

การพัฒนาระบบสปัตเตอร์ร่วมชนิดอาร์เอฟแมกนีตรอนเพื่อการ  
สังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์เจือด้วยแมกนีเซียม

DEVELOPMENT OF RF-MAGNETRON CO-SPUTTERING  
SYSTEM FOR SYNTHESIS OF Mg-DOPED VO<sub>2</sub> THIN FILM



ประภัสสร ชมสถาพร  
ปวีณา มุทะระพัฒน์  
พิชยา ลิขิตพิชิตชัย  
อนัญญา เพนานนท์

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)  
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

DEVELOPMENT OF RF-MAGNETRON CO-SPUTTERING  
SYSTEM FOR SYNTHESIS OF Mg-DOPED VO<sub>2</sub> THIN FILM



Paphat Chomstaporn  
Parweena Mutarapat  
Pichaya Likhitpichitchai  
Ananya Phenanon

A SPECIAL PROJECT EDUCATION SUBMITTED IN PARTIAL  
FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT  
FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (APPLIED PHYSICS)  
DEPARTMENT OF PHYSICS, FACULTY OF SCIENCE  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การพัฒนาาระบบสเปคเตอร์ร่วมชนิดอาร์เอฟแมกนีตรอนเพื่อการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์เจือด้วยแมกนีเซียม Development of RF-Magnetron Co-Sputtering System for Synthesis of Mg-Doped VO <sub>2</sub> Thin Film	
ชื่อนักศึกษา	นายประภัสสร ชมสถาพร	รหัสนักศึกษา 58051095
	นางสาวปวีณา มุทะระพัฒน์	รหัสนักศึกษา 58051098
	นางสาวพิชยา ลิขิตพิชิตชัย	รหัสนักศึกษา 58051106
	นางสาวอนัญญา เพนานนท์	รหัสนักศึกษา 58051170
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)	
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
ปีการศึกษา	2561	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.วราวุฒิ เถาถัดดา	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี	

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์) ประจำปีการศึกษา 2561

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.เมตยา กิติวรรณ ประธานกรรมการ	
ดร.พิศาล สุขวิสูตร กรรมการ	
รศ.ดร.วราวุฒิ เถาถัดดา กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	
ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การพัฒนาาระบบสปีดเตอร์ร่วมชนิดอาร์เอฟแมกนีตรอนเพื่อการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์เจือด้วยแมกนีเซียม
ชื่อนักศึกษา	นายประภัสสร ชมสถาพร รหัสนักศึกษา 58051095
	นางสาวปวีณา มุทะระพัฒน์ รหัสนักศึกษา 58051098
	นางสาวพิชยา ลิขิตพิชิตชัย รหัสนักศึกษา 58051106
	นางสาวอนัญญา เพนานนท์ รหัสนักศึกษา 58051170
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)
ภาควิชา	ฟิสิกส์
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.วราวุฒิ เถลัดดา
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี

### บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้มีจุดประสงค์ 2 อย่างด้วยกันคือ ทำการศึกษาผลของเวลาและอุณหภูมิในการอบฟิล์มหลังจากทำการปลูกที่เกี่ยวข้องกับการก่อตัวของฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์และที่ทำการโด๊ปด้วยแมกนีเซียมด้วยเทคนิคโค-สปีดเตอริง นอกจากนี้ระบบโค-สปีดเตอริงประกอบด้วยหัวแมกนีตรอนทั้งหมดสองหัว หัวสำหรับเป้าโลหะวาเนเดียมและอีกหนึ่งหัวสำหรับเป้าโลหะแมกนีเซียม ซึ่งถูกออกแบบและพัฒนาขึ้นในโครงการพิเศษนี้ หลังจากการปลูกฟิล์มจะถูกนำไปทำการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ แล้วจึงทำการนำฟิล์มไปทำการวิเคราะห์ด้วย XRD, FESEM, Raman และ UV-Vis transmission spectroscopy ในระหว่างที่ทำการพัฒนาระบบโค-สปีดเตอริงฟิล์มจะถูกทำการปลูกด้วยระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริงเก่า เพื่อทำการตรวจสอบการปรับปรุงเงื่อนไขการอบเพื่อให้ได้เงื่อนไขที่ต้องการของฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด๊ป หลังจากทำการพัฒนาระบบเป็นที่เรียบร้อยแล้ว แมกนีเซียมจะถูกทำการโด๊ปเข้าไปในฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์โดยระบบโค-สปีดเตอริง ซึ่งกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ทำการจ่ายให้เป้าโลหะแมกนีเซียมจะถูกทำการตรวจสอบจากการวิเคราะห์รูปแบบ XRD แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ทำการปลูกเสร็จนั้นมีการจัดเรียงตัวแบบอะมอร์ฟัส และหลังจากทำการอบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ฟิล์มแสดงรูปแบบการหักเหที่บ่งชี้ว่ามีโครงสร้างเป็น VO<sub>2</sub> เฟส A สำหรับทางระบบโค-สปีดเตอริงพบว่าที่ทำการโด๊ปแมกนีเซียมด้วยกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่มากกว่า 35 วัตต์ นั้นผลที่ออกมาฟิล์มมีการจัดเรียงตัวเป็นแบบ MgO

คำสำคัญ : โคสปีดเตอริง เทอโมโคมิก วาเนเดียมไดออกไซด์ อาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Title</b>	Development of RF-Magnetron Co-sputtering System for Synthesising Mg-doped VO <sub>2</sub> Thin Film	
<b>Students</b>	Mr. Paphat Chomstaporn	Student ID 58051095
	Miss Parweena Mutarapat	Student ID 58051098
	Miss Pichaya Likhitpichitchai	Student ID 58051106
	Miss Ananya Phenanon	Student ID 58051170
<b>Degree</b>	Bachelor of Science (Applied Physics)	
<b>Department</b>	Physics	
<b>Faculty</b>	Science	
<b>University</b>	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)	
<b>Academic Year</b>	2018	
<b>Advisor</b>	Assoc.Prof.Dr. Warawoot Thowladda	
<b>Co-advisor</b>	Asst.Prof.Dr. S.Tipawan Kkhlayboonme	

### Abstract

The two objectives in this special project are to study of effect of time and temperature in a post-annealing process on the formation of vanadium oxide films and to dope magnesium into the films by co-sputtering technique. In addition, the co-sputtering system composed of two-magnetron heads; one for a vanadium target and the other one for a magnesium target was designed and developed in this project. After deposition, the films were annealed under vacuum conditions and then were characterized by XRD, FESEM, Raman and UV-Vis transmission spectroscopy. During the period development of the co-sputtering system, the films were deposited from an old-RF magnetron head to determine an optimized condition in the annealing process to achieve the desired phase of the undoped films. After finishing the development, the magnesium was doped into the VO<sub>2</sub> films by the co-sputtering system. The RF power supplied to the Mg target was investigated. The XRD patterns showed that the as-deposited films were amorphous. After post-annealing with a temperature of 500 °C for 15 hr, they exhibited planes of refractions that were indexed to VO<sub>2</sub> (A) phase. For the co-sputtering system, it was found that the Mg doping with the RF power more than 35 W resulted in MgO formation in the films.

**Keywords :** Co-sputtering, Thermochromic, Vanadiumdioxide, RF reactive magnetron sputtering

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จได้ด้วยความกรุณาช่วยเหลือแนะนำจาก รศ.ดร.วราวุฒิ เถลัดดา อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษที่ให้คำปรึกษา ความรู้ สอนการใช้อุปกรณ์และเอื้อเฟื้ออุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติงานนี้ พวกเรารู้สึกขอบคุณเป็นอย่างยิ่งที่ได้ทำงานในห้องปฏิบัติการ Surface Physics and Laser Research Laboratory ภายใต้การดูแลของอาจารย์

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมที่คอยให้คำปรึกษา แนะนำแนวทางการปฏิบัติงานและช่วยเหลือพวกเรา ให้ปฏิบัติงานและแก้ไขปัญหาให้ผ่านไปแนะนำแนวทางการปฏิบัติงานและช่วยเหลือพวกเรา ให้ปฏิบัติงานและแก้ไขปัญหาให้ผ่านไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณอาจารย์ เพื่อน รุ่นพี่และรุ่นน้องภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ส่งเสริมให้ความรู้และประสบการณ์ต่างๆ แก่พวกเราในระหว่างที่ศึกษาอยู่ในมหาวิทยาลัย ขอขอบคุณเพื่อนๆ ทุกคนในห้องปฏิบัติการ Surface Physics and Laser Research Laboratory ที่คอยช่วยเหลือและให้กำลังใจกัน

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่และครอบครัวพวกเราที่คอยสนับสนุนและเป็นกำลังใจให้เสมอมา

ด้วยความกรุณาของทุกๆ ท่านที่กล่าวมาข้างต้น ที่ทำให้โครงการพิเศษของพวกเราสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี จึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงและขอภัยไว้ ณ ที่นี้

ประภัสสร ชมสถาพร  
ปวีณา มุทะระพัฒน์  
พิชยา ลิขิตพิชิตชัย  
อนัญญา เพนานนท์

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญรูป.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ต
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ท
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ขั้นตอนการดำเนินการ.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>4</b>
2.1 फिल्मบางวาเนเตียมไดออกไซด์.....	4
2.2 การเคลือบฟิล์มบาง.....	6
2.2.1 DC Sputtering.....	7
2.2.2 RF Sputtering.....	8
2.2.3 Magnetron Sputtering.....	9
2.2.4 Co-Sputtering.....	10
2.3 กระบวนการเกิดการสปัตเตอร์.....	11
2.3.1 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ.....	12
2.3.2 การกำเนิดพลาสมา (Plasma Generation).....	13
2.4 การเติมสารเจือในสารกึ่งตัวนำ.....	14
2.5 กระบวนการอบ (Annealing Process).....	15
2.6 เทคนิคการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบาง.....	16
2.6.1 การวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	16
2.6.2 เครื่องตรวจวัดสารด้วยการดูดกลืนแสง.....	19
2.6.3 เทคนิครามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy).....	21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	23
2.6.5 เทคนิควิเคราะห์ธาตุแบบเอกซเรย์สเปกโทรสโกปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy หรือ EDS).....	24
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	25
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....</b>	<b>26</b>
3.1 การสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอน สปีดเตอริง.....	26
3.1.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง.....	26
3.1.1.1 ระบบปั๊มสุญญากาศ.....	27
3.1.1.2 อุปกรณ์วัดและแสดงผลความดัน.....	28
3.1.1.3 ภาชนะสุญญากาศ.....	29
3.1.1.4 ระบบควบคุมการไหลของแก๊ส.....	30
3.1.1.5 แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ.....	30
3.1.2 แผ่นรองฐานและเป่าสารเคลือบ.....	31
3.1.3 การเตรียมและติดตั้งระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง.....	32
3.1.4 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์.....	33
3.2 การสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยระบบโค-สปีดเตอริง.....	35
3.2.1 ระบบโค-สปีดเตอริง.....	35
3.2.2 การเตรียมและติดตั้งระบบโค-สปีดเตอริง.....	36
3.2.2.1 ระบบสุญญากาศ.....	36
3.2.2.2 ระบบจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ.....	40
3.2.2.3 ระบบหล่อเย็น.....	41
3.2.2.4 ระบบจ่ายแก๊สและควบคุมการไหลของแก๊ส.....	41
3.2.3 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางในระบบโค-สปีดเตอริง.....	42
3.3 ขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากภาชนะสุญญากาศ.....	43
3.4 ระบบการอบในสุญญากาศ.....	44
3.5 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์.....	44
3.5.1 X-ray Diffraction (XRD).....	45
3.5.2 Micro-Raman Spectroscopy.....	45

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.5.3 UV-Vis Transmission Spectroscopy.....	46
3.5.4 Scanning electron microscope (SEM).....	46
3.5.5 Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS).....	47
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผลการสังเคราะห์ฟิล์ม VO<sub>2</sub>.....</b>	<b>48</b>
4.1 ผลของการอบฟิล์มบางที่เปอร์เซ็นต์ออกซิเจนต่างกัน.....	48
4.1.1 ผลของการอบฟิล์มบางที่เปอร์เซ็นต์ออกซิเจนต่างกันภายใต้สภาวะสุญญากาศ..	48
4.1.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	49
4.1.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD).....	49
4.1.1.3 ผลการวิเคราะห์พันธะเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	50
4.1.1.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM).....	51
4.1.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนต่างๆ ที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ด้วยแก๊สไนโตรเจน (N <sub>2</sub> ).....	52
4.1.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	53
4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD).....	53
4.1.2.3 ผลการวิเคราะห์พันธะเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	54
4.1.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM).....	55
4.1.3 ผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและเวลา.....	56
4.1.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	57
4.1.3.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD).....	57
4.1.3.3 ผลการวิเคราะห์พันธะเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	58
4.1.3.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM).....	59
4.2 การปรับปรุงเงื่อนไขการอบ.....	60
4.2.1 ผลของการเพิ่มเวลาในการอบ.....	60
4.2.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	61
4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD).....	61
4.2.2 ผลของการเปรียบเทียบการอบ.....	62
4.2.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	63

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD).....	63
4.3 กระบวนการอบซ้ำ.....	64
4.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	65
4.3.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD).....	65
4.3.3 ผลการวิเคราะห์พันธะเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	66
4.3.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM).....	67
<b>บทที่ 5 ผลการวิจัยและอภิปรายผลการสังเคราะห์ฟิล์ม Mg-doped VO<sub>2</sub>.....</b>	<b>69</b>
5.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม.....	69
5.1.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 1 ชั่วโมง.....	69
5.1.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	70
5.1.1.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD).....	70
5.1.1.3 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	71
5.1.1.4 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Transmittance.....	72
5.1.1.5 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Reflectance.....	73
5.1.1.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM).....	74
5.1.1.7 เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer).....	76
5.1.2 ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	79
5.1.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	80
5.1.2.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD).....	80
5.1.2.3 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	81
5.1.2.4 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Transmittance.....	82
5.1.2.5 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Reflectance.....	83
5.1.2.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM).....	84

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

5.1.2.7 เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer).....	86
5.2 ผลของการเปลี่ยนแปลงเวลาในการปลูกฟิล์มบาง.....	88
5.2.1 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)....	88
5.2.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	89
5.3 ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังงานแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ.....	90
5.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง.....	91
5.3.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)....	91
5.3.3 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	92
5.3.4 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Transmittance.....	93
5.3.5 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Reflectance.....	94
5.3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM).....	95
5.3.7 เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer).....	97
<b>บทที่ 6 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....</b>	<b>102</b>
6.1 สรุปผลการวิจัยในส่วนของอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง.....	102
6.1.1 ผลของเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน.....	102
6.1.2 การปรับปรุงเงื่อนไขการอบ.....	102
6.1.3 ผลของการอบซ้ำ.....	103
6.2 สรุปผลการวิจัยในส่วนของอาร์เอฟแมกนีตรอนโค-สปัตเตอริง.....	103
6.2.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่ป้อนให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียม.....	104
6.2.2 ผลของการเพิ่มเวลาในการปลูกฟิล์ม.....	104
6.2.3 ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ทำการจ่ายให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียม.....	105
6.3 ปัญหาและการแก้ไขปัญหา.....	105
6.4 ข้อเสนอแนะ.....	106
เอกสารอ้างอิง.....	107
ภาคผนวก.....	110

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างทางผลึกของ VO <sub>2</sub> โดยอุณหภูมิห้องจะมีโครงสร้างเป็น Monoclinic Phase และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโครงสร้างผลึกเปลี่ยนเป็น Rutile Phase (a) Low-temperature Monoclinic Phase (M1 phase) (b) High-temperature (b) Rutile Phase (R phase).....	4
2.2 การเปลี่ยนโครงสร้างของ VO <sub>2</sub> เมื่ออุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลง.....	5
2.3 เฟสไดอะแกรมของวาเนเดียมไดออกไซด์.....	6
2.4 กระบวนการเคลือบฟิล์มบางในรูปแบบต่างๆ.....	6
2.5 DC sputtering.....	7
2.6 RF sputtering.....	8
2.7 Impedance matching network.....	9
2.8 Magnetron Sputtering (a) โครงสร้างของ Magnetron Sputtering แบบ DC หรือ RF (b)-(d) ทิศของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กและการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน.....	9
2.9 การจัดระบบแบบโค-สปีดเตอริง.....	11
2.10 กระบวนการสปีดเตอริงเชิงฟิสิกส์.....	11
2.11 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ.....	13
2.12 การได้ปชิลิกอนด้วยฟอสฟอรัส.....	15
2.13 การได้ปชิลิกอนด้วยโบรอน.....	15
2.14 โครงสร้างการจัดเรียงตัวก่อนอบและหลังอบ.....	16
2.15 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ที่ระนาบของผลึก.....	17
2.16 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ วัสดุที่มีสัดส่วนของวาเนเดียมกับออกไซด์ต่างกัน.....	19
2.17 สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า.....	20
2.18 อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน เมื่อได้รับพลังงานใน การกระตุ้นที่เพียงพอ.....	20
2.19 กระบวนการกระเจิงแสงในแบบ Rayleigh scattering และแบบ Raman scattering.....	21
2.20 ไดอะแกรมการทำงานของ Raman spectrometer.....	21
2.21 กระบวนการสั่นภายในโมเลกุลพื้นฐานที่เกิดขึ้นกับปรากฏการณ์รามาน.....	22
2.22 การกระตุ้นให้เกิดการหลุดออกของอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุด้วยลำอิเล็กตรอน.....	24
2.23 ธาตุที่ปรากฏและปริมาณจากฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่ทำการได้ปชิตูแมกนีเซียม.....	24

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล.....	27
3.2 (a) ปีมโรตารี Edward RV12.....	27
3.2 (b) ปีมไอฟุ้งกระจายรุ่น Diffstak 160/700 ของบริษัทเอดวาร์ด.....	28
3.3 (a) หัววัดความดันชนิดพิรานี (b) หัววัดความดันชนิดเพนนิ่ง (c) ตัวแสดงผล Active gauge controller ของบริษัทเอดวาร์ด.....	29
3.4 Magnetron Head ติดตั้งอยู่ในภาชนะสุญญากาศ.....	29
3.5 (a) ตัวควบคุมและแสดงผลของ Mass flow รุ่น ROD - 4 ของบริษัท ADVANCED ENERGY (b) Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY.....	30
3.6 เครื่องแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL.....	30
3.7 (a) และ (b) เป้าสารเคลือบวาเนเดียม Kurt J. Lesker ความบริสุทธิ์ 99.5% (c) แผ่นกระจกสไลด์ของ MARIENFELD 32.....	31
3.8 ภาชนะสุญญากาศที่ติดอลูมิเนียมพอยล์.....	33
3.9 อุปกรณ์ที่ห่อพอยล์อลูมิเนียมและพร้อมติดตั้งในระบบสุญญากาศ.....	33
3.10 ระบบโค-สปัตเตอริง.....	35
3.11 ร็อดอนระบบเก่าทั้งหมด.....	36
3.12 ฐานรองด้านใต้ภาชนะสุญญากาศ.....	37
3.13 ฐานรองด้านใต้ภาชนะสุญญากาศที่ทำการติดอลูมิเนียมพอลย์แล้ว.....	37
3.14 หัวแมกนีตรอนทั้งสองหัว.....	38
3.15 ท่อสำหรับจ่ายแก๊ส.....	38
3.16 หัวแมกนีตรอนที่ทำการประกอบชิ้นส่วนทั้งหมดเรียบร้อยแล้ว.....	39
3.17 ภายในภาชนะสุญญากาศที่ประกอบอุปกรณ์ทั้งหมดเรียบร้อยแล้ว.....	39
3.18 มอเตอร์ที่ใช้ทำการหมุนอุปกรณ์ยึดจับ.....	40
3.19 (a) แหล่งกำเนิดของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL (b) แหล่งกำเนิดของบริษัท Coaxial Power รุ่น AMM 600-13.....	40
3.20 อุปกรณ์เชื่อมต่อสายจากเครื่องกำลังคลื่นความถี่วิทยุจ่ายเข้าสู่หัวแมกนีตรอน.....	41
3.21 (a) และ(b) เครื่องทำความเย็นของบริษัท EYELA รุ่น CA-1100.....	41
3.22 (a) ตัวควบคุมและแสดงผล Mass Flow รุ่น ROD-4 ของบริษัท Edward (b) Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY.....	42

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.23 ระบบการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ.....	44
3.24 Rigaku SmartLab X-Ray Diffraction.....	45
3.25 NT-MDT INTEGRA Micro-Raman spectra.....	45
3.26 UV-Vis Transmission Spectroscopy Setup.....	46
3.27 Scanning electron microscope (SEM).....	47
4.1 พิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% (a) 6% (b) และ 7.5% (c) ปลูกด้วยเวลา 30 นาที อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง.....	49
4.2 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% อดด้วย อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของฟิล์มบาง.....	50
4.3 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% อดด้วย อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของ ฟิล์มบาง.....	51
4.4 ผลของการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% อดด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 10 ชั่วโมงด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และแบบ Cross-section ที่ กำลังขยาย 50k (b).....	52
4.5 พิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% (a) 6% (b) และ 7.5% (c) ปลูกด้วยเวลา 1 ชั่วโมง อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง.....	53
4.6 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% ที่อดด้วย แก๊สไนโตรเจน ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง.....	54
4.7 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% อดด้วย แก๊สไนโตรเจน อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง.....	55
4.8 ผลของการวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% อดด้วยแก๊สไนโตรเจน อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และแบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b).....	56

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.9	ฟิล์มบางอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% (a) และ 7.5% (b) ปลุกด้วยเวลา 1 ชั่วโมง อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง.....
	57
4.10	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% และ 7.5% อบด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมงที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง.....
	58
4.11	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% และ 7.5% อบด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมงที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง.....
	59
4.12	ผลของการวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 6% อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และแบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b).....
	60
4.13	ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% เงื่อนไขการปลุกเท่ากัน อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง (a) เวลา 10 ชั่วโมง (b) เวลา 5 ชั่วโมง (c) 1 ชั่วโมง (d) อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (e) อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (f).....
	61
4.14	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% เงื่อนไขการปลุกเดียวกัน.....
	62
4.15	ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% เงื่อนไขการปลุกเท่ากัน อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง (a) เวลา 10 ชั่วโมง (b) อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง (c) เวลา 10 ชั่วโมง (d).....
	63
4.16	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% อบด้วยอุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 และ 15 ชั่วโมงที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง.....
	64
4.17	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% บนกระจกควอตซ์ ที่มีกระบวนการอบซ้ำ.....
	65
4.18	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% บนกระจกควอตซ์ ด้วยเงื่อนไขการอบซ้ำ ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง.....
	66
4.19	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% บนกระจกควอตซ์ ด้วยเงื่อนไขการอบซ้ำ ที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง.....
	67

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.20 ผลของการวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 6% ที่มีกระบวนการอบซ้ำ ด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และ แบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b).....	69
5.1 ฟิล์มบางที่ทำการเคลือบด้วยกำลังคลื่นวิทยุของเป็ววาเนเดียม 150 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ว 3% ระยะเวลาในการปลูก 1 ชั่วโมง โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม และมีอัตราการไหลของอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียมที่ (b) 5 sccm, (c) 10 sccm และ (d) 15 sccm.....	70
5.2 ผลของการอบฟิล์มที่ใช้ในการเคลือบ 60 นาที ในระบบสุญญากาศระหว่างเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ววาเนเดียม 3% ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม 5, 10, 15 sccm และไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียมที่มีต่อโครงสร้างผลึกที่ทำการวัดโดย XRDของฟิล์มบางที่เตรียมได้ใช้กำลังคลื่นวิทยุของเป็ววาเนเดียม 150 วัตต์.....	71
5.3 ผลของการอบฟิล์มที่ใช้ในการเคลือบ 60 นาที ในระบบสุญญากาศระหว่างเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ววาเนเดียม 3% ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 ชั่วโมง กับอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม 5, 10, 15 sccm และไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียมที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป็ววาเนเดียม 150 วัตต์.....	72
5.4 สเปกตรัมการส่องผ่านแสงย่านตามองเห็นของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ววาเนเดียม คือ 3% จำนวน 1 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม 5, 10, 15 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอน ที่มีต่อ Transmittance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ใช้กำลังคลื่นวิทยุของเป็ววาเนเดียม 150 วัตต์.....	73
5.5 สมบัติการสะท้อนของแสงของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ววาเนเดียม คือ 3% ระยะเวลาในการปลูก 1 ชั่วโมง กับอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม 5, 10, 15 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนที่มีต่อ Reflectance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังคลื่นวิทยุ 150 วัตต์.....	74
5.6 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย FESEM โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป็ววาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ววาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมงที่ กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน ที่ (b) 10 sccm และ (c) 15 sccm.....	75

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
5.7 ภาพตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (b) 10 และ (c) 15 sccm.....	76
5.8 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม.....	77
5.9 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียมที่ 10 sccm.....	78
5.10 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 15 sccm....	79
5.11 ฟิล์มบางที่ทำการเคลือบด้วยกำลังงานวิทยุของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนของเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหล และมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (b) 10 และ (c) 20 sccm.....	80
5.12 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เวลา 15 ชั่วโมง โดยที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม, อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 10 และ 15 sccm ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์.....	81
5.13 ผลของการอบฟิล์มที่ใช้ในการเคลือบ 120 นาที ในระบบสุญญากาศระหว่างอัตราส่วนออกซิเจน 3% ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 10, 20 sccm และไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป่าวาเนเดียมที่ 150 วัตต์.....	82

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
5.14 สเปกตรัมการส่องผ่านแสงย่านตามองเห็นของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 3% จำนวน 2 ชั่วโมง กับอัตราการไหลของแก๊สของเป้าแมกนีเซียม 10, 20 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สที่มีต่อ Transmittance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์.....	83
5.15 สมบัติการสะท้อนของแสงของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 3% จำนวน 2 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10, 20 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนที่มีต่อ Reflectance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์.....	84
5.16 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) โดยฟิล์มบางที่มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3%ระยะเวลาในการ เคลือบ 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ (b) อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm.....	85
5.17 ภาพตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางที่มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ (b) อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm.....	85
5.18 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง.....	86
5.19 ตัวอย่าง EDX Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง โดยอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm.....	87
5.20 เปรียบเทียบผลของเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนที่ 3% เวลาที่ใช้ในการปลูก 60 นาที และ 120 นาที โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบางจาก XRD.....	89
5.21 เปรียบเทียบผลของเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนที่ 3% เวลาที่ใช้ในการปลูก 60 นาที และ 120 นาที ด้วยการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy.....	90
5.22 ฟิล์มบางที่ทำการเคลือบด้วยกำลังงานของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่ (a) ไม่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม และมีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม (b) 20, (c) 35 และ (d) 50 วัตต์.....	91

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
5.23 ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35 และ 50 วัตต์ ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวานาเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม 200 วัตต์.....	92
5.24 ผลของกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35, 50 วัตต์ และไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม 200 วัตต์.....	93
5.25 สเปกตรัมการส่องผ่านแสงย่านตามองเห็นของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 5% จำนวน 1 ชั่วโมง กับการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35, 50 วัตต์ และไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของที่มีผลต่อ Transmittance ของฟิล์มบาง.....	94
5.26 สมบัติการสะท้อนของแสงของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 5% จำนวน 1 ชั่วโมง กับการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35, 50 วัตต์ และไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมที่มีต่อ Reflectance ของฟิล์มบาง.....	95
5.27 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) โดยของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม 200 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวานาเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุบนเป้าแมกนีเซียม และมีกำลังคลื่นวิทยุบนเป้าแมกนีเซียมที่ (b) 20 วัตต์, (c) 35 วัตต์ และ (d) 50 วัตต์.....	96
5.28 ภาพตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม 200 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวานาเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 80K โดยที่ (a) ไม่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุบนเป้าแมกนีเซียม และมีกำลังคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม (b) 20 วัตต์, (c) 35 วัตต์ และ (d) 50 วัตต์.....	97
5.29 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวานาเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวานาเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม.....	98

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
5.30 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมงโดยกำลังของแหล่งกำเนิดที่เป้าแมกนีเซียม 20 วัตต์.....	99
5.31 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเป้าแมกนีเซียม 35 วัตต์.....	100
5.32 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 35 วัตต์.....	101

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติต่างๆของพันธะระหว่างวาเนเดียมกับออกซิเจนที่มีสัดส่วนที่แตกต่างกัน.....	5
3.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในโครงการพิเศษ.....	34
3.2 เงื่อนไขการปลูกฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่ทำการได้ไปด้วยแมกนีเซียมในขณะที่ทำ การปลูกด้วยเทคนิคโค-สปัตเตอริง.....	43
4.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ.....	48
4.2 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ป้อนด้วยแก๊สไนโตรเจน.....	52
4.3 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและเวลา.....	56
4.4 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการเพิ่มเวลาในการอบ.....	60
4.5 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการเปรียบเทียบการอบ.....	63
4.6 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการอบซ้ำ.....	65
5.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอนโดย เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม 60 นาที.....	69
5.2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน.....	77
5.3 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm.....	77
5.4 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 15 sccm.....	78
5.5 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอนโดย เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม 120 นาที.....	80
5.6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน.....	86
5.7 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่า แมกนีเซียม 10 sccm.....	87
5.8 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอนโดย เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม 60 นาที และ 120 นาที.....	88
5.9 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอนโดย ที่เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม คือ 5%.....	91
5.10 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิด คลื่นวิทยุของเป่าแมกนีเซียม.....	98

## สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
5.11 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 20 วัตต์.....	99
5.12 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 35 วัตต์.....	100
5.13 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 50 วัตต์.....	101



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
VO	Vanadium oxide
VO <sub>2</sub>	Vanadium dioxide
V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Vanadium(III) oxide
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Vanadium pentoxide
MgO	Magnesium oxide
°C	องศาเซลเซียส
g/mol	กรัมต่อโมล
V	วานเนเดียม
Mg	แมกนีเซียม
Ar	อาร์กอน
O	ออกซิเจน
N	ไนโตรเจน
C	คาร์บอน
MHz	เมกะเฮิรตซ์
FWHM	Full Width at Half Maximum
sccm	Standard Cubic Centimeter per Minute
nm	นาโนเมตร
μm	ไมโครเมตร
cm <sup>-1</sup>	Reciprocal centimeter
UV	รังสีอัลตราไวโอเล็ตหรือรังสียูวี (Ultraviolet)
%	เปอร์เซ็นต์ (Percent)
W	วัตต์
mbar	มิลลิบาร์
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
keV	กิโลอิเล็กตรอนโวลต์
H <sub>2</sub> O	น้ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ในปัจจุบันเนื่องด้วยสภาพอากาศที่มีอุณหภูมิสูงเป็นอย่างมากของประเทศไทยในช่วงฤดูร้อน ทำให้มีการใช้ไฟฟ้ามากขึ้นทั้งนี้เหตุผลที่ทำให้จำนวนการใช้ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นในช่วงหน้าร้อนนั้นเกิดจากการใช้เครื่องปรับอากาศที่มากขึ้น ซึ่งส่งผลเสียจากการใช้ไฟฟ้าที่มากขึ้นและการปล่อยก๊าซเรือนกระจกที่มีผลทำให้เกิดสภาวะโลกร้อน โดยล่าสุดได้มีการนำเสนอเทคโนโลยีหนึ่งเข้ามาเพื่อช่วยในการลดอุณหภูมิภายในอาคารซึ่งเรียกว่า กระจกอัจฉริยะหรือ Smart Windows เป็นนวัตกรรมการผลิตกระจกซึ่งสามารถแปรสภาพของโครงสร้างได้ตามการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิสิ่งแวดล้อมภายนอก เช่น สามารถลดทอนหรือป้องกันความร้อนของแสงอาทิตย์ที่ส่องผ่านเข้ามาภายในอาคาร นอกจากนี้ยังสามารถปรับความสว่างของแสงธรรมชาติได้เช่นกัน ผลดีที่ตามมาของการใช้กระจกประเภทนี้คือไม่ต้องติดตั้งมู่ลี่หรือผ้าม่านเพื่อบังแดด และไม่จำเป็นต้องเปิดหลอดไฟจำนวนมาก เทคโนโลยีจัดเป็นวิธีการลดการใช้พลังงานไฟฟ้าในอาคารได้วิธีหนึ่ง กระจกอัจฉริยะได้รับการพัฒนาขึ้นมาหลายหลากหลายชนิด เพื่อให้เหมาะสมกับการนำไปใช้งานในสถานการณ์ที่แตกต่างกัน โดยทั่วไปประเภทของกระจกอัจฉริยะที่มีการใช้งานในปัจจุบัน ได้แก่ Thermochromic, Photochromic , Suspended Particle Devices (SPD), Liquid Crystal, Electrochromic และ Reflective Hydrides โดยในโครงการพิเศษนี้ จะเน้นไปทางด้านกระจกอัจฉริยะแบบ Thermochromic ในรูปฟิล์มบางเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์ (Thermochromic VO<sub>2</sub> Thin Films)

เทคโนโลยีสปีตเตอร์เป็นหนึ่งในเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ ที่มีความเหมาะสมที่สุดสำหรับงานวิจัยและพัฒนาผลิตภัณฑ์ฟิล์มบางชนิดต่างๆ เนื่องจากกระบวนการนี้ใช้เคลือบฟิล์มได้หลากหลายชนิด เช่น ฟิล์มโลหะ อัลลอย แก้ว เซรามิก ฟิล์มสารกึ่งตัวนำ สามารถควบคุมความหนาของฟิล์มได้อย่างแม่นยำ และปรับแต่งคุณสมบัติของฟิล์มได้อย่างกว้างขวาง กลุ่มอุตสาหกรรมในประเทศไทยที่ใช้เทคโนโลยีการสปีตเตอร์ ได้แก่ ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ฮาร์ดดิสไดรฟ์ ยานยนต์ กระจกอาคาร ไยแก้วนำแสง และเซลล์แสงอาทิตย์ เป็นต้น

ปัจจุบันการเตรียมฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์สามารถเตรียมได้หลายวิธี ได้แก่กระบวนการสปีตเตอร์ กระบวนการโซลเจล การระเหยทางความร้อน และกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เป็นต้น ในแต่ละวิธีมีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกัน ในการทดลองนี้เราจะใช้วิธีการสปีตเตอร์ ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมฟิล์มบางมากที่สุดวิธีหนึ่ง ด้วยวิธีการเคลือบฟิล์มนี้มีการยึดเกาะระหว่างสารเคลือบกับแผ่นรองรับดีกว่าวิธีอื่น

สำหรับโครงการพิเศษนี้ในส่วนแรกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์จะถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีตเตอร์เพื่อศึกษาผลกระทบของกระบวนการอบที่มีผลต่อการเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปลี่ยนเฟสของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ ในการสังเคราะห์ฟิล์มจะมีการเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างแก๊สอาร์กอนและผลรวมของแก๊สทั้งหมดเพื่อนำไปอบแล้วศึกษาความแตกต่างของฟิล์มบางที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์มีโครงสร้างผลึกที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมแตกต่างกัน ขึ้นกับการเลือกใช้ในการประยุกต์ใช้งาน

หลังจากที่ได้ทำการศึกษาเงื่อนไขทั้งกระบวนการในการปลูกและการอบจนได้เงื่อนไขที่ทำให้ฟิล์มบางที่ใสมีโครงสร้างเป็น  $VO_2$  แล้ว ฟิล์มบางที่ได้จะถูกนำมาทำได้อุปกรณ์โค-สปัตเตอริง (Co-sputtering) ในส่วนของระบบโค-สปัตเตอริง (Co-sputtering) นั้นเป็นระบบสปัตเตอริงที่สามารถใช้เป้าสารเคลือบ (Target) ที่เป็นแหล่งกำเนิดไอออนสองชนิดพร้อมกันซึ่งสามารถทำให้ปลูกฟิล์มบางเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีการโด๊ป (Doping) สารแมกนีเซียม (Mg) โดยการเติมสารแมกนีเซียมเข้าไปในฟิล์มบางนั้นเพื่อที่จะทำการเพิ่มความใสของฟิล์มและทำการลดค่าอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงสถานะ (transition temperature) ของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อศึกษากระบวนการอบที่มีผลต่อการเปลี่ยนเฟสของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ โดยวิธีแอกทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง
- 2) เพื่อพัฒนาระบบโค-สปัตเตอริงในห้องปฏิบัติการและเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยระบบโค-สปัตเตอริง
- 3) เพื่อวัดและวิเคราะห์สมบัติฟิล์มบางที่เตรียมได้

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) เพื่อทำการศึกษาวิธีการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ โดยวิธีแอกทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง
- 2) เพื่อพัฒนาระบบโค-สปัตเตอริงและทำการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยระบบที่พัฒนาขึ้น
- 3) เพื่อทำการวัดและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy) สเปกโทรสโกปีของการส่องผ่านแสงในย่านยูวีและตามองเห็น (UV-Visible Transmission Spectroscopy) เทคนิครามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy) และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM)

## 1.4 ขั้นตอนการดำเนินการ

- 1) ศึกษาทฤษฎีและหลักการเบื้องต้นของการเคลือบฟิล์มบางด้วยเทคนิคแอกทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงและระบบโค-สปัตเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) ศึกษาหลักการการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงลึกของเทคนิคต่างๆ ที่นำมาใช้ในการวัดสมบัติของฟิล์มบาง
- 3) เคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง
- 4) พัฒนาระบบโค-สปัตเตอริงจากระบบเดิม และเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยระบบที่พัฒนาขึ้น
- 5) วิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างและองค์ประกอบของฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สเปกโทรสโกปีของการส่องผ่านแสงในย่านยูวีและตามองเห็น รามานสเปกโทรสโกปี และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
- 6) สรุปและวิเคราะห์ผลการทดลอง

### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) รู้และเข้าใจการเคลือบฟิล์มบางด้วยเทคนิครีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงและระบบโค-สปัตเตอริง
- 2) สามารถวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างและองค์ประกอบของฟิล์มบางได้

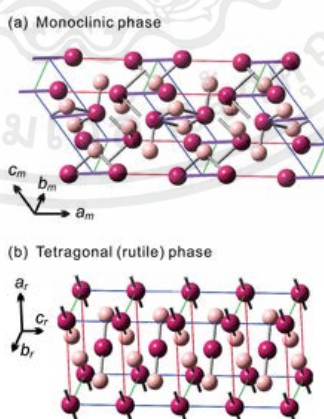
## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 พิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์

ฟิล์มบาง คือ ชั้นของวัสดุที่มีความหนาตั้งแต่ระดับนาโนเมตรถึงจนหลายไมโครเมตรที่เกิดจากกระบวนการเตรียมฟิล์มต่างๆ ฟิล์มบางถูกประยุกต์ใช้มากที่สุดในอุตสาหกรรมสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำและอุปกรณ์เชิงทัศนศาสตร์ (Optical component) การปลูกหรือการสร้างฟิล์มบางลงบนพื้นผิวของวัสดุรองรับ (substrate) มีวัตถุประสงค์ที่แตกต่างกัน

ในส่วนของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ วาเนเดียมและออกซิเจนสามารถมีการเกิดพันธะเคมีหลากหลายรูปแบบ ในแต่ละรูปแบบของการจัดเรียงตัวของอะตอมขึ้นอยู่กับสัดส่วนระหว่างวาเนเดียมกับออกซิเจนที่จะทำให้มีลักษณะของโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันไป เช่น  $\text{VO}_2$ ,  $\text{V}_2\text{O}_3$  และ  $\text{V}_2\text{O}_5$  โดย  $\text{V}_2\text{O}_5$  มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) นำไปประยุกต์กับงานทางด้านเทอร์โมอิเล็กทริก (Thermoelectric) และ สภาพการนำแสง (Photoconductivity) [21,17] ในขณะที่  $\text{VO}_2$  สามารถมีโครงสร้างทางผลึกเป็นได้ทั้งแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) และรูไทล์ (Rutile) ซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของสภาพแวดล้อม โดยเมื่ออุณหภูมิสูงเฟสของ  $\text{VO}_2$  จะเปลี่ยนจาก Monoclinic phase เป็น Rutile phase ดังรูปที่ 2.1 จะมีสมบัติการนำไฟฟ้าแบบสารกึ่งตัวนำที่อุณหภูมิห้อง และสามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Rutile ได้ สมบัติการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับโลหะเมื่อได้รับอุณหภูมิสูงจนถึงจุดวิกฤตค่าหนึ่งซึ่งมีค่าเพียง  $68^\circ\text{C}$  [18] ดังรูปที่ 2.2 ซึ่ง  $\text{VO}_2$  ที่มีโครงสร้างแบบ Rutile นี้สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดี  $\text{VO}_2$  จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นกระจกอัจฉริยะ (Smart window) [13,16,8] ซึ่งจะทำให้สามารถช่วยลดการใช้พลังงานของเครื่องปรับอากาศภายในห้องได้

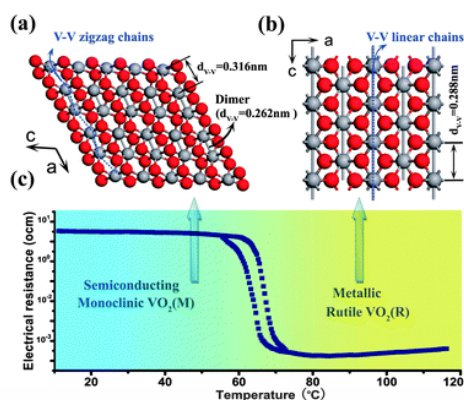


รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางผลึกของ  $\text{VO}_2$  โดยอุณหภูมิห้องจะมีโครงสร้างเป็น Monoclinic Phase และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโครงสร้างผลึกเปลี่ยนเป็น Rutile Phase [20]

(a) Low-temperature Monoclinic Phase (M1 phase)

(b) High-temperature Rutile Phase (R phase)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



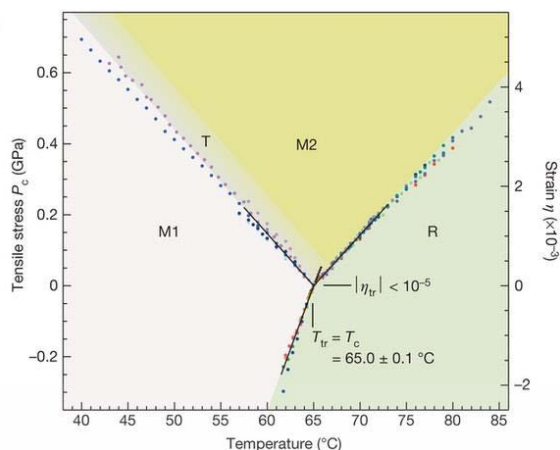
รูปที่ 2.2 การเปลี่ยนโครงสร้างของ  $\text{VO}_2$  เมื่ออุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลง [10]

ในปี 1985 นักวิทยาศาสตร์ชื่อ Granqvist [14] ได้นำเสนอว่า วาเนเดียมไดออกไซด์เป็นวัสดุหนึ่งที่มีคุณสมบัติที่เรียกว่า เทอร์โมโครมิก คือสามารถเปลี่ยนแปลงสีตามอุณหภูมิของสภาพแวดล้อมได้ซึ่งเวลาต่อมาได้มีการนำมาประยุกต์กับงานทางด้าน การลดการใช้พลังงานโดยเฉพาะอย่างยิ่ง Smart Windows โดยเมื่ออุณหภูมิของสภาพแวดล้อมสูงขึ้นถึง  $68^\circ\text{C}$  จะส่งผลทำให้มีการจัดเรียงอะตอมใหม่ เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากสภาพที่เป็นสารกึ่งตัวนำกลายเป็นโลหะ และสามารถเปลี่ยนกลับมาเป็นสารกึ่งตัวนำเช่นเดิมได้ เมื่ออุณหภูมิมียุคาลลดลง โดยสัดส่วนทางเคมี (Stoichiometry) ระหว่างวาเนเดียมกับออกซิเจนนั้นจะมีผลต่ออุณหภูมิทรานซิชัน ( $T_c$ ) ดังแสดงในตารางที่ 2.1 และเฟสไดอะแกรมของวาเนเดียมไดออกไซด์ แสดงดังรูปที่ 2.3

ตารางที่ 2.1 สมบัติต่างๆของพันธะระหว่างวาเนเดียมกับออกซิเจนที่มีสัดส่วนที่แตกต่างกัน

Materials	Crystal Structure	$T_c$ ( $^\circ\text{C}$ )	Melting Point ( $^\circ\text{C}$ )	Color
$\text{VO}_2(\text{M}_1)$	Monoclinic	67	1967	Dark blue
$\text{V}_2\text{O}_3$	Monoclinic	-105	1970	Black
$\text{V}_5\text{O}_9$ (R)	Tetragonal	-138		
$\text{V}_6\text{O}_{13}$	Monoclinic	-123	700	
VO		-147		Gray
$\text{V}_3\text{O}_7$	Monoclinic			
$\text{V}_2\text{O}_5$	Orthorhombic	375	685	Yellow

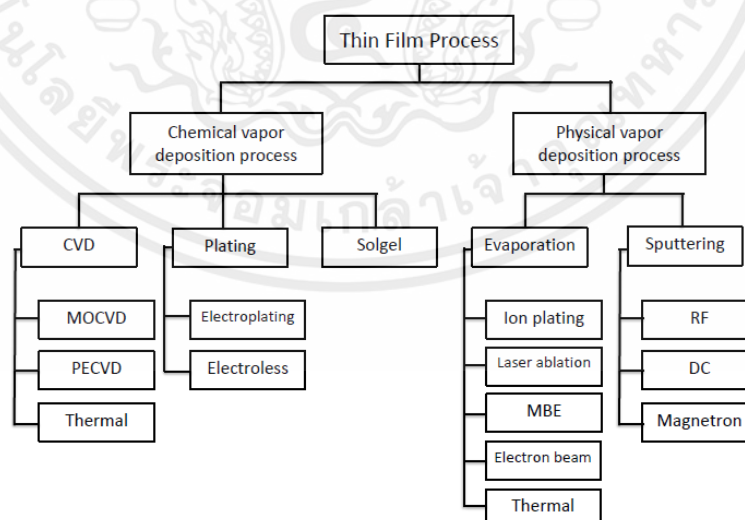
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 เฟสไดอะแกรมของวาเนเดียมไดออกไซด์

## 2.2 การเคลือบฟิล์มบาง [4]

การเคลือบฟิล์มบางเป็นกระบวนการที่มีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพหรือเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพที่ผิวของวัสดุให้ดีขึ้น โดยทำให้อาตอมที่ทำหน้าที่เป็นสารตั้งต้นหรือเป้าสารเคลือบ (target) เคลือบลงบนผิววัสดุรองรับ (substrate) จนเกิดเป็นฟิล์มบางที่มีความหนาในระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตร วิธีการเคลือบฟิล์มบางสามารถแบ่งได้ 2 วิธี คือ กระบวนการเคลือบไอเชิงฟิสิกส์ (Physical vapor deposition, PVD) กับกระบวนการเคลือบไอเชิงเคมี (Chemical vapor deposition, CVD) การเคลือบด้วยไอเชิงเคมี เป็นเทคนิคการเคลือบที่อาศัยปฏิกิริยาทางเคมีทำให้อาตอมที่อยู่ในสถานะไอตกลงมาเคลือบบนวัสดุรองรับ ส่วนการเคลือบด้วยไอเชิงฟิสิกส์เป็นเทคนิคการเคลือบที่ทำให้เป้าสารเคลือบกลายเป็นไอและตกลงมาเคลือบบนวัสดุรองรับ



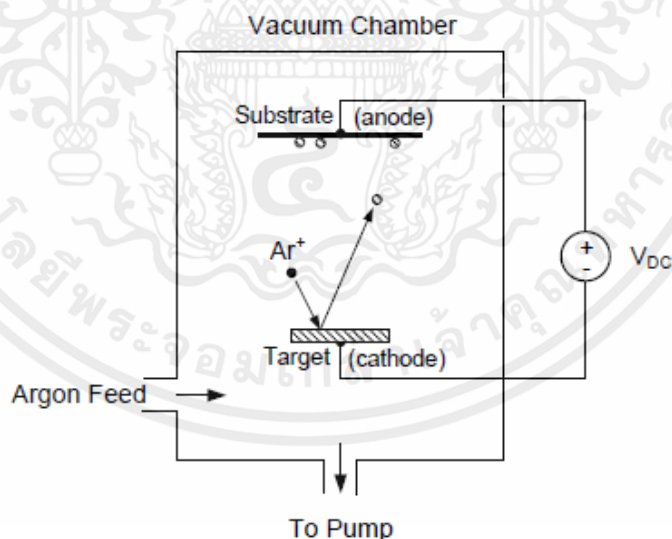
รูปที่ 2.4 กระบวนการเคลือบฟิล์มบางในรูปแบบต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสปัตเตอร์ริง เป็นกระบวนการที่อะตอมของเป้าสารเคลือบที่ต้องการเคลือบลงบนฐานรองรับถูกทำให้หลุดออกจากพื้นผิว เมื่อถูกชนด้วยไอออนหรืออนุภาคที่มีพลังงานสูง เกิดภายใต้สภาวะสุญญากาศโดยการป้อนแก๊สเฉื่อย ซึ่งจะใช้แก๊สอาร์กอน (Ar) ป้อนเข้ามาบริเวณผิวหน้าของเป้าสารเคลือบเกิดสภาวะพลาสมาไอออนบวกและไอออนที่เกิดขึ้นจะเข้าชนผิวของเป้าสารเคลือบ อะตอมที่ผิวของเป้าสารเคลือบจะหลุดออกมาตกลงบนพื้นผิวของฐานรองรับเกิดเป็นฟิล์มบาง โดยเมื่อมีการป้อนแก๊สนอกเหนือจากแก๊สเฉื่อยเข้าไป เช่น ออกซิเจนและไนโตรเจนจะทำปฏิกิริยาทางเคมี ทำให้ได้ฟิล์มบางของสารประกอบประเภทออกไซด์และไนไตรด์ โดยกระบวนการเตรียมฟิล์มบางวิธีนี้เรียกว่า Reactive sputtering สำหรับระบบสปัตเตอร์ริงที่ใช้กันในปัจจุบัน แบ่งตามความเหมาะสมแก่การใช้งานได้ 3 ชนิด คือ DC sputtering, RF sputtering และ Magnetron sputtering

### 2.2.1 DC sputtering

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ DC sputtering ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ววางขนานกัน ได้แก่ เป้าสารเคลือบจะเป็นขั้วแคโทด (cathode) ส่วนฐานรองรับเป็นขั้วแอโนด (anode) ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ไฟฟ้ากระแสตรงแรงดันสูงมากกว่า 1 kV จะถูกป้อนระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสองซึ่งวางอยู่ห่างกันประมาณ 2-3 cm ในภาชนะสุญญากาศ (vacuum chamber) โดยทั่วไป แก๊สอาร์กอนที่ความดัน 0.1-1torr จะถูกใช้เป็น sputtering gas



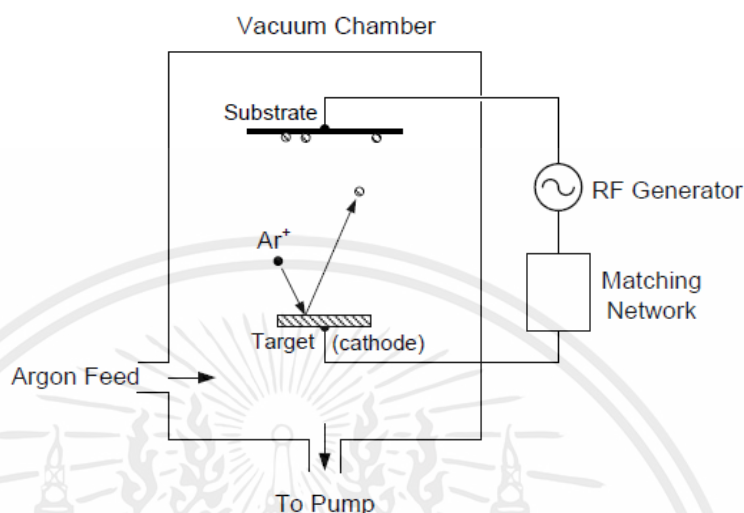
รูปที่ 2.5 DC sputtering [6]

พลาสมาจะเกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทุติยภูมิที่หลุดออกจากผิวของขั้วแคโทดถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้ากระแสตรงเข้าชนกับอะตอมของแก๊สอาร์กอน ทำให้แก๊สอาร์กอนแตกตัวเป็นพลาสมาด้วยกระบวนการ impact ionization ความหนาแน่นของกระแสไอออนที่ขั้วแคโทดจะมีค่าประมาณ 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\text{mA/cm}^2$  ระบบนี้ไม่สามารถใช้กับเป้าสารเคลือบที่เป็นฉนวนไฟฟ้าได้ เนื่องจากไฟฟ้ากระแสตรงไม่สามารถเดินทางผ่านฉนวนไฟฟ้าได้

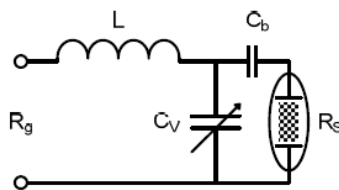
## 2.2.2 RF Sputtering



รูปที่ 2.6 RF sputtering [6]

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ RF sputtering มีโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.6 ประกอบด้วย ขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ววางขนานกัน ได้แก่ เป้าสารเคลือบจะเป็นขั้วแคโทด ส่วนฐานรองรับเป็นขั้วแอโนด เช่นเดียวกับแบบ DC sputtering แต่ใช้แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าเป็นความถี่คลื่นวิทยุกำลังสูง (แอมป์ลิจูดในช่วงระหว่าง 0.5 – 1 kV, ความถี่มากกว่า 0.1 MHz) ปกตินิยมใช้ความถี่ 13.56 MHz การใช้สนามไฟฟ้าความถี่สูงทำให้เพิ่มโอกาสในการชนกันระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของแก๊สเพื่อแตกตัวเป็นพลาสมาให้สูงขึ้น ดังนั้นระบบปลูกฟิล์มบางแบบ RF sputtering จึงสามารถทำงานได้ที่ความดันต่ำกว่าการณของ DC sputtering มาก กล่าวคือสามารถทำงานได้ที่ความดันระดับ 1 mtorr

การส่งคลื่นวิทยุความถี่สูงเข้าสู่ระบบ RF sputtering จำเป็นต้องใช้อุปกรณ์ปรับอิมพีแดนซ์ (impedance-matching network) เนื่องจากโดยทั่วไป RF power supply จะมีอิมพีแดนซ์ 50 โอห์ม ในขณะที่พลาสมาจะมีอิมพีแดนซ์ระหว่าง 1 – 10 กิโลโอห์ม ระบบปรับอิมพีแดนซ์โดยทั่วไปจะประกอบด้วยวงจร LC ที่มีตัวเหนี่ยวนำค่าคงที่ 1 ตัว ตัวเก็บประจุปรับค่าได้ 1 ตัว และตัวเก็บประจุค่าคงที่ที่เรียกว่า blocking capacitor 1 ตัว ต่ออยู่กับเป้าสารเคลือบ ดังแสดงในวงจรดังรูปที่ 2.7



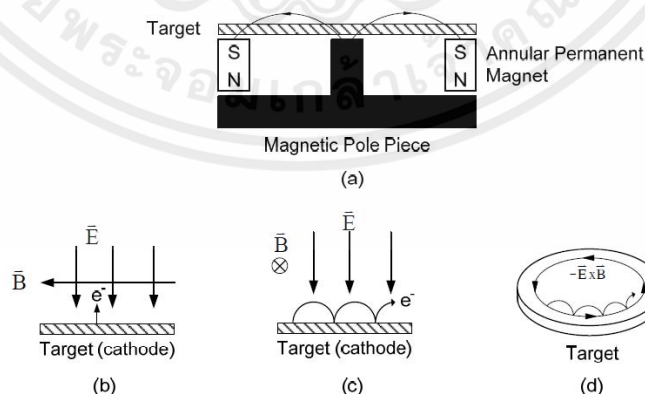
$R_g$ : impedance of rf-generator,  $C_v$ : variable capacitor  
 $R_s$ : impedance of rf-discharge,  $C_b$ : blocking capacitor

### รูปที่ 2.7 Impedance matching network [6]

สัญญาณความถี่คลื่นวิทยุจะต่อผ่านระบบปรับอิมพีแดนซ์เข้าสู่เป้าสารเคลือบ ซึ่งโดยทั่วไปจะมีพื้นที่ขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับฐานรองรับ และผนังภาชนะสุญญากาศที่ต่อเป็นกราวด์ ความไม่เท่ากันของพื้นที่ของขั้วไฟฟ้าทั้งสองจะเหนี่ยวนำให้เกิดศักย์ไฟฟ้ากระแสตรงที่เป็นลบ (negative dc bias) ขึ้นที่เป้าสารเคลือบ ด้วยขนาดเท่ากับแอมพลิจูดของโวลเตจของ RF power supply ศักย์ไฟฟ้านี้เป็นส่วนสำคัญที่ทำให้เกิดกระบวนการสปัตเตอริงขึ้นที่เป้าสารเคลือบ ถึงแม้สารตั้งต้นจะเป็นฉนวนไฟฟ้าก็ตาม

#### 2.2.3 Magnetron Sputtering

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ Magnetron sputtering ได้รับการพัฒนาขึ้นตั้งแต่ปี 1970 เป็นระบบที่มีอัตราการปลูกฟิล์มสูงในสภาวะสุญญากาศความดันต่ำ จึงทำให้สามารถลดปัญหาการปนเปื้อนลงไปได้มาก ระบบ Magnetron sputtering จะมีการใช้สนามแม่เหล็กร่วมกับสนามไฟฟ้าทั้งแบบกระแสตรง (DC) หรือสนามไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุ (RF) ทำให้แก๊สแตกตัวเป็นพลาสมาได้ง่ายขึ้น โครงสร้างของระบบปลูกฟิล์มบางแบบ Magnetron sputtering มีหลายรูปแบบ แต่ที่นิยมใช้และผลิตในเชิงการค้ามีโครงสร้างดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 Magnetron Sputtering (a) โครงสร้างของ Magnetron Sputtering แบบ DC หรือ RF (b) - (d) ทิศของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กและการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงสร้างดังรูปประกอบด้วยสนามไฟฟ้าในทิศทางตั้งฉากกับเป้าสารเคลือบ ร่วมกับสนามแม่เหล็กในทิศทางตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าและขนานกับพื้นผิวของเป้าสารเคลือบ อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกกักกัน (trapping) โดยสนามแม่เหล็กทำให้เคลื่อนที่อยู่เหนือพื้นผิวของเป้าสารเคลือบขึ้นไปเล็กน้อย ผลของการกักกันอิเล็กตรอนเหล่านี้จะทำให้เกิดพลาสมาที่มีความหนาแน่นสูงบริเวณพื้นผิวของเป้าสารเคลือบ ดังนั้นการใช้สนามแม่เหล็กร่วมกับระบบปลูกฟิล์มบางแบบ DC sputtering และ RF sputtering จะช่วยให้ระบบทั้งสองมีประสิทธิภาพสูงขึ้น

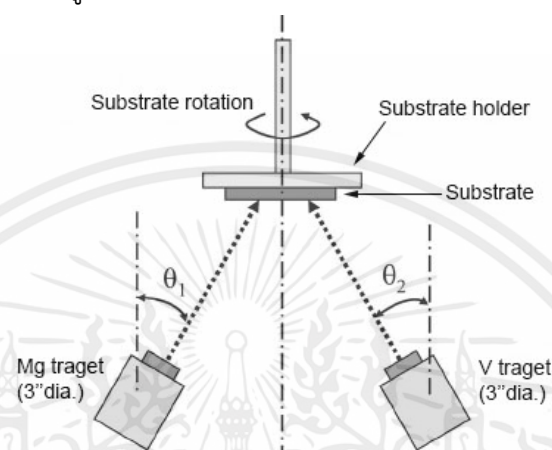
ผลของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กที่ตั้งฉากกันจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในทิศทาง  $-ExB$  ร่วมกับการเคลื่อนที่แบบ cycloid (cycloidal motion) ดังแสดงในรูปที่ 2.8 (c) และ (d) ขนาดของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กจะมีส่วนสำคัญต่อการกักกันอิเล็กตรอนไว้เหนือเป้าสารเคลือบ เช่น ในระบบ DC magnetron sputtering ป้อนศักย์ไฟฟ้า 600 V แก่ target ร่วมกับสนามแม่เหล็กขนาด 165 G จะทำให้อิเล็กตรอนถูกกักกันอยู่เหนือพื้นผิวเป้าสารเคลือบภายในระยะ 0.5 cm เป็นต้น ในทางปฏิบัติจะใช้สนามแม่เหล็กที่มีความเข้มอยู่ระหว่าง 200 – 500 G ร่วมกับศักย์ไฟฟ้า 300 – 700 V ต่ำกว่าเมื่อไม่มีสนามแม่เหล็กประมาณ 10 เท่า (Waits, 1978) ที่ความดันระหว่าง 0.5 – 30 mtorr ซึ่งจะทำให้เกิดกระแสไอออนที่เป้าสารเคลือบระหว่าง 4 – 60 mA/cm<sup>2</sup> โดยทั่วไป RF magnetron sputtering จะมีประสิทธิภาพต่ำกว่า DC magnetron sputtering ประมาณครึ่งหนึ่ง แต่อย่างไรก็ตาม RF magnetron sputtering มีความจำเป็นในการสเปคเตอร์วัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้า

#### 2.2.4 Co-Sputtering

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ Co-Sputtering คือ ระบบที่สามารถใช้เป้าสารเคลือบสารสองชนิดหรือมากกว่านั้นในกระบวนการสเปคเตอร์ได้ โดยการที่สามารถใช้เป้าสารเคลือบได้มากกว่าหนึ่งชนิดในกระบวนการได้นั้นทำให้ระบบนี้ทำการสังเคราะห์ฟิล์มที่มีการผสมกันระหว่างสารสองชนิดได้ภายในการทำกระบวนการเพียงครั้งเดียว ทั้งนี้ยังสามารถควบคุมปริมาณของสารที่จะทำการเคลือบสองชนิดให้มีความแตกต่างกันได้โดยการจ่ายกำลังจากแหล่งจ่ายให้เป้าสารเคลือบทั้งสองในขนาดที่แตกต่างกัน อีกทั้งยังสามารถทำการสร้างชั้นฟิล์มให้แต่ละชั้นมีความแตกต่างของเนื้อสารได้โดยการทำการสเปคเตอร์เป้าสารเคลือบแต่ละชนิดสลับกันซึ่งสามารถกำหนดความหนาของแต่ละชั้นได้จากเวลาที่ใช้ในการสเปคเตอร์

การใช้เป้าสารเคลือบหลายอันในการสเปคเตอร์จริง ช่วยให้มีการเปลี่ยนแปลงในองค์ประกอบของสารในเนื้อฟิล์ม เทคนิคการโค-สเปคเตอร์จริงเป็นการเคลือบพร้อมกันจากเป้าสารเคลือบสเปคเตอร์หลายตัว ยกตัวอย่างเช่น การโค-สเปคเตอร์จริงช่วยในการสังเคราะห์วัสดุที่ไม่สามารถผลิตได้ในทางเทคนิคหรือผลิตโลหะที่เป็นเป้าสารเคลือบเดียว ซึ่งความสามารถในการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบเป็นข้อได้เปรียบของเทคนิคนี้

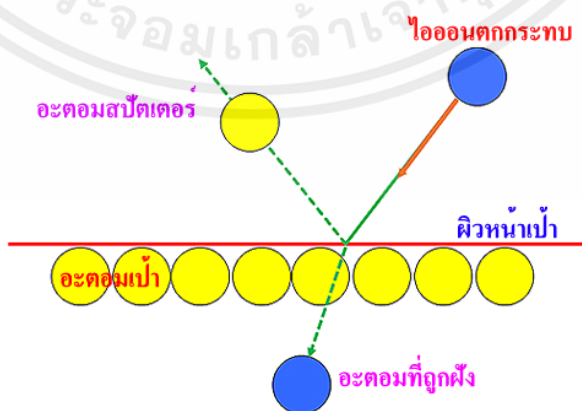
การใช้งานทางเทคนิคของระบบโค-สปัตเตอร์ขึ้นอยู่กับการจัดวางแผ่นฐานรอง โดยรูปแบบทั่วไปที่มักใช้กันในระบบโค-สปัตเตอร์นั้นจะเป็นการจัดวางแบบ Co-Sputtering ซึ่งเป็นรูปแบบของการจัดวางหัวแมกนีตรอนให้ทำมุมค่าหนึ่งเพื่อให้ระนาบของหน้าเป้าสารเคลือบนั้นตรงไปที่แผ่นฐานรอง ในส่วนของแผ่นฐานรองนั้นจะต้องทำการหมุนเพื่อที่จะทำให้ฟิล์มที่ทำการเคลือบมีความสม่ำเสมอมากขึ้นและยังช่วยให้ฟิล์มมีการฟอร์มตัวได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งการจัดวางแบบ Co-Sputtering นั้นจะมีลักษณะดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 การจัดระบบแบบ Co-Sputtering

### 2.3 กระบวนการเกิดการสปัตเตอร์

การสปัตเตอร์ (sputter) เป็นกระบวนการทางฟิสิกส์อย่างหนึ่งที่เกิดขึ้นเมื่อผิวหน้าของวัสดุใดๆ ถูกชนหรือถูกกระแทกด้วยอนุภาคพลังงานสูง เช่น ไอออนที่มีความเร็วอนุภาคของวัสดุที่อยู่ผิวหน้าของวัสดุนั้นๆ หรืออะตอมที่ผิวของแข็งจะถูกกระเจิงออกมาเนื่องจากการชนระหว่างอะตอม กระบวนการนี้จะเกิดขึ้นจากการถ่ายทอดโมเมนตัมของอนุภาคพลังงานสูงที่วิ่งเข้าชนกับอนุภาคของวัสดุที่ถูกชนดังรูปที่ 2.10 องค์ประกอบของการสปัตเตอร์ ได้แก่ เป้าสารเคลือบและอนุภาคไอออนพลังงานสูง



รูปที่ 2.10 กระบวนการสปัตเตอร์เชิงฟิสิกส์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในกระบวนการสเปกโตรเมทรีเป่าสารเคลือบทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบนแผ่นรองรับโดยอนุภาคพลังงานสูง ซึ่งจะวิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบแล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมาปกต้อนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่างๆแต่การให้อนุภาคที่เป็นกลางมีพลังงานสูงเกิน 10eV เพื่อใช้ในกระบวนการสเปกโตรเมทรีทำได้ค่อนข้างยากวิธีการหนึ่งที่นิยม คือ การเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมระดับพลังงานไอออนได้ตามต้องการ อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่เกิดได้ง่ายและสามารถเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้ แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าอะตอมของสารเคลือบมากทำให้การถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมต่ออะตอมสารเคลือบเป็นไปอย่างไม่มีประสิทธิภาพ และไม่สามารถทำให้กระบวนการสเปกโตรเมทรีเกิดขึ้นได้ตามทฤษฎีทางฟิสิกส์การชนระหว่าง 2 อนุภาคที่มีการส่งถ่ายพลังงาน และโมเมนตัมดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากัน ดังนั้นเราจึงเลือกการเร่งไอออนของแก๊ส ในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลือบ ซึ่งทำให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความ ต้องการ

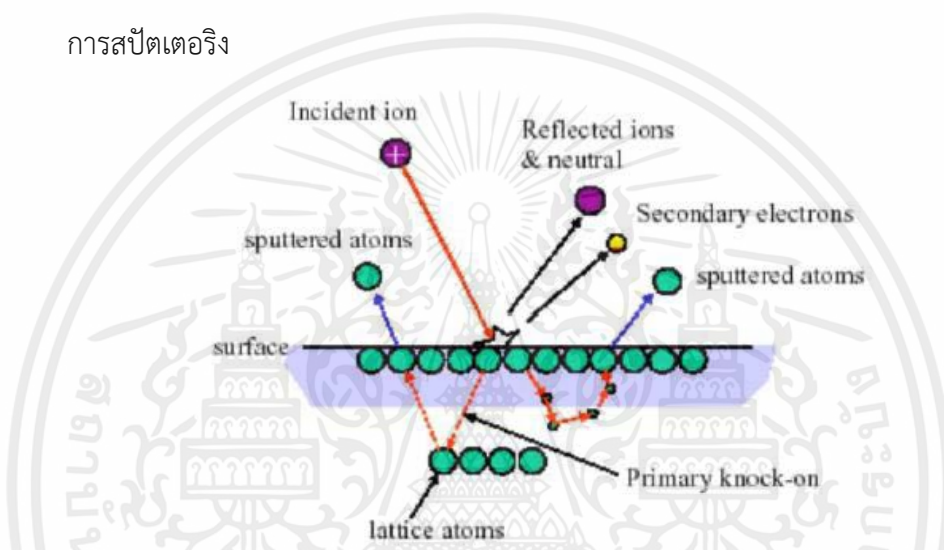
อนุภาคพลังงานสูงในระบบสเปกโตรเมทรีนี้จะถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ทั้งนี้สามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือผลิตจากการโค้งดิสราร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสเปกโตรเมทรีทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโค้งดิสราร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

### 2.3.1 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ

ถึงแม้ว่าการสเปกโตรเมทรีจะมีเป้าหมายเพื่อทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา แต่อย่างไรก็ตามเมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะส่งผลทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ ดังรูปที่ 2.11 ได้แก่ การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง การฝังตัวของไอออน การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวสารเคลือบและการสเปกโตรเมทรีการชนของไอออนที่ผิวหน้าเป้าสารเคลือบ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

- การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected ions and neutrals) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้า ซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้า อันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ
- การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary electron emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบ ถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ

- การฝังตัวของไอออน (Ion implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้น ไอออนอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในแผ่นทองแดง
- การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวสารเคลือบ การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่ และเกิดความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (Lattice defect)
- การสปีดเตอร์การชนของไอออนที่ผิวเป้าสารเคลือบอาจทำให้เกิดกระบวนการชนแบบต่อเนื่อง อันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบซึ่งเรียกว่า กระบวนการสปีดเตอร์จริง



รูปที่ 2.11 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ [9]

### 2.3.2 การกำเนิดพลาสมา (Plasma Generation)

พลาสมาหรือโกลด์ิสซาร์จถูกใช้อย่างแพร่หลายในกระบวนการทำฟิล์มบางต่างๆ เช่น ระบบสปีดเตอร์พลาสมาเอตซิงไอออนอิมเพลนเตชัน เป็นต้น กระบวนการทั้งหมดวางอยู่บนพื้นฐานในการสร้างพลาสมาและสมบัติของพลาสมา จึงทำให้สมบัติของฟิล์มนั้นมีความสัมพันธ์โดยตรงกับสมบัติของพลาสมา

พลาสมาเกิดขึ้นเนื่องจากอะตอมของแก๊สได้รับพลังงานจึงทำให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออนหรือทำให้อะตอมนั้นอยู่ในสภาวะถูกกระตุ้น (Excited Atom) ดังนั้นภายในพลาสมาจึงประกอบด้วยอนุภาคหลักๆ คือ Positive Ion ( $A^+$ ), Electron ( $e$ ), Excited Atom ( $A^*$ ) รวมทั้งอะตอมของแก๊สที่ไม่เกิดการแตกตัว ( $A$ ) โดยกระบวนการหลักๆที่ทำให้แก๊สเกิดการแตกตัวนั้นคือ electron-impact ionization ซึ่งก็คือการชนของอิเล็กตรอนที่มีพลังงานกับอะตอมแก๊ส โดยอิเล็กตรอนจะดูดกลืนพลังงานจากแหล่งกำเนิดสนามไฟฟ้าที่ป้อนให้กับระบบแล้วถ่ายเทให้กับอะตอมแก๊สด้วยการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (เป็นการชนที่ทำให้เกิดการถ่ายเทพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนไปสู่

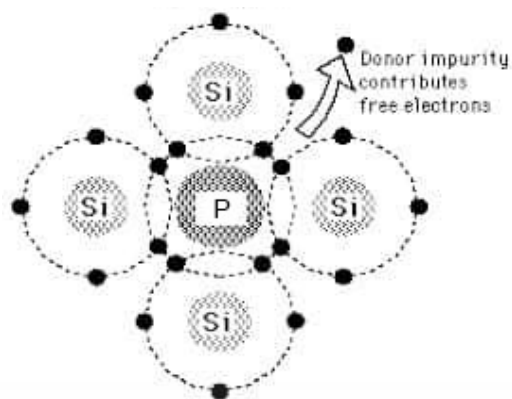
อะตอมของแก๊สในรูปของพลังงานศักย์เพื่อใช้สำหรับการแตกตัวเป็นไอออน) ซึ่ง electron-impact ionization เป็นกระบวนการที่สำคัญที่ทำให้สภาวะความเป็นพลาสมาคงอยู่ต่อไปได้

โอกาสหรือความน่าจะเป็นที่อะตอมของแก๊สภายในระบบจะเกิดการแตกตัวเป็นไอออนขึ้นอยู่กับปัจจัยหลักๆ สองอย่างด้วย คือ พลังงานของอิเล็กตรอน และความน่าจะเป็นที่อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่เข้าชนกับอะตอมของแก๊ส ซึ่งโอกาสในการชนขึ้นอยู่กับขนาดของอะตอมแก๊ส โดยถ้าขนาดของอะตอมของแก๊สมิขนาดใหญ่มากก็จะมีโอกาสในการชนกับอิเล็กตรอนมากขึ้น แต่ในบางกรณีอย่างเช่น การแยกพันธะของ  $H_2$  gas ให้กลายเป็น H-atom ด้วย electron-impact dissociation นั้นโอกาสในการชนนั้นมีค่อนข้างน้อย ทั้งนี้เกิดขึ้นเนื่องจากขนาดโมเลกุลของ  $H_2$  นั้นมีขนาดเล็ก การเพิ่มโอกาสทำได้โดยใช้อุณหภูมิพลังงานเพียงพอกับ H-H bond และมีขนาดใหญ่กว่าอิเล็กตรอน ซึ่งอนุภาคที่เหมาะสมดังกล่าวคือ excited state ของอาร์กอน ( $Ar^*$ ) ซึ่งเรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่า Penning Effect โดยแหล่งกำเนิดของพลังงานที่จะให้กับอิเล็กตรอนหรือการกระตุ้นให้เกิดการแตกตัวของแก๊สที่สนใจมีอยู่ด้วยกัน 3 ลักษณะ คือ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Source) คลื่นความถี่วิทยุ (Radio wave Frequency) และคลื่นไมโครเวฟ (Microwave)

## 2.4 การเติมสารเจือในสารกึ่งตัวนำ (Doping)

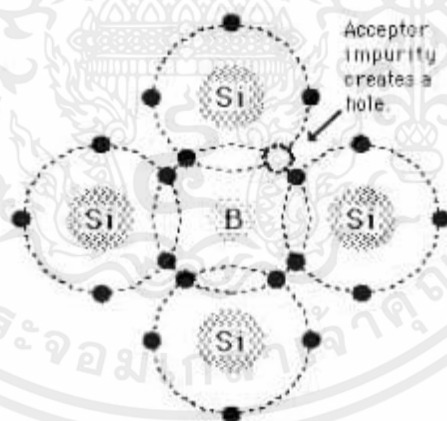
การเติมสารเจือลงในสารกึ่งตัวนำหรือการโด๊ป (Doping) คือการเติมอะตอมของสารชนิดอื่นลงไปในเรื่องสารกึ่งตัวนำเรียกอะตอมสารที่เติมลงไปนี้เป็นอะตอมของสารเจือปน (impurity) โดยการเติมอะตอมแปลกปลอมเข้าไปนั้นจะทำให้สารกึ่งตัวนำนั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงทั้งด้านโครงสร้างของแถบพลังงานและทางด้านคุณสมบัติทางไฟฟ้าและทางแสงโดยที่ในการที่จะเติมอะตอมสารเจือเข้าไปนั้นจำเป็นที่จะต้องคำนึงถึงขนาดของอะตอมของธาตุชนิดนั้นให้มีขนาดที่เหมาะสมกับอะตอมของสารกึ่งตัวนำที่ต้องการจะนำมาทำการโด๊ป ซึ่งรูปแบบของการเติมสารเจือปนนั้นมีอยู่สองประเภทคือ การเติมสารเจือเพื่อเพิ่มอิเล็กตรอนอิสระ (Donor impurities) การเติมอะตอมสารเจือเพื่อเพิ่มโฮลส่วนเกิน (Acceptor impurities)

การเติมสารเจือเพื่อเพิ่มอิเล็กตรอนอิสระ (Donor impurities) คือการเติมอะตอมของสารที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนมากกว่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของ Host atom ซึ่งจะทำให้ในระหว่างการสร้างพันธะระหว่างอะตอมของสารเจือกับอะตอมของสารกึ่งตัวนำจะทำให้เหลืออิเล็กตรอนที่ไม่ได้ทำการจับพันธะกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระส่วนเกิน (Extra free electron) ตัวอย่างเช่นการเติมอะตอมของฟอสฟอรัสเข้าไปในซิลิกอนโดยที่ฟอสฟอรัสมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่มากกว่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของซิลิกอน เมื่อทำการจับพันธะแล้วจะทำให้เหลืออิเล็กตรอนอยู่ ดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 การได้ปซิลิกอนด้วยฟอสฟอรัส

การเติมอะตอมสารเจือเพื่อเพิ่มโฮลส่วนเกิน (Acceptor impurities) คือการเติมอะตอมของสารที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนน้อยกว่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของ Host atom ซึ่งจะทำในระหว่างการสร้างพันธะระหว่างอะตอมของสารเจือกับอะตอมของสารกึ่งตัวนำจะทำให้จำนวนอิเล็กตรอนไม่พอที่จะทำพันธะกันทั้งหมดจึงทำให้เกิดช่องว่างขึ้นโดยจะทำการเรียกช่องว่างดังกล่าวว่าโฮล (Hole) ซึ่งเมื่อเกิดโฮลขึ้นจะทำให้สารกึ่งตัวนำดังกล่าวอยู่ในสภาวะขาดอิเล็กตรอนและพร้อมที่จะรับอิเล็กตรอนเข้ามาได้ทุกเมื่อ ตัวอย่างเช่นการเติมอะตอมของโบรอนเข้าไปในซิลิกอนโดยที่โบรอนมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่น้อยกว่าวาเลนซ์อิเล็กตรอนของซิลิกอน เมื่อทำการจับพันธะแล้วจะทำให้เกิดโฮลขึ้น ดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 การได้ปซิลิกอนด้วยโบรอน

## 2.5 กระบวนการอบ (Annealing Process)

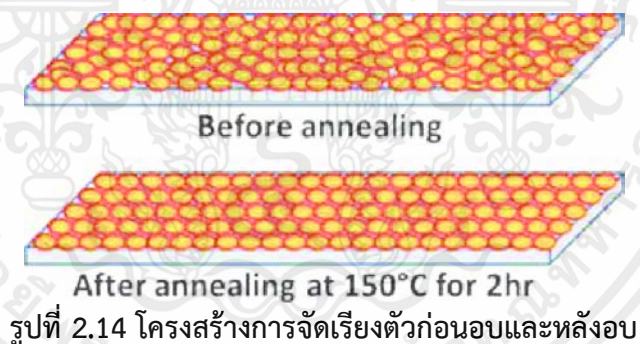
กระบวนการอบหรือการอบอ่อน มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับสมบัติของวัสดุให้มีความสม่ำเสมอตลอดชิ้นงาน ปรับขนาดของผลึกให้ละเอียดขึ้น ทำให้วัสดุอ่อนตัวลง ทำให้วัสดุมีคุณสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กสม่ำเสมอ หรือในบางกรณีอาจช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการรับแรงเฉือนของวัสดุ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้การอบอ่อนยังสามารถนำมาใช้เพื่อลดความเครียดในวัสดุหากวัสดุมีความเครียดมากอาจทำให้เกิดความบกพร่องของผลึกได้

การอบอ่อนนั้นเป็นการให้ความร้อน (Heating) และปล่อยให้เย็นตัว (Cooling) โดยใช้ อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สมบัติตามต้องการ โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนนั้นขึ้นอยู่กับ วัสดุที่เลือกใช้ เมื่อวัสดุได้รับความร้อน อะตอมจะมีการเคลื่อนที่เพราะได้รับพลังงานจาก ความร้อน นั้น ทำให้เกิดการก่อตัวเป็นผลึกได้และเมื่อปล่อยให้เย็นตัวอย่างช้าๆ ก็จะทำให้กลุ่มของผลึกจับตัวกัน เป็นผลึกขนาดใหญ่ขึ้น โดยการอบอ่อนนั้นสามารถทำได้ในรูปแบบที่ต่างกันของบรรยากาศการ อบได้แก่บรรยากาศปกติ ใช้แก๊สเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับแก๊สชนิดอื่น ๆ ที่ไม่ต้องการ หรือ อาจจะทำการอบในสุญญากาศ เป็นต้น

การอบอ่อนในบรรยากาศปกติมักจะเป็นตัวเลือกที่ถูกใช้บ่อยที่สุดเพราะกระบวนการนั้น มี ราคาถูก แต่มีข้อเสียคือพื้นผิวของชิ้นงานจะถูกออกซิไดซ์ซึ่งทั่วไปหมายถึงการเปลี่ยนแปลงสีของ ชิ้นงาน แต่การอบอ่อนโดยใช้แก๊สป้องกัน หรือภายใต้สุญญากาศจะไม่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือ ปฏิกิริยาอื่น ๆ ที่ไม่พึงประสงค์ทำให้พื้นผิวของชิ้นงานยังคงเดิมซึ่งการอบอ่อนวิธีนี้เรียกว่า Bright Annealing การอบอ่อนในสุญญากาศยังมีข้อได้เปรียบในด้านการควบคุมการให้ความร้อนและการ เย็นตัวของชิ้นงาน นอกจากนี้หลังจากทำการอบอ่อนในสุญญากาศยังสามารถใช้แก๊สไนโตรเจน หรือ แก๊สอาร์กอนในการทำให้เย็น ตัวอย่างรวดเร็วเมื่อเปรียบเทียบกับการอบอ่อนในบรรยากาศปกติหรือ เรียกว่า การใช้แก๊สป้องกัน [5]



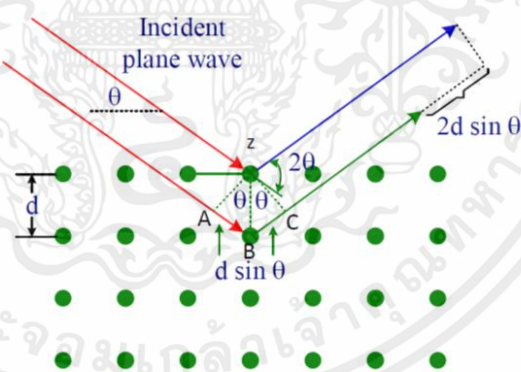
## 2.6 เทคนิคการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบาง

เทคนิคที่ใช้ในการประเมินคุณภาพของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ที่ใช้ในโรงงานพิเศษนี้ ประกอบด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ สเปกโทรสโคปีของรามาน สเปกโทรสโคปีของรังสี อินฟราเรด และสเปกโทรสโคปีของการส่งผ่านแสงย่าน UV ถึงย่านตามองเห็น โดยข้อมูลที่ได้จากการ วิเคราะห์ XRD pattern อย่างละเอียด คือ ชนิดและปริมาณของ phase ต่างๆที่เป็นองค์ประกอบอยู่ ในฟิล์ม lattice constant และ grain size ส่วนสเปกโทรสโคปีของรามานและของรังสีอินฟราเรดจะ ระบุ atomic-bonding structure ของฟิล์มบาง ในขณะที่สเปกโทรสโคปีของการส่งผ่านแสงย่าน

UV ถึงย่านตามองเห็นใช้สำหรับการบ่งบอกเปอร์เซ็นต์ของการส่องผ่านแสง ซึ่งแต่ละเทคนิคมีหลักการดังต่อไปนี้

### 2.6.1 การวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่างๆในปีค.ศ. 1913 เซอร์ ดับบลิว เอช แบรกก์ หรือ วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษได้ศึกษาการเลี้ยวเบนโดยใช้รังสีเอกซ์ ซึ่งอาศัยหลักการของการแทรกสอดของคลื่นรังสีเอกซ์ โดยรังสีเอกซ์ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานสูงเกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งในสนามไฟฟ้าให้มีพลังงานสูงแล้ววิ่งชนเป้าซึ่งทำด้วยโลหะหนัก ผลของการชนก่อให้เกิดรังสีเอกซ์ 2 ชนิด คือ รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuous X-ray) กับรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic X-ray) รังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน (Diffraction) เมื่อผ่านช่องว่างระหว่างอะตอมในผลึก และเมื่อคลื่นผ่านโครงสร้างผลึกออกมาจะเกิดการแทรกสอด (Interference) ทั้งแบบเสริมและหักล้างกัน ดังรูปที่ 2.15 ซึ่ง วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ (William Henry Bragg) นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษได้ตั้งกฎการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในโครงสร้างผลึกไว้ว่า รังสีเอกซ์จะแทรกสอดกันแบบเสริมมากที่สุดเมื่อมีการกระเจิงออกจากแต่ละระนาบด้วยความแตกต่างของทางเดินคลื่น (Path different) เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ เรียกกฎนี้ว่า กฎของแบรกก์ (Bragg's law) [9]



รูปที่ 2.15 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ที่ระนาบของผลึกและให้ผลต่างทางเดินแสงเท่ากับ  $2d\sin\theta$

จากรูปที่ 2.15 ให้รังสีตกกระทบทั้ง 2 ลำมีเฟสตรงกันทำมุม  $\theta$  กับระนาบ รังสีที่หนึ่งกระทบกับระนาบบนและสะท้อนออกมาทำมุม  $\theta$  กับระนาบ ส่วนรังสีที่สองกระทบกับระนาบถัดไปและสะท้อนออกมาทำมุม  $\theta$  กับระนาบที่สอง โดยรังสีลำที่สองจะเคลื่อนที่เป็นระยะทางเพิ่มขึ้น  $AB+BC$  แทรกสอดกับคลื่นลำที่หนึ่ง ซึ่งคลื่นทั้งสองลำอาจแทรกสอดแบบเสริม แบบหักล้างหรือแบบ

ไม่ตรงเฟสกันก็ได้ แต่ถ้าจะให้มีการแทรกสอดแบบเสริมกันระยะทางที่คลื่นเคลื่อนที่ขึ้นมาขึ้นนั้นจะต้องเท่ากับจำนวนเต็ม คูณกับความยาวคลื่น ดังสมการต่อไปนี้

$$n \lambda = AB + BC \quad (2.2)$$

พิจารณาสภาพเหลี่ยมมุมฉาก ABz จะได้

$$AB = d \sin \theta \quad (2.3)$$

เนื่องจาก ดังนั้นสมการที่ (2.3) เปลี่ยนได้เป็น

$$n \lambda = 2AB \quad (2.4)$$

แทนค่าจากสมการที่ (2.3) ลงในสมการที่ (2.4) จะได้

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (2.5)$$

ดังนั้นสมการ (2.5) จึงเรียกว่า กฎของแบรกก์ (Bragg's law)

เมื่อ  $n$  คือ ลำดับของการเลี้ยวเบน มีค่าตั้งแต่ 1,2,3,...

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

$d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

$\theta$  คือ มุมสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอกซ์ ซึ่งจะเท่ากับมุมตกกระทบ

การแทรกสอดของรังสีจะเกิดขึ้นเฉพาะเมื่อรังสีเคลื่อนที่ผ่านระนาบเฉพาะเท่านั้น ระนาบใดๆไม่สามารถก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาอย่างสอดคล้องกับกฎของแบรกก์เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) ซึ่งมีค่าเป็นสองเท่าของมุมสะท้อน ความเข้ม (Intensity) ของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆจะถูกตรวจหาด้วย X-ray diffraction meter นำค่าทั้งสองที่บันทึกไว้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้เรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) แสดงในรูปที่ 2.16 ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะตัวสำหรับธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกัน จากการเลี้ยวเบนแล้วแทรกสอดกันแบบเสริม ความเข้มของรังสีเอกซ์ก็จะมีค่ามากซึ่งจะสังเกตได้จากพีคในรูปแบบการเลี้ยวเบน และพีคเหล่านี้จะปรากฏที่มุมเลี้ยวเบนเดิมเสมอสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน นอกจากนี้ความกว้างของพีคยังมีความสัมพันธ์กับขนาดของเม็ดผลึก

คำนวณขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้น โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ 2.6

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.6)$$

เมื่อ  $D$  คือ ขนาดของเม็ดผลึก (นาโนเมตร)

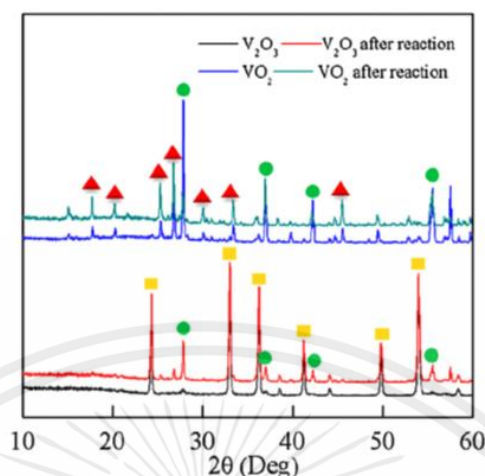
$k$  คือ ค่าคงที่ของเซอร์เรอร์ คือ 0.9

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (0.154 นาโนเมตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\beta$  คือ Full Width at Half Maximum (เรเดียน)

$\theta$  คือ มุมสะท้อน (องศา)



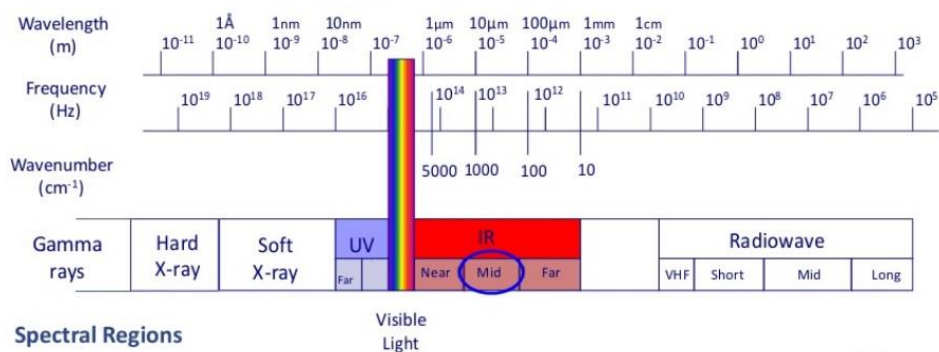
รูปที่ 2.16 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ วัสดุที่มีสัดส่วนของวาเนเดียมกับออกไซด์ต่างกัน [9]

### 2.6.2 เครื่องตรวจสมบัติทางแสงในย่านยูวีถึงย่านตามองเห็น

UV – Vis spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงในช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืน โดยทำการฉายแสงผ่านตัวอย่างที่วางอยู่บนแท่น ความยาวคลื่นแสงมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ซึ่งโดยส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และสารประกอบเชิงซ้อนที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ ในปัจจุบัน UV – Vis spectrophotometer ได้รับการพัฒนาให้มีขนาดเล็กลงและมีความไวขึ้น ทำให้ได้ผลลัพธ์ที่ถูกต้องและแม่นยำมากยิ่งขึ้น รวมไปถึงการพัฒนาโปรแกรมที่ใช้ควบคู่กับเครื่องมือในการวิเคราะห์และการฟังกต์ด้วยเทคนิคอื่นๆ ทำให้สามารถนำไปใช้งานได้กว้างขึ้น

#### 2.6.2.1 Visible light

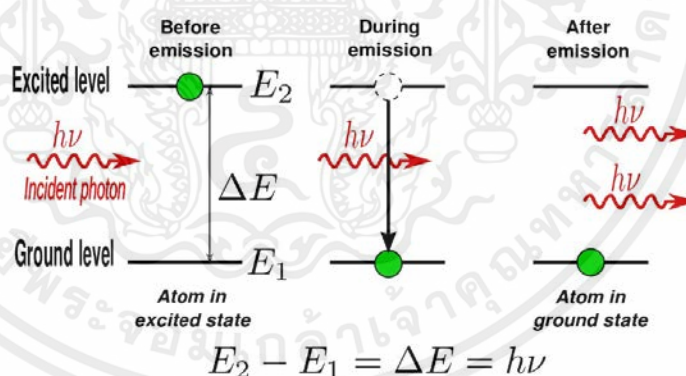
คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามีแถบสเปกตรัมตั้งแต่ช่วงความยาวคลื่นสั้น (รวมทั้งรังสีแกมมาและรังสีเอกซ์) ไปจนถึงช่วงความยาวคลื่น ดังรูปที่ 2.13 (รวมถึงรังสีไมโครเวฟและคลื่นวิทยุ) แสงขาวเป็นเพียงส่วนเล็กๆ ส่วนหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า มีความยาวคลื่น 400 - 700 นาโนเมตร



รูปที่ 2.17 สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

### 2.6.2.2 UV – Vis spectroscopy

เทคนิค UV – Vis spectroscopy ถูกนำไปใช้งานต่างๆมากมาย เครื่องมือนี้ทำงานบนหลักการพื้นฐานเดียวกัน คือ คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสง แล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า ดังรูปที่ 2.18 เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆ ตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสงหรือ Absorbance ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถระบุชนิดและปริมาณของสารที่มีอยู่ในตัวอย่างได้



รูปที่ 2.18 อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน เมื่อได้รับพลังงานในการกระตุ้นที่เพียงพอ

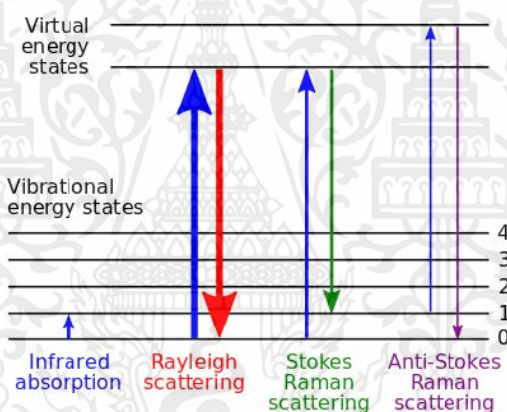
เครื่อง UV – Vis spectrophotometer สามารถแบ่งได้เป็น 2 ระบบ คือ แบบลำแสงเดี่ยว และแบบลำแสงคู่ สำหรับเครื่องแบบลำแสงเดี่ยวเป็นเครื่องที่ใช้ลำแสงเดี่ยวจากแหล่งกำเนิดผ่านไปยังตัวอย่างเครื่องมือนี้ได้รับการออกแบบให้สามารถใช้งานได้ง่าย สะดวก และมีราคาไม่แพงมาก สำหรับเครื่องแบบลำแสงคู่ นั้นแสงจะถูกแยกออกเป็น 2 ลำ ก่อนที่จะไปตกลงบนตัวอย่างโดยแสงลำหนึ่งจะใช้เป็นลำแสงอ้างอิงขณะที่อีกลำจะผ่านไปยังตัวอย่าง เครื่องมือที่เป็นแบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

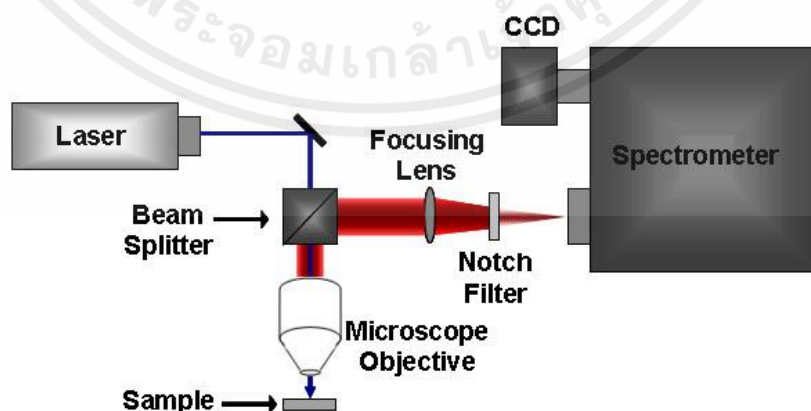
ลำแสงคู่บางรุ่นจะมีเครื่องตรวจวัด 2 ตัว เพื่อที่จะตรวจวัดแสงอ้างอิงและแสงที่มาจากตัวอย่างได้พร้อมกัน แต่ในบางรุ่นจะมีเครื่องตรวจวัดเพียงตัวเดียว โดยแสงทั้งสองลำจะผ่านตัว Beam Chopper ซึ่งจะทำหน้าที่กักแสงลำหนึ่งไว้ในช่วงระยะเวลาหนึ่งเครื่องตรวจวัดจึงสามารถตรวจวัดความแตกต่างของแสงทั้งสองลำได้

### 2.6.3 เทคนิครามานสเปกโทรสโคปี (Raman Spectroscopy)

รามานเป็นปรากฏการณ์ในการกระเจิงของแสงรูปแบบหนึ่งที่เกิดจากการที่แสงตกกระทบวัตถุและส่งผลทำให้โมเลกุลของสารถูกกระตุ้นให้อยู่ในสภาวะเร้า เมื่อโมเลกุลที่ถูกกระตุ้นพยายามที่จะกลับคืนสู่สภาวะปกติซึ่งมีพลังงานต่ำกว่าจะทำให้เกิดการกระเจิงแสงออกมา การกระเจิงแสงดังกล่าวจะมีทั้งกระบวนการกระเจิงแบบ Elastic process (พลังงานแสงคงที่) และกระบวนการกระเจิงแสงแบบ Inelastic process ซึ่งแสงที่กระเจิงออกมามีพลังงานหรือความยาวคลื่นเปลี่ยนแปลงไปเมื่อเทียบกับความยาวคลื่นเริ่มต้นของแสงที่ตกกระทบ ดังรูปที่ 2.15 และมีไดอะแกรมการทำงานเป็นดังรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.19 กระบวนการกระเจิงแสงในแบบ Rayleigh scattering และแบบ Raman scattering



รูปที่ 2.20 ไดอะแกรมการทำงานของ Raman spectrometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

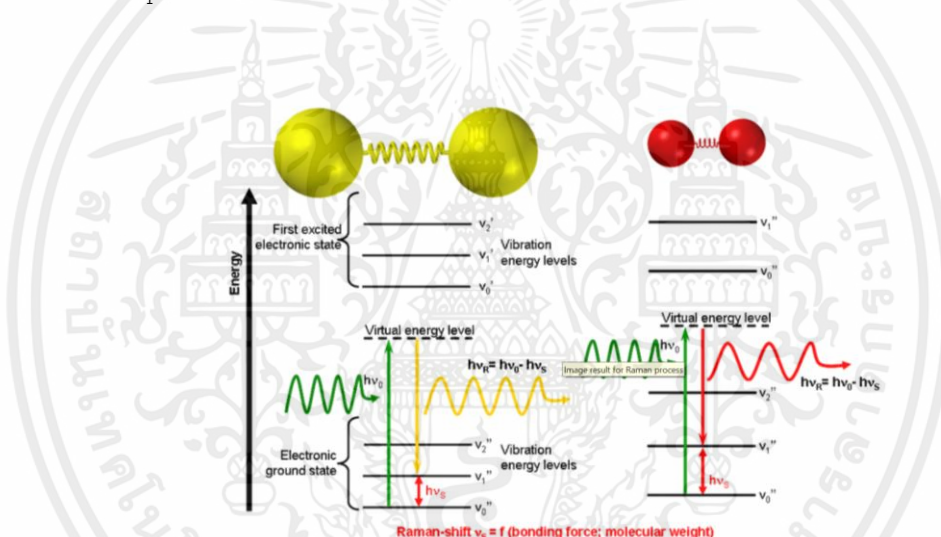
ส่วนใหญ่แล้วแสงที่ตกกระทบจะเกิดการกระเจิงแสงแบบ Rayleigh scattering ซึ่งเป็นกระบวนการแบบ Elastic process ในขณะที่เพียง 1 ใน 10<sup>8</sup> ของแสงที่ตกกระทบจะเป็นแบบรามานหรือเป็นกระบวนการ Inelastic process โดยที่พลังงานแสงเปลี่ยนแปลงไปนั้นอาจจะเป็นไปได้ทั้งแบบเพิ่มขึ้น (Anti-stoke scatter) และลดลง (Stoke scatter) การกระเจิงแบบรามาน คือ การที่ผลต่างของพลังงาน (หรือความถี่) ของแสงที่ตกกระทบกับพลังงานแสงที่กระเจิง เรียกว่า Raman shift จะมีค่าตรงกันกับพลังงาน (หรือความถี่) ของพันธะในการสั่นของโมเลกุลที่ได้จากเทคนิคอินฟราเรด ดังรูปที่ 2.21 โดยค่าของ Raman shift สามารถหาได้จากสมการดังนี้

$$\Delta\omega = \frac{1}{\lambda_0} - \frac{1}{\lambda_1} \quad (2.7)$$

เมื่อ  $\Delta\omega$  คือ Raman shift มีหน่วยเป็น  $\text{cm}^{-1}$

$\lambda_0$  คือ ความยาวคลื่นของแสงกระตุ้น

$\lambda_1$  คือ ความยาวคลื่นของการกระเจิงของรามาน



รูปที่ 2.21 กระบวนการสั่นภายในโมเลกุลพื้นฐานที่เกิดขึ้นกับปรากฏการณ์รามาน

ข้อดีของเทคนิครามานมีอยู่ด้วยกันหลายประการ ได้แก่

- 1) เนื่องจากปรากฏการณ์รามานเป็นกระบวนการกระเจิงของแสง ดังนั้นสารตัวอย่างที่ใช้ อาจจะมีรูปทรงหรือขนาดใดก็ได้
- 2) สามารถใช้วัดสารตัวอย่างที่ละลายน้ำได้ เนื่องจากโมเลกุลน้ำซึ่งมีสภาพขั้วสูงจะไม่เกิดสัญญาณรบกวนสเปกตรัมรามาน
- 3) สามารถวัดสารตัวอย่างที่มีความเข้มข้นหรือปริมาณน้อยได้
- 4) ที่ใส่สารตัวอย่าง (Sample holder) เป็นวัสดุประเภทแก้ว ซึ่งมีราคาไม่แพงเมื่อเทียบกับ IR window บางตัวเช่น ZnSe
- 5) สามารถใช้วิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 2.6.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ศึกษาโครงสร้างพื้นผิวของวัสดุที่มีขนาดเล็กรวมไปถึงฟิล์มบาง โดยเฉพาะศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาเช่น ลักษณะรูปร่างตลอดจนขนาดของวัสดุโดยลำอิเล็กตรอนจะส่องกราดไปบนผิวของวัตถุทำให้ได้ภาพซึ่งมีลักษณะเป็นภาพ 3 มิติ กำลังขยาย 20-800,000 เท่า

##### หลักการทํางาน

1) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีส่วนบนสุด เป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (electron gun) เมื่อกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปแปลงเป็นภาพต่อไป

2) สัญญาณภาพที่เกิดจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

-Secondary Electrons (SE) เป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำที่เกิดจาก Primary Electrons ไปชนกับอิเล็กตรอนชั้นนอกสุดของชิ้นงานและจะหลุดออกจากผิวชิ้นที่ความลึกจากพื้นผิวไม่เกิน 10 นาโนเมตร พลังงานอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจะส่งสัญญาณไปยังเครื่องตรวจจับ (Detector) ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ภาพที่ได้จาก SE เรียกว่า Secondary Electron Image, SEI

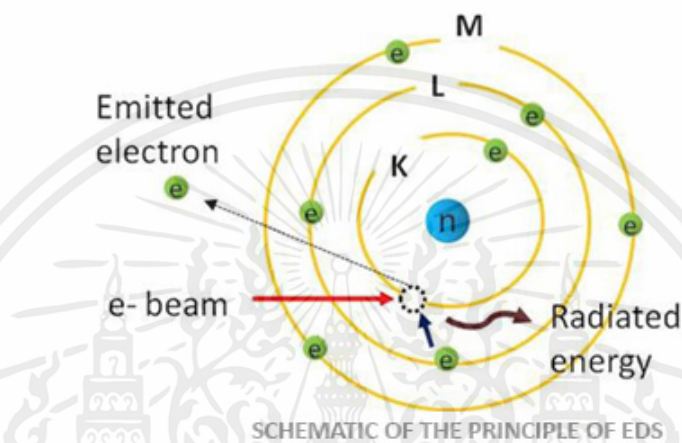
-Back Scattered Electrons (BSE) คือ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด (primary electron beam) ที่ทะลุทะลวงเข้าไปใต้ผิวชิ้นงานและเกิดอันตรกิริยากับอะตอมในชิ้นงานในแบบ elastic scattering ซึ่งจะมีการกระเจิงกลับออกมาจากผิวชิ้นงาน ดังนั้น back-scattered electron จึงมีพลังงานสูงในระดับที่ใกล้เคียงกับพลังงานของ primary electron จากแหล่งกำเนิด กล่าวคือ เมื่อ Primary Electrons วิ่งเข้าใกล้หรือเข้าชนนิวเคลียสของอะตอมบนผิวชิ้นงานก็จะเกิดการเปลี่ยนทิศทางกระเจิงกลับออกมาจากผิว โดย BSE จะเกิดมากกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง ความเข้มของสัญญาณ BSE จะขึ้นกับมุมที่ Primary Electrons ตกใส่ชิ้นงาน และยังขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุที่ผิวชิ้นงาน ภาพที่ได้จาก BSE เราเรียกว่า Back Scattered Electron Image (BEI) หรือ Primary Electron Image

#### 2.6.5 เทคนิควิเคราะห์ธาตุแบบเอกซเรย์สเปกโทรสโกปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy หรือ EDS)

Energy Dispersive X-ray Spectroscopy หรือ EDS เป็นระบบที่ใช้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบและการมีอยู่ของธาตุในชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งระบบนี้เป็นส่วนประกอบส่วนหนึ่งของระบบ

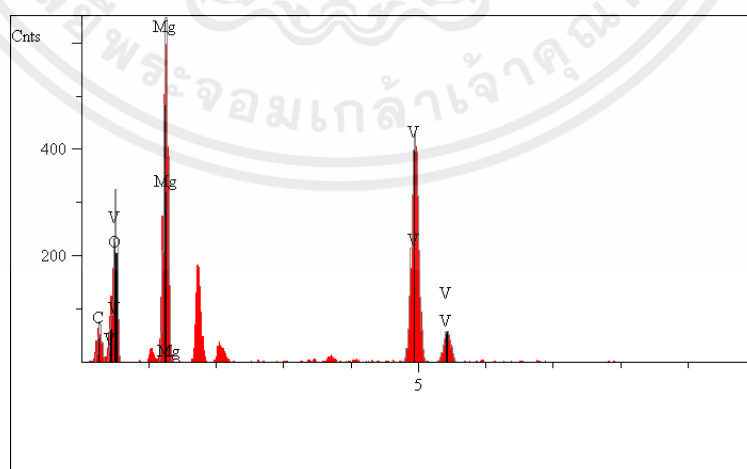
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ทำการติดตั้งอุปกรณ์ควบคุมปริมาณอิเล็กตรอนและระบบเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อใช้ในการควบคุมลำอิเล็กตรอนและโฟกัส โดยการวัดและวิเคราะห์ธาตุนั้นจะทำการโดยใช้ลำอิเล็กตรอนไปทำการกระตุ้นให้อิเล็กตรอนที่มีการจัดเรียงอยู่ชั้นในสุดหลุดออกมานอกอะตอม เมื่อเกิดการหลุดออกของอิเล็กตรอนจะทำให้เกิดช่องว่างขึ้นที่ระดับพลังงานทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่าสามารถที่จะตกลงมาอยู่ในระดับพลังงานที่ต่ำกว่าได้ ซึ่งการที่อิเล็กตรอนจะสามารถเคลื่อนที่ลงมาสู่ระดับพลังงานที่ต่ำกว่าได้นั้นจำเป็นที่จะต้องทำการปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ (X-ray) ดังรูปที่ 2.22



รูปที่ 2.22 การกระตุ้นให้เกิดการหลุดออกของอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุด้วยลำอิเล็กตรอน

จากรูปที่ 2.22 พลังงานที่ถูกปล่อยออกมาในรูปของรังสีเอกซ์จะถูกตรวจจับและทำการบันทึกเพื่อทำการประมวลผลและแสดงออกมาในรูปของกราฟดังรูปที่ 2.23 ซึ่งการวัดด้วยเทคนิคนี้จะทำให้หน้าฟิล์มเกิดความเสียหายเนื่องจากการทำการยิงลำอิเล็กตรอนลงไป



รูปที่ 2.23 ธาตุที่ปรากฏและปริมาณจากฟิล์มวาเนเดียมออกไซด์ที่ทำการได้ปธาตุมกนิเซียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.7.1 การควบคุมการทำงานในการออกซิเดชันของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์โดยการโคสปีตเตอร์ิงโลหะออกไซด์ (Oxidation potential control of VO<sub>2</sub> thin film by metal oxide co-sputtering) [15]

วาเนเดียมไดออกไซด์มีความสามารถในการเปลี่ยนสมบัติทางแสงและไฟฟ้า ตั้งแต่คุณสมบัติการเปลี่ยนโลหะเป็นฉนวน (MIT) ต้องการที่จะเตรียมฟิล์มบางของวาเนเดียมไดออกไซด์ที่เสถียรภาพ การ co-sputtering ของเป่าโลหะออกไซด์อื่นๆ อาจเป็นวิธีที่ดีเพื่อควบคุมการทำงานการออกซิเดชัน โทเทเนียมออกไซด์ถูกเลือกสำหรับวัตถุประสงค์นี้ เพราะมันแสดงสถานการณ์ออกซิเดชันหลายอย่างและขนาดไอออนคล้ายกับวาเนเดียม ค้นพบว่าคุณสมบัติหลักของฟิล์มVO<sub>2</sub> คือ TiO<sub>2</sub> Co-sputtering ป้องกันการลดลงของวาเนเดียม ผลของ Ti oxide co-sputtering อัตราการเคลือบและเฟส VO<sub>2</sub> ที่คงที่อย่างรวดเร็ว

2.7.2 การปลูกฟิล์มบาง VO<sub>2</sub> ที่มีประสิทธิภาพสูงดีซีแมกเนตรอนสปีตเตอร์ิงที่อุณหภูมิต่ำสำหรับประยุกต์ใช้กระจกพลังงานอัจฉริยะที่มีประสิทธิภาพ (High Performance VO<sub>2</sub> Thin Films Growth by DC Magnetron Sputtering at Low Temperature for Smart Energy Efficient Window Application) [12]

ฟิล์มบาง VO<sub>2</sub> เคลือบบนพื้นผิวแก้ว soda-lime โดย DC magnetron sputtering โหมดการสั่นและพื้นผิวของฟิล์มมีลักษณะการเลี้ยวเบนของ X-ray โดยวิธีการ four-point probe, เครื่องวัด UV / VIS / NIR spectrophotometer, เครื่องวัดค่า ellipsometry, Raman scattering และกล้องจุลทรรศน์ ตามลำดับ ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีการกำหนดทิศทางของ VO<sub>2</sub> (011) lattice มีการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มอยู่ที่ระดับความเข้ม 1.5 เท่าหลังจากฟิล์มทำ ความร้อน 25 ° C ถึง 80 ° C การเปลี่ยนเฟสของอุณหภูมิของฟิล์มอยู่ที่ประมาณ 50 ° C ซึ่งต่ำกว่า 68 ° C การส่องผ่านในระยะที่มองเห็นได้สูงสุดสามารถแสดงได้สูงถึง 40% และประสิทธิภาพในการเปลี่ยน IR มีค่าถึง 50% ที่ 2500 นาโนเมตร

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงานวิจัย

#### 3.1 การสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ในโครงการพิเศษนี้ทำการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งใช้โลหะวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% เป็นเป้าสารเคลือบ โดยจะใช้แก๊ส 2 ชนิด คือ แก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจน แก๊สอาร์กอนทำหน้าที่ในการสปัตเตอริงอะตอมของเป้าสารเคลือบให้หลุดออกมา และเกิดการรวมตัวกับอะตอมของออกซิเจนที่มีอยู่ในพลาสมา แล้วตกลงบนพื้นผิววัสดุรองรับ (substrate) จนเกิดเป็นฟิล์มบาง ในสภาวะพลาสมาจะส่งผลทำให้อนุภาค หรือ gas phase species ที่อยู่ในพลาสมามีความไวต่อการเกิดพันธะทางเคมีต่อกัน ดังนั้นสมบัติของพลาสมาจึงมีผลต่อสมบัติของฟิล์มบางโดยตรง เมื่อผ่านการปลูกฟิล์มบางด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสมแล้ว กระบวนการให้ความร้อนกับฟิล์มหลังจากการทำการปลูกแล้วก็มีความสำคัญต่อสมบัติของฟิล์มเช่นกัน ปัจจัยที่ใช้ในกระบวนการอบ ได้แก่ แก๊สที่ใช้ อุณหภูมิ ระยะเวลาการอบ เป็นต้น

สำหรับในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์เพื่อดูผลกระทบของกระบวนการอบที่มีผลต่อการเปลี่ยนเฟส โดยจะนำฟิล์มที่ปลูกได้ไปอบภายใต้สภาวะความเป็นสูญญากาศในเงื่อนไขที่ต่างกัน การดำเนินงานวิจัยจึงแบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ

- 1) จัดเตรียมระบบสูญญากาศและระบบที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม
- 2) จัดเตรียมระบบสำหรับการอบภายใต้ความเป็นสูญญากาศ
- 3) วัดและวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างผลึกและแสง

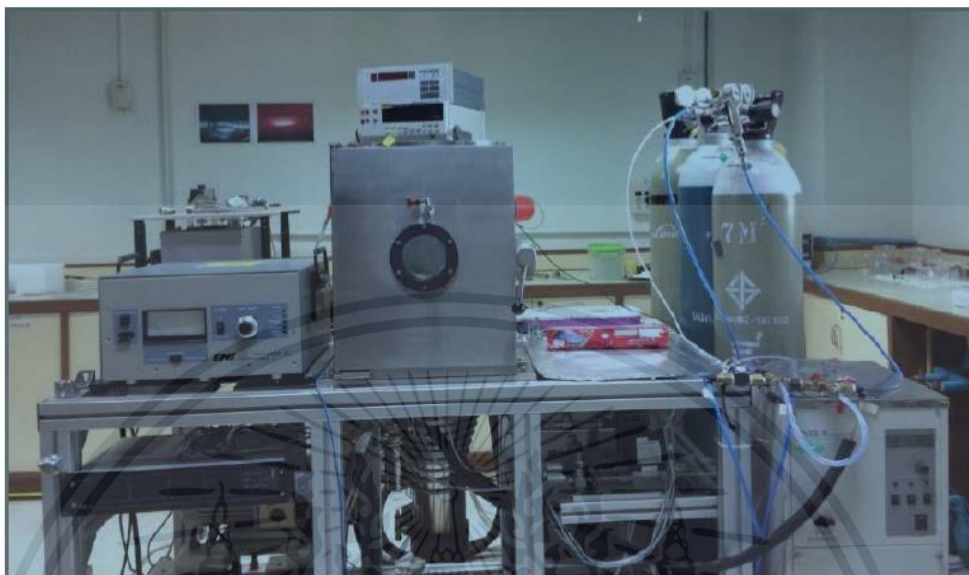
##### 3.1.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ใช้ในโครงการพิเศษนี้เป็นระบบที่ได้ทำการออกแบบและสร้างขึ้นโดย รศ.ดร.วราวุฒิ เถาถัดดา ติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จสจล. มีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.1 ซึ่งการเคลือบฟิล์มบางด้วยระบบนี้ต้องทำภายใต้สภาวะความเป็นสูญญากาศ รวมทั้งการกำเนิดพลาสมาถูกกระตุ้นด้วยคลื่นความถี่วิทยุ องค์ประกอบที่สำคัญของระบบการเคลือบฟิล์มด้วยเทคนิคนี้สามารถแบ่งออกเป็น 5 ส่วนที่สำคัญ คือ

- ระบบปั๊มสูญญากาศ (Vacuum Pump)
- อุปกรณ์การวัดความดันสูญญากาศ (Vacuum Gauge Pressure)
- ภาชนะสูญญากาศ (Vacuum Chamber)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ระบบควบคุมการไหลของแก๊ส (Mass Flow Controller)
- แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ (RF Generator)



รูปที่ 3.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอร์ริงที่ติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จล.

#### 3.1.1.1 ระบบปั๊มสุญญากาศ

การใช้งานระบบปั๊มสุญญากาศในการสร้างระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง ต้องมีความเหมาะสมกับขนาดของภาชนะสุญญากาศ โดยสำหรับโครงการพิเศษนี้ระบบจะประกอบด้วยปั๊มสุญญากาศสองชนิด คือ ปั๊มโรตารี (Rotary pump) และปั๊มไอฟุ้งกระจาย (Diffusion pump) โดยที่ปั๊มทั้งสองชนิดนี้แตกต่างกันทั้งหลักการขับอากาศและช่วงความดันสุญญากาศที่ปั๊มทำได้ ซึ่งมีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.2 (a) และ 3.2 (b)



รูปที่ 3.2 (a) ปั๊มโรตารี Edward RV12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 (b) ปัมไอฟุ้งกระจายรุ่น Diffstak 160/700 ของบริษัทเอ็ดวาร์ด

ในโครงการพิเศษนี้จะต้องทำความดันสุญญากาศให้ได้ระดับที่สามารถเคลือบฟิล์มบางได้ โดยจะต้องทำให้ความดันสุญญากาศอยู่ที่ต่ำกว่า  $10^{-5}$  มิลลิบาร์ จะใช้ปั๊มโรตารีทำหน้าที่สร้างสุญญากาศขั้นต้นให้กับภาชนะสุญญากาศ โครงการพิเศษนี้ใช้ปั๊มโรตารีของบริษัทเอ็ดวาร์ดรุ่น อาร์วี 12 (Edward RV12) ปั๊มชนิดนี้มีความสามารถในการสร้างสุญญากาศได้ตั้งแต่ระดับความดันบรรยากาศถึงความดันระดับ  $10^{-3}$  มิลลิบาร์ มีหลักการการขับอากาศที่อาศัยหลักการเคลื่อนที่ของโรเตอร์อย่างง่าย ที่อยู่ในปั๊มเป็นกลไกหลักในการขับอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ ซึ่งบางครั้งจะเรียกปั๊มชนิดนี้ตามลักษณะการทำงานว่า ปั๊มกล

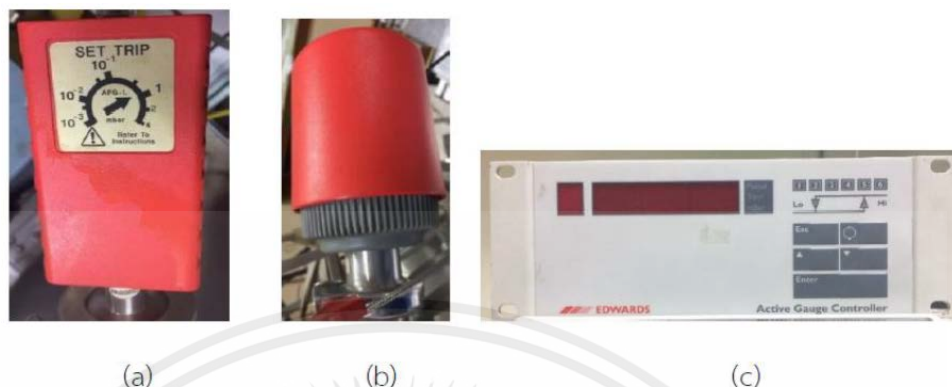
ส่วนในช่วงความดันที่ต่ำกว่า  $10^{-3}$  มิลลิบาร์ จะใช้ปั๊มไอฟุ้งกระจาย (Diffusion pump) ทำความดันสุญญากาศได้ถึงระดับความดันที่สามารถใช้ปลูกฟิล์มได้ โดยในโครงการพิเศษนี้จะใช้ปั๊มไอฟุ้งกระจายรุ่นดีฟสแตค 160/700 (Diffstak 160/700) ของบริษัทเอ็ดวาร์ด (Edwards) มีความเร็วในการปั๊มที่ปากของปั๊ม 700 ลิตรต่อวินาที และจำเป็นต้องอาศัยปั๊มโรตารีเป็นปั๊มสนับสนุนขณะทำการปั๊ม สำหรับปั๊มไอฟุ้งกระจายนี้จะทำงานโดยอาศัยหลักการเคลื่อนย้ายแก๊สด้วยการฟุ้งของไอน้ำมันที่ถูกต้มจนเดือดและกลายเป็นไอด้วยความร้อนสูงจากขดลวดความร้อนจะฟุ้งออกจากช่องเจ็ท ที่อยู่ในตัวปั๊มเข้าชนกับผนังภายในปั๊มที่มีระบบน้ำหล่อเย็นอยู่รอบนอกของตัวปั๊ม ทำให้โมเลกุลหรืออะตอมของแก๊สภายในภาชนะสุญญากาศเคลื่อนที่ในทิศทางจากบนลงล่าง และรวมกันอยู่บริเวณด้านล่างของปั๊มและถูกดูดออกไปด้วยปั๊มโรตารีในที่สุด

### 3.1.1.2 อุปกรณ์วัดและแสดงผลความดัน

ในการแสดงความดันของระบบสุญญากาศจะใช้หัววัดความดัน 2 ชนิด ซึ่งแต่ละชนิดมีย่านการวัดที่แตกต่างกัน คือ หัววัดพิรานี (Pirani gauge) สำหรับวัดความดันในช่วงความดันบรรยากาศจนถึงช่วงที่ไม่ต่ำกว่า  $10^{-3}$  มิลลิบาร์ และหัววัดชนิดเพนนิ่ง (Penning gauge) สำหรับวัดความดันในช่วง  $10^{-3}$  -  $10^{-7}$  มิลลิบาร์ โดยในระบบสุญญากาศที่ได้สร้างขึ้นนี้จะใช้หัววัดพิรานี 2 ตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และหัววัดเพนนิ่ง 1 ตัว และต่อเข้ากับตัวแสดงผล Active gauge controller ของบริษัทเอ็ดวาร์ด ทั้งหัววัดและตัวแสดงผลความดันแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 (a) หัววัดความดันชนิดพิรานี (b) หัววัดความดันชนิดเพนนิ่ง (c) ตัวแสดงผล Active gauge controller ของบริษัทเอ็ดวาร์ด

#### 3.1.1.3 ภาชนะสุญญากาศ

ภาชนะสุญญากาศทำมาจากเหล็กกล้ากันสนิม (Stainless steel) สามารถทนความดันได้ต่ำกว่า  $10^{-6}$  มิลลิบาร์ ภายในทำการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกฟิล์มบาง ซึ่งประกอบด้วยหัวแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง (Magnetron sputtering head) สำหรับวางเป้าสารเคลือบ ขนาด 3 นิ้ว อุปกรณ์จับยึดแผ่นฐานรอง (Substrate holder) อุปกรณ์เปิด-ปิดเป้าสารเคลือบ (Shutter) และท่อส่งแก๊ส ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 Magnetron Head ติดตั้งอยู่ในภาชนะสุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.1.1.4 ระบบควบคุมการไหลของแก๊ส

ในระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคเตอริง การควบคุมปริมาณแก๊สที่ไหลเข้าสู่ระบบมีความจำเป็นอย่างยิ่งสำหรับการควบคุมความดันภายในระบบ และกำหนดเงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางในแต่ละครั้ง ในโครงการพิเศษนี้ใช้แก๊สอาร์กอนที่มีความบริสุทธิ์ (99.999%) และแก๊สออกซิเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง (99.9995%) ควบคุมการไหลของแก๊สด้วย Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY



(a)



(b)

รูปที่ 3.5 (a) ตัวควบคุมและแสดงผลของ Mass flow รุ่น ROD - 4 ของบริษัท ADVANCED ENERGY (b) Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY

### 3.1.1.5 แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ

แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ใช้กับระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคเตอริงของโครงการพิเศษนี้ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM – 650A XL ดังรูปที่ 3.6 กำเนิดคลื่นความถี่ 13.56 เมกะเฮิร์ต กำลังสูงสุด 600 วัตต์ พร้อมระบบปรับอิมพีแดนซ์แบบอัตโนมัติ

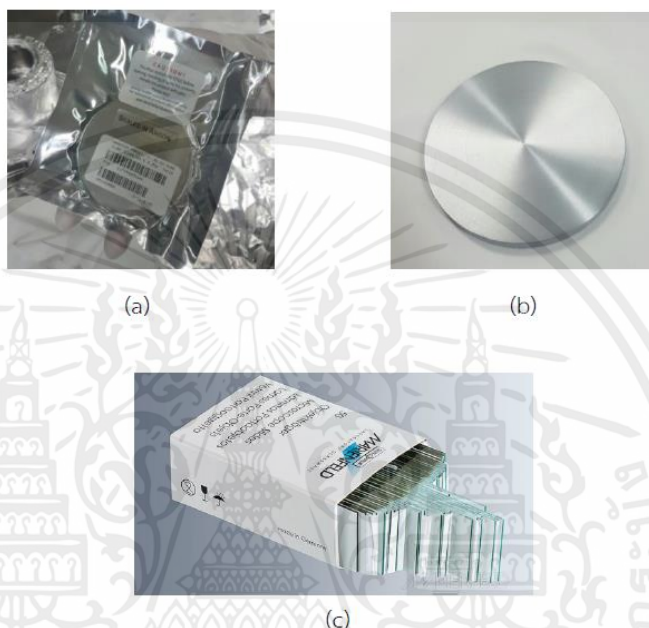


รูปที่ 3.6 เครื่องแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.1.2 แผ่นฐานรองและเป้าสารเคลือบ

ในโครงการพิเศษการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ โดยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริงใช้ฐานรองเป็นแผ่นกระจกสไลด์ของ MARIENFELD และเป้าสารเคลือบวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% (Kurt J. Lesker) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว หนา 0.250 นิ้ว มีลักษณะดังรูปที่ 3.7 ฟิล์มบางที่ทำการสังเคราะห์ที่ขึ้นจะถูกเคลือบลงบนแผ่นแก้ว Pyrex ของบริษัท MARIENFELD



รูปที่ 3.7 (a) และ (b) เป้าสารเคลือบวาเนเดียม Kurt J. Lesker ความบริสุทธิ์ 99.5%  
(c) แผ่นกระจกสไลด์ของ MARIENFELD 32

#### การเตรียมแผ่นฐานรอง

ก่อนทำการปลูกฟิล์มบางบนวัสดุรองรับ ต้องมีการทำความสะอาดพื้นผิวของวัสดุรองรับก่อน เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดอยู่ที่ผิวหน้าของวัสดุรองรับ โดยมีกระบวนการดังนี้

#### กระบวนการทำความสะอาดแผ่นแก้วไพเร็กซ์

- 1) ทำการล้างด้วยน้ำยาทำความสะอาดคราบไขมัน
- 2) ล้างน้ำยาทำความสะอาดคราบไขมันออกโดยใช้น้ำกลั่น
- 3) ล้างด้วยอะซิโตนในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที
- 4) ล้างด้วยเมทานอลในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที
- 5) ล้างด้วยน้ำปอดประจุเป็นเวลา 15 วินาที
- 6) เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง
- 7) นำไปอบด้วยเตาอบไฟฟ้าที่กำลังไฟฟ้า 800 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.1.3 การเตรียมและติดตั้งระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริงที่ใช้ในการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในโครงการพิเศษนี้เป็นระบบที่ออกแบบและสร้างขึ้นมาใช้ในห้องปฏิบัติการฟิสิกส์พื้นผิวและเลเซอร์ จำเป็นต้องมีการทำความสะอาด ซ่อมแซมและบำรุงรักษาก่อนทำการเปิดระบบใช้งาน โดยมีขั้นตอนและกระบวนการดังนี้

#### ขั้นตอนการเตรียมระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

เริ่มต้นกระบวนการเตรียมระบบอาร์เอฟแมกนีตรอน โดยมีการนำชิ้นส่วนต่างๆที่ติดตั้งอยู่ในภาชนะสุญญากาศออกมาขัดทำความสะอาดคราบฟิล์มที่ติดอยู่ในระบบ เพื่อป้องกันการปนเปื้อนและความไม่บริสุทธิ์ของฟิล์มบางที่จะทำการปลูก โดยเริ่มจากการถอดอุปกรณ์ต่างๆออกจากภาชนะสุญญากาศ อุปกรณ์และกระบวนการทำความสะอาดของอุปกรณ์แต่ละชิ้นมีดังนี้

##### 1) อุปกรณ์ที่ใช้มีดังนี้

- ถุงมือยางและผ้าไร้ฝุ่นที่ใช้กับระบบสุญญากาศ (ถุงมือยาง MAPATM Solo Ultra 997TM และผ้าไร้ฝุ่น MULTICLEAN CLEANROOM WIPER HANSONG)
- อลูมิเนียมฟอยล์ Diamond ALUMINIUM FOIL
- กรรไกร คัตเตอร์ คีมคีบ และคีมตัด
- น้ำยาล้างทำความสะอาด โซดาไฟ (SODIUM HYDROXIDE) และกระดาษทราย
- ไส้กรองและน้ำมันปั๊มโรตารี (Edwards Filter Oil Element EMF10 A22304198 and Edwards Ultra Grade 19 Vacuum Pump Oil)
- น้ำมันปั๊มไอฟุ้งกระจาย (DOW CORNING® 704 diffusion pump)
- Acetone, Methanol, Deionized water และ Isopropanol

##### 2) ถอดอุปกรณ์ในภาชนะสุญญากาศออก เพื่อเตรียมทำความสะอาด

3) ขัดคราบฟิล์มที่ติดบน Ground Shield หัวแมกนีตรอน ชัตเตอร์ อุปกรณ์จับยึดฐานรอง และท่อส่งแก๊ส ด้วยกระดาษทรายหรือแซนด์เปเปอร์ไฮดรอกไซด์เพื่อขจัดคราบฟิล์มออก

4) ล้างน้ำจืดและสกรูด้วยอะซิโตนในอ่างอัลตราโซนิก 20 นาที แล้วล้างด้วยเมทานอลในอ่างอัลตราโซนิกอีก 20 นาที จากนั้นเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์

5) ล้างเป่าสารเคลือบด้วยน้ำยาขจัดคราบไขมัน, Deionization water, อะซิโตนและเมทานอลในอ่างอัลตราโซนิก อย่างละ 20 นาที แล้วเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์

6) เช็ดทำความสะอาดภาชนะสุญญากาศด้วยผ้าไร้ฝุ่นชุบอะซิโตน และเช็ดด้วยเมทานอลอีกครั้ง เพื่อขจัดคราบไขมันที่อาจติดอยู่ตามผนังภาชนะสุญญากาศ

7) ติดอลูมิเนียมฟอยล์ในภาชนะสุญญากาศเพื่อป้องกันไม่ให้ฟิล์มไปติดที่ผนังภาชนะสุญญากาศโดยตรงแสดงดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 ภาชนะสุญญากาศที่ติดอลูมิเนียมฟอยล์

8) ห่ออุปกรณ์ทุกชิ้นที่อยู่ในภาชนะสุญญากาศด้วยอลูมิเนียมฟอยล์



รูปที่ 3.9 อุปกรณ์ที่ห่อฟอยล์อลูมิเนียมและพร้อมติดตั้งในระบบสุญญากาศ

### 3.1.5 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์

การปลูกฟิล์มบางด้วยระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์หลังจากที่ได้ทำความสะอาดแผ่นฐานรองแล้วมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1) เริ่มจากการติดตั้งแผ่นฐานรองบนแผ่นยึดจับแผ่นฐานรอง ซึ่งอยู่ภายในภาชนะสุญญากาศ จากนั้นเปิดปั๊มสุญญากาศ ทำการลดความดันภายในระบบให้อยู่ในระดับ  $2.6 \times 10^{-6}$  มิลลิบาร์ เพื่อที่จะให้พร้อมสำหรับการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์

2) เมื่อได้ความดันที่พร้อมต่อการปลูกฟิล์มบางแล้ว ให้ทำการเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่มีความบริสุทธิ์สูงเข้าไปในระบบ 50 sccm (ให้สังเกตความดันภายในภาชนะสุญญากาศ ควรจะประมาณ  $2.0 \times 10^{-3}$  มิลลิบาร์) จากนั้นเปิดแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุกาลัง 150 วัตต์ แล้วลดปริมาณอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนลงให้เป็น 25 sccm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) หลังจากนั้นทำการ Pre-sputter ซึ่งก่อนการปลูกฟิล์มบางทุกครั้งจะต้องทำความสะอาดผิวหน้าของแผ่นเป่าสารเคลือบด้วยพลาสมาของอาร์กอนที่กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นความถี่วิทยุ 150 วัตต์ ซึ่งกระบวนการดังกล่าวจะช่วยกำจัดชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวหน้าของแผ่นเป่าสารเคลือบให้หลุดออกไป เพื่อป้องกันการปนเปื้อนของออกไซด์ขณะปลูกฟิล์ม โดยกระบวนการทำความสะอาดนี้จะใช้ระยะเวลาประมาณ 20 นาที และจะต้องทำการปิดชัตเตอร์เพื่อป้องกันแผ่นฐานรอง จากนั้นจึงเริ่มขั้นตอนการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ด้วยการเปิดชัตเตอร์ ภายใต้บรรยากาศผสมระหว่างแก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) และแก๊สออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง (99.9995%) ซึ่งจะทำให้วาเนเดียมที่หลุดออกจากเป่าสารเคลือบทำปฏิกิริยากับออกซิเจนแล้วเกิดเป็นฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์เคลือบที่แผ่นฐานรองกระจกสไลด์ในที่สุด

การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์สำหรับการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มนั้นกระทำภายใต้เงื่อนไข ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในโรงงานพิเศษ

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป่าสารเคลือบ	วาเนเดียม 99.5% เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ระยะระหว่างเป่าสารเคลือบกับแผ่นฐานรอง	90 มิลลิเมตร
ความดันก่อนทำการปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันก่อนเปิดแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	$2.7 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ความดันขณะทำการปลูกฟิล์ม	$2.1 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
อัตราการไหลรวมของแก๊ส	25 sccm
เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจน	5% 6% และ 7.5%
ระยะเวลาที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม	60 นาที
อุณหภูมิในการอบ	200 300 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส

อ้างอิง : การศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบาง VO<sub>2</sub> ปีการศึกษา 2560 [3]

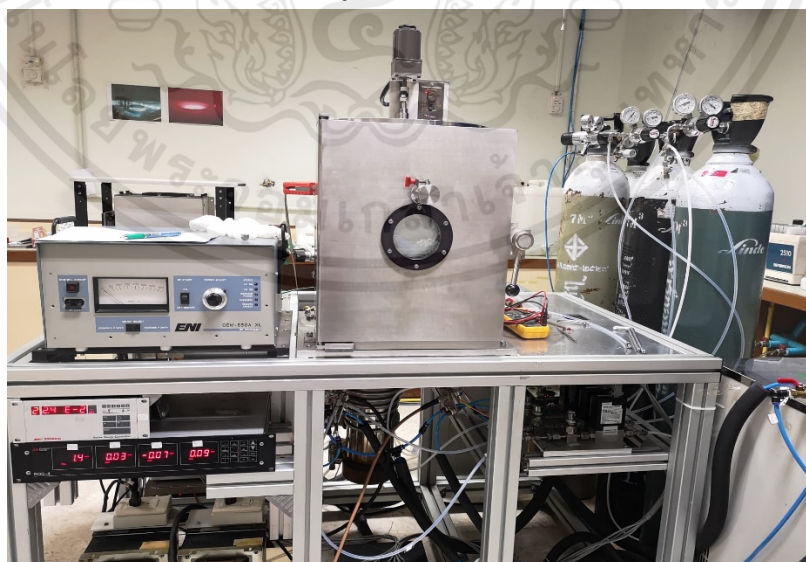
### 3.2 การสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโค-สปีดเตอริง

ในการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโค-สปีดเตอริงในโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการใช้เป่าสารเคลือบสองชนิดคือเป่าโลหะวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% และเป่าโลหะแมกนีเซียม 99.95% โดยจะทำการปล่อยแก๊สสองชนิดเข้าไปคือ แก๊สอาร์กอนและแก๊สออกซิเจน โดยแก๊สอาร์กอนนั้นจะทำหน้าที่ในการแตกตัวเป็นพลาสมา (Plasma) เพื่อที่จะทำให้เกิดการสปีดเตอริงที่เป่าสารเคลือบทั้งสอง และแก๊สออกซิเจนนั้นจะผสมอยู่ในพลาสมาและเกิดการรวมตัวกับอะตอมของวาเนเดียมที่หลุดออกมาและตกลงไปเคลือบที่ฐานรองรับ ทางด้านอะตอมของแมกนีเซียมจะเข้าไปแทรกอยู่ภายในของฟิล์มบางที่เกิดขึ้นเปรียบเสมือนการโด๊ป (Doping) โดยการทำให้เกิดการแตกตัวของแก๊สอาร์กอนที่เป่าทั้งสองนั้นจำเป็นที่จะต้องใช้เครื่องแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุสองเครื่องเพื่อที่จะทำการจ่ายให้กับหัวแมกนีตรอนทั้งสองที่ติดตั้งเป่าสารอยู่ ซึ่งกำลังที่จ่ายให้เป่าทั้งสองนั้นมีผลต่อการแตกตัวที่จะทำให้อะตอมของสารนั้นหลุดออก

โดยในโครงการพิเศษนี้จะทำการติดตั้งและศึกษาระบบโค-สปีดเตอริง เพื่อทำการเตรียมฟิล์มบางของวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีการโด๊ปสารแมกนีเซียมเข้าไป ซึ่งฟิล์มที่เตรียมได้จากกระบวนการสปีดเตอริงแล้วจะถูกนำไปอบในสภาวะสุญญากาศเพื่อให้ฟิล์มมีการเรียงตัวที่เป็นระเบียบมากขึ้น

#### 3.2.1 ระบบโค-สปีดเตอริง

โดยระบบโค-สปีดเตอริงที่ใช้ในโครงการพิเศษนี้เป็นการต่อยอดและพัฒนาจากระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง โดยออกแบบชิ้นส่วนเพิ่มเติมโดย รศ.ดร.วรารุณี เภาลัดดา และทำการติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล. โดยมีลักษณะโดยรวมดังรูปที่ 3.10

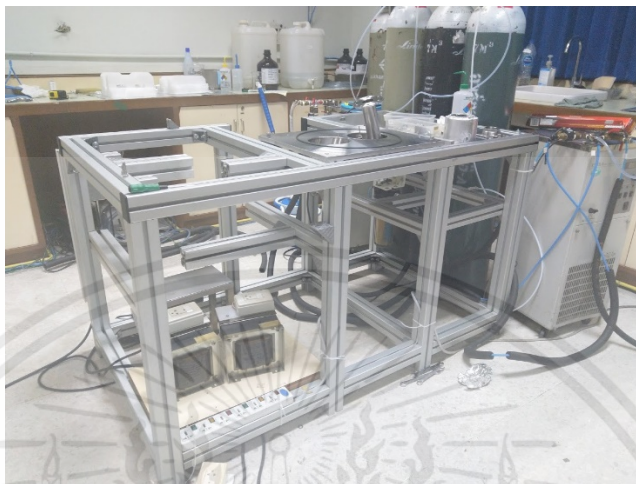


รูปที่ 3.10 ระบบโค-สปีดเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2.2 การเตรียมและติดตั้งระบบโค-สปัตเตอร์

เนื่องด้วยระบบโค-สปัตเตอร์นั้นเป็นการต่อยอดพัฒนามาจากระบบรีแอคทีฟอาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ที่มีอยู่เดิม จึงจำเป็นต้องทำการถอนการติดตั้งระบบเก่าทั้งหมดดังรูปที่ 3.11 เพื่อที่จะทำการประกอบชิ้นส่วนใหม่เข้าไป



รูปที่ 3.11 รื้อถอนระบบเก่าทั้งหมด

ซึ่งขั้นตอนการติดตั้งระบบโค-สปัตเตอร์นั้นสามารถแบ่งออกได้เป็นระบบต่างๆดังนี้

- 1) ระบบสุญญากาศและภาชนะสุญญากาศ
- 2) ระบบจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ
- 3) ระบบหล่อเย็น
- 4) ระบบจ่ายแก๊สควบคุมการไหลของแก๊ส

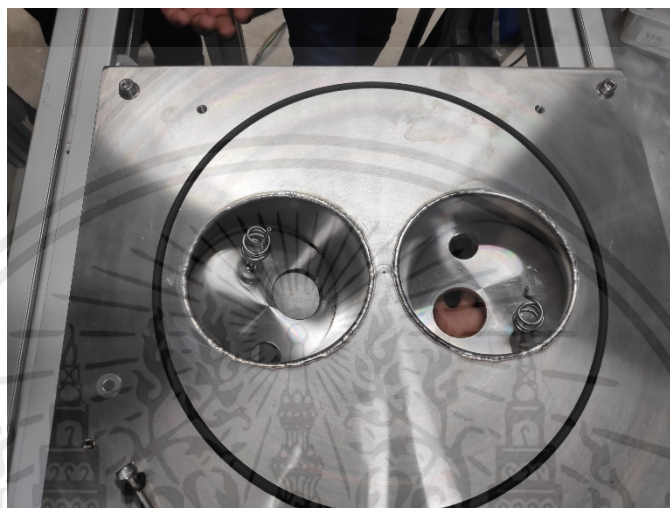
#### 3.2.2.1 ระบบสุญญากาศและภาชนะสุญญากาศ

ระบบสุญญากาศเป็นภาชนะที่ใช้สำหรับจัดเตรียมสถานะสุญญากาศโดยต้องทำมาจากเหล็กกล้ากันสนิม(Stainless steel) ซึ่งสามารถทนต่อความดันต่ำได้ต่ำกว่า  $10^{-6}$  มิลลิบาร์ โดยภายในจะทำการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์ฟิล์มบาง โดยประกอบด้วยหัวแมกนีตรอนสปัตเตอร์ (Magnetron sputtering head) สองหัวสำหรับเป่าสารเคลือบทั้งสอง อุปกรณ์เปิด-ปิดหัวแมกนีตรอน (Shutter) สองชิ้น และอุปกรณ์ยึดจับฐานรองสำหรับเคลือบฟิล์มบาง (Substrate holder) ซึ่งติดตั้งอยู่ด้านบนและจะทำการติดตั้งมอเตอร์ไว้ด้วยเพื่อใช้ในการหมุนอุปกรณ์ยึดจับฐานรองซึ่งจะเป็นการช่วยทำให้ฟิล์มบางที่เตรียมได้นั้นมีความหนาที่สม่ำเสมอมากขึ้น โดยขั้นตอนการติดตั้งภาชนะสุญญากาศสำหรับระบบใหม่มีดังนี้

- 1) ทำความสะอาดชิ้นส่วนใหม่ทั้งหมดด้วยน้ำยาทำความสะอาดไขมันแล้วจึงทำการล้างด้วยน้ำสะอาดเพื่อล้างน้ำยาทำความสะอาดไขมันออกและทำการใช้ผ้าสะอาดเช็ดให้แห้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) นำเอาชิ้นส่วนเก่ามาทำการแกะอลูมิเนียมฟอยล์ออก และทำการขัดคราบฟิล์มที่ติดอยู่ออกหลังจากนั้นจึงนำไปทำการล้างด้วยน้ำยาทำความสะอาดไขมันและน้ำสะอาด
- 3) จากนั้นนำชิ้นส่วนที่ต้องทำการติดตั้งให้อยู่ภายในภาชนะสุญญากาศมาทำการห่อด้วยอลูมิเนียมฟอยล์
- 4) นำเอาฐานรองด้านใต้ภาชนะสุญญากาศที่ได้ทำการออกแบบมาใหม่เพื่อรองรับหัวแมกนีตรอนทั้งสองมาประกอบลงบนฐานรองรับระบบดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 ฐานรองด้านใต้ภาชนะสุญญากาศ

- 5) หลังจากนั้นจึงทำการนำเอาอลูมิเนียมฟอยล์มาทำการติดลงไปยังฐานด้านใต้ภาชนะสุญญากาศเป็นดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 ฐานรองด้านใต้ภาชนะสุญญากาศที่ทำการติดอลูมิเนียมฟอยล์แล้ว

- 6) เมื่อทำการติดตั้งฐานรองเสร็จเป็นที่เรียบร้อยแล้ว จึงทำการยกตัวภาชนะสุญญากาศทำการติดอลูมิเนียมฟอยล์ภายในเรียบร้อยแล้วทำการวางทับลงไปที่ยุ้งฐานด้านใต้ภาชนะสุญญากาศ
- 7) จากนั้นจึงทำการนำเอาหัวแมกนีตรอนทั้งสองมาทำการติดตั้งดังรูปที่ 3.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.14 หัวแมกนีตรอนทั้งสองหัว

- 8) เมื่อทำการติดตั้งหัวแมกนีตรอนเป็นที่เรียบร้อยแล้วจึงทำการนำท่อปล่อยแก๊สที่มีลักษณะดังรูปที่ 3.15 มาทำการติดตั้ง



รูปที่ 3.15 ท่อสำหรับจ่ายแก๊ส

- 9) จากนั้นจึงนำเอาเสาสำหรับติดตั้งอุปกรณ์ปิดหน้าหัวแมกนีตรอน (shutter) เป้าสารเคลือบ(target) และชิ้นส่วนครอบหัวแมกนีตรอน (ground shield) มาประกอบเข้าที่ฐานและหัวแมกนีตรอนตามลำดับ เมื่อทำการประกอบชิ้นส่วนดังกล่าวทั้งหมดเสร็จเรียบร้อยแล้วจะมีลักษณะดังรูปที่ 3.16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.16 หัวแมกนีตรอนที่ทำการประกอบชิ้นส่วนทั้งหมดเรียบร้อยแล้ว

- 10) หลังจากนั้นก็จะทำการเอาชิ้นส่วนสำหรับปิดหน้าหัวแมกนีตรอนมาติดที่เสาซึ่งทำการติดตั้งไว้แล้ว
- 11) เมื่อประกอบชิ้นส่วนที่ฐานของภาชนะสุญญากาศเสร็จทั้งหมดแล้วก็จะทำการนำเอาชิ้นส่วนที่ใช้สำหรับยึดติดฐานรองในการเคลือบฟิล์มบาง (substrate holder) มาทำการติดตั้งที่ด้านบนของภาชนะสุญญากาศ หลังจากการประกอบชิ้นส่วนทั้งหมดเข้าไปในภาชนะสุญญากาศก็จะมีลักษณะดังรูปที่ 3.17



รูปที่ 3.17 ภายในภาชนะที่ทำการประกอบอุปกรณ์ทั้งหมดเรียบร้อยแล้ว

- 12) หลังจากนั้นแกนของอุปกรณ์ยึดจับฐานรองนั้นจะทำการติดไว้กับมอเตอร์ที่ภายนอกภาชนะสุญญากาศเพื่อที่จะทำการหมุนอุปกรณ์ยึดจับฐานรองไปด้วยในระหว่างขั้นตอนการเคลือบฟิล์ม โดยมอเตอร์ที่ทำการติดตั้งไว้จะมีลักษณะดังรูปที่ 3.18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.18 มอเตอร์ที่ใช้ทำการหมุนอุปกรณ์ยึดจับ

13) ในขั้นตอนสุดท้ายให้ทำการนำเอาปั๊มไอน้ำฟุ้งกระจายและปั๊มกลโรตารีมาทำการติดตั้งเข้าที่ตำแหน่งเดิม

### 3.2.2.2 ระบบจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ

การจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุในระบบโค-สปีดเตอริงนั้นจำเป็นต้องใช้แหล่งจ่ายทั้งหมดสองเครื่องเพื่อทำการจ่ายให้กับหัวแมกนีตรอน ซึ่งจะทำให้สามารถทำการปรับกำลังที่ทำการจ่ายให้หัวแมกนีตรอนทั้งสองในขนาดที่แตกต่างกันได้เพื่อเป็นการเปรียบเทียบในการดำเนินงานทดลอง โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ใช้แหล่งกำเนิดที่ทำการจ่ายให้เป้าโลหะวานาเดียมเป็นของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL ซึ่งสามารถทำกำลังสูงสุดได้ถึง 600 วัตต์ ทางด้านเป้าแมกนีเซียมนั้นใช้ของบริษัท Coaxial Power รุ่น AMM 600-13 โดยลักษณะเครื่องเป็นดังรูปที่ 3.19



(a)



(b)

รูปที่ 3.19 (a) แหล่งกำเนิดของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL (b) แหล่งกำเนิดของบริษัท Coaxial Power รุ่น AMM 600-13

ในส่วนของการติดตั้งระบบจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุจำเป็นที่จะต้องทำการเชื่อมต่อสายที่ทำการจ่ายกำลังออกมาจากแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุเข้ากับจุดเชื่อมต่อเพื่อที่จะทำการจ่ายกำลังเข้าไปสู่หัวแมกนีตรอนซึ่งมีลักษณะดังรูปที่ 3.20

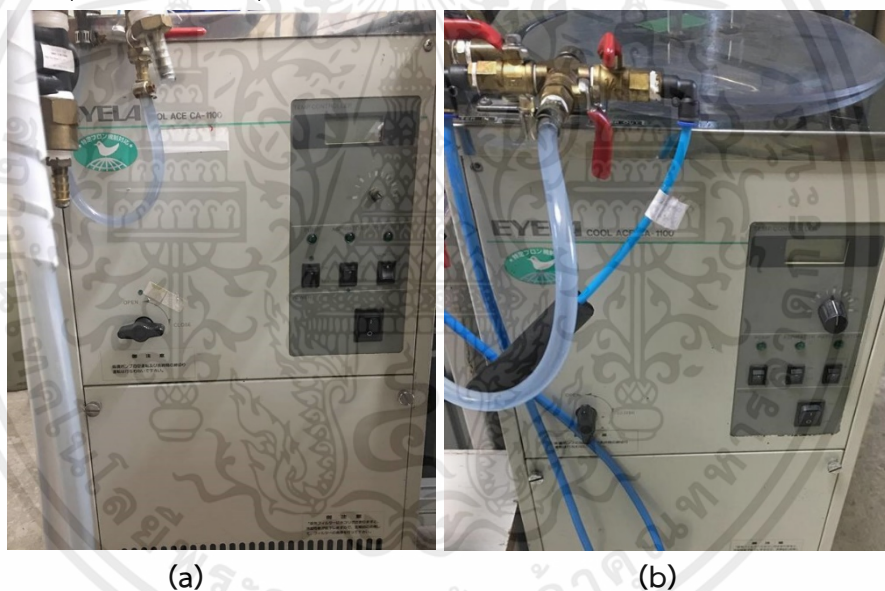
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.20 อุปกรณ์เชื่อมต่อสายจากเครื่องกำลังคลื่นความถี่วิทยุจ่ายเข้าสู่หัวแมกนีตรอน

### 3.2.2.3 ระบบหล่อเย็น

ระบบนี้จะประกอบไปด้วยเครื่องทำความเย็นสองเครื่องของบริษัท EYELA รุ่น CA-1100 แสดงดังรูป 3.21 โดยเครื่องแรกนั้นจะทำการหล่อเย็นปั๊มไอฟุ้งกระจาย ส่วนเครื่องที่สองนั้นจะทำการหล่อเย็นอยู่สองส่วนคือทางด้านหัวแมกนีตรอนทั้งสองและเครื่องแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL



รูปที่ 3.21 (a) และ (b) เครื่องทำความเย็นของบริษัท EYELA รุ่น CA-1100

### 3.2.2.4 ระบบจ่ายแก๊สและควบคุมการไหลของแก๊ส

ในกระบวนการสปีดเตอร์ของระบบโค-สปีดเตอร์นั้นจะทำการป้อนแก๊สเข้าไปในภาชนะสุญญากาศ (Vacuum Chamber) เพื่อที่จะทำให้แก๊สถูกกระตุ้นด้วยกำลังคลื่นความถี่วิทยุและเกิดเป็นพลาสมา ซึ่งแก๊สที่ใช้ในกระบวนการนี้มีอยู่สองชนิดคือ แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ (99.999%) และแก๊สออกซิเจน โดยแก๊สสองชนิดนี้จะถูกจ่ายเข้าไปในระบบผ่านทางท่อจ่ายแก๊สที่ติดตั้งอยู่กับหัวแมกนีตรอน และจะถูกควบคุมการไหลด้วย Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY เพื่อเป็นการเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขในการทำการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(a)



(b)

รูปที่ 3.22 (a) ตัวควบคุมและแสดงผล Mass Flow รุ่น ROD-4 ของบริษัท Edward

(b) Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY

### 3.2.3 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางในระบบโค-สปีดเตอริง

การเตรียมฟิล์มบางในโครงงานพิเศษนี้จะทำการเตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงค่ากำลังที่ให้กับหัวแมกนีตรอนที่ทำการติดตั้งเป้าสารเคลือบแมกนีเซียมเพื่อเป็นการเปรียบเทียบการโต้ปแมกนีเซียมลงไปในฟิล์มบางของวาเนเดียม โดยกระบวนการในการปลูกฟิล์มนั้นสามารถแบ่งออกได้เป็นสองส่วนคือ การสร้างสภาวะสุญญากาศภายในภาชนะ และการปลูกฟิล์มด้วยการสปีดเตอริง ซึ่งแต่ละขั้นตอนจะมีรายละเอียดดังนี้

#### การสร้างสภาวะสุญญากาศภายในภาชนะ

- 1) ทำการเปิดโรตารีปั๊มแล้วทำการดูอากาศภายในภาชนะออกเพื่อสร้างสุญญากาศขั้นต้นที่  $10^{-3}$  มิลลิบาร์ และทำการเปิดเครื่องทำความเย็นที่ใช้สำหรับหล่อเย็นปั๊มไอฟุ้งกระจายไว้พร้อมกัน
- 2) เมื่อผ่านไป 20 นาทีให้ทำการสับวาล์วโรตารีปั๊มไปทำการดูอากาศจากปั๊มไอฟุ้งกระจาย และเปิดระบบหล่อเย็นปั๊มไอฟุ้งกระจาย รอจนเกิดไอน้ำเกาะที่ด้านนอกของปั๊มไอฟุ้งกระจายแล้วจึงเปิดตัวทำความร้อน (heater) และรอเป็นเวลา 20 นาที
- 3) เมื่อครบเวลาที่กำหนดให้ทำการเช็คความดันปากปั๊ม (Ch1) โดยดูจากตัวแสดงผล (Active gauge controller) ให้อยู่ที่ไม่สูงกว่า  $5 \times 10^{-2}$  มิลลิบาร์ แล้วจึงทำการเปิดวาล์วปีกผีเสื้อ (butterfly valve) พร้อมทั้งทำการเปิดหัววัดชนิดเพนนิ่ง (ch3) เพื่อดูความดันที่ต่ำกว่า  $10^{-3}$  มิลลิบาร์

#### การปลูกฟิล์มด้วยการสปีดเตอริง

- 1) ทำการตรวจสอบความดันภายในภาชนะสุญญากาศ (ch3) จากตัวแสดงผล (Active gauge controller) ให้อยู่ที่  $2.6 \times 10^{-6}$  มิลลิบาร์ (base pressure) แล้วจึงปิดหัววัดชนิดเพนนิ่งและทำการเปิด Mass flow controller เพื่อทำการเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเข้าไปภายในภาชนะสุญญากาศ พร้อมทั้งเปิดเครื่องทำความเย็นที่ใช้สำหรับหล่อเย็นหัวแมกนีตรอนทั้งสองกับเครื่องจ่ายกำลังย่านความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL รอเป็นเวลา 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) เมื่อถึงเวลาที่กำหนดแล้วให้ทำการเปิดระบบหล่อเย็นให้แก่หัวแมกนีตรอนทั้งสองกับเครื่องจ่ายกำลังย่านความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL และทำการเปิดเครื่องจ่ายกำลังย่านความถี่วิทยุทั้งสองแล้วจึงทำการจุดพลาสมา และรอเป็นเวลา 20 นาที

3) หลังจากครบเวลาให้ทำการเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนเข้าไป และทำการลดอัตราการไหลของแก๊สกับกำลังทางด้านเป้าโลหะแมกนีเซียมตามเงื่อนไขการปลูก โดยเงื่อนไขทั้งหมดจะเป็นดังตารางที่ 3.2 และรอ 5 นาที

4) เมื่อครบเวลา 5 นาที จึงทำการเปิด (shutter) ที่ปิดหน้าหัวแมกนีตรอนอยู่เพื่อเริ่มทำการสปีดเตอร์ตามเวลาที่เรากำหนด

ตารางที่ 3.2 เงื่อนไขการปลูกฟิล์มวาเนเดียมไดออกไซด์ที่ทำการโตปด้วยแมกนีเซียมในขณะทำการปลูกด้วยเทคนิคโค-สปีดเตอร์

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม 99.5 % และ แมกนีเซียม 99.95%
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบทั้งสองกับแผ่นฐานรอง	15 เซนติเมตร
ความดันก่อนทำการปลูก (Base Pressure)	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันระหว่างการปลูก (Working Pressure)	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม	150 และ 200 วัตต์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม	20 วัตต์
อัตราการไหลของแก๊สของเป้าวาเนเดียม	25 sccm
อัตราการไหลของแก๊สของเป้าแมกนีเซียม	20, 15, 10 และ 5 sccm
เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนของเป้าวาเนเดียม	5% และ 3%
ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม	120 นาที

### 3.3 ขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากภาชนะสุญญากาศ

ในการเตรียมฟิล์มบางขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากระบบการสปีดเตอร์มีความสำคัญเป็นอย่างยิ่ง ซึ่งขั้นตอนมีดังนี้

1) เมื่อครบขั้นตอนการปลูกฟิล์มแล้วให้ทำการปิดชัตเตอร์ (shutter) และเครื่องจ่ายกำลังความถี่วิทยุทั้งสองแต่ยังทำการป้อนแก๊สทิ้งไว้ เป็นเวลา 30 นาที

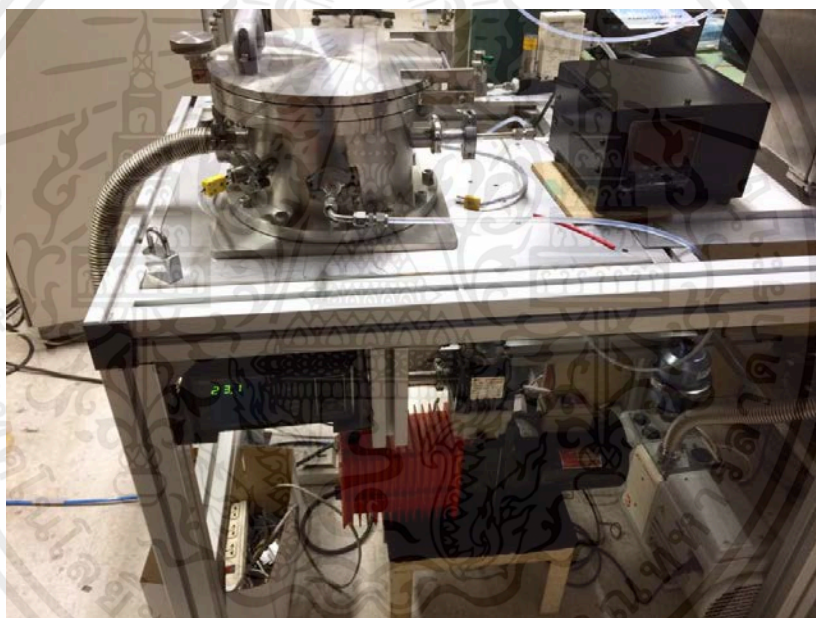
2) หลังจากนั้นให้หยุดทำการป้อนแก๊สเพื่อให้เกิดสภาวะสุญญากาศ เป็นเวลา 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) เมื่อครบเวลาแล้วให้ทำการปิดวาล์วปีกผีเสื้อ (butterfly valve) และทำการจ่ายแก๊สอาร์กอนให้ความดันภายในภาชนะอยู่ที่ 4 มิลลิบาร์ แล้วทิ้งฟิล์มบางไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 4) หลังจากนั้นจึงทำการป้อนแก๊สอาร์กอนจนกว่าจะสามารถเปิดภาชนะสุญญากาศได้

### 3.4 ระบบการอบในสุญญากาศ

นอกจากปัจจัยหรือพารามิเตอร์ของกระบวนการในการสังเคราะห์ฟิล์มบางจะส่งผลต่อสมบัติของฟิล์มบางแล้ว กระบวนการให้ความร้อนกับฟิล์มบางหลังจากที่ทำการสังเคราะห์แล้ว (Post-annealing treatment) ยังเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อสมบัติของฟิล์ม ในโครงการพิเศษนี้จึงได้ทำการอบหรือให้ความร้อนกับแผ่นฟิล์มบางหลังจากการสังเคราะห์แล้วนั้นด้วยการอบภายใต้ความเป็นสุญญากาศ (Vacuum-annealing treatment) ซึ่งทำที่ระดับความดัน  $10^{-3}$  มิลลิบาร์ ระบบการอบแสดงดังรูปที่ 3.23 ระบบดังกล่าวถูกทำให้สุญญากาศด้วยการใช้ปั๊มกลโรตารี



รูปที่ 3.23 ระบบการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

### 3.5 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์

เพื่อเป็นการศึกษาสมบัติของฟิล์มบางที่ได้ทำการสังเคราะห์ขึ้นว่าผลของพารามิเตอร์ของกระบวนการมีผลอย่างไร ฟิล์มบางที่ได้ทำการสังเคราะห์จะถูวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวด้วย Scanning electron microscope (SEM) และวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของฟิล์มบางด้วยเทคนิค Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) นอกจากนี้จะวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) รวมทั้งจะถูกตรวจวัด Atomic-bonding structure ด้วยเทคนิค Raman Spectroscopy สมบัติทางแสงด้วย UV-Vis spectroscopy

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5.1 X-ray Diffraction (XRD)

การตรวจสอบความเป็นโครงสร้างผลึก และ Phase identify ของฟิล์ม โดยการวิเคราะห์ จาก XRD Pattern ที่ได้จาก X-ray diffractometer ซึ่งเครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของบริษัท Rigaku SmartLab มีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.24 แหล่งกำเนิด X-ray ที่ใช้คือ  $\text{Cu K}\alpha 1$  มีความยาวคลื่น 1.54056 Å



รูปที่ 3.24 Rigaku SmartLab X-Ray Diffraction

### 3.5.2 Micro-Raman Spectroscopy

นอกจากนี้ยังทำการวิเคราะห์ Atomic-bonding structure ของฟิล์มบางด้วย Micro-Raman spectroscopy ซึ่งเป็นของ NT-MDT INTEGRA spectra ซึ่งแหล่งกำเนิดแสงจาก Ion-Argon Laser ความยาวคลื่น 514.5 นาโนเมตร เครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวติดตั้งอยู่ที่ NaNoTECH Thailand Science Park Khlong Luang District, Pathum Thani ดังรูปที่ 3.25



รูปที่ 3.25 NT-MDT INTEGRA Micro-Raman spectra

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5.3 UV-Vis Transmission Spectroscopy

การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วย UV-Vis Transmission Spectroscopy เป็นเทคนิคที่สามารถทำได้ภายในห้องปฏิบัติการวิจัยได้ทันที ซึ่งเทคนิคนี้สามารถระบุความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มบางได้อย่างคร่าวๆ ในเบื้องต้น ซึ่งทั้งความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มบางซึ่งมีสัมพันธ์กับค่าดัชนีหักเหเชิงแสงนั้นสามารถคำนวณได้จากข้อมูลของเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงของฟิล์มบางนั้น

ระบบที่ใช้สำหรับ UV-Vis Transmission Spectroscopy เป็นระบบที่ได้ทำการ set up ขึ้นภายในห้องปฏิบัติการ เป็นดังรูปที่ 3.26 จึงทำให้สามารถทำการวัดได้ทันที ระบบดังกล่าวประกอบด้วย OcenOptics DH2000-BAL deuterium tungsten halogen light source และ an OcenOptic USB2000 spectrometer พร้อมด้วย Optical Fiber ข้อมูลที่ได้การวัดจะถูกนำไปประเมินและคำนวณเพื่อทำการหา Optical constant (Complex index) รวมทั้ง Optical energy bandgap และความหนาของฟิล์มบาง



รูปที่ 3.26 UV-Vis Transmission Spectroscopy Setup

### 3.5.4 Scanning electron microscope (SEM) [7]

การวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวของฟิล์ม เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยใช้อิเล็กตรอนเป็นแหล่งกำเนิดแสง ใช้ส่องวัสดุที่มีขนาดเล็กที่สุด 0.2 ไมโครเมตร จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีกำลังขยายสูงถึง 500,000 เท่า ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ มีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.27



รูปที่ 3.27 Scanning electron microscope (SEM)

### 3.5.5 Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS)

Energy-dispersive X-ray spectroscopy หรือ EDS เป็นเทคนิคที่ใช้ทำการวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ในเนื้อฟิล์มโดยใช้การกระตุ้นจากลำอิเล็กตรอน (Electron beam) เพื่อวัดพลังงานที่ถูกปลดปล่อยออกมาและทำการวิเคราะห์โดยแสดงผลเป็นธาตุและปริมาณของธาตุ โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการใช้ระบบวัดแบบ EDS ที่ ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Thai microelectronics center) โดยตัวระบบนั้นเป็นส่วนประกอบที่อยู่ภายในเครื่องของระบบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field emission scanning electron microscope)

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

#### การสังเคราะห์ฟิล์ม VO<sub>2</sub>

โครงการพิเศษนี้มีเป้าหมายคือการทำกรสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอาร์เอพรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง ซึ่งในกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มนี้ยังมีกระบวนการให้ความร้อนกับฟิล์มบางหลังจากที่ทำการสังเคราะห์ (Post-annealing treatment) แล้วมีความสำคัญต่อการจัดระเบียบโครงสร้างผลึกและพันธะทางเคมีของฟิล์มบาง ด้วยเหตุดังกล่าวจึงศึกษาผลของการให้ความร้อนกับฟิล์มบาง ซึ่งมีปัจจัยหลักที่มีผลต่อกระบวนการแอนนีส ได้แก่อุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้อบ รวมถึงศึกษาผลของการป้อนแก๊สเข้าไปในกระบวนการแอนนีส

#### 4.1 ผลของการอบฟิล์มบางที่เปอร์เซ็นต์ออกซิเจนต่างกัน

##### 4.1.1 ผลของการอบฟิล์มบางที่เปอร์เซ็นต์ออกซิเจนต่างกันภายใต้สภาวะสุญญากาศ

ในการปลูกฟิล์มบางนั้น ฟิล์มบางจะถูกเคลือบบนแผ่นแก้วไพเร็กซ์เป็นระยะเวลา 30 นาที มีอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 5% 6% และ 7.5% อัตราการไหลของแก๊สรวม 25 sccm ในขณะที่ปลูกใช้แหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์ ซึ่งมีเงื่อนไขการปลูกดังตารางที่ 4.1 และนำฟิล์มไปอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง

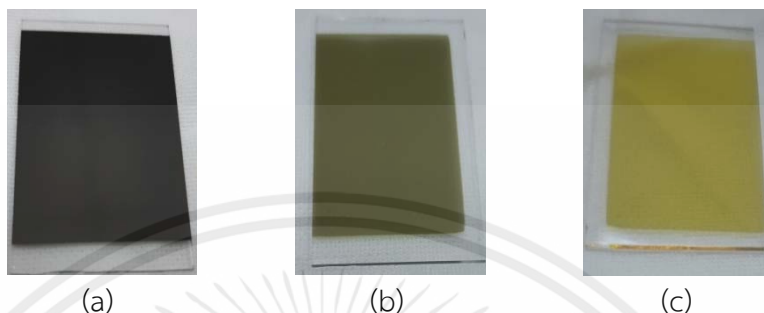
#### ตารางที่ 4.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% Ø 3 นิ้ว
แผ่นฐานรองรับ	แผ่นแก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันขณะปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
Sputtering Gas	แก๊สอาร์กอน
Reactive Gas	แก๊สออกซิเจน
อัตราการไหลของแก๊สรวม	25 sccm
เปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน	5% 6% และ 7.5%
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ระยะเวลาที่ใช้ปลูกฟิล์ม	30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

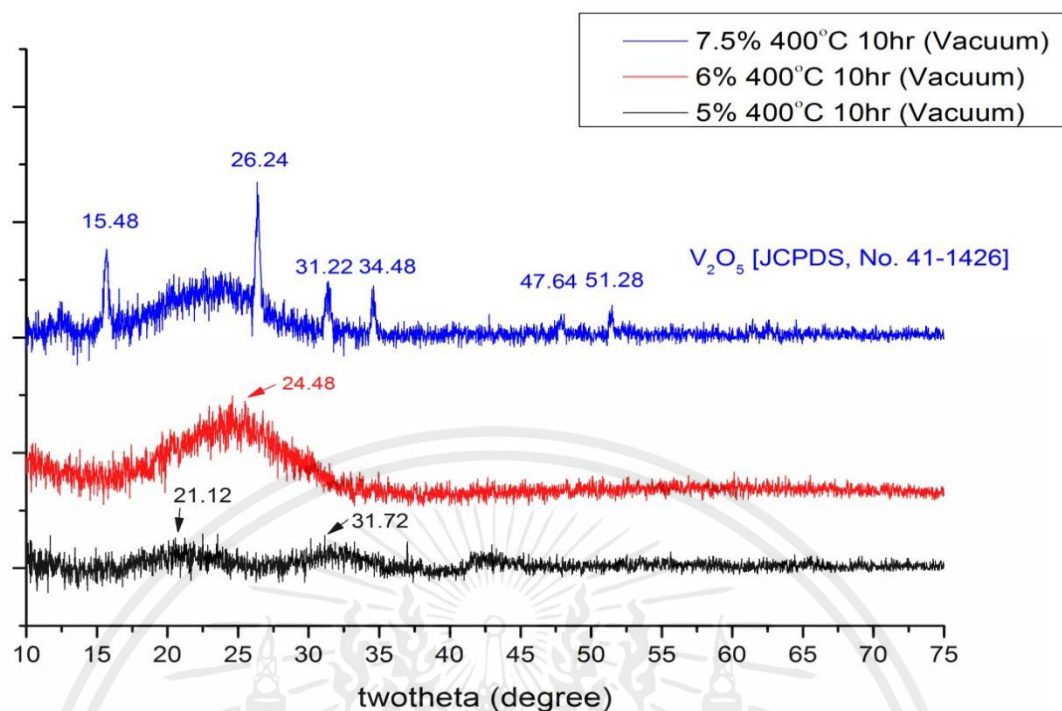
ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% จะมีลักษณะสีดำทึบ (a) แต่ที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสงขึ้นออกเป็นสีน้ำตาล (b) และอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสง สีค่อนข้างเหลือง (c) แสดงได้ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% (a) 6% (b) และ 7.5% (c) ปลุกด้วยเวลา 30 นาที อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

#### 4.1.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD)

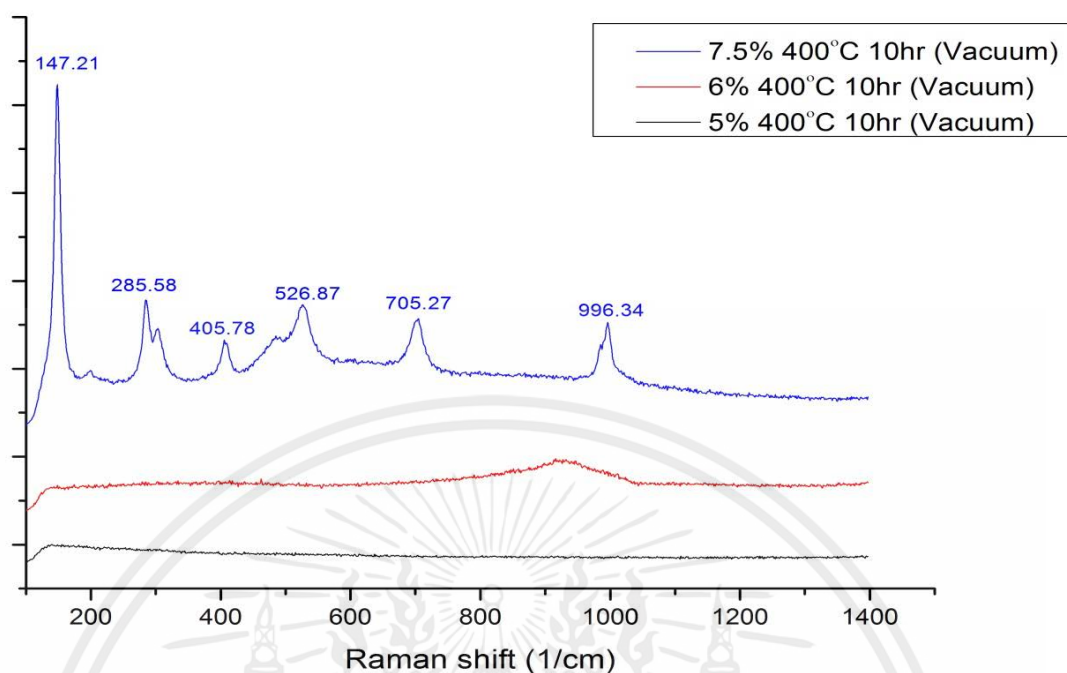
ผลจากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% ฟิล์มบางจะมีพีคปรากฏที่ตำแหน่งบริเวณใกล้เคียงกับตำแหน่งของฟิล์มบาง  $V_2O_5$  [JCPDS, No. 41-1426] ซึ่งระบุได้ว่าฟิล์มบางที่เปอร์เซ็นต์ออกซิเจน 7.5% เป็น  $V_2O_5$  แต่ที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% และ 6% ฟิล์มบางที่ได้ยังโครงสร้างผลึกเป็นอะมอร์ฟัส ยังไม่ปรากฏพีคที่ชัดเจน



รูปที่ 4.2 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% อบด้วย อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง

#### 4.1.1.3 ผลการวิเคราะห์พื้นระเคมีด้วย Raman Spectroscopy

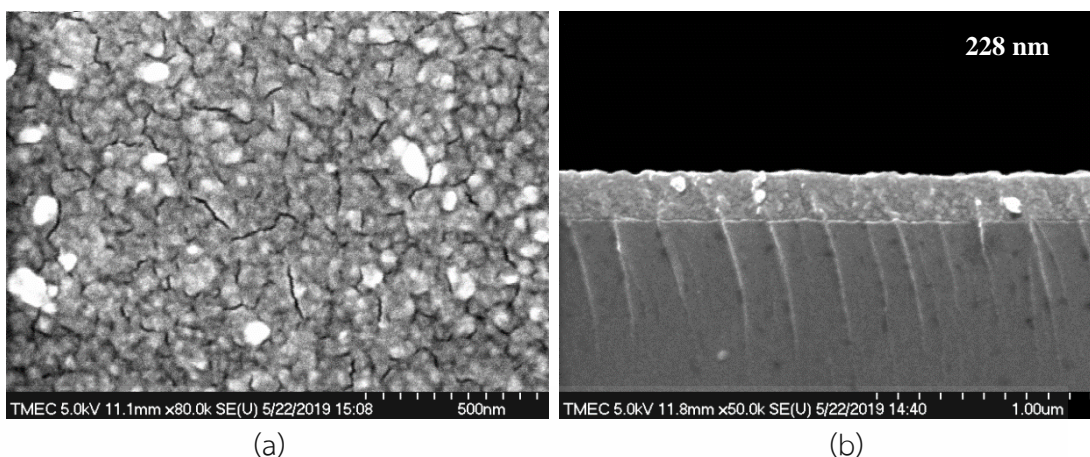
ผลของการวิเคราะห์พื้นระเคมี ทำให้ทราบว่า ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% จะปรากฏตำแหน่งของพีคที่ 147.21 285.58 405.78 526.87 705.27 และ 996.34  $cm^{-1}$  ซึ่งมีตำแหน่งใกล้เคียงกับลักษณะของ  $V_2O_5$  ที่ปรากฏพีคบริเวณตำแหน่ง 143, 300, 400 550 700 และ 1000  $cm^{-1}$  [23,24] ส่วนฟิล์มบางอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% และ 6% พบว่ายังไม่ปรากฏพีคที่ชัดเจน ฟิล์มที่ได้ยังไม่มีการจัดเรียงพันธะทางเคมี



รูปที่ 4.3 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% อบด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง

#### 4.1.1.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)

การวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% ที่เงื่อนไขการอบอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่มีต่อ Field Emission Scanning Electron Microscope ของฟิล์มบาง พบว่า ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่อัตราส่วนออกซิเจน 7.5% มีลักษณะ grain ขนาดใหญ่ มีการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบ ส่วนผลการวิเคราะห์ความหนาที่ได้ ฟิล์มบางที่ได้จากการปลูกในอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% มีความหนาประมาณ 228 นาโนเมตร



รูปที่ 4.4 ผลของการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเงื่อนไขอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% อบด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 10 ชั่วโมงด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ Surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และแบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b)

#### 4.1.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนต่างๆ ที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยแก๊ส

##### ไนโตรเจน (N<sub>2</sub>)

การปลูกฟิล์มบางในเงื่อนไขนี้ ฟิล์มบางจะถูกเคลือบบนแผ่นแก้วไพเร็กซ์เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ที่มีอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 5% 6% และ 7.5% อัตราการไหลของแก๊สรวม 25 sccm ในขณะที่ปลูกใช้แหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์ ซึ่งมีเงื่อนไขการปลูกดังตารางที่ 4.2 และนำฟิล์มไปอบภายใต้สภาวะสุญญากาศป้อนด้วยแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาเวลา 10 ชั่วโมง

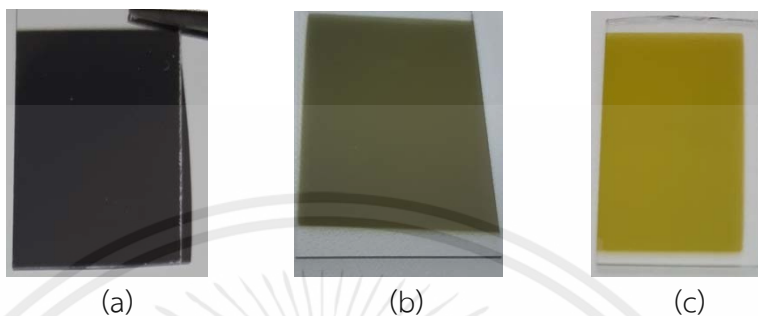
#### ตารางที่ 4.2 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศป้อนด้วยแก๊สไนโตรเจน

เป้าสารเคลือบ	วานเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% Ø 3 นิ้ว
แผ่นฐานรองรับ	แผ่นแก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันขณะปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
Sputtering Gas	แก๊สอาร์กอน
Reactive Gas	แก๊สออกซิเจน
อัตราการไหลของแก๊สรวม	25 sccm
เปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน	5% 6% และ 7.5%
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ระยะเวลาที่ใช้ปลูกฟิล์ม	1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

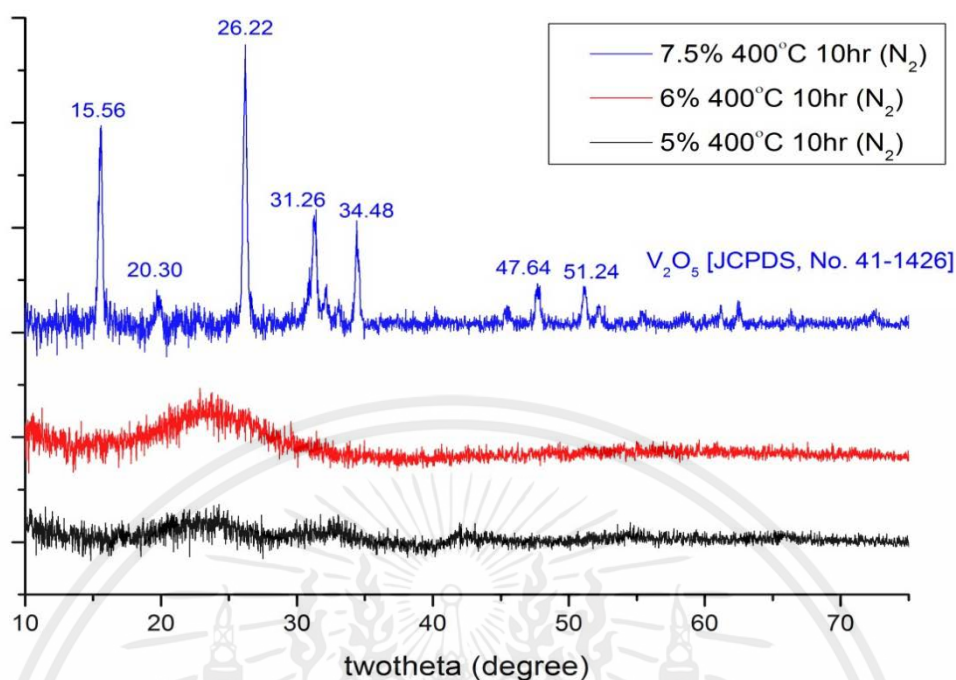
ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% จะมีลักษณะสีดำทึบ (a) แต่ที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% ฟิล์มมีลักษณะสว่างขึ้นออกเป็นสีน้ำตาล (b) และอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสง สีค่อนข้างเหลือง (c) แสดงได้ดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 5% (a) 6% (b) และ 7.5% (c) ปลุกด้วยเวลา 1 ชั่วโมง ออบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

#### 4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD)

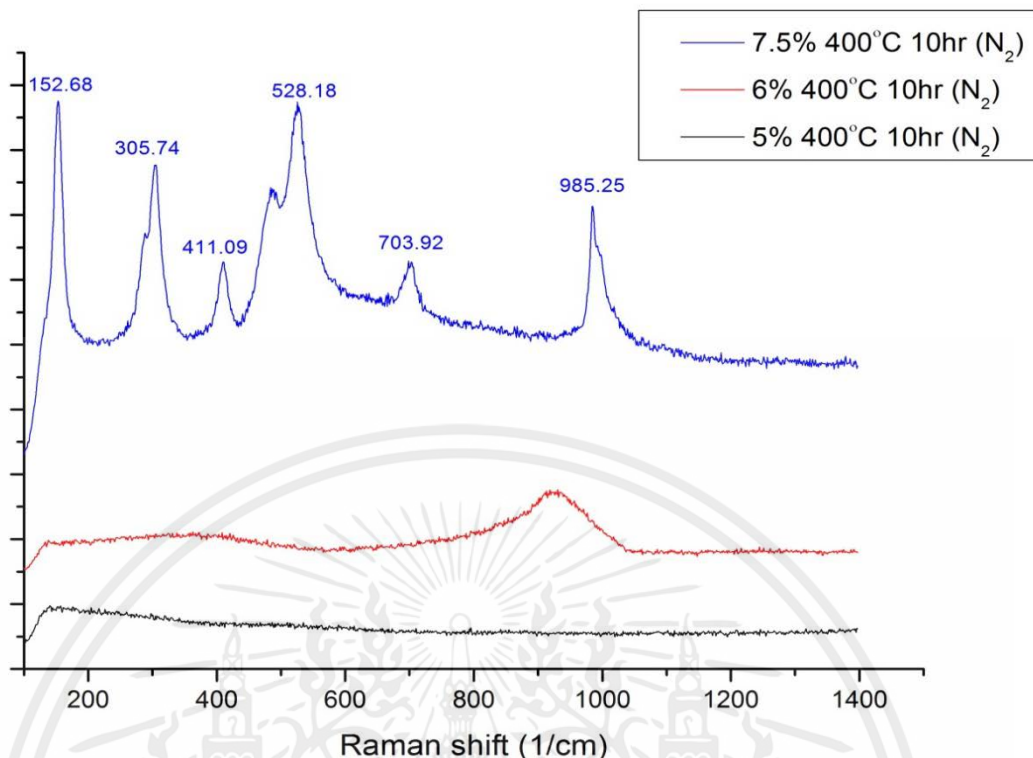
เมื่อปลุกฟิล์มที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 7.5% 6% และ 5% และที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยแก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ ) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 7.5% นี้ ฟิล์มมีแนวโน้มที่จะได้ฟิล์มบาง  $V_2O_5$  เนื่องจากพีคปรากฏที่ตำแหน่งใกล้เคียงกับบริเวณของฟิล์มบาง  $V_2O_5$  แต่ที่อัตราส่วนของแก๊สออกซิเจน 5% และ 6% ฟิล์มบางที่ได้ยังมีโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัส ซึ่งผลที่ได้นั้นไม่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับผลการวิเคราะห์ที่ศึกษาผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ จึงสรุปได้ว่า การป้อนแก๊สไนโตรเจนในกระบวนการอบไม่มีผลต่อโครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง



รูปที่ 4.6 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% ที่อบด้วยแก๊สไนโตรเจน ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง

#### 4.1.2.3 ผลการวิเคราะห์พื้นระเคมีด้วย Raman Spectroscopy

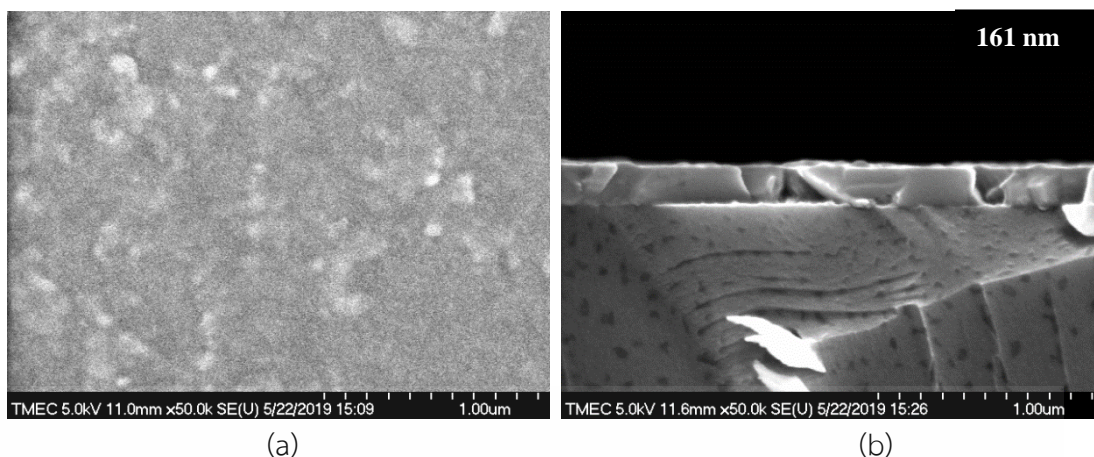
ฟิล์มบางที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยแก๊สไนโตรเจน (N<sub>2</sub>) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แตกต่างกันไปเปอร์เซ็นต์ออกซิเจนนำมาวิเคราะห์ด้วย Raman Spectroscopy จากผลการวิเคราะห์ทำให้ทราบว่า อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% มีพิกปรากฏที่ตำแหน่ง 152.68 305.74 411.09 528.18 703.92 และ 985.25 cm<sup>-1</sup> ซึ่งตำแหน่งใกล้เคียงกับพิกของ V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ส่วนอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 5% และ 6% ยังไม่ปรากฏพิกที่ชัดเจน เนื่องจากฟิล์มที่ได้ยังคงมีสถานะเป็นอะมอร์ฟัส สรุปการวิเคราะห์ผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยแก๊สไนโตรเจน ฟิล์มที่ได้มีลักษณะตำแหน่งของพิก Raman ใกล้เคียงกับผลของการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ แสดงว่าแก๊สไนโตรเจนไม่มีผลต่อพื้นระเคมีของฟิล์มบาง



รูปที่ 4.7 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% 6% และ 7.5% อบด้วยแก๊สไนโตรเจน อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง

#### 4.1.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)

ผลของการเคลือบฟิล์มบางอัตราส่วนของออกซิเจน 7.5% อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยแก๊สไนโตรเจน อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่มีต่อ Field Emission Scanning Electron Microscope ของฟิล์มบาง พบว่า ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมี grain ขนาดเล็กมาก เมื่อดูผลวิเคราะห์ด้าน Cross-section ประกอบด้วยแล้ว โครงสร้างของฟิล์มที่ได้มีการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบและวัดความหนาของฟิล์มได้ 161 นาโนเมตร



รูปที่ 4.8 ผลของการวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% อดด้วยแก๊สไนโตรเจน

อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ Surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และแบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b)

#### 4.1.3 ผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและเวลา

ฟิล์มบางที่สังเคราะห์ด้วยเงื่อนไขเวลาเท่ากัน (ปลูก 1 ชั่วโมง) กำลังแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์เท่ากัน แต่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมดต่างกัน ซึ่งมีเงื่อนไขการปลูกดังตารางที่ 4.3 และนำฟิล์มไปอบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยเงื่อนไขที่เท่ากัน ด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาเวลา 15 ชั่วโมง เพื่อศึกษาผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและเวลา

ตารางที่ 4.3 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและเวลา

เป้าสารเคลือบ	วานาเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% Ø 3 นิ้ว
แผ่นฐานรองรับ	แผ่นแก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันขณะปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
Sputtering Gas	แก๊สอาร์กอน
Reactive Gas	แก๊สออกซิเจน
อัตราการไหลของแก๊สรวม	25 sccm
เปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน	6% และ 7.5%
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ระยะเวลาที่ใช้ปลูกฟิล์ม	1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

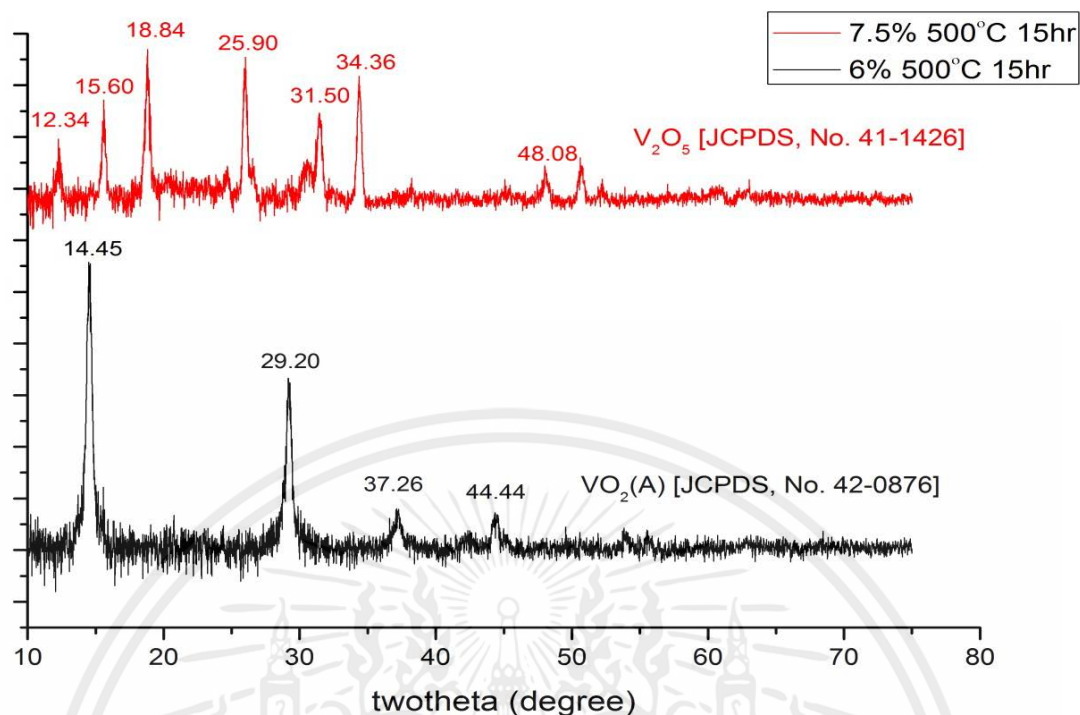
ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสงขึ้นออกเป็นสีเขียว (a) และอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสง สีค่อนข้างเหลือง (b) แสดงได้ดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ฟิล์มบางอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% (a) และ 7.5% (b) ปลุกด้วยเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง

#### 4.1.3.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD)

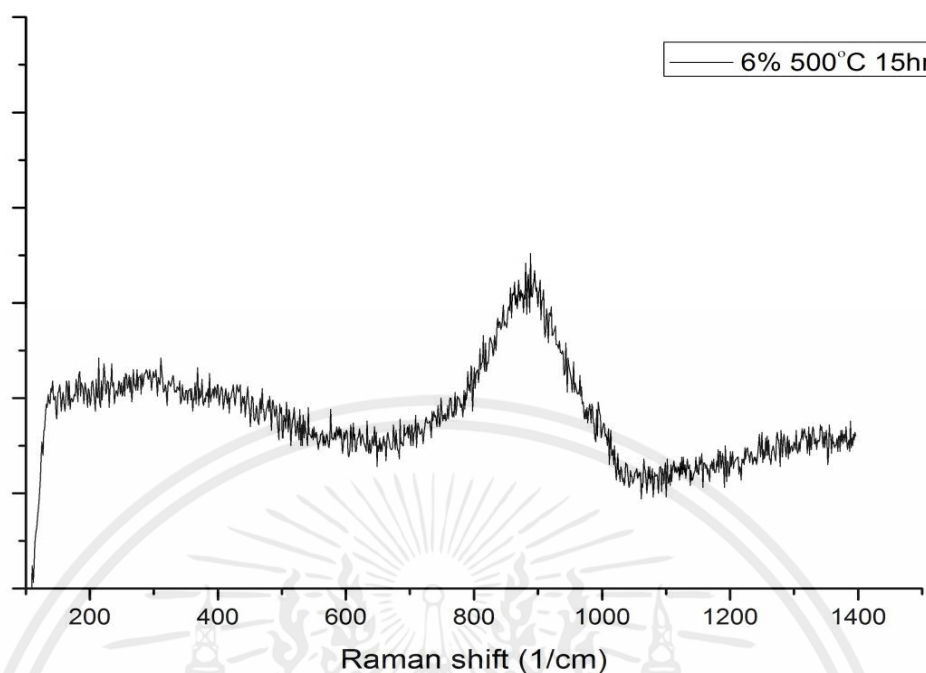
ฟิล์มที่เพิ่มเงื่อนไขการอบ เมื่อตรวจสอบด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แล้ว พบว่าฟิล์มอัตราส่วนของออกซิเจน 7.5% แสดงตำแหน่งพีกใกล้เคียงกับลักษณะของตำแหน่งพีก  $V_2O_5$  และที่ฟิล์มอัตราส่วนของออกซิเจน 6% มีการลักษณะของฟิล์มบาง  $VO_2$  เฟส A มีระบบผลึกเป็นแบบ Monoclinic เนื่องจากปรากฏตำแหน่งพีกที่ 14.45 29.20 37.26 และ 44.44 องศา ซึ่งมีตำแหน่งแรกใกล้เคียงกับตำแหน่งของ  $VO_2$  (A) [JCPDS, No. 42-0876] [25]



รูปที่ 4.10 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% และ 7.5% อบด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมงที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง

#### 4.1.3.3 ผลการวิเคราะห์พื้นระเคมีด้วย Raman Spectroscopy

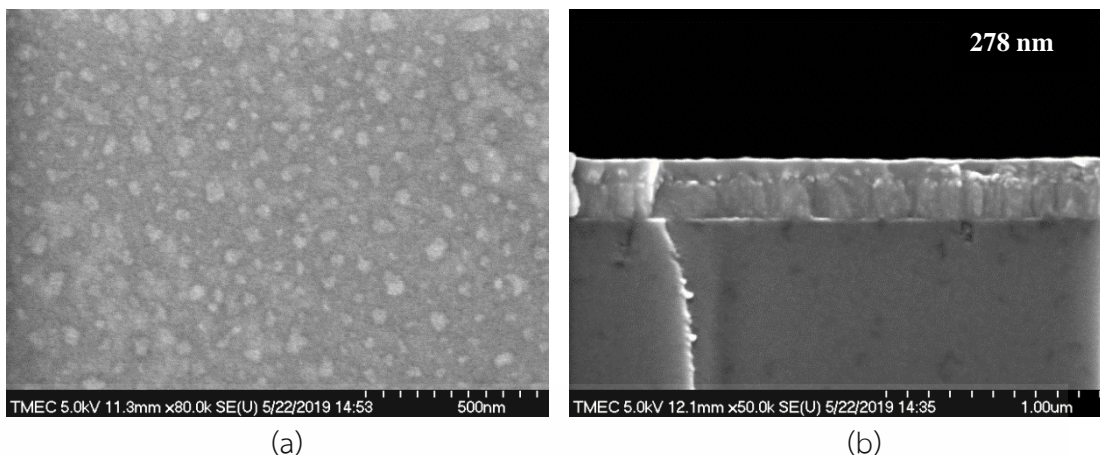
เนื่องจากฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% ฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างตรงกับลักษณะของฟิล์ม  $V_2O_5$  และผลจากการวิเคราะห์ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% ที่วัดด้วย Raman Spectroscopy แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ได้มีโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัส ยังคงมีการฟอร์มตัวเป็นโครงสร้างได้ไม่ดี ซึ่งขัดกับผลวิเคราะห์จากการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) ที่บอกว่าฟิล์มที่ได้ มีตำแหน่งพิกที่ปรากฏเป็นของ  $VO_2(A)$



รูปที่ 4.11 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% และ 7.5% อบด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมงที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง

#### 4.1.3.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)

ผลการวิเคราะห์ฟิล์มที่ได้จากการปลูกอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 6% เวลาในการปลูก 1 ชั่วโมง อบด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง พบว่า ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมี grain ขนาดเล็กมาก และเมื่อดูผลวิเคราะห์แบบ Cross-section ประกอบด้วยแล้วจะเห็นได้ว่า ฟิล์มที่ได้แบ่งชั้นชั้นฟิล์มเป็น 2 ชั้น โดยที่ชั้นบนของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวเป็นแบบอะมอร์ฟัส และชั้นล่างของฟิล์มมีการจัดเรียงตัวโครงสร้างที่ชัดเจน ซึ่งจะสอดคล้องกับผลวิเคราะห์จาก Raman Spectroscopy และความหนาของฟิล์มบางที่วัดได้ 278 นาโนเมตร



รูปที่ 4.12 ผลของการวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 6% ภายใต้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ Surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และแบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b)

## 4.2 การปรับปรุงเงื่อนไขการอบ

### 4.2.1 ผลของการเพิ่มเวลาในการอบ

เงื่อนไขของการปลูกฟิล์มบางที่จะศึกษาผลของการเพิ่มเวลาในการอบนั้นฟิล์มจะถูกเคลือบบนแผ่นแก้วไพเร็กซ์ด้วยเงื่อนไขเท่ากัน ใช้ระยะเวลาในการปลูก 1 ชั่วโมงเท่ากัน อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สไพเร็กซ์ผลรวมของแก๊สทั้งหมดเท่ากัน (6%) อัตราการไหลของแก๊สรวม 25 sccm ในขณะที่ปลูกใช้แหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์ ซึ่งมีเงื่อนไขการปลูกดังตารางที่ 4.4 และนำฟิล์มไปอบภายใต้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสด้วยเงื่อนไขที่ต่างกัน

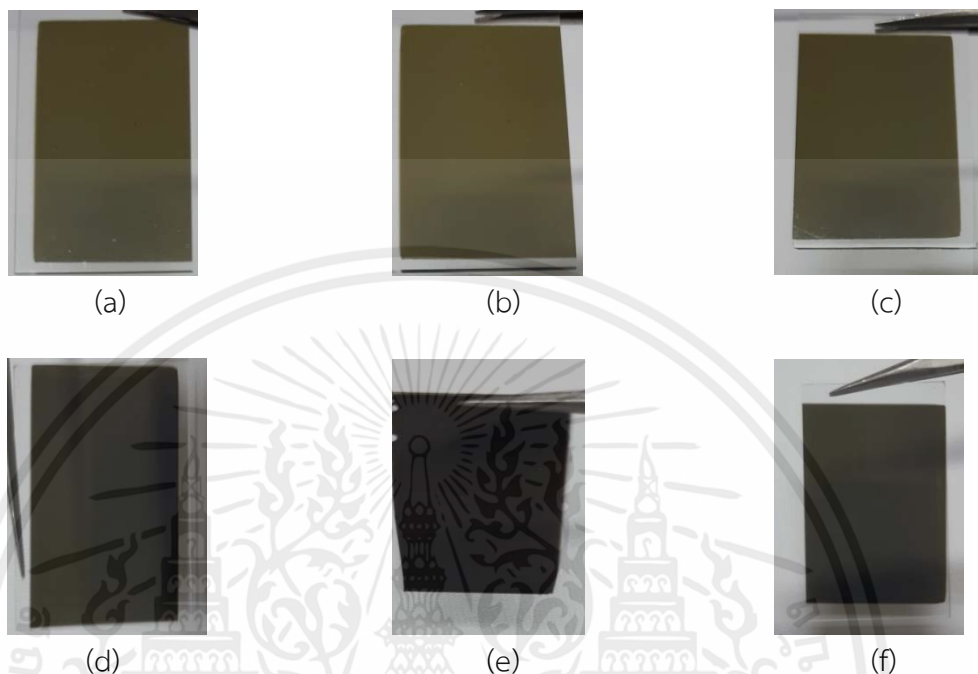
### ตารางที่ 4.4 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการเพิ่มเวลาในการอบ

เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% Ø 3 นิ้ว
แผ่นฐานรองรับ	แผ่นแก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันขณะปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
Sputtering Gas	แก๊สอาร์กอน
Reactive Gas	แก๊สออกซิเจน
อัตราการไหลของแก๊สรวม	25 sccm
เปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน	6%
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ระยะเวลาที่ใช้ปลูกฟิล์ม	1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

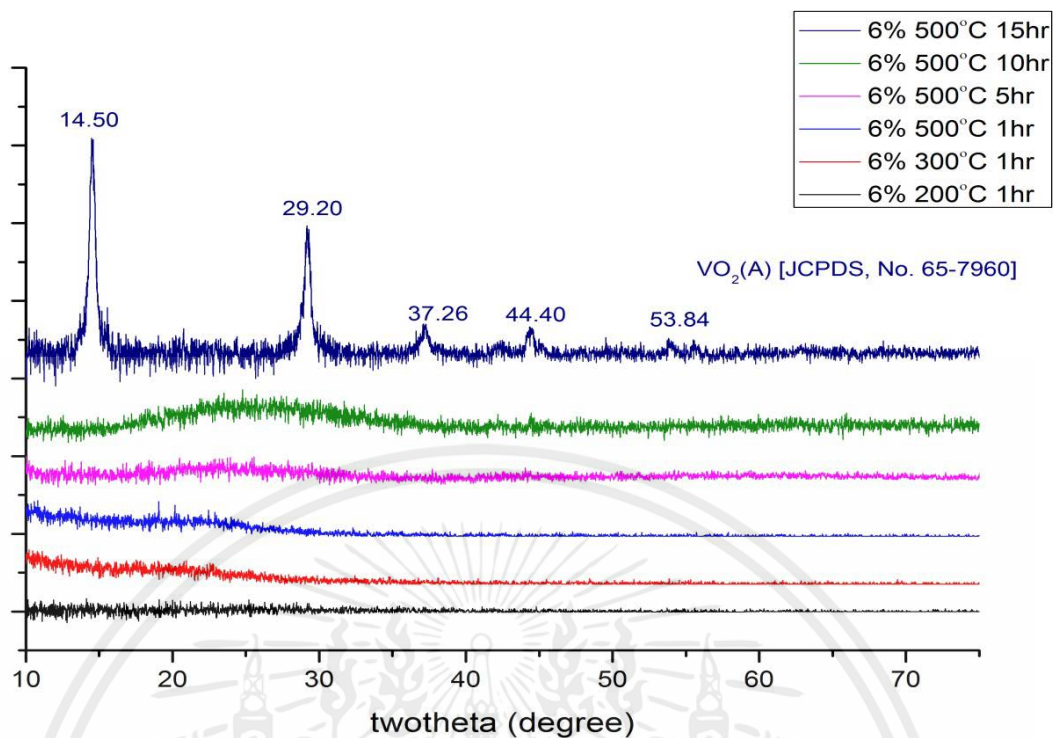
ฟิล์มบางที่ใช้ศึกษา มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสง สีออกเป็นสีเขียว แสดงได้ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% เงื่อนไขการปลูกเท่ากัน ภายใต้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง (a) เวลา 10 ชั่วโมง (b) เวลา 5 ชั่วโมง (c) 1 ชั่วโมง (d) อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (e) อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (f)

#### 4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD)

ผลจากการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ที่เงื่อนไขการอบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ตำแหน่งพีกใกล้เคียงกับลักษณะของตำแหน่งพีก  $\text{VO}_2$  (A) แต่เงื่อนไขที่อุณหภูมิเดียวกัน เมื่อลดเวลาที่ใช้ในการอบเหลือ 10, 5 และ 1 ชั่วโมงแล้ว ผลที่ได้ยังมีการจัดระเบียบโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัสอยู่ เมื่อลดอุณหภูมิลงเหลือ 300 และ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 1 ชั่วโมง ผลที่ได้ฟิล์มบางยังมีโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัสอยู่



รูปที่ 4.14 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% เงื่อนไขการปลูกเดียวกันแต่เงื่อนไขการอบต่างกัน ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง

#### 4.2.2 ผลของการเปรียบเทียบการอบ

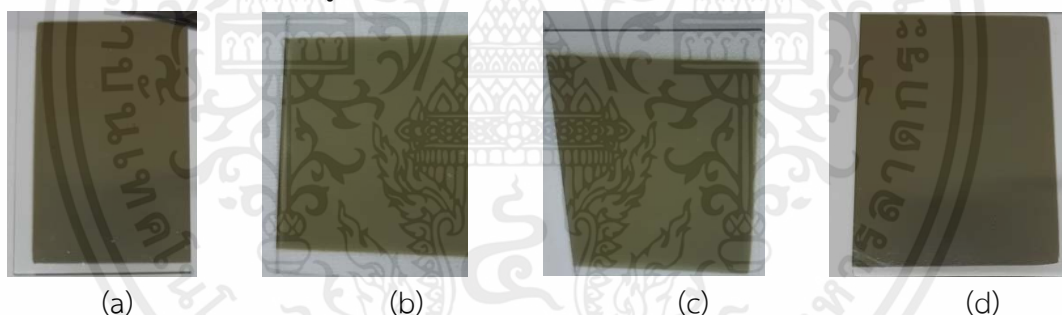
ฟิล์มบางที่สังเคราะห์ด้วยเงื่อนไขเวลาเท่ากัน (ปลูก 1 ชั่วโมง) กำลังแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์เท่ากัน อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 6% ซึ่งมีเงื่อนไขการปลูกดังตารางที่ 4.5 ภายใต้อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 10 และ 15 ชั่วโมง

#### ตารางที่ 4.5 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการเปรียบเทียบการอบ

เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% Ø 3 นิ้ว
แผ่นฐานรองรับ	แผ่นแก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันขณะปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
Sputtering Gas	แก๊สอาร์กอน
Reactive Gas	แก๊สออกซิเจน
อัตราการไหลของแก๊สรวม	25 sccm
เปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน	6%
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ระยะเวลาที่ใช้ปลูกฟิล์ม	1 ชั่วโมง

##### 4.2.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

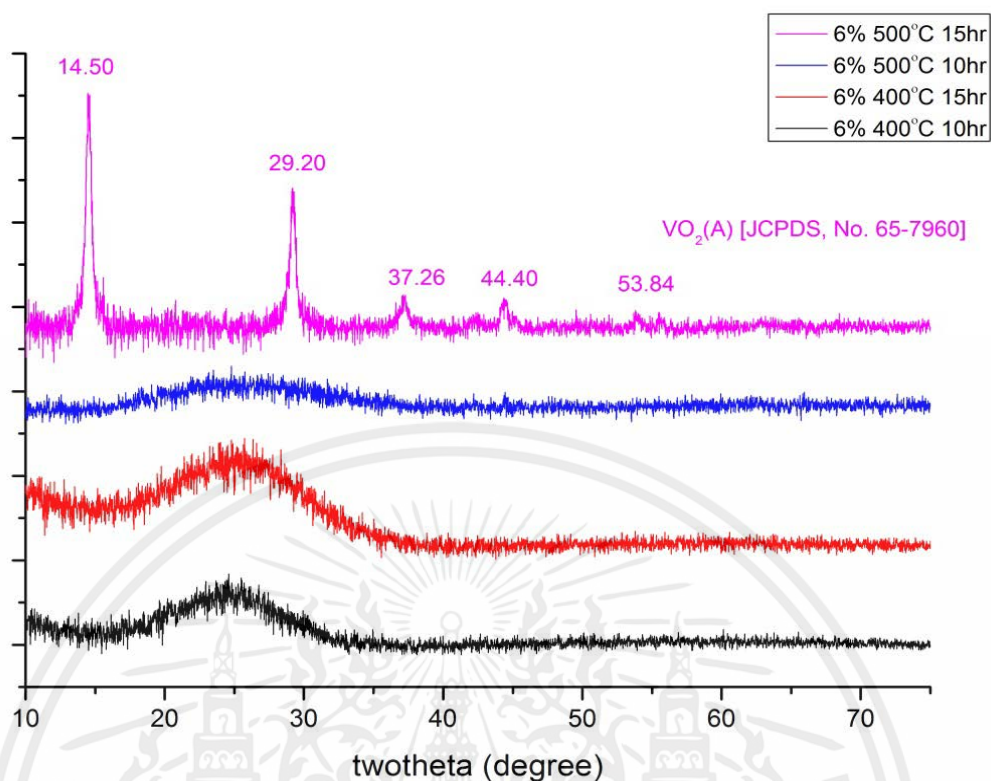
ฟิล์มบางที่ใช้ศึกษามีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% ฟิล์มมีลักษณะโปร่งแสง สีออกเป็นสีน้ำตาล แสดงได้ดังรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.15 ฟิล์มบางที่อัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% เงื่อนไขการปลูกเท่ากัน ภายใต้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 ชั่วโมง (a) เวลา 10 ชั่วโมง (b) อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง (c) เวลา 10 ชั่วโมง (d)

##### 4.2.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction (XRD)

ผลจากการวิเคราะห์ผลเปรียบเทียบเงื่อนไขอุณหภูมิและเวลา พบว่าที่เงื่อนไขอุณหภูมิและเวลาที่ต่ำกว่าเงื่อนไขอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ฟิล์มมีการจัดระเบียบโครงสร้างเป็นแบบอะมอร์ฟัสทุกเงื่อนไข แต่ที่การอบที่ใช้อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ฟิล์มที่ได้มีตำแหน่งพีคตรงกับลักษณะของ  $\text{VO}_2$  (A)



รูปที่ 4.16 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% อบด้วยอุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 และ 15 ชั่วโมงที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง

#### 4.3 กระบวนการอบซ้ำ

ฟิล์มบางจะถูกเคลือบบนแผ่นกระจกควอตซ์ อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 6% ใช้ระยะเวลาในการปลูกทั้งหมด 1 ชั่วโมง อัตราการไหลของแก๊สรวม 25 sccm ในขณะที่ปลูกใช้แหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์ ซึ่งมีเงื่อนไขการปลูกดังตารางที่ 4.6 และนำฟิล์มไปอบครั้งแรกภายใต้สภาวะสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาเวลา 10 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาอบภายใต้สภาวะสุญญากาศเป็นครั้งที่สอง ด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง

#### ตารางที่ 4.6 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มที่ศึกษาผลของการอบซ้ำ

เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% Ø 3 นิ้ว
แผ่นฐานรองรับ	แผ่นกระจกควอตซ์
ความดันก่อนปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันขณะปลูกฟิล์ม	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
Sputtering Gas	แก๊สอาร์กอน
Reactive Gas	แก๊สออกซิเจน
อัตราการไหลของแก๊สรวม	25 sccm
เปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจน	6%
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	150 วัตต์
ระยะเวลาที่ใช้ปลูกฟิล์ม	1 ชั่วโมง

##### 4.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

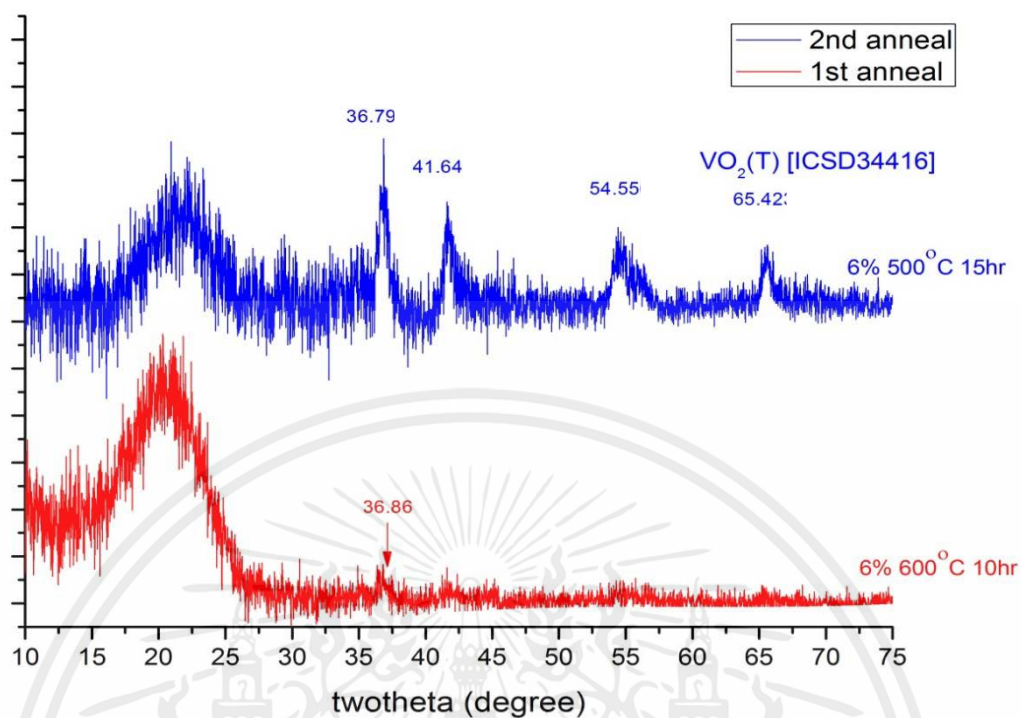
ฟิล์มบางที่ได้บนกระจกควอตซ์มีลักษณะโปร่งแสง มีสีน้ำตาล ดังรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 6% บนกระจกควอตซ์ ที่มีกระบวนการอบซ้ำ

##### 4.3.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย X-ray Diffraction

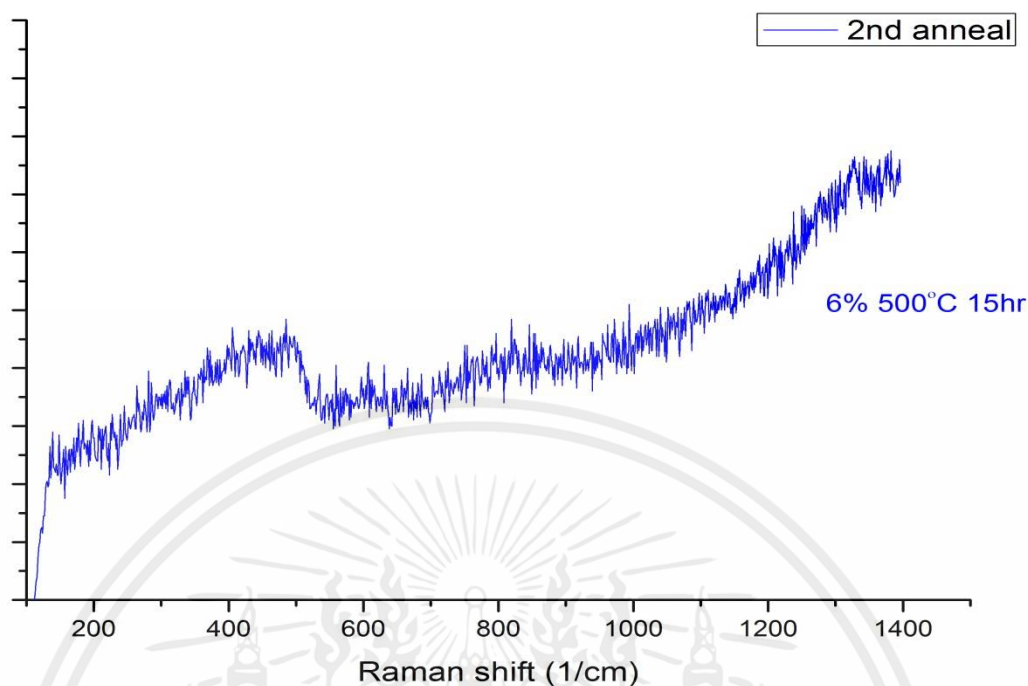
เมื่อวิเคราะห์ฟิล์มบางที่มีกระบวนการอบซ้ำด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าผลที่ได้จากการอบครั้งแรกมีพีคปรากฏขึ้นไม่ชัดเจน แต่ผลที่ได้จากการอบซ้ำมีพีคปรากฏชัดขึ้น เมื่อเทียบกับการอบครั้งแรก ตำแหน่งพีคที่ขึ้นมีแนวโน้มจะเป็นฟิล์ม  $\text{VO}_2$  ที่มีระบบผลึกเป็น Triclinic เนื่องจากมีตำแหน่งพีคใกล้เคียงกับตำแหน่งของฟิล์มบาง  $\text{VO}_2$  ตำแหน่งพีคที่ปรากฏขึ้น 36.79 41.16 54.55 และ 65.42 องศา ซึ่งมีตำแหน่งตรงกับ  $\text{VO}_2$  ระบบผลึกแบบ Triclinic



รูปที่ 4.18 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% บนกระจกควอตซ์ ด้วยเงื่อนไขการอบซ้ำ ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง

#### 4.3.3 ผลการวิเคราะห์พื้นระเคมีด้วย Raman Spectroscopy

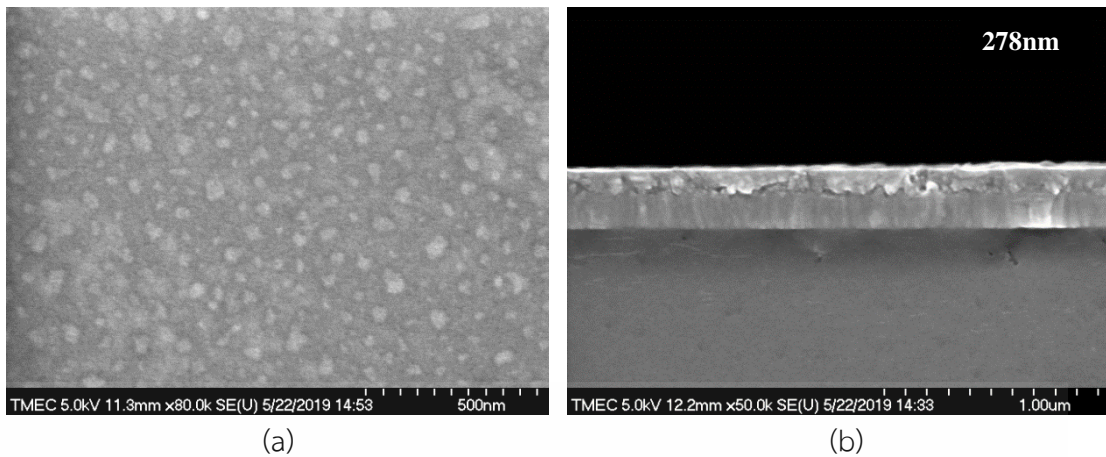
ผลการวิเคราะห์ฟิล์มที่ได้จากการปลูกอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 6% เวลาในการปลูก 1 ชั่วโมงที่เงื่อนไขการอบซ้ำ วิเคราะห์ด้วย Raman Spectroscopy พบว่า ฟิล์มบางที่ได้มีโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัส ยังไม่ปรากฏพีกที่ชัดเจน ซึ่งไม่สอดคล้องกับผลของการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูปที่ 4.19 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 6% บนกระจกควอตซ์ ด้วยเงื่อนไขการอบซ้ำ ที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบาง

#### 4.3.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)

ผลการวิเคราะห์ฟิล์มที่ได้จากการปลูกอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 6% เวลาในการปลูก 1 ชั่วโมง ที่เงื่อนไขการอบซ้ำ พบว่า ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมี grain ขนาดเล็กมาก จัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ และเมื่อดูผลวิเคราะห์แบบ Cross-section ประกอบด้วยแล้วจะเห็นได้ว่า ฟิล์มที่ได้แบ่งชั้นชั้นฟิล์มเป็น 2 ชั้น โดยที่ชั้นบนของฟิล์มมีการจัดระเบียบตัวอย่างไม่เป็นระเบียบเมื่อเทียบกับชั้นล่างที่แสดงการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบมากกว่า ซึ่งจะสอดคล้องกับผลวิเคราะห์จาก Raman Spectroscopy ที่วิเคราะห์ไว้ว่าฟิล์มบางยังมีโครงสร้างเป็นอะมอร์ฟัส เนื่องจากเทคนิคการวิเคราะห์รามานเป็นเทคนิคที่สามารถบอกได้เพียงบริเวณพื้นผิวของฟิล์มบางและความหนาของฟิล์มบางที่วัดได้ 278 นาโนเมตร



รูปที่ 4.20 ผลของการวิเคราะห์ฟิล์มบางอัตราส่วนออกซิเจน 6% ที่มีกระบวนการอบซ้ำด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope แบบ surface ที่กำลังขยาย 80k (a) และ แบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 50k (b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### ผลการวิจัย และอภิปรายผล

#### การสังเคราะห์ฟิล์ม Mg-doped VO<sub>2</sub>

โครงการพิเศษในส่วนของระบบโค-สปีดเตอริงนั้นมีเป้าหมายหลัก คือ ทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีการโด๊ปสารแมกนีเซียมด้วยเทคนิคโค-สปีดเตอริง ซึ่งจากที่กล่าวมานั้น จะเห็นได้ว่าพลาสมาที่เกิดขึ้นมีผลต่อการโด๊ปสารในฟิล์มบาง โดยที่ปัจจัยหลักที่มีผลต่อพลาสมานั้น คือ อัตราส่วนและปริมาณการไหลของแก๊ส และกำลังของคลื่นวิทยุ โดยโครงการพิเศษนี้มุ่งเน้นศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังคลื่นวิทยุที่ทำการจ่ายให้เป้าแมกนีเซียม ผลของการเปลี่ยนแปลงเวลาในการปลูกฟิล์ม และผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม

#### 5.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม

##### 5.1.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

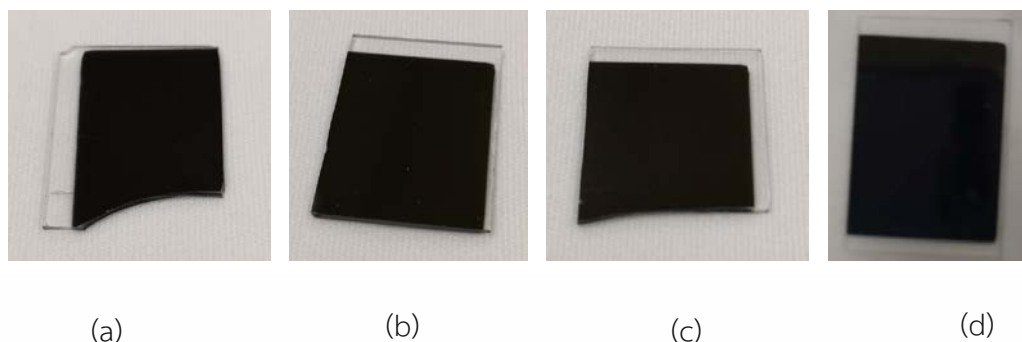
การปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (60 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียมเท่ากัน (150 วัตต์) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเท่ากัน (20 วัตต์) แต่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมต่างกัน เพื่อศึกษาผลของอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมทั้งหมดที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางที่ทำการปลูกบนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์โดยมีเงื่อนไขแสดงดังตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอน โดยเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 3% เวลาในการปลูกฟิล์ม 60 นาที

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม 99.5% และแมกนีเซียม 99.95%
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนทำการปลูก (Base Pressure)	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันระหว่างการปลูก (Working Pressure)	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม	150 วัตต์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม	20 วัตต์
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าวาเนเดียม	25 sccm
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม	0, 5, 10 และ 20 sccm
เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม	3%
ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม	60 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

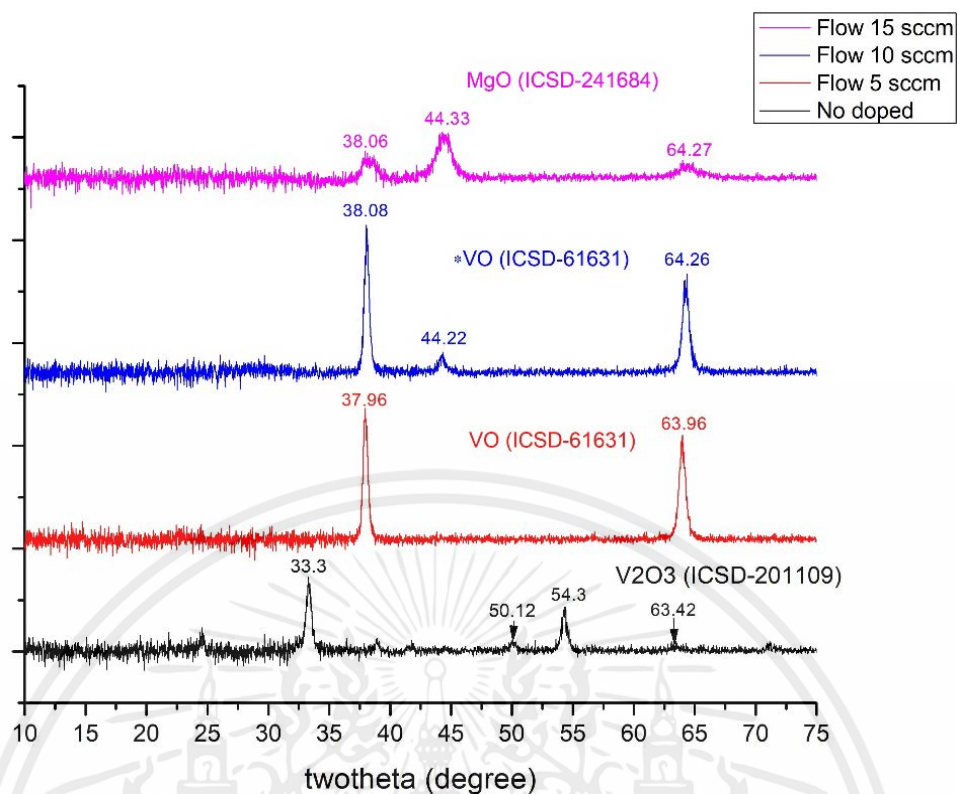
### 5.1.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง



รูปที่ 5.1 ฟิล์มบางที่ทำการเคลือบด้วยกำลังคลื่นวิทยุของเป็ววาเนเดียม 150 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ว 3% ระยะเวลาในการปลูก 1 ชั่วโมง โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม และมีอัตราการไหลของอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียมที่ (b) 5 sccm, (c) 10 sccm และ (d) 15 sccm

### 5.1.1.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)

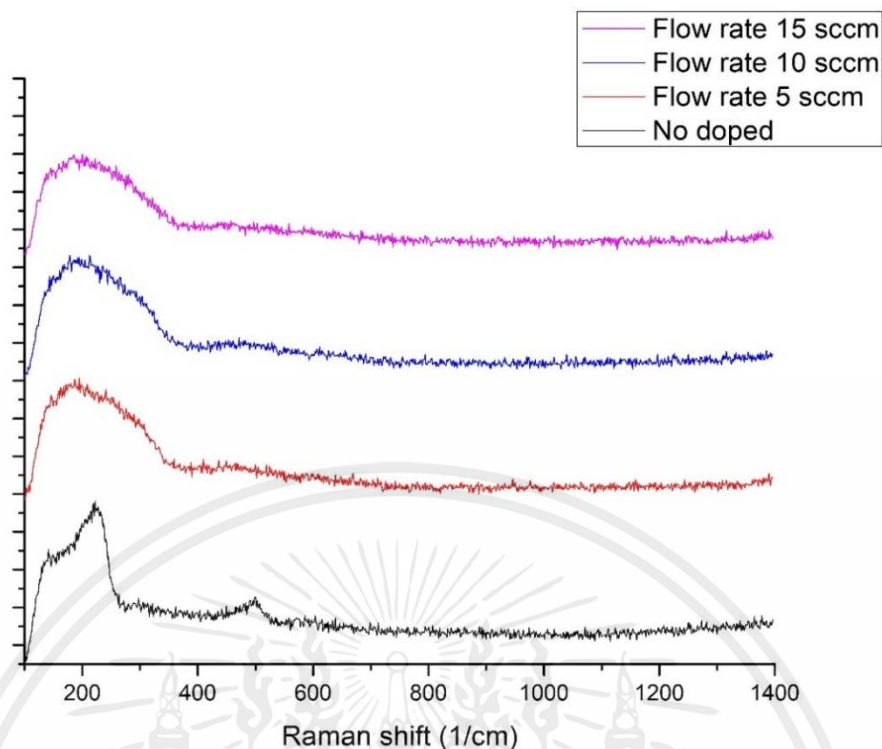
จากผลของ X-ray Diffraction Spectroscopy ของฟิล์มที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม พบว่ามีโครงสร้างเป็น  $V_2O_5$  (ICSD-201109) ฟิล์มที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม 5 sccm และ 10 sccm พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ใกล้เคียงกัน ซึ่งเมื่อทำการนำพีคมาทำการวิเคราะห์พบว่ามีโครงสร้างเป็น VO (ICSD-61631) ทั้งคู่แต่เงื่อนไขการไหลที่ 10 sccm นั้นพีคที่ปรากฏนั้นเกิดการเลื่อนตำแหน่งของทุกพีคไปทางด้านขวาซึ่งเป็นลักษณะของการที่ฟิล์มเกิดการโตบขึ้น ส่วนฟิล์มที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป็วแมกนีเซียม 15 sccm พบว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็น MgO (ICSD-241634)



รูปที่ 5.2 ผลของการอบฟิล์มที่ใช้ในการเคลือบ 60 นาที ในระบบสุญญากาศระหว่างเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าหมายนิกเกิล 3% ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 ชั่วโมงกับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายนิกเกิล 5, 10, 15 sccm และไม่มี การไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายนิกเกิลที่มีต่อโครงสร้างผลึกที่ทำการวัดโดย XRD ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ใช้กำลังคลื่นวิทยุของเป้าหมายนิกเกิล 150 วัตต์

#### 5.1.1.3 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

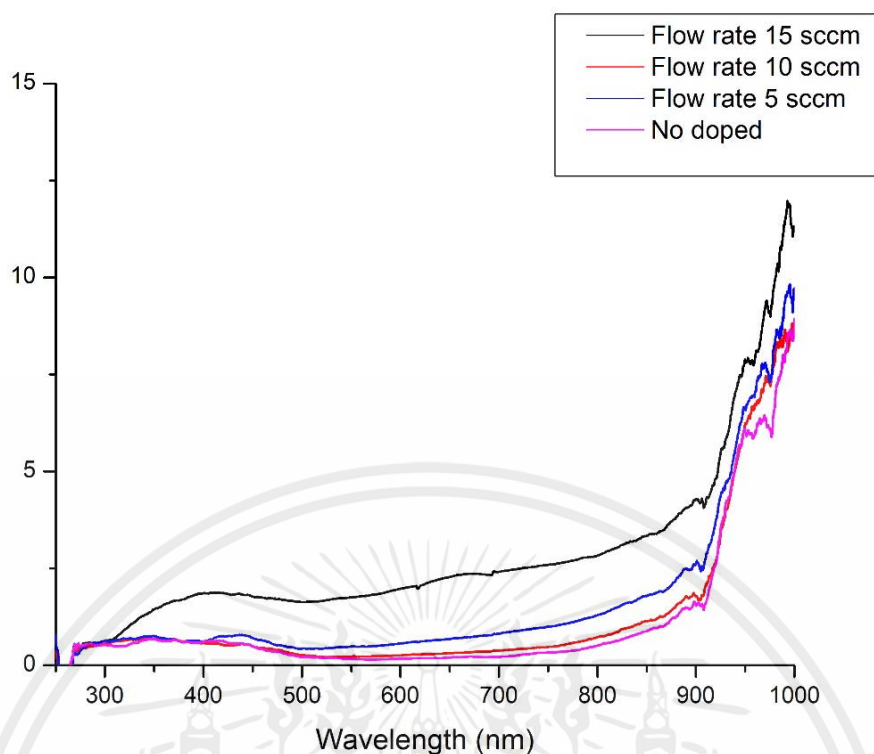
ทำการตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy พบว่า ฟิล์มที่ทำการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายนิกเกิล 5, 10 และ 15 sccm พิกที่ปรากฏมีลักษณะคล้ายคลึงกัน จะเป็นฟิล์มที่มีสถานะเป็นอะมอร์ฟัส ในขณะที่ฟิล์มที่ไม่มีป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายนิกเกิล นั้นปรากฏลักษณะของพิกแต่ยังไม่ชัดเจน



รูปที่ 5.3 ผลของการอบฟิล์มที่ใช้ในการเคลือบ 60 นาที ในระบบสุญญากาศระหว่างเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าหมายเฉลี่ย 3% ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 ชั่วโมงกับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายเฉลี่ย 5, 10, 15 sccm และไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายเฉลี่ยที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป้าหมายเฉลี่ย 150 วัตต์

#### 5.1.1.4 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Transmittance

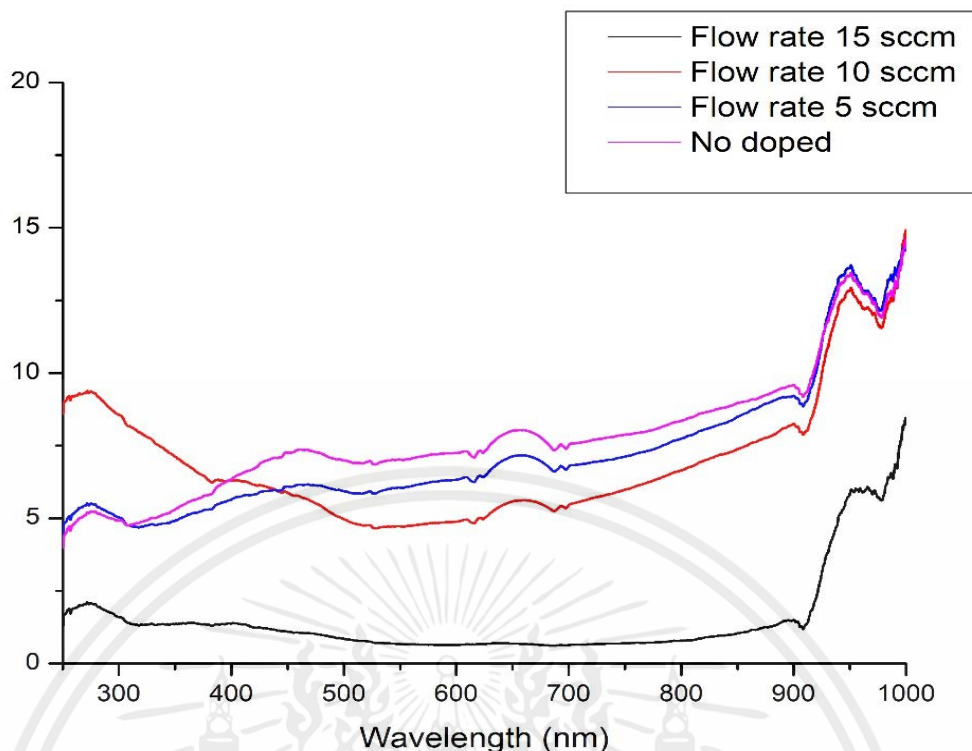
ตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านแสงของฟิล์มบาง Transmittance นำมาเปรียบเทียบ พบว่าฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายเฉลี่ย 15 sccm (เส้นสีดำ) มีการส่องผ่านแสงของฟิล์มมากที่สุด ส่วนฟิล์มที่ป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายเฉลี่ย 5 sccm (เส้นสีน้ำเงิน) มีการส่องผ่านแสงของฟิล์มบางปานกลาง ในขณะที่ฟิล์มที่ป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายเฉลี่ย 10 sccm (เส้นสีแดง) และฟิล์มที่ไม่ป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายเฉลี่ย (เส้นสีม่วง) มีการส่องผ่านแสงของฟิล์มน้อยที่สุด



รูปที่ 5.4 สเปกตรัมการส่องผ่านแสงย่านตามมองเห็นของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม คือ 3% จำนวน 1 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 5, 10, 15 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนที่มีต่อ Transmittance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ใช้กำลังคลื่นวิทยุของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์

#### 5.1.1.5 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Reflectance

ฟิล์มที่ไม่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม (เส้นสีม่วง) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางสูงที่สุด ส่วนฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 5 sccm (เส้นสีน้ำเงิน) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางสูง ในขณะที่ฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 10 sccm (เส้นสีแดง) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางปานกลาง และ ฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 15 sccm (เส้นสีดำ) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางต่ำที่สุด

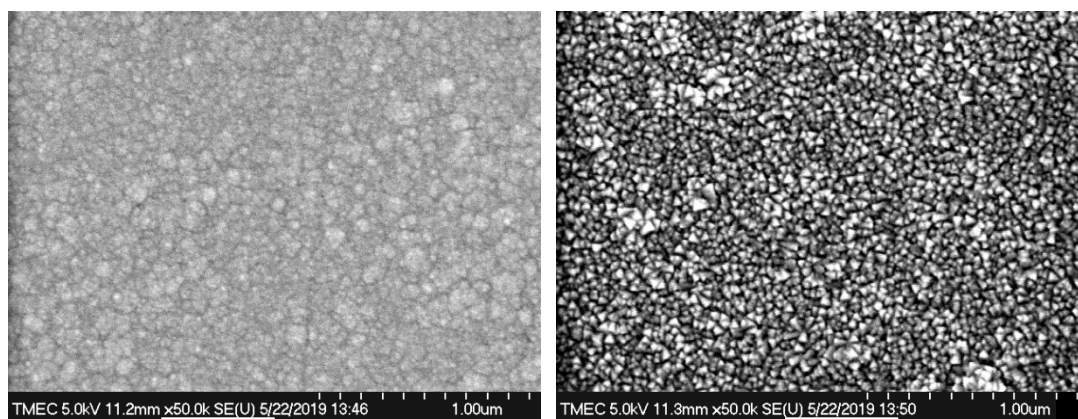


รูปที่ 5.5 สมบัติการสะท้อนของแสงของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม คือ 3% ระยะเวลาในการปลูก 1 ชั่วโมง กับอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 5, 10, 15 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอนที่มีต่อ Reflectance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังคลื่นวิทยุ 150 วัตต์

#### 5.1.1.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM)

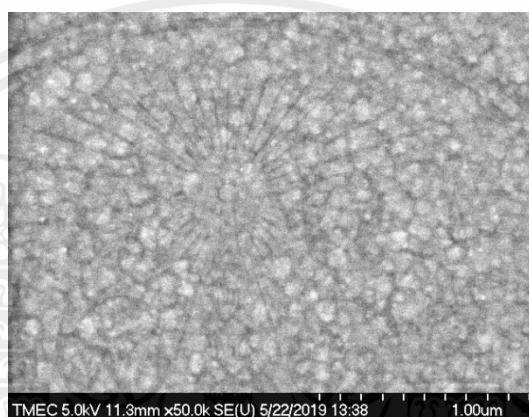
เมื่อทำการวัดพื้นผิวสังเกตเห็นว่าฟิล์มมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm เกรนของฟิล์มมีขนาดใหญ่และเห็นได้ชัดเจน ตามรูปที่ 5.6(b) เมื่อเทียบกับที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมและ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 15 sccm

ในส่วนของภาพตัดขวางที่ทำการถ่ายได้นั้นแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm มีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างที่เป็นระเบียบมากที่สุดตามรูปที่ 5.7(b) เมื่อเทียบกับที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมและ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 15 sccm



(a)

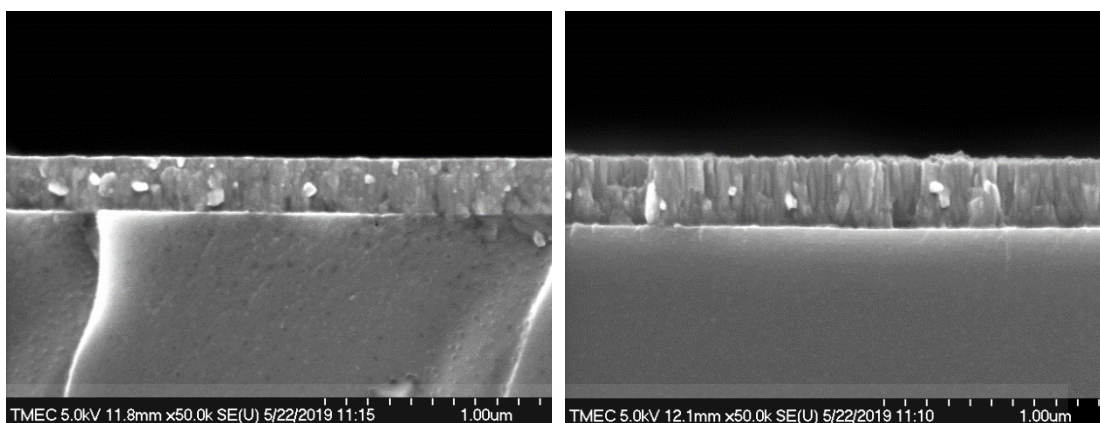
(b)



(c)

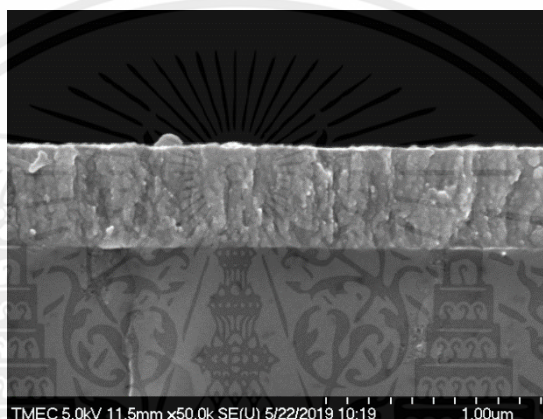
รูปที่ 5.6 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย FESEM โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป่าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมงที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน ที่ (b) 10 และ (c) 15 sccm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(a)

(b)



(c)

รูปที่ 5.7 ภาพตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (b) 10 และ (c) 15 sccm

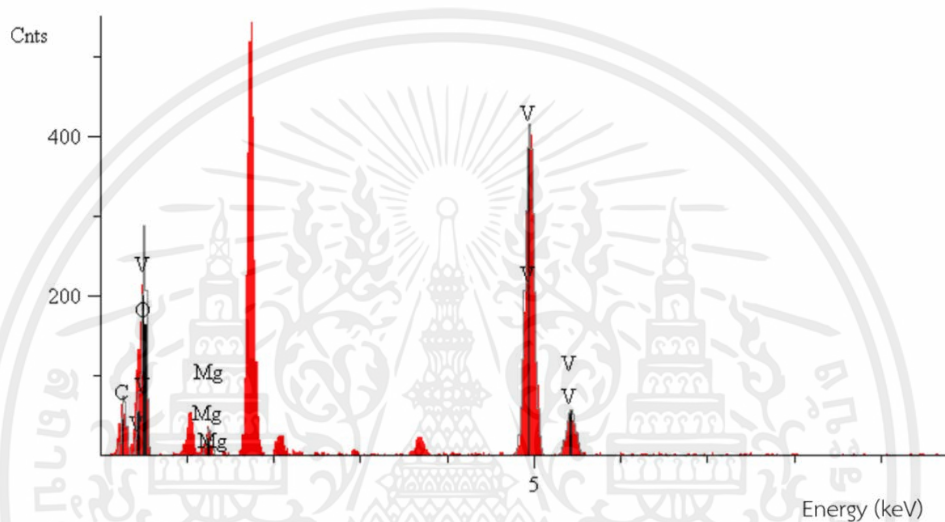
5.1.1.7 เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer)

องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวานเนเดียม ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS) พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีคาร์บอน (C), แมกนีเซียม (Mg) และ วานเนเดียม (V) ทำการเปรียบเทียบระหว่างไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm และ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม 15 sccm ซึ่งผลที่ทำการวัดและทำการเปรียบเทียบแสดงให้เห็นว่าแมกนีเซียมจะเพิ่มขึ้นตามอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.2 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error2-sig	Conc	Units	
C	Ka	17.32	1.520	5.070	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	8.82	1.084	1.366	wt.%	
V	Ka	177.04	4.858	93.565	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

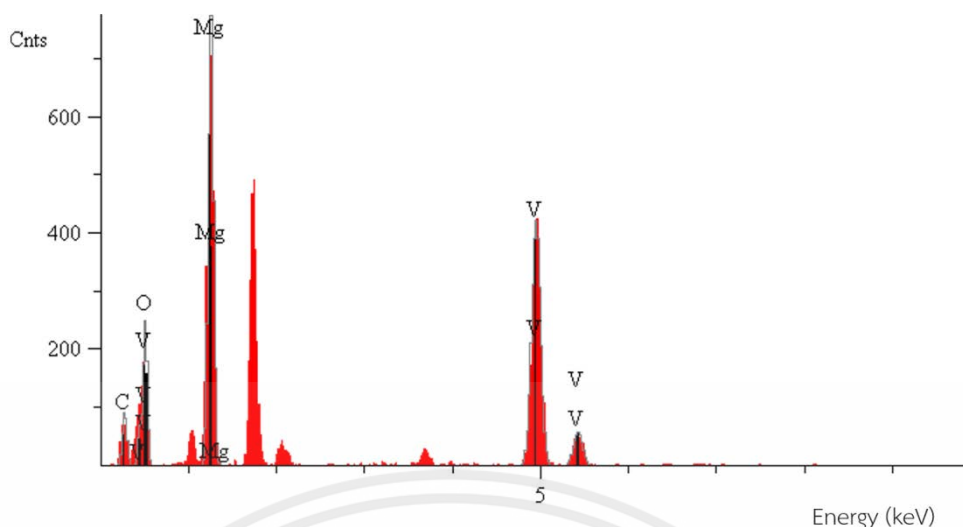


รูปที่ 5.8 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าหมายนี้เซียม

ตารางที่ 5.3 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	12.26	1.279	3.641	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	158.42	4.596	18.989	wt.%	
V	Ka	168.32	4.737	77.370	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

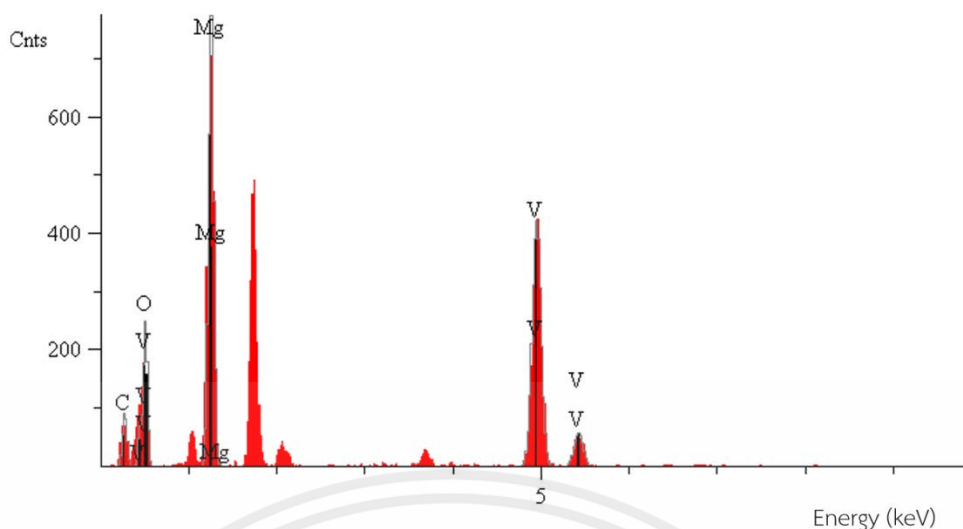


รูปที่ 5.9 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมที่ 10 sccm

ตารางที่ 5.4 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 15 sccm

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	21.17	1.680	5.852	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	212.72	5.325	22.294	wt.%	
V	Ka	179.95	4.898	71.854	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.10 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 15 sccm

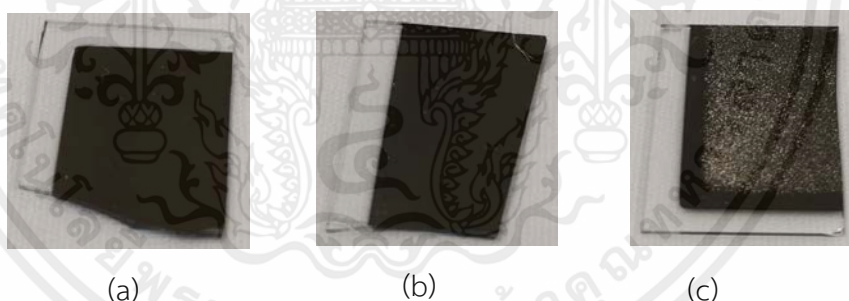
#### 5.1.2 ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (120 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียมเท่ากัน (150 วัตต์) แต่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมแตกต่างกัน เพื่อศึกษาผลของอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางที่ทำการปลูกบนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ โดยมีเงื่อนไขดังตารางที่ 5.5

ตารางที่ 5.5 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอน โดยเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวานาเดียม 3% ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม 120 นาที

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป้าสารเคลือบ	วานาเดียม 99.5% และแมกนีเซียม 99.95%
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนทำการปลูก (Base Pressure)	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันระหว่างการปลูก (Working Pressure)	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานาเดียม	150 วัตต์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม	20 วัตต์
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าวานาเดียม	25 sccm
อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม	10 sccm และ 20 sccm
เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวานาเดียม	3%
ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม	120 นาที

#### 5.1.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

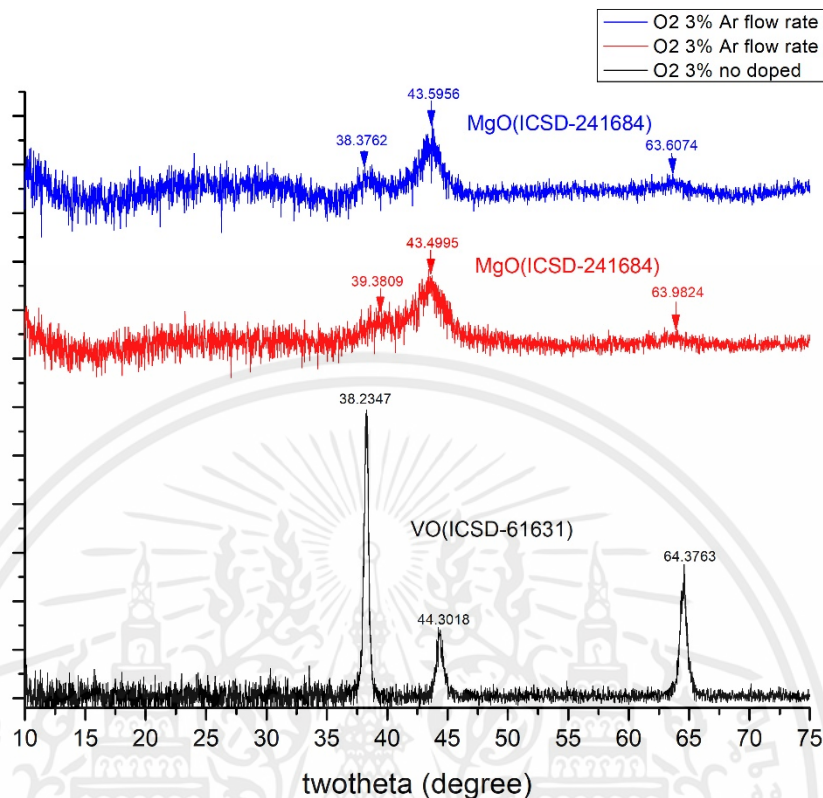


รูปที่ 5.11 ฟิล์มบางที่ทำการเคลือบด้วยกำลังงานวิทยุของเป้าวานาเดียม 150 วัตต์ มี เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนของเป้าวานาเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหล และมีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน (b) 10 และ (c) 20 sccm

#### 5.1.2.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)

จากผลของ X-ray Diffraction Spectroscopy ของฟิล์มที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม พบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม  $38.2347$ ,  $44.3018$  และ  $64.3763$  องศา เมื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างพบว่าโครงสร้างเป็น VO (ICSD-61631) ส่วนฟิล์มที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm และ 20 sccm ปรากฏพีคที่ใกล้เคียง

กัน โดยเมื่อทำการนำเอาพีคที่ได้ไปทำการวิเคราะห์พบว่าฟิล์มทั้งสองนั้นมีโครงสร้างเป็น MgO (ICSD-241684)

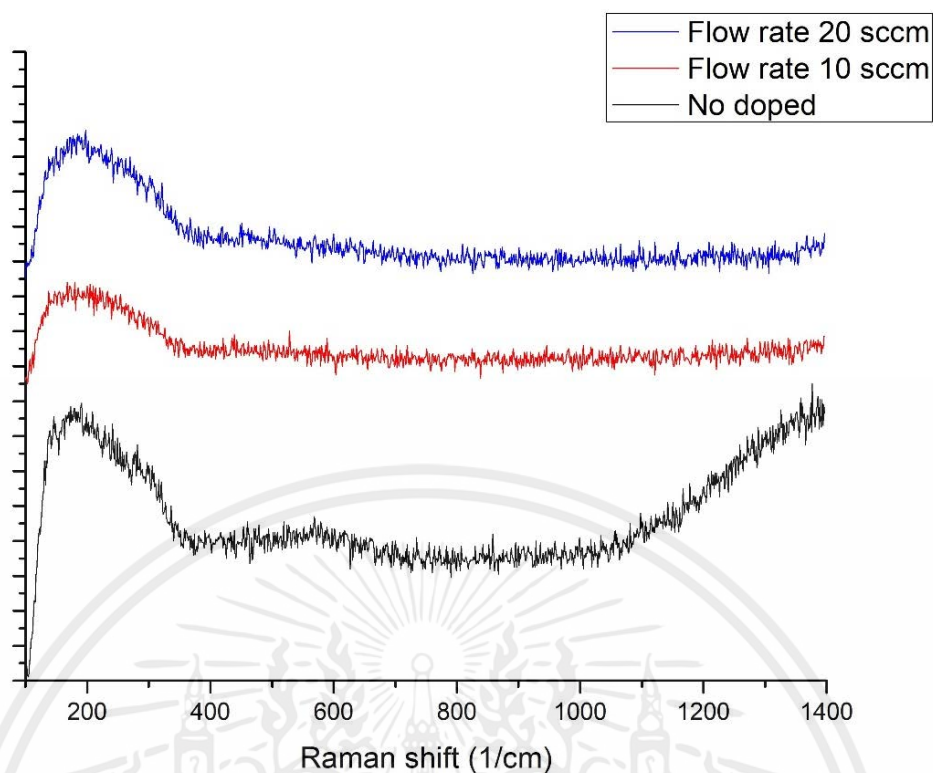


รูปที่ 5.12 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเวลา 15 ชั่วโมง โดยที่ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม, อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 และ 15 sccm ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์

### 5.1.2.3 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

เมื่อทำการตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy พบว่าฟิล์มที่ไม่มีป้อนอัตราการไหลของแก๊ส ฟิล์มที่ทำการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 20 sccm และ 10 sccm ทั้งหมดนั้นแสดงลักษณะความเป็นอะมอร์ฟัส

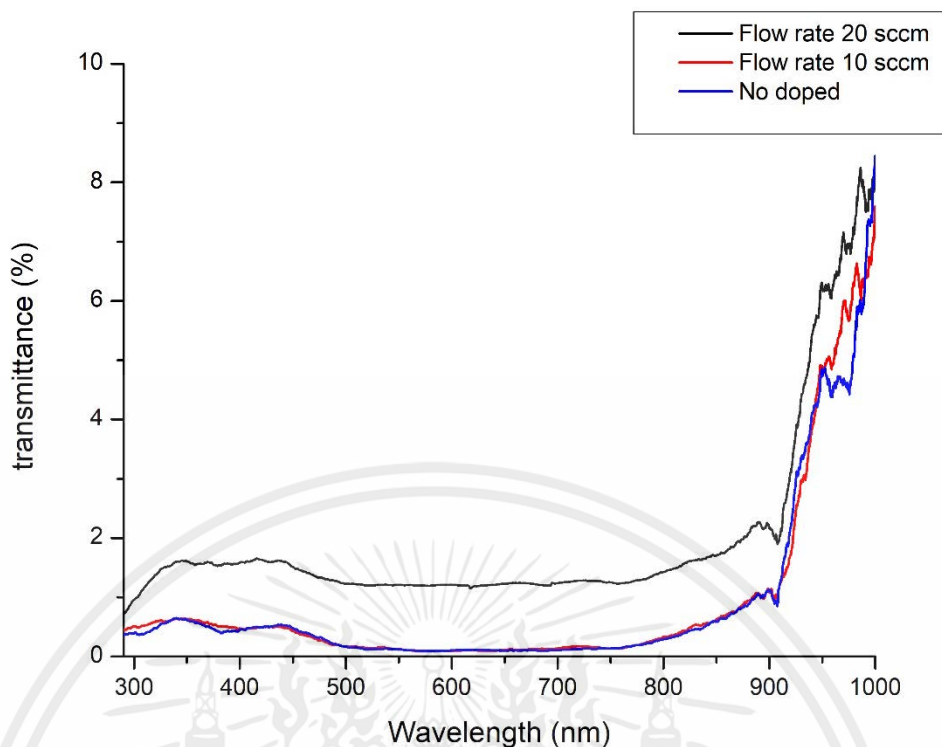
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.13 ผลของการอบฟิล์มที่ใช้ในการเคลือบ 120 นาที ในระบบสุญญากาศระหว่างอัตราส่วน ออกซิเจน 3% ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 ชั่วโมง กับ อัตราการ ไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป่าแมกนีเซียม 10, 20 sccm และไม่มีการไหลของแก๊ส อาร์กอนที่มีต่อ Raman Spectroscopy ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงาน คลื่นวิทยุของเป่าวาเนียมที่ 150 วัตต์

#### 5.1.2.4 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Transmittance

ตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านแสงของฟิล์มบาง Transmittance นำมาเปรียบเทียบพบว่าฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สเป่าแมกนีเซียม 20 sccm (เส้นสีดำ) มีการส่องผ่านแสงของฟิล์มมาก ส่วนฟิล์มที่ป้อนอัตราการไหลของแก๊สเป่าแมกนีเซียม 10 sccm (เส้นสีแดง) และ ฟิล์มที่ไม่ป้อนอัตราการไหลของแก๊ส (เส้นสีน้ำเงิน) มีการส่องผ่านแสงของฟิล์มน้อย

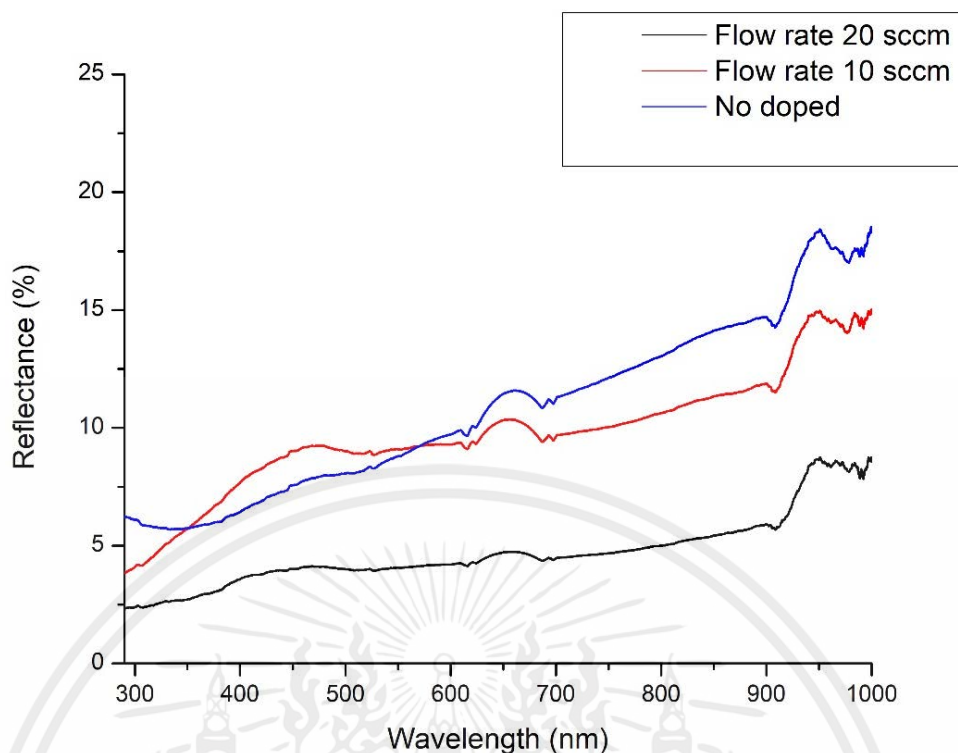


รูปที่ 5.14 สเปกตรัมการส่องผ่านแสงย่านตามมองเห็นของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 3% จำนวน 2 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สของเป้าแมกนีเซียม 10, 20 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊ส ที่มีต่อ Transmittance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์

#### 5.1.2.5 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Reflectance

ฟิล์มที่ไม่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม (เส้นสีน้ำเงิน) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางสูง ส่วนฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm (เส้นสีแดง) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มปานกลาง ขณะที่ฟิล์มที่ป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม 20 sccm (เส้นสีดำ) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางต่ำ

ในช่วงความยาวคลื่น 350-600 นาโนเมตร ฟิล์มที่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm (เส้นสีแดง) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางสูง ส่วนฟิล์มที่ไม่มีการป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม (เส้นสีน้ำเงิน) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มปานกลาง ในขณะที่ฟิล์มที่ป้อนอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเป้าแมกนีเซียม 20 sccm (เส้นสีดำ) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางต่ำ

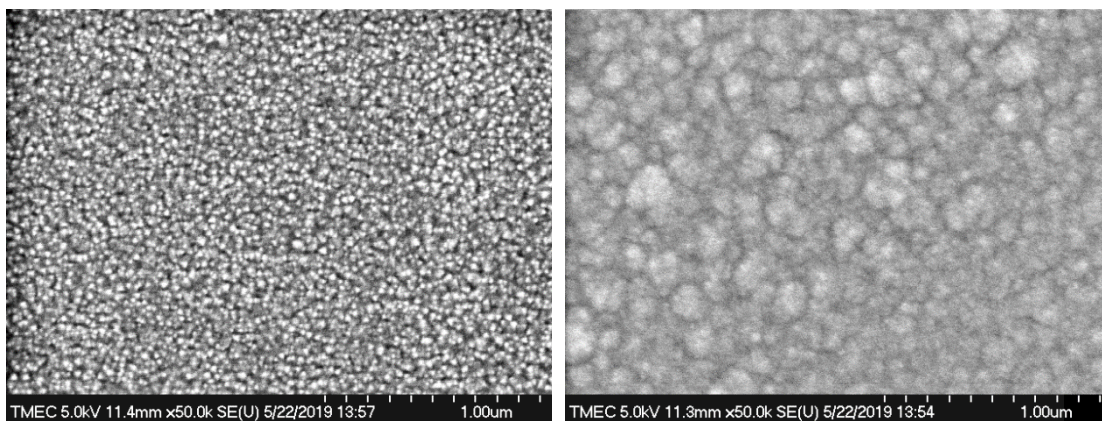


รูปที่ 5.15 สมบัติการสะท้อนของแสงของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 3% จำนวน 2 ชั่วโมง กับ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10, 20 sccm และ ไม่มีการไหลของแก๊สอาร์กอน ที่มีต่อ Reflectance ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 150 วัตต์

#### 5.1.2.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM)

จากภาพถ่ายพื้นผิวของฟิล์มบางที่ทำการเตรียมที่เงื่อนไขการปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 3% เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่เงื่อนไขที่ไม่ได้ทำการโด๊ปและอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm นั้นแสดงดังรูปที่ 5.16 โดยที่จากภาพนั้นแสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด๊ปนั้นมีเกรนที่มีขนาดใหญ่และชัดกว่าฟิล์มที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm

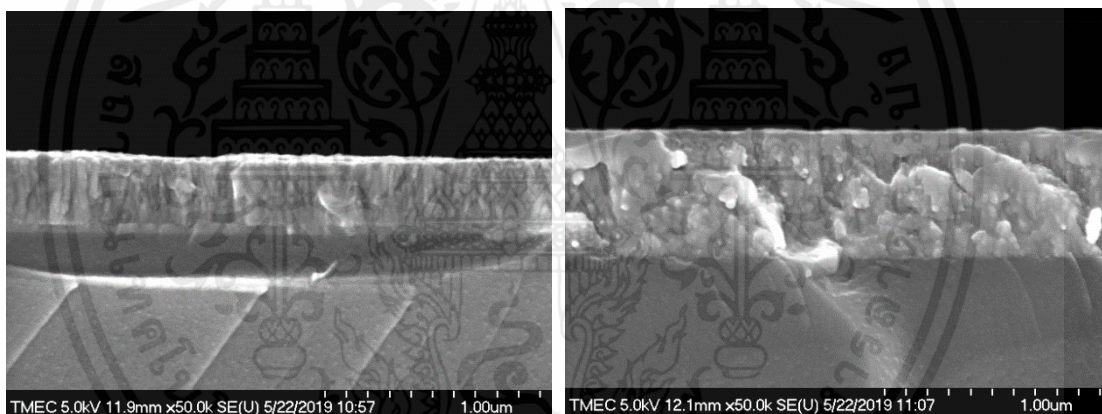
ในส่วนของภาพถ่ายแบบตัดขวางตามรูปที่ 5.17 นั้นแสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด๊ปนั้นมีการจัดเรียงตัวของโครงผลึกที่ดีกว่าฟิล์มที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm



(a)

(b)

รูปที่ 5.16 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) โดยฟิล์มบางที่มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ (b) อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm



(a)

(b)

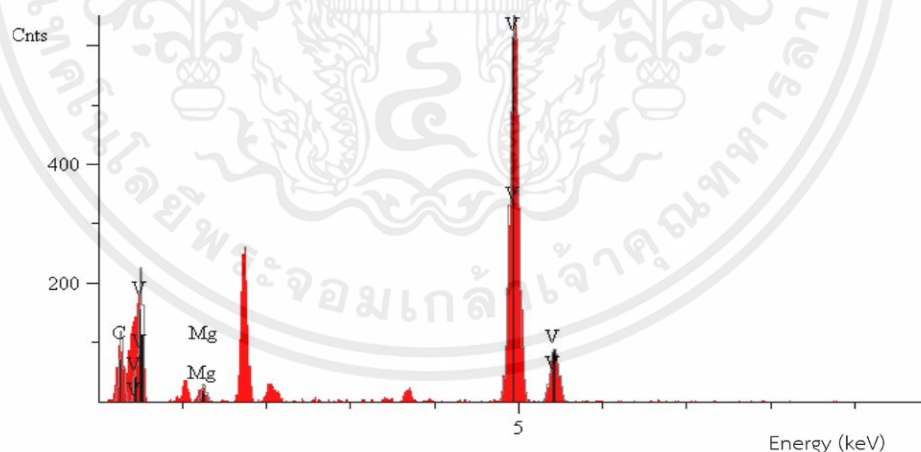
รูปที่ 5.17 ภาพตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางที่มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และ (b) อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 10 sccm

### 5.1.2.7 เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer)

เมื่อทำการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีคาร์บอน (C), แมกนีเซียม (Mg) และ วาเนเดียม (V) ทำการเปรียบเทียบระหว่างไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม และ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้ ธาตุแมกนีเซียมจะเพิ่มขึ้นตามอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม สรุปได้ว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียมทำให้มีธาตุแมกนีเซียมเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 5.6 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อไม่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน

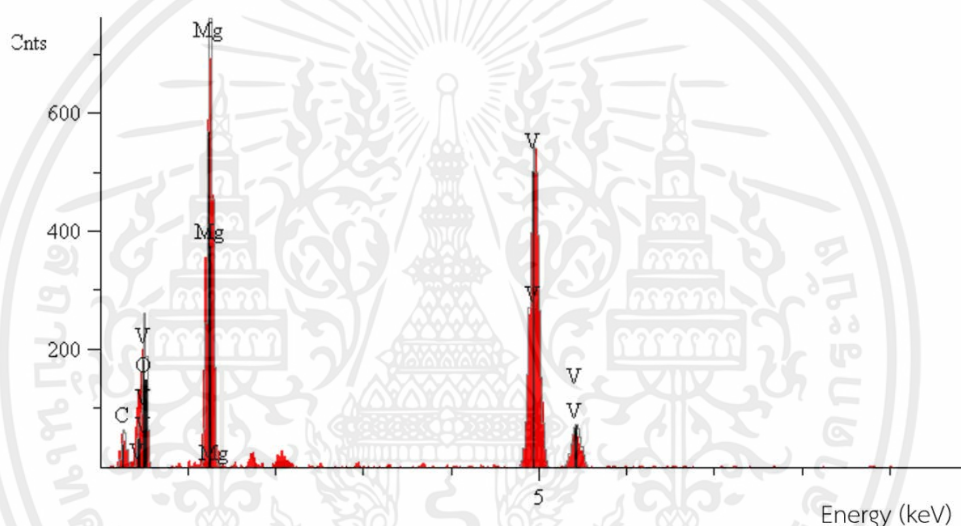
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	27.74	1.923	5.128	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	7.89	1.026	0.777	wt.%	
V	Ka	282.65	6.139	94.095	wt.%	
				100.000	wt.%	Total



รูปที่ 5.18 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 5.7 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm

El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	15.17	1.422	3.289	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	213.09	5.330	18.748	wt.%	
V	Ka	230.57	5.544	77.963	wt.%	
				100.000	wt.%	Total



รูปที่ 5.19 ตัวอย่าง EDX Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 3% ระยะเวลาในการเคลือบ 2 ชั่วโมง โดยอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm

## 5.2 ผลของการเปลี่ยนแปลงเวลาในการปลูกฟิล์มบาง

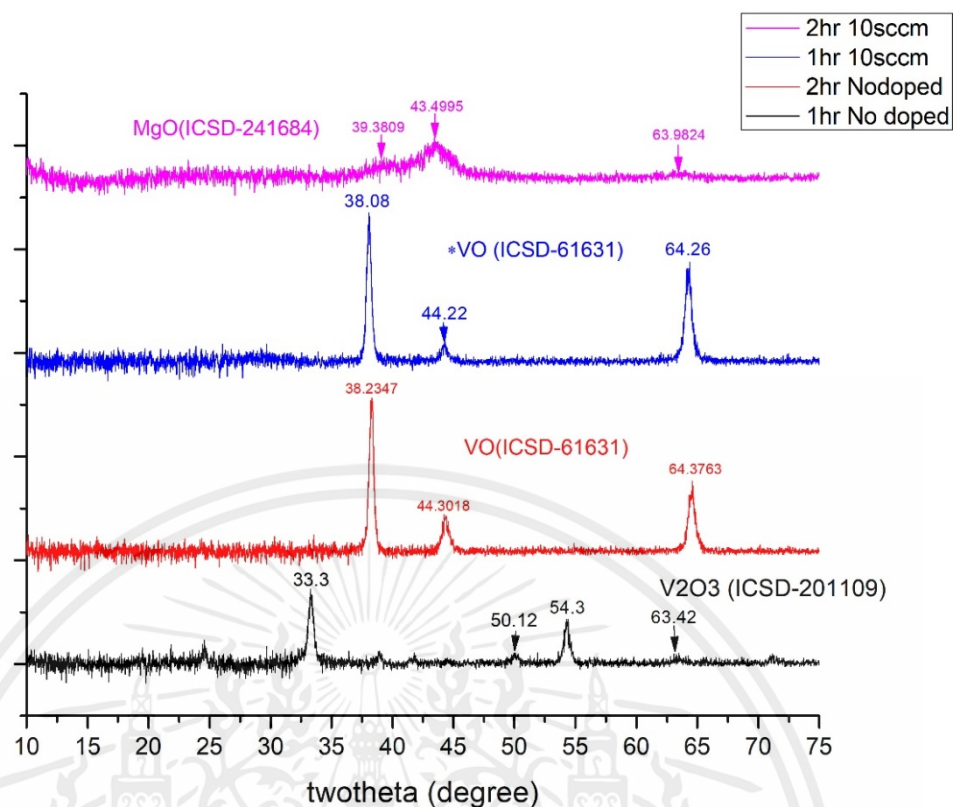
การปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป็ววาเนเดียมเท่ากัน (150 วัตต์) แต่ใช้เวลาในการปลูกฟิล์มบางแตกต่างกัน ที่ทำการปลูกโดยมีเงื่อนไขดังตารางที่ 5.8

ตารางที่ 5.8 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอน โดยเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป็ววาเนเดียม 3% ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม 60 นาที และ 120 นาที

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป้าสารเคลือบ	วาเนเดียม 99.5% และแมกนีเซียม 99.95%
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนทำการปลูก (Base Pressure)	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันระหว่างการปลูก (Working Pressure)	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป็ววาเนเดียม	150 วัตต์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป็วแมกนีเซียม	20 วัตต์
อัตราการไหลของแก๊สของเป็ววาเนเดียม	25 sccm
อัตราการไหลของแก๊สของเป็วแมกนีเซียม	10 sccm
เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนของเป็ววาเนเดียม	3%
ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม	60 นาที และ 120 นาที

### 5.2.1 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)

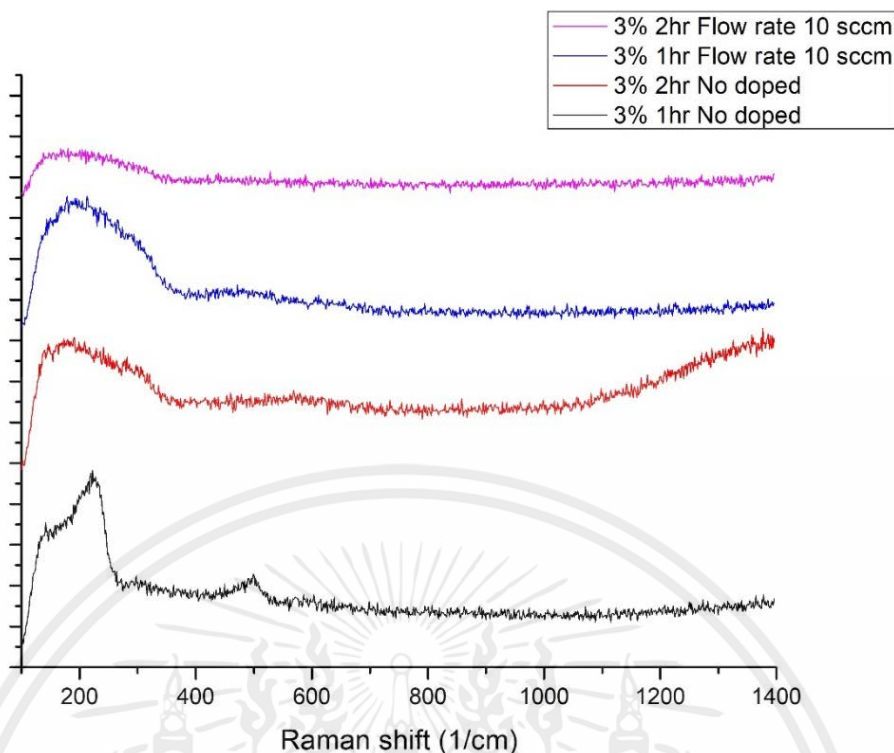
จากผลของ X-ray Diffraction Spectroscopy พบว่าฟิล์มที่ทำการปลูกด้วยเงื่อนไขเดียวกันแต่ใช้เวลาในการปลูกที่ต่างกันนั้นทำให้โครงสร้างของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงอย่างเห็นได้ชัด โดยที่ฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโตป็นั้นเมื่อทำการปลูกเป็นเวลาสองชั่วโมงโครงสร้างที่ปรากฏจากการวิเคราะห์โครงสร้างนั้นได้เป็น VO แต่เมื่อทำการลดเวลาในการปลูกลงเป็นหนึ่งชั่วโมงนั้นพิกที่ปรากฏนั้นแตกต่างกันอย่างชัดเจนซึ่งเมื่อทำการวิเคราะห์แล้วฟิล์มที่ทำการปลูกเป็นเวลาหนึ่งชั่วโมงมีโครงสร้างเป็น  $V_2O_3$



รูปที่ 5.20 เปรียบเทียบผลของเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนที่ 3% เวลาที่ใช้ในการปลูก 60 นาที และ 120 นาที โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบางจาก XRD

### 5.2.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

ผลจากการวัดด้วย Raman Spectroscopy พบว่าฟิล์มที่ปลูก 120 นาทีทั้งที่ไม่ทำการโด๊ปและที่มีอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนบนเป้าแมกนีเซียม 10 sccm รวมทั้งที่ทำการปลูกเป็นเวลา 60 นาทีที่มีอัตราการไหลเท่ากัน ไม่ปรากฏพิกที่ชัดเจน มีเพียงที่เงื่อนไขไม่ได้ทำการโด๊ปและการปลูกเป็นเวลา 60 นาที ที่ปรากฏลักษณะของพิกแต่ก็ยังคงไม่ชัดเจน



รูปที่ 5.21 เปรียบเทียบผลของเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนที่ 3% เวลาที่ใช้ในการปลูก 60 นาที และ 120 นาที ด้วยการวิเคราะห์พื้นระทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

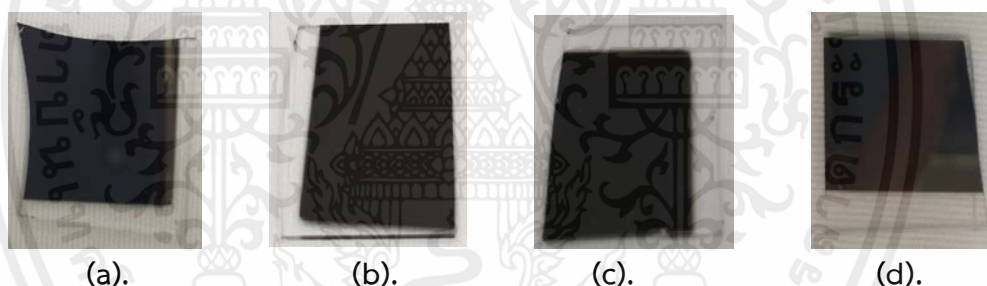
### 5.3 ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังงานแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ

การปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (60 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าหมายเดียวกัน (200 วัตต์) แต่ใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าหมายที่แตกต่างกัน เพื่อศึกษาสมบัติของฟิล์มบางที่ทำการปลูกบนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุที่แตกต่างกันโดยมีเงื่อนไขโดยมีเงื่อนไขดังตารางที่ 5.9

ตารางที่ 5.9 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอน โดยที่เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวานเนเดียม คือ 5%

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป้าสารเคลือบ	วานเนเดียม 99.5% และ แมกนีเซียม 99.95%
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ความดันก่อนทำการปลูก (Base Pressure)	$2.6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
ความดันระหว่างการปลูก (Working Pressure)	$2.6 \times 10^{-3}$ มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานเนเดียม	200 วัตต์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม	20 วัตต์, 35 วัตต์ และ 50 วัตต์
เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนของเป้าวานเนเดียม	5%
ระยะเวลาในการปลูกฟิล์ม	60 นาที

### 5.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง



(a).

(b).

(c).

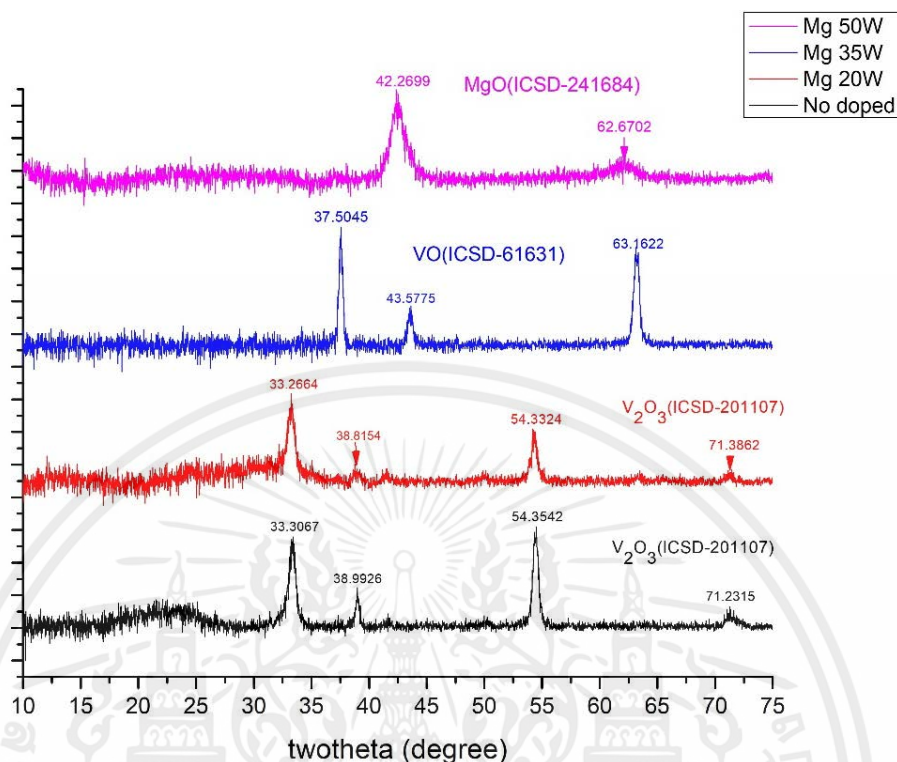
(d).

รูปที่ 5.22 ฟิล์มบางที่ทำการเคลือบด้วยกำลังงานของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวานเนเดียม 200 วัตต์ผ่านการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ มีเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวานเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยที่ (a) ไม่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม และมีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม (b) 20, (c) 35 และ (d) 50 วัตต์

### 5.3.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)

จากผลของ X-ray Diffraction Spectroscopy ของฟิล์มที่ไม่มี การป้อนแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมและฟิล์มที่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมที่ 20 วัตต์ มีรูปร่างของพีคที่ปรากฏนั้นเหมือนกัน ซึ่งเมื่อทำการวิเคราะห์พีคที่เกิดขึ้นแสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีโครงสร้างเป็น  $V_2O_3$  (ICSD-201107) ในส่วนของฟิล์มที่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมที่ 35 วัตต์พบว่าฟิล์มนั้นมีโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงไปเป็น VO (ICSD-

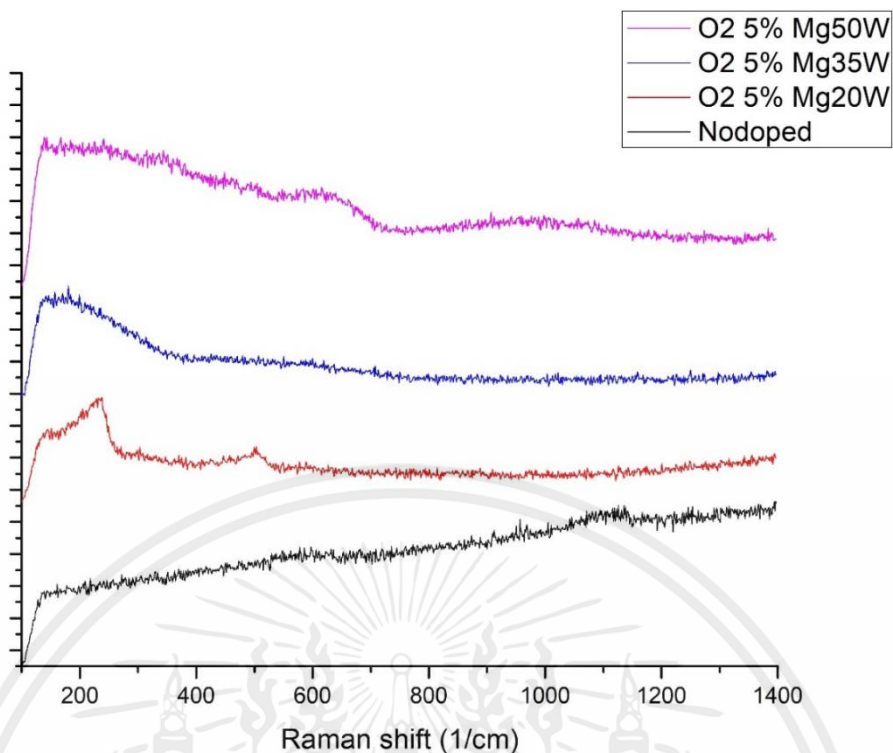
61631) และเมื่อทำการจ่ายกำลังไปที่ 50 วัตต์พบว่าฟิล์มได้เปลี่ยนโครงสร้างกลายเป็น MgO (ICSD-241684)



รูปที่ 5.23 ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35 และ 50 วัตต์ ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 200 วัตต์

### 5.3.3 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

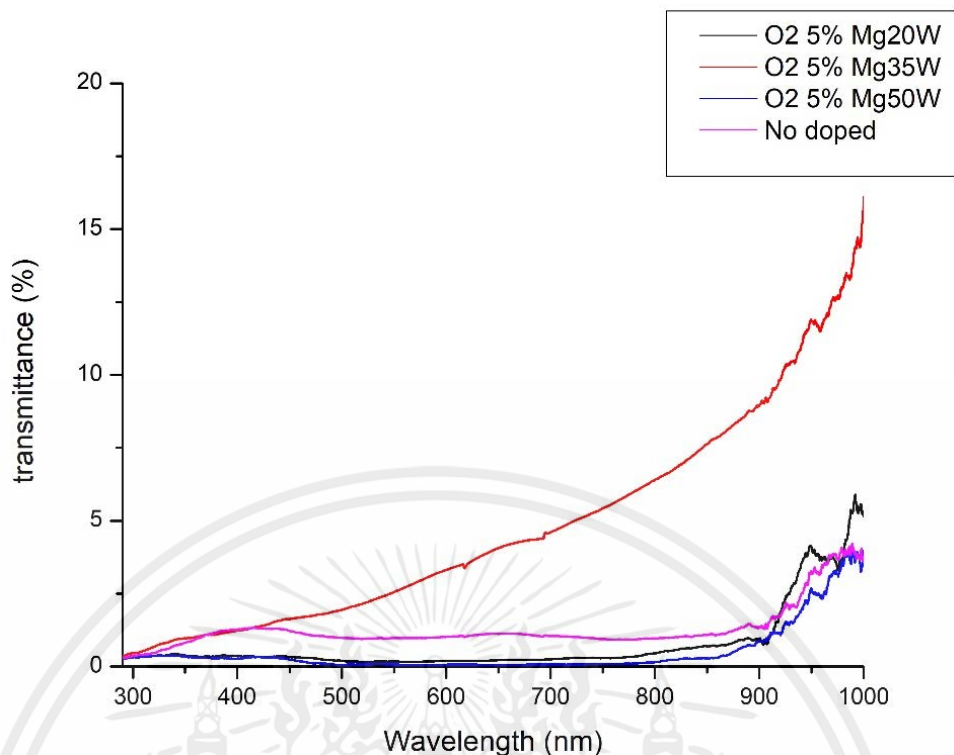
จากผลการวิเคราะห์ด้วย Raman Spectroscopy ที่แสดงดังรูปที่ 5.24 นั้นแสดงให้เห็นว่ามีเพียงฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด๊ปนั้นแสดงลักษณะที่เป็นสภาวะอะมอร์ฟัสอย่างชัดเจน เมื่อทำการเพิ่มกำลังที่จ่ายให้ไปที่ 20 วัตต์ฟิล์มเริ่มมีการปรากฏลักษณะของพีคแต่ยังคงไม่ชัดเจน หลังจากนั้นเมื่อทำการเพิ่มการจ่ายกำลังไปที่ 35 วัตต์พบว่าฟิล์มเริ่มกลายเป็นสภาวะอะมอร์ฟัส และสุดท้ายที่การจ่ายกำลังที่ 50 วัตต์นั้นพบว่าฟิล์มกลายเป็นสภาวะอะมอร์ฟัส



รูปที่ 5.24 ผลของกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35, 50 วัตต์ และ ไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 200 วัตต์

#### 5.3.4 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Transmittance

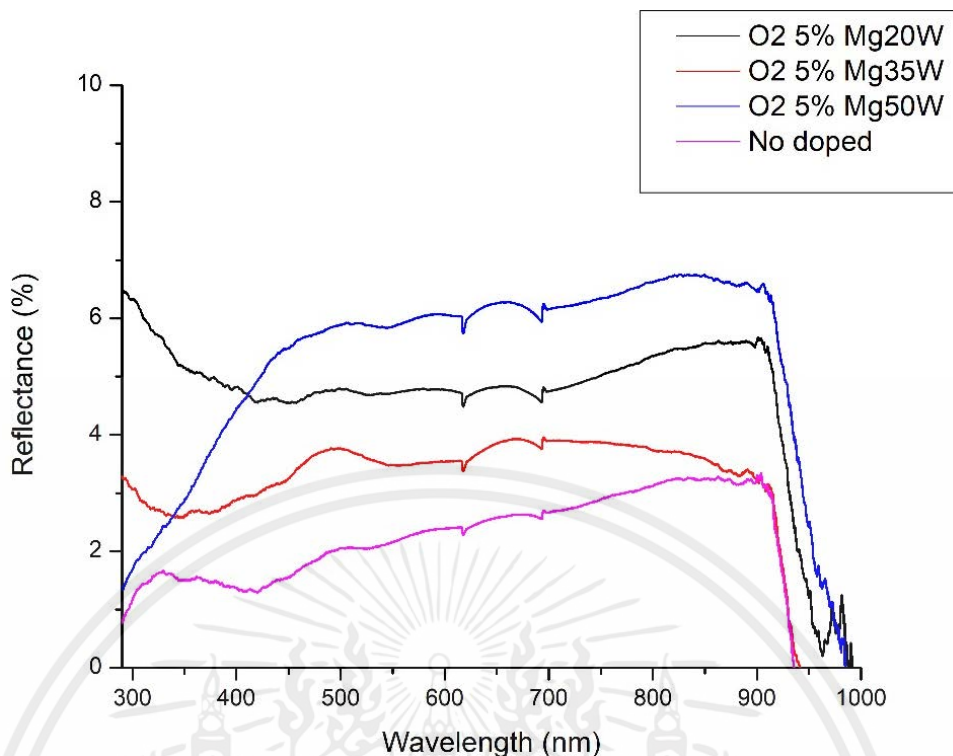
การตรวจสอบด้วยการส่องผ่านแสงของฟิล์มบาง Transmittance พบว่าฟิล์มที่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 35 วัตต์ (เส้นสีแดง) มีเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสงสูงที่สุด ส่วนฟิล์มที่ไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม (เส้นสีม่วง) มีเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสงระดับปานกลาง ในขณะที่ฟิล์มที่ทำป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20 วัตต์ (เส้นสีดำ) และ 50 วัตต์ (เส้นสีน้ำเงิน) จะมีเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสงต่ำ



รูปที่ 5.25 สเปกตรัมการส่องผ่านแสงย่านตามมองเห็นของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 5% จำนวน 1 ชั่วโมง กับ การป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20, 35, 50 วัตต์ และ ไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของที่มีผลต่อ Transmittance ของฟิล์มบาง

### 5.3.5 สมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง Reflectance

ช่วงความยาวคลื่น 0-450 นาโนเมตร ฟิล์มที่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 20 วัตต์ (เส้นสีดำ) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางสูง ส่วนฟิล์มที่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 35 วัตต์ (เส้นสีแดง) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางปานกลาง และ ฟิล์มไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางต่ำ (เส้นสีม่วง) ในขณะที่ฟิล์มที่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมเป็น 50 วัตต์ (เส้นสีน้ำเงิน) มีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนของฟิล์มบางมากขึ้นตามความยาวคลื่น

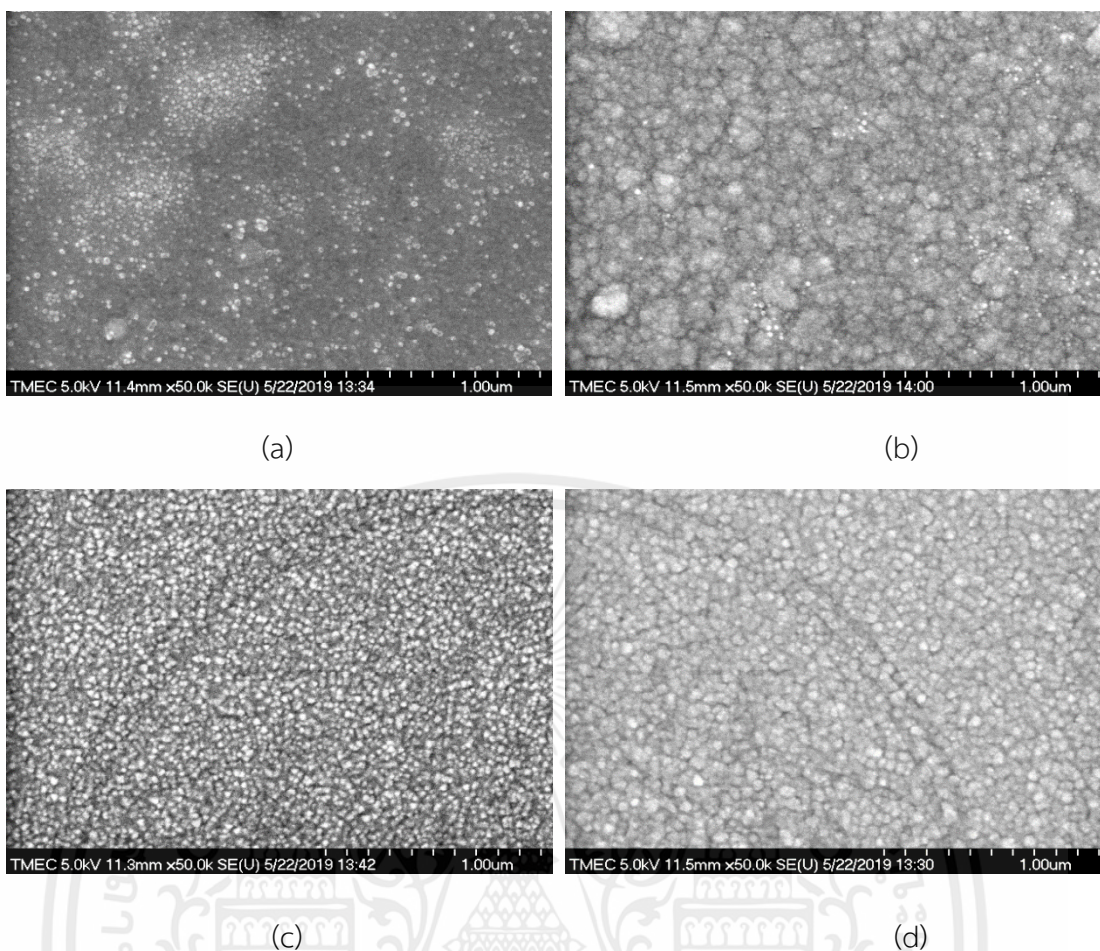


รูปที่ 5.26 สมบัติการสะท้อนของแสงของฟิล์มบางที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 5% จำนวน 1 ชั่วโมง กับ การป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม เป็น 20, 35, 50 วัตต์ และ ไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียมที่มีต่อ Reflectance ของฟิล์มบาง

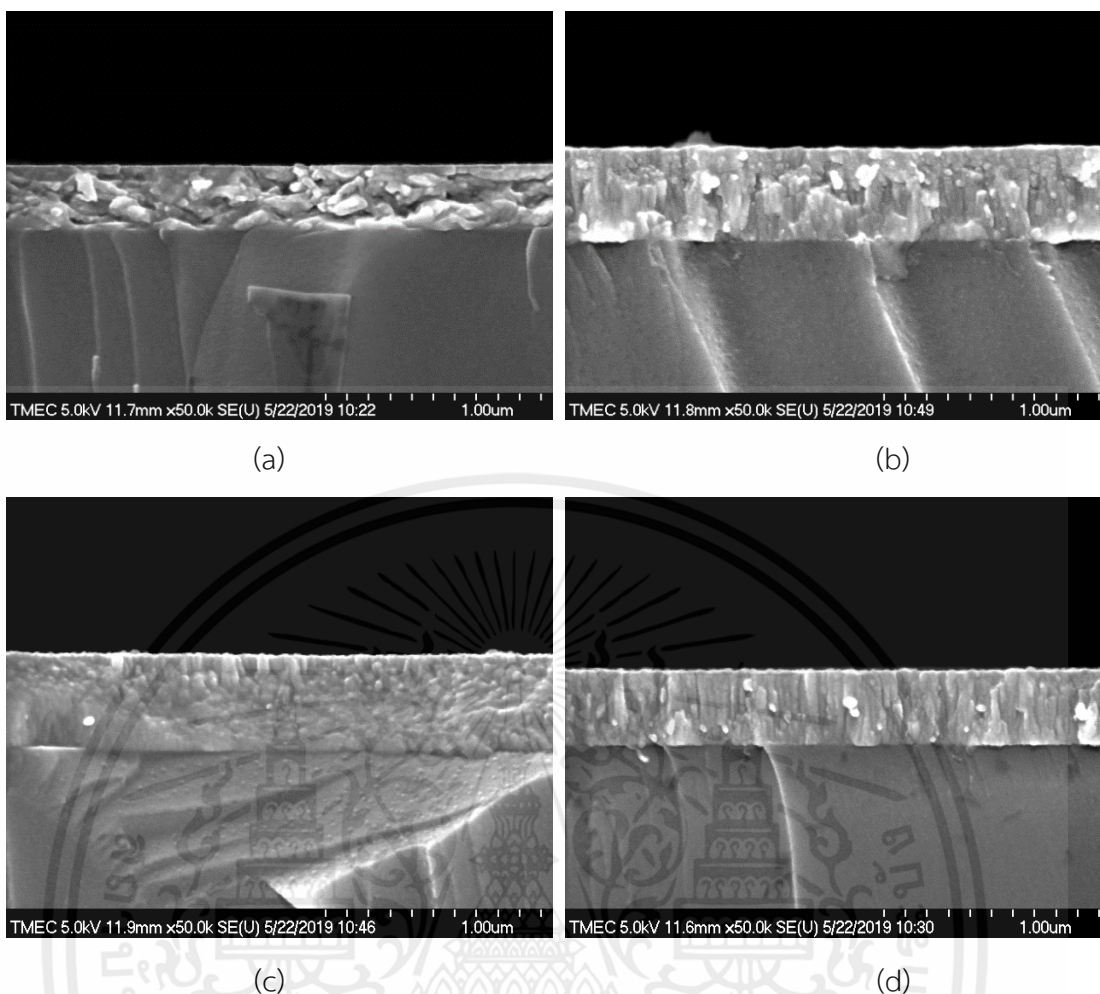
### 5.3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope : FE-SEM)

การวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบางด้วยวิธี Field Emission Scanning Electron Microscope พบว่าเมื่อทำการเพิ่มกำลังที่ทำการจ่ายให้เป้าโลหะแมกนีเซียมมากขึ้นทำให้เกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นแต่เมื่อทำการเพิ่มไปที่ 50 วัตต์นั้นกลับทำให้เกรนมีขนาดที่เล็กลง ซึ่งแสดงดังรูปที่ 5.27

ในส่วนของภาพถ่ายแบบตัดขวางที่ทำการถ่ายได้นั้นแสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด้ปนั้นเกิดการลัมของเกรนโดยที่เกรนนั้นไม่ได้อยู่ในลักษณะที่ตั้งฉากกับกระจกฐานรองตามรูปที่ 5.28(a) ในส่วนของเงื่อนไขที่ทำการจ่ายกำลังให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียมที่ 25 และ 30 วัตต์นั้นฟิล์มยังคงมีการจัดเรียงตัวที่ไม่เป็นระเบียบ สุดท้ายที่เงื่อนไขการจ่ายกำลังให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียมที่ 50 วัตต์นั้นจากภาพจะเห็นได้ว่าฟิล์มนั้นมีการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบ



รูปที่ 5.27 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) โดยของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป่าวาเนเดียม 200 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป่าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50K โดยที่ (a) ไม่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุบนเป่าแมกนีเซียม และ มีกำลังคลื่นวิทยุบนเป่าแมกนีเซียมที่ (b) 20 วัตต์, (c) 35 วัตต์ และ (d) 50 วัตต์



รูปที่ 5.28 ภาพตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางที่เตรียมจากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 200 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 80K โดยที่ (a) ไม่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุบนเป้าแมกนีเซียม และมีกำลังคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม (b) 20 วัตต์, (c) 35 วัตต์ และ (d) 50 วัตต์

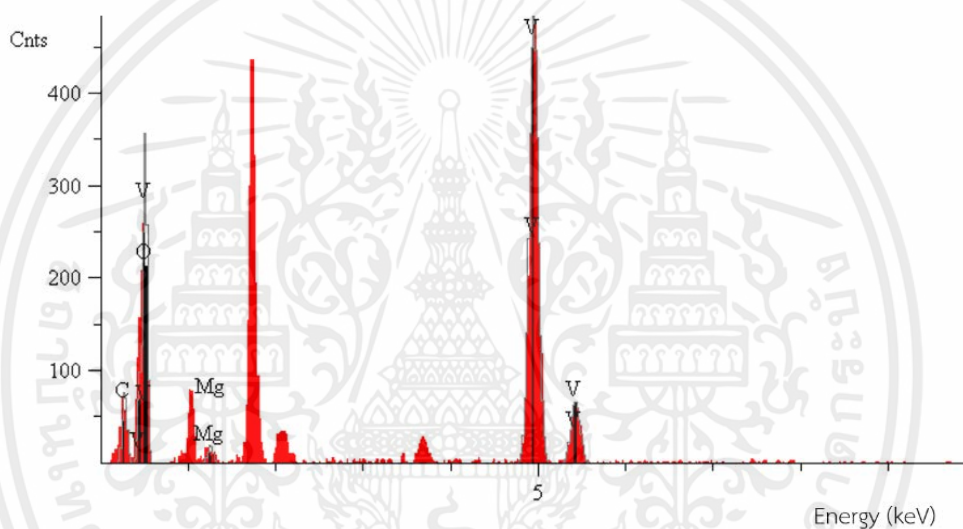
### 5.3.7 เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometer)

องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS) พบว่าฟิล์มบางที่เคลือบได้ทั้งหมดมีคาร์บอน (C), ออกซิเจน (O), แมกนีเซียม (Mg) และ วาเนเดียม (V) ทำการเปรียบเทียบระหว่างไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม กับ มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 20 วัตต์, 35 วัตต์ และ 50 วัตต์ องค์ประกอบธาตุของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้ ธาตุแมกนีเซียมจะเพิ่มขึ้นตามการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.10 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียม เมื่อไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิด คลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม

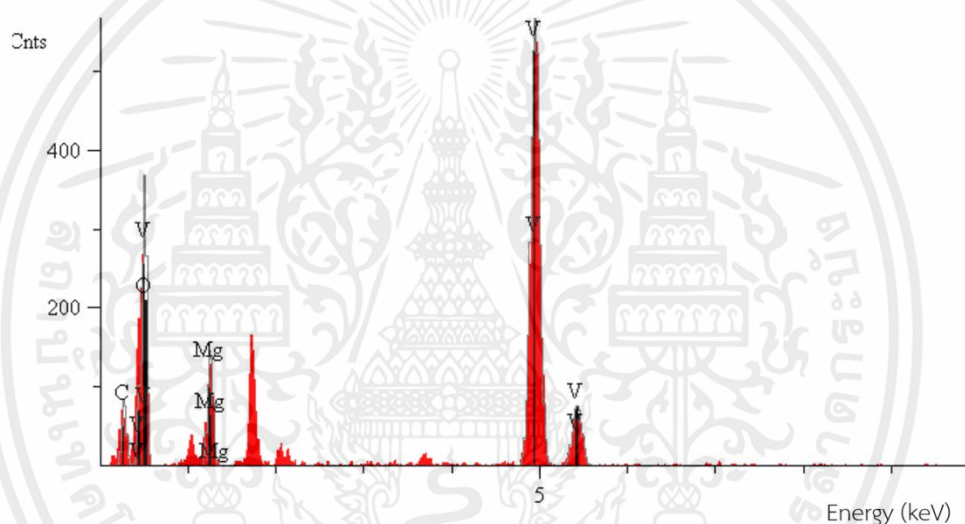
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	17.72	1.537	4.535	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	4.91	0.809	0.670	wt.%	
V	Ka	205.89	5.239	94.795	wt.%	
				100.000	wt.%	Total



รูปที่ 5.29 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยไม่มีการป้อนกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม

ตารางที่ 5.11 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของ  
เป้าแมกนีเซียม 20 วัตต์

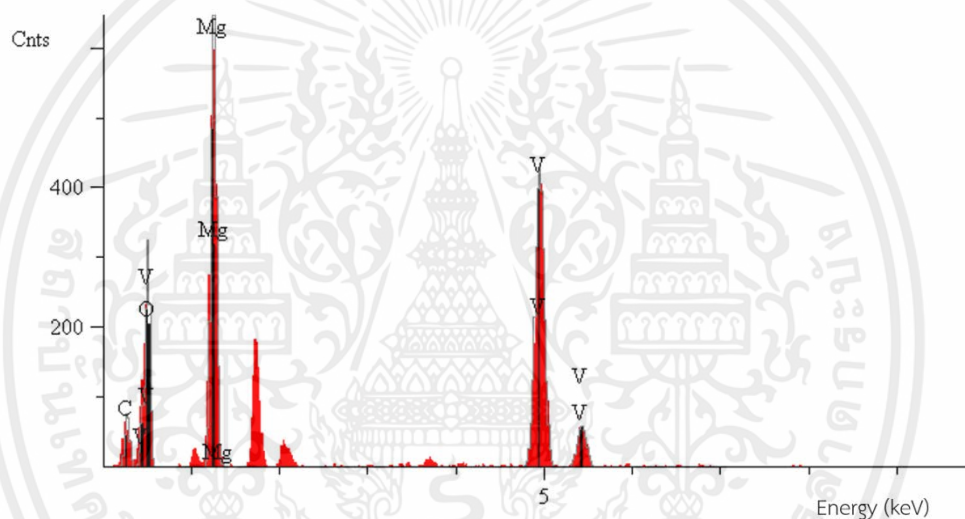
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	19.39	1.608	4.175	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	37.55	2.238	4.095	wt.%	
V	Ka	241.86	5.678	91.370	wt.%	
				100.000	wt.%	Total



รูปที่ 5.30 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมงโดยกำลังของแหล่งกำเนิดที่เป้าแมกนีเซียม 20 วัตต์

ตารางที่ 5.12 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของ  
เป้าแมกนีเซียม 35 วัตต์

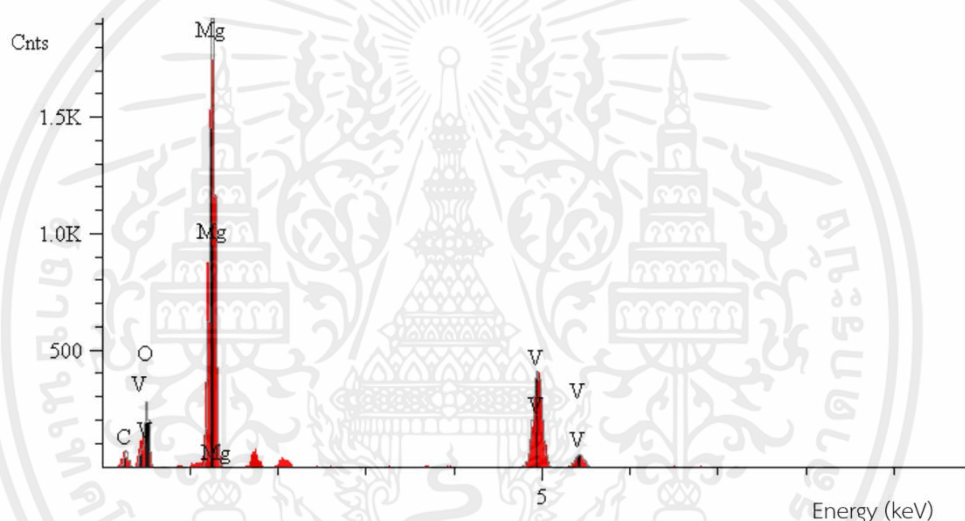
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	17.80	1.541	5.078	wt.%	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%	
Mg	Ka	181.52	4.919	20.139	wt.%	
V	Ka	182.82	4.937	74.783	wt.%	
				100.000	wt.%	Total



รูปที่ 5.31 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเป้าแมกนีเซียม 35 วัตต์

ตารางที่ 5.13 องค์ประกอบธาตุของฟิล์มบางวาเนเดียมที่มีกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 50 วัตต์

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Concentration	Units	
C	Ka	16.80	1.496	4.284	wt. %	
O	Ka	0.00	0.000	0.000	wt. %	
Mg	Ka	543.23	8.510	40.226	wt. %	
V	Ka	175.38	4.836	55.489	wt. %	
				100.000	wt. %	Total



รูปที่ 5.32 ตัวอย่าง EDS Spectrum ของฟิล์มบางวาเนเดียมออกไซด์ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าวาเนเดียม 150 วัตต์ มีเปอร์เซ็นต์แก๊สออกซิเจนบนเป้าวาเนเดียม 5% ระยะเวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง โดยกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุของเป้าแมกนีเซียม 35 วัตต์

## บทที่ 6

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 6.1 สรุปผลการวิจัยในส่วนของอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ในส่วนนี้เป็นการสรุปผลการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์บนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ โดยได้ทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์บนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ที่เป็นผลเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับแก๊สอาร์กอน 5%, 6% และ 7.5% ภายใต้สภาวะสุญญากาศ การปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ และผลของการอบซ้ำ ที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างผลึก พันธะระหว่างวาเนเดียมและออกซิเจน

##### 6.1.1 ผลของเปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจน

###### 6.1.1.1 ผลของเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนต่างๆ ที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

เมื่อปลูกฟิล์มที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 7.5%, 6% และ 5% ที่เงื่อนไขการปลูกเวลา 1 ชั่วโมง นำฟิล์มมาอบที่เงื่อนไขเดียวกัน ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 10 ชั่วโมง เมื่อนำฟิล์มไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางผลึกพบว่าอัตราส่วนแก๊สออกซิเจน 7.5% นี้ ฟิล์มมีโครงสร้างเป็น  $V_2O_5$  ส่วนอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจน 6% และ 5% นั้นไม่ปรากฏพิกที่ชัดเจนจึงสรุปได้ว่าฟิล์มนั้นยังมีการจัดเรียงตัวที่ไม่เป็นระเบียบ โดยที่การเพิ่มเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนให้มากขึ้นนั้นมีผลทำให้ฟิล์มที่ทำการปลูกได้นั้นมีความใสที่มากขึ้น

###### 6.1.1.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนต่างๆ ที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยแก๊สไนโตรเจน

โดยในการเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขที่ทำการเพิ่มการป้อนแก๊สไนโตรเจนเข้าไปในระหว่างการอบนั้นผลวิเคราะห์โครงสร้างที่ออกมาพบว่าไม่เกิดความแตกต่างจากการอบที่ทำในสภาวะสุญญากาศปกติ

###### 6.1.1.3 ผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและเวลา

ในเงื่อนไขนี้จะทำการใช้ฟิล์มที่มีอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมทั้งหมด 6% และ 7.5% นำมาทำการอบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ซึ่งเมื่อทำการนำฟิล์มไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางผลึกพบว่าฟิล์มที่มีอัตราส่วนออกซิเจน 7.5% นั้นมีโครงสร้างที่เป็น  $V_2O_5$  ส่วนทางด้านฟิล์มที่มีอัตราส่วนออกซิเจน 6% มีโครงสร้างเป็น  $VO_2$  เฟส A

#### 6.1.2 การปรับปรุงเงื่อนไขการอบ

ในการปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศนั้นจะทำการใช้ฟิล์มที่ได้ทำการปลูกมาในเงื่อนไขอัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมด 6% และ 7.5% กำลังคลื่นความถี่วิทยุ 150 วัตต์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยที่การปรับปรุงกระบวนการอบนั้นจะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำในสามเงื่อนไขคือ ผลของการอบโดยการเพิ่มอุณหภูมิและผลของการเปรียบเทียบการอบที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน

### 6.1.2.1 ผลของการเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

จากการทดลองเมื่อทำการนำฟิล์มที่ทำการเตรียมได้จากระบบอาร์เอฟรีแอคทีฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงตั้งเงื่อนไขฟิล์มที่มีอัตราส่วนออกซิเจน 6 % ไปทำการอบที่อุณหภูมิที่เท่ากัน (500 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 1, 5, และ 15 ชั่วโมง เมื่อทำการนำเอาฟิล์มที่เตรียมได้ไปวัดและวิเคราะห์โครงสร้างทางผลึกพบว่า ฟิล์มที่ทำการอบโดยใช้เวลา 1 และ 5 ชั่วโมง นั้นไม่ปรากฏฟิสิกจึงแสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางที่ไต่ยังมีความเป็นอะมอร์ฟัส (Amorphous) ส่วนฟิล์มที่ทำการอบที่เวลา 15 ชั่วโมงนั้นปรากฏฟิสิกที่ชัดเจนเมื่อนำเอาข้อมูลของฟิสิกที่ได้มาทำการวิเคราะห์แล้วจึงพบว่าฟิล์มนั้นมีโครงสร้างเป็น  $VO_2$  (A) ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการเพิ่มเวลาที่ใช้ในการอบนั้นมีผลต่อการเป็นโครงสร้างผลึกที่มากขึ้นของฟิล์ม

### 6.1.2.2 ผลของการเปรียบเทียบการอบที่อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน

ในเงื่อนไขนี้จะทำการอบที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 และ 15 ชั่วโมง ซึ่งเมื่อนำฟิล์มบางที่ทำการเตรียมได้ทั้งหมดไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกพบว่ามีเพียงแค่ฟิล์มที่ทำการอบที่อุณหภูมิที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง เท่านั้นที่ปรากฏฟิสิกที่ชัดเจน และเมื่อนำเอาฟิสิกที่ปรากฏมาวิเคราะห์พบว่าได้โครงสร้างเป็น  $VO_2$  เฟส A จึงสามารถสรุปได้ว่าการให้ความร้อนที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมงนั้นเป็นเงื่อนไขการอบที่ดีที่สุด

### 6.1.3 ผลของการอบซ้ำ

ในเงื่อนไขนี้จะทำการปลูกฟิล์มลงบนแก้วควอตซ์ที่เปอร์เซ็นต์ออกซิเจน 6% กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 150 วัตต์ ระยะเวลาการปลูก 1 ชั่วโมง โดยที่ในกระบวนการอบนั้นจะทำการอบทั้งหมดสองรอบ ในการอบครั้งแรกนั้นจะทำการอบที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ซึ่งหลังจากกระบวนการอบได้ทำการนำฟิล์มไปทำการวัดและวิเคราะห์โครงสร้างทางผลึกพบว่าฟิล์มยังมีความเป็นอะมอร์ฟัส (Amorphous) อยู่มาก หลังจากนั้นจึงทำการนำเอาฟิล์มดังกล่าวมาทำการอบครั้งที่สองที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง เมื่อทำการนำเอาฟิล์มไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างแล้วพบว่าฟิล์มมีความเป็นโครงสร้างผลึกที่มากขึ้น

## 6.2 สรุปผลการวิจัยในส่วนของอาร์เอฟแมกนีตรอนโค-สปัตเตอริง

ในส่วนนี้จะเป็นการสรุปผลของการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ที่มีการได้แมกนีเซียมลงบนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์โดยทำการเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในระบบโค-สปัตเตอริงดังนั้นผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่ป้อนให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียม

- ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

1. ผลของการเพิ่มเวลาในการปลูกฟิล์ม
2. ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ทำการจ่ายให้กับเป้าโลหะ

แมกนีเซียม

### 6.2.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่ป้อนให้กับเป้าโลหะ

แมกนีเซียม

#### 6.2.1.1 ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ในเงื่อนไขนี้จะทำการปลูกฟิล์มโดยทำการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สที่ทำการป้อนให้กับหัวแมกนีตรอนของแมกนีเซียมที่ 5, 10 และ 15 sccm ซึ่งเมื่อทำการนำฟิล์มที่ทำการสังเคราะห์ได้แล้วไปทำการวิเคราะห์ทางโครงสร้างผลึกนั้นพบว่าฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด๊ปนั้นมิได้มีโครงสร้างเป็น  $V_2O_3$  ในส่วนของฟิล์มที่ทำการป้อนอัตราการไหลที่ 5 และ 10 sccm นั้นปรากฏโครงสร้างเป็น VO และที่ทำการป้อนอัตราการไหลที่ 15 sccm นั้นมีโครงสร้างผลึกของ MgO

#### 6.2.1.2 ผลของการเปลี่ยนแปลงการไหลที่ทำการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการทดลองในการทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยระบบโค-สปีดเตอริงโดยทำการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่ป้อนให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียมที่ 0, 10 และ 20 sccm โดยที่จะทำการคงที่ กำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ทำการจ่ายให้กับหัวแมกนีตรอนของเป้าโลหะแมกนีเซียมไว้ที่ 20 วัตต์ ในส่วนของเป้าโลหะวาเนเดียมนั้นจะทำการจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ 150 วัตต์ และป้อนออกซิเจนเป็น 3% ของผลรวมแก๊สทั้งหมดที่ป้อนให้กับเป้าโลหะวาเนเดียม ใช้เวลาในการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเมื่อนำฟิล์มตัวอย่างที่ทำการเตรียมได้ไปทำการวัดและวิเคราะห์ผลแล้วแสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ทำการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลที่ 10 และ 20 sccm นั้นมีโครงสร้างเป็นแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ส่วนทางด้านฟิล์มที่ไม่ได้ทำการโด๊ปธาตุแมกนีเซียมนั้นมิได้มีโครงสร้างเป็นวาเนเดียมออกไซด์ (VO)

### 6.2.2 ผลของการเพิ่มเวลาในการปลูกฟิล์ม

ในส่วนของ การเพิ่มเวลาในการปลูกฟิล์มนั้นจะทำการนำเอาผลการทดลองของการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลที่ทำการปลูกในเงื่อนไขเดียวกันที่เวลาแตกต่างกันมาทำการเปรียบเทียบถึงผลของการเปลี่ยนแปลงเวลาในกระบวนการสปีดเตอริง ซึ่งเมื่อทำการนำผลการวัดโครงสร้างผลึกโดย XRD มาทำการเปรียบเทียบกันพบว่า ฟิล์มที่อัตราส่วนระหว่างแก๊สออกซิเจนกับผลรวมของแก๊สทั้งหมดเท่ากันแต่ทำการปลูกที่เวลาที่แตกต่างกันนั้นแสดงโครงสร้างที่แตกต่างกันโดยฟิล์มที่ทำการปลูกเป็นเวลาหนึ่งชั่วโมงนั้นมีโครงสร้างผลึกเป็น  $V_2O_3$  แต่ทว่าฟิล์มที่ทำการปลูกเป็นเวลาสองชั่วโมง

นี้มีโครงสร้างที่เป็นแบบ VO ดังนั้นจึงแสดงให้เห็นว่าเวลาที่ใช้ในการปลูกฟิล์มนั้นมีผลต่อโครงสร้างทางผลึกของฟิล์ม

### 6.2.3 ผลของการเปลี่ยนแปลงกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ทำการจ่ายให้กับเป้าโลหะแมกนีเซียม

จากการทดลองในการทำการเปลี่ยนแปลงกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ทำการจ่ายให้เป้าโลหะแมกนีเซียมที่ 0, 20, 35 และ 50 วัตต์ โดยที่ทำการป้อนแก๊สอาร์กอนเข้าไป 10 sccm เท่ากันทั้งหมด ส่วนทางด้านเป้าโลหะวาเนเดียมนั้นจะทำการจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุให้ที่ 200 วัตต์ ทำการป้อนแก๊สออกซิเจนเป็น 5% ของผลรวมแก๊สทั้งหมดที่ป้อนให้กับเป้าโลหะวาเนเดียม และทำการปลูกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยเมื่อนำเอาฟิล์มที่ทำการเตรียมได้แล้วไปวิเคราะห์โครงสร้างแสดงให้เห็นว่า ฟิล์มที่ไม่ได้ทำการได้ปและฟิล์มที่ทำการจ่ายกำลังให้ที่ 20 วัตต์ นั้นมีโครงสร้างที่เป็น  $V_2O_3$  แต่หาว่าฟิล์มที่ทำการจ่ายกำลังที่ 20 วัตต์นั้นมีความเป็นโครงสร้างที่น้อยกว่า ส่วนฟิล์มที่ทำการจ่ายกำลังที่ 35 และ 50 นั้นมีโครงสร้างที่เหมือนกันโดยเป็นแมกนีเซียมออกไซด์ แต่ฟิล์มที่ทำการจ่ายกำลังให้ที่ 35 วัตต์ มีระนาบของโครงสร้างที่เด่นชัดแตกต่างจาก ฟิล์มที่ทำการจ่ายกำลังที่ 50 วัตต์

## 6.3 ปัญหาและการแก้ไขปัญหา

- 1) ในขั้นตอนการประกอบหัวแมกนีตรอนต้องทำการตรวจสอบว่าอะลูมิเนียมพอยล์ที่ทำการติดไว้ที่ฐานของภาชนะสุญญากาศนั้นต้องทำการตัดออกบางส่วนบริเวณรอบช่องที่จะทำการติดตั้งหัวแมกนีตรอนสำหรับย่างที่ใช้ทำการกันอากาศรั่วที่ติดอยู่ด้านใต้ฐานของหัวแมกนีตรอนเนื่องจากอาจจะทำให้เกิดอากาศรั่วเข้าไปในภาชนะสุญญากาศได้
- 2) เมื่อจะทำการนำเอาฟิล์มที่ทำการปลูกเรียบร้อยแล้วออกจากภาชนะสุญญากาศนั้นควรที่จะทำการป้อนแก๊สอาร์กอนจนกว่าจะสามารถเปิดภาชนะสุญญากาศเนื่องจากการปล่อยอากาศผ่านนอกเข้าไปนั้นมีผลต่อสภาพของฟิล์มอย่างเห็นได้ชัด
- 3) ก่อนจะทำการเริ่มกระบวนการปลูกฟิล์มนั้นควรที่จะทำการวัดความต้านทานระหว่างเป้าโลหะกับชิ้นส่วนครอบหัวแมกนีตรอน (ground shield) เพื่อป้องกันการช็อตกัน ซึ่งจะทำให้ไม่สามารถที่จะทำการจุดพลาสมาได้
- 4) ฟิล์มที่ทำการอบแล้วควรนำไปใส่ตู้สุญญากาศ เพื่อป้องกันฟิล์มเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากความชื้นในบรรยากาศภายนอก
- 5) ในกระบวนการอบฟิล์มนั้นต้องทำการวางตำแหน่งของฟิล์มให้ตรงกับตำแหน่งของแหล่งกระจายความร้อนให้ฟิล์มได้ความร้อนเต็มที่ เพื่อทำให้ฟิล์มมีความสม่ำเสมอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 6.4 ข้อเสนอแนะ

- 1) ควรทำการปรับปรุงระบบเตาอบสุญญากาศให้สามารถทำการให้ความร้อนได้ขึ้น
- 2) ไม่ควรทิ้งฟิล์มที่ทำการปลูกเสร็จแล้วไว้นานเกินไปเพราะจะทำให้ฟิล์มเสื่อมสภาพก่อนการนำไปทำการตรวจวัด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] กิตติ ไกรเทพ และรัชพล รักบ้านเกิด.2557. “การพัฒนาระบบการควบคุมอุณหภูมิของเตาอบ ความร้อนสูงด้วยตัวควบคุมแบบพีไอดี.” ปรินญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [2] จรัส บุญยธรรมา.2559. การเลี้ยวเบนกับกฎของแบรกกส์. [Online]. Available: <http://www.rmutphysics.com/charud/virtualexperiment/bragg-law/bragg-law.html>
- [3] ณัฐจาริ วุฒิวรสิน และศุภาพิชญ์ เครือภู.2560. “การศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบาง VO<sub>2</sub>.” ปรินญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขา ฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง
- [4] นางสาว ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี และ นาย วรารุณี เถาลัดดา รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ เรื่อง การปลูกและวัดสมบัติฟิล์มบางเพียโซอิเล็กทริกอลูมิเนียมไนไตรด์ที่เตรียมด้วยวิธี รีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงบนฐานรองรับพลาสติก PET ประจำปีงบประมาณ 2558, คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง
- [5] พลากร ขวัญสูงเนิน“ .2559.ผลของอุณหภูมิการอบอ่อนที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางคอปเปอร์อลูมิเนียมออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีรีแอคทีฟพีดีซีแมกนีตรอนโคเวียทยาศาสตร์”สปัตเตอริง-มหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
- [6] รศ.ดร.วรารุณี เถาลัดดา 2553."การออกแบบและสร้างแคโทดสำหรับระบบปลูกฟิล์มบางอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง "คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง
- [7] ทศวิภา หมายมัน.2012. Scanning Electron Microscope : SEM. [Online] , สืบค้นจาก: <http://web2.mfu.ac.th/center/stic/micro-analysis-instrument-menu/item/96-scanningelectron-microscope.html>
- [8] Carlos Batista\*, Ricardo M Ribeiro and Vasco Teixeira, Synthesis and characterization of VO<sub>2</sub> -based thermochromic thin films for energy-efficient windows, Nanoscale Research Letters 2011, 6:301
- [9] Charles Kittel “Introduction to Solid State Physics 7th Edition” John Wiley&Son, 1996.
- [10] Changzheng Wu, Feng Feng, Yi Xie, Design of vanadium oxide structures with controllable electrical properties for energy applications, Chem. Soc. Rev.42(2013) 5157-5183

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [11] Chityal Ganesh Kumar, Sujitha Pombala, Yedla Poornachandra, Sankalp Vinod Agarwal. 2016, Synthesis, characterization, and applications of nanobiomaterials for antimicrobial therapy, Medicinal Chemistry and Pharmacology Division, CSIR—Indian Institute of Chemical Technology, Hyderabad, India
- [12] Dong-ping Zhang, Mao-dong Zhu, Yi Liu, Kai Yang, Guang-xing Liang, Zhuang-hao Zheng, Xing-min Cai and Ping Fan. 2016. High Performance VO<sub>2</sub> Thin Films Growth by DC Magnetron Sputtering at Low Temperature for Smart Energy Efficient Window Application. College of Physics Science and Technology Institute of Thin Film Physics and Applications, Shenzhen University, 518060, China and Shenzhen Key Laboratory of Sensor Technology, Shenzhen University, 518060, China
- [13] G A Niklasson, S-Y Li and C G Granqvist, Thermochromic vanadium oxide thin films: Electronic and optical properties, Journal of Physics: Conference Series 559 (2014) 012001
- [14] Granqvist CG: Spectrally Selective Coatings for Energy Efficiency and Solar Applications. Phys Scr 1985, 32:401
- [15] Jun Oh Choi, Hwa Soo Lee and Kyung Hyun Ko. 2014. Oxidation potential control of VO<sub>2</sub> thin film by metal oxide co-sputtering. Department of Energy System Research, Ajou University, Suwon 443-749, Republic of Korea
- [16] Jung-Hoon Yu, Sang-Hun Nam, Ji Won Lee, Jin-Hyo Boo, Enhanced Visible Transmittance of Thermochromic VO<sub>2</sub> Thin Films by SiO<sub>2</sub> Passivation Layer and Their Optical Characterization Materials 9(2016), 556
- [17] M. Ardyanian, M. Moeini, H. Azimi Juybari, Thermoelectric and photoconductivity properties of zinc oxide–tin oxide binary systems prepared by spray pyrolysis, Thin Solid Films 552 (2014) 39–45
- [18] Morin FJ. Oxides Which Show a Metal-to-Insulator Transition at the Neel Temperature, Phys Rev Lett 3(1959) 34-36.
- [19] Ning Wang, Shiyu Liu, X. T. Zeng, Shlomo Magdassi, Yi Long. Journal of Materials Chemistry, 2015. Mg/W-codoped vanadium dioxide thin films with enhanced visible transmittance and low phase transition temperature

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [20] Phys. Chem. Chem. Phys., 2014, 16, 17705-17714
- [21] R. Santos, J. Loureiro, A. Nogueira, E. Elangovan, J.V. Pinto, J.P. Veiga, T. Busani, E. Fortunato, R. Martins, I. Ferreira, Thermoelectric properties of  $V_2O_5$  thin films deposited by thermal evaporation, Applied Surface Science 282 (2013) 590–594
- [22] Reinhold Horst Dauskardt, Douglas Kirk Veirs, Robert O Ritchie. Published 1989, Spatially Resolved Raman Spectroscopy Study of Transformed Zones in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia
- [23] Sunil Kumar, Francis Maury & Naoufal Bahlawane. 2016. Electrical Switching in Semiconductor-Metal Self- Assembled  $VO_2$  Disordered Metamaterial Coatings. Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST), 5avenue des Hauts-Fourneaux L-4362 Esch-sur-Alzette Luxembourg.
- [24] TAIXING HUANG, LIN YANG, JUN QIN, FEI HUANG, XUPENG ZHU, PEIHENG ZHOU, BO PENG, HUIGAO DUAN, LONGJIANG DENG, AND LEI BI. 2016. Study of the phase evolution, metal-insulator transition, and optical properties of vanadium oxide thin films National Engineering Research Center of Electromagnetic Radiation Control Materials, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China
- [25] Yifu Zhang. 2016.  $VO_2(B)$  conversion to  $VO_2(A)$  and  $VO_2(M)$  and their oxidation resistance and optical switching properties. School of Chemistry, Dalian University of Technology, Dalian 116024, PR China



## ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# VO<sub>2</sub>(B) conversion to VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) and their oxidation resistance and optical switching properties

YIFU ZHANG\*

School of Chemistry, Dalian University of Technology, Dalian 116024, PR China

Vanadium dioxide VO<sub>2</sub> has been paid in recent years increasing attention because of its various applications, however, its oxidation resistance properties in air atmosphere have rarely been reported. Herein, VO<sub>2</sub>(B) nanobelts were transformed into VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts by hydrothermal route and calcination treatment, respectively. Then, we comparatively studied the oxidation resistance properties of VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts in air atmosphere by thermo-gravimetric analysis and differential thermal analysis (TGA/DTA). It was found that the nanobelts had good thermal stability and oxidation resistance below 341 °C, 408 °C and 465 °C in air, respectively, indicating that they were stable in air at room temperature. The fierce oxidation of the nanobelts occurred at 426, 507 and 645 °C, respectively. The results showed that the VO<sub>2</sub>(M) nanobelts had the best thermal stability and oxidation resistance among the others. Furthermore, the phase transition temperatures and optical switching properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) were studied by differential scanning calorimetry (DSC) and variable-temperature infrared spectra. It was found that the VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts had outstanding thermo-chromic character and optical switching properties.

Keywords: VO<sub>2</sub> polymorphs; thermal properties; oxidation resistance; phase transition; optical properties

© Wrocław University of Technology.

## 1. Introduction

Over the past decades, numerous efforts have been employed in vanadium oxides and their related compounds as functional materials because of their layered structures, unique chemical and physical properties, which make them highly desired in a wide range of promising potential applications such as catalysts, cathode materials for reversible lithium batteries, gas sensors, intelligent thermo-chromic windows, electrical and optical devices, laser shield and so on [1–14]. As is well known, vanadium has abundant oxidation states (0 to +5), which usually correspond to a variety of binary oxides with the general formula VO<sub>2+x</sub> (−0.5 ≤ x ≤ 0.5) [15, 16], such as V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, VO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>3</sub>O<sub>7</sub>, V<sub>4</sub>O<sub>9</sub>, V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>, etc. In the family of vanadium oxides, vanadium dioxide (VO<sub>2</sub>) is a representative binary compound with different polymorphs, including VO<sub>2</sub>(M), VO<sub>2</sub>(R), VO<sub>2</sub>(B),

VO<sub>2</sub>(A), VO<sub>2</sub>(C), VO<sub>2</sub>(D), etc. Among the VO<sub>2</sub> polymorphs, VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(M/R) and VO<sub>2</sub>(A) have been paid much attention in the past decades, and their crystallography data [17–20] are listed in Table 1.

VO<sub>2</sub>(B) has attracted a great interest as a promising cathode material for Li-ion batteries, not only due to its proper electrode potential, but also its tunnel structure, through which Li-ions can make intercalation and de-intercalation in a reversible Li-ion battery [13, 21, 22]. Besides, VO<sub>2</sub>(B) is usually used as a precursor to be transformed to VO<sub>2</sub>(M/R) [22]. VO<sub>2</sub>(M) shows a fully reversible first-order metal-to-insulator transition (MIT) with the phase transition temperature (T<sub>c</sub>) at about 68 °C, accompanied by a crystallographic transition between a low temperature monoclinic phase (M) and a high temperature tetragonal phase (R) [23–27]. On warming, due to this transition, drastic changes occur in both electrical and optical properties below and above T<sub>c</sub>. For instance, the infrared transmission characteristics of VO<sub>2</sub>(M)

\*E-mail: yfzhang@dlut.edu.cn

Table 1. The crystallography data of some important types of VO<sub>2</sub> polymorph.

Phase	T <sub>c</sub> [°C]*	Cs*	Sg*	a [Å]	b [Å]	c [Å]	β (°)	Ref.
VO <sub>2</sub> (B)	—	Monoclinic	C2/m	12.03	3.693	6.420	106.6	[17]
VO <sub>2</sub> (M)	68	Monoclinic	P2 <sub>1</sub> /c	5.743	4.157	5.375	122.6	[18]
VO <sub>2</sub> (R)	68	Tetragonal	P4 <sub>2</sub> /mm	4.530	4.530	2.869	—	[19]
VO <sub>2</sub> (A <sub>L</sub> )	162	Tetragonal	P4/ncc	8.440	8.440	7.666	—	[20]
VO <sub>2</sub> (A <sub>H</sub> )	162	Tetragonal	I4/m	8.476	8.476	3.824	—	[20]

\*T<sub>c</sub>: phase transition temperature; Cs: Crystal system; Sg: Space group.

dramatically change over the phase transition and the change in electrical resistivity is of the order of 10<sup>5</sup> [23, 28]. These characteristics make VO<sub>2</sub>(M) to be considered as a candidate for applications in smart window coatings, optical switching devices, intelligent energy conserving windows, electrical devices, laser protection, etc. [5, 6, 29–32]. Recently, an increasing attention has been paid to tetragonal VO<sub>2</sub>(A) (space group P4<sub>2</sub>/ncm) [26, 33, 34], because it shows a metal-semiconductor transition with the phase transition temperature (T<sub>c</sub>) at 162 °C, accompanied by a crystallographic transition between a low temperature phase (LTP, P4/ncc, 130 °C below 162 °C) and a high temperature phase (HTP, I4/m, 87 °C above 162 °C). In the past decades, the synthesis, characterization and properties of VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(M) and VO<sub>2</sub>(A) have been extensively studied, however, the oxidation resistance properties of VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) in air atmosphere have rarely been reported.

In this contribution, we first synthesized VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts and then studied their thermal behavior in air atmosphere. It was found that the as-obtained VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts had good thermal stability and oxidation resistance in air below 341 °C, 408 °C and 465 °C, respectively, indicating that the VO<sub>2</sub>(M) nanobelts had the best thermal stability and oxidation resistance. Furthermore, the phase transition temperatures and optical switching properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) were studied, and it was found that the VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) had outstanding thermochromic characteristics and optical switching properties.

## 2. Experimental

### 2.1. Materials

Vanadium pentoxide (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30 wt.%) and ethanol (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH) with analytical grade were purchased from Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd., and used without any further purification.

### 2.2. Synthesis of VO<sub>2</sub> (B) nanobelts

The synthesis of VO<sub>2</sub>(B) nanobelts was based on our previous reports [22, 35] and slightly modified. In a typical synthesis, 0.455 g of commercial V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> was dispersed in 31 mL of redistilled water with magnetic stirring. Then 2 mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and 2 mL of ethanol were successively added into the solution, which was still stirred for 1 h at room temperature to obtain a brown liquid ([VO(O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>]<sup>−</sup> solution), as shown in equation 1:



After the solution achieved good homogeneity, the mixture was transferred into a 50 mL Teflon-lined stainless steel autoclave, then sealed and maintained at 180 °C for 48 h. When the reaction was finished, the blue-black precipitates were filtered off, washed with distilled water and anhydrous alcohol several times to remove any possible residues, and dried in vacuum at 75 °C for future applications.

### 2.3. Synthesis of VO<sub>2</sub>(A) nanobelts transformed from VO<sub>2</sub>(B) nanobelts

In a typical synthetic route for transforming VO<sub>2</sub>(B) to VO<sub>2</sub>(A), 0.50 g of the VO<sub>2</sub>(B) nanobelts

was dispersed into 40 mL of deionized water with magnetic stirring. The mixed solution was transferred into a 60 mL stainless steel autoclave after the solution became suspension. The autoclave was sealed and maintained at 280 °C for 48 h and then cooled to room temperature naturally. The products were filtered off, washed with distilled water and absolute ethanol several times to remove any possible residues, and dried in vacuum at 75 °C.

#### 2.4. Synthesis of VO<sub>2</sub>(M) nanobelts transformed from VO<sub>2</sub>(B) nanobelts

In a typical transformation from VO<sub>2</sub>(B) to VO<sub>2</sub>(M), about 0.40 g of the VO<sub>2</sub>(B) nanobelts were heated in a tube furnace with 5 °C/min heating rate under a high purity Ar (99.999 %) atmosphere at 700 °C for 2 h, and cooled to room temperature in the Ar flow to prevent the oxidation of VO<sub>2</sub>(M).

#### 2.5. Characterization

X-ray powder diffraction (XRD) study was carried out on D8 X-ray diffractometer equipment with Cu K $\alpha$  radiation,  $\lambda = 1.54060$  Å. The data were collected between 5° and 70° with a scan speed of 4°/min. The morphology and dimensions of the products were observed by the transmission electron microscopy (TEM, JEM-2100). The sample was dispersed in absolute ethanol and was ultrasonicated before TEM. Thermogravimetric analysis and differential thermal analysis (TGA/DTA) were performed on SETSYS-1750 (AETARAM Instruments). About 10 mg of the sample was heated in an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crucible in air atmosphere from ambient temperature to 700 °C at a constant rise of temperature (10 °C/min). The phase transition temperature ( $T_c$ ) of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) was measured by differential scanning calorimetry (DSC, DSC822<sup>c</sup>, METTLER TOLEDO) with 5 °C/min heating rate. Optical properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) were tested by variable-temperature Fourier transform infrared spectroscopy (IR, NICOLET 5700) with an adapted heating controlled cell. Variable-temperature IR patterns of the solid samples were measured using KBr pellet technique from 4000

to 400 cm<sup>-1</sup> with a resolution of 4 cm<sup>-1</sup>. About 1 wt.% of the samples and 99 wt.% of KBr were mixed homogeneously, and then the mixture was pressed into a pellet.

### 3. Results and discussion

#### 3.1. Characterization of VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts

Fig. 1 depicts the typical XRD patterns of the as-prepared VO<sub>2</sub>(B). All the diffraction peaks from Fig. 1b can readily be indexed to the monoclinic crystalline phase (space group C2/m) of VO<sub>2</sub>(B) in agreement with the literature values (JCPDS Card No. 65-7960) [17], whose plots are shown in Fig. 1a. No impurity phases, such as V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, V<sub>3</sub>O<sub>7</sub>, V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>, VO<sub>2</sub>(M), VO<sub>2</sub>(A) and V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, were detected, indicating high purity of the as-obtained VO<sub>2</sub>(B).

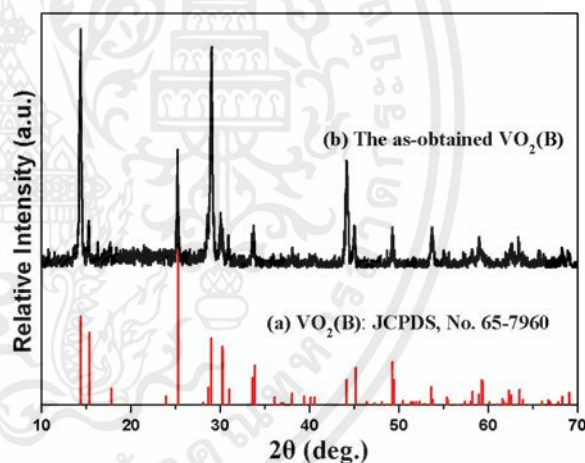


Fig. 1. XRD patterns of the as-obtained VO<sub>2</sub>(B) nanobelts.

After hydrothermal treatment of VO<sub>2</sub>(B) at 280 °C for 48 h, the XRD of the product has been measured and is shown in Fig. 2. It can be observed from Fig. 2 that all the diffraction peaks can readily be indexed to the tetragonal crystalline phase (space group: P42/ncm, No. 138) of VO<sub>2</sub>(A) (JCPDS Card No. 42-0876) [36], indicating that the VO<sub>2</sub>(A) was successfully transformed from VO<sub>2</sub>(B). The as-prepared VO<sub>2</sub>(A) is of high purity what can be inferred by comparing Fig. 2a

and Fig. 2b. After calcination,  $\text{VO}_2(\text{B})$  was transformed into  $\text{VO}_2(\text{M})$ , as shown in Fig. 3. All the diffraction peaks in Fig. 3b can readily be indexed to the monoclinic crystalline phase (space group:  $\text{P}21/c$ , No. 14) of  $\text{VO}_2(\text{M})$  (JCPDS Card No. 72-0514) [18] and the as-prepared  $\text{VO}_2(\text{M})$  is of high purity what can be stated by comparing Fig. 3a and Fig. 3b. Therefore, it can be said that  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  were successfully prepared.

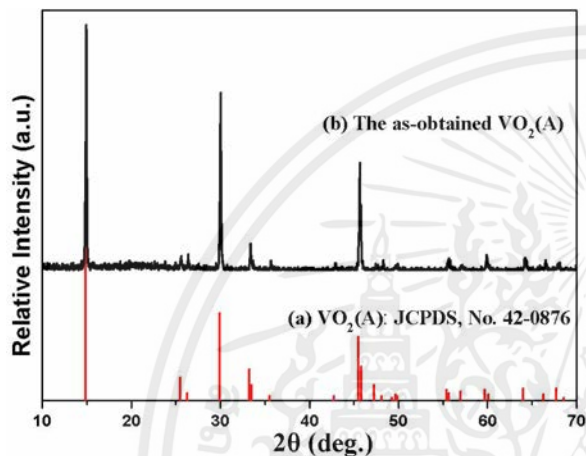


Fig. 2. XRD patterns of the as-obtained  $\text{VO}_2(\text{A})$  transformed from  $\text{VO}_2(\text{B})$  nanobelts by hydrothermal treatment at 280 °C for 48 h.

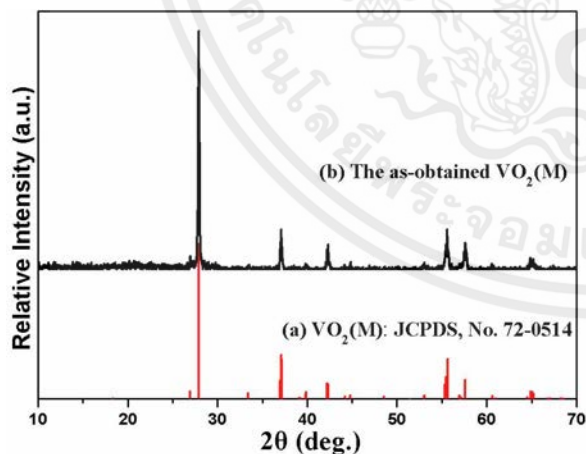


Fig. 3. XRD patterns of the as-obtained  $\text{VO}_2(\text{M})$  transformed from  $\text{VO}_2(\text{B})$  nanobelts by heating treatment at 700 °C for 2 h.

Fig. 4 shows the typical TEM images of the as-prepared  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts,

which reveal that the as-obtained  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  have similar morphology. The TEM images indicate that all of the as-obtained  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  consist of a large number of 1D nanobelts with the length in the range of several to tens of micrometers and width ranging from 80 to 200 nm.

### 3.2. The oxidation resistance properties

In the past decades,  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts have been extensively studied, however, their oxidation resistance properties have not been reported in the literature. Therefore, in this contribution, the oxidation resistance properties of  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts were investigated by TGA/DTA with the flowing air, as shown in Fig. 5 and Fig. 6. Fig. 5 shows the TG curves of the as-obtained  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts in air atmosphere, which reveal that their oxidation process by  $\text{O}_2$  starts at 341, 408 and 465 °C, respectively. The oxidation process of  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  is finished at 472, 594 and 675 °C, respectively. The above results suggest that the  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts have the best thermal stability and oxidation resistance. After the TGA/DTA test, a yellow powder was obtained, whose color is the same as that of  $\text{V}_2\text{O}_5$ , indicating that  $\text{VO}_2$  is oxidized to  $\text{V}_2\text{O}_5$ .

As shown in Fig. 5, before beginning of  $\text{VO}_2$  oxidation, the weight loss was not zero, which was caused by the loss of water absorbed on its surface. The weight loss of  $\text{VO}_2(\text{B})$  is the largest while that of  $\text{VO}_2(\text{M})$  is the least. The reason could be that  $\text{VO}_2(\text{B})$  was directly prepared by a hydrothermal route and  $\text{VO}_2(\text{M})$  was obtained by heating  $\text{VO}_2(\text{B})$  at 700 °C, which could reduce the absorbed water. The weight loss of  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts in their oxidative process is 8.29, 9.01 and 9.54 %, respectively. The weight loss values of  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts correspond to the oxidation of the bulk  $\text{VO}_2$  to  $\text{V}_2\text{O}_5$  (9.64 %).

Fig. 6 shows the heat flow curves of the as-obtained  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts in air atmosphere, which suggests that the fierce oxidation of  $\text{VO}_2(\text{B})$ ,  $\text{VO}_2(\text{A})$  and  $\text{VO}_2(\text{M})$  nanobelts

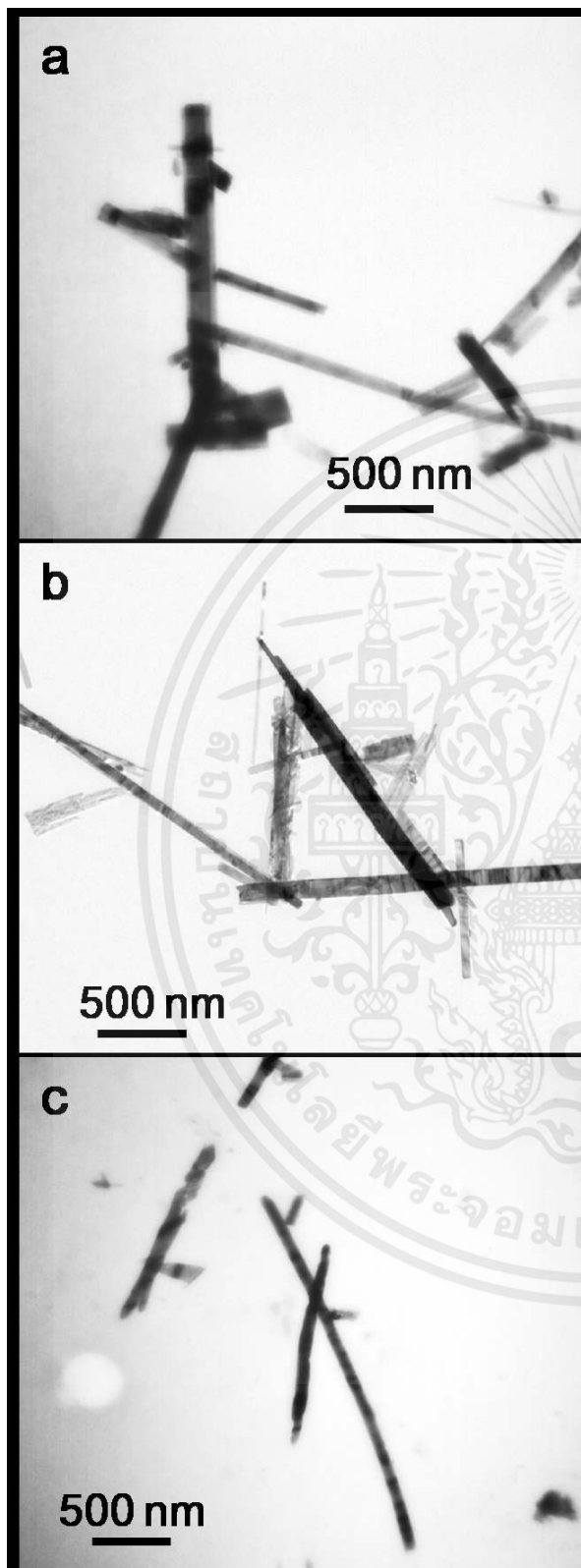


Fig. 4. TEM images of the as-obtained nanobelts: (a) VO<sub>2</sub>(B), (b) VO<sub>2</sub>(A) and (c) VO<sub>2</sub>(M).

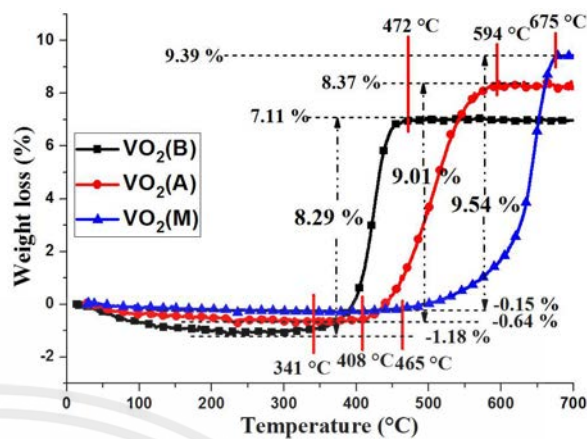


Fig. 5. TG curves of the as-obtained VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts in air atmosphere.

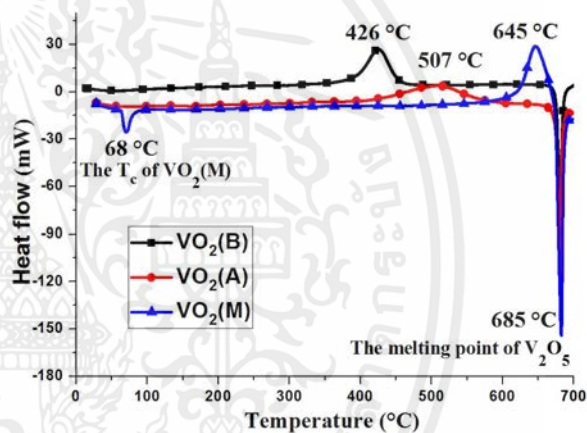


Fig. 6. Heat flow curves of the as-obtained VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts in air atmosphere.

occurs at 426, 507 and 645 °C, respectively. The sharp endothermic peak at about 685 °C is the melting point of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, which further confirms that the oxidative product is V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. By the way, for VO<sub>2</sub>(M) curve, a peak at 68 °C appears, which is the T<sub>c</sub> of VO<sub>2</sub>(M). Based on these results, it can be stated that the VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts have good thermal stability and oxidation resistance properties below 341, 408 and 465 °C in air atmosphere, respectively while the VO<sub>2</sub>(M) nanobelts have the best thermal stability and oxidation resistance, which is beneficial for the application of VO<sub>2</sub>(M) in air.

### 3.3. The phase transition and optical switching properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts

When the phase transition of VO<sub>2</sub>(A) or VO<sub>2</sub>(M) occurs, they exhibit a noticeable endothermic peak in the heating DSC curve, which corresponds to the phase transition of VO<sub>2</sub>(A) or VO<sub>2</sub>(M). Fig. 7 shows the typical DSC curves of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M). The  $T_c$  of VO<sub>2</sub>(A) is about 162 °C, while for VO<sub>2</sub>(M), the  $T_c$  is about 67 °C.

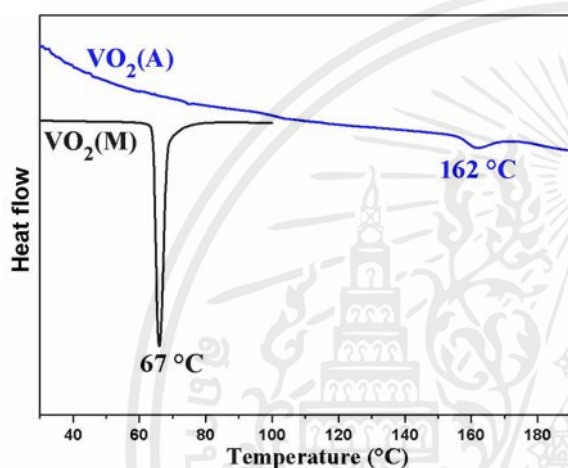


Fig. 7. DSC curves of the as-obtained VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts.

According to the DSC results of the as-obtained VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M), they reveal a noticeable endothermic peak in the heating cycle. It was reported that the optical properties have drastically changed when the reversible phase transition of VO<sub>2</sub>(A) or VO<sub>2</sub>(M) occurred. Therefore, we further developed the as-obtained VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) as the optical switching devices. The optical switching properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) were investigated by variable-temperature infrared spectra, as shown in Fig. 8 and Fig. 9. It can be clearly seen from Fig. 8 that VO<sub>2</sub>(A) has the optical switching properties at different vibratory absorption bands, revealing that it is a potential candidate for optical switching devices at the vibratory absorption bands from 700 to 650 cm<sup>-1</sup> and from 600 to 550 cm<sup>-1</sup>. In case of VO<sub>2</sub>(M), as shown in Fig. 9, it can be clearly observed that VO<sub>2</sub>(M) has the optical switching properties. The optical transmission

below  $T_c$  is higher than that above  $T_c$ , suggesting that it has good thermochromic properties. Besides, it also reveals that VO<sub>2</sub>(M) has potential applications in optical switching devices at the variety of vibratory absorption bands owing to its large transmission changes. These optical properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) verify that they are beneficial for the development and application of optical switching materials.

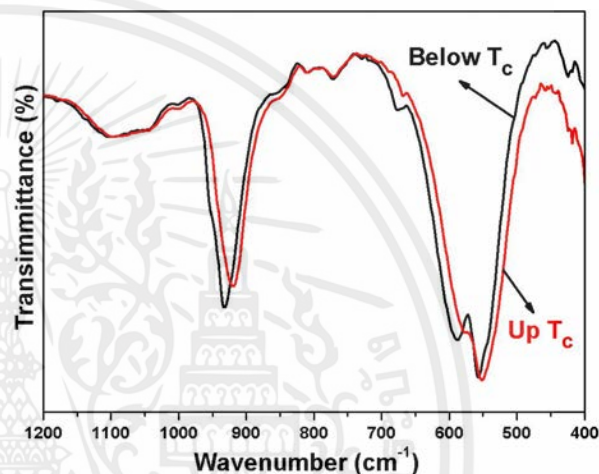


Fig. 8. Variable-temperature infrared spectra of VO<sub>2</sub>(A) nanobelts below and above  $T_c$ .

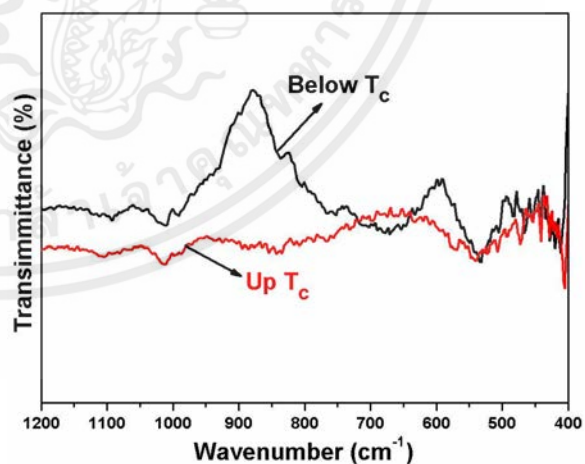


Fig. 9. Variable-temperature infrared spectra of VO<sub>2</sub>(M) nanobelts below and above  $T_c$ .

It has been reported [1, 25, 34, 37–40] that the optical spectra, usually explained as the

observed bands, are related to the electromagnetic resonance between incident photons (with a specific wavenumber) and variation of chemical bond polarization associated with a specific vibration mode. At low temperature ( $T < T_c$ ) the electrons involved in the  $V^{4+}-V^{4+}$  bonds between VO<sub>6</sub> octahedra are localized. However, these electrons are delocalized at high temperature ( $T > T_c$ ). In the metal state ( $T > T_c$ ), this delocalization involves a screening effect for the incident photons, which occurs at the surface of the sample [37]. As a result, no vibrational absorption bands can be observed. In this circumstance, the transmittance drastically decreases. The variable-temperature infrared spectra confirm the strong reversible metal-insulator phase transition at around  $T_c$ .

#### 4. Conclusions

In conclusion, the oxidation resistance properties of VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts were comparatively studied by TGA/DTA test. It was found that VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts had good thermal stability and oxidation resistance below 341 °C, 408 °C and 465 °C in air, respectively, and the fierce oxidation of the VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts occurred at 426, 507 and 645 °C, respectively. The results showed that VO<sub>2</sub>(B), VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) nanobelts were stable in air at room temperature. VO<sub>2</sub>(M) nanobelts had the best thermal stability and oxidation resistance, which was beneficial for the application of VO<sub>2</sub>(M) in air. The  $T_c$  of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) were about 162 °C and 67 °C, respectively. The optical switching properties of VO<sub>2</sub>(A) and VO<sub>2</sub>(M) were studied by the variable-temperature infrared spectra, which suggested that they can be used as the optical switching materials.

#### Acknowledgements

This work was partially supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities (DUT13RC(3)62) and the Science Research Project of the Liaoning Province Education Department (L2015123).

#### References

- [1] ZHANG Y., ZHANG J., ZHANG X., MO S., WU W., NIU F., ZHONG Y., LIU X., HUANG C., LIU X., *J. Alloys Compd.*, 570 (2013), 104.
- [2] ZHANG Y., WANG N., HUANG Y., HUANG C., MEI X., MENG C., *Mater. Sci.-Poland*, 32 (2014), 236.
- [3] STRELCOV E., LILACH Y., KOLMAKOV A., *Nano Lett.*, 9 (2009), 2322.
- [4] ZHANG Y., FAN M., LIU X., HUANG C., LI H., *Eur. J. Inorg. Chem.*, 2012 (2012), 1650.
- [5] ZHANG Y., FAN M., WU W., HU L., ZHANG J., MAO Y., HUANG C., LIU X., *Mater. Lett.*, 71 (2012), 127.
- [6] PARKIN I.P., MANNING T.D., *J. Chem. Educ.*, 83 (2006), 393.
- [7] ZHANG Y., LIU X., CHEN D., YU L., NIE J., YI S., LI H., HUANG C., *J. Alloy. Compd.*, 509 (2011), L69.
- [8] ZHANG Y., ZHOU M., FAN M., HUANG C., CHEN C., CAO Y., LI H., LIU X., *Curr. Appl. Phys.*, 11 (2011), 1159.
- [9] ZHANG Y., HUANG C., MENG C., *Mater. Express*, 5 (2015), 105.
- [10] ZHANG Y., WANG N., HUANG Y., WU W., HUANG C., MENG C., *Ceram. Inter.*, 40 (2014), 11393.
- [11] WANG N., ZHANG Y., HU T., ZHAO Y., MENG C., *Curr. Appl. Phys.*, 15 (2015), 493.
- [12] KUMAR S., PICKETT M.D., STRACHAN J.P., GIBSON G., NISHI Y., WILLIAMS R.S., *Adv. Mater.*, 25 (42) (2013), 6128.
- [13] WU C.Z., XIE Y., *Energ. Environ. Sci.*, 3 (2010), 1191.
- [14] ZHANG Y., ZHANG X., HUANG Y., XIAO M., NIU F., HUANG C., MENG C., WU W., *Chem. Lett.*, 43 (3) (2014), 337.
- [15] ZHANG Y., LIU X., XIE G., YU L., YI S., HU M., HUANG C., *Mater. Sci. Eng. B*, 175 (2010), 164.
- [16] NGUYEN T.-D., DO T.-O., *Langmuir*, 25 (2009), 5322.
- [17] THEOBALD F., CABALA R., BERNARD J., *J. Solid State Chem.*, 17 (1976), 431.
- [18] ANDERSSON G., *Acta Chem. Scand.*, 10 (1956), 623.
- [19] WESTMAN S., *Acta Chem. Scand.*, 15 (1961), 217.
- [20] OKA Y., SATO S., YAO T., YAMAMOTO N., *J. Solid State Chem.*, 141 (1998), 594.
- [21] NI J.A., JIANG W.T., YU K., GAO Y.F., ZHU Z.Q., *Electrochim. Acta*, 56 (2011), 2122.
- [22] ZHANG Y., CHEN C., WU W., NIU F., LIU X., ZHONG Y., CAO Y., LIU X., HUANG C., *Ceram. Int.*, 39 (2013), 129.
- [23] MORIN F.J., *Phys. Rev. Lett.*, 3 (1959), 34.
- [24] GOODENOUGH J.B., *J. Solid State Chem.*, 3 (1971), 490.
- [25] ZHANG Y., FAN M., NIU F., WU W., HUANG C., LIU X., LI H., LIU X., *Curr. Appl. Phys.*, 12 (2012), 875.
- [26] ZHANG Y., HUANG Y., ZHANG J., WU W., NIU F., ZHONG Y., LIU X., LIU X., HUANG C., *Mater. Res. Bull.*, 47 (2012), 1978.
- [27] ZHANG Y., ZHANG X., HUANG Y., HUANG C., NIU F., MENG C., TAN X., *Solid State Commun.*, 180 (2014), 24.
- [28] ZYLBERSTEIN A., MOTT N.F., *Phys. Rev. B*, 11 (1975), 4383.

- [29] WHITTAKER L., WU T.L., PATRIDGE C.J., SAMBANDAMURTHY G., BANERJEE S., *J. Mater. Chem.*, 21 (2011), 5580.
- [30] ZHANG Y., ZHANG J., ZHANG X., HUANG C., ZHONG Y., DENG Y., *Mater. Lett.*, 92 (2013), 61.
- [31] JI S.D., ZHANG F., JIN P., *Mater. Lett.*, 65 (2011), 708.
- [32] SON J.H., WEI J., COBDEN D., CAO G.Z., XIA Y.N., *Chem. Mater.*, 22 (2010), 3043.
- [33] ZHANG S., SHANG B., YANG J., YAN W., WEI S., XIE Y., *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 13 (2011), 15873.
- [34] ZHANG Y., FAN M., NIU F., ZHONG Y., HUANG C., LIU X., WANG B., LI H., *Micro Nano Lett.*, 6 (2011), 888.
- [35] ZHANG Y., LI W., FAN M., ZHANG F., ZHANG J., LIU X., ZHANG H., HUANG C., LI H., *J. Alloy. Compd.*, 544 (2012), 30.
- [36] OKA Y., YAO T., YAMAMOTO N., *J. Solid State Chem.*, 86 (1990), 116.
- [37] GUINETON F., SAUQUES L., VALMALETTE J.C., CROS F., GAVARRI J.R., *J. Phys. Chem. Solids*, 62 (2001), 1229.
- [38] RICHARDSON M.A., COATH J.A., *Opt. Laser Technol.*, 30 (1998), 137.
- [39] CONTINENZA A., MASSIDDA S., POSTERNAK M., *Phys. Rev. B*, 60 (1999), 15699.
- [40] ZHANG Y., FAN M., LIU X., XIE G., LI H., HUANG C., *Solid State Commun.*, 152 (2012), 253.

Received 2015-10-01

Accepted 2015-12-12

Cite this: *J. Mater. Chem. C*, 2015,  
3, 6771

# Mg/W-codoped vanadium dioxide thin films with enhanced visible transmittance and low phase transition temperature†

Ning Wang,<sup>a</sup> Shiyu Liu,<sup>b</sup> X. T. Zeng,<sup>b</sup> Shlomo Magdassi<sup>c</sup> and Yi Long<sup>\*a</sup>

Vanadium dioxide (VO<sub>2</sub>), with a reversible phase transition near ambient temperature, has been found to be a promising candidate for energy-saving smart windows. However, its use is constrained by its low visible transmission ( $T_{lum}$ ) and high transition temperature ( $\tau_c$ ). In this paper, by codoping tungsten (W) and magnesium (Mg) in VO<sub>2</sub>, a good combination of low  $\tau_c$  ( $\sim 35$  °C) and high  $T_{lum}$  (81.3%) was achieved. The  $\tau_c$  declines with decreasing Mg doping level in Mg/W-codoped samples, which is the opposite effect of doping with only Mg, suggesting a synergistic effect of the two dopants arising from the e<sup>-</sup> and h<sup>+</sup> carrier neutralization. In addition, the band gap of Mg/W-codoped VO<sub>2</sub> was gradually widened; this is attributed to the depressed absorption, which enhanced the  $T_{lum}$ .

Received 15th April 2015,  
Accepted 25th May 2015

DOI: 10.1039/c5tc01062d

www.rsc.org/MaterialsC

## Introduction

Vanadium dioxide (VO<sub>2</sub>) has attracted intense interest since its metal to insulator transition (MIT) was reported in 1959.<sup>1</sup> As a reversible phase transition material, VO<sub>2</sub> exhibits a first-order transition from insulating monoclinic ( $P2_1/c$ , M-phase) to metallic rutile structure ( $P4_2/mnm$ , R-phase) across the critical temperature ( $\tau_c$ ,  $\sim 68$  °C),<sup>2</sup> with an abrupt decrease in infrared (IR) transmittance and an unchanged visible transmission ( $T_{lum}$ ). These properties make it a promising candidate for thermochromic smart windows.<sup>3–7</sup> However, the relatively high  $\tau_c$  above room temperature and the low  $T_{lum}$  due to large absorption and reflection largely restrict its energy saving efficiency. Recently, many efforts have been made to improve the  $T_{lum}$  and solar modulating ability ( $\Delta T_{sol}$ ) of VO<sub>2</sub>,<sup>5,6,8–13</sup> however, the combination of low  $\tau_c$  and high  $T_{lum}$  as well as large  $\Delta T_{sol}$  still presents challenges.

In order to reduce  $\tau_c$ , scientists have made great efforts including introducing strains into the crystal lattice<sup>14,15</sup> and doping (Table 1). During the MIT, the  $\tau_c$  can be modified by the uniaxial stress  $\sigma$  following the Clausius–Clapeyron equation,

$$d\tau_c/d\sigma = (\varepsilon_0\tau_c^0)/\Delta H \quad (1)$$

<sup>a</sup> School of Materials Science and Engineering, Nanyang Technological University, 50 Nanyang Avenue, 639798 Singapore. E-mail: longyi@ntu.edu.sg

<sup>b</sup> Singapore Institute of Manufacturing Technology, 71 Nanyang Drive, 638075 Singapore

<sup>c</sup> Institute of Chemistry, Edmund Safra Campus, The Hebrew University, Jerusalem 91904, Israel

† Electronic supplementary information (ESI) available: High resolution XPS scan of the samples. See DOI: 10.1039/c5tc01062d

Table 1 Effects of dopants on the thermochromic performance of VO<sub>2</sub> thin films<sup>a</sup>

Dopant	$T_{lum}$	$\Delta T_{sol}$	$\tau_c$	Mechanism	Ref.
W <sup>6+</sup>	↓	↓	↓ ( $\sim 20$ – $26$ °C per at%)	e <sup>-</sup> ↑	20 and 21
Ti <sup>4+</sup>	↑	↑	↑	Smaller radius	24 and 25
Co <sup>2+</sup>	—	—	↓	Larger radius	26
Nb <sup>5+</sup>	↓	↓	↓ ( $\sim 2$ °C per at%)	e <sup>-</sup> ↑	27
Mo <sup>6+</sup>	↓	↓	↓ ( $\sim 3$ °C per at%)	e <sup>-</sup> ↑	27
Ta <sup>5+</sup>	—	—	↓	e <sup>-</sup> ↑	26
Mg <sup>2+</sup>	↑	↑	↓ ( $\sim 3$ °C per at%)	h <sup>+</sup> ↑	22 and 23
Zr <sup>4+</sup>	↑	↑	↓ ( $\sim 0.4$ °C per at%)	Larger radius	28
Cr <sup>3+</sup>	↑	↓	↑	h <sup>+</sup> ↑	29
Sr <sup>4+</sup>	—	—	↑ ( $\sim 1$ °C per at%)	Smaller radius	30
Al <sup>3+</sup>	—	—	↓ ( $\sim 2.7$ °C per at%)	h <sup>+</sup> ↑	31
Fe <sup>3+</sup>	—	—	↓ ( $\sim 6$ °C per at%)	h <sup>+</sup> ↑	32
Eu <sup>3+</sup>	↑	↑	↓ ( $\sim 5$ °C per at%)	Larger radius	33
Ce <sup>3+</sup>	—	—	↓ ( $\sim 4.5$ °C per at%)	Larger radius	34

<sup>a</sup> In the table, '↓' and '↑' represent negative and positive dopant effects, respectively. The symbol '—' means not available.

where  $\Delta H$  is the latent heat of transition,  $\varepsilon_0$  is the initial strain and  $\tau_c^0$  is the initial phase transition temperature.<sup>14</sup> On the other hand, doping with higher valence-state cations (compared to V<sup>4+</sup>) can result in extra electrons, which can break the structural symmetry of VO<sub>2</sub> via the dimerization of the V–V chain in the R-phase to reduce the energy difference between the M- and R-phases, thereby decreasing  $\tau_c$ .<sup>16–18</sup> In addition, the substitution of V<sup>4+</sup> by cations of larger ionic radius or the insertion of cations at interstitial sites of the VO<sub>2</sub> lattice can introduce compressive strain and induce structural deformation, which also reduces  $\tau_c$ .<sup>14,19</sup> Among the cations, W is the most efficient dopant to reduce  $\tau_c$  with a rate of  $\sim 20$ – $26$  °C per at%, mainly owing to its high valence state (6+). However, the sharp decrease in  $\tau_c$  arising

from W doping is always accompanied by declines in  $T_{\text{lum}}$  and  $\Delta T_{\text{sol}}$ .<sup>20,21</sup> Meanwhile,  $\text{Mg}^{2+}$  has been doped in  $\text{VO}_2$  to enhance the  $T_{\text{lum}}$  of  $\text{VO}_2$  thin films accompanied by a steady widening of the band gap upon doping; in contrast, the  $\tau_c$  can only be reduced to 47 °C, even at a doping level of 7 at%.<sup>22,23</sup>

In addition,  $\text{Mo}/\text{W}$ <sup>35,36</sup> and  $\text{Ti}/\text{W}$  codoping<sup>37</sup> have been carried out to tune the  $\tau_c$  of  $\text{VO}_2$ . The  $\text{Mo}/\text{W}$ -codoped  $\text{VO}_2$  thin films exhibited an interesting non-linear effect between the co- and single-doped materials; the  $\tau_c$ -lowering efficiency was enhanced compared with single-element doping. However, the mechanism of codoping was unclear, and the influence on  $T_{\text{lum}}/\Delta T_{\text{sol}}$  was not reported.<sup>36</sup>  $\text{Ti}/\text{W}$  codoping produced a higher  $\tau_c$  than single W doping due to the decrease in carrier density arising from the electron transfer from donor W to acceptor Ti, while the transmission was largely compromised compared with the pure  $\text{VO}_2$ .

In this paper,  $\text{Mg}/\text{W}$  codoping has been carried out systematically to investigate the synergistic effect on the thermochromic properties of  $\text{VO}_2$  thin films. The large  $\tau_c$ -reducing rate of W and the superior  $T_{\text{lum}}$ -enhancing ability of Mg have been combined to enhance the thermochromic properties. Possible mechanisms of such enhancement are discussed.

## Experimental

All materials including  $\text{V}_2\text{O}_5$  (99.6%, Alfa Aesar), Mg and W powders (99.9%, Alfa Aesar), polyvinylpyrrolidone (PVP40, Sigma-Aldrich), oxalic acid (99.9%, Alfa Aesar) and  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30 wt%, Sigma-Aldrich) were used as received without any further purification.

### Mg/W-codoped precursor preparation

The precursor was prepared by a modified sol-gel method, the details of which have been reported elsewhere.<sup>38–40</sup> Weighed Mg and W powders were dissolved in 15 mL preheated  $\text{H}_2\text{O}_2$  solution (30 wt%) at 90 °C with continuous stirring for 5 h.  $\text{V}_2\text{O}_5$  powder (180 mg) was then added into the hot solution. After a vigorous reaction, 400 mg of oxalic acid was added to reduce the vanadium source from  $\text{V}^{5+}$  to  $\text{V}^{4+}$  with continuous stirring for two more hours at 90 °C. Ultimately, 12 mg of PVP was added into the solution, and a blue-colored precursor solution was formed. The amount of Mg and W powder was calculated based on the formula  $\text{V}_{1-x-y}\text{W}_x\text{Mg}_y\text{O}_2$  ( $x = 0, 0.02; y = 0, 0.01/0.02/0.03/0.04/0.05$ ).

### Vanadium dioxide thin film preparation

The precursor thin films were prepared by withdrawing the fused silica substrate ( $15 \times 15 \times 0.6 \text{ mm}^3$ ) from the codoped precursor solution at the rate of  $1000 \text{ mm min}^{-1}$  using a KSV dip coater. After drying in air, the thin films were annealed in a tube furnace under flowing Ar ( $200 \text{ cc min}^{-1}$ ) at 550 °C for 2 h, and bronze-colored thin films with thicknesses of  $\sim 50 \text{ nm}$  were attained on both sides of the substrates.

### Characterization

The phases of the obtained thin films were characterized using a Shimadzu XRD-6000 X-Ray diffractometer ( $\text{Cu-K}\alpha$ ,  $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$ )

with a voltage of 40 kV and a current of 30 mA at an X-ray grazing angle of 1.0°. The surface topography was determined using atomic force microscopy (AFM; DI-3100, Bruker, Germany) in tapping mode. Transmission electron microscopy (TEM) characterization was performed using a JEOL JEM 2010 with an accelerating voltage of 200 kV. X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) data were collected in the V 2p, Mg 1s and W 4f binding energy regions using a Thermo Scientific ESCALAB 250Xi XPS spectrometer (900  $\mu\text{m}$  spot, 3 scans, 75 eV pass energy) equipped with Avantage Data System software. The thickness of the  $\text{VO}_2$  film was measured by an Alpha-Step IQ Surface Profiler. The transmittance spectra in the range of 250–2500 nm were measured with a UV-Vis-NIR spectrophotometer (Cary 5000, Agilent Ltd) equipped with a Linkam PE120 system Peltier simple heating & cooling stage. The integrated visible transmittance ( $T_{\text{lum}}$ , 380–780 nm) and solar transmittance ( $T_{\text{sol}}$ , 280–2500 nm) were calculated based on the recorded % $T$  spectra using the following expression:

$$T_{\text{lum/sol}} = \int \phi_{\text{lum/sol}}(\lambda)T(\lambda)d\lambda / \int \phi_{\text{lum/sol}}(\lambda)d\lambda \quad (2)$$

where  $T(\lambda)$  is the recorded film transmittance,  $\phi_{\text{lum}}$  is the standard luminous efficiency function for the photopic vision of human eyes,<sup>41</sup>  $\phi_{\text{sol}}$  is the solar irradiance spectrum for air mass 1.5 (corresponding to the sun standing 37° above the horizon)<sup>42</sup> and  $\Delta T_{\text{sol}}$  is obtained as  $\Delta T_{\text{sol}} = T_{\text{sol},15^\circ\text{C}} - T_{\text{sol},90^\circ\text{C}}$ . The hysteresis loop of % $T$  at the wavelength of 2500 nm was measured in the temperature range of 10 to 90 °C. In order to attain the phase transition temperature  $\tau_c$ , the temperature-dependent heating and cooling % $T$  data were fitted with a sigmoidal function of the form:<sup>43</sup>

$$f(\tau) = A2 + (A1 - A2) / \{1 + \exp[(\tau - \tau_0)/B]\} \quad (3)$$

where  $A1$ ,  $A2$ ,  $\tau_0$  and  $B$  are fitting parameters, with  $\tau_0$  giving the transition temperature in the heating and cooling cycle, and  $\tau_c = (\tau_{0,h} + \tau_{0,c})/2$ ,  $\Delta\tau_c = \tau_{0,h} - \tau_{0,c}$ .

## Results and discussion

### Synthesis of Mg/W codoped $\text{VO}_2$ thin films

Fig. 1 shows the XRD spectra of the pristine and doped  $\text{VO}_2$  samples. All of the XRD patterns show the characteristic (011) peak at around  $2\theta = 28^\circ$ , corresponding to the monoclinic  $\text{VO}_2$  phase ( $P2_1/c$ , JCPDS #82-661). No diffraction peaks of other vanadium oxide or magnesium/tungsten oxide phases can be found within the patterns, suggesting the high purity of the  $\text{VO}_2$  phase with Mg/W dopants in the crystal lattice. The broad hump around  $2\theta = 20^\circ$  can be ascribed to the diffraction background of the fused silica substrates.

The topographical AFM images for the pristine and Mg/W-codoped  $\text{VO}_2$  thin films are shown in Fig. 2. The AFM scan reveals that all of the  $\text{VO}_2$  thin films exhibit a densely packed nanograin-array topography with a narrow-distributed grain size below  $\sim 100 \text{ nm}$ , which will greatly reduce the light scattering and enhance the  $T_{\text{lum}}$ .<sup>44</sup> The mean grain sizes of all the pristine  $\text{VO}_2$  and co-doped samples range from 60–80 nm, while that for single Mg-doped  $\text{VO}_2$  is approximately 50 nm. Since the grain

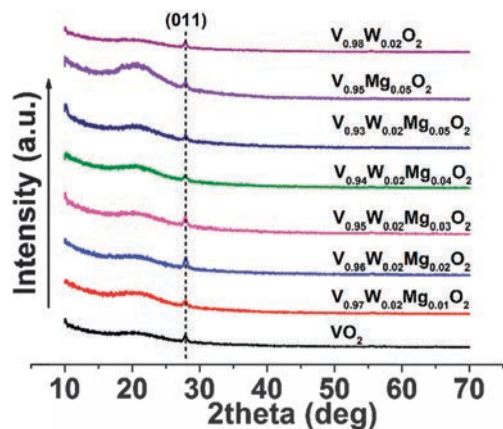


Fig. 1 XRD patterns of the vanadium dioxide samples.

sizes for the doped and undoped samples do not vary significantly, the effect of grain size on the thermochromic properties could be negligible.

The bright-field TEM image of  $V_{0.94}W_{0.02}Mg_{0.04}O_2$  is shown in Fig. 3. The HRTEM image shows that the grains are well crystallized (Fig. 3b) with a sub-100 nm grain size (Fig. 3a), in accordance with the AFM results. The selected area electron diffraction (SAED) patterns shown in Fig. 3c can be indexed with  $VO_2(M)$  crystalline faces from (011) to (220), which reveals the polycrystalline nature

of the thin films and further supports the high purity of the formed  $VO_2(M)$  phases indicated by the XRD results.

XPS scans for the Mg/W-codoped  $VO_2$  thin films were performed in the binding energy regions corresponding to V 2p, Mg 1s and W 4f. As demonstrated in Fig. S1 (ESI<sup>†</sup>), under every doping level, the V 2p<sub>1/2</sub>, and V 2p<sub>3/2</sub> peaks for the V 2p scan, the Mg 1s peak for the Mg 1s scan and the W 4f<sub>5/2</sub> and W 4f<sub>7/2</sub> peaks for the W 4f scan can all be clearly observed, proving the successful incorporation of Mg and W dopants into the  $VO_2$  lattice since no Mg/W compounds could be indexed in the XRD patterns (Fig. 1). In addition, the quantitative analysis reveals that the doping levels ( $c_{Mg/W}/c_V$ ) detected by XPS are nearly the same as those expected from the precursor solution (Table 2). As shown in Fig. S1a–e (ESI<sup>†</sup>), for the V 2p scan, the V 2p<sub>3/2</sub> peak can be split into two peaks ( $V^{4+}$  around 516 eV and  $V^{3+}$  around 514 eV), suggesting non-stoichiometry in the  $VO_2$  phase. It is of interest that upon increasing the Mg doping level from 1 to 5 at%, the relative intensity of  $V^{3+}$  compared to  $V^{4+}$  is gradually depressed (Fig. 4), in accordance with the decrease in free electrons under the coexistence of Mg/W dopant due to the counteraction between the  $h^+$  and  $e^-$  charge carriers.

### Optical properties

The UV-Vis-NIR transmittance spectra of the  $VO_2$  thin films were recorded at 15 and 90 °C (Fig. 5a). A drop in the transmission was observed for all of the samples above the

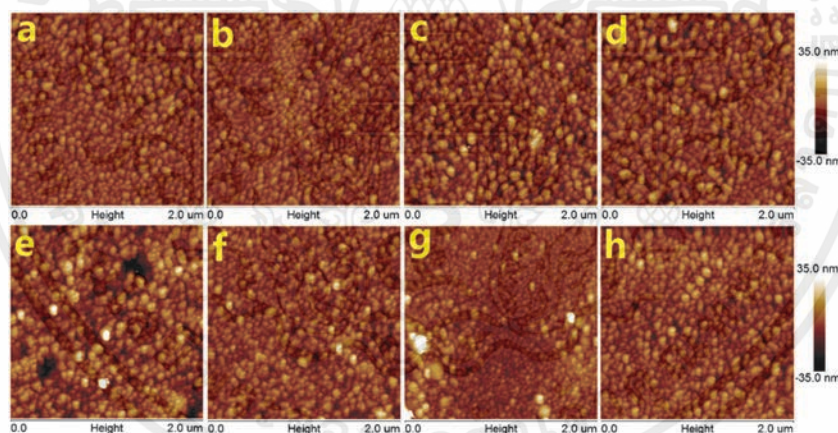


Fig. 2 AFM images of the vanadium dioxide samples (a: pristine  $VO_2$ ; b–f:  $V_{0.98-x}W_{0.02}Mg_xO_2$ ,  $x = 0.01/0.02/0.03/0.04/0.05$ ; g:  $V_{0.95}Mg_{0.05}O_2$ ; h:  $V_{0.98}W_{0.02}O_2$ ) at a scanning scale of  $2 \times 2 \mu m^2$ .

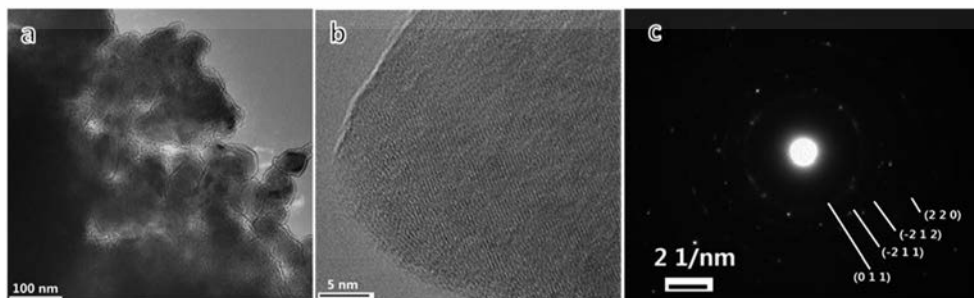
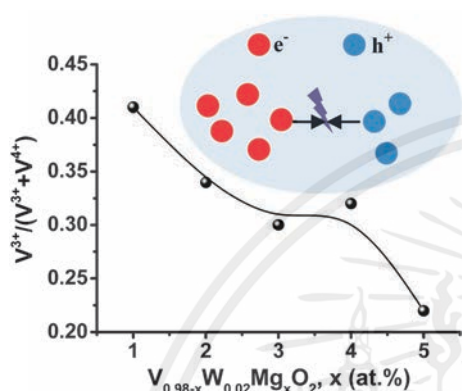


Fig. 3 (a) TEM, (b) HRTEM and (c) SAED images of the  $V_{0.94}W_{0.02}Mg_{0.04}O_2$  sample.

Table 2 Doping level and stoichiometry of the Mg/W-codoped VO<sub>2</sub> samples

Samples	Doping level of Mg, W ( $c_{\text{Mg/W}}/c_{\text{V}}$ )		Vanadium/oxygen content		Stoichiometry $V^{3+}/(V^{3+} + V^{4+})$
	Expected (at%)	XPS result (at%)	XPS result (at%)		
V <sub>0.98</sub> W <sub>0.02</sub> O <sub>2</sub>	0.0, 2.0	0.0, 2.1	18.2/78.8		0.45
V <sub>0.95</sub> Mg <sub>0.05</sub> O <sub>2</sub>	5.0, 0.0	5.0, 0.0	13.4/83.2		0.16
V <sub>0.97</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.01</sub> O <sub>2</sub>	1.0, 2.0	1.2, 1.8	27.2/67.7		0.41
V <sub>0.96</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.02</sub> O <sub>2</sub>	2.0, 2.0	1.9, 2.1	22.5/72.1		0.34
V <sub>0.95</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.03</sub> O <sub>2</sub>	3.0, 2.0	2.7, 1.9	17.1/80.2		0.30
V <sub>0.94</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.04</sub> O <sub>2</sub>	4.0, 2.0	3.8, 1.8	14.7/75.6		0.32
V <sub>0.93</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.05</sub> O <sub>2</sub>	5.0, 2.0	5.3, 2.1	13.3/77.5		0.22

Fig. 4 Ratio of V<sup>3+</sup>/(V<sup>3+</sup> + V<sup>4+</sup>) for V<sub>0.98-x</sub>W<sub>0.02</sub>Mg<sub>x</sub>O<sub>2</sub> samples.

wavelength of 1000 nm upon heating from 15 to 90 °C, in accordance with the intrinsic MIT characteristics of VO<sub>2</sub>. Among the samples, the single Mg-doped V<sub>0.95</sub>Mg<sub>0.05</sub>O<sub>2</sub> shows the highest solar transmission in the entire spectrum (250–2500 nm) at both temperatures, especially in the visible range, indicating the ability of Mg to enhance  $T_{\text{lum}}$ . On the contrary, the single W-doped V<sub>0.98</sub>W<sub>0.02</sub>O<sub>2</sub> gives the lowest solar transmission (250–2500 nm), revealing the weakness of W as a dopant. Meanwhile, on the basis of doping with 2 at% W, further codoping with Mg effectively improves  $T_{\text{lum}}$  and the solar transmission compared with single W-doping and gives the closest result to single Mg doping at the doping level of 4 at% (V<sub>0.94</sub>W<sub>0.02</sub>Mg<sub>0.04</sub>O<sub>2</sub>), which can be confirmed by the calculated  $T_{\text{lum}}$  and  $\Delta T_{\text{sol}}$ . (Table 3). Fig. 5b shows the

reflection (%R) and absorption (%A) spectra of the thin films, where the %A was calculated from 1-%R-%T. All of the %R at  $\lambda = 580$  nm fall into the range of 14.9–17.8%. Single W doping gives the highest absorption from 380–2500 nm, suggesting that W doping increases the absorption coefficient of VO<sub>2</sub>, which largely contributes to the decrease in  $T_{\text{lum}}$  (Table 3); meanwhile, single Mg doping gives the lowest absorption over most of the wavelengths, which proves that Mg doping largely reduces the absorption coefficient of VO<sub>2</sub>.<sup>22,45</sup> Compared with 2 at% W single doping, codoping with Mg decreases the %A ( $\lambda = 580$  nm), and the lowest absorption is again attained at the doping level of 4 at% (V<sub>0.94</sub>W<sub>0.02</sub>Mg<sub>0.04</sub>O<sub>2</sub>), resulting in the high  $T_{\text{lum}}$  observed in the %T spectra (Fig. 5a and Table 3).

The calculated average  $T_{\text{lum}}[(T_{\text{lum},15^\circ\text{C}} + T_{\text{lum},90^\circ\text{C}})/2]$  and  $\Delta T_{\text{sol}}(T_{\text{sol},15^\circ\text{C}} - T_{\text{sol},90^\circ\text{C}})$  for the pristine and codoped VO<sub>2</sub> thin films are listed in Table 3. As shown in Table 3, compared with pristine VO<sub>2</sub>, single doping with 5 at% Mg enhances the average  $T_{\text{lum}}$  from 77.5% to 82.1%, while single doping with 2 at% W reduces it to 69.5%. Compared to doping with 2 at% W, further doping with Mg causes the average  $T_{\text{lum}}$  to recover above 70%, and the highest value of 81.3% is reached at 4 at% Mg doping (V<sub>1.94</sub>W<sub>0.02</sub>Mg<sub>0.04</sub>O<sub>2</sub>). This demonstrates that the ability of Mg doping to enhancing the  $T_{\text{lum}}$  is maintained with codoping with W.

With regard to the phase transition temperature, the transmittance at a wavelength of 2500 nm in the temperature range of 10 to 90 °C was recorded in a heating and cooling cycle and was plotted as %T versus  $T/^\circ\text{C}$  hysteresis loops (Fig. 6a).

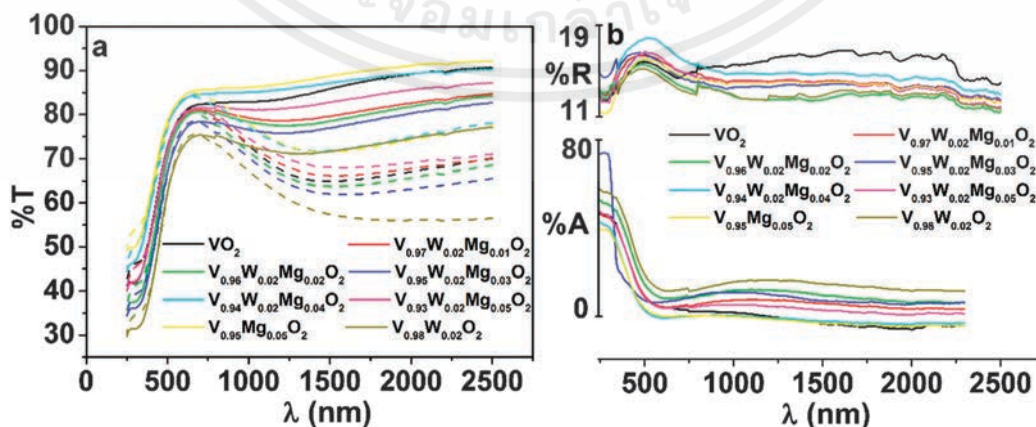
Fig. 5 (a) Transmittance spectra in the UV-Vis-NIR range for the vanadium dioxide samples. The solid and dashed lines represent the spectra tested at 15 °C and 90 °C, respectively. (b) Recorded %R and %A spectra for the pristine and Mg/W-codoped VO<sub>2</sub> samples.

Table 3 Thermochromic performance of the pristine, single and codoped VO<sub>2</sub> thin films

Sample	%R (580 nm)	%A (580 nm)	Average $T_{lum}/\%$	$\Delta T_{sol}/\%$	$\tau_c/^\circ\text{C}$	$\Delta\tau_c/^\circ\text{C}$	$E_g^a/\text{eV}$
VO <sub>2</sub>	15.6	5.0	77.5	5.9	63.89	19.8	2.88
V <sub>0.98</sub> W <sub>0.02</sub> O <sub>2</sub>	14.9	13.5	69.5	3.4	27.05	8.7	2.67
V <sub>0.95</sub> Mg <sub>0.05</sub> O <sub>2</sub>	15.9	0.6	82.1	4.8	61.05	16.7	2.99
V <sub>0.97</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.01</sub> O <sub>2</sub>	16.2	5.2	77.0	3.3	30.45	8.7	2.83
V <sub>0.96</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.02</sub> O <sub>2</sub>	16.0	8.9	76.0	3.9	29.55	7.9	2.72
V <sub>0.95</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.03</sub> O <sub>2</sub>	16.0	5.7	73.3	3.7	32.55	8.5	2.75
V <sub>0.94</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.04</sub> O <sub>2</sub>	17.8	0.0	81.3	4.3	35.05	8.9	3.02
V <sub>0.93</sub> W <sub>0.02</sub> Mg <sub>0.05</sub> O <sub>2</sub>	16.5	4.6	77.4	3.7	35.08	8.3	2.83

<sup>a</sup> The calculation errors for  $E_g$  are within 10%.

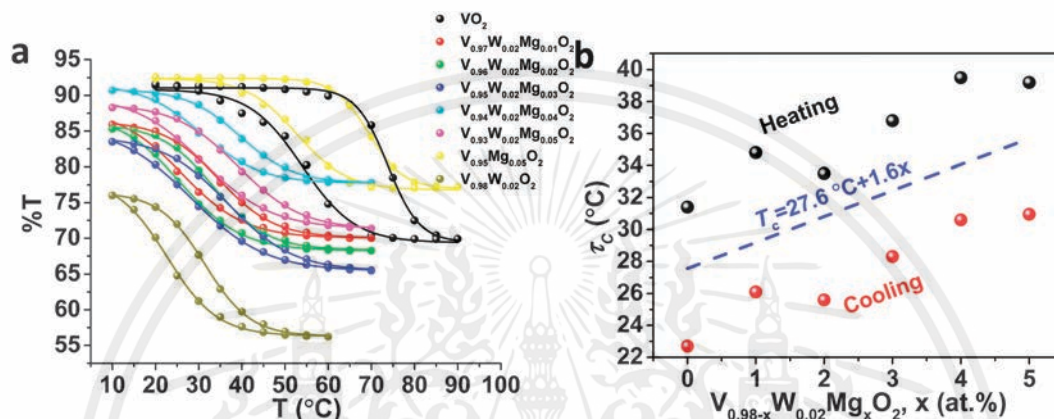


Fig. 6 (a) Hysteresis loop for the temperature-dependent transmittance of the VO<sub>2</sub> samples at a wavelength 2500 nm and (b) the plots of doping-dependent  $\tau_c$ . The solid lines in (a) represent the best fitting results as described in the text.

Single Mg doping gives the highest IR transmission, while single W doping produces the lowest IR transmission at different temperatures. As shown in Table 3, pristine VO<sub>2</sub> exhibits the largest  $\tau_c = 63.9^\circ\text{C}$  and the widest  $\Delta\tau_c = 19.8^\circ\text{C}$ . It is of interest that the  $\tau_c$  of pristine VO<sub>2</sub> is much lower than the reported value of 68–70  $^\circ\text{C}$ ; this should mainly be due to its sub-100 nm grain size (Fig. 2), and the nanograin size effect should also contribute to its widened hysteresis loop width  $\Delta\tau_c$  (19.8  $^\circ\text{C}$ ) compared to its bulk counterparts.<sup>46</sup> Compared to the pristine sample, the

single-doped samples with 5 at% Mg and 2 at% W exhibit reduced  $\tau_c$  values of 61.05  $^\circ\text{C}$  and 27.05  $^\circ\text{C}$  and narrower  $\Delta\tau_c$  values of 16.7  $^\circ\text{C}$  and 8.7  $^\circ\text{C}$ , respectively, which are comparable to the reported values.<sup>20,22</sup> The much sharper reduction of  $\tau_c$  and  $\Delta\tau_c$  under W doping should be mainly attributed to the high valence state of W<sup>6+</sup>, which introduces free electrons to the V<sup>4+</sup> cation. For codoping with Mg/W,  $\tau_c$  exhibits an increasing tendency (Fig. 6b), while continuous Mg doping under the pre-existence of 2 at% W dopant results in a slight increase of  $\tau_c$

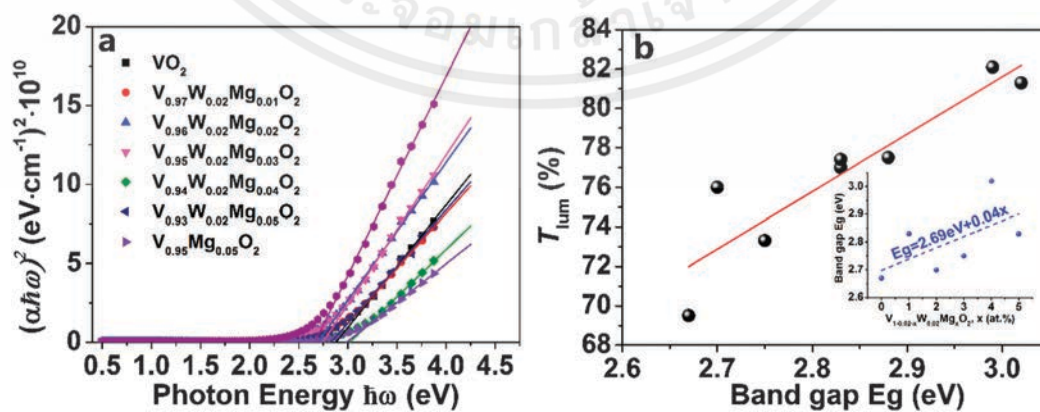


Fig. 7  $(\alpha h\omega)^2$  versus  $h\omega$ , where  $\alpha$  is the absorption coefficient and  $h\omega$  is the photon energy, with linear fittings to extract band gap  $E_g$  at  $\alpha = 0$  (a) and the relationship between average  $T_{lum}$  and  $E_g$  (b). The solid line in (b) is a linear fit. The inset in (b) is a plot of Mg doping-dependent  $E_g$  under Mg/W-codoping conditions.

from 27.05 °C ( $V_{0.98}W_{0.02}O_2$ ) to 35.08 °C ( $V_{0.93}W_{0.02}Mg_{0.05}O_2$ ) at a rate of 1.6 °C per at%. As reported in the literature, doping the  $VO_2$  lattice with cations with higher and lower valence states could result in free electron ( $e^-$ )/hole ( $h^+$ ) charge carriers and create the  $V^{3+}/V^{5+}$  defect sites, respectively.<sup>16</sup> The coexistence of W and Mg dopants in the  $VO_2$  lattice may decrease the free charge carrier density arising from the combination of  $e^-$  and  $h^+$  charge carriers, which should be responsible for the increased  $\tau_c$  under codoping conditions since  $\tau_c$  is closely linked to the equilibrium carrier density.<sup>47</sup>

As reported by Li. *et al.*,<sup>22</sup> Mg doping can increase the band gap of vanadium dioxide. Herein, the band gaps ( $E_g$ ) of the pristine and doped  $VO_2$  samples are determined by fitting the linear parts of the curves  $(\alpha\hbar\omega)^2$  versus  $\hbar\omega$  (Fig. 7a) with the expression:

$$(\alpha\hbar\omega)^2 = A(\hbar\omega - E_g). \quad (4)$$

where  $\alpha$  is the absorption coefficient ( $\alpha d = -\ln(T/1 - R)$ ),  $A$  is a constant and  $\hbar\omega$  is the photon energy. The best fitting results are tabulated in Table 3, where  $E_g$  is increased from 2.88 (pristine  $VO_2$ ) to 2.99 eV ( $V_{0.95}Mg_{0.05}O_2$ ) under single doping with Mg, in accordance with the band gap-widening effect of Mg reported by Li. *et al.*<sup>22</sup> Under Mg/W-codoping conditions ( $V_{0.98-x}W_{0.02}Mg_xO_2$ ),  $E_g$  is also widened upon Mg doping with an approximate rate of increase of 0.04 eV per at% (inset in Fig. 7b). It is of interest that  $E_g$  exhibits a similar trend across the doping levels to that of average  $T_{lum}$ . The  $T_{lum}$  versus  $E_g$  has been plotted in Fig. 7b, and a positive linear relationship between  $T_{lum}$  and  $E_g$  can be clearly deduced; this should be attributed to the steady decrease in absorption accompanying the widened band gap  $E_g$ .

In summary, Mg/W codoping can produce the combination of high  $T_{lum}$  and low  $\tau_c$ , making it superior to single doping with W and Mg, which have obvious weaknesses related to maintaining the high  $T_{lum}$  and reducing the  $\tau_c$ , respectively. This result should be of great significance for the smart window applications of  $VO_2$  thin films.

## Conclusions

In summary, Mg/W-codoped  $VO_2$  thin films can benefit from both the  $\tau_c$ -lowering property of W and the  $T_{lum}$ -increasing property of Mg. The  $\tau_c$  under W/Mg codoping increases at a rate of 1.6 °C per at% upon increasing the Mg doping level, which should be due to the decline in carrier density arising from the counteraction between  $e^-$  and  $h^+$  carriers. The band gap-widening effect of single Mg doping remains in codoped samples, leading to enhanced  $T_{lum}$ . The best performing sample,  $V_{0.94}W_{0.02}Mg_{0.04}O_2$ , exhibits low  $\tau_c$  (~30 °C) as well as high  $T_{lum}$  (~80%), which is of great practical significance in smart window applications.

## Acknowledgements

This research is supported by the Singapore National Research Foundation under the CREATE programme: Nanomaterials for Energy and Water Management and Singapore Ministry of

Education (MOE) Academic Research Fund Tier 1 RG101/13. The XRD, FESEM and TEM characterizations were performed at the Facility for Analysis, Characterization, Testing and Simulation (FACTS) at Nanyang Technological University, Singapore. We also thank Mr Min Hao Goh for XPS characterization.

## References

- 1 F. Morin, *Phys. Rev. Lett.*, 1959, **3**, 34–36.
- 2 S. Biermann, A. Poteryaev, A. Lichtenstein and A. Georges, *Phys. Rev. Lett.*, 2005, **94**, 026404.
- 3 M. E. A. Warwick and R. Binions, *J. Mater. Chem. A*, 2014, **2**, 3275–3292.
- 4 Y. Gao, H. Luo, Z. Zhang, L. Kang, Z. Chen, J. Du, M. Kanehira and C. Cao, *Nano Energy*, 2012, **1**, 221–246.
- 5 X. Qian, N. Wang, Y. Li, J. Zhang, Z. Xu and Y. Long, *Langmuir*, 2014, **30**, 10766–10771.
- 6 X. Cao, N. Wang, J. Y. Law, S. C. J. Loo, S. Magdassi and Y. Long, *Langmuir*, 2014, **30**, 1710–1715.
- 7 C. Liu, I. Balin, S. Magdassi, I. Abdulhalim and Y. Long, *Opt. Express*, 2015, **23**, A124–A132.
- 8 Y. Zhou, Y. Cai, X. Hu and Y. Long, *J. Mater. Chem. A*, 2015, **3**, 1121–1126.
- 9 Y. Zhou, Y. Cai, X. Hu and Y. Long, *J. Mater. Chem. A*, 2014, **2**, 13550–13555.
- 10 L. Kang, Y. Gao, H. Luo, Z. Chen, J. Du and Z. Zhang, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2011, **3**, 135–138.
- 11 Y. F. Gao, S. B. Wang, H. J. Luo, L. Dai, C. X. Cao, Y. L. Liu, Z. Chen and M. Kanehira, *Energy Environ. Sci.*, 2012, **5**, 6104–6110.
- 12 Z. Chen, C. Cao, S. Chen, H. Luo and Y. Gao, *J. Mater. Chem. A*, 2014, **2**, 11874–11884.
- 13 Z. Chen, Y. Gao, L. Kang, C. Cao, S. Chen and H. Luo, *J. Mater. Chem. A*, 2014, **2**, 2718–2727.
- 14 J. Cao, E. Ertekin, V. Srinivasan, W. Fan, S. Huang, H. Zheng, J. W. L. Yim, D. R. Khanal, D. F. Ogletree, J. C. Grossman and J. Wu, *Nat. Nanotechnol.*, 2009, **4**, 732–737.
- 15 Y. Gu, J. Cao, J. Wu and L.-Q. Chen, *J. Appl. Phys.*, 2010, **108**, 083517.
- 16 J. B. Goodenough, *J. Solid State Chem.*, 1971, **3**, 490–500.
- 17 P. Kiri, G. Hyett and R. Binions, *Adv. Mater. Lett.*, 2010, **1**, 86–105.
- 18 J. Zhang, H. He, Y. Xie and B. Pan, *J. Chem. Phys.*, 2013, **138**, 114705.
- 19 J. Zhang, H. He, Y. Xie and B. Pan, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2013, **15**, 4687–4690.
- 20 A. Romanyuk, R. Steiner, L. Marot and P. Oelhafen, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 2007, **91**, 1831–1835.
- 21 R. Binions, C. Piccirillo and I. P. Parkin, *Surf. Coat. Technol.*, 2007, **201**, 9369–9372.
- 22 S.-Y. Li, N. R. Mlyuka, D. Primetzhofer, A. Hallén, G. Possnert, G. A. Niklasson and C. G. Granqvist, *Appl. Phys. Lett.*, 2013, **103**, 161907.
- 23 N. R. Mlyuka, G. A. Niklasson and C. G. Granqvist, *Appl. Phys. Lett.*, 2009, **95**, 171909.

- 24 S. Chen, L. Dai, J. Liu, Y. Gao, X. Liu, Z. Chen, J. Zhou, C. Cao, P. Han, H. Luo and M. Kanahira, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2013, **15**, 17537–17543.
- 25 J. Du, Y. Gao, H. Luo, L. Kang, Z. Zhang, Z. Chen and C. Cao, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 2011, **95**, 469–475.
- 26 K. Isamu and W. Akinori, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1967, **6**, 1023.
- 27 C. Batista, R. M. Ribeiro and V. Teixeira, *Nanoscale Res. Lett.*, 2011, **6**, 301.
- 28 N. Shen, S. Chen, Z. Chen, X. Liu, C. Cao, B. Dong, H. Luo, J. Liu and Y. Gao, *J. Mater. Chem. A*, 2014, **2**, 15087–15093.
- 29 F. Béteille and J. Livage, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 1998, **13**, 915–921.
- 30 M.-H. Lee, M.-G. Kim and H.-K. Song, *Thin Solid Films*, 1996, **290–291**, 30–33.
- 31 B. Chen, D. Yang, P. A. Charpentier and M. Zeman, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 2009, **93**, 1550–1554.
- 32 T. E. Phillips, R. A. Murphy and T. O. Poehler, *Mater. Res. Bull.*, 1987, **22**, 1113–1123.
- 33 X. Cao, N. Wang, S. Magdassi, D. Mandler and Y. Long, *Sci. Adv. Mater.*, 2014, **6**, 558–561.
- 34 L. Song, Y. Zhang, W. Huang, Q. Shi, D. Li, Y. Zhang and Y. Xu, *Mater. Res. Bull.*, 2013, **48**, 2268–2271.
- 35 Y. Xu, W. Huang, Q. Shi, Y. Zhang, L. Song and Y. Zhang, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 2012, **64**, 493–499.
- 36 Y. Jiazhen, Z. Yue, H. Wanxia and T. Mingjin, *Thin Solid Films*, 2008, **516**, 8554–8558.
- 37 M. Soltani, M. Chaker, E. Haddad, R. V. Kruezecky and J. Margot, *Appl. Phys. Lett.*, 2004, **85**, 1958.
- 38 N. Wang, S. Magdassi, D. Mandler and Y. Long, *Thin Solid Films*, 2013, **534**, 594–598.
- 39 N. Wang, Y. Huang, S. Magdassi, D. Mandler, H. Liu and Y. Long, *RSC Adv.*, 2013, **3**, 7124–7128.
- 40 C. Liu, N. Wang and Y. Long, *Appl. Surf. Sci.*, 2013, **283**, 222–226.
- 41 G. Wyszecki and W. S. Stiles, *Color Science: Concepts and Methods, Quantitative Data and Formulae*, Wiley, New York, 2nd edn, 2000.
- 42 ASTM G173-03 Standard Tables of Reference Solar Spectral Irradiances: Direct Normal and Hemispherical on a 37° Tilted Surface, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, USA, 2003, Vol. 14.04, <http://rredc.nrel.gov/solar/spectra/am1.5>.
- 43 G. Beydaghyan, V. Basque and P. V. Ashrit, *Thin Solid Films*, 2012, **522**, 204–207.
- 44 J. Zhou, Y. Gao, Z. Zhang, H. Luo, C. Cao, Z. Chen, L. Dai and X. Liu, *Sci. Rep.*, 2013, **3**, 3029.
- 45 Y. F. Gao, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2013, **15**, 7505–7511.
- 46 H. Verleur, A. Barker and C. Berglund, *Phys. Rev.*, 1968, **172**, 788–798.
- 47 J. Wei, Z. Wang, W. Chen and D. H. Cobden, *Nat. Nanotechnol.*, 2009, **4**, 420–424.

No: 00-041-1426

Name: Shcherbinaite, syn

Chemical Formula: V<sub>2</sub> O<sub>5</sub>

Formula: O<sub>5</sub> V<sub>2</sub>

Z value: 2

Space Group: Pmmn(59)

Cell: 11.5160 3.5656 4.3727 90.000 90.000 90.000

Volume: 179.549

Crystal System: Orthorhombic

Quality: S

RIR(I/c): 1.60

Subfile: Inorganic, Mineral, Alloy&Metal, Battery Material, Common Phase, Educational Pattern, Forensic

----- Experiment

Radiation: CuKalpha lambda: 1.54178

Reference: Schulz, D., Larson, F, McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA. ICDD Grant-in-Aid(1988).

----- Physical

Dmeas: 3.320

Dcalc: 3.364

----- Comment

Additional Patterns: To replace 00-009-0387 and validated by calculated pattern. See PDF 01-077-2418 and 01-072-0433. Color:

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Dark orange. Optical Data Specimen location: Optical data on specimen from Izalco Volcano, El Salvador. Sample Preparation:

Sample obtained from J.T. Baker Chemical Co. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

----- d-I list (2theta are calculated with wavelength=1.54059)

2theta range: 15.35 - 78.18

2theta	d	I	(hkl)
15.35	5.768	33.0	(2,0,0)
20.26	4.379	100.0	(0,0,1)
21.71	4.090	27.0	(1,0,1)
25.56	3.482	4.0	(2,0,1)
26.13	3.408	75.0	(1,1,0)
31.00	2.882	52.0	(3,0,1)
32.36	2.764	23.0	(0,1,1)
33.29	2.689	7.0	(1,1,1)
34.28	2.614	25.0	(3,1,0)
36.02	2.491	3.0	(2,1,1)
37.37	2.404	2.0	(4,0,1)
40.18	2.243	1.0	(3,1,1)
41.26	2.186	11.0	(0,0,2)
42.02	2.149	5.0	(1,0,2)
44.27	2.044	3.0	(2,0,2)
44.42	2.038	1.0	(5,0,1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

45.45	1.994	10.0	(4,1,1)
47.32	1.919	14.0	(6,0,0)
47.84	1.900	8.0	(3,0,2)
48.83	1.864	8.0	(0,1,2)
49.50	1.840	2.0	(1,1,2)
51.21	1.782	16.0	(0,2,0)
51.49	1.773	3.0	(2,1,2)
51.62	1.769	2.0	(5,1,1)
52.01	1.757	7.0	(6,0,1)
52.51	1.741	1.0	(4,0,2)
53.78	1.703	2.0	(2,2,0)
55.64	1.651	6.0	(0,2,1)
56.25	1.634	2.0	(1,2,1)
58.08	1.587	1.0	(2,2,1)
58.13	1.586	1.0	(5,0,2)
58.50	1.577	3.0	(6,1,1)
58.99	1.564	6.0	(4,1,2)
60.04	1.540	3.0	(7,0,1)
61.07	1.516	8.0	(3,2,1)
62.08	1.494	9.0	(7,1,0)
63.80	1.458	1.0	(0,0,3)
64.24	1.449	2.0	(5,1,2)
64.38	1.446	3.0	(1,0,3)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

64.56	1.442	3.0	(6,0,2)
64.71	1.439	2.0	(8,0,0)
65.08	1.432	1.0	(4,2,1)
66.05	1.413	3.0	(7,1,1)
67.77	1.382	2.0	(0,2,2)
68.32	1.372	2.0	(1,2,2)
68.58	1.367	1.0	(8,0,1)
68.85	1.363	2.0	(3,0,3)
69.63	1.349	3.0	(0,1,3)
69.97	1.344	1.0	(2,2,2)
70.12	1.341	1.0	(5,2,1)
70.35	1.337	3.0	(6,1,2)
71.74	1.315	2.0	(7,0,2)
71.80	1.314	2.0	(2,1,3)
72.27	1.306	5.0	(6,2,0)
72.66	1.300	4.0	(3,2,2)
72.66	1.300	4.0	(4,0,3)
74.50	1.273	3.0	(3,1,3)
75.97	1.252	3.0	(6,2,1)
76.40	1.246	1.0	(4,2,2)
77.30	1.233	1.0	(7,1,2)
77.43	1.232	1.0	(5,0,3)
77.70	1.228	1.0	(9,0,1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

78.18 1.222 2.0 (4,1,3)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

No: 01-076-0146

CSD: 33641(ICSD)

Name: Karelianite, syn

Chemical Formula: V<sub>2</sub> O<sub>3</sub>

Formula: O<sub>3</sub> V<sub>2</sub>

Z value: 6

Space Group: R-3c(167)

Cell: 4.9423 4.9423 13.9652 90.000 90.000 120.000

Volume: 295.417

Crystal System: Trigonal

Quality: I

RIR(I/Ic): 3.65

Subfile: Inorganic, Mineral, Alloy&Metal, Common Phase, ICSD Pattern

----- Experiment

Radiation: CuKalpha1 lambda: 1.54060

Reference: Zachariasen, W.H. Skr. Nor. Vidensk.-Akad., Kl. 1: Mat.-Naturvidensk.  
Kl.1928(1928)1.

----- Physical

Dcalc: 5.055

----- Comment

ANX: A2X3. ICSD Collection Code: 33641. Calculated Pattern Original Remarks: The  
given free O-Parameter (= 0.30) holds for

hexagonal setting (a=4.95, c=13.98), changed to -.30. Stable above 398 K (2nd ref.,  
Tomaszewski), below 150 K: I2/a. Sample

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Source or Locality: synthetic. Test from external database: The coordinates given in the paper contain an error. The values in

the database have been corrected. Minor Warning: Minor test comments from ICSD exist. No R factors reported/abstracted. Unit

Cell Data Source: Powder Diffraction.

----- d-I list (2theta are calculated with wavelength=1.54059)

2theta range: 24.37 - 148.56

2theta	d	I	(hkl)
24.37	3.649	57.4	(0,1,2)
33.08	2.705	100.0	(1,0,4)
36.33	2.471	55.0	(1,1,0)
38.65	2.328	37.4	(0,0,6)
41.33	2.183	4.0	(1,1,3)
44.23	2.046	0.5	(2,0,2)
49.94	1.825	4.8	(0,2,4)
54.08	1.694	17.0	(1,1,6)
56.92	1.616	0.6	(0,1,8)
57.28	1.607	0.8	(2,1,1)
58.52	1.576	5.0	(1,2,2)
63.31	1.468	17.7	(2,1,4)
65.35	1.427	8.8	(3,0,0)
66.77	1.400	0.4	(1,2,5)
69.42	1.353	3.1	(2,0,8)
70.93	1.328	8.4	(1,0,10)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

71.77	1.314	0.3	(1,1,9)
75.62	1.257	0.2	(2,1,7)
77.13	1.236	7.4	(2,2,0)
78.58	1.216	5.5	(0,3,6)
80.33	1.194	0.1	(2,2,3)
80.96	1.187	0.4	(1,2,8)
81.27	1.183	0.6	(1,3,1)
82.39	1.170	2.3	(3,1,2)
82.89	1.164	0.6	(0,0,12)
86.53	1.124	5.7	(1,3,4)
89.79	1.091	5.9	(2,2,6)
93.55	1.057	5.6	(0,4,2)
94.05	1.053	0.2	(1,1,12)
97.69	1.023	0.8	(4,0,4)
98.06	1.020	0.3	(1,3,7)
100.94	0.999	0.1	(1,2,11)
103.39	0.982	0.1	(3,1,8)
103.70	0.980	0.1	(3,2,1)
104.92	0.971	0.9	(0,1,14)
105.68	0.967	0.1	(2,2,9)
109.16	0.945	1.9	(3,2,4)
111.12	0.934	2.6	(4,1,0)
112.51	0.926	0.1	(2,3,5)
114.53	0.916	0.2	(1,4,3)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

115.21	0.912	0.4	(0,4,8)
116.78	0.904	4.6	(1,3,10)
117.34	0.902	0.3	(0,3,12)
118.80	0.895	0.1	(2,1,13)
121.93	0.881	0.1	(3,2,7)
124.29	0.871	0.1	(1,1,15)
125.41	0.867	2.9	(4,1,6)
128.50	0.855	1.1	(1,0,16)
130.25	0.849	1.8	(4,0,10)
130.81	0.847	0.7	(2,2,12)
135.79	0.831	0.6	(0,5,4)
138.50	0.824	0.8	(3,3,0)
143.49	0.811	0.2	(3,3,3)
144.77	0.808	0.3	(0,2,16)
147.06	0.803	2.3	(4,2,2)
148.56	0.800	0.2	(1,4,9)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

No: 00-019-1401

Name: Vanadium Oxide

Chemical Formula: V O2

Formula: O2 V

Z value: 4

Space Group: P\*,-1(2)

Cell: 5.8000 4.5200 5.5800 91.550 122.800 90.000

Volume: 122.899

Crystal System: Triclinic

Quality: O

RIR(I/c): ---

Subfile: Inorganic, Alloy&Metal, Common Phase, Forensic

----- Experiment

Radiation: CrKa lambda: 2.29090

Reference: Mitsuishi. Jpn. J. Appl. Phys.6(1967)1060.

----- Physical

Dcalc: 4.483

----- Comment

General Comments: Doping with Al, Fe, Cr and reduction promote formation of T phase. Designated as T phase by authors. Warning:

One or more of the three strongest lines are unindexed. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

----- d-I list (2theta are calculated with wavelength=1.54059)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2theta range: 26.67 - 70.42

2theta	d	I	(hkl)
26.67	3.340	10.0	(1,-1,0)
27.42	3.250	100.0	(1,1,0)
28.31	3.150	100.0	
33.41	2.680	10.0	
36.81	2.440	50.0	(-2,1,1)
39.87	2.259	20.0	(0,2,0)
41.66	2.166	20.0	(-2,1,2)
42.34	2.133	20.0	(2,1,0)
44.21	2.047	10.0	(-1,2,1)
45.40	1.996	20.0	
48.05	1.892	10.0	(-3,0,1)
54.79	1.674	50.0	(2,-2,0)
55.81	1.646	50.0	(2,2,0)
56.59	1.625	20.0	(3,0,0)
58.60	1.574	20.0	(-3,-1,3)
64.13	1.451	10.0	(-3,2,2)
64.43	1.445	20.0	(1,-3,0)
65.81	1.418	20.0	(0,3,1)
70.30	1.338	20.0	(-2,3,1)
70.42	1.336	50.0	(-2,-3,1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



งานทะเบียนคณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ/ปัญหาพิเศษ/สหกิจศึกษา

วันที่.....เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2562

ข้าพเจ้า นายประภัสสร...ชมสถาพร	รหัสนักศึกษา 58051095
นางสาวปวีณา...มูทะระพัฒน์	รหัสนักศึกษา 58051098
นางสาวพิชชา...ลิขิตพิชิตชัย	รหัสนักศึกษา 58051106
นางสาวอนัญญา...แผนานนท์	รหัสนักศึกษา 58051170

นักศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์  
ขอรับรองว่าโครงการพิเศษ เรื่อง

ชื่อภาษาไทย การพัฒนาระบบสปัตเตอร์ร่วมชนิดอาร์เอฟแมกนีตรอนเพื่อการสังเคราะห์ฟิล์มบาง  
วาเนเดียมไดออกไซด์เจือด้วยแมกนีเซียม

ชื่อภาษาอังกฤษ Development of RF-Magnetron Co-Sputtering System for Synthesis Mg-  
Doped VO<sub>2</sub> Thin Film

ปีการศึกษา 2561

เป็นผลงานวิจัยที่ได้คัดลอกหรือละเมิดลิขสิทธิ์ของผู้อื่นและได้ผ่านการตรวจสอบความซ้ำซ้อน  
เรียบร้อยแล้ว และได้แนบเอกสารการตรวจสอบการลอกเลียนงานวรรณกรรมที่ตรวจสอบจากเล่ม  
โครงการพิเศษศึกษาฉบับสมบูรณ์แล้ว

โปรแกรมอักขราวิสุทธิ.....%

ลงชื่อ..... ลงชื่อ.....

(นายประภัสสร ชมสถาพร)

(นางสาวปวีณา มูทะระพัฒน์)

ลงชื่อ..... ลงชื่อ.....

(นางสาวพิชชา ลิขิตพิชิตชัย)

(นางสาวอนัญญา แผนานนท์)

ข้าพเจ้า รศ.ดร.วราวุฒิ เถาลัดดา อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษศึกษาของนักศึกษาข้างต้น  
แล้ว ขอรับรองว่าเป็นผลงานวิจัยของนักศึกษาจริงและมีเนื้อหาสมบูรณ์ จึงลงชื่อไว้เป็นหลักฐาน

ลงชื่อ..... ลงชื่อ.....

(รศ.ดร.วราวุฒิ เถาลัดดา)

(ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี)

อาจารย์ที่ปรึกษา

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Plagiarism Checking Report

Created on Jul 5, 2019 at 12:03 PM

## Submission Information

ID	SUBMISSION DATE	SUBMITTED BY	ORGANIZATION	FILENAME	STATUS	SIMILARITY INDEX
1287116	Jul 5, 2019 at 12:03 PM	58051098@kmitl.ac.th	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	Development of RF-Magnetron Co-Sputtering System for Synthesis of Mg-Doped VO <sub>2</sub> Thin Film.docx	Completed	0.65 %

## Match Overview

NO.	TITLE	AUTHOR(S)	SOURCE	SIMILARITY INDEX
1	ผลของกระแสเซอร์โคเนียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางโครเมียมเซอร์โคเนียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง, Effect of Zirconium Cathode Current on Properties of Chromium Zirconium Nitride Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Co-Sp	สรสิงห์ ไชยคุณ	มหาวิทยาลัยบูรพา	0.23 %
2	การศึกษาฟิล์มบางโครเมียมออกไซด์โดยการเตรียมด้วยวิธี ดีซีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง, A Study of Chromium Oxide Thin Films Prepared by D.C. Reactive Magnetron Sputtering	ไชยยันต์ โอรส, Chaiyan Oros	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	0.21 %
3	ผลของกระแสโครเมียมคาโทดที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางไทเทเนียมโครเมียมไนไตรด์ที่เคลือบด้วยเทคนิครีแอคทีฟแมกนีตรอนโคสปัตเตอริง, Effect of chromium cathode current on properties of titanium Nitride Thin film deposited by reactive magnetron co-sputtering technique	นิรันดร์ วิฑิตอนันต์, สรสิงห์ ไชยคุณ, อติศร บุรณวงศ์	มหาวิทยาลัยบูรพา	0.19 %
4	ประสิทธิผลของแนวปฏิบัติการพยาบาลที่สร้างจากหลักฐานเชิงประจักษ์ต่อการเลื่อนหลุดของท่อช่วยหายใจในผู้ป่วยหลังการผ่าตัดหัวใจชนิดเปิด, The effectiveness of the evidence-based nursing protocol on unplanned extubation in patients with open heart surgery	นพัตถร พฤษชาอนันต์กาล	มหาวิทยาลัยรังสิต	0.01 %
5	การปรับปรุงอาคารพาณิชย์, Commercial Building Improvement	ศรัญญา เย็นใจ, สรชัย พิกแก้ว, กิตติศักดิ์ ดาค่า	มหาวิทยาลัยนเรศวร	0.01 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Match Details

TEXT FROM SUBMITTED DOCUMENT

.....บทคัดย่อภาษา  
อังกฤษ.....  
.....ช  
กิตติกรรมประกาศ.....  
.....คสารบัญ.....  
.....  
.....งสารบัญ  
รูป.....  
.....ฉสารบัญตาราง.....

ฟิล์มสในกระบวนการสปีดเดอร์เป่าสารเคลือบทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาค พลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบลงเคลือบบน แผ่นรองรับโดยอนุภาคพลังงานสูงซึ่งจะวิ่งเข้าชนเป่าสารเคลือบแล้วทำให้อะ ตอมของเป่าสารเคลือบหลุดออกมาปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทาง ไฟฟ้าเช่นนิวตรอนหรืออะตอมของธาตุต่างๆแต่การทำให้อนุภาคที่เป็นกลางมี พลังงานสูงเกิน 10eV เพื่อใช้ในกระบวนการสปีดเดอร์ทำได้ค่อนข้างยากวิธี การหนึ่งที่ยอมรับคือการเร่งอนุภาค

ขึ้นเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากันดังนั้นเราจึงเลือกการเร่งไอออนของ แก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาครังชนเป่าสารเคลือบซึ่งทำให้อัตราการปลด ปล่อยเป่าสารเคลือบสูงเพียงพอกับความต้องการอนุภาคพลังงานสูงใน ระบบสปีดเดอร์นี้จะถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่องเพื่อให้อัตราการเคลือบสารเกิด ขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาที่สมบางตามต้องการทั้งนี้สามารถทำได้ หลายวิธีเช่นการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตรา สูงหรือผลิตจากการโกลว์

เป่าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอการฝังตัวของไอออน Ion implantation ไอออนที่วิ่งชนเป่าสารเคลือบนั้นไอออนอาจฝังตัวลงในสาร เคลือบโดยความลึกของการฝังจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออนของ แก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในแผ่นทองแดงการเปลี่ยนโครงสร้างของผิวสารเคลือบ การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสาร เคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของโครงสร้างผลึก Lattice defect การสปีด เดอร์การชนของไอออนที่ผิวเป่าสาร

TEXT FROM SOURCE DOCUMENT(S)

กิตติกรรมประกาศ\ n บทคัดย่อภาษาไทย\ n บทคัดย่อภาษาอังกฤษ\ n สารบัญ\ n สารบัญตาราง\ n สารบัญรูป\ n บท  
  
ช\ n กิตติกรรมประกาศ\ n สารบัญ\ n สารบัญตาราง

วัสดุดังกล่าวกระบวนการนี้อนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมี ประจุก็ได้ดังนั้นสิ่งที่ \ n ความเป็นในกระบวนการสปีดเดอร์คือ\ n2.1 เป่าสาร เคลือบทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะ ตอม\ n ของสารเคลือบลงเคลือบบนวัสดุรองรับ\ n2.2อนุภาคพลังงานสูงซึ่ง วิ่งชนเป่าสารเคลือบแล้วทำให้อะตอมของเป่าสารเคลือบหลุด\ n ออกมาปกติ อนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้าเช่นนิวตรอนหรืออะตอมของธาตุ ต่างๆโดยการ\ n เร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาครังชนเป่าสาร เคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อยเป่าสารเคลือบ\ n สูงเพียงพอกับความ ต้องการ\ n2.3การผลิตอนุภาคพลังงานสูงอนุภาคพลังงานสูงในระบบสปีดเดอร์ นี้จะต้องถูกผลิตขึ้น\ n อย่างต่อเนื่องเพื่อให้อัตราการเคลือบเกิดขึ้นได้อย่าง ต่อเนื่องจนได้ความหนาที่สมบางตามต้องการซึ่งทำ\ n ได้หลายวิธีเช่นใช้ลำ อนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูงหรือจากกระบวนการ\ n โกลว์ดีสชาร์จเนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนใน พื้นที่แคบกระบวนการสปีดเดอร์\ n ทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้ กระบวนการโกลว์ดีสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง\ n2.3ระบบเคลือบแบบ ดีซีสปีดเดอร์\ n ระบบเคลือบแบบดีซี

อนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้าซึ่งสามารถควบคุม\ n ระดับพลังงานไอออนได้ ตามต้องการอิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่เกิดได้ง่ายและ\ n สามารถเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่า อะตอมของสารเคลือบ\ n มากทำให้การถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมต่อ อะตอมสารเคลือบเป็นไปอย่างไร้ประสิทธิภาพและ\ n ไม่สามารถทำให้ กระบวนการสปีดเดอร์เกิดขึ้นได้ตามทฤษฎีทางฟิล์มสการชนระหว่าง 2 อนุภาค ที่มี\ n การส่งถ่ายพลังงานและโมเมนตัมที่ดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อมวลของอนุภาค ทั้งสองมีค่าเท่ากันดังนั้นเราจึง\ n เลือกการเร่งไอออนของแก๊สในสนามไฟฟ้า เป็นอนุภาครังชนเป่าสารเคลือบซึ่งให้อัตราการปลดปล่อย\ n เป่าสารเคลือบสูง เพียงพอกับความต้องการ\ n 7 \ n3 .การผลิตอนุภาคพลังงานสูงอนุภาค พลังงานสูงในระบบสปีดเดอร์นี้จะต้องถูกผลิตขึ้น\ n อย่างต่อเนื่องเพื่อให้ กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาที่สมบางตาม\ n ต้องการทั้งนี้สามารถทำได้หลายวิธีเช่นการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มี ปริมาณการผลิตไอออน\ n ในอัตราสูงหรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดีสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้\ n ไอออนในพื้นที่แคบกระบวนการ สปีดเดอร์ทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการ

Electron Emission) จากการชนของ\ n ไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อย อิเล็กตรอนชนิดที่สองจากเป่าสารเคลือบถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ\ n1.3การ ฝังตัวของไอออน( Ion Implantation )ไอออนที่วิ่งชนเป่าสารเคลือบนั้นอาจฝัง ตัวลง\ n ในสารเคลือบโดยความลึกของการฝังจะแปรผันโดยตรงกับ พลังงานไอออนซึ่งมีค่า 10 อังสตรอม/\ n พลังงานไอออน 1 keV สำหรับ ไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ฝังตัวในทองแดง\ n1.4การเปลี่ยนโครงสร้างของผิว หน้าเป่าสารเคลือบ( Target Material Structural \ nRearrangements )การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสาร เคลือบ\ n ใหม่และเกิดความบกพร่องของผลึก( Lattice Defect )โดยเรียกการ จัดตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า\ nAltered Surface Layer \ n1.5การส ปีดเดอร์( Sputter )การชนของไอออนอาจทำให้เกิดกระบวนการชนกัน\ n แบบ ต่อเนื่องระหว่างอะตอมของเป้าอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป่าสาร เคลือบซึ่งเรียกว่า\ n กระบวนการสปีดเดอร์\ n 9 \ n ภาพที่ 2 - 3 อันตรกิริยา ระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ( Chapman \ , 1980 )\ n2. กระบวนการสปีดเดอร์ เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วย\ n การชน ของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยน ที่มีการนำไปใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาระหว่างไอออนกับพื้นผิววัสดุ( Chapman \ , 1980 )\ n2. กระบวนการสปีดเดอร์ เป็นกระบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วย\ n การชน ของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยน ที่มีการนำไปใช้