรกิริยากับอะตอมของ โครเมียมในฟิล์ม ได้มากกว่าที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ทำให้ความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบางเพิ่มขึ้นตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน

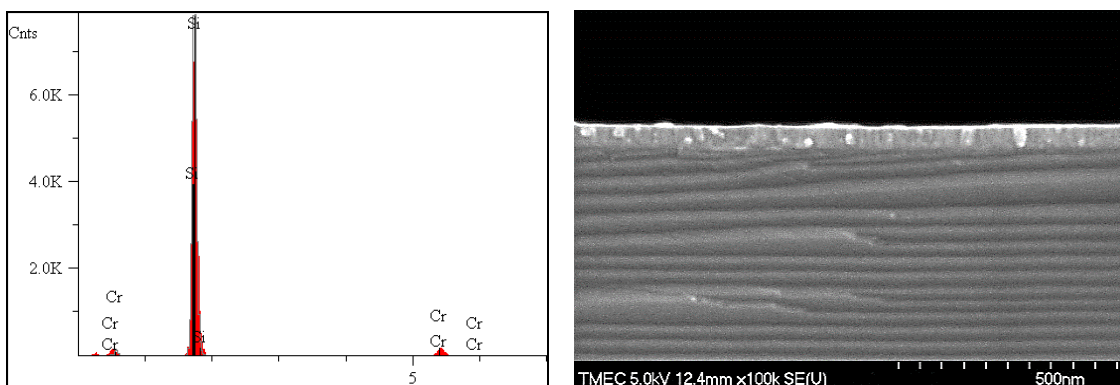
2.2 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ พบว่า โดยพบว่าเมื่อใช้ ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้ความเข้มฟลักของ Si K α มีค่าเท่ากับ 349.18 C/S และมีค่าลดลงเป็น 1.18 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm และเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm ได้ความเข้มฟลักของ Si K α มีค่าเท่ากับ 2259.87 C/S และมีค่าลดลงเท่ากับ 303.40 C/S เมื่อฟิล์มบางมีความหนาเท่ากับ 284.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาฟลักของ Si K α จากวัสดุรองรับ พบว่าความเข้มฟลักของ Si K α มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มบาง โครเมียมที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 6 kV เมื่อยิงอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์มโครเมียมซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะเสียพลังงานบางส่วนเมื่อทะลุผ่านชั้นฟิล์มโครเมียม และเมื่อลงไปถึงชั้นของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับแล้วเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนวงในของซิลิกอนทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะลดระดับชั้นพลังงานเข้าแทนที่ โดยคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ แต่รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ Si K α จากวัสดุรองรับต้องผ่านชั้นฟิล์มโครเมียมออกมาซึ่งกรณีนี้ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มโครเมียมที่เพิ่มขึ้น โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 10 kV ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

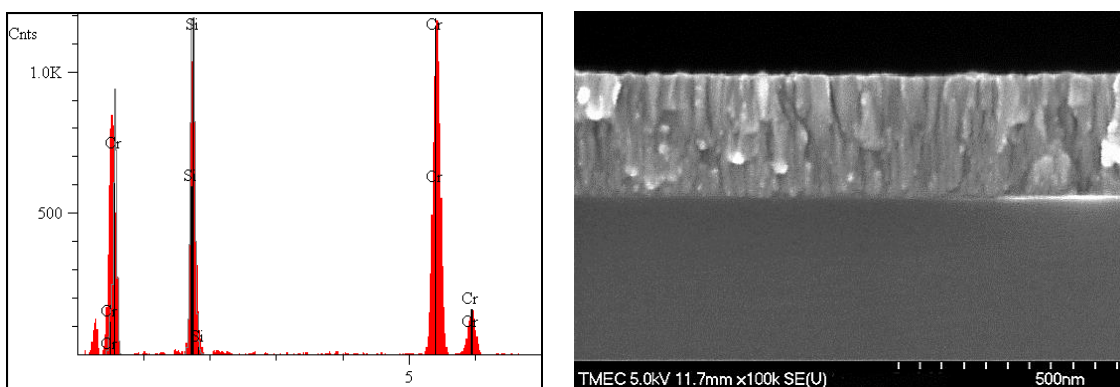
สำหรับความเข้มฟลักของ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าเพิ่มขึ้นตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน เมื่อความหนาของฟิล์มที่ 50.5 nm เนื่องจากพลังงานในการเร่งเข้าชนของอิเล็กตรอนมีพลังงานต่ำวิ่งเข้าไปในเนื้อวัสดุรองรับได้น้อยและวิ่งเข้าชนอิเล็กตรอนวงในจึงหลุดได้ยาก เมื่อทำการวัดความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจะวัดได้น้อยกว่าการใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนพลังงานสูง และเมื่อพิจารณาความหนาที่ 284.5 nm ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

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

ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาการเคลือบ (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
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



(a)



(b)

ภาพที่ 4-4 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1

(a) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm

(b) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 284.5 nm

3. การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

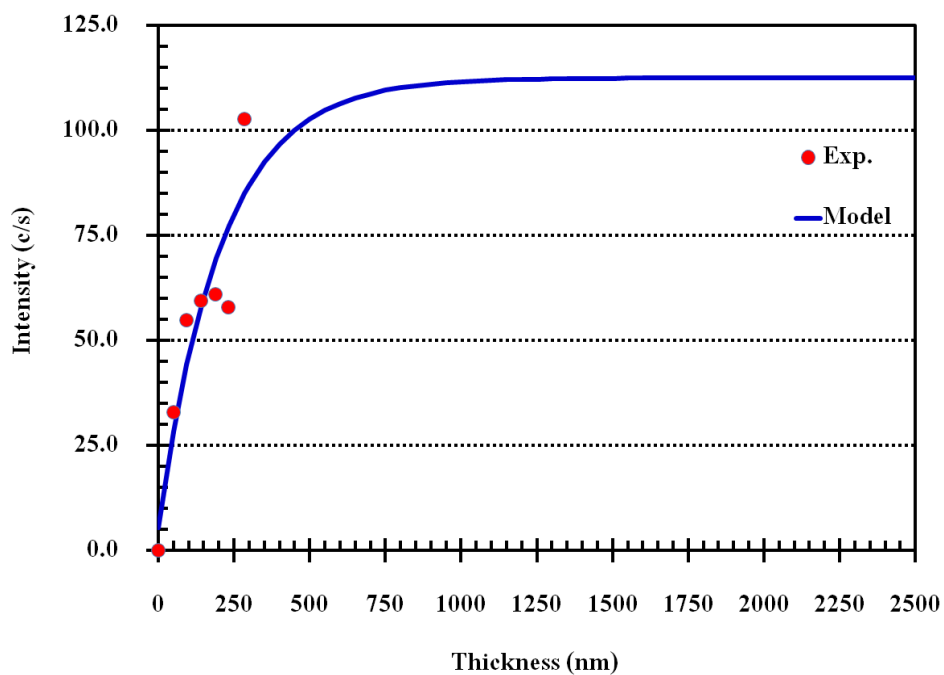
งานวิจัยนี้สร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์โดยใช้ค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชิ้นงาน (ฟิล์มบางที่เคลือบบนซิลิกอน) โดยแบ่งการพิจารณาเป็น 2 กรณี คือ (1) พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบาง และ (2) เมื่อพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Si K}\alpha$ จากวัสดุรองรับ

3.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง สมการของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น เมื่อใช้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิสิก $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค EDS และค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM พบว่ามีความสัมพันธ์กันตามสมการ

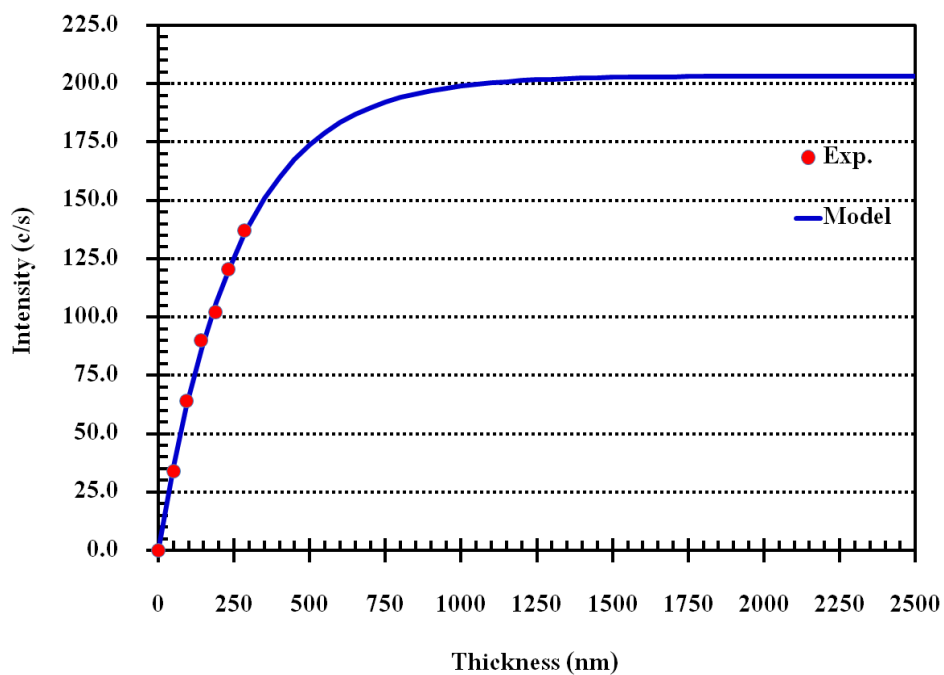
$$I_d = 107.16 (1 - e^{-0.0048 d}) \quad \dots\dots (4.1)$$

$$I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039 d}) \quad \dots\dots (4.2)$$

เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่มีความหนา d โดยสมการ 4.1 ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ส่วนสมการ 4.2 ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV เมื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบจะแสดงได้ดังภาพที่ 4-5 และ 4-6 ตามลำดับ ซึ่งพบว่าความสัมพันธ์ของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาของฟิล์มทั้ง 2 กรณีมีลักษณะคล้ายกัน กล่าวคือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง โดยช่วงแรกความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม (ในช่วง 0 – 250 nm) เนื่องจากชั้นฟิล์มยังมีความหนาน้อยอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจึงสามารถทะลุผ่านชั้นฟิล์มบางลงไปทำอันตรกิริยากับอะตอม โครเมียม เกิดเป็นรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมาได้มา จากนั้นเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ (ในช่วง 250 – 1000 nm) เนื่องจากช่วงนี้ฟิล์มเริ่มมีความหนามากขึ้นทำให้อิเล็กตรอนทะลุลงไปได้น้อยลง จนช่วงสุดท้ายค่ารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเพิ่มเข้าสู่ค่าความเข้มอิ่มตัวในที่สุดเมื่อความหนามากกว่า 1000 nm ช่วงนี้อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะไม่สามารถทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางลงไปได้อีกความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจึงมีค่าค่อนข้างคงที่



ภาพที่ 4-5 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากฟิล์มบาง
เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV



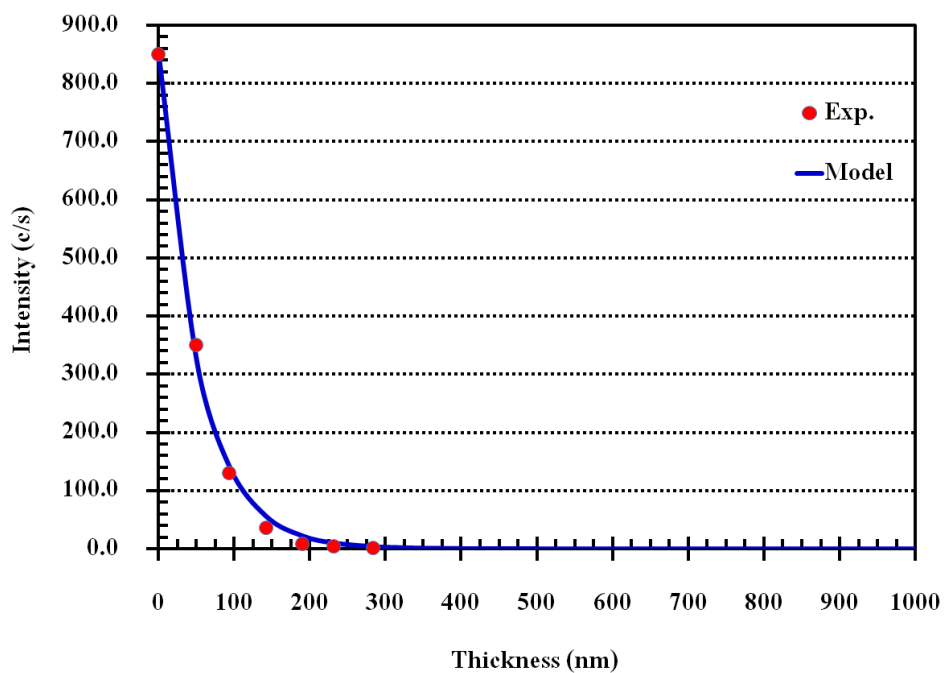
ภาพที่ 4-6 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากฟิล์มบาง
เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV

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

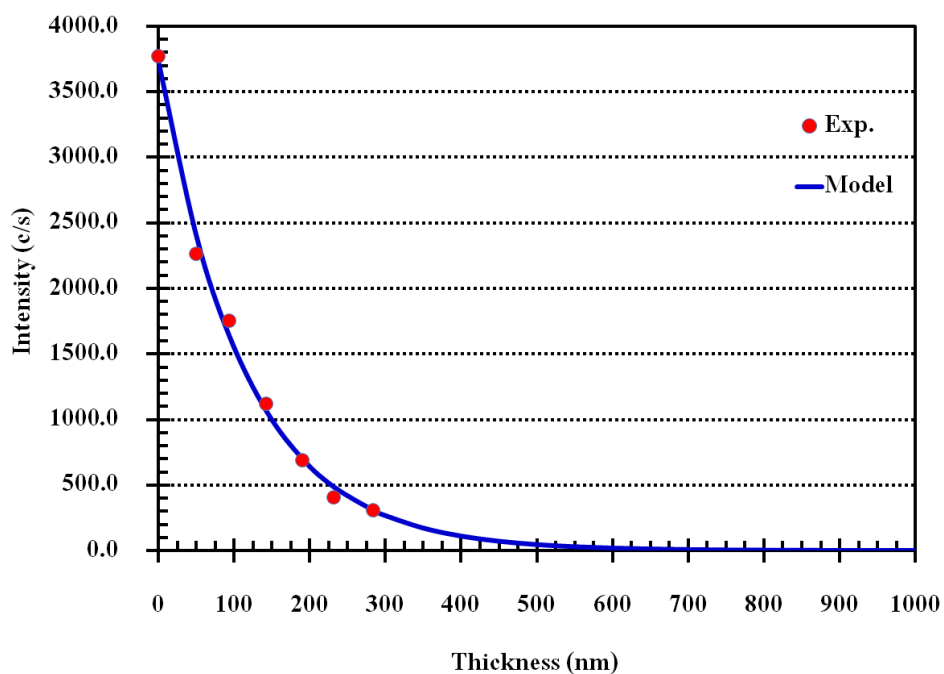
$$I_d = 855.44 e^{-0.0192 d} \quad \dots\dots (4.3)$$

$$I_d = 3735.73 e^{-0.0088 d} \quad \dots\dots (4.4)$$

เมื่อ I_d คือ ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่มีความหนา d โดยสมการ 4.1 ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ส่วนสมการ 4.2 ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV เมื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบจะแสดงได้ดังภาพที่ 4-7 และ 4-8 ตามลำดับ ซึ่งพบว่าความสัมพันธ์ของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและความหนาของฟิล์มทั้ง 2 กรณีมีลักษณะคล้ายกัน กล่าวคือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น โดยในช่วงแรกความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วตามความหนาฟิล์ม (ในช่วง 0 – 150 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV และ ช่วง 0- 300 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV) เนื่องจากเมื่อฟิล์มบางมีความหนาเพิ่มขึ้นอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนส่วนใหญ่เสียพลังงานไปในชั้นฟิล์มโครเมียม ทำให้อิเล็กตรอนที่ผ่านไปถึงชั้นของวัสดุรองรับมีค่าน้อย ทำให้ช่วงนี้มีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับน้อยตามไปด้วย โดยการลดลงของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในลักษณะนี้ยังเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง เมื่อฟิล์มมีความหนาในช่วง 150 – 250 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV และ ในช่วง 300 - 500 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV แต่ลดในลักษณะช้า ๆ ต่างจากช่วงแรก จนสุดท้ายค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ เมื่อฟิล์มมีความหนามากกว่า 250 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV และ มากกว่า 500 nm สำหรับศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV



ภาพที่ 4-7 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ
เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV



ภาพที่ 4-8 กราฟเปรียบเทียบจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ
เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV

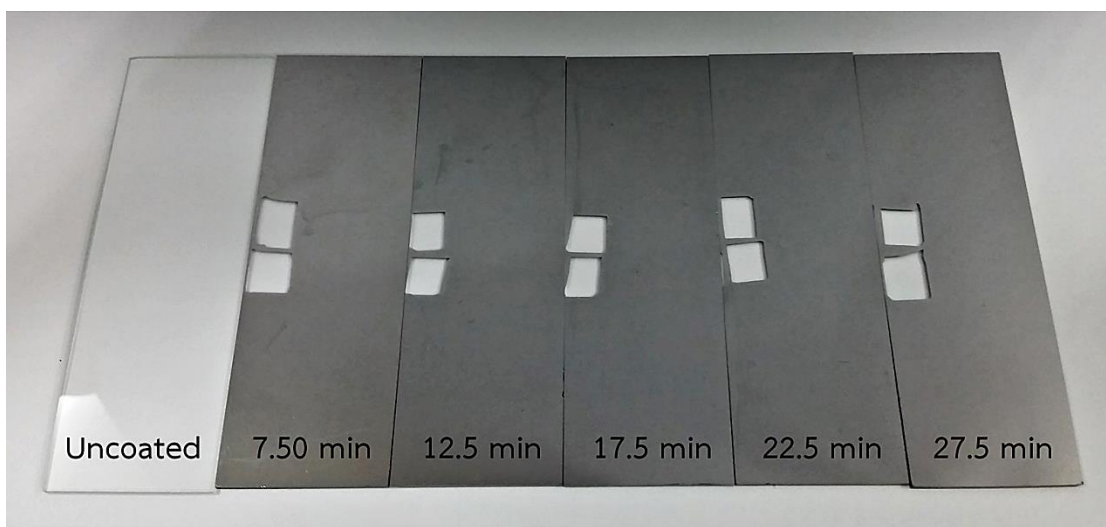
การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ส่วนนี้เป็นผลทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ซึ่งสร้างจากฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 1
 ชั้นนี้แบ่งการดำเนินงานออกเป็น 3 ส่วนย่อยได้แก่ การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบ
 แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ การวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS
 และการเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และความหนาฟิล์มจากแบบจำลอง
 ทางคณิตศาสตร์ ซึ่งมีผลการศึกษาดังนี้

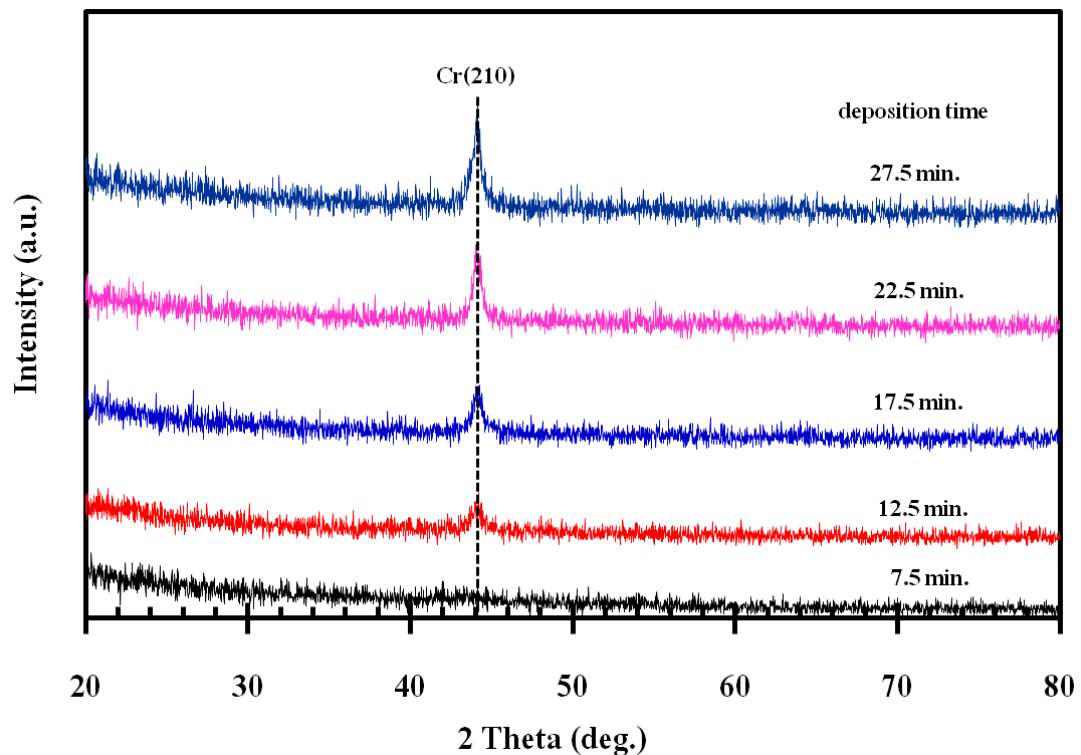
1. การเตรียมฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

ฟิล์มบางโครเมียมสำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (ฟิล์มบางชุดที่ 2)
 เคลือบด้วยระบบสปีดเทอริง บนกระจกสไลด์ เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5, 12.5, 17.5, 22.5 และ
 27.5 นาที ผลการศึกษาประกอบด้วย ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ดังนี้

ฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 ที่เคลือบบนกระจกสไลด์และซิลิกอน เมื่อแปรค่าเวลาใน
 การเคลือบ พบว่าผิวหน้าของฟิล์มมีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มันวาวทึบแสงและสะท้อนแสงดี
 (ภาพที่ 4-9) โดยฟิล์มบางชุดนี้ความหนามีค่าอยู่ในช่วง 70.5 - 263.5 nm



ภาพที่ 4-9 ลักษณะของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 สำหรับทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์



ภาพที่ 4-10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

ภาพที่ 4-10 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเทคนิค XRD ของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2 ซึ่งเคลือบบนซิลิกอน ทั้งนี้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มชุดที่ 2 ที่เตรียมได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ โดยฟิล์มชุดที่เตรียมได้เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 นาที ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เนื่องจากฟิล์มที่ได้อาจมีโครงสร้างแบบอสัณฐานหรือฟิล์มที่เตรียมได้มีความหนาน้อยมาก แต่เมื่อเพิ่มเวลาการเคลือบ (12.5 นาทีขึ้นไป) พบรูปแบบการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ 44.11° - 44.16° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) ทั้งนี้ยังพบอีกว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ยังมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ใน การเคลือบที่เพิ่มขึ้นอีกด้วย

สำหรับ ความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก และค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางชุดที่ 2 สรุปได้ดัง ตารางที่ 4-3 พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ โดยฟิล์มที่ใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 นาที ฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 70.5 nm และเพิ่มเป็น 263.5 nm เมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 27.5 นาที เนื่องจากเมื่อใช้เวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่

ถูกสปีดเตอร์ออกมาตกเคลือบแล้วควบแน่นสะสมพอกพูนเป็นชั้นของฟิล์มบางหนาเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการเคลือบ

ในส่วนของขนาดผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบซึ่งคำนวณจากสมการ 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 สำหรับความหยาบผิวของฟิล์มพบว่าเมื่อเวลาเคลือบเพิ่มขึ้นความหยาบผิวของฟิล์มที่เตรียมได้มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.3 nm เป็น 1.3 nm แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีพื้นผิวของหน้าฟิล์มที่เรียบเป็นอย่างดี

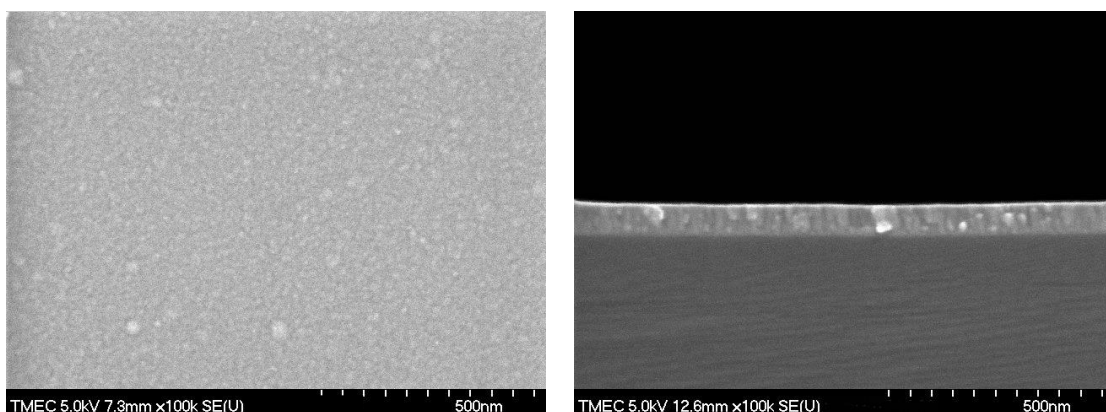
ตารางที่ 4-3 ค่าความหนา ความหยาบผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

เวลาเคลือบ (นาที)	ความหนา (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)	ความหยาบผิว (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

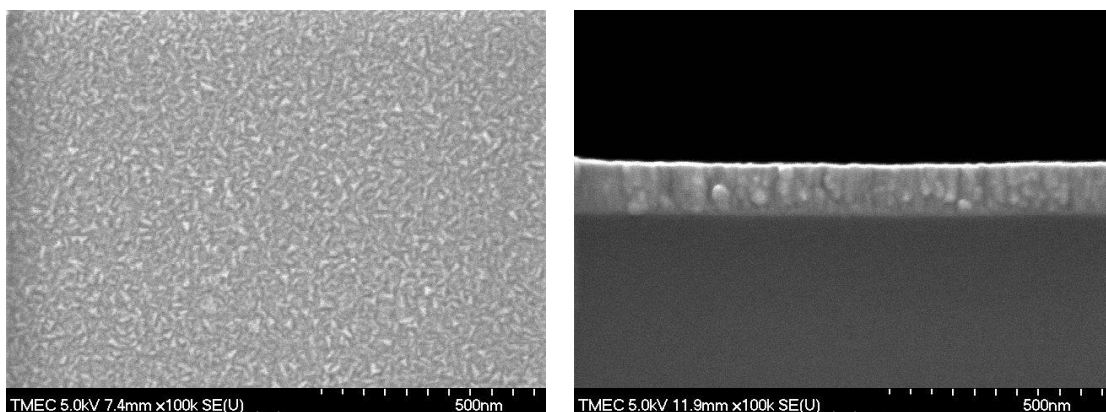
ภาพที่ 4-11 แสดงลักษณะ โครงสร้างจุลภาคและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมที่เคลือบได้ จากการศึกษาด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตลอดจนขนาดเกรนของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยเมื่อเคลือบโดยใช้เวลา 7.5 นาที เกรนมีลักษณะเป็นเม็ดกลมกระจายทั่วผิวหน้าฟิล์ม โดยรวมค่อนข้างเรียบส่วนฟิล์มที่เคลือบโดยใช้เวลาเพิ่มขึ้นเป็น 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที เกรนของฟิล์มมีลักษณะเป็น แท่งเหลี่ยมพีระมิดยอดแหลมกระจายทั่วผิวหน้าของฟิล์ม ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้น และความหยาบผิวเพิ่มจาก 0.5 nm เป็น 1.2 nm (ตารางที่ 4-3) เนื่องจากเมื่อเวลาที่ใช้ในการเคลือบเพิ่มขึ้นอะตอมของสารเคลือบที่ตกเคลือบสะสมพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มมีมากขึ้นอีกทั้งยังทำให้เกิด

ความร้อนจากการตกเคลือบของอะตอมสารเคลือบซึ่งส่งผลให้มีพลังงานในการเคลื่อนไหวสูง นอกจากนี้ขณะที่เกิดการเคลือบอะตอมของสารเคลือบจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว ซึ่งเคลื่อนที่จนไปชนและรวมตัวกันเป็นชั้นของฟิล์มที่มีความหนาเพิ่มขึ้น เกรนของฟิล์มจึงมีขนาดใหญ่ขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ

ทั้งนี้เมื่อพิจารณาภาคตัดขวางของฟิล์มที่เคลือบได้ จะเห็นว่าเมื่อใช้เวลาเคลือบเท่ากับ 7.5 นาที เนื้อฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งในลักษณะคอลัมน์นาร์และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างน้อย และเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 12.5, 17.5, 22.5 และ 27.5 นาที ฟิล์มมีโครงสร้างเป็นแบบแท่งมีลักษณะแหลมเรียว แบบคอลัมน์นาร์และมีช่องว่างในเนื้อฟิล์มค่อนข้างน้อย ในส่วนของความหนาของฟิล์มพบว่าเวลาในการเคลือบเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มจาก 70.5 nm เป็น 263.5 nm (ตารางที่ 4-3) เนื่องจากเมื่อเวลาในการเคลือบเพิ่ม อะตอมสารเคลือบตกลงวัสดุรองรับได้มากขึ้น ทำให้ฟิล์มที่เคลือบได้มีความหนามากขึ้น



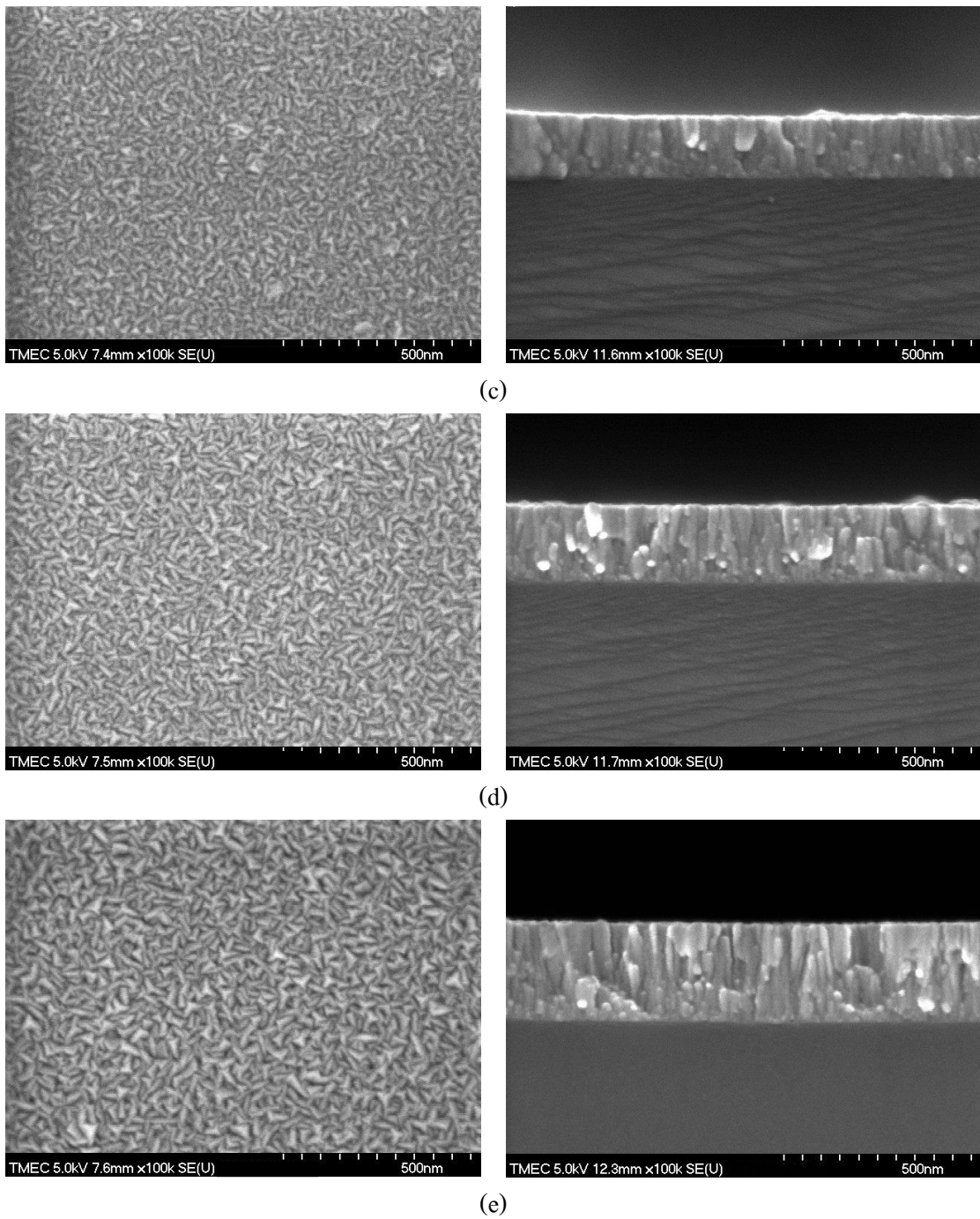
(a)



(b)

ภาพที่ 4-11 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ

(a) 7.5 นาที (b) 12.5 นาที (c) 17.5 นาที (d) 22.5 นาที (e) 27.5 นาที



ภาพที่ 4-11 ภาคตัดขวางและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางโครเมียมเมื่อแปรค่าเวลาในการเคลือบ
 (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 2 ค่า คือ 6 kV และ 10 kV พบว่าค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางและวัสดุรองรับ มีค่าเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอนและความหนาของฟิล์มบาง ดังแสดงในตารางที่ 4-4 โดยภาพที่ 4-13 เป็นตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2 โดยพบว่า

2.1 กรณีพิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ $\text{Cr L}\alpha$ ที่ได้จากฟิล์มบาง พบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV สำหรับฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm ได้รับความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ เท่ากับ 42.02 C/S และเพิ่มขึ้นมีค่าเป็น 95.54 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 2863.5 nm และเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm ได้รับความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ เท่ากับ 49.23 C/S และเพิ่มเป็น 128.55 C/S เมื่อฟิล์มมีความหนาเท่ากับ 263.5 nm

จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบางพบว่าความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง เนื่องจากเมื่อยิงอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์ม โครเมียมซึ่งเคลือบบนซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ โดยอิเล็กตรอนที่ถูกยิงเข้าไปจะเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอม เกิดการถ่ายโอนพลังงานทำให้อิเล็กตรอนชั้นในมีพลังงานสูงขึ้นมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้น โครจรจึงหลุดออกมาจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนวงในที่ชั้น โครจรนั้น ซึ่งเป็นผลให้อะตอมดังกล่าวอยู่ในสถานะกระตุ้น จากนั้นอะตอมจะลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาเท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน โดยปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะออกมา (วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา, 2543) ความเข้มของฟลัก $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์ม โครเมียมที่เคลือบบนซิลิกอนที่เนวัสดุรองรับจึงมีค่ามากขึ้นเมื่อฟิล์ม โครเมียมหนามากขึ้น โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

หากพิจารณากรณีที่ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ต่างกัน พบว่าเมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบาง โครเมียมจะมีค่าน้อยกว่าที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV เนื่องจาก ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV อิเล็กตรอนมีโอกาสดูผ่านชั้นฟิล์มลงไปทำอันตรกิริยากับอะตอมของ โครเมียมในฟิล์ม ได้มากกว่าที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ทำให้ความเข้มฟลักของ $\text{Cr L}\alpha$ จากฟิล์มบางเพิ่มขึ้นตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน

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

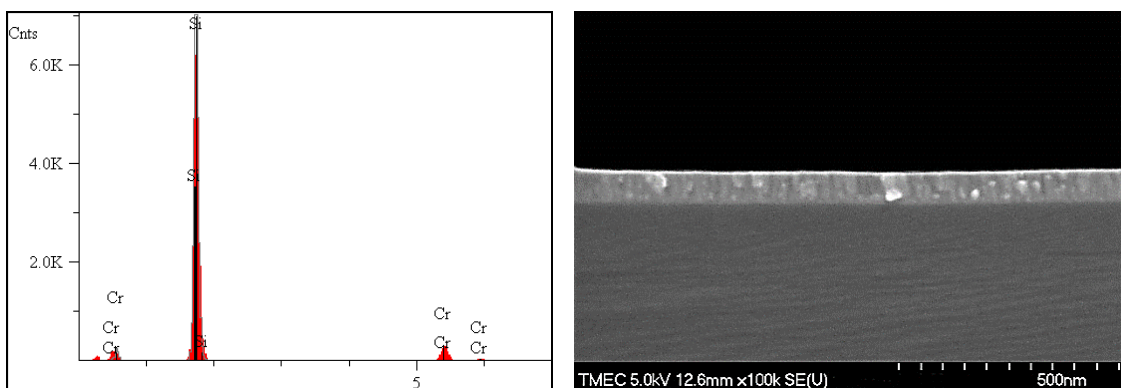
จากผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานเมื่อพิจารณาฟลักของ Si K α จากวัสดุรองรับ พบว่าความเข้มฟลักของ Si K α มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มบาง โครเมียมที่เคลือบบนแผ่นซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับ โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 6 kV เมื่อยิงอิเล็กตรอนไปที่ฟิล์มโครเมียมซึ่งเคลือบบนวัสดุรองรับ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนจะเสียพลังงานบางส่วนเมื่อทะลุผ่านชั้นฟิล์มโครเมียม และเมื่อลงไปถึงชั้นของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับแล้วเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนวงในของซิลิกอนทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนชั้นถัดไปจะลดระดับชั้นพลังงานเข้าแทนที่ โดยคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ แต่รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ Si K α จากวัสดุรองรับต้องผ่านชั้นฟิล์มโครเมียมออกมาซึ่งกรณีนี้ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มโครเมียมที่เพิ่มขึ้น โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอน 10 kV ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

สำหรับความเข้มฟลักของ Si K α จากวัสดุรองรับมีค่าเพิ่มขึ้นตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน เมื่อความหนาของฟิล์มที่ 70.5 nm เนื่องจากพลังงานในการเร่งเข้าชนของอิเล็กตรอนมีพลังงานต่ำวิ่งเข้าไปในเนื้อวัสดุรองรับได้น้อยและวิ่งเข้าชนอิเล็กตรอนวงในจึงหลุดได้ยาก เมื่อทำการวัดความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจะวัดได้น้อยกว่าการใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนพลังงานสูง และเมื่อพิจารณาความหนาที่ 263.5 nm ก็พบลักษณะที่เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน

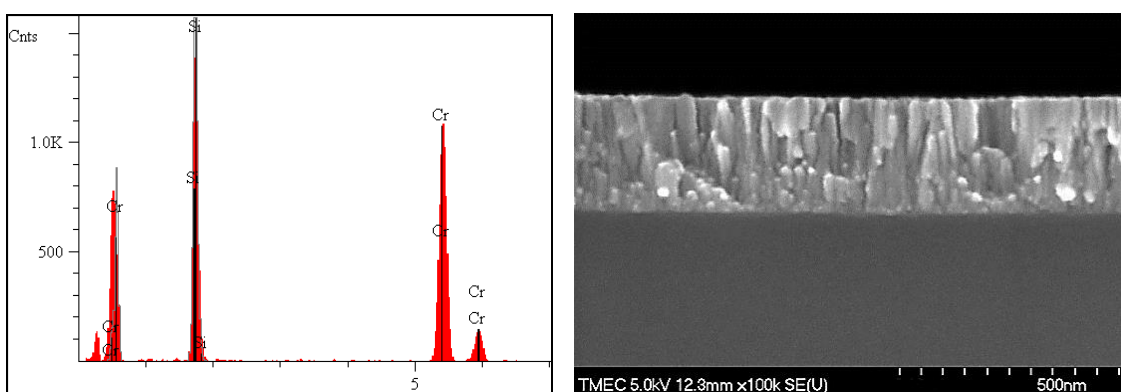
จากทั้งสองกรณีแสดงให้เห็นว่าความเข้มของ Cr L α เพิ่มขึ้น การรวมตัวกันของฟิล์มโครเมียมที่เคลือบบนวัสดุรองรับมีมากขึ้นเป็นผลทำให้ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นนั่นเอง ในทางตรงกันข้ามเมื่อวัดความเข้มจากซิลิกอนซึ่งเป็นวัสดุรองรับ ความเข้ม Si K α ที่ได้จะมีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากชั้นฟิล์มที่เคลือบมีความหนามากขึ้นทำให้อำนาจในการทะลุผ่านของอิเล็กตรอนจากปืนอิเล็กตรอนไปที่วัสดุรองรับมีค่าลดลง ซึ่งในการลดลงของซิลิกอนจะแปรผกผันกับความหนาของฟิล์มโครเมียมที่เคลือบอยู่บนซิลิกอนนั่นเอง

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

ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาการเคลือบ (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
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



(a)



(b)

ภาพที่ 4-12 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางด้วยเทคนิค EDS และ ลักษณะของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 2

(a) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 70.5 nm

(b) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 263.5 nm

3. การเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มบางจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

การประเมินความถูกต้องของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ ใช้ การเปรียบเทียบค่าความหนาของฟิล์มบางชุดที่ 2 ที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิค FE-SEM กับค่าที่ได้ จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้น โดยนำฟิล์มบางชุดที่ 2 ไปวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค EDS แล้วนำค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่ได้ไปแทนใน แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ แยกพิจารณาเป็น 2 กรณี ดังนี้

3.1 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง แบ่งเป็น 2 กรณีคือ

3.1.1 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV โดยแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.1) พบว่า ค่าความหนาที่ได้มีความคลาดเคลื่อนสูงมากในช่วง 12.99 – 76.04 %

3.1.2 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV โดยแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.2) พบว่า ค่าความหนาที่จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงความหนาจากเทคนิค FE-SEM โดยมีความคลาดเคลื่อนเพียง 1.3 – 2.8 % เท่านั้น

จากผลการศึกษาพบว่า แบบจำลองทางคณิตศาสตร์กรณีที่ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV ให้ค่าความหนาของฟิล์มบางได้ต่างจากค่าความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM มาก เนื่องจาก ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่เป็นโพรมีมีค่าน้อยทำให้ไม่สามารถทำให้อะตอมของโครเมียมในฟิล์มเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะตามที่เป็นจริง แต่เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่ยังไปที่ชั้นงานมีค่ามากพอในการกระตุ้นให้อะตอมของโครเมียมในฟิล์มปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะได้มากพอ จึงทำให้ค่าความหนาของฟิล์มบางได้ใกล้เคียงค่าความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM มากที่สุด

ตารางที่ 4-5 ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 แบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากฟิล์ม

ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาการเคลื่อน (min)	ความหนาจาก เทคนิค FE-SEM (nm)	ความหนาจาก แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (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
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

3.2 พิจารณารังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ แบ่งเป็น 2 กรณีคือ

3.1.1 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV เมื่อแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.3) พบว่า ค่าความหนาของฟิล์มที่ได้มีความถูกต้องในเมื่อฟิล์มบางและหนาที่สุด โดยมีความคลาดเคลื่อนประมาณ 1.99 – 3.60 % แต่ในช่วงความกลางของค่าความหนาที่ใช้ทดลองพบว่ามีความคลาดเคลื่อนสูงมาก ในช่วง 9.59 – 26.79 %

3.1.2 เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV โดยแทนค่าความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ตามสมการ (4.4) พบว่า ค่าความหนาที่จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีค่าใกล้เคียงความหนาจากเทคนิค FE-SEM โดยมีความคลาดเคลื่อนเพียง 0.19 – 4.69 % เท่านั้น

จากผลการศึกษาพบว่า ความหนาฟิล์มจากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV มีความคลาดเคลื่อนสูงมาก เนื่องจากที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่เป็น โพรบมีค่าน้อยทำให้รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับอาจถูกดูดกลืนโดยชั้นของฟิล์มบางเป็นส่วนใหญ่ค่าความหนาที่ได้จึงมีความคลาดเคลื่อนสูง แต่เมื่อใช้ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 10 kV พลังงานของอิเล็กตรอนที่ยิงไปที่ชิ้นงานมีค่ามากพอในการกระตุ้นให้อะตอมของซิลิกอนที่เป็นวัสดุรองรับให้ปล่อยรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่มีพลังงานมากพอที่จะทะลุผ่านชั้นของฟิล์มที่เคลือบทับอยู่ จึงทำให้ค่าความหนาของฟิล์มบางได้จากแบบจำลองมีค่าใกล้เคียงค่าความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM มากที่สุด

ตารางที่ 4-6 ความหนาฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ จากเทคนิค EDS ของฟิล์มบางชุดที่ 2 แบบจำลองทางคณิตศาสตร์จากวัสดุรองรับ

ศักย์เร่งอิเล็กตรอน (kV)	เวลาการเคลือบ (min)	ความหนาจาก เทคนิค FE-SEM (nm)	ความหนาจาก แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ (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
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

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

1. फिल्मบาง โครเมียมเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน ชุดที่ 1 ที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ ทึบสะท้อนแสงดี फिल्मที่ใช้ในการศึกษาชุดนี้มีความหนาในช่วง 50.5 - 284.5 nm
2. โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลา 5-10 นาที फिल्मที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบออสถุานและเปลี่ยนเป็นผลึกที่ระนาบ (210) เมื่อเวลามากกว่า 15 นาที ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่ได้มีค่าในช่วง 4.5877 – 4.5946 Å
3. ความหยาบผิวและขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ
4. ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L α จากฟิล์มบาง มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น และความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากวัสดุรองรับ มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น
5. แบบจำลองทางคณิตศาสตร์สร้างโดยใช้ค่าความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM และ ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากชิ้นงาน แบ่งเป็น 2 กรณีดังนี้
 - 5.1 กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L α จากฟิล์มบาง กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีการเปลี่ยนแปลง 3 ช่วง ช่วงแรกความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม จากนั้นเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ และ เพิ่มเข้าสู่ค่าอิ่มตัวในช่วงท้าย โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ยังเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV คือ $I_d = 107.16 (1 - e^{-0.0048 d})$ และ ที่ 10 kV คือ $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039 d})$
 - 5.2 กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากวัสดุรองรับ กราฟเปรียบเทียบที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์มีการเปลี่ยนแปลง 3 ช่วง ช่วงแรกความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วตามความหนาของฟิล์ม จากนั้นลดลงอย่างช้า ๆ และ ลดลงมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ในช่วงท้าย โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ยังเปลี่ยนแปลงตามศักย์เร่งอิเล็กตรอน โดยที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV คือ $I_d = 855.44 e^{-0.0192 d}$ และที่ 10 kV คือ $I_d = 3735.73 e^{-0.0088 d}$

การทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

1. फिल्मบางโครเมียมเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอร์ริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอน ชุดที่ 2 ที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ ทึบสะท้อนแสงดี फिल्मที่ใช้ในการศึกษามีความหนา ในช่วง 70.5 - 263.5 nm
2. โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลา 7.5 นาที फिल्मที่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบอสังฐานและเปลี่ยนเป็นผลึกที่ระนาบ (210) เมื่อเวลามากกว่า 12.5 นาที ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 – 4.5852 Å
3. ความหนาผิวและขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ
4. ความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Cr L α จากฟิล์มบาง มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น และความเข้มรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของ Si K α จากวัสดุรองรับ มีค่าลดลงตามความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้น
5. การทดสอบเปรียบเทียบความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ กับความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากเทคนิค FE-SEM แบ่งเป็น 2 กรณีดังนี้
 - 5.1 กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบาง ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV มีความคลาดเคลื่อนสูงถึง 76.0 % ส่วน ที่ 10 kV มีความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 2.8 %
 - 5.2 กรณีรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากวัสดุรองรับ ที่ศักย์เร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 6 kV มีความคลาดเคลื่อนสูงถึง 26.8 % ส่วน ที่ 10 kV มีความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 4.7 %

บรรณานุกรม

นิพนธ์ ตั้งคณานุกรักษ์ และคณิตา ตั้งคณานุกรักษ์. (2547). *สเปกโทรสโกปีด้านการวิเคราะห์*.

กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

นิรันดร์ วิทิตอนันต์, วุฒิพงศ์ ศาสนสุพิน และสยาม วีรวิศกุล. (2552). กระจกเงาเคลือบโครเมียมที่เคลือบด้วยเทคนิคสปีดเตอริงสำหรับกระจกเงาส่องหลังรถยนต์. *วารสารมหาวิทยาลัยทักษิณ*, 12(3), 52-63.

นิรันดร์ วิทิตอนันต์. (2542). การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้ว ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชฐ ลี้มสุวรรณ และวีระพงษ์ จีวประดิษฐ์กุล. (2544). การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. *วารสารวิจัยและพัฒนา มจร.*, 24(3), 299-310.

พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ และธনীศลา รัตนะ. (2547). *การวิจัยและพัฒนาการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีสปีดเตอริงตามแผนปรับโครงสร้างอุตสาหกรรม ระยะที่ 2*. รายงานการวิจัยประจำปี 2547. ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยร่วมกับสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม. กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

พิเชษฐ ลี้มสุวรรณ. (2551). *เทคโนโลยีการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ*. กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

ไพโรจน์ แก้วอภิษฐ์ และพิเชษฐ ลี้มสุวรรณ. (2544). การวัดความหนาของทองที่เคลือบบนวัสดุโดยใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์. ใน *การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 39* (หน้า 547-552). กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

วีรศักดิ์ อุดมกิจเดชา. (2543). *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ ทฤษฎี และหลักการทำงานเบื้องต้น*. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

วีระพงษ์ จีวประดิษฐ์กุล, เกษรา อินนุรักษ์ และวรพจน์ อิงคสรรัตน์. (2549). การวัดความหนาสารเคลือบโดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรเมตรี. ใน *การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 44* (หน้า 603-610). กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

- สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณ์ และจักรพันธ์ ถาวรชिरา. (2540). *การพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีสเป็คโตรริง*. รายงานการวิจัยประจำปี 2540. ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยบูรพา. ชลบุรี: มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อมรรัตน์ คำบุญ. (2551). *ผลของความต่างศักย์ไบแอสต่อโครงสร้างของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยวิธีรีแอคทีฟ สเป็คโตรริง ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- อารีรัตน์ สมหวังสกุล. (2556) *การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไทเทเนียมอะลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสเป็คโตรริง*. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, 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.
- Chapman, B. (1980). *Glow Discharge Processes*. New York: John Wiley & Sons.
- 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.
- Homhuan, P., Chaiyakun, S., Thonggoom, R., Panich, N., & Tungasmita, S. (2010). Growth and structural characterization of nanostructured chromium-zirconium-nitride thin films for tribological application. *Materials Transactions*, 51(9), 1651- 1655.

- 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.
- Rickerby, D. S., & Matthews, I. (1991). *Advanced Surface Coating: a Handbook of Surface Engineering*. New York: Chapman and Hall.
- Smith, D. L. (1995). *Thin-Film Deposition: Principle and Practice*. New York: McGraw-Hill.
- Vossen, J. L., & Kerns, W. (1978). *Thin Films Processes*. New York: Academic Press.

- Vrielink, J. A. M., Tiggelaar, R. M., Gardeniers, J. G. E., & Lefferts, L. (2012). Applicability of X-ray fluorescence spectroscopy as method to determine thickness and composition of stacks of metal thin films: A comparison with imaging and profilometry. *Thin Solid Films*, 520, 1740-1744.
- 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

ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

ที่ ศธ ๐๕๕๑.๑๒/๑๐๕



บัณฑิตวิทยาลัย
มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์
ในพระบรมราชูปถัมภ์
ปณจ.ประจวบคีรีขันธ์
จ.ปทุมธานี ๑๓๑๘๐

๒๑ พฤศจิกายน ๒๕๕๙

เรื่อง ตอรับบทความเพื่อนำเสนอในการประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติครั้งที่ ๔๑ และนานาชาติครั้งที่ ๕

เรียน วิรุฬห์ พรหมมากุล อติสร บุรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ และนิรันดร์ วิทิตอนันต์

ตามที่ท่านได้ส่งบทความ เรื่อง “การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน” เพื่อร่วมนำเสนอในงานประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติครั้งที่ ๔๑ และนานาชาติครั้งที่ ๕ ในวันที่ ๘-๙ ธันวาคม ๒๕๕๙ ณ ห้องประชุมราชนครินทร์ ชั้น ๕ อาคาร ๑๐๐ ปี สมเด็จพระศรีนครินทร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์ ในพระบรมราชูปถัมภ์ จังหวัดปทุมธานี นั้น

บัดนี้ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์ ในพระบรมราชูปถัมภ์ ได้พิจารณาผลงานของท่านเรียบร้อยแล้ว และขอเรียนให้ท่านทราบว่า ผลงานของท่านได้รับการพิจารณาตอบรับให้นำเสนอผลงานในรูปแบบการบรรยาย (Oral Presentation) และได้รับการตีพิมพ์ในรายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการในรูปแบบบทความฉบับเต็ม

จึงเรียนมาเพื่อโปรดทราบ และเข้าร่วมการนำเสนอผลงานตามวัน เวลา และสถานที่ดังกล่าว

ขอแสดงความนับถือ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีร์ธนิช ศิริโวหาร)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์ ในพระบรมราชูปถัมภ์ จังหวัดปทุมธานี

บัณฑิตวิทยาลัย

โทรศัพท์ ๐-๒๕๒๙ ๑๖๓๘ ต่อ ๔๐๓

โทรสาร ๐-๒๕๒๙ ๑๖๓๘ ต่อ ๔๐๖



PROCEEDINGS

รายงานสืบเนื่องการประชุม

The 41st National and 5th International
Graduate Research Conference

“Research Driven Globalization”

December 8th - 9th , 2016

Valaya Alongkorn Rajabhat University under the Royal Patronage



The 41st National and 5th International Graduate Research Conference



การประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติ ครั้งที่ 41 และนานาชาติ ครั้งที่ 5

การประเมินค่าศักยภาพการเกิดก๊าซมีเทน (LO) และ ค่าคงที่อัตราการเกิดก๊าซมีเทน (k) โดยช่วงอายุของขยะที่แตกต่างกันที่สถานฝังกลบมูลฝอย จังหวัดสุวรรณเขต ส.ป.ป.ลาว ภูคำ นีราวรรณ และชลอ จารุสุทธิรักษ์	314
ความตื่นตัวของลูกผสมข้ามระหว่างพันธุ์ในข้าวโพดหวาน 7 พันธุ์ มณวิภา พลจักรี ปราโมทย์ พรสุริยา และประพฤติ พรหมสมบูรณ์	322
การปรับปรุงกระบวนการให้บริการผู้ป่วยนอกโดยวิธีการจำลองสถานการณ์ กรณีศึกษา ศูนย์ผิวหนังและเลเซอร์ ชลิตา ยังเพ็ง ชัชวาล ชินวิทย์ และสมภพ ตลับแก้ว	330
การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน วิรุฬห์ พรหมมากุล อติศร บุรณวงศ์ สุรสิงห์ ไชยคุณ และนิรันดร์ วิทิตอนันต์	344
การประยุกต์เทคนิคการทำเหมืองข้อมูลสำหรับเว็บไซต์สินค้าชุมชน กรณีศึกษา : ชุมชนบ้านใหม่สันติ ตำบลมะเกลือใหม่ อำเภอสูงเนิน จังหวัดนครราชสีมา ศุภสิทธิ์ สมศรีใส สนั่น การค้า และจงกล จันทร์เรือง	359
การศึกษาปัญหาทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมและความต้องการพัฒนาของอาสาสมัครพิทักษ์ทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมหมู่บ้าน พงศ์อมร คชศิลา สุนทรี จินธรรม และวินัย วีระวัฒนานนท์	375
การบำบัดก๊าซจากการอบยางแท่ง STR20 ด้วยระบบดักจับแบบเปียกที่มีการไหลของอากาศที่เข้าบำบัดแบบ co-current พรรวิษา แกสมาน สมทิพย์ ด้านธีรวินิชย์ และพนาลี ชิวกิดาการ	391
การพัฒนากระบวนการห้องเรียนผ่านทางอินเทอร์เน็ต ไชย มีหนองหว้า	403
ผลของสีตาข่ายพรางแสงต่อการเจริญเติบโตและผลผลิตผักคะน้า นัฐวดี มงกุฎสุวรรณ์ ปรีชาติ ดิษฐกิจ และจรรยา สิงห์คำ	419
การวิจัยแบบมีส่วนร่วมเพื่อลดการใช้สารเคมีปราบวัชพืชโดยใช้สารที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมของเกษตรกรจังหวัดเพชรบูรณ์ ศศิธร แทนทอง และอัคคะภัทคาน ปาทาน	432

การประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติครั้งที่ 41 และนานาชาติ ครั้งที่ 5
The 41st National and 5th International Graduate Research Conference

การวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปี
แบบกระจายพลังงาน

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

วิรุฬห์ พรหมมากุล¹ อติศร บูรณวงศ์² สุรสิงห์ ไชยคุณ³ และนิรันดร์ วิฑิตอนันต์⁴

Wiroon Prommakoon¹, Adisorn Buranawong², Surasing Chaiyakun³ and Nirun Witt-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-chaiyakun@hotmail.com

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

บทคัดย่อ

ลักษณะเฉพาะที่สำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือความหนาของฟิล์มเนื่องจากมีสมบัติของฟิล์มหลายด้านที่สัมพันธ์กับความหนา งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (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 $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039 d})$ เมื่อ I_d เป็นความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ d ทั้งนี้ความหนาของฟิล์มจากเทคนิคเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงานในงานวิจัยนี้มีความถูกต้องถึง 97% เมื่อเทียบกับความหนาของฟิล์มที่วัดได้จากเทคนิค FE-SEM

คำสำคัญ : ฟิล์มบาง สปัตเตอร์ริง ความหนา เอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

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

การปรับปรุงผิวของวัสดุเพื่อเพิ่มความทนทาน สีสันสวยงาม หรือรวมถึงมีสมบัติตามต้องการเพื่อการใช้ประโยชน์ในงานอื่น ๆ อาจทำได้หลายวิธี ทั้งนี้แนวทางหนึ่งที่น่าสนใจในปัจจุบันคือ การเคลือบผิววัสดุด้วยสารที่เหมาะสมในลักษณะของชั้นเคลือบที่เรียกว่า ฟิล์มบาง (Thin Films) (Wasa & Hayakawa, 1992) ทั้งนี้ Bunshah (1994) ได้ให้ความหมายของฟิล์มบางว่าหมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับตัวรวมกันเป็นของแข็งบาง ๆ บนวัสดุรองรับ ทั้งนี้การจำแนกชนิดของฟิล์มยังขึ้นกับลักษณะการใช้งาน โดยฟิล์มบางเป็นการใช้สมบัติเชิงผิว (Surface Properties) แต่ถ้าใช้สมบัติเชิงปริมาตร (Bulk Properties) เรียกฟิล์มนั้นว่า ฟิล์มหนา

การเคลือบผิวของวัสดุในช่วงแรกภาคอุตสาหกรรมส่วนใหญ่ใช้วิธีอิเล็กโทรเพลตติง (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 (พิเชษฐ ลิมสุวรรณ, 2551) ปัจจุบันภาคอุตสาหกรรมมีการนำฟิล์มบางมาใช้งานต่าง ๆ มากมาย ทั้งแบบฟิล์มชั้นเดียว (Single Layer) หรือแบบหลายชั้น (Multi-Layer) รวมถึงอาจเป็นฟิล์มของสารชนิดเดียว (Single Element) อัลลอยด์ (Alloys) หรือสารประกอบ (Compound) ขึ้นกับวัตถุประสงค์และการใช้งาน โดยสมบัติของฟิล์มบางส่วนใหญ่ขึ้นกับลักษณะเฉพาะของฟิล์ม 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 บนผิวน้ำของฟิล์มทะลุผ่านเนื้อของฟิล์มไปยังอีกขอบหนึ่งของผิวน้ำฟิล์ม” จากนิยามดังกล่าวถ้าขอบผิวหน้าของฟิล์มบางที่ต้องการวัดไม่ขนานหรือไม่ราบเรียบ ความหนาฟิล์มที่ได้จะไม่ถูกต้องหรือมีความคลาดเคลื่อนสูง แต่อย่างไรก็ดีฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่จะมีผิวหน้าที่ขนานและราบเรียบทำให้ไม่ค่อยมีปัญหาในประเด็นนี้มากนัก (Berry, Hall & Harris, 1968)

การวัดความหนาของฟิล์มอาจทำได้ทั้ง แบบการวัดระหว่างเคลื่อน (*in situ* method) และ การวัดภายหลังการเคลือบ (*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 วิทิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษฐ ลิมสุวรรณ, และวีระพงศ์ จิวประดิษฐ์กุล, 2544) อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้เหมาะสำหรับฟิล์มที่มีความหนามากในระดับไมโครเมตร แต่ไม่เหมาะสำหรับฟิล์มบางที่เตรียมได้จากกระบวนการเคลือบด้วยไอกายภาพที่มีความหนาน้อยมากในระดับนาโนเมตร เนื่องจากรังสีเอกซ์ที่ใช้เป็นโพรบ (Probe) ในการวัดมีความเข้มสูงมากจนทะลุผ่านชั้นของฟิล์มบางไป

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

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

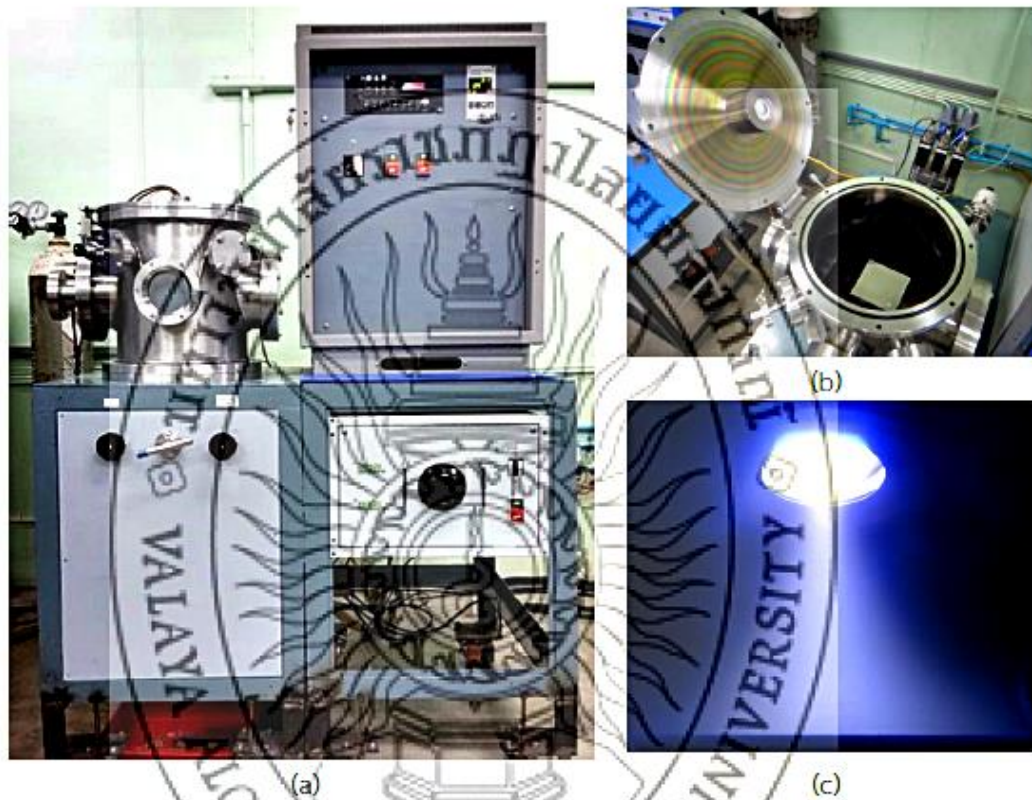
วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโลหะด้วยเทคนิคสปัตเตอร์
2. เพื่อพัฒนาเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

วิธีการวิจัย

ฟิล์มบางโลหะที่ใช้ในการศึกษาคือฟิล์มบางโครเมียม (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 เครื่องเคลือบในสูญญากาศ 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 ฉายแก๊สอาร์กอนเข้าห้องเคลือบผ่านเครื่องควบคุมอัตราไหลมวลโดยกำหนดให้เท่ากับ 20 sccm จากนั้นจ่ายศักย์ไฟฟ้าให้แก่คาโทดจนเกิดโกลว์ดีสชาร์จ (Glow Discharge) โดยควบคุมความดันรวมและกระแสสปัตเตอร์ให้คงที่เท่ากับ 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 ความหนาวยานศึกษาด้วยเครื่อง 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 เป็นความเข้มอิมิตัวของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางที่ศึกษา ส่วน α เป็นค่าสัมประสิทธิ์การลดเชิงเส้น

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

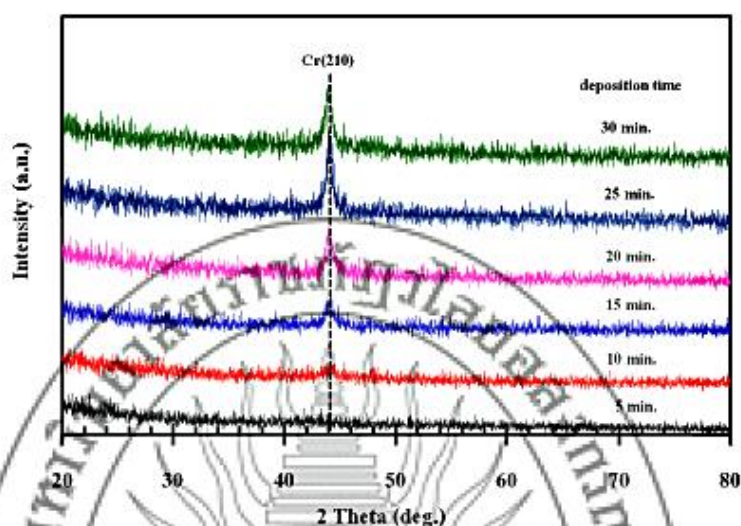
ผลและอภิปรายผลการวิจัย

การเตรียมฟิล์มบาง

ฟิล์มบางชุดที่ 1 เป็นฟิล์มสำหรับใช้สร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ พบว่า มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มีนวลวาทึบแสงและสะท้อนแสงดี (ภาพที่ 2) ความหนาในค่าในช่วง 50.5 - 284.5 nm สำหรับโครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ (ภาพที่ 3) โดยฟิล์มที่ได้เมื่อใช้เวลาเคลือบในช่วง 5-10 min ยังไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ กรณีนี้อาจเกิดจากฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานหรือฟิล์มมีความหนาน้อยมาก แต่เมื่อใช้เวลากการเคลือบเพิ่มขึ้น พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมประมาณ 44.02° - 44.09° สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครเมียมระนาบ (210) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-2392 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบบอดีเซนเตอร์คิวบิก (bcc) โดยค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง $4.5877 - 4.5946 \text{ \AA}$ ทั้งนี้พบว่าความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ยังมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาการเคลือบอีกด้วย สำหรับโครงสร้างของฟิล์มโครเมียมที่เคลือบได้เมื่อเวลาการเคลือบเพิ่มขึ้นพบว่า ความหนาผิวของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 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

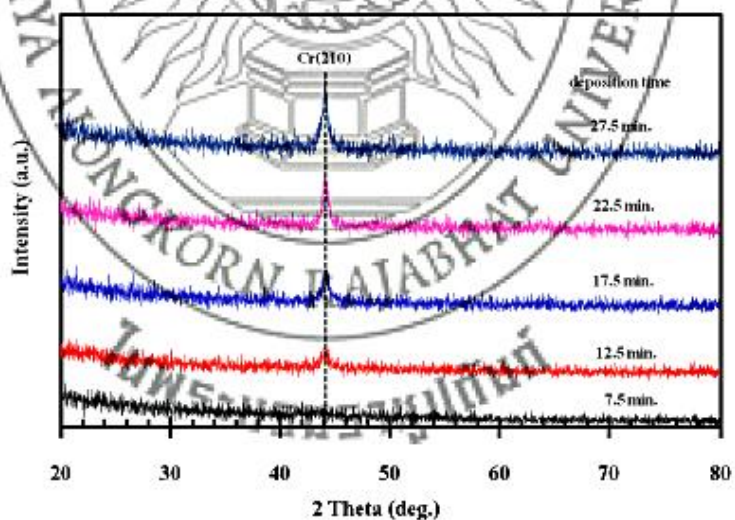
เวลาเคลือบ (นาที)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
5.0	50.5	0.3	N/A	N/A
10.0	94.0	0.7	N/A	N/A
15.5	143.0	0.8	32.3	4.5877
20.0	191.0	1.0	34.9	4.5907
25.0	232.5	0.9	36.5	4.5897
30.0	284.5	1.3	38.1	4.5946

สำหรับฟิล์มบางชุดที่ 2 ซึ่งเป็นฟิล์มสำหรับใช้ทดสอบแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ พบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ มันวาว ทึบและสะท้อนแสงดี เช่นเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 1 (ภาพที่ 4) โดยมีความหนาในช่วง 70.5 - 263.5 nm ในส่วนของโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางชุดที่ 2 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบเช่นเดียวกับฟิล์มบางชุดที่ 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 ความหนาของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 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 ความหยาบผิว ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มบางโครเมียมชุดที่ 2

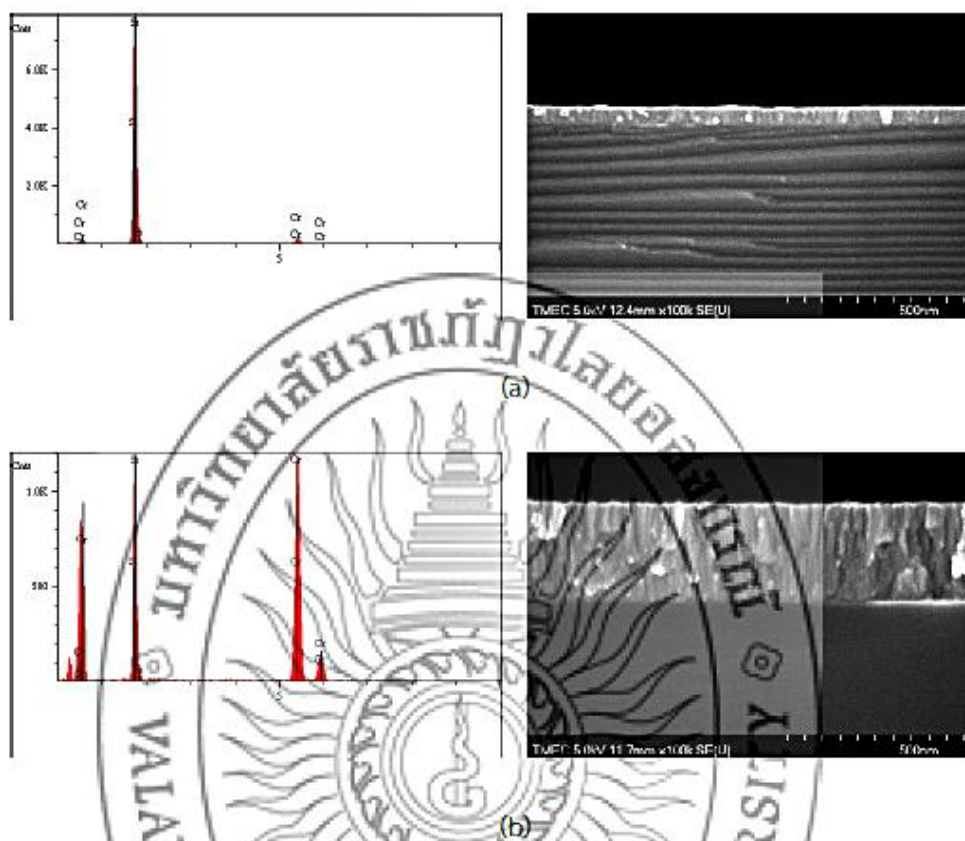
เวลาเคลือบ (นาท)	ความหนา (nm)	ความหยาบผิว (nm)	ขนาดผลึก (nm)	ค่าคงที่แลตทิซ (Å)
7.5	70.5	0.5	-	-
12.5	122	0.8	31.7	4.5833
17.5	165	0.9	33.6	4.5808
22.5	210	1.0	35.7	4.5823
27.5	263.5	1.2	37.3	4.5852

การวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน

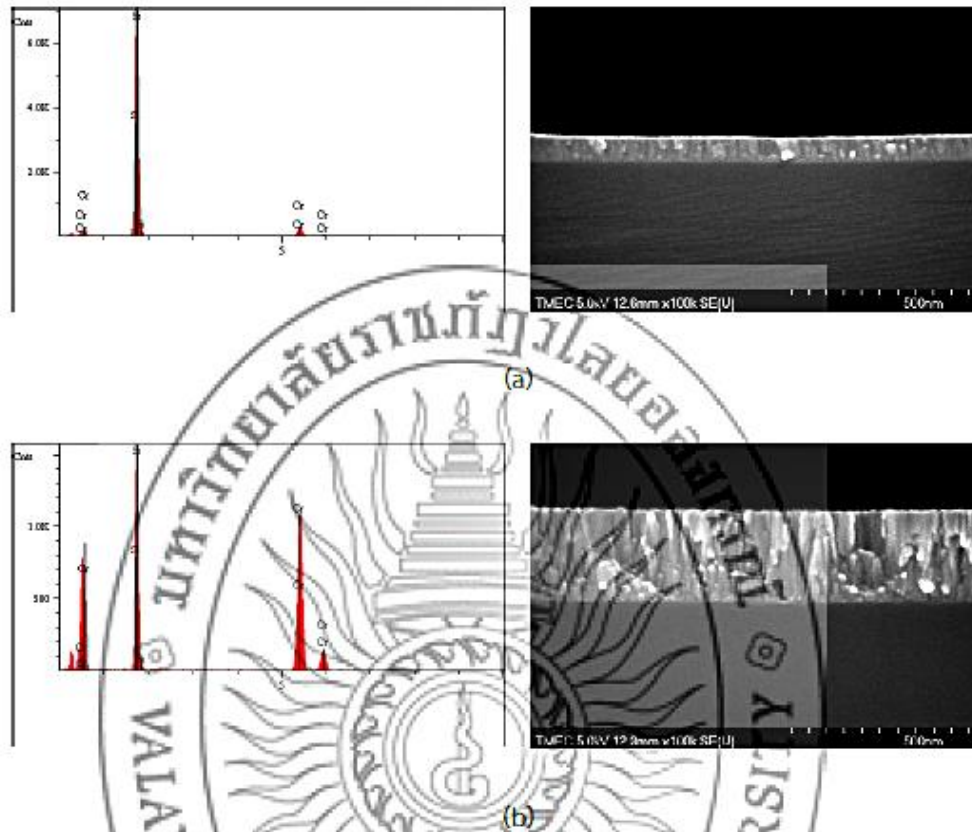
เมื่อนำฟิล์มบางชุดที่ 1 และ ชุดที่ 2 ไปวิเคราะห์ตรวจวัดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน ได้ผลดังแสดงตารางที่ 4 โดยพบว่าชิ้นงานตัวอย่างซึ่งเป็นฟิล์มบางโครเมียมเคลือบบนแผ่นซิลิกอน มีพีค (Peak) ของ Cr L α จากฟิล์มบางและ Si K α จากซิลิกอนที่ใช้เป็นวัสดุรองรับที่มีความเข้มต่างกัน 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



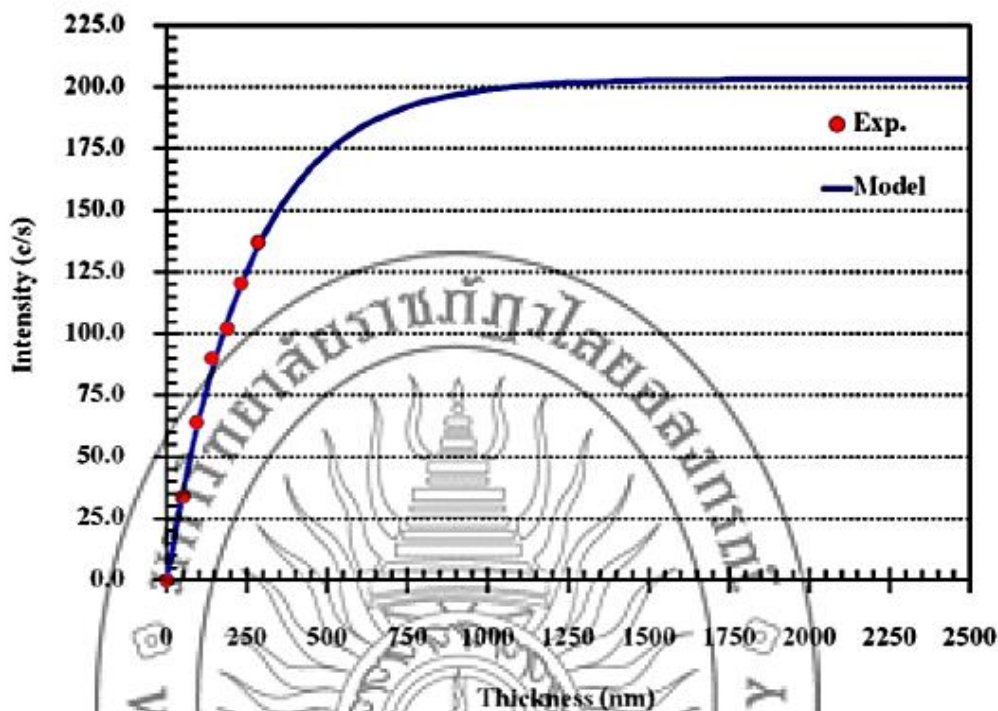
ภาพที่ 6 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน และความหนาของฟิล์มบางจากเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางชุดที่ 1
(a) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 50.5 nm
(b) ฟิล์มบางที่มีความหนาเท่ากับ 284.5 nm



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

การสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

งานวิจัยนี้สร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์โดยใช้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Cr L α) ของฟิล์มจากเทคนิค EDS และความหนาของฟิล์มจากเทคนิค FE-SEM มาสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ได้ดังภาพที่ 8 ซึ่งสัมพันธ์กับแบบเอกซ์โพเนนเชียล 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

ฟิล์มบางโครเมียมถูกเคลือบด้วยเทคนิคสปีดเทอริงบนกระจกสไลด์และซิลิกอนสำหรับใช้ศึกษาวิธีการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคเอกซเรย์สเปคโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (EDS) ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เคลือบได้มีสีเทาเข้ม ผิวเนียนเรียบ ทึบสะท้อนแสงดี ฟิล์มที่ใช้ในการศึกษามีความหนาในอยู่ช่วง 50.5 - 284.5 นาโนเมตร โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เคลือบได้มีการเปลี่ยนแปลงไปตามเวลาในการเคลือบ โดยที่เวลา 5-10 นาที ฟิล์มที่เคลือบได้มีโครงสร้างผลึกแบบออสฐานและเปลี่ยนเป็นผลึกที่ระนาบ (210) เมื่อเวลาผ่านไปกว่า 15 นาที ค่าคงที่แลตทิซของฟิล์มที่เคลือบได้มีค่าอยู่ในช่วง 4.5808 – 4.5946 Å ความหนาผิวและขนาดผลึกของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้เคลือบ ทั้งนี้ความเข้มของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะจากฟิล์มบางโครเมียม (Cr L α) มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มซึ่งแบ่งเป็น 3 ช่วงโดยช่วงแรกความเข้มรังสีที่วัดได้เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความหนา จากนั้นเป็นการเพิ่มอย่างช้าๆ และสุดท้ายเฉพาะเพิ่มเข้าสู่ค่าความเข้มอิ่มตัวในที่สุด โดยแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ในงานวิจัยนี้คือ $I_d = 203.28 (1 - e^{-0.0039 d})$ เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาฟิล์มที่ได้จากเทคนิค FE-SEM กับค่าความหนาที่ได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สร้างขึ้นพบว่ามี ความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 3%

กิตติกรรมประกาศ

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

บรรณานุกรม

- นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, สุรสิงห์ ไชยคุณ, พิเชษ ลิ้มสุวรรณ และวีระพงศ์ จิวประดิษฐกุล. (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.