

การศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบที่มีต่อสมบัติของ
ฟิล์มบาง VO₂

STUDY OF EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON
PROPERTIES OF VO₂ THIN FILM



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์เพื่อการศึกษาเท่านั้นเมื่อผู้ใดเห็นจำเป็นต้องขอขานการดำเนินการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงปีการศึกษา 2560

STUDY OF EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON
PROPERTIES OF VO₂ THIN FILM



NUTJAREE WUTTIWORASIN

SUPAPIT KRUAPOO

A SPECIAL PROJECT 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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่หรือใช้งานในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดลอกหรือทำซ้ำของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ACADEMIC YEAR 2017

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบาง VO ₂	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวณัฐจารี วุฒิวรสิน	รหัสนักศึกษา 57050960
	นางสาวศุภาพิชญ์ เครือภู	รหัสนักศึกษา 57051042
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)	
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
คณะ	วิทยาศาสตร์	
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	
ปีการศึกษา	2560	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.วราวุฒิ เถาลัดดา	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี	

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้นำเสนอการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์บนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ ซึ่งปลูกฟิล์มบางด้วยระบบรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคเตอรริง ใช้เป้าสารเคลือบวาเนเดียม และใช้เวลาในการปลูก 90 นาที สำหรับระบบสเปคเตอรริงเป็นระบบที่สร้างขึ้นเองในห้องปฏิบัติการวิจัย Surface Physics and Laser Research Laboratory ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ในการทดลองได้ศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด และผลของการอบฟิล์มบางภายใต้สภาวะบรรยากาศและสุญญากาศ (Annealing) ที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติต่างๆของฟิล์มบาง โดยกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุที่ใช้ในการทดลอง คือ 200 วัตต์ และอัตราส่วนก๊าซออกซิเจนต่อผลรวมของก๊าซทั้งหมดที่ใช้ คือ 5% และ 10% อัตราส่วนดังกล่าวเป็นการผสมกันระหว่างก๊าซออกซิเจนกับก๊าซอาร์กอนที่มีอัตราการไหลรวมของแก๊สทั้งหมดเป็น 25 sccm ต่อมานำฟิล์มบางที่เตรียมได้ไปอบในบรรยากาศและสุญญากาศ และวัดสมบัติของฟิล์มบางด้วยเทคนิค XRD, Raman และ UV - Vis spectroscopy ซึ่งผลที่ได้จากการตรวจ XRD พบว่า ฟิล์มที่นำไปอบในบรรยากาศมีโครงสร้างเป็น V₂O₅ และเมื่ออบนำไปในสุญญากาศฟิล์มมีแนวโน้มจะเปลี่ยนเฟส นอกจากนี้เมื่ออัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% มีพีคปรากฏที่ 2θ เท่ากับ 33 องศา จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจาก V₂O₅ เป็น VO₂

คำสำคัญ : เทอร์โมโครมิก วาเนเดียมไดออกไซด์ รีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคเตอรริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Study of Effect of Annealing Temperature on Propertied of VO ₂ Thin Film
Students	Miss Nutjaree Wuttiworasin Student ID 57050960 Miss Supapit Kruapoo Student ID 57051042
Degree	Bachelor of Science (Applied Physics)
Department	Physics
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2017
Advisor	Assoc.Prof. Dr. Warawoot Thowladda
Co-advisor	Asst.Prof. Dr. S.Tipawan Khlayboonme

Abstract

This special project focuses deposition of vanadium dioxide thin films on Pyrex glass substrates. The thin films were prepared by the laboratory-made reactive RF magnetron sputtering system using a vanadium target with a deposition time of 90 min. This sputtering system is housed at Surface Physics and Laser Research Laboratory, department of Physics, faculty of Science KMITL. The effect of oxygen concentration and annealing under atmosphere and vacuum. The RF powers were 200 W. The O₂ concentrations of 5% and 10% were used for deposition and balanced with Ar gas to a total flow rate of 25 sccm. After deposition, the films were annealed under atmosphere and vacuum conditions. The films were characterized by XRD, Raman and UV-Vis transmission spectroscopy. The XRD patterns showed that film was V₂O₅ structure after annealing under atmosphere and they tend to transform phase after annealing under vacuum conditions. The O₂ concentrations of 5% show at 2θ of 33°. This result suggested transforming the amorphous V₂O₅ phase to VO₂ phase.

Keywords : Thermochromics, Vanadium Dioxide, Reactive RF Magnetron Sputtering

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ต้องกราบขอบพระคุณ รศ.ดร.วราวุฒิ เถาลัดดา อาจารย์ที่ปรึกษาที่ให้คำปรึกษา ความรู้ การสอนใช้อุปกรณ์และเอื้อเพื่ออุปกรณ์ต่าง ๆ ในการปฏิบัติงานครั้งนี้ ให้คำชี้แนะทั้งที่เกี่ยวกับโครงการและประสบการณ์ชีวิต พวกเราดีใจและรู้สึกขอบคุณเป็นอย่างยิ่งที่ได้ทำงานวิจัยในห้องปฏิบัติการ Surface Physics and Laser Research Laboratory ภายใต้การดูแลของอาจารย์

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่คอยให้คำปรึกษา คำแนะนำ แนวทางการปฏิบัติงานและปรับแก้ข้อสงสัยให้พวกเราสามารถปฏิบัติงานต่าง ๆ ไปได้เป็นอย่างดี เพราะคำแนะนำและคำชี้แนะต่าง ๆ ทำให้โครงการพิเศษของพวกเราสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง สำหรับอาจารย์ รุ่นพี่ เพื่อนและรุ่นน้อง ที่ทำให้ได้ความรู้และประสบการณ์ต่างๆในชีวิตมหาวิทยาลัย ขอขอบคุณเพื่อนๆในห้องปฏิบัติการ Surface Physics and Laser Research Laboratory ที่คอยช่วยเหลือและให้กำลังใจ

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่และครอบครัวของพวกเราที่สนับสนุนและการส่งเสริมการศึกษาของพวกเราตลอดมา อีกทั้งกำลังใจและคำปรึกษาที่ดีให้กับพวกเรา

ด้วยความกรุณาของทุก ๆ ท่านที่กล่าวมาข้างต้นนี้ จึงทำให้โครงการพิเศษของพวกเราสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยจึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงและขอภัยไว้ ณ โอกาสนี้

ณัฐจารี วุฒิวรสิน
ศุภาพิชญ์ เครือภู

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง-ช
สารบัญตาราง	ซ
สารบัญรูป	ฅ-ง
คำย่อ/สัญลักษณ์	ฅ
บทที่ 1 บทนำ	

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนการดำเนินงาน	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์	4
2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยสปีตเตอร์	6
2.2.1 DC Sputtering	7
2.2.2 RF Sputtering	8
2.2.3 Magnetron Sputtering	9
2.3 กระบวนการเกิดการสปีตเตอร์	11
2.3.1 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ	13
2.3.2 การกำเนิดพลาสมา (Plasma Generation)	14
2.4 เทคนิคการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบาง	16
2.4.1 การวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	16
2.4.2 เครื่องตรวจวัดสารด้วยการดูดกลืนแสง	18
2.4.2.1 UV - Vis Spectrum	19
2.4.2.2 UV - Vis Spectroscopy	19
2.4.2.3 UV - Vis Spectrophotometer	20
2.4.3 เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)	21
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านอื่น ๆ
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.5.1 การควบคุมการทำงานในการออกซิเดชันของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์โดยการโคสปีดเตอริงโลหะออกไซด์ (Oxidation potential control of VO ₂ thin film by metal oxide co-sputtering)	23
2.5.2 การปลูกฟิล์มบาง VO ₂ ที่มีประสิทธิภาพสูง DC magnetron sputtering ที่อุณหภูมิต่ำสำหรับประยุกต์ใช้กระจกพลังงานอัจฉริยะที่มีประสิทธิภาพ (High performance VO ₂ thin films growth by DC magnetron sputtering at low temperature for smart energy efficient window application)	24
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	
3.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง	25
3.1.1 ระบบปั๊มสุญญากาศ	26
3.1.2 อุปกรณ์วัดและแสดงผลความดัน	27
3.1.3 แซมเบอร์สุญญากาศ	28
3.1.4 ระบบควบคุมการไหลของก๊าซ	29
3.1.5 แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ	29
3.2 แผ่นฐานรองและเป้าสารเคลือบ	30
3.3 การเตรียมแผ่นฐานรอง	31
3.4 การเตรียมและติดตั้งระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง	31
3.4.1 ขั้นตอนการเตรียมระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง	31
3.5 ขั้นตอนการเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์	33
3.6 ระบบการแอนนیلในระบบสุญญากาศ	35
3.6.1 ระบบการแอนนิลภายใต้สภาวะความเป็นบรรยากาศ	35
3.6.2 ระบบการแอนนิลภายใต้สภาวะความเป็นสุญญากาศ	36
3.7 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์	36
3.7.1 Scanning electron microscope (SEM)	36
3.7.2 X-ray Diffraction (XRD)	37
3.7.3 Micro-Raman Spectroscopy	38
3.7.4 UV-Vis Transmission Spectroscopy	38

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	
4.1 ผลของขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากระบบ	40
4.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจน	41
4.2.1 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ	41
4.2.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง	41
4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy	42
4.2.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศ	44
4.2.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง	44
4.2.2.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy	45
4.2.2.3 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง	46
4.2.2.4 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM)	47
4.3 การปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ	49
4.3.1 ผลของอุณหภูมิในการอบ	49
4.3.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง	50
4.3.1.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy	50
4.3.1.3 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง	51
4.3.2 ผลการลดเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนและแอนนิลในสุญญากาศ	52
4.3.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง	52
4.3.2.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง	52
4.3.3 ผลของการเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ	53
4.3.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง	53
4.3.3.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง	54
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	56
5.1 ผลของขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากระบบ	56
5.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจน	56
5.2.1 สรุปผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ	56
5.2.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศ	56
5.3 การปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ	57
5.3.1 สรุปผลของอุณหภูมิในการอบ	57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
5.3.2 ผลการลดเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนและแอนีลในสุญญากาศ	57
5.3.3 สรุปผลของการเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ	57
5.4 ปัญหาและแนวทางแก้ไข	58
5.5 ข้อเสนอแนะ	58
เอกสารอ้างอิง	59
ภาคผนวก	63



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติต่าง ๆ ของพันธะระหว่างวาเนเดียมกับออกซิเจนไซด์ที่มีสัดส่วนที่แตกต่างกัน	5
3.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในโครงการพิเศษ	34



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างทางผลึกของ VO ₂ โดยที่อุณหภูมิห้องจะมีโครงสร้างผลึกเป็น Monoclinic Phase และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโครงสร้างผลึกเปลี่ยนเป็น Rutile Phase Low-temperature Monoclinic Phase (M1 Phase)	4
2.1	โครงสร้างทางผลึกของ VO ₂ โดยที่อุณหภูมิห้องจะมีโครงสร้างผลึกเป็น Monoclinic Phase และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโครงสร้างผลึกเปลี่ยนเป็น Rutile Phase High-temperature Rutile Phase (R phase)	4
2.2	การเปลี่ยนโครงสร้างของ VO ₂ เมื่ออุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลง	5
2.3	เฟสไดอะแกรมของวาเนเดียมออกไซด์	6
2.4	DC Sputtering	7
2.5	RF Sputtering	8
2.6	Impedance matching network	9
2.7	Magnetron sputtering โครงสร้างของ Magnetron Sputtering แบบ DC หรือ RF	10
2.7	Magnetron sputtering ทิศของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กและการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน	10
2.8	ระบบปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอริง	11
2.9	กระบวนการสเปตเตอริงเชิงฟิสิกส์	12
2.10	อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ	13
2.11	การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ที่ระนาบของผลึกและให้ผลต่างทางเดินแสงเท่ากับ $2d\sin\theta$	17
2.12	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ วัสดุที่มีสัดส่วนของวาเนเดียมกับออกไซด์ต่างกัน	18
2.13	สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	19
2.14	อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน เมื่อได้รับพลังงานในการกระตุ้นที่เพียงพอ	20
2.15	กระบวนการกระเจิงแสงในแบบ Rayleigh scattering และแบบ Raman scattering	21
2.16	ไดอะแกรมการทางานของ Raman spectrometer	22
2.17	กระบวนการสั่นภายในโมเลกุลพื้นฐานที่เกิดขึ้นกับปรากฏการณ์รามาน	23
3.1	ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอริงติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล.	26
3.2	ปั๊มโรตารี Edward RV12	26
3.2	ปั๊มไอพ่นกระจาย Diffstak 160/700 ของบริษัท Edward	27

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.3 หัววัดความดันชนิดพิรานี	28
3.3 หัววัดความดันชนิดเพนนิ่ง	28
3.3 ตัวแสดงผล Active gauge controller ของบริษัทเอตวาร์ด	28
3.4 Magnetron Head ติดตั้งอยู่ภายในแชมเบอร์สุญญากาศ	28
3.5 ตัวควบคุมและแสดงผลของ Mass flow รุ่น ROD - 4 ของบริษัท ADVANCED ENERGY	29
3.5 Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY	29
3.6 เครื่องแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM – 650A XL	30
3.7 เป่าสารเคลือบวานเนเดียม Kurt J. Lesker ความบริสุทธิ์ 99.5%	30
3.7 แผ่นกระจกสไลด์ MARIENFELD	30
3.8 แชมเบอร์สุญญากาศที่ติดอลูมิเนียมฟอยล์	32
3.9 อุปกรณ์ที่ห่อฟอยล์อลูมิเนียมและพร้อมติดตั้งในระบบสุญญากาศ	33
3.10 การจัดวางอุปกรณ์ต่าง ๆ ภายในแชมเบอร์สุญญากาศ	33
3.11 ระบบการแอนเนิลภายใต้สภาวะความเป็นบรรยากาศ ด้วยเตาอบความร้อนสูงที่มี การควบคุมด้วยระบบควบคุมอุณหภูมิแบบพีไอดี	35
3.12 ระบบการแอนเนิลภายใต้ความเป็นสุญญากาศ	36
3.13 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)	37
3.14 Rigaku SmartLab X-Ray Diffraction	37
3.15 NT-MDT INTEGRA Micro-Raman spectra	38
3.16 ตัวแสดงผล Active gauge controller ของบริษัทเอตวาร์ด	39
4.1 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% โดยการป้อนก๊าซอาร์กอน 2 ชั่วโมงก่อนทำการปิดระบบ	40
4.2 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% ที่ป้อนก๊าซอาร์กอน 35-37 sccm เป็นเวลา 30 นาที	41
4.3 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% อบที่เวลา 60 นาที อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ	41
4.3 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% อบที่เวลา 90 นาที อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ	41
4.3 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% อบที่เวลา 120 นาที อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.3	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่เวลา 60 นาที อบอุ่นใต้สภาวะบรรยากาศ	42
4.3	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่เวลา 90 นาที อบอุ่นใต้สภาวะบรรยากาศ	42
4.3	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่เวลา 120 นาที อบอุ่นใต้สภาวะบรรยากาศ	42
4.4	ผลของการอบในระบบบรรยากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 10% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	43
4.5	ผลของการอบในระบบบรรยากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 5% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	43
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% ผ่านการอบระยะเวลา 60 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% ผ่านการอบระยะเวลา 90 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% ผ่านการอบระยะเวลา 120 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% ผ่านการอบระยะเวลา 60 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% ผ่านการอบระยะเวลา 90 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% ผ่านการอบระยะเวลา 120 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% ผ่านการอบระยะเวลา 180 นาที	44
4.6	ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะ สุญญากาศที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% ผ่านการอบระยะเวลา 300 นาที	44
4.7	ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 10% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.8 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 10% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	46
4.9 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	47
4.10 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 60 นาที	48
4.10 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 90 นาที	48
4.10 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 120 นาที	48
4.11 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 60 นาที	48
4.11 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 90 นาที	48
4.11 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 120 นาที	49
4.11 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 180 นาที	49
4.11 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 300 นาที	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่เวลา 90 นาที อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	50
4.12 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่เวลา 90 นาที อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส	50
4.12 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่เวลา 300 นาที อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	50
4.12 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่เวลา 300 นาที อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส	50
4.13 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 5% เวลา 90 นาที และ 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	51
4.14 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% ที่เวลา 90 นาทีและ 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	52
4.15 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 300 นาที อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	52
4.15 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 2.5% อบที่ระยะเวลา 300 นาที อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	52
4.16 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 2.5% และ 5% ที่เวลา 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	53
4.17 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 2.5% อบที่ระยะเวลา 900 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	53
4.17 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 600 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	53
4.17 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 1200 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	53
4.17 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 600 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.17 ภาพที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนกำลังออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 1200 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ	53
4.18 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 2.5% ที่เวลา 900 นาที อัตราส่วนออกซิเจน 5% ที่เวลา 600 และ 1200 นาที และอัตราส่วนออกซิเจน 10% ที่เวลา 600 และ 1200 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์	54



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
VO ₂	วานเนเดียมไดออกไซด์
V	วานเนเดียม
g/mol	กรัมต่อโมล
K	องศาเคลวิน
°C	องศาเซลเซียส
KJ/mol	กิโลจูลต่อโมล
pm	พิโกเมตร
eV	อิเล็กตรอนโวลต์
MHz	เมกะเฮิรตซ์
UV	รังสีอัลตราไวโอเล็ตหรือ รังสียูวี (Ultraviolet)
µm	ไมโครเมตร
O	ออกซิเจน (Oxygen)
%	เปอร์เซ็นต์ (Percent)
sccm	Standard Cubic Centimeters per Minute
nm	นาโนเมตร
FWHM	Full Width at Half Maximum
V ₂ O ₅	Vanadium pentoxide
V ₂ O ₃	Vanadium trioxide
cm ⁻¹	Reciprocal centimeter
W	วัตต์
H ₂ O	น้ำ
CO ₂	คาร์บอนไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมีความจำเป็นและมีความสำคัญต่อการดำรงชีวิตของมนุษย์เป็นอย่างมาก ทั้งนี้เนื่องจากเทคโนโลยีเป็นการประยุกต์ความรู้ทางด้านวิทยาศาสตร์มาใช้ให้เกิดเป็นกระบวนการหรือวิธีการเพื่อช่วยในการทำงานหรือแก้ปัญหาต่างๆ มีผลทำให้เกิด วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ แม้กระทั่งองค์ความรู้ที่ทำให้เกิดการดำรงชีวิตของมนุษย์มีความสะดวกสบายยิ่งขึ้น และจากการประยุกต์ใช้เทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องกับการจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุหรืออุปกรณ์ในระดับอะตอมที่เรียกกันว่า เทคโนโลยีนาโน (Nanotechnology) ส่งผลให้วัสดุหรืออุปกรณ์ต่างๆ ที่มีหน้าที่มีความซับซ้อนในการทำงานและมีคุณสมบัติที่พิเศษขึ้น ทั้งด้านกายภาพ เคมี และชีวภาพ ทำให้มีประโยชน์ต่อผู้ใช้และเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้ เทคโนโลยีนาโนถือได้ว่าเป็นเทคโนโลยีที่มีบทบาทความสำคัญต่อการดำเนินชีวิตของมนุษย์ และเข้ามามีบทบาทในชีวิตประจำวันของมนุษย์มากขึ้นทุกขณะ จึงทำให้มีการศึกษาค้นคว้า การต่อยอดเทคโนโลยีและวิชาที่เกี่ยวข้องที่จะนำไปประยุกต์ใช้ในการพัฒนาวัสดุให้มีสมบัติตามต้องการ โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุนาโนที่อยู่ในรูปแบบของฟิล์มบาง ที่เรียกกันว่า Smart Coating ซึ่งหมายถึงฟิล์มบางที่สามารถทำหน้าที่เป็นตัวตรวจวัดสภาพแวดล้อม เช่น แสง หรือ บรรยากาศ โดยตัวมันเองจะมีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่เปลี่ยนแปลง เช่น การเคลือบกระจกด้วยฟิล์มบางที่เหนียวใต้ออกไซด์จะมีผลทำให้กระจกนั้นสามารถทำความสะอาดได้ด้วยตัวเองหรือที่เรียกว่า Self-Cleaning หรือการเคลือบกระจกด้วยฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ลงบนกระจกก็จะสามารถทำให้กระจกนั้นสามารถรองรับสีอินฟราเรดได้ ซึ่งเรียกกันว่า กระจกอัจฉริยะ (Smart Windows) เป็นต้น จากนวัตกรรมของกระจกอัจฉริยะซึ่งสามารถแปรสภาพได้ ตามการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสิ่งแวดล้อมภายนอก ลดทอนหรือป้องกันความร้อนของแสงอาทิตย์ที่ส่องผ่านเข้ามาภายในอาคาร ซึ่งเป็นวิธีการลดการใช้พลังงานไฟฟ้าในอาคารได้วิธีหนึ่ง จึงเป็นที่มาของการสังเคราะห์และศึกษาวิจัยสมบัติของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ (VO₂) ของโครงการพิเศษนี้

ฟิล์มบาง คือ ชั้นของวัสดุที่มีความหนาตั้งแต่ระดับนาโนเมตรถึงจนหลายไมโครเมตร ฟิล์มบางถูกประยุกต์ใช้มากที่สุดในอุตสาหกรรมสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำและอุปกรณ์เชิงทัศนศาสตร์ (Optical component) การปลูกหรือการสร้างฟิล์มบางลงบนพื้นผิวของวัสดุรองรับ (substrate) มีวัตถุประสงค์ที่แตกต่างกัน เช่น การปลูกฟิล์มบางลงบนพื้นผิวของแก้วในอุตสาหกรรมการผลิตอุปกรณ์เชิงทัศนศาสตร์ มีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มการสะท้อนและลดการกระเจิงของแสง หรือเพื่อป้องกันการขีดบนพื้นผิว เป็นต้น ในอุตสาหกรรมสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำมีการปลูกฟิล์มบางของซิลิคอน สารกึ่งตัวนำและตัวนำ เพื่อสร้างวงจรรวม (integrated circuit) เป็นต้น เทคนิคการปลูกฟิล์ม

บางแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่ วิธีการทางเคมี (chemical deposition) และวิธีการทางฟิสิกส์ (physics deposition) การปลูกฟิล์มบางด้วยวิธีการสเปตเตอร์ริง เป็นหนึ่งในวิธีการทางฟิสิกส์

การสเปตเตอร์ (Sputtering) ได้ถูกนำมาใช้กับระบบเคลือบฟิล์มบางกันอย่างแพร่หลายในปัจจุบันทั้งในระดับอุตสาหกรรมและระดับงานวิจัย เนื่องจากเป็นวิธีการปลูกฟิล์มที่มีประสิทธิภาพและยืดหยุ่นต่อการใช้งานโดยสามารถปลูกฟิล์มบางได้บนพื้นผิวเกือบทุกชนิด โดยฟิล์มดังกล่าวสามารถเป็นได้ทั้งตัวนำไฟฟ้าและฉนวนไฟฟ้า เช่น โลหะ สารกึ่งตัวนำ สารไดอิเล็กตริก รวมถึงอัลลอยและสารประกอบชนิดต่างๆ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดแหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าที่นำมาใช้ โดยฟิล์มของตัวนำไฟฟ้าสามารถปลูกได้โดยการใช้แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (D.C. power supply) ในขณะที่ฟิล์มของฉนวนไฟฟ้าสามารถปลูกได้โดยใช้แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุ (R.F. power supply) ระบบการปลูกฟิล์มบางที่มีประสิทธิภาพสูงที่สามารถปลูกได้ทั้งฟิล์มของตัวนำไฟฟ้าและฟิล์มของฉนวนไฟฟ้า ได้แก่ ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์ริง

สำหรับโครงการพิเศษนี้จึงเป็นการดำเนินงานเพื่อทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางเทอร์โมโครมิกของวาเนเดียมไดออกไซด์ (Thermochromic VO₂ Thin Film) เมื่อฟิล์มดังกล่าวเคลือบลงบนกระจกจะมีผลทำให้กระจกเกิดการเปลี่ยนแปลงสีตามอุณหภูมิ มีสมบัติป้องกันความร้อนหรือสะท้อนรังสีอินฟราเรด จึงทำให้เมื่อเคลือบฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ลงบนกระจกที่ติดตั้งตามอาคารบ้านเรือนจะส่งผลให้อุณหภูมิภายในห้องน้อยลง จึงทำให้อัตราการใช้พลังงานของเครื่องปรับอากาศภายในห้องลดลงด้วย ในโครงการพิเศษนี้ฟิล์มบางดังกล่าวจะถูกสังเคราะห์ขึ้นจากระบบปลูกฟิล์มบางด้วยเทคนิค RF-Magnetron Sputtering

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อเตรียมวาเนเดียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์ริง
2. เพื่อวัดและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เพื่อทำการศึกษาหลักการในการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์ริง
2. เพื่อทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์
3. เพื่อทำการวัดและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy , XRD), สเปกโทรสโกปีของการส่องผ่านแสงในย่านยูวีและตามองเห็น (UV-Visible Transmission Spectroscopy) และเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ขั้นตอนการดำเนินการ

1. ศึกษาทฤษฎีและหลักการเบื้องต้นของการสังเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคโตรริง
2. ศึกษาทฤษฎีและหลักการเบื้องต้นรวมทั้งวิธีการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงลึกของเทคนิคต่างๆที่นำมาใช้ในการวัดสมบัติของฟิล์มบาง
3. สังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิครีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคโตรริง
4. ประเมินความเป็นผลึกและพันธะทางเคมีของฟิล์มบางด้วยเทคนิค XRD , UV-Vis-NIR Transmission Spectroscopy และ Raman Spectroscopy
5. สรุปและวิเคราะห์ผลการทดลอง

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

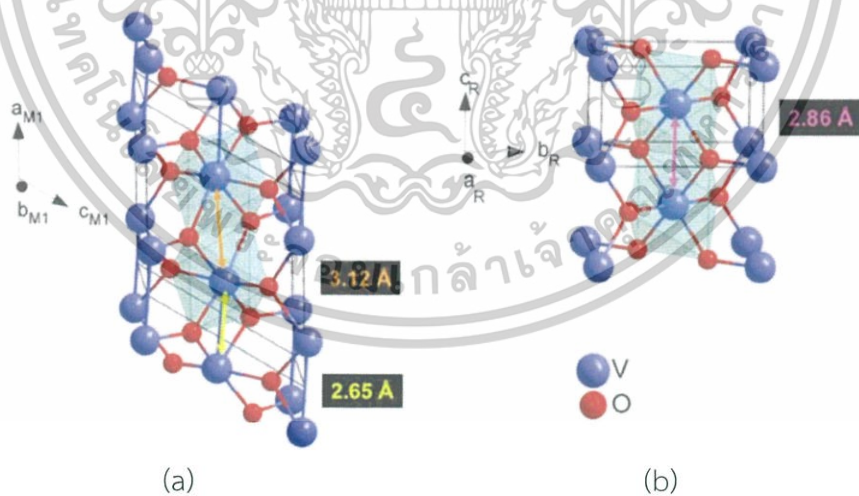
1. มีความรู้และความเข้าใจในเทคนิคการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคโตรริง
2. สามารถปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคโตรริงได้
3. จากผลงานเชิงโครงการพิเศษนี้ถือได้ว่าเป็นส่วนหนึ่งที่จะนำไปสู่การลดการใช้พลังงานและยังเป็นการนำพาประเทศไปสู่สังคมคาร์บอนต่ำและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

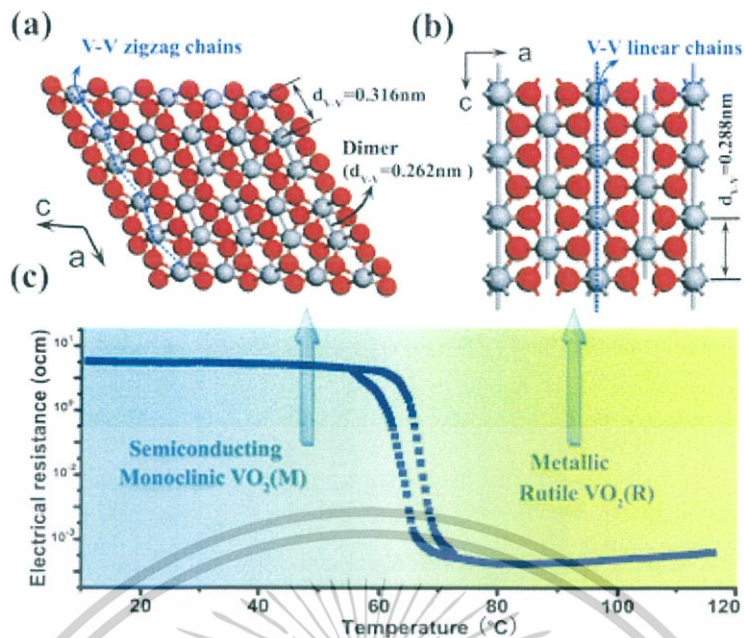
2.1 พิล์มบางวานาเดียมไดออกไซด์

วานาเดียมและออกซิเจนสามารถเกิดพันธะทางเคมี มีการจัดเรียงตัวของอะตอมและสัดส่วนระหว่างอะตอมของวานาเดียมกับออกซิเจน (Stoichiometry) หลายรูปแบบและหลายสัดส่วนด้วยกัน จึงทำให้มีลักษณะโครงสร้างทางผลึกที่แตกต่างกันออกไป โดยโครงสร้างที่สามารถเกิดขึ้นระหว่างวานาเดียมและออกซิเจน เช่น V_2O_3 และ V_2O_5 โดย V_2O_5 จะมีโครงสร้างผลึกแบบ orthorhombic มีการนำไปประยุกต์กับงานทางด้าน Thermoelectric และ Photoconductivity [27,20] ในขณะที่ VO_2 สามารถมีโครงสร้างทางผลึกเป็นได้ทั้งแบบ Monoclinic และ Rutile ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของสภาพแวดล้อม โดยเมื่ออุณหภูมิสูงเฟสของ VO_2 จะเปลี่ยนจาก Monoclinic phase เป็น Rutile phase ดังรูปที่ 2.1 และ 2.2 ซึ่งมีสมบัติการนำไฟฟ้าแบบสารกึ่งตัวนำที่อุณหภูมิห้อง และสามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Rutile ได้ สมบัติการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับโลหะเมื่อได้รับอุณหภูมิสูงขึ้นถึงจุดวิกฤตค่าหนึ่งซึ่งมีค่าเพียง $68^\circ C$ [22] ดังรูปที่ 2.2 ซึ่ง VO_2 ที่มีโครงสร้างแบบ Rutile นี้สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรตได้ดี จึงมีการนำ VO_2 ไปประยุกต์ใช้เป็น Smart window [15,18,11] ซึ่งจะทำให้สามารถลดการใช้พลังงานของเครื่องปรับอากาศภายในห้องได้



รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางผลึกของ VO_2 โดยอุณหภูมิห้องจะมีโครงสร้างเป็น Monoclinic Phase และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโครงสร้างผลึกเปลี่ยนเป็น Rutile Phase (a) Low-temperature Monoclinic Phase (M1 phase) (b) High-temperature Rutile Phase (R phase)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



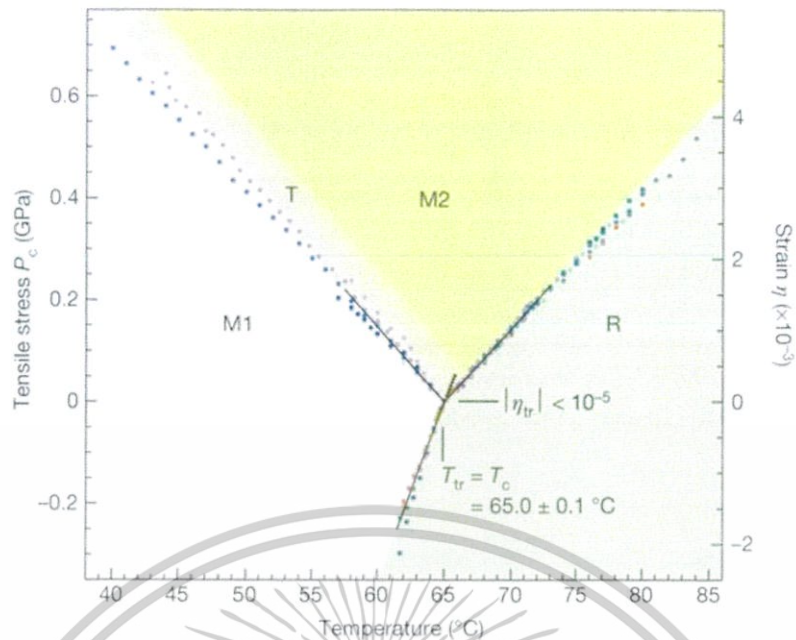
รูปที่ 2.2 การเปลี่ยนโครงสร้างของ VO_2 เมื่ออุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลง [13]

ในปี 1985 นักวิทยาศาสตร์ชื่อ Granqvist [16] ได้นำเสนอว่า วาเนเดียมไดออกไซด์เป็นวัสดุหนึ่งที่มีคุณสมบัติที่เรียกว่า เทอร์โมโครมิก คือสามารถเปลี่ยนแปลงสีตามอุณหภูมิของสภาพแวดล้อมได้ซึ่งเวลาต่อมาได้มีการนำมาประยุกต์กับงานทางด้าน การลดการใช้พลังงานโดยเฉพาะอย่างยิ่ง Smart Windows โดยเมื่ออุณหภูมิของสภาพแวดล้อมสูงขึ้นถึง 68°C จะส่งผลให้เกิดการจัดเรียงอะตอมใหม่ เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากสภาพที่เป็นสารกึ่งตัวนำกลายเป็นโลหะ และสามารถเปลี่ยนกลับมาเป็นสารกึ่งตัวนำได้เช่นเดิม เมื่ออุณหภูมิลดลง 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
V_2O_3	Monoclinic	-105	1970	Black
V_5O_9 (R)	Tetragonal	-138		
V_6O_{13}	Monoclinic	-123	700	
VO		-147		Gray
V_3O_7	Monoclinic			
V_2O_5	Orthorhombic	375	685	Yellow

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 เฟสไดอะแกรมของวานเนเดียมไดออกไซด์

2.2 การเคลือบฟิล์มบางด้วยการสปัตเตอร์ [4]

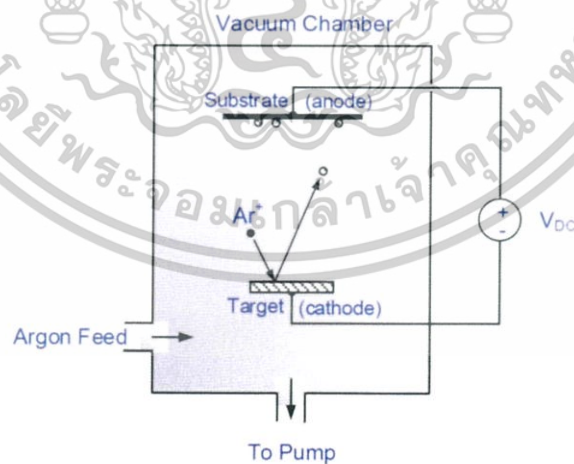
การเคลือบฟิล์มบางเป็นกระบวนการที่มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงหรือเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานหรือวัสดุรองรับให้มีสมบัติตามต้องการ เช่น ให้มีความต้านทานถาวรหรือสวยงามขึ้น ตลอดจนรวมถึงการใช้ประโยชน์ด้านอื่น วิธีการเคลือบฟิล์มบางที่มีประสิทธิภาพวิธีหนึ่งคือการเคลือบภายใต้ความเป็นสุญญากาศ ซึ่งสามารถทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมี (chemical vapor deposition : CVD) หรือกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical vapor deposition : PVD) การเคลือบฟิล์มภายใต้ความเป็นสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์แบ่งได้เป็น 2 วิธี คือ วิธีการระเหยสาร (evaporation) ทำได้โดยการให้ความร้อนกับสารที่ต้องการเคลือบจนกลายเป็นไอพุ่งเข้าจับชิ้นงานในลักษณะของฟิล์มบาง และวิธีการสปัตเตอร์ (sputtering) ทำได้โดยการใช้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนสารที่ต้องการเคลือบให้หลุดออกจากพื้นผิวของเป้า (target) เข้าจับชิ้นงานจนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบาง จากการศึกษาพบว่าการเคลือบฟิล์มด้วยวิธีการสปัตเตอร์ให้ผลการเคลือบที่ดีกว่าการระเหยสาร โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเคลือบด้วยแมกนีตรอนสปัตเตอร์ที่มีการติดตั้งแม่เหล็กไว้ที่ด้านหลังของแคโทด ซึ่งนอกจากเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของการเคลือบแล้วฟิล์มบางที่ได้ยังมีคุณภาพสูงกว่าอีกด้วย แต่อย่างไรก็ตามการเคลือบฟิล์มบางภายใต้ระบบสุญญากาศถือได้ว่าเป็นวิธีการที่มีต้นทุนค่อนข้างสูง เนื่องจากมีต้นทุนจากระบบสุญญากาศ

การสปัตเตอร์ (Sputtering) คือ การที่อะตอมของวัสดุถูกทำให้หลุดออกจากพื้นผิวเมื่อถูกชนด้วยไอออนหรืออนุภาคที่มีพลังงานสูง กระบวนการสปัตเตอร์จึงเกิดขึ้นภายใต้สภาวะความเป็นเอกสารสุญญากาศโดยการป้อนก๊าซเฉื่อยด้วยอัตราที่พอเหมาะ ซึ่งโดยทั่วไปคือ ก๊าซอาร์กอน เมื่อมีกระแสไฟฟ้าไม่วงศ์ไฟฟ้าที่เป็นลบแกว่งสลับที่ทำหน้าที่เป็นเป้า (target) เมื่อเทียบกับวัสดุฐานรองรับ (substrate) ก๊าซ

อาร์กอนจะแตกตัวเป็นพลาสมาไอออนบวก ในพลาสมาจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าเข้าชนเป้า อะตอมที่พื้นผิวของเป้ารวมทั้งอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะหลุดออก อะตอมของเป้าจะตกลงบนพื้นผิวของฐานรองรับเกิดเป็นฟิล์มบาง ในขณะที่อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะมีส่วนช่วยให้สภาวะพลาสมาสามารถดำรงอยู่ได้อย่างมีเสถียรภาพ โดยถ้ามีการป้อนก๊าซนอกเหนือจากก๊าซเฉื่อย โดยทั่วไปเป็นก๊าซออกซิเจนหรือไนโตรเจน เมื่อป้อนก๊าซดังกล่าวเข้าไปอะตอมของก๊าซนี้จะทำปฏิกิริยาทางเคมีกับอะตอมของสารเป้าที่หลุดออกมาเกิดเป็นฟิล์มของสารประกอบบนฐานรองรับ ซึ่งวิธีสร้างหรือเตรียมฟิล์มบางในลักษณะนี้เรียกว่า Reactive sputtering ดังนั้นในการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง จึงจำเป็นต้องใช้อลูมิเนียมเป็นเป้า (Aluminum target) และป้อนก๊าซอาร์กอนร่วมกับก๊าซไนโตรเจน สำหรับระบบสปัตเตอริงมีอยู่ด้วยกันหลายแบบมีโครงสร้างที่ดัดแปลงให้แตกต่างกันในหลายลักษณะขึ้นอยู่กับการใช้งาน ระบบสปัตเตอริงที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน แบ่งตามโครงสร้างหลักๆได้ 3 ชนิด คือ DC sputtering, RF sputtering และ Magnetron sputtering ซึ่งแต่ละแบบมีรายละเอียดดังนี้

2.2.1 DC sputtering

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ DC sputtering ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ววางขนานกัน ได้แก่ target (cathode) และ substrate (anode) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ไฟฟ้ากระแสตรงแรงดันไฟฟ้าสูงมากกว่า 1 kV จะถูกป้อนระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสองซึ่งวางอยู่ห่างกันประมาณ 2-3 cm ในห้องสุญญากาศ (vacuum chamber) โดยทั่วไปก๊าซอาร์กอนที่ความดัน 0.1-1 mbar จะถูกใช้เป็น sputtering gas



รูปที่ 2.4 DC sputtering

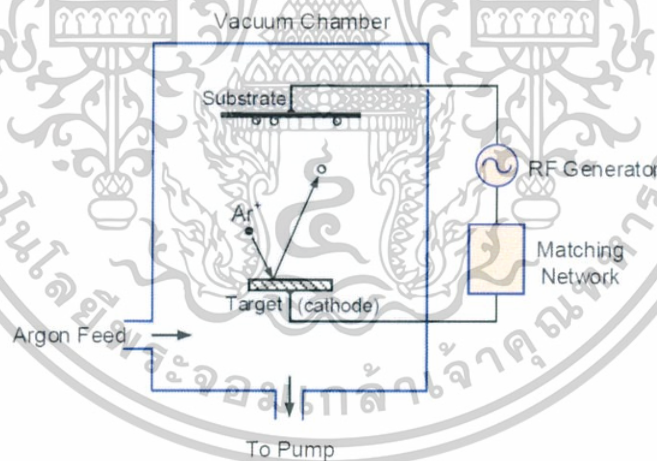
พลาสมาจะเกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทุติยภูมิที่หลุดออกจากผิวของ cathode ถูกเร่งด้วยเอกซเรย์สนามไฟฟ้ากระแสตรงเข้าชนกับอะตอมของก๊าซอาร์กอน ทำให้ก๊าซอาร์กอนแตกตัวเป็นพลาสมาด้วยไม่ว่ากระบวนกรั้ impact ionization ความหนาแน่นของกระแสไอออนที่ขั้ว cathode จะมีค่าประมาณ 10^{18} ไอออน/ซ.ม. 2

1 mA/cm² ระบบนี้ไม่สามารถใช้กับ target ที่เป็นฉนวนไฟฟ้าได้ เนื่องจากไฟฟ้ากระแสตรงไม่สามารถเดินทางผ่านฉนวนไฟฟ้าได้

2.2.2 RF sputtering

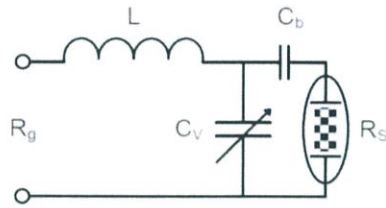
ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ RF sputtering มีโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.5 ประกอบด้วย ขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ววางขนานกัน ได้แก่ target (cathode) และ substrate เช่นเดียวกับแบบ DC sputtering แต่ใช้แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าเป็นความถี่คลื่นวิทยุกำลังสูง (แอมพลิจูดในช่วงระหว่าง 0.5-1 kV, ความถี่มากกว่า 0.1 MHz) ปกตินิยมใช้ความถี่ 13.56 MHz การใช้สนามไฟฟ้าความถี่สูงทำให้เพิ่มโอกาสในการชนกันระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของก๊าซเพื่อแตกตัวเป็นพลาสมาให้สูงขึ้น ดังนั้นระบบการปลูกฟิล์มบางแบบ RF sputtering จึงสามารถทำงานได้ที่ความดันต่ำกว่ากรณีของ DC sputtering มาก กล่าวคือสามารถทำงานได้ที่ความดันระดับ 10^{-3} mbar

การส่งคลื่นวิทยุความถี่สูงเข้าสู่ระบบ RF sputtering จำเป็นต้องใช้อุปกรณ์ปรับอิมพีแดนซ์ (impedance-matching network) เนื่องจากโดยทั่วไป rf power supply จะมีค่าอิมพีแดนซ์ 50 Ω ในขณะที่พลาสมาจะมีอิมพีแดนซ์ระหว่าง 1-10 k Ω ระบบปรับอิมพีแดนซ์โดยทั่วไปจะประกอบด้วยวงจร LC ที่มีตัวเหนี่ยวนำค่าคงที่ 1 ตัว ตัวเก็บประจุปรับค่าได้ 1 ตัว และตัวเก็บประจุค่าคงที่ที่เรียกว่า blocking capacitor 1 ตัว ต่ออยู่กับ target ดังแสดงในวงจรดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.5 RF sputtering

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



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

รูปที่ 2.6 impedance matching network

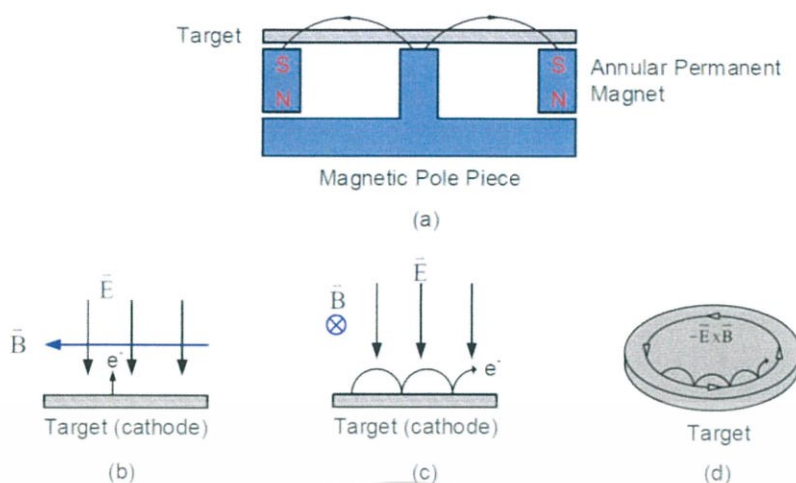
สัญญาณความถี่คลื่นวิทยุจะผ่านระบบอิมพีแดนซ์เข้าสู่ target ซึ่งโดยทั่วไปจะมีพื้นที่ขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับ substrate และผนังห้องสุญญากาศที่ต่อเป็นกราวด์ ความไม่เท่ากันของพื้นที่ของขั้วไฟฟ้าทั้งสองจะเหนี่ยวนำให้เกิดศักย์ไฟฟ้ากระแสตรงที่เป็นลบ (negative dc bias) ขึ้นที่ target ด้วยขนาดเท่ากับแอมพลิจูดของโวลเตจของ rf power supply ศักย์ไฟฟ้านี้เป็นส่วนสำคัญที่ทำให้เกิดกระบวนการสปัตเตอริงขึ้นที่ target ถึงแม้ target จะเป็นฉนวนไฟฟ้าก็ตาม

2.2.3 Magnetron Sputtering

ระบบปลุกฟิล์มบางแบบ Magnetron Sputtering ได้รับการพัฒนาขึ้นตั้งแต่ปี 1970 เป็นระบบที่มีอัตราการปลุกฟิล์มสูงในสภาวะสุญญากาศความดันต่ำ จึงทำให้สามารถลดปัญหาการปนเปื้อนลงไปได้มาก ระบบ Magnetron Sputtering จะมีการใช้สนามแม่เหล็กร่วมกับสนามไฟฟ้าทั้งแบบกระแสตรง (dc) หรือสนามไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุ (rf) ทำให้ก๊าซแตกตัวเป็นพลาสมาได้ง่ายขึ้น โครงสร้างของระบบปลุกฟิล์มบางแบบ Magnetron Sputtering มีหลายรูปแบบแต่ที่นิยมใช้และผลิตในเชิงการค้ามีโครงสร้าง ดังรูปที่ 2.7

โครงสร้างดังรูปประกอบด้วยสนามไฟฟ้าในทิศทางตั้งฉากกับ target ร่วมกับสนามแม่เหล็กในทิศทางตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าและขนานกับพื้นผิวของ target อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกกักกัน (trapping) โดยสนามแม่เหล็กทำให้เคลื่อนที่อยู่เหนือพื้นผิวของ target ขึ้นไปเล็กน้อย ผลของการกักกันอิเล็กตรอนเหล่านี้จะทำให้เกิดพลาสมาที่มีความหนาแน่นสูงบริเวณพื้นผิวของ target ดังนั้น การใช้สนามแม่เหล็กร่วมกับระบบปลุกฟิล์มบางแบบ DC Sputtering และ RF Sputtering จะช่วยให้ระบบทั้งสองมีประสิทธิภาพสูงขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



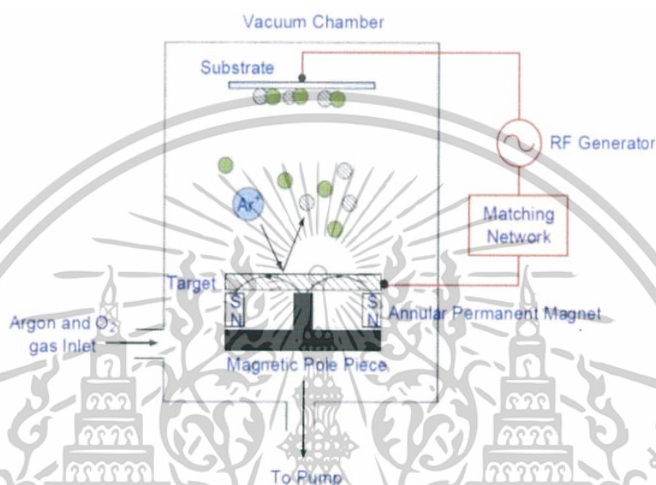
รูปที่ 2.7. . Magnetron Sputtering (a) โครงสร้างของ Magnetron Sputtering แบบ DC หรือ RF (b) – (d) ทิศของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กและการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน

ผลของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กที่ตั้งฉากกันจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในทิศทางร่วมกับการเคลื่อนที่แบบ cycloid (cycloid motion) ดังแสดงในรูปที่ 2.7 (c) และ (d) ขนาดของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กจะมีส่วนสำคัญต่อการกักกันอิเล็กตรอนไว้เหนือ target เช่น ในระบบ DC magnetron Sputtering ป้อนศักย์ไฟฟ้า 600 V แก่ target ร่วมกับสนามแม่เหล็กขนาด 165 G จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนถูกกักกันอยู่เหนือพื้นผิว target ภายในระยะ 0.5 cm เป็นต้น ในทางปฏิบัติจะใช้สนามแม่เหล็กที่มีความเข้มข้น 200-500 G ร่วมกับศักย์ไฟฟ้า 300 – 700 V ต่ำกว่าเมื่อไม่มีสนามแม่เหล็กประมาณ 10 เท่า ที่ความดัน $5 \times 10^{-4} - 3 \times 10^{-2}$ mtorr ซึ่งทำให้เกิดกระแสไอออนที่ target ระหว่าง 4-60 mA/cm² โดยทั่วไป RF magnetron Sputtering จะมีประสิทธิภาพต่ำกว่า DC magnetron Sputtering ประมาณครึ่งหนึ่ง แต่อย่างไรก็ตาม RF magnetron Sputtering มีความจำเป็นในการสเปตเตอร์วัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้า โดยระบบ RF magnetron Sputtering ที่พัฒนาขึ้นที่ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

สำหรับระบบ RF magnetron Sputtering มีโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.8 ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ววางขนานกัน ได้แก่ target (cathode) และ substrate โดย substrate ถูกวางอยู่ สนามแม่เหล็กที่ลักษณะดังรูป แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าคลื่นความถี่วิทยุ 13.56 MHz กำลังสูง (แอมพลิจูดในช่วงระหว่าง 0.5-1 kV) การใช้สนามไฟฟ้าความถี่สูงเสริมด้วยสนามแม่เหล็กทำให้เพิ่มโอกาสในการชนกันระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของก๊าซเพื่อแตกตัวเป็นพลาสมาที่มีความหนาแน่นสูงขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงทำได้โดยการใช้ก๊าซ 2 ชนิดด้วยกัน คือ ก๊าซอาร์กอนและก๊าซออกซิเจน ก๊าซอาร์กอนจะทำหน้าที่ในการสปัตเตอริงเอาอะตอมของเป้า ซึ่งในที่นี้เป่าที่ใช้ คือ แผ่นโลหะวาเนเดียม หลุดออกและเกิดการรวมตัวกับอะตอมของออกซิเจนที่มีอยู่ในพลาสมาแล้วตกลงสู่ฐานรองรับฟอร์มตัวกลายเป็นฟิล์มบางในสภาวะพลาสมาจะส่งเสริมทำให้อนุภาคหรือ gas phase species ที่อยู่ในพลาสมามีความไวต่อการเกิดพันธะทางเคมีต่อกัน ดังนั้นสมบัติของพลาสมาจึงมีผลโดยตรงต่อสมบัติของฟิล์มบาง

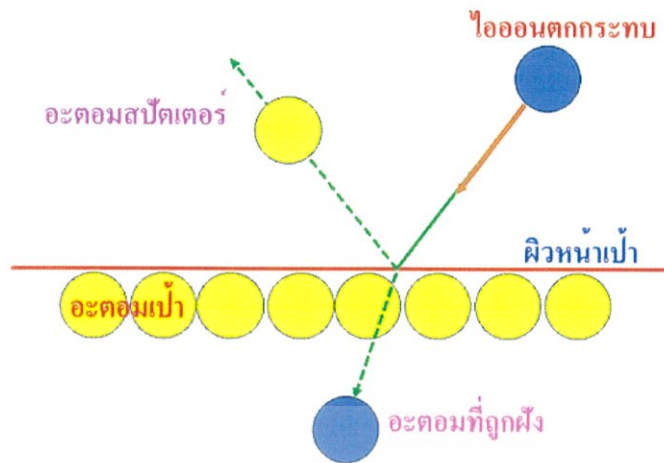


รูปที่ 2.8 ระบบปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยวิธีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง

2.3 กระบวนการเกิดการสปัตเตอริง

การสปัตเตอริง (sputter) เป็นกระบวนการทางฟิสิกส์อย่างหนึ่งที่เกิดขึ้นเมื่อผิวหน้าของวัสดุใดๆ ถูกชนหรือถูกกระแทกด้วยอนุภาคพลังงานสูง เช่น ไอออนที่มีความเร็วอนุภาคของวัสดุที่อยู่ผิวหน้าของวัสดุนั้นๆ หรืออะตอมที่ผิวของแข็งจะถูกกระเจิงออกมาเนื่องจากการชนระหว่างอะตอม กระบวนการนี้จะเกิดขึ้นจากการถ่ายเทโมเมนตัมของอนุภาคพลังงานสูงที่วิ่งเข้าชนกับอนุภาคของวัสดุที่ถูกชนดังรูปที่ 2.9 องค์ประกอบของการสปัตเตอริง ได้แก่ เป้าสารเคลือบ และอนุภาคไอออนพลังงานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 กระบวนการสปีดเตอร์ริงเชิงฟิสิกส์

ในกระบวนการสปีดเตอร์เป้าสารเคลื่อนทำหน้าที่เป็นเป้าให้อนุภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนจนมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลื่อนลงเคลื่อนบนแผ่นรองรับโดยอนุภาคพลังงานสูง ซึ่งจะวิ่งเข้าชนเป้าสารเคลื่อนแล้วทำให้อะตอมของเป้าสารเคลื่อนหลุดออกมาปกติอนุภาคพลังงานสูงนี้อาจเป็นกลางทางไฟฟ้า เช่น นิวตรอน หรืออะตอมของธาตุต่างๆแต่การทำให้อนุภาคที่เป็นกลางมีพลังงานสูงเกิน 10 eV เพื่อใช้ในกระบวนการสปีดเตอร์ริงทำได้ค่อนข้างยากวิธีการหนึ่งที่นิยม คือ การเร่งอนุภาคประจุภายใต้สนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมระดับพลังงานไอออนได้ตามต้องการ อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุชนิดหนึ่งที่เกิดได้ง่ายและสามารถเร่งให้มีพลังงานสูงภายใต้สนามไฟฟ้าได้ แต่อิเล็กตรอนมีมวลน้อยกว่าอะตอมของสารเคลื่อนมากทำให้การถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมต่ออะตอมสารเคลื่อนเป็นไปอย่างไม่มีประสิทธิภาพ และไม่สามารถทำให้กระบวนการสปีดเตอร์ริงเกิดขึ้นได้ ตามทฤษฎีทางฟิสิกส์การชนระหว่าง 2 อนุภาคที่มีการส่งถ่ายพลังงานและโมเมนตัมดีที่สุดจะเกิดขึ้นเมื่อมวลของอนุภาคทั้งสองมีค่าเท่ากัน ดังนั้นเราจึงเลือกการเร่งไอออนของก๊าซในสนามไฟฟ้าเป็นอนุภาควิ่งชนเป้าสารเคลื่อน ซึ่งทำให้อัตราการปลดปล่อยเป้าสารเคลื่อนสูงเพียงพอกับความ ต้องการ

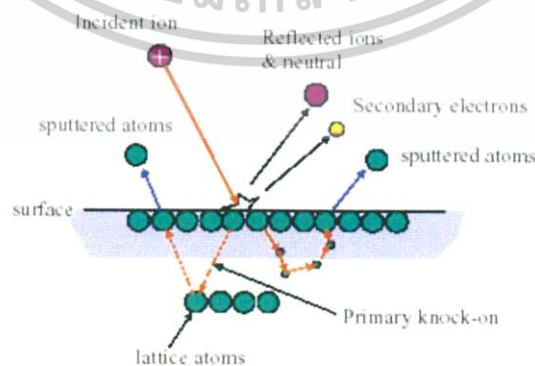
อนุภาคพลังงานสูงในระบบสปีดเตอร์นี้จะถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้กระบวนการเคลื่อนสารเคลื่อนเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มบางตามต้องการ ทั้งนี้สามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออนที่มีปริมาณการผลิตไอออนในอัตราสูง หรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ เนื่องจากปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ กระบวนการสปีดเตอร์ริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.1 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ

ถึงแม้ว่าการสเปคเตอร์จะมีเป้าหมายเพื่อทำให้อะตอมของเป้าสารเคลือบหลุดออกมา แต่อย่างไรก็ตามเมื่อไอออนพลังงานสูงวิ่งชนผิวหน้าวัสดุจะส่งผลทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ ดังรูปที่ 2.10 ได้แก่ การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง การฝังตัวของไอออน การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวสารเคลือบ และการสเปคเตอร์การชนของไอออนที่ผิวหน้าเป้า ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

- การสะท้อนที่ผิวหน้าของไอออน (Reflected ions and neutrals) ไอออนอาจสะท้อนกลับจากผิวหน้า ซึ่งส่วนใหญ่จะสะท้อนออกมาในรูปของอะตอมที่เป็นกลางทางไฟฟ้า อันเกิดจากการรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ผิวเป้าสารเคลือบ
- การปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary electron emission) จากการชนของไอออนอาจทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองจากเป้าสารเคลือบ ถ้าไอออนนั้นมีพลังงานสูงพอ
- การฝังตัวของไอออน (Ion implantation) ไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบนั้น ไอออนอาจฝังตัวลงในสารเคลือบ โดยความลึกของการฝังตัวจะแปรผันโดยตรงกับพลังงานไอออนของก๊าซอาร์กอนที่ฝังตัวในแผ่นทองแดง
- การเปลี่ยนโครงสร้างของผิวสารเคลือบ การชนของไอออนบนผิวสารเคลือบทำให้เกิดการเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่ และเกิดความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (Lattice defect)
- การสเปคเตอร์การชนของไอออนที่ผิวเป้าอาจทำให้เกิดกระบวนการชนแบบต่อเนื่องอันทำให้เกิดการปลดปล่อยอะตอมจากเป้าสารเคลือบ ซึ่งเรียกว่ากระบวนการสเปคเตอร์



รูปที่ 2.10 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าสารเคลือบ [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2 การกำเนิดพลาสมา (Plasma Generation)

พลาสมาหรือโกลด์วีสซาร์จถูกใช้อย่างแพร่หลายในกระบวนการทำฟิล์มบางต่างๆ เช่น ระบบสปัตเตอริงพลาสมาเอตซิงไอออนอิมเพลนเตชัน เป็นต้น กระบวนการทั้งหมดวางอยู่บนพื้นฐานในการสร้างพลาสมาและสมบัติของพลาสมา จึงทำให้สมบัติของฟิล์มนั้นมีความสัมพันธ์โดยตรงกับสมบัติของพลาสมา

พลาสมาเกิดขึ้นเนื่องจากอะตอมของก๊าซได้รับพลังงานจึงทำให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออนหรือทำให้อะตอมนั้นอยู่ในสภาวะถูกกระตุ้น (Excited Atom) ดังนั้นภายในพลาสมาจึงประกอบด้วยอนุภาคหลักๆ คือ Positive Ion(A⁺), Electron (e), Excited Atom(A*) รวมทั้งอะตอมของก๊าซที่ไม่เกิดการแตกตัว (A) โดยกระบวนการหลักๆที่ทำให้ก๊าซเกิดการแตกตัวนั้น คือ electron-impact ionization ซึ่งก็คือการชนของอิเล็กตรอนที่มีพลังงานกับอะตอมก๊าซ โดยอิเล็กตรอนจะดูดกลืนพลังงานจากแหล่งกำเนิดสนามไฟฟ้าที่ป้อนให้กับระบบแล้วถ่ายเทให้กับอะตอมก๊าซด้วยการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (เป็นการชนที่ทำให้เกิดการถ่ายเทพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนไปสู่อะตอมของก๊าซในรูปของพลังงานศักย์เพื่อใช้สำหรับการแตกตัวเป็นไอออน) ซึ่ง electron-impact ionization เป็นกระบวนการที่สำคัญที่ทำให้สภาวะความเป็นพลาสมาคงอยู่ต่อไปได้

โอกาสหรือความน่าจะเป็นที่อะตอมของก๊าซภายในระบบจะเกิดการแตกตัวเป็นไอออนขึ้นอยู่กับปัจจัยหลักๆ สองอย่างด้วย คือ พลังงานของอิเล็กตรอน และความน่าจะเป็นที่อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่เข้าชนกับอะตอมของก๊าซ ซึ่งโอกาสในการชนขึ้นอยู่กับขนาดของอะตอมก๊าซ โดยถ้าขนาดของอะตอมของก๊าซมีขนาดใหญ่ก็จะมีโอกาสในการชนกับอิเล็กตรอนมากขึ้น แต่ในบางกรณีอย่างเช่น การแยกพันธะของ H₂ gas ให้กลายเป็น H-atom ด้วย electron-impact dissociation นั้นโอกาสในการชนนั้นมีค่อนข้างน้อย ทั้งนี้เกิดขึ้นเนื่องจากขนาดโมเลกุลของ H₂ นั้นมีขนาดเล็ก การเพิ่มโอกาสทำได้โดยใช้อนุภาคที่มีพลังงานเพียงพอกับ H-H bond และมีขนาดใหญ่กว่าอิเล็กตรอน ซึ่งอนุภาคที่เหมาะสมดังกล่าวคือ excited state ของอาร์กอน (Ar*) ซึ่งเรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่า Penning Effect โดยแหล่งกำเนิดของพลังงานที่จะให้กับอิเล็กตรอนหรือการกระตุ้นให้เกิดการแตกตัวของก๊าซที่สนใจมีอยู่ด้วยกัน 3 ลักษณะ คือ แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (Dc source) คลื่นความถี่วิทยุ (Radio wave Frequency) และคลื่นไมโครเวฟ (Microwave)

1) การกระตุ้นการเกิดพลาสมาด้วยแหล่งจ่ายไฟกระแสตรง

พลาสมาที่เกิดขึ้นจากการแตกตัวของก๊าซเมื่อได้พลังงานจากแหล่งจ่ายไฟกระแสตรง (DC source) นั้นสามารถทำได้โดยการป้อนแรงดันไฟฟ้ากระแสตรงให้กับขั้วไฟฟ้าสองขั้ว ในบริเวณที่มีอะตอมของก๊าซ อะตอมของก๊าซจะเกิดการแตกตัวได้เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้างอกกล่าวจะมีพลังงานมากพอวิ่งเข้าชนกับอะตอมของก๊าซ สภาวะพลาสมาจะคงอยู่ได้อย่างมีเสถียรภาพนั้นโดยไอออนที่เกิดขึ้นจะต้องถูกเร่งเข้าชนกับขั้วแคโทดเพื่อทำให้เกิด secondary electron แล้วอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งเข้าสู่ภายในระบบเพื่อชนกับอะตอมของก๊าซต่อไป ซึ่งใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือมีการระบุเพื่อใช้เฉพาะเท่านั้น เมื่อผู้เห็นเห็นเป็นประโยชน์หรือเห็นคุณค่าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระบบ DC plasma โดยทั่วไปจะป้อนแรงดันไฟฟ้าให้มีค่าสูงถึง 400 V จึงทำให้ Sample Surface ซึ่งวางอยู่บนขั้วแคโทดนั้นถูก sputtered ด้วยไอออนพลังงานไปด้วย

2) การกระตุ้นการเกิดพลาสมาด้วยคลื่นวิทยุ

สำหรับพลาสมาที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยคลื่นวิทยุซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ในโรงงานพิเศษนั้นแหล่งกำเนิดพลาสมาชนิดนี้แตกต่างจาก DC plasma source ตรงที่แหล่งกำเนิดพลังงานเป็น Radio Frequency (RF) ซึ่ง RF source ที่ใช้กันโดยทั่วไปจะกำเนิดความถี่ 13.56 MHz และ field strength 10V/cm โดยถ้ามีอิเล็กตรอนเคลื่อนที่อยู่ภายใต้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าดังกล่าวในช่วงเวลา T/4 อิเล็กตรอนนั้นจะเคลื่อนที่ด้วยความเร็ว $2.1 \times 10^8 \text{ cm} \cdot \text{sec}^{-1}$ แอมพลิจูด 2.42 cm ซึ่งจะทำให้อิเล็กตรอนนั้นดูดกลืนพลังงานจากแหล่งกำเนิด $\sim 11.3 \text{ eV}$ เท่านั้น ซึ่งไม่เพียงพอต่อการทำให้อะตอมก๊าซอาร์กอน (IE 15.7 eV) เกิดการแตกตัวเป็นไอออนได้ โดยการแตกตัวของไอออนด้วย RF source เกิดขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอนนั้นสามารถสะสมพลังงานได้เนื่องจาก RF source เป็น AC source โดยเมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายใต้อิทธิพลของสนามไฟฟ้า ถ้าในจังหวะที่สนามไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนทิศทางพอดีกับการที่อิเล็กตรอนชนกับอะตอมแบบยืดหยุ่นจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนย้อนกลับในทิศทางเดิมและเป็นทิศทางสวนกับสนามไฟฟ้าเช่นเดิม จึงทำให้อิเล็กตรอนมีพลังงานเพิ่มขึ้นอีกละเมื่ออิเล็กตรอนมีพลังงานมากพอหรือมากกว่า ionization energy ของอะตอม ถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้าชนกับอะตอมและเป็นการชนแบบไม่ยืดหยุ่นจะทำให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออน โดยช่วงความดันที่เหมาะสมนั้นอยู่ในช่วง $10^{-3} - 1 \text{ mbar}$

ส่วนกลไกการเกิดพลาสมานั้นก็จะเกิดจากการชนของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่ง และทำให้อะตอมเกิดการแตกตัวเป็นไอออนเช่นเดียวกันกับแบบเดิม เนื่องจากอิเล็กตรอนมีความคล่องตัวในการเคลื่อนที่สูงกว่าไอออนเพราะน้ำหนักที่เบากว่าเมื่อเทียบกับไอออน จึงส่งผลให้ในหนึ่งรอบความยาวคลื่นของสนามไฟฟ้านั้นจะเกิดการก่อตัวขึ้นของศักย์ไฟฟ้าลบขึ้นบริเวณขั้วไฟฟ้าเมื่อเทียบกับพลาสมา โดยศักย์ไฟฟ้าดังกล่าวมีค่าอยู่ในระดับหลายร้อยโวลต์ ดังนั้นขั้วไฟฟ้าทั้งสองจึงเกิดศักย์ไฟฟ้าลบขึ้นและดึงดูดไอออนให้วิ่งเข้าชนได้ แต่ในกรณีของศักย์ไฟฟ้า DC ที่เกิดขึ้นนี้จะมีค่าขึ้นอยู่กับฟังก์ชันเชิงซ้อนของความหนาแน่นกระแสที่ขั้วไฟฟ้า ถ้าพื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าไม่เท่ากันจะได้ว่าศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นในแต่ละขั้วจะถูกกำหนดด้วยสมการที่ (2.1)

$$\frac{V_{RF}}{V_G} = \left(\frac{A_G}{A_{RF}} \right)^4 \quad (2.1)$$

เมื่อ V_{RF} คือ ศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าขนาดเล็ก

V_G คือ ศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าขนาดใหญ่

A_{RF} คือ พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าขนาดเล็ก (เป้าสารเคลือบ)

A_G คือ พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าขนาดใหญ่ (ผนังแชมเบอร์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อแอมเบอร์เป็นกราวด์ A_G จะมีมากกว่าพื้นที่ผิวของเป้าสารเคลือบทำให้ศักย์ไฟฟ้า กระแสตรงที่ขั้วไฟฟ้างดงกล่าวมีขนาดน้อยมากเมื่อเทียบกับของเป้าสารเคลือบตามความสัมพันธ์จาก สมการที่ (2.1) ด้วยสาเหตุนี้จึงทำให้เกิดการดิสชาร์จด้วยคลื่นวิทยุจะมีประสิทธิภาพสูงกว่า และส่งผล ให้เกิดการชนของไอออนกับเป้าสารเคลือบเพื่อทำให้เกิดกระบวนการสเปกโตรริงได้มากขึ้นตามไปด้วย ความหนาแน่นของพลาสมาที่เกิดจากการดิสชาร์จด้วยคลื่นวิทยุจะมีค่าสูงกว่า DC ดิสชาร์จ แต่ก็ยัง น้อยกว่าการดิสชาร์จด้วย Magnetron

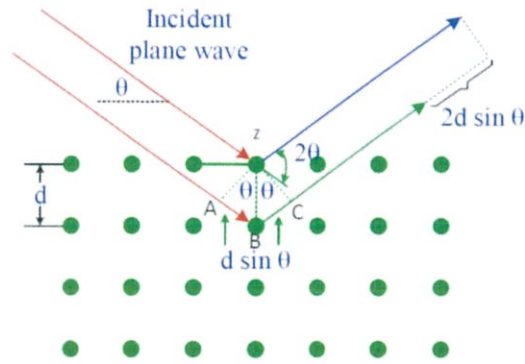
2.4 เทคนิคการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบาง

เทคนิคที่ใช้ในการประเมินคุณภาพของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ที่ใช้ในโครงงานพิเศษนี้ ประกอบด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ สเปกโทสโคปีของรามาน สเปกโทสโคปีของรังสี อินฟราเรด และสเปกโทสโคปีของการส่งผ่านแสงย่าน UV ถึงย่านตามองเห็น โดยข้อมูลที่ได้จากการ วิเคราะห์ XRD pattern อย่างละเอียด คือ ชนิดและปริมาณของ phase ต่างๆที่เป็นองค์ประกอบอยู่ใน ฟิล์ม, lattice constant และ grain size ส่วนสเปกโทสโคปีของรามานและของรังสีอินฟราเรดจะ ระบุ atomic-bonding structure ของฟิล์มบาง ในขณะที่สเปกโทสโคปีของการส่งผ่านแสงย่าน UV ถึงย่านตามองเห็นใช้สำหรับการบ่งบอกเปอร์เซ็นต์ของการส่งผ่านแสง ซึ่งแต่ละเทคนิคมีหลักการ ดังต่อไปนี้

2.4.1 การวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัด โครงสร้างของโมเลกุลต่างๆในปีค.ศ. 1913 เซอร์ ดับบลิว เอช แบรกก์ หรือ วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษได้ศึกษาการเลี้ยวเบนโดยใช้รังสีเอกซ์ ซึ่งอาศัยหลักการของการแทรกสอดของ คลื่นรังสีเอกซ์ โดยรังสีเอกซ์ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานสูงเกิดจากการเคลื่อนที่ของ อิเล็กตรอนที่ถูกเร่งในสนามไฟฟ้าให้มีพลังงานสูงแล้ววิ่งชนเป้าซึ่งทำด้วยโลหะหนัก ผลของการชน ก่อให้เกิดรังสีเอกซ์ 2 ชนิด คือ รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (Continuous X-ray) กับรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic X-ray) รังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน (Diffraction) เมื่อผ่านช่องว่างระหว่างอะตอม ในผลึก และเมื่อคลื่นผ่านโครงสร้างผลึกออกมาจะเกิดการแทรกสอด (Interference) ทั้งแบบเสริม และหักล้างกัน ดังรูปที่ 2.11 ซึ่ง วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ (William Henry Bragg) นักฟิสิกส์ชาว อังกฤษได้ตั้งกฎการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในโครงสร้างผลึกไว้ว่า รังสีเอกซ์จะแทรกสอดกันแบบเสริม มากที่สุดเมื่อมีการกระเจิงออกจากแต่ละระนาบด้วยความแตกต่างของทางเดินคลื่น (Path diffraction) เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ เรียกกฎนี้ว่า กฎของแบรกก์ (Bragg's law) [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ที่ระนาบของผลึกและให้ผลต่างทางเดินแสงเท่ากับ $2d\sin\theta$

จากรูปที่ 2.11 ให้รังสีตกกระทบทั้ง 2 ลำมีเฟสตรงกันทำมุม θ กับระนาบ รังสีที่หนึ่งกระทบกับระนาบบนและสะท้อนออกมาทำมุม θ กับระนาบ ส่วนรังสีที่สองกระทบกับระนาบถัดไปและสะท้อนออกมาทำมุม θ กับระนาบที่สอง โดยรังสีที่สองจะเคลื่อนที่เป็นระยะทางเพิ่มขึ้น $AB + BC$ แทรกสอดกับคลื่นลำที่หนึ่ง ซึ่งคลื่นทั้งสองลำอาจแทรกสอดแบบเสริม แบบหักล้างหรือแบบไม่ตรงเฟสกันก็ได้ แต่ถ้าจะให้มีการแทรกสอดแบบเสริมกันระยะทางที่คลื่นเคลื่อนที่ขึ้นมาจะต้องเท่ากับจำนวนเต็ม คูณกับความยาวคลื่น ดังสมการต่อไปนี้

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

พิจารณาสัมเหลี่ยมมุมฉาก 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,...

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

θ คือ มุมสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอกซ์ ซึ่งจะเท่ากับมุมตกกระทบ

การแทรกสอดของรังสีจะเกิดขึ้นเฉพาะเมื่อรังสีเคลื่อนที่ผ่านระนาบเฉพาะเท่านั้น ระนาบใด ๆ ไม่สามารถก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาอย่าง

สอดคล้องกับกฎของแบรกก์เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) ซึ่งมีค่าเป็นสองเท่าของมุมเลี้ยวเบนเป็นเอกลักษณ์ของวัสดุที่รังสีเอกซ์ตกกระทบเพื่อใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกของวัสดุที่ไม่ทราบชนิด ทุกครั้งที่มีการนำป้

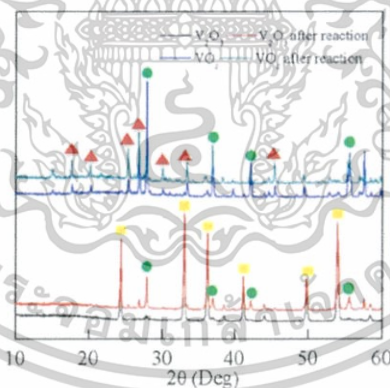
สะท้อน ความเข้ม (Intensity) ของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆจะถูกตรวจหาด้วย X-ray diffraction meter นำค่าทั้งสองที่บันทึกไว้ไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้เรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) แสดงในรูปที่ 2.12 ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะตัวสำหรับธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกัน จากการเลี้ยวเบนแล้วแทรกสอดกันแบบเสริม ความเข้มของรังสีเอกซ์ก็จะมีค่ามากซึ่งจะสังเกตได้จากพีกในรูปแบบการเลี้ยวเบน และพีกเหล่านี้จะปรากฏที่มุมเลี้ยวเบนเดิมเสมอ สำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน นอกจากนี้ความกว้างของพีกยังมีความสัมพันธ์กับขนาดของเม็ดผลึก

คำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้น โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ 2.6

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

เมื่อ	D	คือ	ขนาดของเม็ดผลึก (นาโนเมตร)
	k	คือ	ค่าคงที่ของเชอร์เรอร์ คือ 0.9
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (0.154 นาโนเมตร)
	β	คือ	Full Width at Half Maximum (เรเดียน)
	θ	คือ	มุมสะท้อน (องศา)



รูปที่ 2.12 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ วัสดุที่มีสัดส่วนของวาเนเดียมกับออกไซด์ต่างกัน [12]

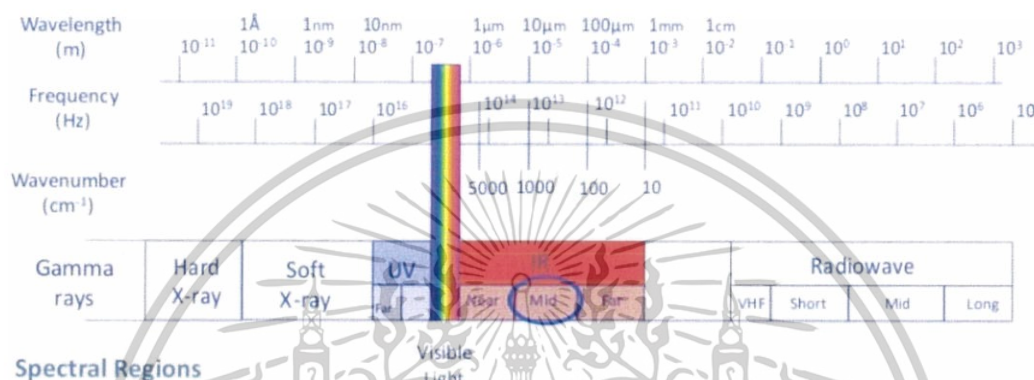
2.4.2 เครื่องตรวจวัดสารด้วยการดูดกลืนแสง

UV – Vis spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงในช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืน โดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ ความยาวคลื่นแสงมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ซึ่งโดยส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และสารประกอบเชิงซ้อนที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ ในเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ปัจจุบัน UV – Vis spectrophotometer ได้รับการพัฒนาให้มีขนาดเล็กลงและมีความไวขึ้น ทำให้ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้ผลลัพธ์ที่ถูกต้องและแม่นยำมากยิ่งขึ้น รวมไปถึงการพัฒนาโปรแกรมที่ใช้ควบคุมกับเครื่องมือในการวิเคราะห์และการฟ่องต่อด้วยเทคนิคอื่นๆ ทำให้สามารถนำไปใช้งานได้กว้างขึ้น

2.4.2.1 UV – Vis Spectrum

คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามีแถบสเปกตรัมตั้งแต่ช่วงความยาวคลื่นสั้น (รวมทั้งรังสีแกมมาและรังสีเอกซ์) ไปจนถึงช่วงความยาวคลื่น ดังรูปที่ 2.13 (รวมถึงรังสีไมโครเวฟและคลื่นวิทยุ) แสงขาวเป็นเพียงส่วนเล็กๆ ส่วนหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า มีความยาวคลื่น 400 - 800 นาโนเมตร

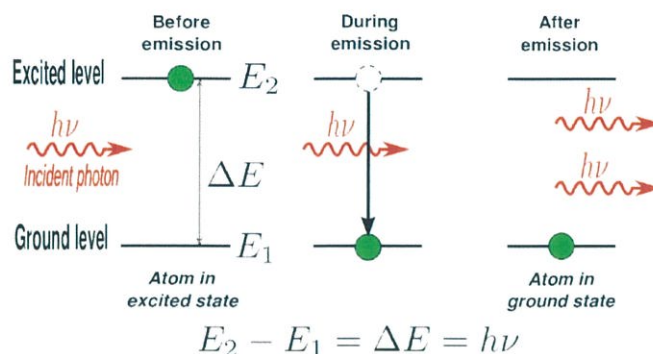


รูปที่ 2.13 สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

2.4.2.2 UV – Vis spectroscopy

เทคนิค UV – Vis spectroscopy ถูกนำไปใช้งานต่างๆมากมาย เครื่องมือนี้ทำงานบนหลักการพื้นฐานเดียวกัน คือ คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสง แล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า ดังรูปที่ 2.14 เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆ ตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสงหรือ A Absorbance ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถระบุชนิดและปริมาณของสารที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน เมื่อได้รับพลังงานในการกระตุ้นที่เพียงพอ

2.4.2.3 UV – Vis spectrophotometer

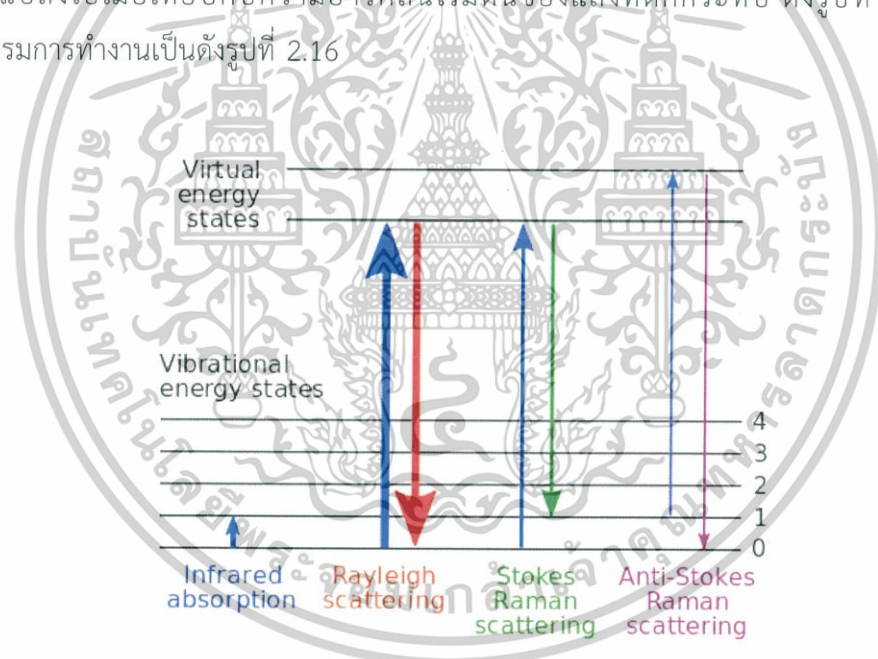
UV – Vis spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่นำเทคนิค UV – Vis spectroscopy ไปใช้งาน เครื่องมือนี้ทำหน้าที่ในการตรวจวัดความเข้มแสงที่ผ่านหือสะท้อนจากตัวอย่างเปรียบเทียบกับความเข้มแสงจากแหล่งกำเนิดเครื่อง UV – Vis spectrophotometer โดยทั่วไปจะมีส่วนประกอบหลักๆ ได้แก่ แหล่งกำเนิดแสงเกรตติงหรือโมโนโครเมเตอร์เซลล์ที่บรรจุสารตัวอย่าง และเครื่องตรวจวัดแหล่งกำเนิดแสงจะต้องให้แสงที่คงอย่างต่อเนื่อง ที่นิยมใช้ คือ หลอดทังสแตนฮาโลเจน ซึ่งให้แสงที่มีความยาวคลื่นในช่วง 320 – 2500 นาโนเมตร สำหรับแหล่งกำเนิดแสงในช่วงรังสี UV จะใช้หลอดไฮโดรเจนหรือหลอดควิที่เรียม ซึ่งให้แสงในช่วงความยาวคลื่น 160 – 375 นาโนเมตร แต่แสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดนั้นจะมีความยาวคลื่นหลายค่า ดังนั้นจึงต้องใช้โมโนโครเมเตอร์เป็นตัวกระจายแสงออก เพื่อให้แสงที่จะผ่านไปยังตัวอย่างมีความยาวคลื่นค่าเดียวตามที่ต้องการ หลังจากนั้นแสงความยาวคลื่นค่าเดียวจะผ่านไปยังเซลล์ที่บรรจุสารตัวอย่างและสารเปรียบเทียบ (Cuvettes) ซึ่งมีรูปร่างต่างๆกันออกไป แต่โดยส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นกล่องทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้าที่มีความกว้างภายใน 1 เซนติเมตร (ซึ่งค่านี้เป็นค่าระยะทางเดินของแสงที่ผ่านเข้าไปในตัวอย่างตามกฎของ Beer-Lambert) เครื่อง UV – Vis spectrophotometer บางรุ่นสามารถใช้หลอดทดลองเป็น Cuvettes ได้ สำหรับ Cuvettes ที่ทำจากแก้วหรือพลาสติกนั้นเป็นที่นิยมใช้กันทั่วไป แต่สามารถใช้ได้เฉพาะในช่วงแสงขาวเท่านั้น แสงในส่วนที่ไม่ถูกดูดกลืนจะเดินทางผ่านตัวอย่างมาถึงเครื่องตรวจวัด สำหรับเครื่องตรวจวัดที่นิยมใช้ ได้แก่ PMT (Photomultiplier tube), Diode arrays และ CCDs (Charge Coupled Devices) เครื่องจะทำการบันทึกค่าความยาวคลื่นร่วมกับค่ามุมของแต่ละความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืน ผลของสเปกตรัมที่ได้จะแสดงในรูปของกราฟระหว่างค่า Absorbance และค่าความยาวคลื่น

เครื่อง UV – Vis spectrophotometer สามารถแบ่งได้เป็น 2 ระบบ คือ แบบเอกสาลำแสงเดี่ยวและแบบลำแสงคู่ สำหรับเครื่องแบบลำแสงเดี่ยวเป็นเครื่องที่ใช้ลำแสงเดี่ยวจากกรค่าไม่ว่าแหล่งกำเนิดผ่านไปยังตัวอย่างเครื่องมือนี้ได้รับการออกแบบให้สามารถใช้งานได้ง่าย สะดวก และมี

ราคาไม่แพงมาก สำหรับเครื่องแบบลำแสงคู่ นั้นแสงจะถูกแยกออกเป็น 2 ลำ ก่อนที่จะไปตกลงบนตัวอย่าง โดยแสงลำหนึ่งจะใช้เป็นลำแสงอ้างอิงขณะที่อีกลำจะผ่านไปยังตัวอย่าง เครื่องมือที่เป็นแบบลำแสงคู่บางรุ่นจะมีเครื่องตรวจวัด 2 ตัว เพื่อที่จะตรวจวัดแสงอ้างอิงและแสงที่มาจากตัวอย่างได้พร้อมกัน แต่ในบางรุ่นจะมีเครื่องตรวจวัดเพียงตัวเดียว โดยแสงทั้งสองลำจะผ่านตัว Beam Chopper ซึ่งจะทำหน้าที่กักแสงลำหนึ่งไว้ในช่วงระยะเวลาหนึ่งเครื่องตรวจวัดจึงสามารถตรวจวัดความแตกต่างของแสงทั้งสองลำได้

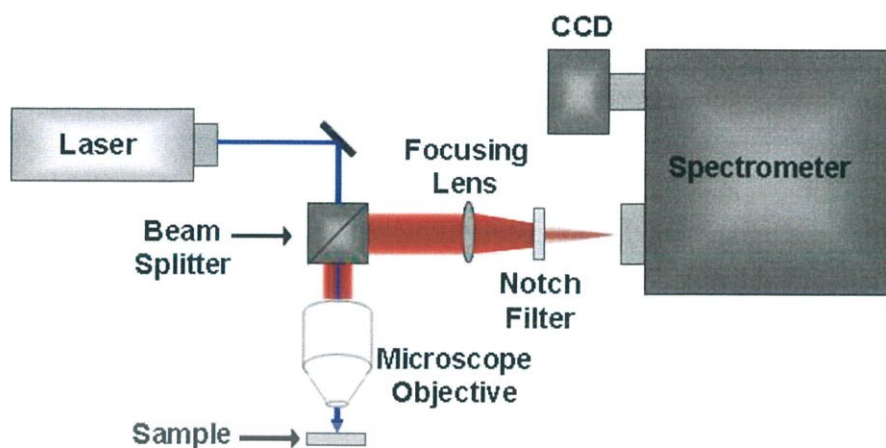
2.4.3 เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)

รามานเป็นปรากฏการณ์ในการกระเจิงของแสงรูปแบบหนึ่งที่เกิดจากการที่แสงตกกระทบวัตถุและส่งผลทำให้โมเลกุลของสารถูกกระตุ้นให้อยู่ในสภาวะเร้า เมื่อโมเลกุลที่ถูกกระตุ้นพยายามที่จะกลับคืนสู่สภาวะปกติซึ่งมีพลังงานต่ำกว่าจะทำให้เกิดการกระเจิงแสงออกมา การกระเจิงแสงดังกล่าวจะมีทั้งกระบวนการกระเจิงแบบ Elastic process (พลังงานแสงคงที่) และกระบวนการกระเจิงแสงแบบ Inelastic process ซึ่งแสงที่กระเจิงออกมามีพลังงานหรือความยาวคลื่นเปลี่ยนแปลงไปเมื่อเทียบกับความยาวคลื่นเริ่มต้นของแสงที่ตกกระทบ ดังรูปที่ 2.15 และมีไดอะแกรมการทำงานเป็นดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.15 กระบวนการกระเจิงแสงในแบบ Rayleigh scattering และแบบ Raman scattering

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



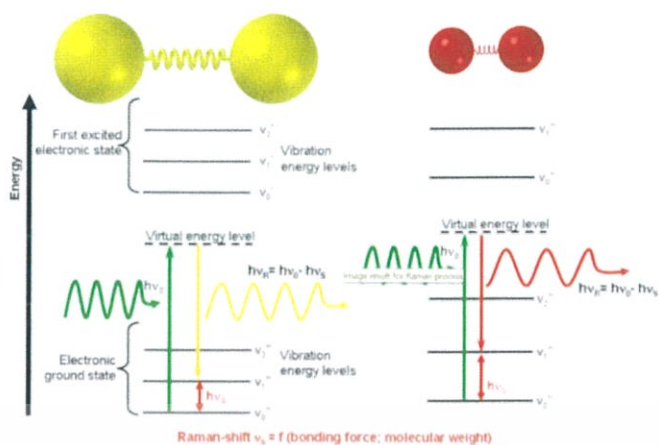
รูปที่ 2.16 ไดอะแกรมการทำงานของ Raman spectrometer

ส่วนใหญ่แล้วแสงที่ตกกระทบจะเกิดการกระเจิงแสงแบบ Rayleigh scattering ซึ่งเป็นกระบวนการแบบ Elastic process ในขณะที่เพียง 1 ใน 10^8 ของแสงที่ตกกระทบจะเป็นแบบรามาน หรือเป็นกระบวนการ Inelastic process โดยที่พลังงานแสงเปลี่ยนแปลงไปนั้นอาจจะเป็นไปได้ทั้งแบบเพิ่มขึ้น (Anti-stoke scatter) และลดลง (Stoke scatter) การกระเจิงแบบรามาน คือ การที่ผลต่างของพลังงาน (หรือความถี่) ของแสงที่ตกกระทบกับพลังงานแสงที่กระเจิง เรียกว่า Raman shift จะมีค่าตรงกันกับพลังงาน (หรือความถี่) ของพันธะในการสั่นของโมเลกุลที่ได้จากเทคนิคอินฟราเรด ดังรูปที่ 2.17 โดยค่าของ Raman shift สามารถหาได้จากสมการดังนี้

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

เมื่อ	$\Delta\omega$	คือ	Raman shift มีหน่วยเป็น cm^{-1}
	λ_0	คือ	ความยาวคลื่นของแสงกระตุ้น
	λ_1	คือ	ความยาวคลื่นของการกระเจิงของรามาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.17 กระบวนการสั่นภายในโมเลกุลพื้นฐานที่เกิดขึ้นกับปรากฏการณ์รามาน

ข้อดีของเทคนิครามานมีอยู่ด้วยกันหลายประการ ได้แก่

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

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.5.1 การควบคุมการทำงานในการออกซิเดชันของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์โดยการโคสปีดเตอริงโลหะออกไซด์ (Oxidation potential control of VO₂ thin film by metal oxide co-sputtering)

วาเนเดียมไดออกไซด์มีความสามารถในการเปลี่ยนสมบัติทางแสงและไฟฟ้า ตั้งแต่คุณสมบัติการเปลี่ยนโลหะเป็นฉนวน (MIT) ต้องการที่จะเตรียมฟิล์มบางของวาเนเดียมไดออกไซด์ที่เสถียรภาพ การ co-sputtering ของเป่าโลหะออกไซด์อื่นๆ อาจเป็นวิธีที่ดีเพื่อควบคุมการทำงานการออกซิเดชัน ไทเทเนียมออกไซด์ถูกเลือกสำหรับวัตถุประสงค์นี้ เพราะมันแสดงสถานการณ์ออกซิเดชันหลายอย่างและขนาดไอออนคล้ายกับวาเนเดียม ค้นพบว่าคุณสมบัติหลักของฟิล์ม VO₂ คือ TiO₂ co-sputtering ป้องกันการลดลงของวาเนเดียม ผลของ Ti oxide co-sputtering อัตราการเคลือบ และเฟส VO₂ ที่คงที่อย่างรวดเร็ว [9]

2.5.2 การปลูกฟิล์มบาง VO_2 ที่มีประสิทธิภาพสูงดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่อุณหภูมิต่ำสำหรับประยุกต์ใช้กระจกพลังงานอัจฉริยะที่มีประสิทธิภาพ (High Performance VO_2 Thin Films Growth by DC Magnetron Sputtering at Low Temperature for Smart Energy Efficient Window Application)

ฟิล์มบาง VO_2 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_2 (011) lattice มีการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มอยู่ที่ระดับความเข้ม 1.5 เท่าหลังจากฟิล์มทำความร้อน 25°C ถึง 80°C การเปลี่ยนเฟสของอุณหภูมิของฟิล์มอยู่ที่ประมาณ 50°C ซึ่งต่ำกว่า 68°C การส่องผ่านในระยะที่มองเห็นได้สูงสุดสามารถแสดงได้สูงถึง 40% และประสิทธิภาพในการเปลี่ยน IR มีค่าถึง 50% ที่ 2500 นาโนเมตร [10]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงในโครงการพิเศษนี้ได้ใช้เป้าโลหะวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% โดยการใช้แก๊ส 2 ชนิด คือ ก๊าซอาร์กอน และก๊าซออกซิเจน ก๊าซอาร์กอนทำหน้าที่ในการสปัตเตอร์อะตอมของเป้าให้หลุดออกมา ซึ่งในที่นี้เป่าก็คือแผ่นวาเนเดียม และเกิดการรวมตัวกับอะตอมของออกซิเจนที่มีอยู่ในพลาสมา แล้วตกลงสู่ฐานรองรับกลายเป็นฟิล์มบาง ในสภาวะพลาสมาจะส่งผลทำให้อนุภาค หรือ gas phase species ที่อยู่ในพลาสมามีความไวต่อการเกิดพันธะทางเคมีต่อกัน ดังนั้นสมบัติของพลาสมาจึงมีผลต่อสมบัติของฟิล์มบางโดยตรง ซึ่งสมบัติของพลาสมาจะรวมถึงความหนาแน่นของ gas phase species จึงมีค่าขึ้นอยู่กับเงื่อนไขหรือพารามิเตอร์ของกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์มบาง โดยพารามิเตอร์ดังกล่าว ได้แก่ กำลังงานของคลื่นวิทยุ อัตราส่วนระหว่างก๊าซอาร์กอนกับออกซิเจน ระยะเวลาที่ใช้ในการปลูก ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบกับฐานรองรับ ความดันภายในห้องสุญญากาศ เป็นต้น

สำหรับในโครงการพิเศษนี้ได้เลือกทำการศึกษาค่าผลของกำลังงานและอัตราส่วนระหว่างก๊าซอาร์กอนกับออกซิเจน รวมทั้งเงื่อนไขในการอบหลังจากการสังเคราะห์ฟิล์มบาง (Post-annealing condition) ซึ่งฟิล์มที่ได้ทำการสังเคราะห์แล้วจะถูกนำไปอบภายใต้บรรยากาศและภายใต้ความเป็นสุญญากาศ การดำเนินการวิจัยจึงแบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ

- 1) จัดเตรียมระบบสุญญากาศและระบบการเคลือบฟิล์มเพื่อการสังเคราะห์
- 2) จัดเตรียมระบบสำหรับกรอบภายใต้ความเป็นสุญญากาศ
- 3) วัดและวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างผลึกและแสง ซึ่งมีรายละเอียดและวิธีการดำเนินงานวิจัย

ดังนี้

3.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง

ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่ใช้ในโครงการพิเศษนี้เป็นระบบที่ได้ทำการออกแบบและสร้างขึ้นโดย รศ.ดร. วราวุฒิ เถาลัดดา ติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล. มีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.1 ซึ่งการเคลือบฟิล์มบางด้วยระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงนี้ต้องทำภายใต้สภาวะความเป็นสุญญากาศ รวมทั้งต้องกำเนิดพลาสมาจากการกระตุ้นด้วยคลื่นความถี่วิทยุ องค์ประกอบที่สำคัญของระบบการเคลือบฟิล์มด้วยเทคนิคนี้สามารถแบ่งออกได้เป็น 5 ส่วนที่สำคัญ คือ

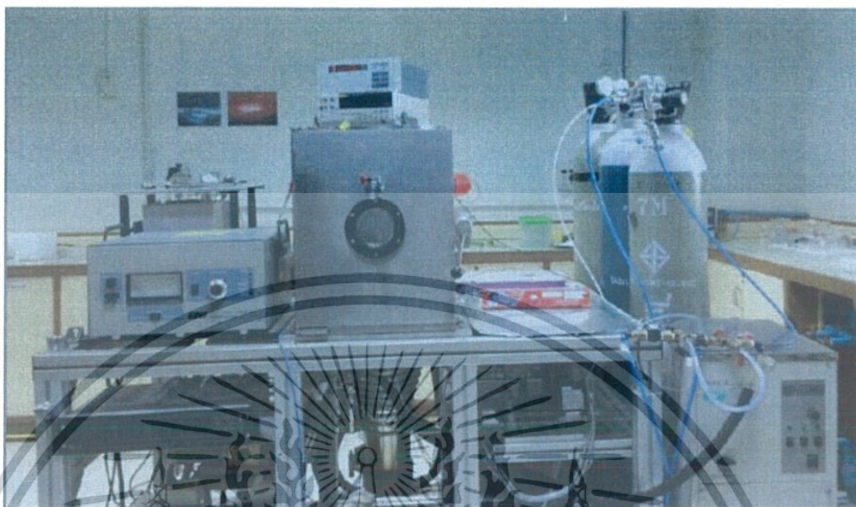
- ระบบปั๊มสุญญากาศ (Vacuum Pump)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

- อุปกรณ์การวัดความดันสุญญากาศ (Vacuum Gauge Pressure)

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- แคมเบอร์สุญญากาศ (Vacuum Chamber)
- ระบบควบคุมการไหลของก๊าซ (Mass Flow Controller)
- แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ (RF Generator)



รูปที่ 3.1 ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคโตรริงที่ติดตั้งอยู่ที่ Surface Physics and Plasma Applications Lab ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล.

3.1.1 ระบบปั๊มสุญญากาศ

การใช้งานระบบปั๊มสุญญากาศในการสร้างระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปคโตรริง ต้องมีความเหมาะสมกับขนาดของแคมเบอร์สุญญากาศ โดยต้องพิจารณาถึงอัตราการปั๊มของระบบว่ามีค่าสูงพอที่จะรักษาระดับความดันให้อยู่ในระดับที่ต้องการหรือเหมาะสมสำหรับการใช้งานต่อไป โดยสำหรับโครงการพิเศษนี้ระบบจะประกอบด้วยปั๊มสุญญากาศสองชนิด คือ ปั๊มโรตารี (Rotary pump) และปั๊มไอฟุ้งกระจาย (Diffusion pump) ซึ่งมีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.2 (a) และ 3.2 (b)



รูปที่ 3.2 (a) ปั๊มโรตารี Edward RV12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 (b) ปัมไอฟุ้งกระจายรุ่น Diffstak 160/700 ของบริษัท Edward

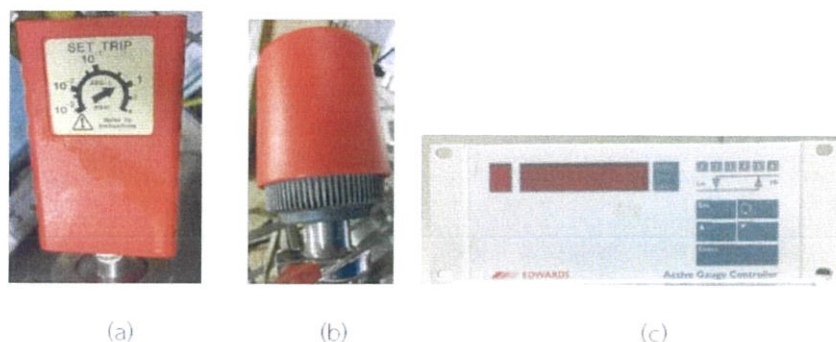
ในโครงการพิเศษนี้ใช้ปั๊มโรตารีของเอ็ดวาร์ดรุ่น อาร์วี 12 (Edward RV12) ซึ่งทำหน้าที่สร้างสุญญากาศขั้นต้นให้กับแชมเบอร์สุญญากาศ โดยปั๊มชนิดนี้มีความสามารถในการสร้างสุญญากาศได้ตั้งแต่ระดับความดันบรรยากาศไปจนถึงความดันระดับ 10^{-3} มิลลิบาร์ และเป็นปั๊มที่อาศัยหลักการเคลื่อนที่ของโรเตอร์อย่างง่าย ที่อยู่ในปั๊มเป็นกลไกหลักในการขับอากาศออกจากแชมเบอร์สุญญากาศ ซึ่งบางครั้งจะเรียกปั๊มชนิดนี้ตามลักษณะการทำงานว่า ปั๊มกล

ปั๊มไอฟุ้งกระจายที่ใช้สำหรับโครงการพิเศษนี้ คือ รุ่นดิฟสแต็ก 160/700 (Diffstak 160/700) ของบริษัทเอ็ดวาร์ด (Edwards) มีความเร็วในการปั๊มที่ปากของปั๊ม 700 ลิตรต่อวินาที โดยสามารถทำความดันสุญญากาศได้ต่ำกว่าระดับ 10^{-3} มิลลิบาร์ จนถึงระดับความดันขณะทำการปลูกฟิล์ม ซึ่งจำเป็นต้องอาศัยปั๊มโรตารีเป็นปั๊มสนับสนุนขณะทำการปั๊ม สำหรับปั๊มชนิดนี้จะทำงานโดยอาศัยหลักการเคลื่อนย้ายก๊าซด้วยการฟุ้งของไอน้ำมันที่ถูกต้มจนเดือดและกลายเป็นไอด้วยความร้อนสูงจากขดลวดความร้อนจะพุ่งออกจากช่องเจ็ท ที่อยู่ในตัวปั๊มเข้าชนกับผนังภายในปั๊มที่มีระบบน้ำหล่อเย็นอยู่รอบนอกของตัวปั๊ม ทำให้โมเลกุลหรืออะตอมของก๊าซภายในแชมเบอร์สุญญากาศเคลื่อนที่ในทิศทางจากบนลงล่าง และรวมกันอยู่บริเวณด้านล่างของปั๊มและถูกดูดออกไปด้วยปั๊มโรตารีในที่สุด

3.1.2 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 และหัววัดเพนนิ่ง 1 ตัว และต่อเข้ากับตัวแสดงผล Active gauge controller ของบริษัทเอ็ดวาร์ด ทั้งหัววัดและตัวแสดงผลความดันแสดงดังรูปที่ 3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



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

3.1.3 แคมเบอร์สุญญากาศ

แคมเบอร์สุญญากาศทำมาจากเหล็กกล้ากันสนิม (Stainless steel) สามารถทนความดันได้ต่ำกว่า 10^{-6} มิลลิบาร์ ภายในทำการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกฟิล์มบาง ซึ่งประกอบด้วยหัวแมกนีตรอนสปัตเตอริง (Magnetron sputtering head) สำหรับวางเป้าสารเคลือบขนาด 3 นิ้ว อุปกรณ์จับยึดแผ่นฐานรอง (Substrate holder) อุปกรณ์เปิด-ปิดเป้าสารเคลือบ (Shutter) และท่อส่งก๊าซ ดังรูปที่ 3.4

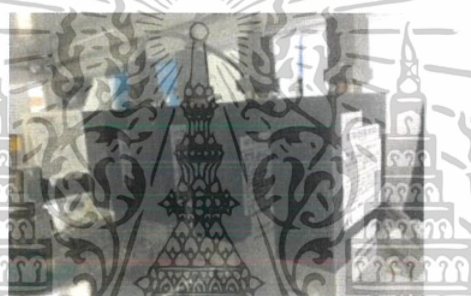


รูปที่ 3.4 Magnetron Head ติดตั้งอยู่ภายในแคมเบอร์สุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.4 ระบบควบคุมการไหลของก๊าซ

ในระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์ การควบคุมปริมาณก๊าซที่ไหลเข้าสู่ระบบมีความจำเป็นอย่างยิ่งสำหรับการควบคุมความดันภายในระบบ และกำหนดเงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางในแต่ละครั้ง ในโครงการพิเศษนี้ใช้ก๊าซอาร์กอนที่มีความบริสุทธิ์ (99.999%) และก๊าซออกซิเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง (99.9995%) ควบคุมการไหลของก๊าซด้วย Mass flow controller ของบริษัท ADVANCED ENERGY



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

3.1.5 แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุ

แหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุที่ใช้กับระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์ของโครงการพิเศษนี้ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM – 650A XL ดังรูปที่ 3.6 กำลังคลื่นความถี่ 13.56 เมกกะเฮิร์ต กำลังสูงสุด 600 วัตต์ พร้อมระบบปรับอิมพีแดนซ์แบบอัตโนมัติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.6 เครื่องแหล่งจ่ายกำลังคลื่นความถี่วิทยุของบริษัท ENI รุ่น OEM-650A XL

3.2 แผ่นฐานรองและเป้าสารเคลือบ

ในโครงการพิเศษการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ โดยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงใช้ฐานรองเป็นแผ่นกระจกสไลด์ของ MARIENFELD และเป้าสารเคลือบวาเนเดียมความบริสุทธิ์ 99.5% (Kurt J. Lesker) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว หนา 0.250 นิ้ว มีลักษณะดังรูปที่ 3.7 (a) ฟิล์มบางที่ทำการสังเคราะห์ขึ้นจะถูกเคลือบลงบนแผ่นแก้ว Pyrex ของบริษัท MARIENFELD



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 การเตรียมแผ่นฐานรอง

ก่อนทำการเคลือบฟิล์มบางบนแผ่นฐานรอง ต้องมีการทำความสะอาดพื้นผิวของแผ่นฐานรองก่อน เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดอยู่ที่ผิวหน้าของแผ่นฐานรอง โดยมีกระบวนการ ดังนี้

กระบวนการทำความสะอาดแผ่นแก้วไพเร็กซ์

1. ทำการล้างด้วยน้ำยาทำความสะอาดคราบไขมัน
2. ล้างน้ำยาทำความสะอาดคราบไขมันออกโดยใช้น้ำกลั่น
3. ล้างด้วยอะซิโตนในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที
4. ล้างด้วยเมทานอลในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที
5. ล้างด้วยน้ำปอดประจุในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที
6. เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนความบริสุทธิ์สูง
7. นำไปอบด้วยอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 30 นาที

3.4 การเตรียมและติดตั้งระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

ระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริงที่ใช้ในการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในโครงการพิเศษนี้เป็นระบบที่ออกแบบและสร้างขึ้นมากใช้เองในห้องปฏิบัติการฟิสิกส์พื้นผิวและเลเซอร์ จำเป็นต้องมีการทำความสะอาด ซ่อมแซมและบำรุงรักษาก่อนทำการเปิดระบบใช้งาน โดยมีขั้นตอนและกระบวนการดังนี้

3.4.1 ขั้นตอนการเตรียมระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

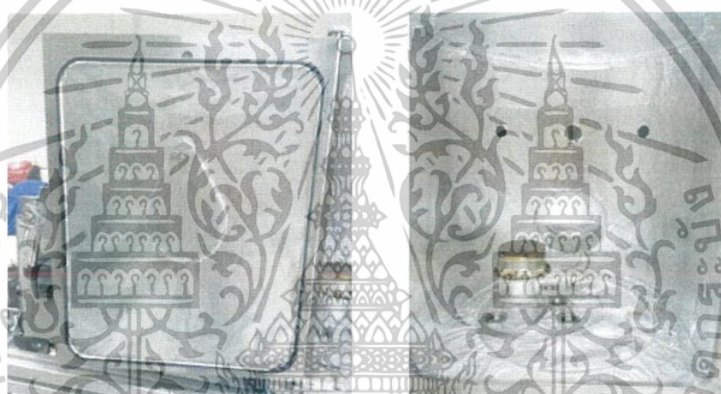
เริ่มต้นกระบวนการเตรียมระบบอาร์เอฟแมกนีตรอน โดยการนำชิ้นส่วนต่างๆที่ติดตั้งอยู่ในแชมเบอร์สุญญากาศออกมาขัดทำความสะอาดคราบฟิล์มที่ติดอยู่ในระบบ เพื่อป้องกันการปนเปื้อนและความไม่บริสุทธิ์ของฟิล์มบางที่จะทำการปลูก โดยเริ่มจากการถอดอุปกรณ์ต่างๆออกจากแชมเบอร์สุญญากาศ มีอุปกรณ์และกระบวนการทำความสะอาดของอุปกรณ์แต่ละชิ้นมีดังนี้

1) เตรียมอุปกรณ์ที่ใช้ดังนี้

- ถูมือยางและผ้าไร้ฝุ่นที่ใช้กับระบบสุญญากาศ (ถูมือยาง MAPA™ Solo Ultra 997™ และผ้าไร้ฝุ่น MULTICLEAN CLEANROOM WIPER HANSONG)
- อลูมิเนียมฟอยล์ STAR ALUMINIUM FOIL
- กรรไกร คัตเตอร์ คีมคีบ และคีมตัด
- น้ำยาล้างทำความสะอาด โซดาไฟ (SODIUM HYDROXIDE) และกระดาษทราย
- ไส้กรอง และ น้ำมัน ปั๊ม โรตารี (Edwards Filter Oil Element EMF10 A22304198 and Edwards Ultra Grade 19 Vacuum Pump Oil)
- น้ำมันปั๊มไอฟุ้งกระจาย (DOW CORNING® 704 diffusion pump)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานที่ควรศึกษาเท่านั้น ไม่ควมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) ถอดอุปกรณ์ในแชมเบอร์สุญญากาศออก เพื่อเตรียมทำความสะอาด
- 3) ชัดคราบฟิล์มที่ติดบน Ground Shield หัวแมกนีตรอน ชัดเตอร์ อุปกรณ์จับยึดฐานรอง และท่อส่งแก๊ส ด้วยกระดาษทรายหรือแซบไนโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อขจัดคราบฟิล์มออก
- 4) ล้างน้ำร้อนและสกรูดด้วยอะซิโตนในอ่างอัลตราโซนิก 20 นาที แล้วล้างด้วยเมทานอลในอ่างอัลตราโซนิกอีก 20 นาที จากนั้นเป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์
- 5) ล้างเป่าสารเคลือบด้วยน้ำยาขจัดคราบไขมัน, Deionization water, อะซิโตนและเมทานอลในอ่างอัลตราโซนิก อย่างละ 20 นาที แล้วเป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์
- 6) เช็ดทำความสะอาดแชมเบอร์สุญญากาศด้วยผ้าไร้ฝุ่นชุบอะซิโตน และเช็ดด้วยเมทานอลอีกครั้ง เพื่อขจัดคราบไขมันที่อาจติดอยู่ตามผนังแชมเบอร์
- 7) ติดอลูมิเนียมฟอยล์ในแชมเบอร์สุญญากาศเพื่อป้องกันไม่ให้ฟิล์มไปติดที่ผนังแชมเบอร์ โดยตรงแสดงดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 แชมเบอร์สุญญากาศที่ติดอลูมิเนียมฟอยล์

- 8) ห่ออุปกรณ์ทุกชิ้นที่อยู่ในแชมเบอร์สุญญากาศด้วยอลูมิเนียมฟอยล์ ดังรูปที่ 3.9 จากนั้นทำการติดตั้งอุปกรณ์เข้าไปในแชมเบอร์สุญญากาศให้เรียบร้อยดังรูปที่ 3.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) หลังจากนั้นทำการ Pre-sputter ซึ่งก่อนการปลูกฟิล์มบางทุกครั้งจะต้องทำความสะอาดผิวหน้าของแผ่นเป่าสารเคลือบด้วยพลาสมาของอาร์กอนที่กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นความถี่วิทยุ 200 วัตต์ ซึ่งกระบวนการดังกล่าวจะช่วยกำจัดชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวหน้าของแผ่นเป่าสารเคลือบให้หลุดออกไป เพื่อป้องกันการปนเปื้อนของออกไซด์ขณะปลูกฟิล์ม โดยกระบวนการทำความสะอาดนี้ จะใช้ระยะเวลาประมาณ 10 นาที และจะต้องทำการปิดชัตเตอร์เพื่อป้องกันแผ่นฐานรอง จากนั้นจึงเริ่มขั้นตอนการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยการเปิดชัตเตอร์ ภายใต้บรรยากาศผสมระหว่างก๊าซอาร์กอนความบริสุทธิ์สูง (99.999%) และก๊าซออกซิเจนความบริสุทธิ์สูง (99.9995%) ซึ่งจะทำให้วาเนเดียมที่หลุดออกจากเป่าสารเคลือบทำปฏิกิริยากับออกซิเจนแล้วเกิดเป็นฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์เคลือบที่แผ่นฐานรองกระจกสไลด์ในที่สุด

การเตรียมฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์สำหรับการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มนั้นกระทำภายใต้เงื่อนไข ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขสำหรับการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ในโครงการพิเศษ

พารามิเตอร์	เงื่อนไข
เป่าสารเคลือบ	วาเนเดียม 99.5% เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว
แผ่นฐานรอง	แก้วไพเร็กซ์
ระยะระหว่างเป่าสารเคลือบกับแผ่นฐานรอง	90 มิลลิเมตร
ความดันก่อนทำการปลูกฟิล์ม	5×10^{-6} มิลลิบาร์
ความดันก่อนเปิดแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	2.7×10^{-3} มิลลิบาร์
กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ	200 วัตต์
ความดันขณะทำการปลูกฟิล์ม	2.1×10^{-3} มิลลิบาร์
อัตราการไหลรวมของแก๊ส	25 sccm
เปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจน	5% และ 10%
ระยะเวลาที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม	90 นาที
อุณหภูมิในการอบ	100, 200 และ 300 องศาเซลเซียส

อ้างอิง : โครงการพิเศษ เรื่อง การปลูกฟิล์มบางเทอร์โมโครมิกของ VO_2 ด้วยรีแอกทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเป็คเตอริง ปีการศึกษา 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6 ระบบการอบในสุญญากาศ

นอกจากปัจจัยหรือพารามิเตอร์ของกระบวนการในการสังเคราะห์ฟิล์มบางจะส่งผลต่อสมบัติของฟิล์มแล้ว กระบวนการให้ความร้อนกับฟิล์มหลังจากที่ทำการสังเคราะห์แล้ว (Post-annealing treatment) ยังเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อสมบัติของฟิล์ม ในโครงการพิเศษนี้จึงได้ทำการอบหรือให้ความร้อนกับแผ่นฟิล์มหลังจากการสังเคราะห์แล้วนั้นอยู่ด้วยกัน 2 วิธี คือ การอบภายใต้สภาวะความเป็นบรรยากาศ (Air-annealing treatment) กับการอบภายใต้ความเป็นสุญญากาศ (Vacuum-annealing treatment) ซึ่งทำที่ระดับความดัน 10^{-2} มิลลิบาร์ ระบบการอบทั้งสองระบบแสดงดังรูปที่ 3.11 และ 3.12

3.6.1 ระบบการอบภายใต้สภาวะความเป็นบรรยากาศ

ระบบการอบภายใต้บรรยากาศแสดงดังรูปที่ 3.11 ซึ่งสร้างขึ้นมาจากเตาอบความร้อนสูง Thai Furnace 10/H ที่มีตัวควบคุมพีไอดี OMRON รุ่น E5AC-TQR4A5M-000 สามารถควบคุมอุณหภูมิแบบเป็นขั้นได้ โดยควบคุมอัตราการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของอุณหภูมิ ในการออกแบบระบบควบคุมอุณหภูมิด้วยตัวควบคุมแบบพีไอดี เป็นการขับเคลื่อนเพื่อควบคุมการทำงานของ Solid State Relay ในการควบคุมขดลวดความร้อนภายในเตาอบความร้อนสูง

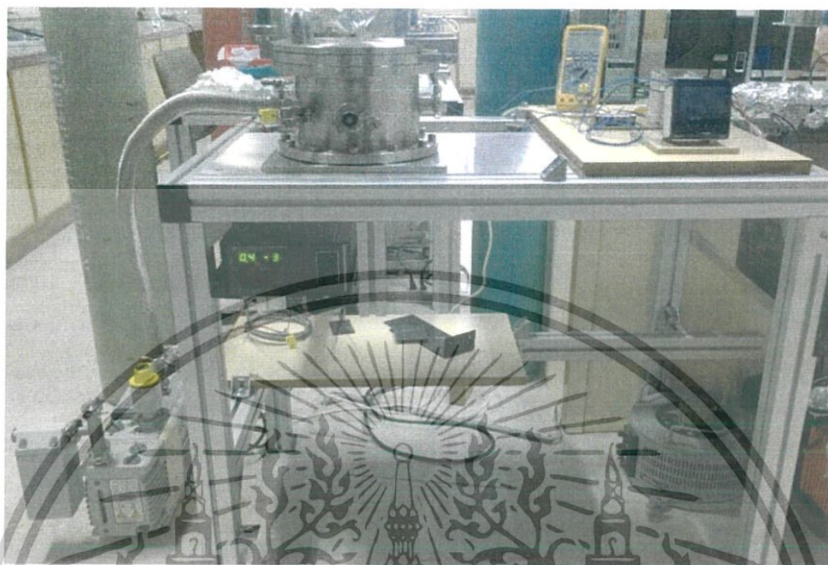


รูปที่ 3.11 ระบบการอบภายใต้สภาวะความเป็นบรรยากาศ ด้วยเตาอบความร้อนสูงที่มีการควบคุมด้วยระบบควบคุมอุณหภูมิแบบพีไอดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6.2 ระบบการอบภายใต้สภาวะความเป็นสุญญากาศ

ระบบการอบภายใต้สภาวะความเป็นสุญญากาศแสดงดังรูปที่ 3.12 ระบบดังกล่าวถูกทำให้สุญญากาศด้วยการใช้ปั๊มกลโรตารี



รูปที่ 3.12 ระบบการอบภายใต้ความเป็นสุญญากาศ

3.7 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์

เพื่อเป็นการศึกษาสมบัติของฟิล์มบางที่ได้ทำการสังเคราะห์ขึ้นว่าผลของพารามิเตอร์ของกระบวนการมีผลอย่างไร ฟิล์มบางที่ได้ทำการสังเคราะห์จะถูกวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวด้วย Scanning electron microscope (SEM) นอกจากนี้จะวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) รวมทั้งจะถูกตรวจวัด Atomic-bonding structure ด้วยเทคนิค Raman Spectroscopy และ สมบัติทางแสงด้วย UV-Vis spectroscopy

3.7.1 Scanning electron microscope (SEM) [19]

การวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวของฟิล์ม เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยใช้อิเล็กตรอนเป็นแหล่งกำเนิดแสง ใช้ลำแสงที่มีขนาดเล็กที่สุด 0.2 ไมโครเมตร จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีกำลังขยายสูงถึง 500,000 เท่า ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ มีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

3.7.2 X-ray Diffraction (XRD)

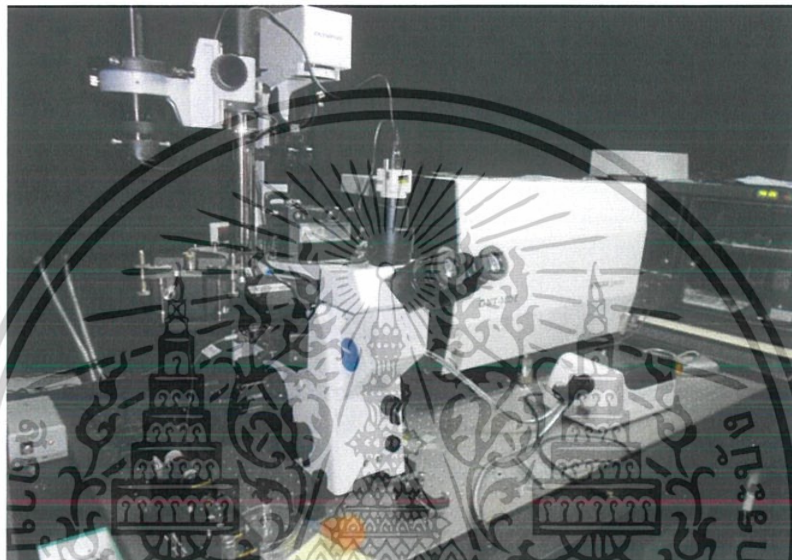
การตรวจสอบความเป็นโครงสร้างผลึก และ Phase identify ของฟิล์มทำโดยการวิเคราะห์จาก XRD Pattern ที่ได้จาก X-ray diffractometer ซึ่งเครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของบริษัท Rigaku SmartLab มีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.14 แหล่งกำเนิด X-ray ที่ใช้คือ Cu K α 1 มีค่าความยาวคลื่น 1.54056 Å



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งรูปที่ 3.14 Rigaku SmartLab X-Ray Diffraction

3.7.3 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 3.15



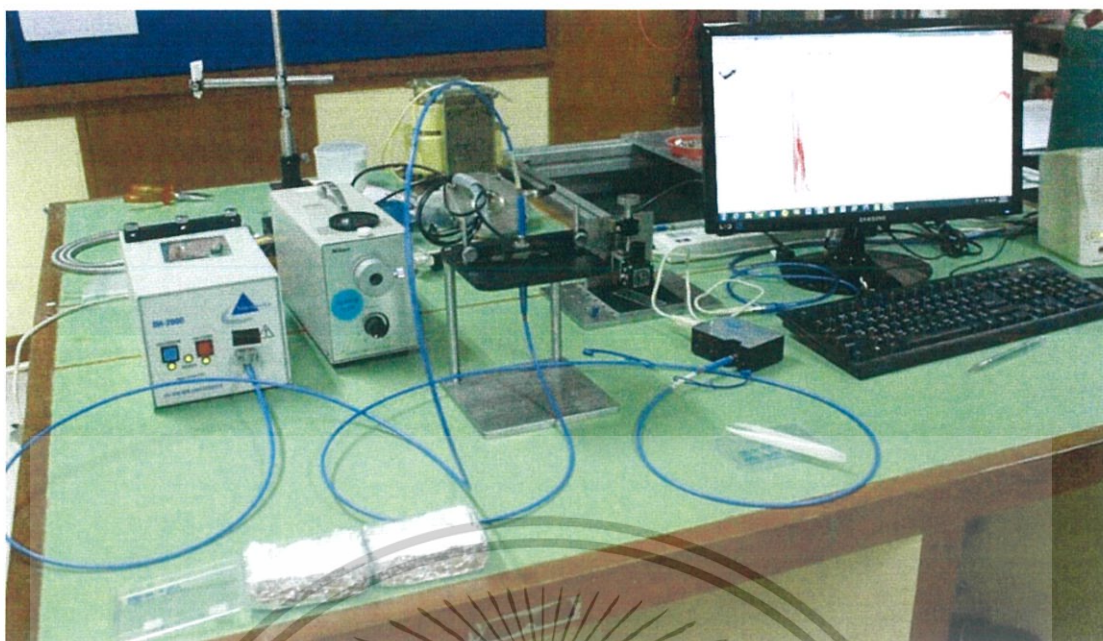
รูปที่ 3.15 NT-MDT INTEGRA Micro-Raman spectra

3.7.4 UV-Vis Transmission Spectroscopy

การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วย UV-Vis Transmission Spectroscopy เป็นเทคนิคที่สามารถทำได้ภายในห้องปฏิบัติการได้ทันที ซึ่งเทคนิคนี้สามารถระบุความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มบางได้อย่างคร่าวๆ ในเบื้องต้น ซึ่งทั้งความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มบางซึ่งมีสัมพันธ์กับค่าดัชนีหักเหเชิงแสงนั้นสามารถคำนวณได้จากข้อมูลของเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านแสงของฟิล์มบางนั้น ๆ

ระบบที่ใช้สำหรับ UV-Vis Transmission Spectroscopy เป็นระบบที่ได้ทำการ set up ขึ้นภายในห้องปฏิบัติการ เป็นดังรูปที่ 3.16 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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.16 UV-Vis Transmission Spectroscopy Setup



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัย และอภิปรายผล

โครงการพิเศษนี้มีเป้าหมายหลักคือทำการสังเคราะห์ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์ริง ซึ่งจากที่กล่าวมาเห็นได้ว่าสมบัติของพลาสมามีผลต่อสมบัติของฟิล์มบาง ซึ่งปัจจัยหลักที่มีผลต่อสมบัติของพลาสมาที่เกิดขึ้นเนื่องจากการแตกตัวของก๊าซที่ถูกกระตุ้นด้วยคลื่นความถี่วิทยุ นั่นได้แก่ กำลังของคลื่นและสัดส่วนระหว่างก๊าซที่ทำหน้าที่เป็นก๊าซสเปตเตอร์และก๊าซไวปฏิกิริยา ซึ่งก็คือก๊าซอาร์กอนและออกซิเจน นอกจากนี้จากการทดลองยังพบอีกว่ากระบวนการให้ความร้อนกับฟิล์มบางหลังจากที่ทำการสังเคราะห์ (Post-annealing treatment) แล้วมีความสำคัญต่อโครงสร้างของฟิล์มบาง จากโครงการพิเศษของปีที่แล้วได้ศึกษาผลของกำลังงานของคลื่นวิทยุ จึงทำการทดลองโครงการพิเศษนี้โดยศึกษาผลของสัดส่วนระหว่างก๊าซอาร์กอนกับออกซิเจนที่ 10% 5% และ 2.5% และกระบวนการอบ

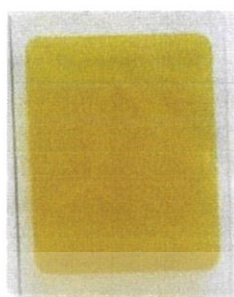
4.1 ผลของขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากระบบ

1. ในช่วงแรกทำการทดลองเตรียมฟิล์มบางโดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด 10% เมื่อขั้นตอนการปลูกฟิล์มเรียบร้อยแล้ว ทำการปิดก๊าซออกซิเจน แต่ยังคงป้อนก๊าซอาร์กอน 2 ชั่วโมง ก่อนทำการปิดระบบ และเปิดแชมเบอร์ใน 13-14 ชั่วโมงต่อจากนั้น โดยการเปิดวาล์วอากาศ ฟิล์มที่ได้จะมีสีเหลืองขุ่นเล็กน้อย

รูปที่ 4.1 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% โดยการป้อนก๊าซอาร์กอน 2 ชั่วโมงก่อนทำการปิดระบบ

2. ในการเตรียมฟิล์มบางที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด 10% จากที่ทำการป้อนอาร์กอนไว้ 2 ชั่วโมง เราทดลองปิดทั้งก๊าซอาร์กอนและก๊าซออกซิเจน และทิ้งฟิล์มไว้ในแชมเบอร์ 2 ชั่วโมง แล้วจึงป้อนก๊าซอาร์กอน 35-37 sccm เป็นเวลา 30 นาที จนความดันเป็น 10⁻³ มิลลิบาร์ ก่อนทำการปิดระบบ และเปิดแชมเบอร์ใน 13-14 ชั่วโมงต่อจากนั้น โดยการป้อนไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อาร์กอน 80-90 sccm และเปิดวาล์วอากาศเพียงเล็กน้อย เพื่อช่วยให้แอมเบอร์เปิดได้เร็วขึ้น ฟิล์มที่ได้ออกมา นั้นจะมีสีเหลืองและใสขึ้น



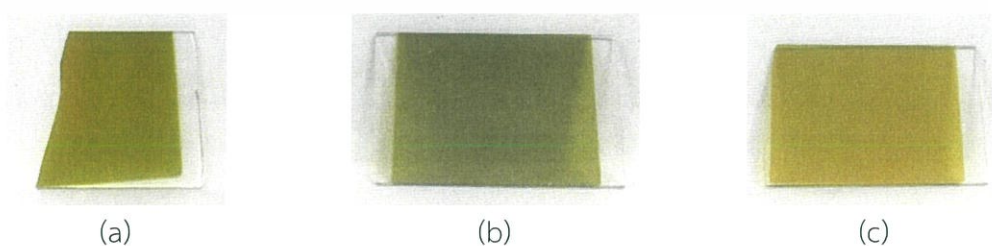
รูปที่ 4.2 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจน 10% โดยการปิดทั้งก๊าซอาร์กอนและก๊าซออกซิเจน ทั้งฟิล์มไว้ในแอมเบอร์ 2 ชั่วโมง และทำการป้อนก๊าซอาร์กอน 35-37 sccm เป็นเวลา 30 นาที

4.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจน

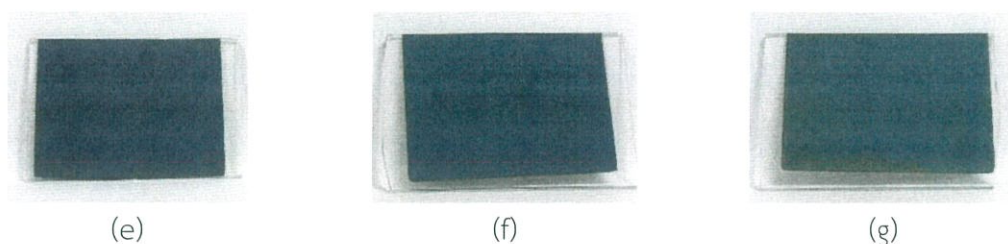
4.2.1 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ

จากโครงการพิเศษของปีที่แล้ว [29] โดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด เท่ากับ 10% 15% 30% และ 40% ที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดสูงจะได้ฟิล์มบาง V_2O_5 แต่ถ้าอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดน้อยมีแนวโน้มที่จะได้ฟิล์มบาง VO_2 โดยอบภายใต้สภาวะบรรยากาศ ในโครงการพิเศษนี้จะปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) แต่ใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% และ 5% เพื่อศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางที่ทำการปลูกบนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์

4.2.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

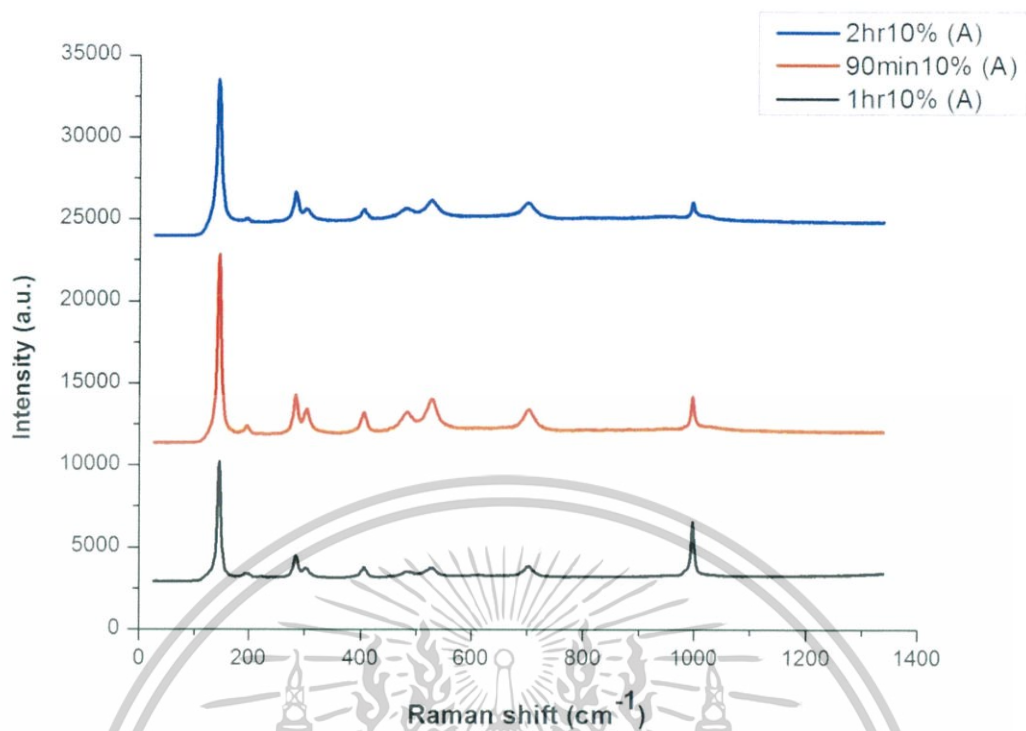


รูปที่ 4.3 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ เมื่อ (a),(b) และ (c) มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% อบที่เวลา 60 นาที, 90 นาที และ 120 นาที ตามลำดับ และเมื่อ (e),(f) และ (g) มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่เวลา 60 นาที, 90 นาที และ 120 นาที ตามลำดับ ผ่านการอบภายใต้สภาวะบรรยากาศ

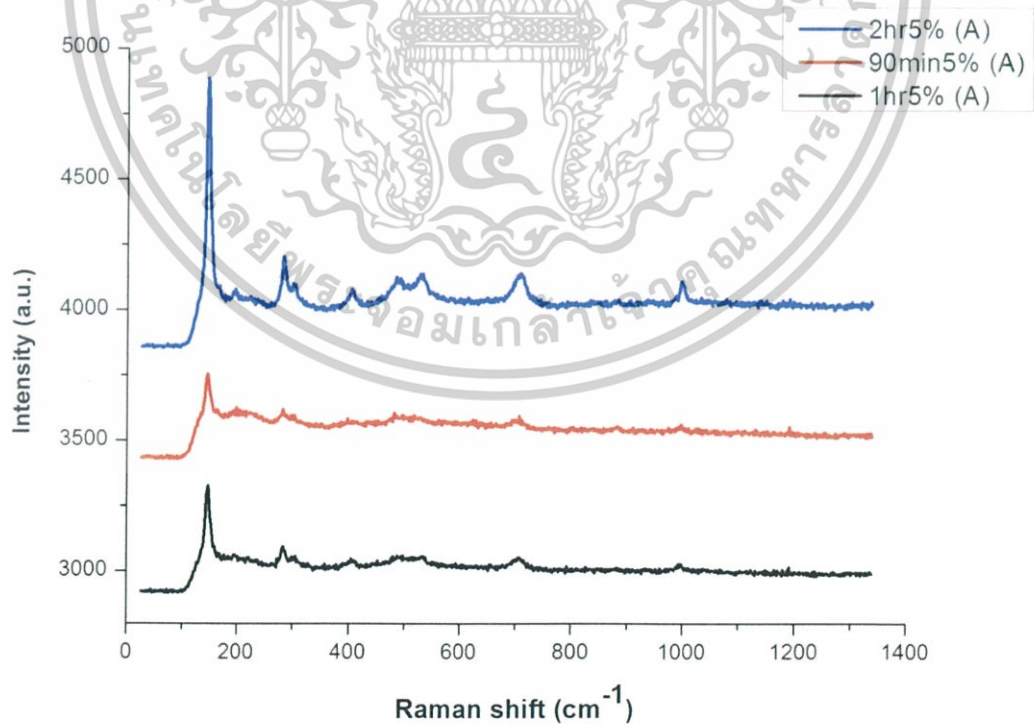
4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

ฟิล์มบางที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่เงื่อนไขเวลาในการปลูกเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% และ 5% เมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Raman Spectroscopy พบว่า ฟิล์มบางที่ปลูกโดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% ฟิล์มบางที่ได้มีความใกล้เคียงกับลักษณะของ V_2O_5 [21][23] เนื่องจากพีคปรากฏตำแหน่งใกล้เคียงกับบริเวณ $143\ 300\ 400\ 550\ 700$ และ $1000\ \text{cm}^{-1}$ และเมื่อลดอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% ฟิล์มบางที่ได้พีคปรากฏตำแหน่งใกล้เคียงกับบริเวณ $143\ 300\ 400\ 550\ 700$ และ $1000\ \text{cm}^{-1}$ ทำให้สรุปว่าฟิล์มบางที่ได้นั้นเป็น V_2O_5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 ผลของการอบในระบบบรรยากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 10% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

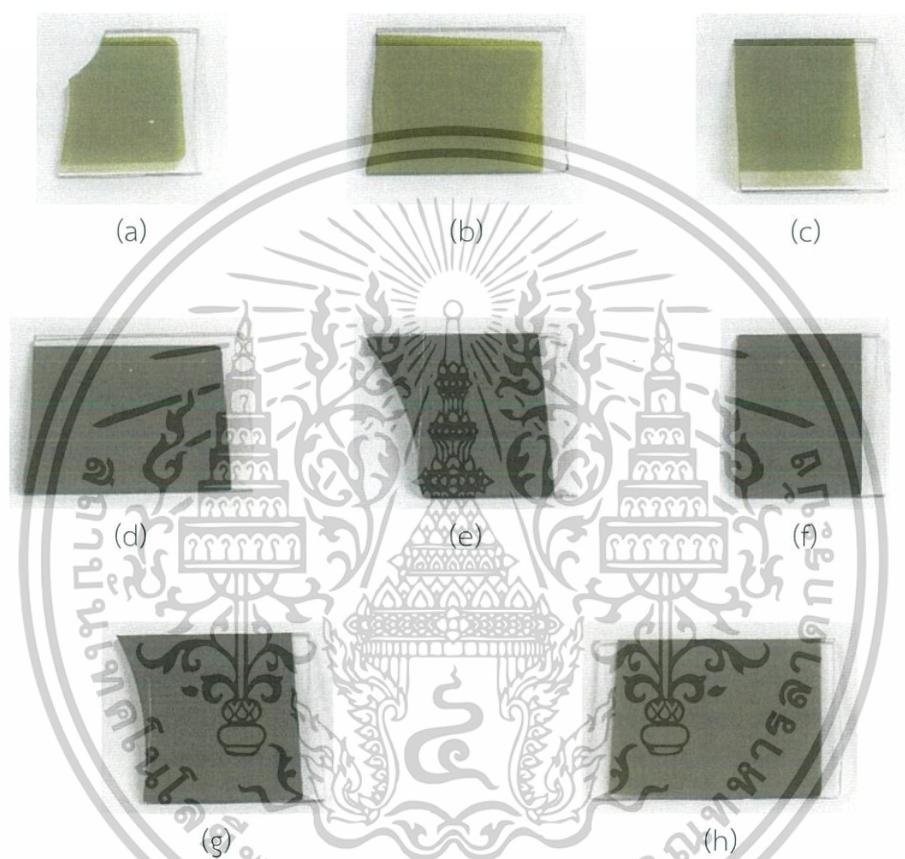


รูปที่ 4.5 ผลของการอบในระบบบรรยากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 5% ที่เวลาต่างกัน ที่มีเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ส่วนบุคคลเท่านั้น ไม่สามารถนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

การปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) แต่ใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% และ 5% โดยอบภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เพื่อศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบาง

4.2.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

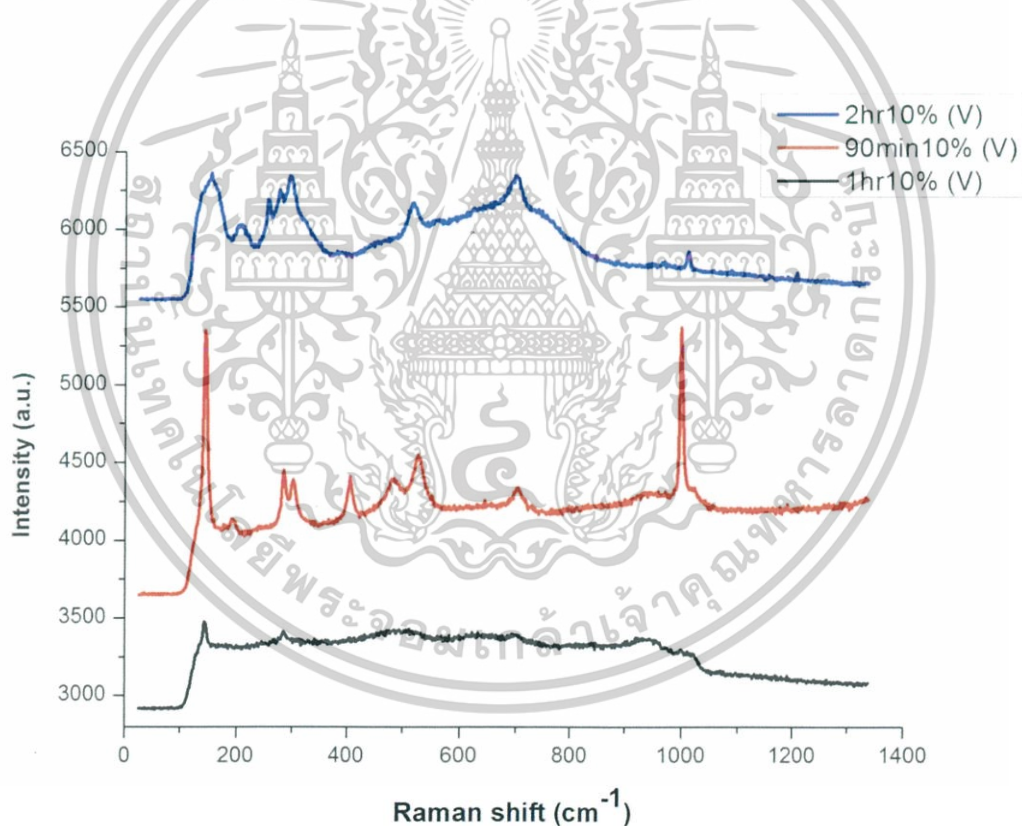


รูปที่ 4.6 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ผ่านการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ เมื่อมีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% เมื่อ (a) ผ่านการอบระยะเวลา 60 นาที (b) ผ่านการอบระยะเวลา 90 นาที และ (c) ผ่านการอบระยะเวลา 120 นาที และอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% ผ่านการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ เมื่อ (d) ผ่านการอบระยะเวลา 60 นาที (e) เป็นระยะเวลา 90 นาที (f) เป็นระยะเวลา 120 นาที (g) เป็นระยะเวลา 180 นาที และ (h) เป็นระยะเวลา 300 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

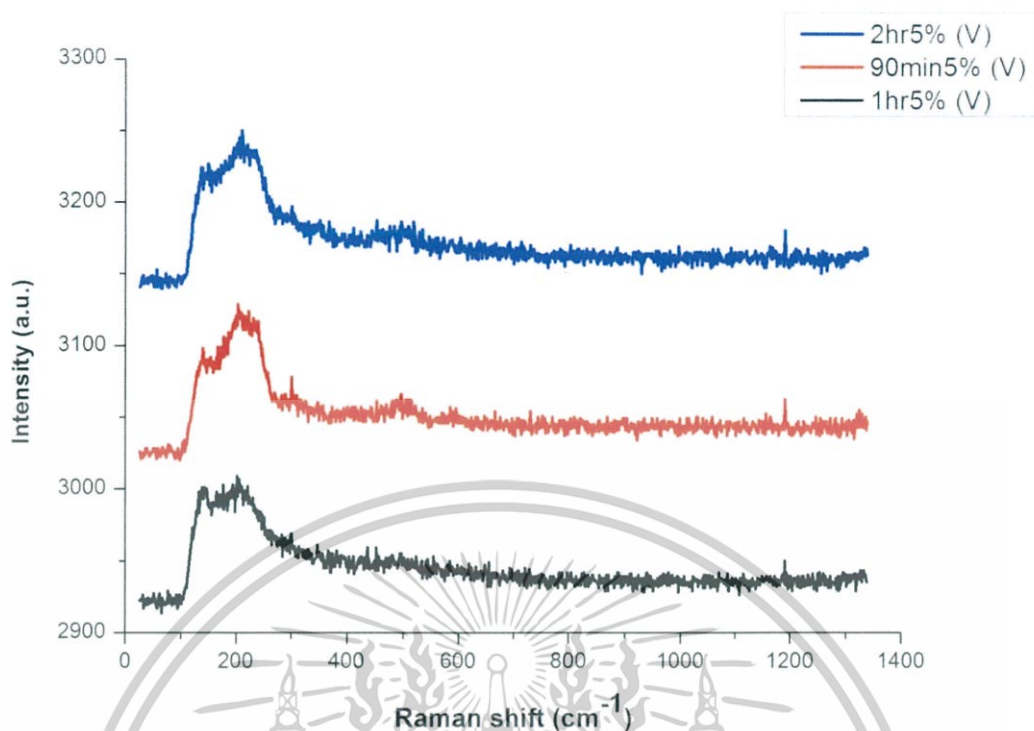
4.2.2.2 ผลการวิเคราะห์พันธะทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

ฟิล์มบางที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง ที่เงื่อนไขเวลาในการปลูกเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) และ อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% และ 5% เมื่อนำมาวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง Raman Spectroscopy พบว่า ฟิล์มบางที่ปลูกโดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับ ผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% ฟิล์มบางที่ได้มีความใกล้เคียงกับลักษณะของ V_2O_5 เนื่องจาก พีกปรากฏตำแหน่งใกล้เคียงกับบริเวณ $143\ 300\ 400\ 550\ 700$ และ $1000\ \text{cm}^{-1}$ แต่เมื่อเพิ่มเวลาใน การอบมากขึ้น ทำให้ฟิล์มเริ่มทรุดสภาพ เนื่องจากก๊าซออกซิเจนในฟิล์มลดลง และเมื่อลดอัตราส่วน ระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% ฟิล์มบางมีการ center peak shift คือ พีกที่ตำแหน่ง $143\ \text{cm}^{-1}$ เปลี่ยนเป็นพีกที่ตำแหน่ง $190\ \text{cm}^{-1}$ ซึ่งมีลักษณะใกล้เคียงกับฟิล์มบาง VO_2 ที่จะปรากฏพีกที่ตำแหน่ง $190\ 230\ 310\ 390\ 500$ และ $610\ \text{cm}^{-1}$ [21][23] จากผลที่ได้แสดงให้เห็น ว่าฟิล์มเริ่มก่อตัวเป็น VO_2



รูปที่ 4.7 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 10% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

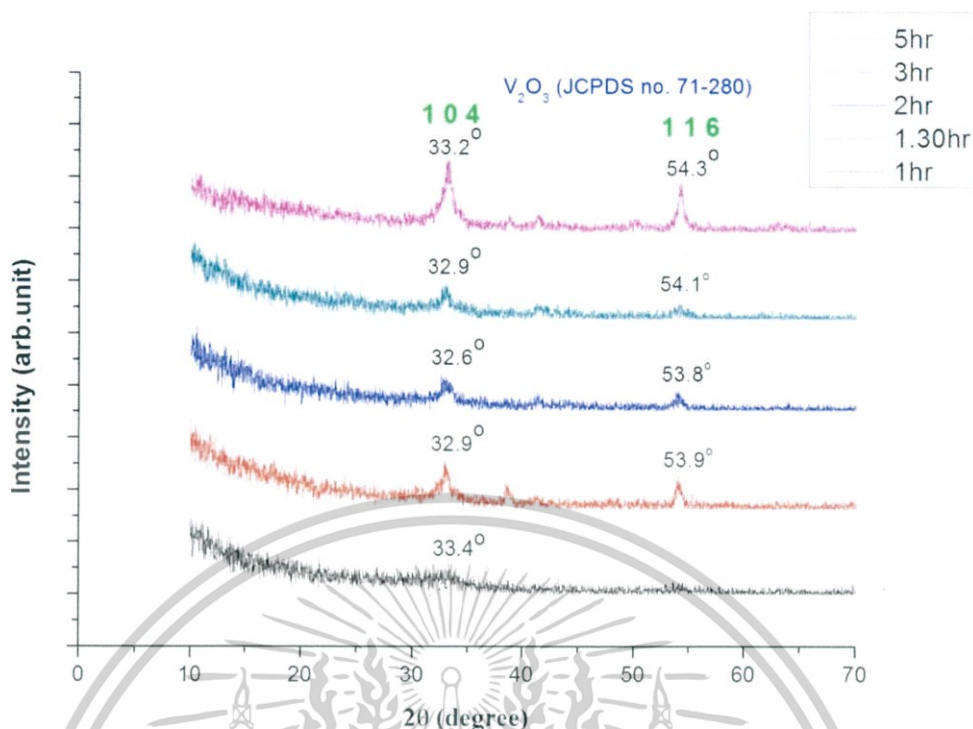


รูปที่ 4.8 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 10% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

4.2.2.3 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง

เมื่อปลูกด้วยเงื่อนไขที่เวลาเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดเครื่องวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเป็น 5% นำฟิล์มไปอบที่เวลา 60, 90, 120, 180 และ 300 นาที ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ตรวจสอบด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD) พบว่า อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเป็น 5% ที่ใช้เวลาในการอบ 5 ชั่วโมง มีความเป็นผลึกมากที่สุด และฟิล์มบางที่ปลูกนั้นได้ฟิล์มบาง V_2O_5 เนื่องจาก 2θ ที่ใกล้เคียงกับฟิล์ม V_2O_5 (JCPDS no. 71-280)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

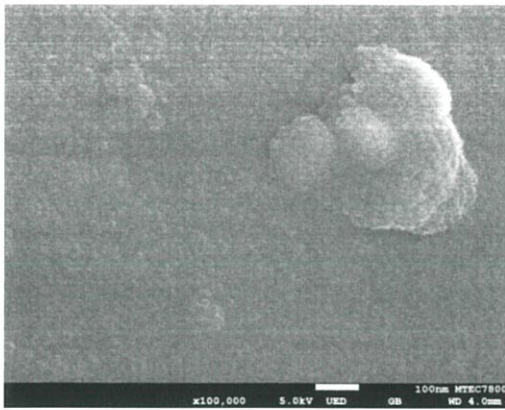


รูปที่ 4.9 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% ที่เวลาต่างกัน ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

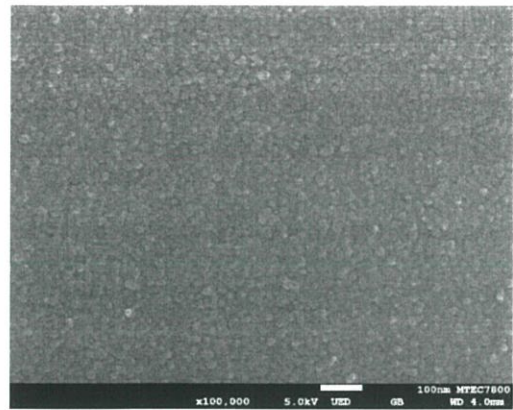
4.2.2.4 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM)

จากการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบาง VO_2 ด้วยวิธี Scanning electron microscope พบว่า พื้นผิวของฟิล์มที่ปลูกนั้น โดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเป็น 10% นำฟิล์มไปอบที่ 60,90 และ 120 นาที และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเป็น 5% นำฟิล์มไปอบที่ 60,90,120,180 และ 300 นาที เมื่อเพิ่มเวลาในการอบมากขึ้น grain จะมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังรูปที่ 4.10 และ รูปที่ 4.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(a)



(b)



(c)

รูปที่ 4.10 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% เมื่อ (a) อบที่ระยะเวลา 60 นาที (b) อบที่ระยะเวลา 90 นาที และ (c) อบที่ระยะเวลา 120 นาที

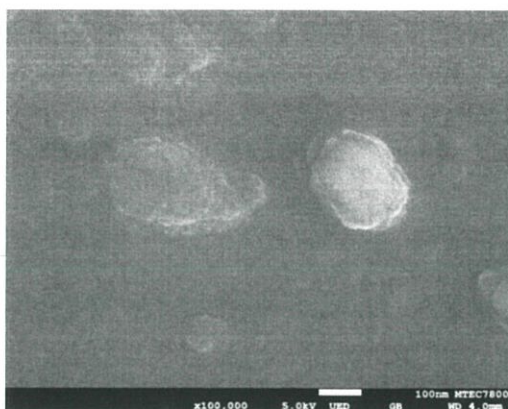


(a)

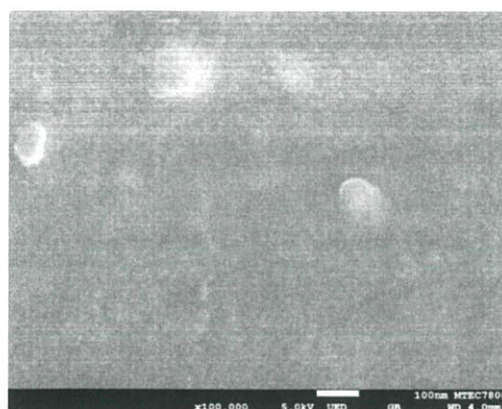


(b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(c)



(d)



(e)

รูปที่ 4.11 ผลของการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มด้วย Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 100K โดยฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% เมื่อ (a) อบที่ระยะเวลา 60 นาที (b) อบที่ระยะเวลา 90 นาที (c) อบที่ระยะเวลา 120 นาที (d) อบที่ระยะเวลา 180 นาที และ (e) อบที่ระยะเวลา 300 นาที

4.3 การปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

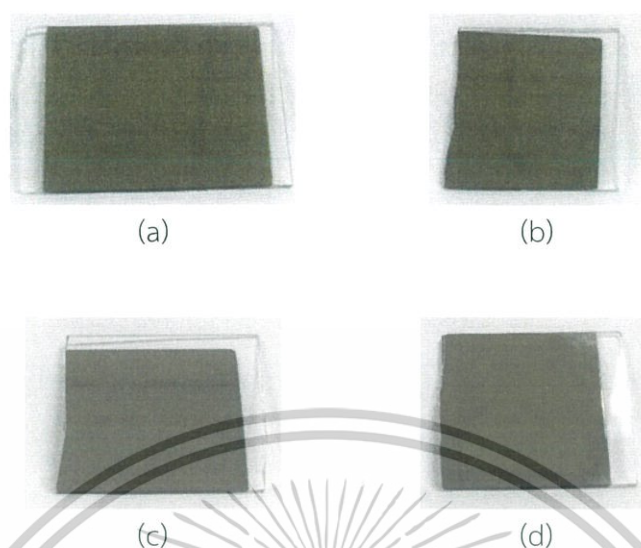
จากการทดลองและวิเคราะห์ผลข้างต้นมานั้น พบว่ามีแนวโน้มที่จะได้ฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ จึงได้ทำการปรับปรุงแก้ไขกระบวนการในการอบ โดยเพิ่มอุณหภูมิในการอบ ลดปริมาณอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดและเพิ่มเวลาในการอบ

4.3.1 ผลของอุณหภูมิในการอบ

ศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบโดยการปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) แต่ใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดที่เท่ากัน แต่ใช้อุณหภูมิในการอบที่ 300 และ 400 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.1.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

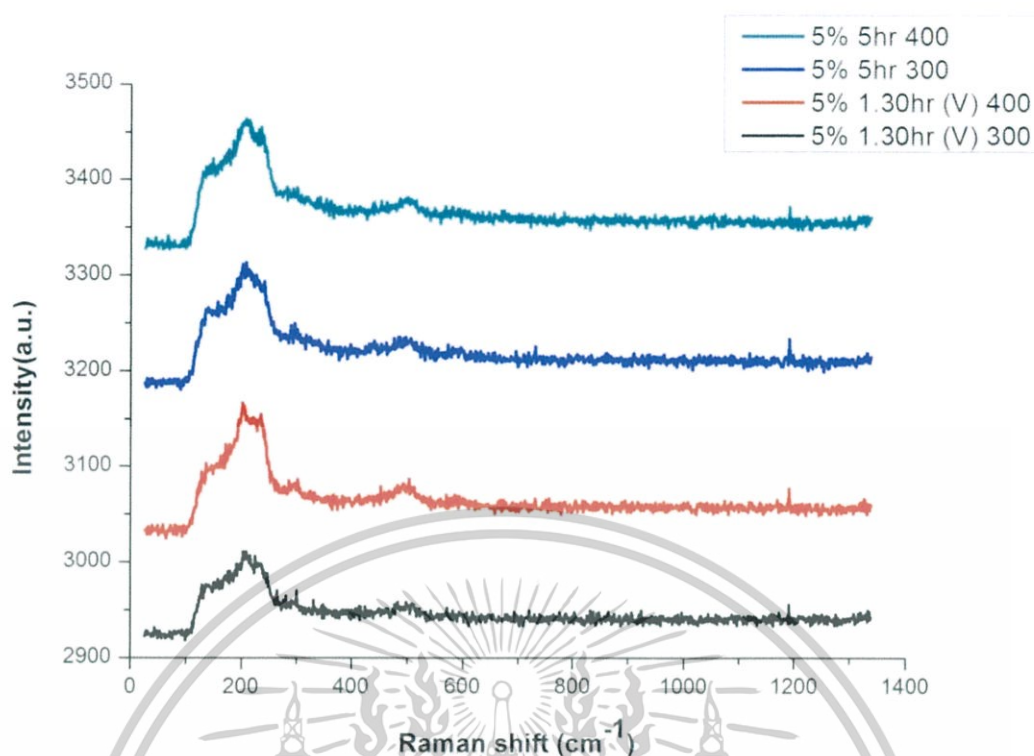


รูปที่ 4.12 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ ที่อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% เมื่อ (a) และ (b) อบที่เวลา 90 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียสตามลำดับ (c) และ (d) อบที่เวลา 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียสตามลำดับ ผ่านการอบภายใต้สภาวะสูญญากาศ

4.3.1.2 ผลการวิเคราะห์พื้นระทางเคมีด้วย Raman Spectroscopy

ฟิล์มบางที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีรีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงที่เงื่อนไขเวลาในการปลูกเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% นำฟิล์มมาอบที่เวลา 90 นาที และ 300 นาที โดยอบที่อุณหภูมิต่างกันที่ 300 และ 400 องศาเซลเซียส เมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Raman Spectroscopy พบว่า ฟิล์มที่ปลูกที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% อบที่เวลา 90 นาที และ 300 นาที โดยอบที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส พิกที่ปรากฏไม่ต่างกันมากนัก แต่ฟิล์มบางมีการ center peak shift คือ พิกที่ตำแหน่ง 143 cm^{-1} เปลี่ยนเป็นพิกที่ตำแหน่ง 190 cm^{-1} ซึ่งมีลักษณะใกล้เคียงกับฟิล์มบาง VO_2 ที่จะปรากฏพิกที่ตำแหน่ง $190\ 230\ 310\ 390\ 500$ และ 610 cm^{-1} จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าฟิล์มเริ่มก่อตัวเป็น VO_2

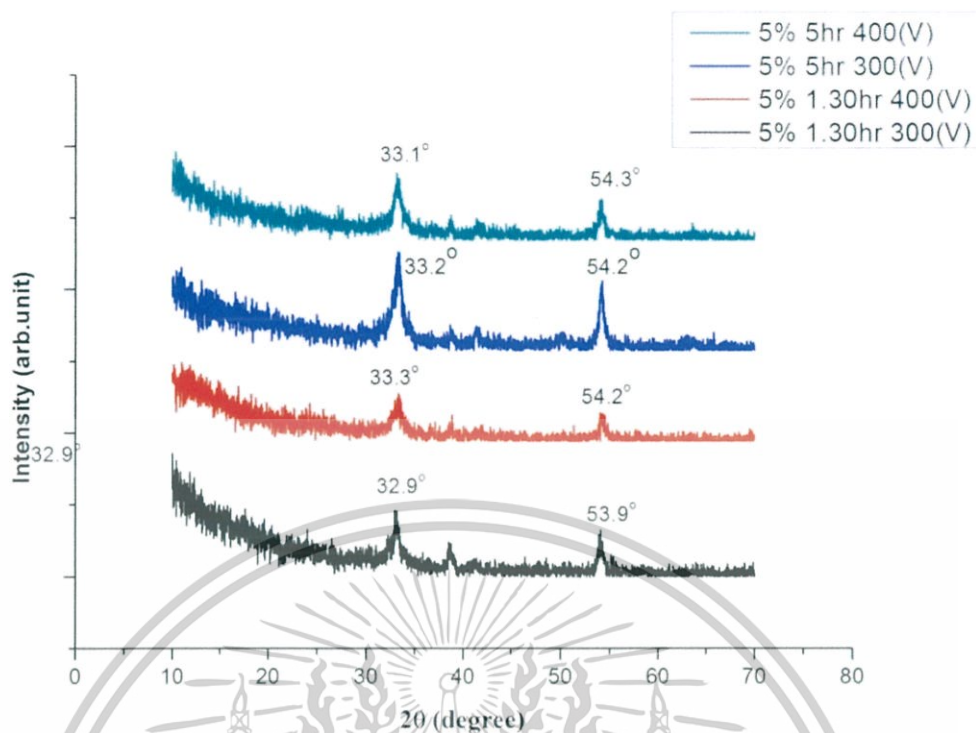
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 5% เวลา 90 นาที และ 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อ Raman spectra ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

4.3.1.3 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง

เมื่อปลูกฟิล์มที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด 5% นำฟิล์มมาอบที่เวลา 90 นาที และ 300 นาที โดยอบที่อุณหภูมิต่างกันที่ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ทำให้ทราบว่า อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด 5% นี้ ฟิล์มมีแนวโน้มที่จะได้ฟิล์มบาง V_2O_3 เนื่องจากพีคปรากฏที่ตำแหน่งใกล้เคียงกับบริเวณของฟิล์มบาง V_2O_3 ที่ 33 องศา แต่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จะปรากฏพีคที่ชัดเจนกว่าที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส มีความเป็นผลึกมากกว่า จึงสรุปได้ว่าที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด 5% อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีแนวโน้มที่จะได้ฟิล์มบาง V_2O_3 (JCPDS No. 71-280)



รูปที่ 4.14 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 5% ที่เวลา 90 นาทีและ 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

4.3.2 ผลการลดเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนและแอนนัลในสุญญากาศ

4.3.2.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง

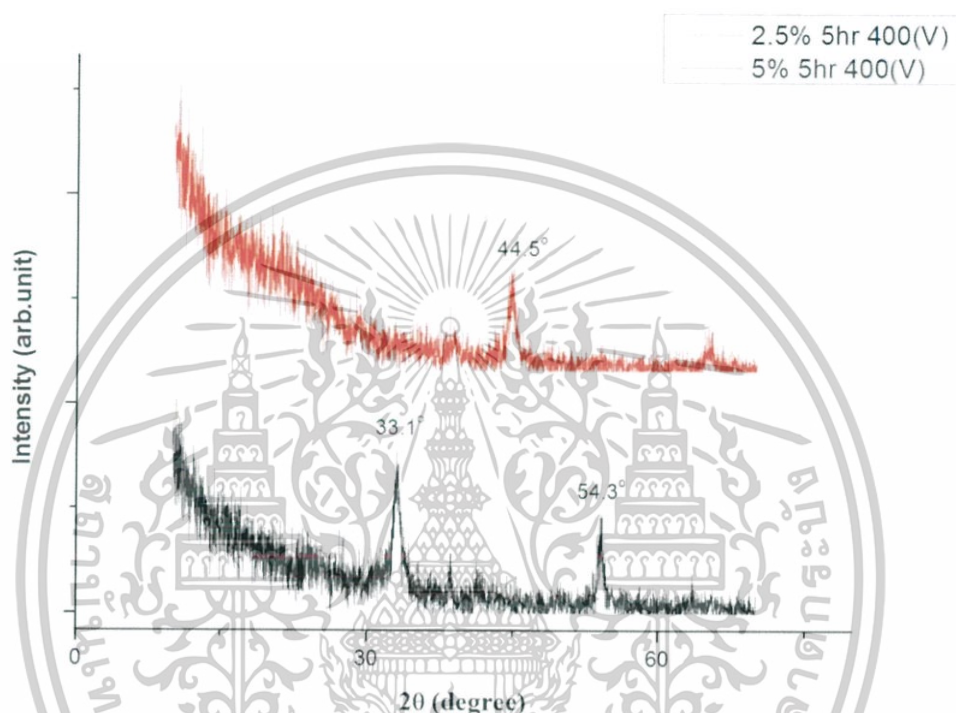


รูปที่ 4.15 ฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ เมื่อ (a) มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% และ (b) มีอัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 2.5% อบที่ระยะเวลา 300 นาที อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ

4.3.2.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง

เมื่อปลูกฟิล์มที่เงื่อนไขเวลาในการปลูกเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) นำฟิล์มมาอบเวลา 300 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส โดยลดอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 2.5% และ 5%

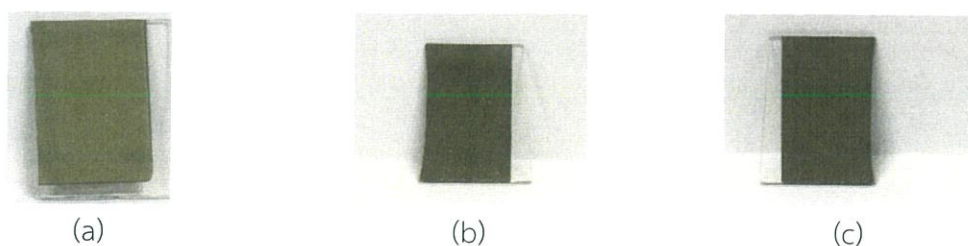
นำมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ทำให้ทราบว่า เมื่อลดอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 2.5% พีคที่ปรากฏใกล้เคียงกับลักษณะของฟิล์มบาง VO_2 (JCPDS N0.81-1411) ที่ 2θ เท่ากับ 44.5 องศา และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% พีคที่ปรากฏใกล้เคียงกับลักษณะของฟิล์มบาง V_2O_3 (JCPDS N0.71-280) ที่ 2θ เท่ากับ 33.1 และ 54.3 องศา จึงสรุปว่าเมื่อลดอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเป็น 2.5% ฟิล์มที่ได้เป็น VO_2



รูปที่ 4.16 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 2.5% และ 5% ที่เวลา 300 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

4.3.3 ผลของการเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

4.3.3.1 ลักษณะเชิงกายภาพของฟิล์มบาง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

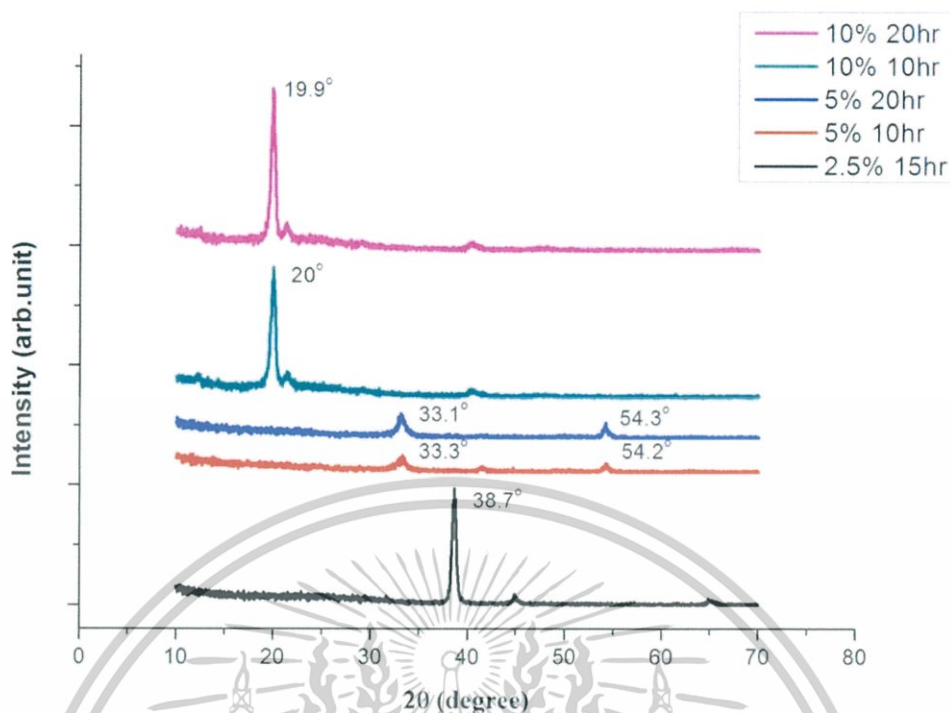


รูปที่ 4.17 फिल्मบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์ (a) อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 2.5% อบที่ระยะเวลา 900 นาที (b) อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 600 นาที (c) อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 5% อบที่ระยะเวลา 1200 นาที (d) อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 600 นาที และ (e) อัตราส่วนก๊าซออกซิเจน 10% อบที่ระยะเวลา 1200 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในระบบสุญญากาศ

4.3.2.2 โครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบาง

เมื่อปลูกฟิล์มที่เงื่อนไขเดียวกัน โดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 2.5% ใช้เวลาในการอบ 900 นาที อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% ใช้เวลาในการอบ 600 และ 1200 นาที และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% ใช้เวลาในการอบ 600 และ 1200 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส นำมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางด้วยการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ฟิล์มที่ปลูกด้วยอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% พีคที่ปรากฏที่ 2θ เท่ากับ 20 องศา ฟิล์มที่ได้เป็นฟิล์ม V_2O_5 (JCPDS NO.89-0612) ที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% ฟิล์มมีลักษณะใกล้เคียงกับ V_2O_3 (JCPDS NO.71-280) พีคที่ปรากฏที่ 2θ เท่ากับ 33 และ 54 องศา และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 2.5% ฟิล์มมีลักษณะใกล้เคียงกับฟิล์ม VO_2 (JCPDS NO.81-1411) พีคที่ปรากฏที่ 2θ เท่ากับ 39 องศา ทำให้ทราบว่าฟิล์มที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 2.5% ฟิล์มมีแนวโน้มจะเป็นฟิล์ม VO_2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 ผลของการอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนออกซิเจน 2.5% ที่เวลา 900 นาที อัตราส่วนออกซิเจน 5% ที่เวลา 600 และ 1200 นาที และอัตราส่วนออกซิเจน 10% ที่เวลา 600 และ 1200 นาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่มีต่อสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการใช้กำลังงานคลื่น 200 วัตต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

ในบทนี้เป็นการสรุปผลการปลูกฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์บนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ โดยได้ทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์บนแผ่นฐานรองแก้วไพเร็กซ์ที่เป็นผลเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับก๊าซอาร์กอน 5% และ 10% ภายใต้สภาวะบรรยากาศและสุญญากาศ และการปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างผลึก พันธะระหว่างวาเนเดียมและออกซิเจน

5.1 ผลของขั้นตอนการนำฟิล์มออกจากระบบ

จากการทดลองการสังเคราะห์ฟิล์มบางที่เตรียมจากโลหะวาเนเดียมกับก๊าซออกซิเจนด้วยเทคนิครีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง ด้วยกำลังคลื่นวิทยุ 200 วัตต์ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด 10% ในตอนแรกทำการปิดก๊าซออกซิเจน แต่ยังคงป้อนก๊าซอาร์กอน 2 ชั่วโมง ทำให้ฟิล์มมีสีเหลืองขุ่น จึงทำการเปลี่ยนการปลูกโดยการปิดทั้งก๊าซอาร์กอนและก๊าซออกซิเจน และทิ้งฟิล์มไว้ในแคมเบอร์ 2 ชั่วโมง แล้วจึงป้อนก๊าซอาร์กอน 35-37 sccm เป็นเวลา 30 นาที จนความดันเป็น 10^0 มิลลิบาร์ พบว่าสีของฟิล์มใสขึ้น

5.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจน

5.2.1 สรุปผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะบรรยากาศ

ปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส แต่ใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% และ 5% ใช้เวลาในการอบ 60, 90 และ 120 นาที สังเกตพิกของกราฟที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman พิกปรากฏที่ตำแหน่งใกล้เคียงกับ V_2O_5 ดังนั้นสรุปได้ว่าฟิล์มบางที่ได้ นั้นเป็น V_2O_5

5.2.2 ผลของเปอร์เซ็นต์ของก๊าซออกซิเจนที่อบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

การปลูกฟิล์มบางที่เงื่อนไขเวลาเท่ากัน (90 นาที) กำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุเท่ากัน (200 วัตต์) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส แต่ใช้อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% และ 5% โดยใช้เวลาในการอบต่างกัน นำมาวิเคราะห์ด้วย XRD และเทคนิค Raman สังเกตพิกที่อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% พิกปรากฏบริเวณตำแหน่งที่เป็นลักษณะของฟิล์มบาง V_2O_5 แต่พิกที่ปรากฏขึ้นนั้นยังไม่เด่นชัดรวมถึงมีสัญญาณรบกวนอยู่มาก แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางที่ได้ยังมีความเป็นอะมอร์ฟัส (Amorphous) ส่วนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปยังประชาชนด้านการค้า อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% ฟิล์มที่ได้เริ่มเปลี่ยนเฟสและไม่มีว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความเป็นผลึกมากขึ้น สรุปว่าเมื่อลดอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดลง และอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ฟิล์มที่ได้มีแนวโน้มจะเป็น V_2O_3

5.3 การปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

หลังจากการทดลองพบว่าฟิล์มที่เตรียมได้ไม่เป็นฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ จึงได้ทำการปรับปรุงกระบวนการในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ โดยนำฟิล์มบางที่ได้ไปอบในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ลดปริมาณอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมด และการเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

5.3.1 สรุปผลของอุณหภูมิในการอบ

จากการทดลองฟิล์มบางที่เตรียมได้ไม่เป็นฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ จึงนำฟิล์มบางที่มีเงื่อนไขกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นวิทยุ 200 วัตต์ การอบในระบบสุญญากาศของอัตราส่วนระหว่างออกซิเจน 5% เวลา 90 นาที และ 300 นาที ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส นำมาวิเคราะห์ด้วย XRD และ เทคนิค Raman พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิทำให้ฟิล์มมีความเป็นผลึกมากขึ้น และฟิล์มที่ได้เริ่มเปลี่ยนเฟส

5.3.2 ผลการลดเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนและแอนีลในสุญญากาศ

จากการทดลองฟิล์มบางที่เตรียมได้ไม่เป็นฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ จึงทดลองปลูกฟิล์มบางโดยใช้เงื่อนไขใหม่ คือ ลดอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเป็น 2.5% และนำไปอบในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปวิเคราะห์ผล XRD พบว่า ฟิล์มบางที่ได้แสดงลักษณะเป็นฟิล์มบาง VO_2 แต่พิกที่ปรากฏขึ้นนั้นยังไม่เด่นชัดรวมถึงมีสัญญาณรบกวนอยู่มาก แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางที่ได้ยังมีความเป็นอะมอร์ฟัส (Amorphous)

5.3.3 สรุปผลของการเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ

จากการทดลองฟิล์มบางที่เตรียมได้ไม่เป็นฟิล์มบางวาเนเดียมไดออกไซด์ จึงทดลองปลูกฟิล์มบางโดยเปลี่ยนเงื่อนไข คือ การเพิ่มเวลาในการอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปวิเคราะห์ผล XRD พบว่า อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 10% ใช้เวลาในการอบ 600 และ 1200 นาที ฟิล์มที่ได้มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น แต่ฟิล์มที่ได้เป็นฟิล์ม V_2O_5 อัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 5% ฟิล์มเริ่มเปลี่ยนเฟส ทำให้ฟิล์มที่ได้เป็นฟิล์ม V_2O_3 แต่พิกที่ปรากฏขึ้นนั้นยังไม่เด่นชัดรวมถึงมีสัญญาณรบกวนอยู่มาก แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางที่ได้ยังมีความเป็นอะมอร์ฟัส (Amorphous) อยู่ และอัตราส่วนระหว่างก๊าซออกซิเจนกับผลรวมของก๊าซทั้งหมดเท่ากับ 2.5% พิกที่ปรากฏชัดเจนมากขึ้น แต่ยังเป็นอะมอร์ฟัส (Amorphous) ฟิล์มมีลักษณะใกล้เคียงกับฟิล์ม VO_2 มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.4 ปัญหาและแนวทางแก้ไข

1. ในขั้นตอนการเตรียมระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง ควรมีความระมัดระวังและรอบคอบทุกขั้นตอน เนื่องจากการปลุกฟิล์มบางเวเนเดียมไดออกไซด์ต้องปลุกในระบบสุญญากาศสูง ซึ่งระบบจะต้องไม่มีคราบไขมันหรือสิ่งสกปรกที่ทำให้เกิดการปลดปล่อยก๊าซออกมา ซึ่งจะทำให้ไม่สามารถทำความดันสุญญากาศสูงได้

2. เมื่อพลาสมาดับขณะทำการปลุกฟิล์ม เกิดขึ้นได้จากหลายสาเหตุ เช่น สัญญาณสะท้อนกลับของคลื่นวิทยุมีค่าสูง ระบบระบายความร้อนให้กับหัวแมกนีตรอนไม่เพียงพอ ซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยการเปิดเครื่องทำน้ำเย็นทิ้งไว้ก่อนทำการปลุกฟิล์ม เพื่อให้น้ำที่มาหล่อระบายความร้อนของหัวแมกนีตรอนมีอุณหภูมิที่ต่ำมาๆก่อน

3. ฟิล์มบางมีการหลุดร่อนหลังการปลุก แก้ไขโดยครั้งต่อไปต้องรอให้ฟิล์มอยู่ในสภาวะสุญญากาศจนอุณหภูมิภายในห้องสุญญากาศใกล้เคียงกับอุณหภูมิภายนอกเสียก่อนแล้วจึงนำฟิล์มออกจากห้องสุญญากาศ และหลังจากนั้นควรเก็บไว้ในตู้อบสุญญากาศ เพื่อป้องกันการเกิดชั้นออกไซด์บนผิวฟิล์ม

4. เมื่อต้องการนำฟิล์มออกจากตู้อบสุญญากาศเพื่อนำไปวัดและวิเคราะห์ผลการทดลอง ควรนำฟิล์มใส่กล่องที่มีที่กันความชื้นใส่อยู่ด้วยและระมัดระวังไม่ให้ฟิล์มเกิดการพลิกกลับด้าน เพราะจะทำให้วัดผลการทดลองได้ไม่ถูกต้อง

5. การติดฟิล์มหลังจากที่ปลุกฟิล์มแล้วควรระวังอย่างยิ่ง เนื่องจากการตัดฟิล์มอาจทำให้ฟิล์มที่ปลุกเกิดความเสียหายได้ และเมื่อนำไปวัดผลการทดลองจะทำให้ผลที่ได้เกิดความคลาดเคลื่อน

5.5 ข้อเสนอแนะ

1. การใส่ก๊าซอาร์กอนเมื่อต้องการนำฟิล์มออกจากระบบ เป็นการรักษาฟิล์มเพื่อไม่ให้ฟิล์มเกิดการเสียหาย
2. การนำฟิล์มบางที่เตรียมได้นำไปอบในสุญญากาศ เพื่อไม่ให้ออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยากับฟิล์มบาง
3. หากมีเวลาดำเนินงานเพียงพอ ควรทำการตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติของฟิล์มบางมากกว่านี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] กิตติ ไกรเทพ และรัชพล รักบ้านเกิด.2557. “การพัฒนากระบวนการควบคุมอุณหภูมิของเตาอบ ความร้อนสูงด้วยตัวควบคุมแบบพีไอดี.” ปรินญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [2] จรัส บุญยธรรมมา.2559. การเลี้ยวเบนกับกฎของแบรกกส์. [Online]. Available: <http://www.rmutphysics.com/charud/virtualexperiment/bragg-law/bragg-law.htm>
- [3] ญาณิศา ถาโท, ธนาภรณ์ อุบลภาพ และธัญญา จิรัชฌาคุณากร.2556. “การปลูกฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรต์บนฐานรองพอลิเมอร์โดยวิธีเอกทีพาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง.” ปรินญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [4] นางสาว ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี และ นาย วรวิทย์ เกาสัตตา รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ เรื่อง การปลูกและวัดสมบัติฟิล์มบางเพียโซอิเล็กทริกอลูมิเนียมไนไตรต์ที่เตรียมด้วยวิธีรีเอกทีพาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงบนฐานรองรับพลาสติก PET ประจาปีงบประมาณ 2558, คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [5] พิชญชญา คาบุศย์ และเรณูกา ไชยวรรณ.2557. “การสังเคราะห์และการวัดสมบัติฟิล์มบาง ZnO :Al เตรียมด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแบบ Sol-gel.” ปรินญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [6] มนัสนันท์ ทองดี และมุกดา แซ่ดี.2556. “การเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ.” ปรินญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [7] ชีรยุทธ วิไลวัลย์ และ วรวรรณ พันธมนาวิน. 2548.อินฟราเรด สเปกโตรสโคปี. ภาควิชาเคมี คณะ วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [8] ส.ป.ช. อ่านเพลิน คูมัน.2559. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน. [Online]. Available สืบค้นจาก: <http://sor-por-chor.blogspot.com/2012/01/electron-microscope.html>
- [9] Jun Oh Choi, Hwa Soo Lee and Kyung Hyun Ko. 2014. Oxidation potential control of VO₂ thin film by metal oxide co-sputtering. Department of Energy System Research, Ajou University, Suwon 443-749, Republic of Kore

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง(ต่อ)

- [10] 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 VO₂ 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
- [11] Carlos Batista*, Ricardo M Ribeiro and Vasco Teixeira, Synthesis and characterization of VO₂-based thermochromic thin films for energy-efficient windows, *Nanoscale Research Letters* 2011, 6:301
- [12] Charles Kittel “Introduction to Solid State Physics 7th Edition” John Wiley&Son, 1996.
- [13] 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
- [14] D.Rachel Malini, R.Sivakumar and C. Sanjeeviraja.2016. Annealing effects on V₂O_{5-x} thin films deposited by non-reactive sputtering, Department of Physics, The American College, Madurai625002, India
- [15] 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
- [16] Granqvist CG: Spectrally Selective Coatings for Energy Efficiency and Solar Applications. *Phys Scr* 1985, 32:401
- [17] Haining Ji, Dongqing Liu, Haifeng Cheng, Chaoyang Zhang, Lixiang Yang and Dewei Ren.2016. Infrared thermochromic properties of monoclinic VO₂ nanopowder using a malic acid-assisted hydrothermal method for adaptive camouflage. *Science and Technology on Advanced Ceramic Fibers and Composites Laboratory, National University of Defense Technology*. DOI: 10.1039/c6ra26731a

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง(ต่อ)

- [18] Jung-Hoon Yu, Sang-Hun Nam, Ji Won Lee, Jin-Hyo Boo, Enhanced Visible Transmittance of Thermochromic VO₂ Thin Films by SiO₂ Passivation Layer and Their Optical Characterization Materials 9(2016), 556
- [19] หัสวีภา หมายมั่น.2012. Scanning Electron Microscope : SEM. [Online] , สืบค้นจาก: <http://web2.mfu.ac.th/center/stic/micro-analysis-instrument-menu/item/96-scanningelectron-microscrope.html>
- [20] 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
- [21] Sunil Kumar, Francis Maury & Naoufal Bahtawane.2016. Electrical Switching in Semiconductor-Metal Self- Assembled VO₂ Disordered Metamaterial Coatings. Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST), 5 avenue des Hauts-Fourneaux L-4362 Esch-sur-Alzette Luxembourg.
- [22] Morin FJ. Oxides Which Show a Metal-to-Insulator Transition at the Neel Temperature, Phys Rev Lett 3(1959) 34-36.
- [23] 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
- [24] N. Senthil Kumar, J. Chandrasekaran, R. Mariappan, M. Sethuraman and Murthy Chavali.2013. V₂O₅ nano-rods using low temperature chemical pyrophoric reaction technique: The effect of post annealing treatments on the structural, morphological, optical and electrical properties. Department of Physics, Sri Ramakrishna Mission Vidyalaya College of Arts and Science, Coimbatore 641 020, Tamil Nadu, India
- [25] Olivier Monfort, Tomas Roch, Leonid Satrapinsky, Maros Gregor, Tomas Plecenik, Andrej Plecenik and Gustav Plescha.2014. Reduction of V₂O₅ thin

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง(ต่อ)

- films deposited by aqueous sol–gel method to VO₂ (B) and investigation of its photocatalytic activity. Department of Inorganic Chemistry, Faculty of Natural Sciences, Comenius University, 842 15 Bratislava, Slovakia
- [26] Phys. Chem. Chem. Phys., 2014,16, 17705-17714
- [27] 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 V₂O₅ thin films deposited by thermal evaporation, Applied Surface Science 282 (2013) 590–594
- [28] Sarawoot's Webpage.2559. UV-Vis Spectrophotometer. [Online]. สืบค้นจาก: <http://www.mwit.ac.th/~sarawoot/chem40235.htm>
- [29] กัญติยา คงสถิตย์, นิโบล โชติสนธิ และ วิชา หอมจันทร์.2559. “การปลูกฟิล์มบางเทอร์โมโครมิกของ VO₂ ด้วยแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปดเตอริง.” ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขา ฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/262572583>

Oxidation potential control of VO₂ thin films by metal oxide co-sputtering

Article in *Journal of Materials Science* · July 2014

DOI: 10.1007/s10853-014-8216-1

CITATIONS

4

READS

73

3 authors, including:



Hwasoo Lee

Stony Brook University

5 PUBLICATIONS 7 CITATIONS

SEE PROFILE



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

All content following this page was uploaded by Hwasoo Lee on 23 June 2015.

The user has requested enhancement of the downloaded file.

Oxidation potential control of VO₂ thin films by metal oxide co-sputtering

Jun Oh Choi · Hwa Soo Lee · Kyung Hyun Ko

Received: 6 December 2013 / Accepted: 28 March 2014 / Published online: 11 April 2014
© Springer Science+Business Media New York 2014

Abstract For metal-to-insulator transition (MIT) in vanadium oxide thin film, a thermodynamically stable vanadium dioxide (VO₂) phase is essential. In VO₂ films sputter-deposited on a quartz substrate from a V₂O₅ target, a radio-frequency (RF) magnetron sputter system at working pressure of 7 mTorr is used. Due to the lower sputtering yield of oxygen compared to vanadium leading to oxygen-ion deficiency, the reduction of V ions is resulted to compensate charge with the oxygen ions. Under lower working pressures, the deposition rate increases, but a simultaneous oxygen-ion deficiency causes the destabilization of VO₂. To prevent this, titanium oxide co-deposition is suggested to enrich the oxygen source. When TiO₂ is used, it is found that the Ti ion has a stable +4 charge state so that the use of extra oxygen in sputtering prevents the destabilization of VO₂. However, this is not the case for TiO. For the latter, Ti ions are oxidized from the +2 state to the +3 and +4 states, and V ions with less oxidation potential are reduced to +3 or so. Pure VO₂ thin film exhibits MIT at 66 °C and a large resistivity ratio of four orders of magnitude from 30 to 90 °C. The (V₂O₅ + TiO₂) system under working pressure as low as 5 mTorr yields fairly good films comparable to pure VO₂ deposited at 7 mTorr, whereas the use of TiO yields films with MIT absent or considerably weakened.

Introduction

Vanadium dioxide (VO₂) has been extensively studied, because it exhibits unique thermochromic properties that

are useful in sensing devices [1], optical data storage mediums [2, 3], variable reflectance mirrors [4], and smart windows [5, 6]. These applications are based on a reversible temperature-dependent phase transformation known as metal-to-insulator transition (MIT) at about 68 °C [7, 8]. As a result, VO₂ possesses the ability of changing its optical [9, 10] and electrical properties [11]. Since the MIT temperature of VO₂ is close to room temperature, VO₂ has application in several devices across various application fields [12, 13].

However, a reproducible, inexpensive process is required to prepare a stable thin film of VO₂. Since vanadium ion has multiple oxidation states from +2 to +5 and is thus vulnerable to a slight change in oxidation potential, it is easily reduced or oxidized during the film deposition process [14].

VO₂ films can be deposited by various methods, such as chemical process [15, 16], e-beam [17], PLD [18], and sputtering [19–22]. Above all, sputtering is generally used. However, owing to the nature of plasma-based processes, it is not easy to obtain a stable and reproducible single phase of VO₂. To overcome these difficulties, various types of target material have been used, such as metallic vanadium, VO₂, and V₂O₃ [23–25]. However, the control of oxidation potential during sputtering remains a difficult task [26]. In terms of economy and ease of target preparation, V₂O₅ is the best material [27]. However, the problem lies in reducing V ions to a stable +4 state. Reactive sputtering with oxygen seems to be a simple and direct way but can be quite difficult to precisely control the plasma composition and prevent surface oxidation of growing films. Alternatively, co-sputtering of another metal oxide target may be a better way to control of oxidation potential. In this work, titanium oxides are selected for this purpose, because they exhibit multiple oxidation states, and their ion

J. O. Choi · H. S. Lee (✉) · K. H. Ko
Department of Energy System Research, Ajou University,
Suwon 443-749, Republic of Korea
e-mail: tastypork@ajou.ac.kr

sizes are similar to those of vanadium. The MIT characteristics of pure VO_2 and co-sputtered VO_2 thin films are also investigated.

Materials and methods

VO_2 thin films were deposited on quartz substrates by radio-frequency (RF) magnetron sputtering without any reactive gas using a V_2O_5 target. TiO and TiO_2 targets were used for Ti oxide– V_2O_5 double target co-sputtering system. High purity V_2O_5 (99.5 %), TiO (99.9 %), and TiO_2 (99.9 %) targets were used (2 in. diameter/6.5-mm thickness). Distance between the target and the substrate was 10 cm. The purity and flow rates of Ar gas were 99.999 % and 20 sccm. Plasma discharge generated at a constant RF power of 200 W was applied to V_2O_5 target, whereas the RF power applied to the TiO and TiO_2 targets ranged from 5 to 50 W. After pre-sputtering of 30 min for target refreshing and process stabilization, the substrate temperature during the deposition ranged from room temperature to 550 °C. The working pressure during the deposition was 3–30 mTorr for V_2O_5 sputtering and 5–7 mTorr for Ti oxide– V_2O_5 co-sputtering. The thickness of the films was maintained at 300 ± 10 nm.

A high resolution surface profiler (α -step, Ambios Technology XP-1) was used to measure the thickness of the films. The crystal structure of the films was characterized by X-ray diffraction (XRD, Rigaku Ultima3) using Cu-K_α radiation. Composition of the films was detected by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP, PerkinElmer Optima 5300DV). Resistivity of the films was measured using four-point probe measurement (Keithley

2636) in the temperature range of 30–90 °C. Optical transmittance was obtained with a UV–Vis–NIR Spectrophotometer (JASCO V-670) in the wavelength range of 400–2500 nm.

Results and discussion

Depending on the working pressure, during sputtering in Ar plasma with a V_2O_5 target, vanadium ions tend to be reduced to +4, +3 states or their mixtures (Fig. 1). The working pressure of 7 and 10 mTorr is needed to obtain a stable VO_2 phase. Undesirable $\text{VO}_2(\text{B})$ rather than $\text{VO}_2(\text{M})$ dominates when pressure exceeds 15 mTorr (Fig. 1). In

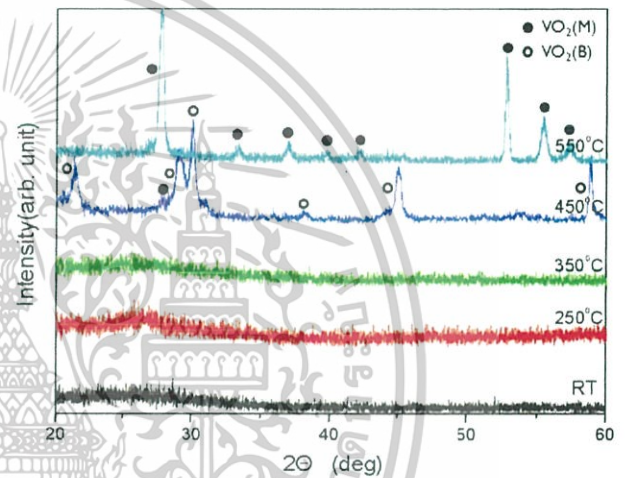


Fig. 2 XRD patterns of the vanadium oxide films deposited by RF magnetron sputtering using V_2O_5 target at various substrate temperatures

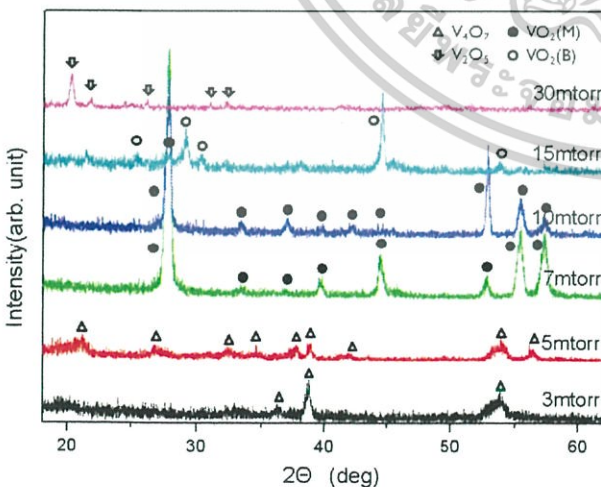


Fig. 1 XRD patterns of the vanadium oxide films deposited by RF magnetron sputtering using V_2O_5 target at various working pressures

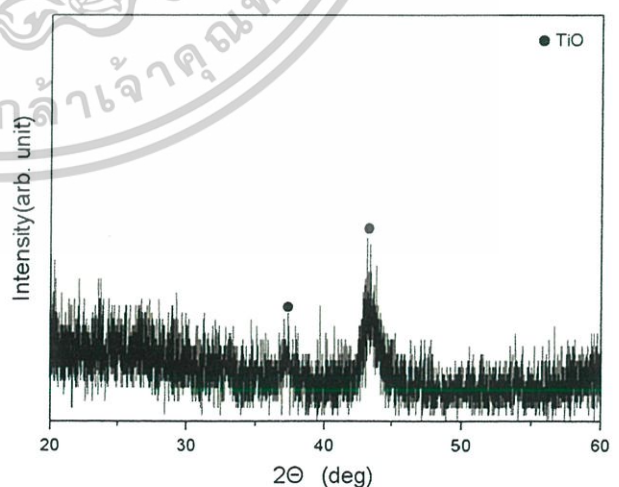


Fig. 3 XRD patterns of the TiO film deposited by RF magnetron sputtering using TiO target

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

addition, the crystalline phase of the deposited film is obtainable only when the substrate is heated to more than 450 °C. Therefore, 550 °C is a reasonable choice of temperature (Fig. 2). The deposition rate reaches peak value at 5 mTorr and then decreases rapidly with pressure. This is because the increase in gas pressure has two opposite effects: increase in sputtering yield which increases the deposition rate and a simultaneous increase in gas phase scattering which reduces the deposition rate. Thus, the latter effect is more dominant than the former. Therefore, sputtering under pressures as low as 5 mTorr is the best solution for obtaining a high deposition rate.

In consideration of these issues, it is found that there are two ways to deposit stable VO₂ films with a high rate: deposition under pressures of 7–10 mTorr, or increase

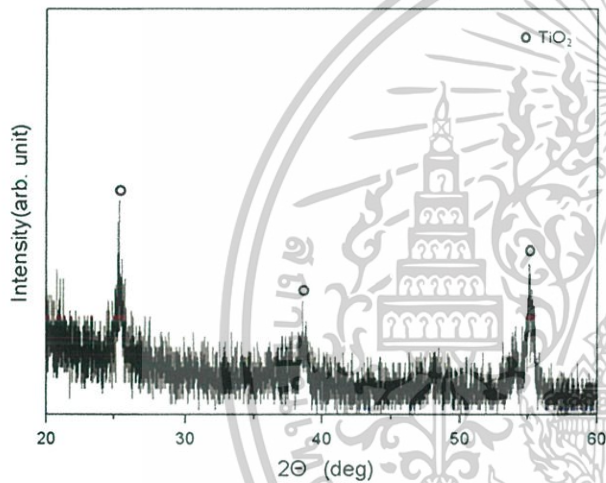


Fig. 4 XRD patterns of the TiO₂ film deposited by RF magnetron sputtering using TiO₂ target

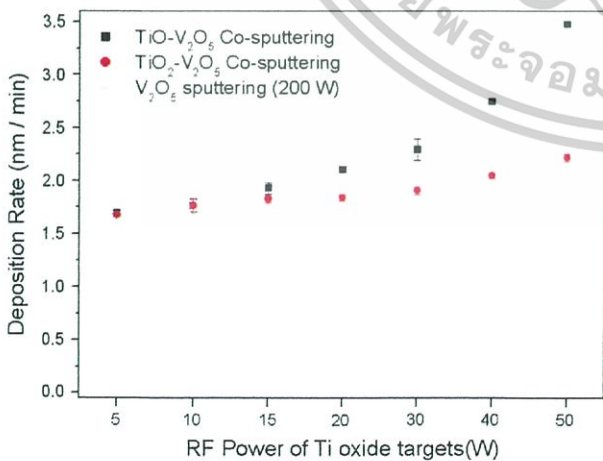


Fig. 5 Deposition rate with RF power of Ti oxide targets using the Ti oxide–V₂O₅ co-sputtering systems

oxygen potential under pressures of 5 mTorr to prevent reduction of vanadium ion to +3 state, but not attain +5 state. The latter process is recommended. However, this method requires precise control of the oxygen potential. A simple and direct approach for this is reactive sputtering with Ar–O₂ plasma. However, this approach has drawbacks of reduced sputtering yield compared with Ar plasma, difficulties in controlling the O₂/Ar ratio, and the surface oxidation of depositing films.

Through co-sputtering of a metal oxide, oxygen can be supplied to control the oxygen potential. Furthermore, many co-sputtering parameters, such as the sputtering power ratio of the two co-sputtered targets and choice of target materials, allow for precise control of the oxygen potential. Ti oxide targets are selected for this purpose, because they exhibit multiple stable ionized states and can be easily prepared.

Sputtering of a single TiO target results in the observation of only one crystalline TiO phase, because the Ti ion is already in a much reduced state (Fig. 3). In contrast, the use of a TiO₂ sputtering target yields a film with a single anatase phase (Fig. 4). Thus, during TiO₂ sputtering, unlike the case of vanadium oxide, the Ti ion is rarely reduced in the film.

As expected, the thickness measurement shows that Ti oxide–V₂O₅ double target systems provide faster deposition rate than single V₂O₅ as RF powers increase, owing to the Ti incorporation into VO₂ films (Fig. 5). These increments are not linear with the RF power of Ti oxide targets. Moreover, the amounts for the two different targets (TiO and TiO₂) are different from each other. With RF power of the V₂O₅ target fixed at 200 W, the desired synergetic effect on the deposition rate starts at 30 W when using TiO₂, while just 15 W is necessary for TiO. Furthermore, the power dependence of Ti contents in VO₂ films is much more sensitive in the latter case (Table 1). In other words, more Ti is sputtered from a TiO target than from the TiO₂ target, as shown by the Ti contents in sputtered films

Table 1 Ti contents in the sputtered film analyzed by ICP

RF power (W)	Ti contents in TiO–V ₂ O ₅ co-sputtered films (%)	Ti contents in TiO ₂ –V ₂ O ₅ co-sputtered films (%)
5	1.69	0.74
10	2.18	1.37
15	4.01	2.68
20	11.63	3.42
30	16.47	14.40
40	33.89	25.08
50	52.60	37.33

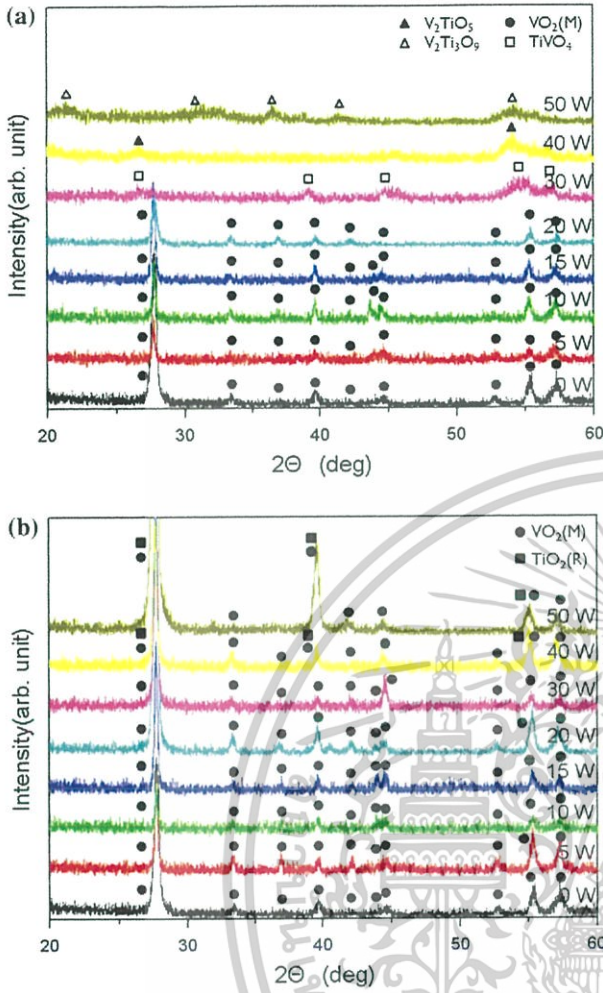


Fig. 6 XRD patterns of the pure VO₂ film and Ti-doped vanadium oxide films at various RF powers of Ti oxide targets at working pressure of 7 mTorr: a TiO–V₂O₅ co-sputtering, b TiO₂–V₂O₅ co-sputtering

analyzed by ICP. Figure 6 shows the XRD patterns of the pure VO₂ film and Ti-doped vanadium oxide films. When using the TiO target (Fig. 6a), the phase changes to various V–Ti mixed oxides when RF powers are higher than 30 W. In contrast, the XRD patterns of the films co-sputtered with the TiO₂ target show no V–Ti mixed oxide phase formations. Instead, films consist of a TiO₂–VO₂ phase mixture when RF power of the TiO₂ target exceeds 40 W (Fig. 6b). Therefore, to obtain a stable VO₂ phase, less than 30 W of RF power is necessary for both Ti oxide targets. The maximum film deposition rate is thus achieved limited only by the RF power parameter.

Figure 7 shows a very distinctive difference between TiO and TiO₂ targets with respect to the working pressure parameter. At 20 W of RF power, TiO₂–V₂O₅ co-sputtering yields stable VO₂ films down to 5 mTorr at which the

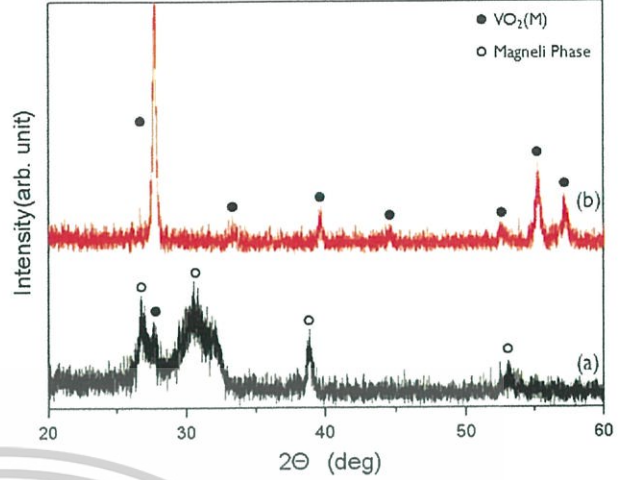


Fig. 7 XRD patterns of the Ti-doped vanadium oxide films at working pressure of 5 mTorr and co-sputtering RF powder of 20 W deposited by RF magnetron co-sputtering: a TiO–V₂O₅ co-sputtering, b TiO₂–V₂O₅ co-sputtering

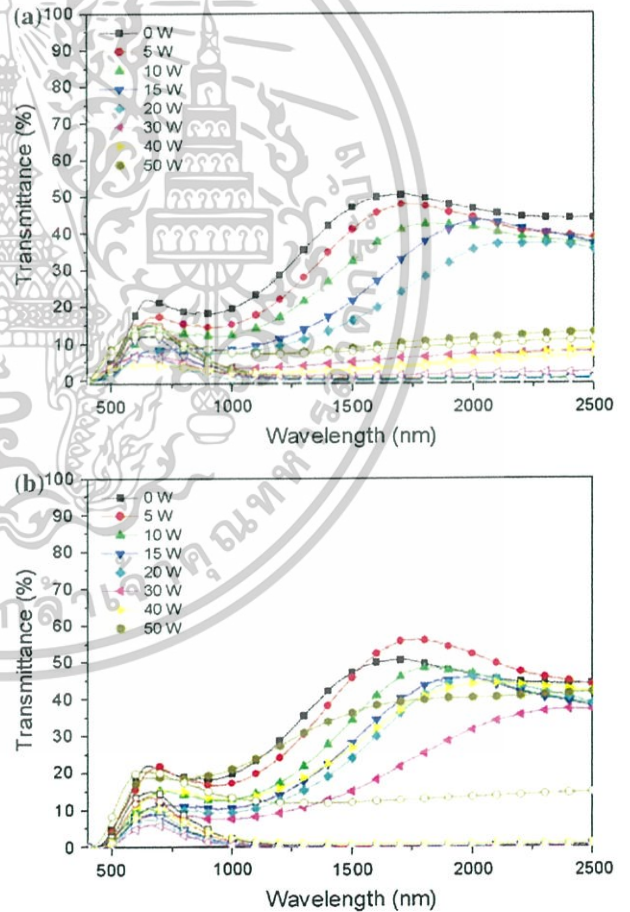


Fig. 8 Transmittance from 400 nm to 2500 nm measured at 30 °C (filled-in circle) and 90 °C (open circle) for the Ti-doped vanadium oxide films at various RF powers of Ti oxide targets with thickness of 300 nm deposited on a quartz substrate at working pressure of 7 mTorr: a TiO–V₂O₅ co-sputtering, b TiO₂–V₂O₅ co-sputtering

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ในการฉ้อฉลใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

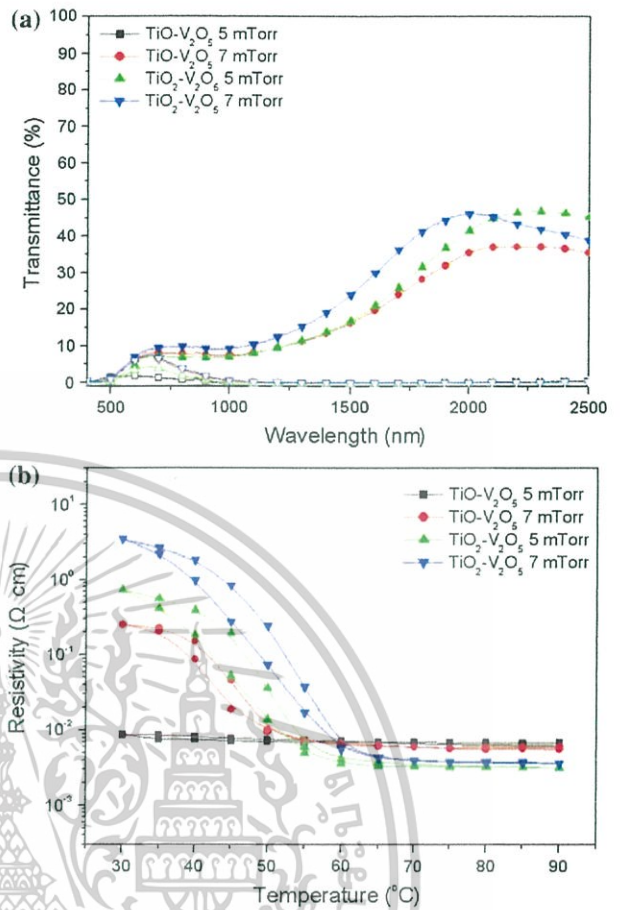
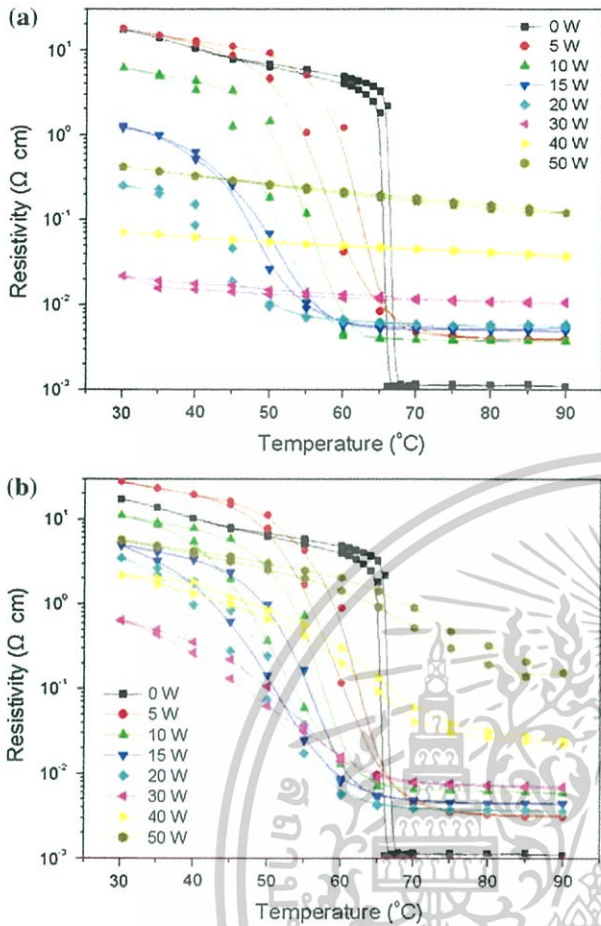


Fig. 9 Resistivity of the Ti-doped vanadium oxide film at various RF powers of Ti oxide targets at temperatures from 30 to 90 °C deposited at working pressure of 7 mTorr: **a** TiO–V₂O₅ co-sputtering, **b** TiO₂–V₂O₅ co-sputtering

Fig. 10 Working pressure dependence of optical and electrical properties of the Ti-doped vanadium oxide films deposited at co-sputtering RF powder of 20 W: **a** Transmittance from 400 to 2500 nm measured at 30 °C (filled-in circles) and 90 °C (open circles), **b** Resistivity at temperatures from 30 to 90 °C

highest deposition rate can be obtained, whereas TiO–V₂O₅ co-sputtering yields some vanadium oxide reduced to less than +4 phases at 5 mTorr. When TiO₂ is sputtered, Ti ion has a stable +4 charge state, as confirmed in single target sputtering experiment, so only the extra oxygen supply prevents V ion reduction below +4 state. However, that is not the case for TiO, where Ti ions themselves can also be oxidized from +2 to +3 and +4 states using the enriched oxygen atmosphere, since V ions have less oxidation potential than Ti. Therefore, the extra oxygen is not available to oxidize V ions to the +4 state.

Figure 8 shows the transmittance for the pure VO₂ and Ti oxide–V₂O₅ co-sputtered films at various RF powers of Ti oxides targets in the visible-infrared region at 30 and 90 °C, respectively. The visible transmittance of pure VO₂ is compared with various deposition processes [15, 17, 18, 20]. In spite of different processes, the visible transmittance is inversely proportional to film thickness. In the

wavelength range from 800 to 1500 nm, the transmittance of pure VO₂ phase is clearly lower at 90 °C than at 30 °C, until Ti incorporation into the film makes the VO₂ structure unstable. This happens at 30 W of RF power for TiO and 40 W for TiO₂. The decrease in transmittance in the near-infrared (NIR) region is related to changes in electrical resistivity (MIT) (Fig. 9). In Fig. 9a, the absence of MIT coincides well with NIR transmittance results and the onset of V–Ti mixed oxide formations (Fig. 6a). In Fig. 9b, the MIT characteristics are found unchanged until 30 W, since the single VO₂ phases are sustained in the TiO₂–VO₂ phase mixture (Fig. 6b).

Figure 10 shows the dependence of the optical and electrical properties of films on the working pressure. Although the transition is weakened as pressure decreases, a clear MIT in the film from TiO₂–V₂O₅ co-sputtering is observed down to 5 mTorr, where as this is not observed in the TiO–V₂O₅ case under 5 mTorr.

Conclusions

In conclusion, we find that the main characteristics of the VO₂ film, such as the MIT, can be sustained when the VO₂ structure is stable in the film. TiO₂ co-sputtering can achieve this goal within the various parameters by preventing the reduction of vanadium, while the deposition parameters of TiO co-sputtering are limited. As a result, effects of Ti oxide co-sputtering are to achieve fast deposition rate and stable VO₂ phase. Furthermore, another metal oxide with a similar oxidation potential may be a candidate for similar performance.

References

- Chen S, Ma H, Xiang S, Yi X (2007) Fabrication and performance of microbolometer arrays based on nanostructured vanadium oxide thin films. *Smart Mater Struct* 16:696–700
- Eden DD (1981) Vanadium dioxide storage material. *Opt Eng* 20:377–378
- Balberg I, Trokman S (1975) High-contrast optical storage in VO₂ films. *J Appl Phys* 46:2111–2119
- Chain EE (1991) Optical properties of vanadium dioxide and vanadium pentoxide thin films. *Appl Opt* 30:2782–2787
- Mlyuka NR, Niklasson GA, Granqvist CG (2009) Mg doping of thermochromic VO₂ films enhances the optical transmittance and decreases the metal–insulator transition temperature. *Appl Phys Lett* 95:171909-1
- Gao Y, Luo H, Zhang Z, Kang L, Chen Z, Du J, Kanehira M, Cao C (2012) Nanoceramic VO₂ thermochromic smart glass: a review on progress in solution processing. *Nano Energy* 1:221–246
- Goodenough JB (1971) The two components of the crystallographic transition in VO₂. *J Solid State Chem* 3:490–500
- Morin FJ (1959) Oxides which show a metal-to-insulator transition at the Neel temperature. *Phys Rev Lett* 3:34–36
- Xu S, Ma H, Dai S, Jiang ZH (2004) Study on optical and electrical switching properties and phase transition mechanism of Mo⁶⁺-doped vanadium dioxide thin films. *J Mater Sci* 39:489–493. doi:10.1023/B:JMSS.0000011503.22893.f4
- Livage J (1999) Optical and electrical properties of vanadium oxides synthesized from alkoxides. *Coord Chem Rev* 190–192:391–403
- Guinneton F, Sauques L, Valmalette JC, Cros F, Gavarrri JR (2001) Comparative study between nanocrystalline powder and thin film of vanadium dioxide VO₂: electrical and infrared properties. *J Phys Chem Solids* 62:1229–1238
- Chen C, Yi X, Zhao X, Xiong B (2001) Characterizations of VO₂-based uncooled Microbolometer linear array. *Sensors Actuator A* 90:212–214
- Chen C, Yi X, Zhang J, Xiong B (2001) Micromachined uncooled IR bolometer linear array using VO₂ thin films. *Int J Infrared Millim* 22:53–58
- Silversmit G, Depla D, Poelman H, Marin GB, Gryse RD (2004) Determination of the V2p XPS binding energies for different vanadium oxidation states (V⁵⁺ to V⁰⁺). *J Electron Spectrosc* 135:167–175
- Dai L, Chen S, Liu J, Gao Y, Zhou J, Chen Z, Cao C, Luo H, Kanehir M (2013) F-doped VO₂ nanoparticles for thermochromic energy-saving foils with modified color and enhanced solar-heat shielding ability. *Phys Chem Chem Phys* 15:11723–11729
- Zhou J, Gao Y, Zhang Z, Luo H, Cao C, Chen Z, Dai L and Liu X (2013) VO₂ thermochromic smart window for energy savings and generation. *Sci. Rep.* doi:10.1038/srep03029
- Lee MH, Kim MG (1996) RTA and stoichiometry effect on the thermochromism of VO₂ thin films. *Thin Solid Films* 286:219–222
- Lappalainen J, Heinilehto S, Jantunen H, Lantoo V (2009) Electrical and optical properties of metal–insulator-transition VO₂ thin films. *J Electroceram* 22:73–77
- Sieradzka K, Wojcieszak D, Kaczmarek D, Domaradzki J, Kirjakidis G, Aperathitis E, Kambilafka V, Placido F, Song S (2011) Structural and optical properties of vanadium oxides prepared by microwave-assisted reactive magnetron sputtering. *Opt Appl* 41:463–469
- Batista C, Ribeiro RM, Vasco Teixeira (2011) Synthesis and characterization of VO₂-based thermochromic thin films for energy-efficient windows. *Nanoscale Res Lett.* doi:10.1186/1556-276X-6-301
- Kana JB, Ndjaka JM, Ateba PO, Ngom BD, Manyala N, Nema-raoui O, Beye AC, Maaza M (2008) Thermochromic VO₂ thin films synthesized by rf-inverted cylindrical magnetron sputtering. *Appl Surf Sci* 254:3959–3963
- Mlyuka NR, Kivaisi RT (2006) Correlation between optical, electrical and structural properties of vanadium dioxide thin films. *J Mater Sci* 41:5619–5624. doi:10.1007/s10853-006-0261-y
- Gopalakrishnan G, Ramanathan S (2011) Compositional and metal–insulator transition characteristics of sputtered vanadium oxide thin films on yttria-stabilized zirconia. *J Mater Sci* 46:5768–5774. doi:10.1007/s10853-011-5532-6
- Wang XJ, Li HD, Fei YJ, Wang X, Xiong YY, Nie YX, Feng KA (2001) XRD and Raman study of vanadium oxide thin films deposited on fused silica substrates by RF magnetron sputtering. *Appl Surf Sci* 177:8–14
- Shigesato Y, Epomoto M, Odaka H (2000) Thermochromic VO₂ films deposited by RF magnetron sputtering using V₂O₃ or V₂O₅ targets. *Jpn J Appl Phys* 39:6016–6024
- Dillon RO, Le K, Janno N (2001) Thermochromic VO₂ sputtered by control of a vanadium–oxygen emission ratio. *Thin Solid Films* 398–399:10–16
- Tsai KY, Chin TS, Shieh HPD (2003) Properties of VO₂ films sputter-deposited from V₂O₅ target. *Jpn J Appl Phys* 42:4480–4483

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

 Springer การฉ้อโกง ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้