

สารเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในโครม โดยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอน
สปีดเตอร์ริง แบบควบคุมเวลาก๊าซไนโตรเจนและกาบริ่งประยุกต์ใช้งาน
FABRICATION OF TaO₂N_x THIN FILM BY REACTIVE GAS-TIMING RF
MAGNETRON SPUTTERING AND UTILIZED APPLICATIONS



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีสารสนเทศและเทคโนโลยี
วิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2557

KMITL-2015-NT-M-001-002

การเตรียมฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์ โดยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอน
สปีดเตอริง แบบควบคุมเวลาก๊าซไอปฏิกิริยาและการประยุกต์ใช้งาน

FABRICATION OF TaO_xN_y THIN FILM BY REACTIVE GAS-TIMING RF
MAGNETRON SPUTTERING AND UTILIZED APPLICATIONS



T146103



นราธร เขมะศิริ
NARATHON KHEMASIRI

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 146103
วันเดือนปี 20 เม.ย. 2560

| |
|---------|
| .b..... |
| .f..... |

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2557

KMITL-2015-NT-M-001-002

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

FABRICATION OF TaO_xN_y THIN FILM BY REACTIVE GAS-TIMING RF
MAGNETRON SPUTTERING AND UTILIZED APPLICATIONS



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2014

KMITL-2015-NT-M-001-002

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2014

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรต์โดยระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสเปตเตอร์แบบ
ควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยาและการประยุกต์ใช้งาน
Thesis Title Fabrication of TaOxNy Thin Film by Reactive Gas-Timing RF Magnetron Sputtering
and Utilized Applications
นักศึกษา นายนราธร เขมะศิริ
รหัสประจำตัว 55670202
ปริญญา วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
สาขาวิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ศ.ดร.จิติ หนูแก้ว
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ดร.ศุภนิจ พรธีระภัทร
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม -
หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2015-NT-M-001-002

| คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ | | ลายมือชื่อ |
|--------------------------|------------|--------------------|
| ผศ.ดร.เบญจพล | ต้นอู๋ | เบญจพล ต้นอู๋ |
| ศ.ดร.จิติ | หนูแก้ว | จิติ หนูแก้ว |
| ผศ.ดร.หุติยาภรณ์ | ทิววงศ์ | หุติยาภรณ์ ทิววงศ์ |
| ดร.ศุภนิจ | พรธีระภัทร | ศ.ดร.พรธีระภัทร |
| ดร.มติ | ห่อประทุม | มติ ห่อประทุม |

วัน / เดือน / ปี ที่สอบ วันจันทร์ที่ 30 มีนาคม พ.ศ. 2558 เวลา 14.30 น. เป็นต้นไป
สถานที่สอบ ณ อาคารวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ห้องประชุม ชั้น 2
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังรับรองแล้ว



(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อนุชิต จารუნาวัตถน์)

คณบดี

วันที่ 24 เดือน กรกฎาคม พ.ศ. 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์โดยระบบอาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง แบบควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยาและการประยุกต์ใช้งาน

นักศึกษา

นาย นราธร เชมะศิริ

รหัสประจำตัว

55670202

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา

นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

พ.ศ.

2557

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ศ.ดร. จิติ หนูแก้ว

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ดร. ศุภนิจ พรธีระภัทร

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ (TaO_xN_y) สำหรับประยุกต์ใช้งานทางด้านการเคลือบปกป้องผิววัสดุและอุปกรณ์ทางแสง สำหรับการเคลือบปกป้องวัสดุ โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่มีอัตราการกัดกร่อนทางเคมีที่สูง ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ได้ถูกเคลือบลงบนผิววัสดุด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ภายใต้การควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบระหว่าง 3 - 20 มิลลิทอร์ จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์มีโครงสร้างในลักษณะออสัญฐาน ในขณะที่การจัดเรียงตัวแบบออร์โธโรอมบิค (Orthorhombic structure) ปรากฏเมื่อนำฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไปอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส การลดลงของความดันรวมห้องสุญญากาศส่งผลให้ค่าความขรุขระบนพื้นผิวฟิล์มบางมีค่าลดลง และค่าดัชนีหักเหของแสงของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมโดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศที่ 3 มิลลิทอร์ แสดงประสิทธิภาพในการปกป้องการกัดกร่อนทางเคมีสูงสุด นอกจากนี้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นชั้นป้องกันการแพร่ซึมแก่ฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์เพื่อยืดอายุของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ สำหรับการใช้งานเป็นอุปกรณ์ทางแสง ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ถูกเตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยาออกซิเจนที่ปล่อยเข้าสู่ระบบในช่วงระหว่าง 5 - 60 วินาที โดยที่เวลาในการปล่อยก๊าซไนโตรเจนคงที่ 60 วินาที เมื่อพิจารณาองค์ประกอบทางเคมีพบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนขึ้น ส่งผลให้มีปริมาณธาตุออกซิเจนในเนื้อฟิล์มบางเพิ่มขึ้นและปริมาณธาตุไนโตรเจนลดลง การเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีทำให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ที่ได้มีค่าระหว่าง 2.87 - 4.28 อิเล็กตรอนโวลต์ นอกจากนี้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้ (Flexible optical filter) สำหรับใช้ในระบบโฟโตลูมิเนสเซนซ์ (Photoluminescence system) เพื่อวิเคราะห์วัสดุที่มีแถบพลังงานต้องห้ามที่กว้าง (Wide energy band gap material) อาทิเช่น ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ได้

คำสำคัญ ; ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์, การควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา, อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง, อุปกรณ์ทางแสง, อุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้, ระบบโฟโตลูมิเนสเซนซ์

| | |
|-------------------|---|
| Thesis Title | Fabrication of TaO _x N _y thin film by reactive gas-timing rf magnetron sputtering and utilized applications |
| Student | Mr. Narathon Khemasiri |
| Student ID | 55670202 |
| Degree | Master of Science |
| Program | Nanoscience and Nanotechnology |
| Year | 2014 |
| Thesis Advisor | Prof. Dr. Jiti Nukeaw |
| Thesis Co-advisor | Dr. Supanit Porntheeraphat |

ABSTRACT

This research aims to study tantalum oxynitride (TaO_xN_y) films, to be utilized for protective coatings and optical toolings. For the protective coatings, anticorrosive layers of Ta_xO_y films were fabricated via rf magnetron sputtering at 3 to 20 mTorr. All the sputtered films were characterized by X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), spectroscopic ellipsometry, and potentiostat-galvanometer. The XRD patterns indicate amorphous Ta_xO_y films, which became orthorhombic Ta₂O₅ after 700°C annealing treatment. The AFM images show the decrease of surface roughness from 1.42 to 0.10 nm because the reduced working pressure is related to higher surface mobility. Similarly, the refractive index was also increased as implied from lower pores inside film microstructures. The anticorrosive performance shows that the Ta_xO_y film fabricated at 3 mTorr demonstrates corrosive resistance as high as 40.00 MΩ. The Ta_xO_y film is finally applied as oxygen passivation layer for extending the life time of Zn₃N₂ film. For the optical tooling, TaO_xN_y films are fabricated by the same sputtering with reactive gas-timing technique. During the deposition, nitrogen timing is fixed at 60 sec, and oxygen timing is supplied from 5 sec to 60 sec. The chemical composition was investigated by Auger electron spectroscopy. As the oxygen timing was increased, the oxygen component gradually increases whereas nitrogen component decreases in the film. In addition, refractive index, reduced from 3.05 to 2.37, and the optical band gap, increased from 2.87 eV to 4.28 eV, are both caused by the increased bonds of tantalum and oxygen. Finally the sputtered TaO_xN_y film is successfully utilized for a flexible optical filter in the study of wide band gap materials, i.e., ZnO and TiO₂, via photoluminescence system.

Keywords: Tantalum oxynitride, Reactive gas-timing technique, RF magnetron sputtering, Protective coating, Optical tooling.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์ลงได้ ขอขอบพระคุณ ศ.ดร. จิต หนูแก้ว ที่ให้คำแนะนำและชี้แนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัยตลอดจนการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้น รวมทั้งให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ตลอดมา

ขอขอบพระคุณ ดร. ศุภนิจ พรธีระภัทร ดร. มติ ห่อประทุม ดร. พิทักษ์ เอี่ยมชัย และ ดร.ดา รินี พรหมโยธิน ที่คอยให้คำปรึกษาเกี่ยวกับการเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบาง ทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วง

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร. เบญจพล ตันธุ์ และ ดร. ทุตติยาภรณ์ ทิววงศ์ ที่ให้คำแนะนำในการเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบคุณศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ (NANOTEC) ที่สนับสนุนงบประมาณในการทำงานวิจัย รวมทั้ง ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (TMEC) วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือในด้านเครื่องมือการเตรียมฟิล์มบาง ตลอดจนเครื่องมือในการตรวจวัดสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ และเป็นแหล่งเรียนรู้

ขอขอบคุณ พี่ ๆ น้อง ๆ เพื่อน ๆ ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง รวมทั้งห้องปฏิบัติการฟิล์มบางเชิงแสง (Optical thin film laboratory) ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ที่คอยให้คำแนะนำต่าง ๆ และคอยให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ท้ายที่สุดขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และ ครอบครัววชิระศิริ ที่คอยเป็นกำลังใจจนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์

สารบัญ

หน้า

| | |
|---|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | I |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | II |
| กิตติกรรมประกาศ..... | III |
| สารบัญ..... | IV |
| สารบัญตาราง..... | VIII |
| สารบัญรูป..... | IX |
| | |
| บทที่ 1 บทนำ..... | 1 |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย..... | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย..... | 2 |
| 1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย..... | 2 |
| 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ..... | 3 |
| | |
| บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการทำงาน..... | 4 |
| 2.1 การกั้ดกร่อนและการป้องกันการกั้ดกร่อน..... | 4 |
| 2.2 ทฤษฎีการปลูกฟิล์มบางด้วยระบบสปัตเตอร์ริง..... | 6 |
| 2.2.1 หลักการสปัตเตอร์ริง..... | 7 |
| 2.2.2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวเป้าของสารเคลือบ..... | 7 |
| 2.2.3 ค่าyield ของสปัตเตอร์ริง (Sputtering yield: Y)..... | 8 |
| 2.2.4 ขบวนการก๊าซดิสชาร์จ (Gas discharge process)..... | 9 |
| 2.2.5 ระบบการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง..... | 10 |
| 2.2.6 ระบบการเคลือบฟิล์มแบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง..... | 12 |
| 2.2.7 Structure zone model..... | 15 |
| 2.3 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบาง..... | 17 |
| 2.3.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์..... | |
| (X-ray diffraction: XRD)..... | 17 |
| 2.3.2 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม..... | |
| (Atomic force microscope: AFM)..... | 20 |
| 2.3.3 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ..... | |
| เลื่อนกราด (Field emission scanning electron microscope: FE-SEM)..... | 23 |
| 2.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบ ยูวี-วิสิเบิล โฟโตมิเตอร์..... | |
| (UV-Visible spectrophotometer)..... | 26 |

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

| | |
|---|----|
| 2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบสเปกโทรสโกปีอิลิปโซเมทรี..... | |
| (Spectroscopic ellipsometer)..... | 32 |
| 2.3.5.1 ขั้นตอนการวัดข้อมูลจากฟิล์มบาง..... | 35 |
| 2.3.5.2 การสร้างแบบจำลอง..... | 35 |
| 2.3.5.3 การวิเคราะห์ด้วยวิธี Regression analysis..... | 37 |
| 2.3.5.4 การประเมินค่าจากแบบจำลองที่ได้หลังจากการวิเคราะห์..... | 38 |
| บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย..... | 39 |
| 3.1 การเตรียมฟิล์มบางด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง..... | 40 |
| 3.1.1 ส่วนประกอบเครื่องสปัตเตอริง AJA International Inc..... | 41 |
| 3.1.2 กระบวนการทำความสะอาดวัสดุฐานรองรับสำหรับเคลือบฟิล์มบาง..... | 43 |
| 3.2 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | 45 |
| 3.2.1 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์โดยการควบคุม..... | |
| ความดันรวมห้องสุญญากาศ..... | 45 |
| 3.2.2 การอบให้ความร้อนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | 46 |
| 3.3 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... | 47 |
| 3.4 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบาง..... | 49 |
| 3.4.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์..... | |
| (X-ray diffraction: XRD)..... | 49 |
| 3.4.2 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม..... | |
| (Atomic force microscope: AFM)..... | 50 |
| 3.4.3 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ..... | |
| เลื่อนกราด (Field emission scanning electron microscope: FE-SEM)..... | 51 |
| 3.4.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบ ยูวี-วิสิเบิล โฟโตมิเตอร์..... | |
| (UV-Visible spectrophotometer)..... | 52 |
| 3.4.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบสเปกโทรสโกปีอิลิปโซเมทรี..... | |
| (Spectroscopic ellipsometer)..... | 53 |
| 3.4.6 การตรวจสอบสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีด้วย..... | |
| ระบบไฟฟ้าเคมีโพเทนชิโอสเตส (Potentiostat and galvanometer)..... | 54 |
| 3.4.6.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง..... | 55 |
| 3.4.6.2 การเตรียมระบบไฟฟ้าเคมี..... | 56 |

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

| | |
|--|----|
| บทที่ 4 ผลการดำเนินงานวิจัย..... | 57 |
| 4.1 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์..... | |
| สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการศึกษาเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า | |
| ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ | |
| สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการศึกษาเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า | 57 |
| 4.1.1 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่ออัตราการเคลือบ..... | |
| ฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์..... | 57 |
| 4.1.2 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่อลักษณะกายภาพพื้นผิว..... | |
| ฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์..... | 59 |
| 4.1.3 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่อสมบัติทางแสง..... | |
| ฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์..... | 60 |
| 4.1.4 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่อสมบัติการป้องกันการกัดกร่อน..... | |
| ทางเคมีฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์..... | 61 |
| 4.1.5 การเปรียบเทียบสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาล์ม.. | |
| ออกไซด์ในโครงสร้างแบบอสัณฐานและโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรอมบิค..... | 63 |
| 4.1.6 การประยุกต์ใช้งานฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์เป็นชั้นป้องกันการแพร่ซึม..... | 65 |
| 4.2 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์สำหรับการประยุกต์ใช้งาน..... | |
| เป็นอุปกรณ์ทางแสง..... | 67 |
| 4.2.1 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบ..... | |
| ต่ออัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์..... | 67 |
| 4.2.2 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบ..... | |
| ต่อลักษณะกายภาพพื้นผิวฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์..... | 68 |
| 4.2.3 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบ..... | |
| ต่อองค์ประกอบทางเคมีฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์..... | 70 |
| 4.2.4 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบ..... | |
| ต่อสมบัติทางแสงฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์..... | 71 |
| 4.2.5 การประยุกต์ใช้งานฟิล์มบางแทนทาล์มออกซีไนไตรด์..... | |
| เป็นอุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้..... | 74 |
| บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานวิจัยและข้อเสนอแนะ..... | 78 |
| 5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย..... | 78 |

สารบัญ(ต่อ)

| | หน้า |
|---|------|
| 5.1.1 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | |
| สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการเคลือบป้องกันพื้นผิววัสดุ..... | 78 |
| 5.1.2 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์สำหรับการประยุกต์ใช้งาน..... | |
| เป็นอุปกรณ์ทางแสง..... | 79 |
| 5.2 ข้อเสนอแนะและแนวทางในการศึกษาต่อ..... | 80 |
| เอกสารอ้างอิง..... | 81 |
| ประวัติผู้เขียน..... | 83 |



สารบัญตาราง

| ตารางที่ | หน้า |
|--|------|
| 2.1 ข้อดีและข้อเสียของอิลิปโซมิเตอร์..... | 32 |
| 3.1 แสดงเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | 45 |
| 3.2 แสดงเงื่อนไขในการอบให้ความร้อนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | 46 |
| 3.3 แสดงเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... | 47 |



สารบัญรูป

| รูปที่ | หน้า |
|--|------|
| 2.1 Galvanic series..... | 5 |
| 2.2 แสดงส่วนประกอบห้องสุญญากาศของระบบสปีดเตอริง..... | 6 |
| 2.3 แสดงอันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวของเป้าสารเคลือบ..... | 8 |
| 2.4 แสดงระบบการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี สปีดเตอริง..... | 11 |
| 2.5 แสดงการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก..... | 11 |
| 2.6 แสดงการจัดสนามแม่เหล็กและแนวการจัดเป้าสารเคลือบในระบบเคลือบฟิล์มบางแบบ..... พลาสมา แมกนีตรอน สปีดเตอริง..... | 12 |
| 2.7 แสดงลักษณะแผนภาพแหล่งจ่ายไฟฟ้าในระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปีดเตอริง..... | 13 |
| 2.8 แสดงโครงสร้างของการเกิดฟิล์มในรูปแบบต่าง ๆ..... | 16 |
| 2.9 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากระนาบในผลึกตามกฎของแบรกก์..... | 17 |
| 2.10 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากระนาบในกรณีคลื่นแทรกสอดแบบเสริมกัน..... และแบบหักล้าง..... | 18 |
| 2.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์..... | 19 |
| 2.12 แสดงหัวโพรบที่มีเข็มปลายแหลมขนาดเล็กเล็กติดอยู่บริเวณปลายของคาน..... | 20 |
| 2.13 แสดงแผนภาพระบบแสงที่ใช้วัดการโค้งงอของคาน..... | 20 |
| 2.14 แสดงระบบการวัดกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม..... | 21 |
| 2.15 แสดงกราฟแรงอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลและระยะห่าง..... | 22 |
| 2.16 แสดงโครงสร้างหลักกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด..... | 24 |
| 2.17 แสดงผลจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง..... | 24 |
| 2.18 แสดงการเกิดรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องและรังสีเอ็กซ์เฉพาะธาตุ..... | 25 |
| 2.19 แสดงลักษณะการเดินทางของแสงทะลุผ่านตัวกลาง..... | 26 |
| 2.20 แสดงการส่องผ่านแสงและการสะท้อน..... | 29 |
| 2.21 แสดงการโพลาไรซ์ของแสงที่สะท้อนจากตัวกลาง (1) 2 ตัวกลาง และ (2) 3 ตัวกลาง..... | 32 |
| 2.22 แสดงส่วนประกอบของเครื่อง Spectroscopic ellipsometry..... | 33 |
| 2.23 Variable angle spectroscopic ellipsometer (VASE) ที่มีตัวรับแสงเพื่อวิเคราะห์แบบ..... หมุนรอบแกน (Rotating analyzer ellipsometer, RAE) ของบริษัท J.A. Woollam..... | 33 |
| 2.24 แสดงขั้นตอนการหาค่าความหนาและค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มที่วัดได้จากเครื่อง VASE..... ด้วยโปรแกรม WVASE32..... | 38 |
| 3.1 แสดงไดอะแกรมขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย..... | 39 |
| 3.2 แสดงระบบ สปีดเตอริง AJA International, Inc. รุ่น ATC 2000F..... | 40 |
| 3.3 ระบบควบคุมเครื่องสปีดเตอริง AJA International, Inc..... | 41 |
| 3.4 แสดงระบบระบายความร้อนด้วยน้ำหล่อเย็น..... | 41 |
| 3.5 แสดงระบบปั๊มสุญญากาศ..... | 42 |
| 3.6 แสดงลักษณะห้องเคลือบสุญญากาศ..... | 43 |

สารบัญรูป(ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|--|------|
| 3.7 แสดงขั้นตอนการทำความสะอาดวัสดุฐานรองรับ..... | 44 |
| 3.8 แสดงไดอะแกรมควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบที่เวลาต่าง ๆ (ก) 5 วินาที..... (ข) 15 วินาที (ค) 30 วินาที (ง) 60 วินาที..... | 48 |
| 3.9 แสดงเครื่อง X-Ray diffractometer (XRD) รุ่น TTRAX III | 49 |
| 3.10 แสดงกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM), Seiko SPA-400..... | 50 |
| 3.11 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด บริษัท Hitachi รุ่น S4700..... | 51 |
| 3.12 แสดงเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ของบริษัท PG Instrument รุ่น T90+..... | 52 |
| 3.13 แสดงแบบจำลองทางกายภาพของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | 53 |
| 3.14 แสดงระบบ Potentiostat and Galvanometer บริษัท Metrohn รุ่น PGST AT-302..... | 54 |
| 3.15 แสดงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบลงวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลส 304..... | 55 |
| 3.16 แสดงวิธีการหุ้มด้วยกาวอีพ็อกซี่..... | 55 |
| 3.17 แสดงรูปแบบการต่อขั้วไฟฟ้าในระบบไฟฟ้าเคมี..... | 56 |
| 3.18 แสดงการตั้งค่าพารามิเตอร์ในระบบ Potentiostat and galvanometer..... | 56 |
| 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... และความดันรวมห้องสุญญากาศ..... | 58 |
| 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขรุขระบนพื้นผิวและขอบเขตเกรนบนพื้นผิว..... เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ..... | 59 |
| 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าดัชนีหักเหของแสงและค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่น..... ในการแก้ตัวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ..... | 60 |
| 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสการกัดกร่อน และค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมี.... ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ..... | 62 |
| 4.5 แสดงกลไกการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... | 62 |
| 4.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์..... ที่ผ่านการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ..... | 63 |
| 4.7 แสดงค่ากระแสการกัดกร่อนและค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมี..... ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในรูปแบบอสัณฐานและรูปแบบผลึก..... | 64 |
| 4.8 แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์..... (ก.) ปราศจากการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ (ข.) เคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์...66 | |
| 4.9 แสดงอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์..... | 68 |
| 4.10 แสดงค่าความขรุขระบนพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์..... | 69 |
| 4.11 แสดงภาพตัดขวางฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ที่เตรียมด้วยการควบคุมเวลา..... ก๊าซออกซิเจน (ก.) 5 วินาที (ข.) 15 วินาที (ค.) 30 วินาที และ (ง.) 60 วินาที..... | 69 |
| 4.12 แสดงองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์..... | 70 |

สารบัญรูป(ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|---|------|
| 4.13 ค่าดัชนีหักเหของแสงและค่าสัมประสิทธิ์ดัชนีหักเหของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไอพ่นที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร..... | 71 |
| 4.14 ค่าดัชนีหักเหของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุม..... อัตราการไหลก๊าซไนโตรเจนที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร..... | 72 |
| 4.15 แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... | 72 |
| 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงและพลังงานโฟตอนของ..... ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... | 73 |
| 4.17 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... | 74 |
| 4.18 แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... บนวัสดุฐานรองรับชนิดPET..... | 75 |
| 4.19 แสดงอุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ชนิดโค้งงอได้..... | 75 |
| 4.20 แสดงการโค้งงอของตัวอุปกรณ์..... | 76 |
| 4.21 แสดงสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนส์ของวัสดุซิงค์ออกไซด์ ที่ไม่มีการใช้อุปกรณ์กรองแสง..... | 77 |
| 4.22 แสดงสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนส์ของวัสดุซิงค์ออกไซด์ที่มีการใช้อุปกรณ์กรองแสง..... ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์..... | 77 |

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ปัจจุบันฟิล์มบางสารประกอบในกลุ่มโลหะออกซีไนไตรด์ (Metal-oxynitride) โดยเฉพาะอย่างยิ่ง แทนทาลัมออกซีไนไตรด์ (Tantalum oxynitride) กำลังได้รับความสนใจอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสมบัติเด่นเฉพาะตัวของวัสดุ เช่น มีแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงที่กว้าง (High optical band gap) มีเสถียรภาพทางความร้อนและทางเคมีที่สูง (High thermal and chemical stability) มีค่าดัชนีหักเหของแสงที่สูง (High refractive index) มีความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีที่สูง (High corrosive resistance) รวมทั้งเป็นวัสดุที่สามารถใช้ร่วมกับเซลล์สิ่งมีชีวิตได้ (Biocompatible material) เป็นต้น ซึ่งสมบัติเด่นดังกล่าวเกิดจากการรวมกันระหว่างสมบัติเด่นของแทนทาลัมไนไตรด์ (Tantalum nitride) และแทนทาลัมออกไซด์ (Tantalum oxide) การเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีระหว่างออกซิเจน ไนโตรเจน และแทนทาลัม ในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เป็นตัวแปรควบคุมสมบัติทางเคมีและสมบัติทางฟิสิกส์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ ส่งผลให้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างหลากหลาย อาทิเช่น ชั้นเคลือบแข็ง (Hard coating layer)[1], ชั้นไวไอออน (Ion sensitive layer) ในอุปกรณ์ตรวจวัดค่าพีเอช[2] รวมทั้งขั้วไฟฟ้าแอโนดในเทคโนโลยีการแยกน้ำด้วยแสงอาทิตย์ (Solar water splitting) [3] เป็นต้น

ในกระบวนการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์นั้นสามารถเตรียมได้จากหลายวิธีไม่ว่าจะเป็น การเคลือบแบบหมุน (Sol-gel spin coating), การเคลือบด้วยไอระเหยเคมี (Chemical Vapor Deposition) รวมทั้ง ระบบอาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง (RF magnetron sputtering) เป็นต้น ซึ่งกระบวนการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่นิยมกันอย่างแพร่หลายระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง เนื่องจาก มีอัตราการเคลือบฟิล์มบางที่สูง (High deposition rate), สามารถทำซ้ำได้ (Repeatable), มีการยึดติดระหว่างฟิล์มบางและวัสดุฐานรองรับที่ดี (High adhesion) รวมทั้งสามารถควบคุมลักษณะความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous structure) ในเนื้อฟิล์มบางได้ แต่ความแม่นยำในการควบคุมองค์ประกอบทางเคมีระหว่างธาตุออกซิเจนและธาตุไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ ที่เตรียมด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริงนั้น ยังทำได้ค่อนข้างยากเนื่องจากออกซิเจนมีความไวในการทำปฏิกิริยาที่สูงกว่าไนโตรเจน จากบทความทางวิชาการของ A. Sungtong และคณะ ได้เสนอเทคนิคในการเตรียมฟิล์มบางโลหะออกซีไนไตรด์ที่สามารถควบคุมปริมาณออกซิเจนและไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบางได้อย่างแม่นยำ รวมทั้งไม่มีการให้ความร้อนแก่วัสดุฐานรองรับในขณะที่ทำการเตรียมฟิล์มบาง หรือการอบให้ความร้อนภายหลังการเตรียมฟิล์มบาง ซึ่งเรียกว่า เทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา (Reactive gas-timing technique)[4] ซึ่งเทคนิคดังกล่าวสามารถนำมาประยุกต์ใช้กับการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ได้

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์และฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา ร่วมกับ ระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้าน การเคลือบป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีแก่วัสดุที่มีอัตราการกัดกร่อนสูง และ การนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นอุปกรณ์ทางแสง ตามลำดับ

1.2. วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ร่วมกับเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา
- 1.2.2 เพื่อศึกษาการตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ ประกอบไปด้วย
1. ศึกษาโครงสร้างผลึก (Crystal structure) ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD)
 2. ศึกษาสัณฐานวิทยา (Surface morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic force microscope: AFM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field emission scanning electron microscope: FE-SEM)
 3. ศึกษาสมบัติทางแสงด้วย ยูวีวิซิเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) และสเปคโตรสโคปิก อิลิปโซเมทรี (Spectroscopic ellipsometry)
 4. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมี ด้วย ออเจอร์อิเล็กตรอน สเปคโตรสโคปี (Auger electron spectroscopy: AES)
 5. ศึกษาการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีด้วย ระบบไฟฟ้าเคมีโพเทนชิโอสเตส (Potentiostat and galvanometer)
- 1.2.3 เพื่อศึกษาการนำฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ไปประยุกต์ใช้เป็นชั้นเคลือบป้องกันพื้นผิววัสดุ และอุปกรณ์ทางแสง

1.3. ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย

- 1.3.1 เตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ร่วมกับเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา
- 1.3.2 ตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ ประกอบไปด้วย
1. ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
 2. ตรวจสอบสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 3. ตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วย ยูวี-วิซิเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ และสเปคโตรสโคปิก อิลิปโซเมทรี
 4. ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วย ออเจอร์อิเล็กตรอน สเปคโตรสโคปี
 5. ตรวจสอบการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีด้วย ระบบไฟฟ้าเคมีโพเทนชิโอสเตส
- 1.3.3 ประยุกต์ใช้งานฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์เป็นชั้นเคลือบป้องกันพื้นผิววัสดุ และอุปกรณ์ทางแสง

1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 มีความรู้ความเข้าใจและสามารถเตรียมฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์ในไตรต์ รวมทั้งฟิล์มบางชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไอปฏิกิริยา ร่วมกับระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริงได้
- 1.4.2 มีทักษะในการวิเคราะห์ผลการตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบาง
1. การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
 2. การตรวจสอบสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 3. การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยยูวีวิชีเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ และสเปคโตรสโคปิค อิลิปโซเมทรี
 4. การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยยูวีวิชีเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ และสเปคโตรสโคปิค อิลิปโซเมทรี
 5. การตรวจสอบการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีด้วย ระบบไฟฟ้าเคมีโพเทนซิโอสเตส
- 1.4.3 สามารถนำฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาล์มออกไซด์ในไตรต์ที่เตรียมได้ไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ



บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 การกัดกร่อนทางเคมีและการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมี

จากนิยามมาตรฐาน DIN EN ISO 8044 การกัดกร่อน (Corrosion) คือ ปฏิกิริยาระหว่างวัสดุโลหะกับสิ่งแวดล้อม ซึ่งนำไปสู่การเสื่อมสภาพของวัสดุ และยังส่งผลให้ความสามารถในการทำหน้าที่ของวัสดุดังกล่าวเสียหายไป โดยส่วนใหญ่ปฏิกิริยาดังกล่าวจะเป็นปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี แต่ทั้งนี้สามารถเป็นปฏิกิริยาเคมี หรือปฏิกิริยาทางกายภาพของโลหะได้เช่นกัน อะตอมของโลหะ M ที่มีการสูญเสียอิเล็กตรอนจะเรียกว่าเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ



เมื่อ n คือจำนวนอิเล็กตรอนวงนอกสุด (Valence electron) ตำแหน่งที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเรียกว่า แอโนด (Anode) หรือขั้วลบ สามารถเรียกปฏิกิริยาออกซิเดชันได้อีกอย่างหนึ่งว่า ปฏิกิริยาแอโนดิก (anodic reaction) อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากอะตอมโลหะตามสมการที่ 2.1 จะไปรวมกับอีก เคมีคอลสปีชีส์อื่น (Chemical species) เกิดเป็นปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) ซึ่งในสภาวะต่างกัน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะแตกต่างกันออกไป ในกรณีที่เป็นสารละลายกรด จะมีปริมาณของไฮโดรเจนไอออน H^+ สูง และจะถูกรีดิวซ์ดังสมการ



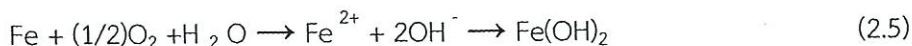
ในกรณีสารละลายกรดที่มีก๊าซออกซิเจนละลายอยู่ ปฏิกิริยารีดักชันจะเกิดดังสมการ

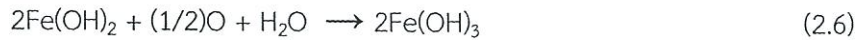


ในกรณีสารละลายที่เป็นกลางหรือด่างที่มีก๊าซออกซิเจนละลายอยู่ ปฏิกิริยารีดักชันจะเกิดดังสมการ

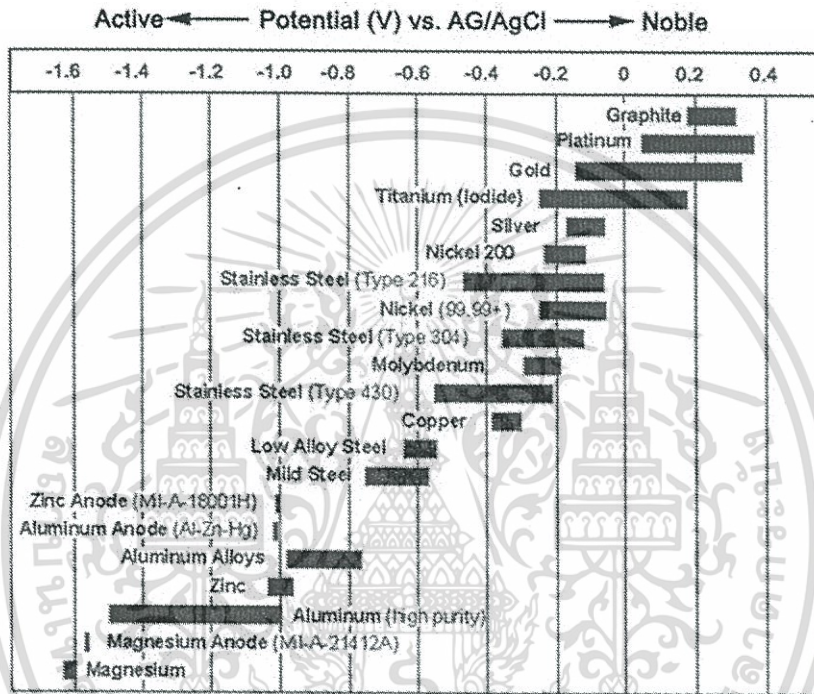


บริเวณที่เกิดปฏิกิริยารีดักชันจะเรียกว่า คาโทด (cathode) หรือขั้วบวก ในบางกรณีจะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน หลายปฏิกิริยาได้พร้อมๆ กัน โดยทั่วไปแล้วปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีจะประกอบด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชันและปฏิกิริยารีดักชันอย่างน้อยอย่างละหนึ่งปฏิกิริยา เราเรียกแต่ละปฏิกิริยาย่อยนี้ว่า ครึ่งปฏิกิริยา (half-reaction) ซึ่งเมื่อรวมกันแล้วอิเล็กตรอนทั้งหมดที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชันจะต้องถูกใช้หมดด้วยปฏิกิริยารีดักชัน ยกตัวอย่างเช่น การเกิดสนิมเหล็ก $Fe(OH)_3$ ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของเหล็กที่อยู่ในน้ำที่มีก๊าซออกซิเจนละลายอยู่ โดยปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นสองขั้นตอนดังสมการ





ผลที่ตามมาจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน คือ ไอออนของโลหะอาจจะอยู่ในรูปของไอออนในสารละลาย ในรูปของสารประกอบที่ไม่ละลายน้ำอย่าง $\text{Fe}(\text{OH})_3$ เป็นต้น ค่า Standard EMF Series นั้นเป็นค่าที่ได้จากเงื่อนไข ระบบที่พิจารณาอยู่ในสภาวะอุดมคติ คือที่อุณหภูมิห้อง และความดันหนึ่งบรรยากาศ อย่างไรก็ตาม เพื่อให้ใกล้เคียงกับสภาวะการใช้งานจริงมากขึ้น จึงเกิดเป็น Galvanic Series ขึ้น ดังแสดงรูปที่ 2.1 จากรูปเห็นได้ว่าลำดับของโลหะใน Standard EMF Series ค่อนข้างสอดคล้องกับใน Galvanic Series โลหะที่อยู่ด้านบนของตารางแสดงว่ามีความเฉื่อยมาก (เป็นแคโทด) ส่วนโลหะที่อยู่ด้านล่างของตารางแสดงว่ามีความไวต่อปฏิกิริยามาก (เป็นแอโนด)

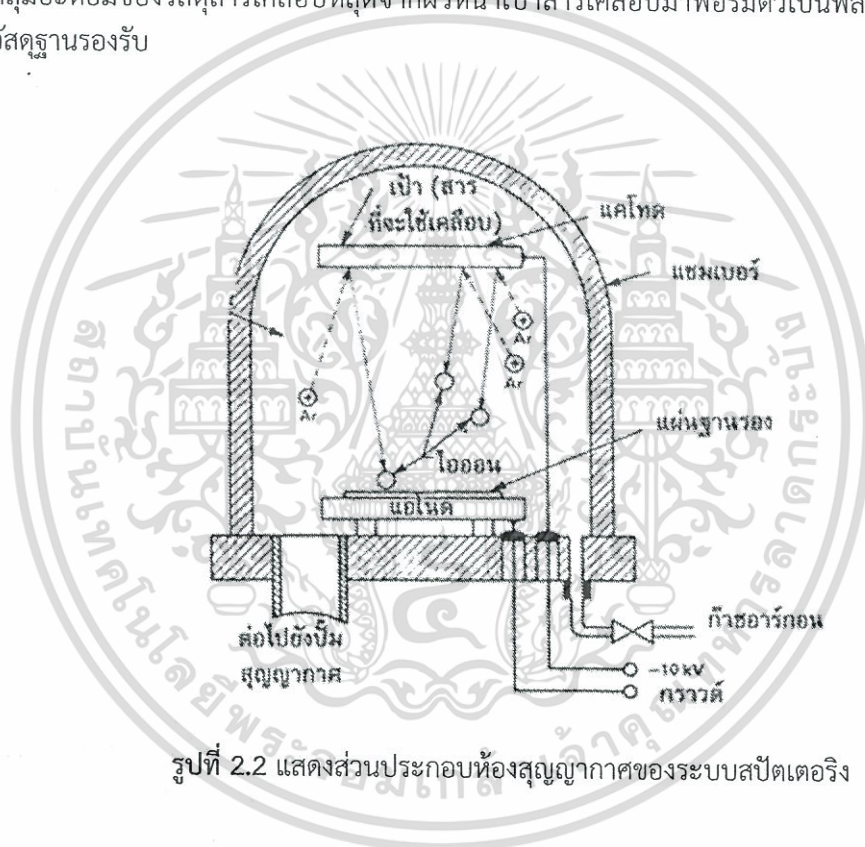


รูปที่ 2.1 Galvanic Series

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 ทฤษฎีการเตรียมฟิล์มบางด้วยระบบสปัตเตอริง

เทคนิคสปัตเตอริงเป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางซึ่งอาจจะเป็นโลหะ สารกึ่งตัวนำ หรือฉนวน โดยห้องเคลือบสุญญากาศ (Sputtering chamber) ของระบบสปัตเตอริง แสดงดังรูปที่ 2.2 ในระบบดังกล่าวประกอบไปด้วย วัสดุฐานรองรับ (Substrate) จะถูกต่ออยู่กับขั้วไฟฟ้าแอโนด (Anode) และเป้าโลหะสารเคลือบ (Sputtering target) ซึ่งเป็นวัสดุที่จะทำการเคลือบ จะถูกต่อกับขั้วแคโทด (Cathode) เมื่อทำการดูดอากาศออกจากห้องสุญญากาศจนได้ความดันที่ต้องการ (อยู่ในช่วงประมาณ $10^{-5} - 10^{-6}$ mBar) จากนั้นจะทำการป้อนแรงดันค่าสูงให้ระหว่างขั้วแอโนดกับแคโทด และปรับความดันของก๊าซเฉื่อย (มักใช้อาร์กอนเนื่องจากเป็นธาตุที่มีน้ำหนักอะตอมค่อนข้างมาก จึงเหมาะกับการใช้เป็นอะตอมบอมบาร์ด) ที่จะเข้ามาในระบบให้มีความดันตามที่ต้องการ หลังจากนั้นก๊าซอาร์กอนจะแตกตัวเป็นไอออนอันเนื่องจากสนามไฟฟ้าที่ป้อนให้ ดังนั้นไอออนเหล่านี้จึงเคลื่อนตัวจากขั้วแอโนดไปยังแคโทด และปะทะกับเป้าโลหะสารเคลือบ ทำให้อะตอมหรือกลุ่มอะตอมของวัสดุสารเคลือบหลุดจากผิวหน้าเป้าสารเคลือบมาฟอร์มตัวเป็นฟิล์มบางลงบนแผ่นวัสดุฐานรองรับ



รูปที่ 2.2 แสดงส่วนประกอบห้องสุญญากาศของระบบสปัตเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

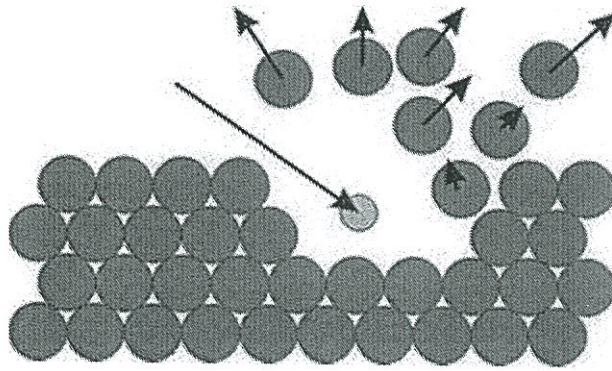
2.2.1 หลักการสเปตเตอริง

การสเปตเตอริง (Sputtering) คือ ขบวนการที่อะตอมผิวหน้าของวัสดุถูกทำให้หลุดออกมาด้วยการชนจากอนุภาคที่มีพลังงานสูง โดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัม ระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิววัสดุ การสเปตเตอริงมีขบวนการที่สำคัญดังต่อไปนี้

1. อาศัยการดีสชาร์จของก๊าซอาร์กอน ทำให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออน
2. จากนั้นทำการเร่งไอออนก๊าซอาร์กอน ให้วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ (Sputtering target) ซึ่งตั้งอยู่กับขั้วลบของแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแรงสูง
3. อะตอมสารเคลือบบนผิวเป้าสารเคลือบถูกชนด้วยไอออนก๊าซอาร์กอนที่มีพลังงานสูง หลุดออกจากเป้าสารเคลือบ และเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงมายังวัสดุฐานรองรับในทุกทิศทาง พลังงานของอะตอมสารเคลือบที่หลุดออกมาจากเป้าสารเคลือบด้วยกระบวนการสเปตเตอริงนั้นมีค่าสูง เมื่อเทียบกับอะตอมสารเคลือบจากวิธีการระเหยสาร (Evaporation technique) ดังนั้นอะตอมสารเคลือบที่ตกกระทบลงบนวัสดุฐานรองรับ จะเกิดการฝังตัวลงในผิวหน้าวัสดุฐานรองรับ

2.2.2 อันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ

1. ไอออนก๊าซอาร์กอนที่สะท้อนกลับจากผิวหน้า ส่วนใหญ่เป็นกลางทางไฟฟ้า เนื่องจากการรวมตัวกันกับอิเล็กตรอนบริเวณผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ
2. การชนของไอออนก๊าซอาร์กอนทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สอง (Secondary electron) ออกจากเป้าสารเคลือบ เมื่อไอออนมีพลังงานสูงพอ ไอออนฝังตัวลงในผิวหน้าของเป้าสารเคลือบ (Ion implantation) มีค่าประมาณ 10 อังสตรอมต่อพลังงานไอออน 1 keV สำหรับไอออนก๊าซอาร์กอนที่ฝังตัวลงในแผ่นทองแดง (Cu)
3. การชนของไอออนก๊าซอาร์กอนบนผิวสารเคลือบ ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของอะตอมที่ผิวสารเคลือบใหม่และเกิดความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (Lattice defect) จะเรียกการจัดเรียงตัวใหม่ของโครงสร้างผิวหน้านี้ว่า "Altered surface layers"



รูปที่ 2.3 แสดงอันตรกิริยาระหว่างไอออนและผิวของเป้าสารเคลือบ

2.2.3 ค่าyield ของสปัตเตอริง (Sputtering yield: Y)

ค่าyield ของสปัตเตอริง คือ ค่าเฉลี่ยปริมาณการหลุดออกของอะตอมเป้าสารเคลือบต่อปริมาณการชนของไอออน 1 อนุภาค (มีหน่วยเป็น อังสตรอมต่อไอออน) ค่าyield แปรเปลี่ยนไปตามสถานะต่างๆ ในกระบวนการสปัตเตอริง ดังนี้

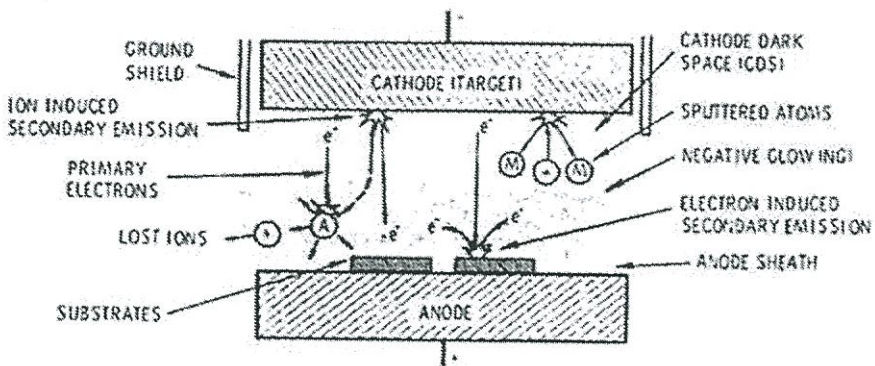
ค่าyield แปรเปลี่ยนไปตามค่าพลังงานของไอออน คือ ไอออนต้องมีพลังงานมากกว่าพลังงานเทรชโฮลด์ (Threshold energy; พลังงานที่เริ่มมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบในสถานะที่มีการชนอย่างต่อเนื่องของไอออนกับผิวเป้าสารเคลือบ) ซึ่งมีค่าเปลี่ยนแปลงไปตามคู่การชนอนุภาค เมื่อทำการเพิ่มพลังงานของไอออน ค่าyield จะเพิ่มขึ้นแบบเอกซ์โพเนนเชียลในช่วงแรกๆ แล้วจะเปลี่ยนเป็นเชิงเส้น จากนั้นจะคงที่เมื่อพลังงานของไอออนมาก เนื่องจากไอออนพลังงานสูงมีโอกาสฝังตัวบนผิวเป้าสารเคลือบสูงขึ้นทำให้ค่าyield ของสารเคลือบมีค่าคงที่ จากนั้นจะมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเพิ่มพลังงานของไอออนให้สูงมากขึ้นค่าyield แปรเปลี่ยนไปตามระนาบผลึกของผิวเป้าสารเคลือบ โดยพบว่าค่าyield สูงเมื่อไอออนชนเป้าในระนาบที่มีอะตอมหนาแน่น ส่วนระนาบที่มีความหนาแน่นอะตอมต่ำ ไอออนมีแนวโน้มฝังตัวในเป้าสารเคลือบขึ้นอยู่กับมวลของไอออนที่วิ่งเข้าชนเป้าสารเคลือบ คือ จากที่เราทราบว่าอนุภาค 2 อนุภาคที่มีมวลเท่ากันจะสามารถถ่ายเทพลังงานและโมเมนตัมได้ดีสุดแต่อะตอมบนเป้าสารเคลือบยึดเกาะกับอะตอมข้างเคียง จึงทำตัวเสมือนมีมวลประสิทธิภาพสูงกว่ามวลอะตอมเดี่ยว

2.2.4 ขบวนการก๊าซดิสชาร์จ (Gas discharge process)

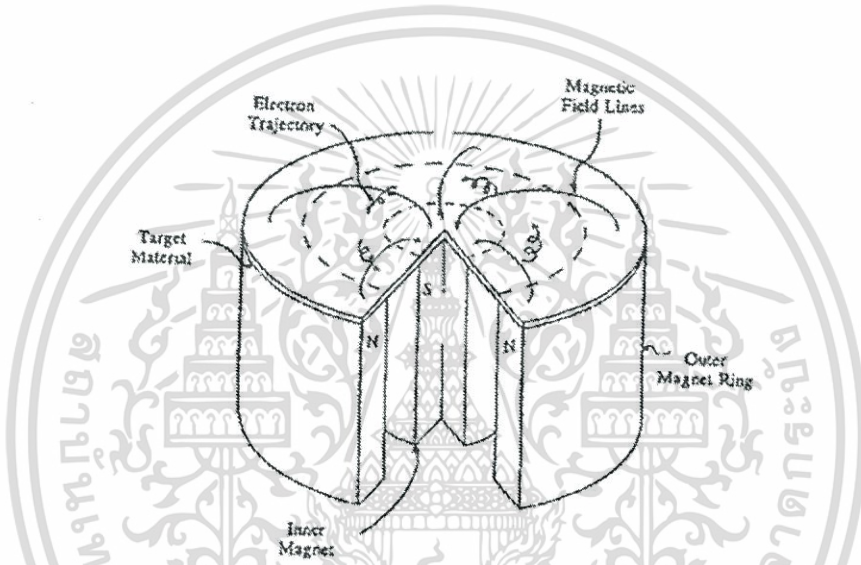
ขบวนการก๊าซดิสชาร์จ คือ การทำให้ก๊าซแตกตัวเป็นไอออนโดยใช้สนามไฟฟ้าซึ่งมี ขั้นตอนตามลำดับดังนี้ เมื่อจ่ายแรงดันไฟฟ้าค่าน้อย ๆ พบว่ากระแสไหลในวงจรน้อยมาก ซึ่งเป็นกระแสเนื่องมาจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไอออนของก๊าซ ที่จะสามารถเกิดขึ้นตลอดเวลาในบรรยากาศ ซึ่งเกิดจากการชนของรังสีคอสมิก (อัตราการเกิดประจุนขึ้นกับความเข้มของรังสี) เมื่อเพิ่มแรงดันขึ้นจนมีค่าเข้าใกล้แรงดันพังทลาย (Breakdown voltage) พลังงานของประจุ ที่ถูเร่งภายใต้สนามไฟฟ้า จะมีค่าสูงขึ้นจนสามารถชนโมเลกุลของก๊าซให้เกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวกและไอออนลบ ซึ่งไอออนเหล่านี้ก็จะถูเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าให้วิ่งไปชนกับโมเลกุลของก๊าซต่อไปอีก จึงเกิดการไอออไนซ์เพิ่มขึ้น ซึ่งไอออนบวกจะถูกเร่งเข้าชนคาโทดจนเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนลำดับที่สอง (Secondary electron) เพิ่มแรงดันจนถึงค่าแรงดันพังทลาย จะเกิดขบวนการ Avalanche ขึ้นคือ ไอออนบวกวิ่งเข้าไปชนขั้วคาโทด ทำให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนลำดับที่สอง (ของเป้าสารเคลือบ) แล้วอิเล็กตรอน ก็ถูกสนามไฟฟ้าเร่งให้ไปชนโมเลกุลของก๊าซ เกิดการไอออไนซ์เพิ่มขึ้น จนทำให้มีไอออนมากพอสำหรับผลิตอิเล็กตรอนได้เป็นจำนวนที่คงที่ (ช่วงนี้ระบบรักษาสภาพดิสชาร์จ ได้ด้วยตัวเองไม่ต้องพึ่งแหล่งกำเนิดรังสีจากภายนอก) ขบวนการช่วงนี้เรียกว่า ทาวนด์เซนต์ดิสชาร์จ (Townsend discharge) จากนั้นเมื่อกระแสดิสชาร์จจะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนถึงค่าๆหนึ่งจึงเกิดการเรืองแสงขึ้น แรงดันไฟฟ้าที่คร่อมขั้วมีค่าลดลง กระแสเพิ่มสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว เรียกช่วงนี้ว่าการเรืองแสงปกติ (Normal glow) ค่าอีลด์จะต่ำในช่วงเริ่มต้นของการเรืองแสงหรือโกลว์ การชนของไอออนบนคาโทดจะปรับตัวเองให้เกิดขึ้นในบางบริเวณ แนวการเรืองแสงอาจเลื่อนตำแหน่งไปมาได้ และการชนของไอออนบนคาโทดไม่มีความสม่ำเสมอ โดยมักจะมี ความเข้มของบริเวณการเรืองแสงตามแนวขอบหรือมุมของคาโทดที่มีสนามไฟฟ้าสูง เพื่อรักษาสภาพการโกลว์ (self-sustaining) บางบริเวณ เมื่อกระแสไฟฟ้ามี่ค่าเพิ่มขึ้น แนวการชนไอออนจะค่อยๆขยายตัวเพิ่มพื้นที่จนครอบคลุมตลอดผิวคาโทด จนกระทั่งมีความหนาแน่นกระแสเท่ากันตลอดโดยมีค่าแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดคงที่ (ช่วงการเรืองแสงปกติที่ค่าแรงดันไฟฟ้าไม่เปลี่ยนแปลงนี้ เรานำมาประยุกต์ใช้งานในการสร้างหลอดควบคุมแรงดันไฟฟ้าคงที่ voltage regulator tube) หลังจากที่มีการชนของไอออนครอบคลุมพื้นที่คาโทดแล้ว การเพิ่มกำลังไฟฟ้าเข้าสู่ระบบจะทำให้ทั้งแรงดันและกระแสไฟฟ้ามี่ค่าเพิ่มขึ้น การเรืองแสงจะจำขึ้นผิดปกติ เรียกช่วงนี้ว่า การเรืองแสงผิดปกติเปล่งแสงจ้าขึ้น (Abnormal glow) ซึ่งเป็นช่วงที่นิยมใช้ในระบบสปีดเตอร์ริง ช่วงนี้ถ้าไม่มีการระบายความร้อนให้กับคาโทด เมื่อความหนาแน่นกระแสของคาโทดเพิ่มขึ้นสูงประมาณ 0.1 แอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ความร้อนที่เกิดจากการชนของไอออนบวกบนผิวคาโทดจะเกิดขึ้นมากจนเกิดขบวนการปลดปล่อยอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (Thermionic electron emission) เสริมกับการปลดปล่อยอิเล็กตรอนชุดที่สองและขบวนการอะวาลานซ์ ทำให้ความนำไฟฟ้าของก๊าซในระบบสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดตกลงมาก ในขณะที่กระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นสูง และเปล่งแสงประกายจ้าของการอาร์ค (arc discharge)

2.2.5 ระบบการเคลือบฟิล์มบาง แบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง (DC magnetron sputtering)

ปัจจุบันการเคลือบฟิล์มบางด้วยระบบ ดีซี สปีดเตอริง (D.C. sputtering process) เป็นที่นิยมใช้น้อยกว่าระบบ ดีซี แมกนีตรอนสปีดเตอริง (D.C. magnetron sputtering process) เนื่องจากการเคลือบฟิล์มบางด้วยระบบ ดีซี แมกนีตรอนสปีดเตอริง นั้นให้อัตราการสปีดเตอริงที่สูงกว่า ซึ่งในกระบวนการเพิ่มอัตราสปีดเตอริงทำได้ 2 วิธี คือ การเพิ่มยัลด์หรือการเพิ่มปริมาณไอออนที่วิ่งชนเป้าสารเคลือบ แต่ในระบบ ดีซี สปีดเตอริง ทำได้เพียงการเพิ่มแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดหรือเพิ่มความดัน ซึ่งจะมีขีดจำกัดสูงสุดที่ความหนาแน่นกระแสประมาณ 1 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความดันประมาณ 100 มิลลิทอร์ นอกจากนี้ในระบบ ดีซี สปีดเตอริงทั่วไปอะตอมของก๊าซที่เกิดการไอออไนซ์มีค่าน้อยกว่า 1% และเมื่อความดันสูงขึ้นจะทำให้ปริมาณก๊าซแทรกตัวในฟิล์มบางที่ได้มีค่าสูงด้วย รูปที่ 2.4 เป็นการแสดงระบบ ดีซี สปีดเตอริงอย่างง่ายด้วยเหตุผลดังกล่าวระบบ ดีซี แมกนีตรอนสปีดเตอริง จึงถูกพัฒนาขึ้นมาโดย ทำให้สนามแม่เหล็กมีทิศทางกับผิวหน้าของเป้าสารเคลือบและมีทิศทางตั้งฉากกับสนามไฟฟ้า ซึ่งจะช่วยให้ระยะทางเดินของอิเล็กตรอนให้ยาวขึ้น อำนาจของสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นทางโค้งเข้าชนกับอะตอมของก๊าซเฉื่อยมากเพิ่มขึ้น เมื่อก๊าซเกิดการไอออไนซ์มากขึ้นจะทำให้อัตราการสปีดเตอริงสูงขึ้น จากทฤษฎีพบว่าถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายใต้สนามแม่เหล็กโดยมีทิศตั้งฉากกับสนามแม่เหล็ก สนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นวงกลมแต่ถ้าอิเล็กตรอนทำมุม θ กับสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่แบบหมุนควงรอบสนามแม่เหล็ก ระหว่างนี้ถ้าอิเล็กตรอนชนกับอะตอมของก๊าซ แนวการหมุนควงรอบสนามแม่เหล็กจะเปลี่ยนไปถ้าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าซึ่งมีทิศตั้งฉากกัน อำนาจของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กนอกจากจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวโค้ง แล้วยังสามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในแนวตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า เรียกว่าการเคลื่อนที่แบบลอยเลื่อน (Drift Motion)

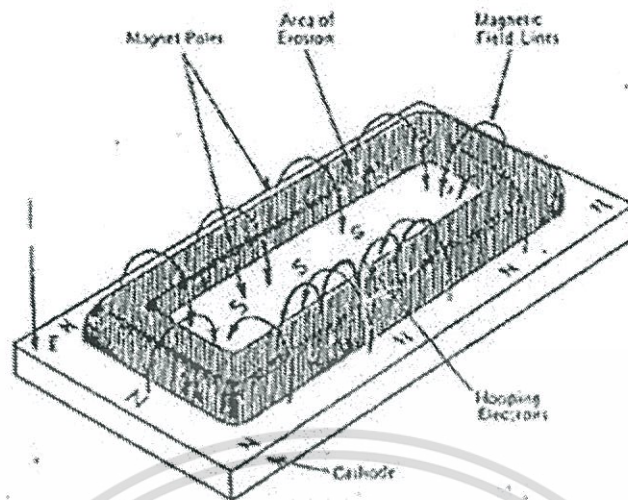


รูปที่ 2.4 แสดงระบบการเคลือบฟิล์มแบบ ดีซี สปีดเตอริง



รูปที่ 2.5 แสดงการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็ก

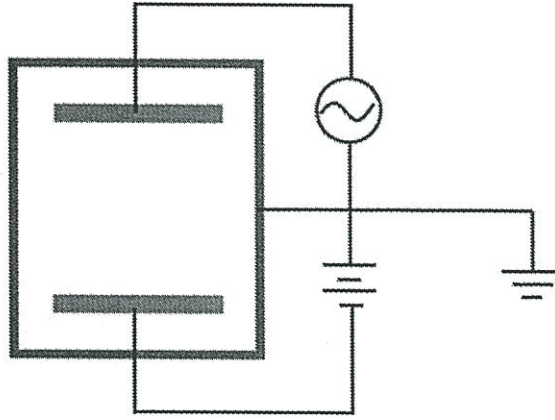
ในระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริงนั้น ถ้าสนามแม่เหล็กมีทิศทางขนานกับสนามไฟฟ้า เรียกว่า สนามตามยาวจะทำให้ประสิทธิภาพการเพิ่มไอออนไม่สูงมากนัก แต่ไม่ทำให้แนวการเกิด โกลด์ดิสชาร์จเปลี่ยนแปลงไป และยังสามารถรักษาความสม่ำเสมอของฟิล์มบางไว้ได้ดี กรณี สนามแม่เหล็กตั้งฉากกับสนามไฟฟ้า เรียกว่า สนามตามขวาง ส่งผลทำให้เกิดกระบวนการเพิ่มไอออน ขึ้น โดยที่หลังจากไอออนบวกชนกับเป้าสารเคลือบแล้วจะเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนลำดับสอง ออกมา อิเล็กตรอนลำดับสองจะเคลื่อนที่ในลักษณะไซคลอยด์ (Cycloid) ทำให้ถูกกักอยู่ใน สนามแม่เหล็กใกล้ขั้วคาโทด และเคลื่อนที่ลอยเลื่อนไปตามแนวผิวหน้าของคาโทดดังรูปที่ 2.5 ทำให้ อิเล็กตรอนมีโอกาสชนกับอะตอมของก๊าซบริเวณผิวเป้าสารเคลือบได้มากขึ้น จนเพิ่มปริมาณไอออน อิเล็กตรอนที่ไม่ชนกับอะตอมของก๊าซจะเดินทางเป็นวงโค้งเข้าชนเป้าสารเคลือบ และปล่อย อิเล็กตรอนลำดับสองมากขึ้นเป็นผลทำให้ไอออนถูกปลดปล่อยเป็นปริมาณมาก กรณีใช้สนาม แม่เหล็กทรงกระบอกจะเรียกว่า แมกนีตรอน สปีดเตอริงทรงกระบอก และถ้าใช้สนามแม่เหล็กกับ ระบบ ดีซี สปีดเตอริง ที่ใช้เป้าแบบแผ่นราบจะเรียกว่า ฟลานาร์ แมกนีตรอน สปีดเตอริง ดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 แสดงการจัดสนามแม่เหล็กและแนวการจัดเป้าสารเคลือบในระบบเคลือบฟิล์มบางแบบ
พลาสมา แมกนีตรอน สปีดเตอริง

2.2.6 ระบบเคลือบฟิล์มบางแบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (RF magnetron sputtering)

การเคลือบฟิล์มบางด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง (RF magnetron sputtering) คือการใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสสลับที่ความถี่ 13.56 MHz เพื่อกระตุ้นให้ก๊าซภายในระบบแตกตัวเป็นไอออนส่งผลให้สามารถเตรียมฟิล์มบางที่มีความดันต่ำได้ เมื่อเทียบกับระบบ ดีซี สปีดเตอริง นอกจากนั้นยังสามารถทำการเตรียมฟิล์มบางที่มีเป้าสารเคลือบเป็นสารประเภทไดอิเล็กทริก (Dielectric material) ได้ เนื่องจากระบบ ดีซี สปีดเตอริง จะเกิดการสะสมของประจุบวกที่เป้าจนที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับอาโนดจะทำให้ขบวนการสปีดเตอริงสิ้นสุด แต่ระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอน สปีดเตอริง อีกครั้งไซเคิลต่อมา มีการพาอิเล็กตรอนเข้าสู่ผิวเป้าสารไดอิเล็กทริกส่งผลให้หน้าเป้าสารเคลือบเป็นกลางทางไฟฟ้า



รูปที่ 2.7 แสดงลักษณะแผนภาพแหล่งจ่ายไฟฟ้าในระบบ อาร์เอฟ แมกนิตรอน สปีดเตอร์ริง

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการสปีดเตอร์ริงนั้น สารเคลือบที่ตกกระทบผิววัสดุฐานรองรับส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปอะตอมหรือโมเลกุล และเกิดการฟอร์มตัวจนพอกพูนเป็นชั้นฟิล์มบางขึ้น ในช่วงเวลานั้นการฟอร์มตัวของฟิล์มบางนั้นมีปัจจัยหลายอย่าง อาทิเช่น พลังงานจลน์ของอะตอมของสารเคลือบ (Energy per atom) พลังงานพันธะระหว่างอะตอมสารเคลือบ (Bonding energy) กับวัสดุฐานรองรับและอะตอมสารเคลือบด้วยกัน อุณหภูมิของวัสดุฐานรองรับ (Substrate temperature) และตำแหน่งของอะตอมสารเคลือบที่ตกกระทบ การเกิดและการโตของฟิล์มบาง สามารถแบ่งออกเป็นลำดับขั้นได้ดังนี้

1. อะตอมจากเป้าสารเคลือบถูกชนด้วยไอออนบวกที่มีโมเมนตัมสูง หลุดออกเป้าสารเคลือบและเคลื่อนที่ด้วยพลังงานจลน์ผ่านระบบสุญญากาศ
2. เมื่ออะตอมสารเคลือบตกลงบนผิวหน้าวัสดุฐานรองรับ อะตอมสารเคลือบที่มีพลังงานมากจะมีค่าความคล่องตัวบนพื้นผิวที่สูง (Surface Mobility) ส่งผลให้อะตอมสารเคลือบสามารถเคลื่อนที่ไปบนผิวหน้าวัสดุฐานรองรับได้ เพื่อหาตำแหน่งที่เหมาะสมในการเกิดนิวเคลียส
3. หลังจากให้อะตอมสารเคลือบเคลื่อนที่ไปบนผิวหน้าวัสดุฐานรองรับ อะตอมสารเคลือบเกิดการรวมตัวเป็นนิวเคลียสได้หลายรูปแบบดังนี้
 - 3.1 เกิดปฏิกิริยากับผิวหน้าวัสดุฐานรองรับ โดยอะตอมสารเคลือบที่ตกลงมาเกิดพันธะเคมีกับผิววัสดุฐานรองรับ ถ้าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมสารเคลือบกับผิวหน้าวัสดุฐานรองรับมีค่าสูง การเคลื่อนตัวของอะตอมสารเคลือบบนผิวหน้ามีเพียงเล็กน้อย ทำให้เกิดเป็นนิวเคลียสและอะตอมสารเคลือบอื่นบนผิวหน้าจะเข้ามารวมตัวกับนิวเคลียสที่เกิดขึ้นแล้ว เพื่อลดแรงตึงผิว (Surface tension) ระหว่างฟิล์มบางกับวัสดุฐานรองรับ
 - 3.2 ถ้าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมสารเคลือบกับวัสดุฐานรองรับมีค่าต่ำ อะตอมสารเคลือบสามารถเคลื่อนที่ได้ ทำให้สามารถเคลื่อนที่มารวมตัวกัน ณ ตำแหน่งที่เหมาะสมต่อการเกิดนิวเคลียสเป็นตำแหน่งที่สามารถสร้างพันธะได้แข็งแรง

กว่า ซึ่งตำแหน่งดังกล่าว ได้แก่ ลักษณะพื้นผิวที่ไม่ต่อเนื่องเช่น รอยขีดข่วน หรือตำแหน่งที่มีความบกพร่องของระนาบบนผิววัสดุฐานรองรับ รวมทั้งตำแหน่งที่มีอะตอมแปลกปลอมบนผิวหน้าวัสดุฐานรองรับ เป็นต้น

3.3 เกิดนิวเคลียส จากการที่อะตอมสารเคลือบเคลื่อนที่ไปชนกับอนุภาคอื่นอยู่ บนผิววัสดุฐานรองรับ และฟอร์มตัวกันเป็นนิวเคลียสที่เสถียร ถ้าทำการเคลือบต่อไปก็จะมีจำนวนนิวเคลียสต่อพื้นที่ หรือความหนาแน่นของนิวเคลียสมากขึ้น ซึ่งนิวเคลียสจะเริ่มเชื่อมต่อกันเป็นฟิล์มบาง และครอบคลุมพื้นที่ผิวทั้งหมดให้เป็นเนื้อเดียวกัน ความหนาแน่นของนิวเคลียสจะขึ้นอยู่กับลักษณะพื้นผิวของวัสดุฐานรองรับ หรือลักษณะการเรียงตัวของผลึกของแผ่นรองรับ สามารถเพิ่มความหนาแน่นของนิวเคลียสที่เคลือบลงบนวัสดุฐานรองรับได้ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิเคลือบ

4. กลไกการโตของนิวเคลียสแบ่งออกเป็น 3 ประเภท โดยแยกตามความแตกต่างของการเกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมสารเคลือบและวัสดุฐานรองรับ

4.1 กลไกการเกิดการโตแบบขั้นต่อขั้น

4.2 กลไกการเกิดนิวเคลียสแบบ 3 มิติ (Three dimension volmer-weber) เกิดขึ้นเนื่องจากค่า Surface energy ของชิ้นงานกับวัสดุเคลือบแตกต่างกัน และโตขึ้นทุกทิศทาง

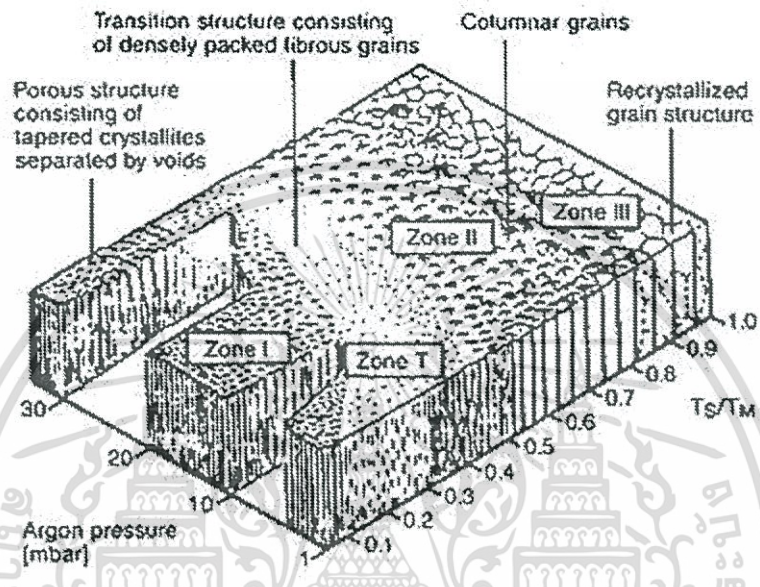
4.3 กลไกการเกิดนิวเคลียส โดยการฟอร์มตัวกันระหว่างชั้นของวัสดุฐานรองรับและอะตอมสารเคลือบ ส่วนใหญ่มักเกิดกับการเคลือบฟิล์มโลหะบนวัสดุฐานรองรับชนิดโลหะที่อุณหภูมิต่ำ Surface Mobility ก็ต่ำด้วย เงื่อนไขนี้ การโตของนิวเคลียสจะขึ้นอยู่กับเทอร์โมไดนามิก กับ Surface Energy ของผิวงานนั้น พิจารณาการเกิดนิวเคลียสแบบ 3 มิติ พบว่าเมื่อเกิดการสะสมของอะตอมที่แพร่ไปบนผิวแผ่นรองรับ และเริ่มเกาะตัวกันเป็นนิวเคลียส การโตของนิวเคลียสในแนวอนจะมีแรงยึดเหนี่ยวทางพันธะเคมีกับผิว ที่เรียกว่า Wetting Growth การโตและการรวมตัวกันของนิวเคลียสสามารถลดช่องว่างระหว่างรอยต่อหรือความไม่ต่อเนื่องของโครงสร้างที่รอยต่อของแผ่นรองรับได้ เพราะเกิดแรงยึดเหนี่ยวทางพันธะเคมีระหว่างนิวเคลียสและวัสดุที่เป็นแผ่นรองรับ กรณีที่มีแรงยึดเหนี่ยวทางพันธะเคมีเล็กน้อยระหว่างแผ่นรองรับกับนิวเคลียส จะเกิดการโตอีกแบบต่างหากที่เรียกว่า ลำดับขั้นการโตของเกรนแบบ Island-channel-continuous film ก่อนจะรวมตัวกัน นิวเคลียสจะมีพฤติกรรมคล้ายของเหลว คือสามารถหมุนและจัดเรียงโครงผลึกได้เอง การเกาะตัวกันเป็นกลุ่มของนิวเคลียสเกิดขึ้น เมื่ออุณหภูมิของนิวเคลียสมีค่าสูงพอที่จะเกิดการแพร่ของอะตอม และการจัดเรียงตัวเป็นนิวเคลียสแบบ “Ball up” ที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสน้อยที่สุด ถ้ามีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมเคลือบกับผิวแผ่นรองรับสูง จะมีอัตราการแพร่ต่ำหรือเกิดการฟอร์มตัวเป็นสารประกอบที่แผ่นรองรับ

2.2.7 Structure zone model

โครงสร้างของฟิล์มบางจะเป็นไปตามเงื่อนไขของ T/T_m (อุณหภูมิเคลือบ/อุณหภูมิหลอมเหลว) ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 ส่วน ตามลักษณะโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพ ดังรูปที่ 2.8

1. บริเวณ 1 (Zone I) เป็นการเคลือบ ที่เกิดในช่วงอุณหภูมิต่ำ และความดันก๊าซขณะเคลือบมีค่าสูง อะตอมที่อยู่บนผิวแผ่นรองรับจะมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำ ทำให้เกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มเล็กๆ กระจัดกระจาย และเกิดเป็นโครงสร้างผลึกที่มีลักษณะเรียวยาวแหลมแบบ Tapers crystallites จากนิวเคลียสที่มีปริมาณจำกัด ทำให้เกิดความหนาแน่นของโครงสร้างต่ำ มีช่องว่างขนาดความกว้างในระดับร้อยอังสตรอม ที่ T/T_m เท่ากับ 0 - 0.1 ที่ความดัน 1 มิลลิทอร์ ถ้าความดันก๊าซสูง บริเวณนี้จะขยายกว้างสู่บริเวณที่มีอุณหภูมิสูงขึ้น และทำให้ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้น ถ้า T/T_m เพิ่มขึ้น เนื่องจากที่ความดันสูงความหนาแน่นของก๊าซห้องสุญญากาศมีมากขึ้น อนุภาคจะเคลื่อนที่ตกลงมาได้ยากขึ้น ทำให้อนุภาคของผิวเคลือบตกลงมาได้น้อย และขณะที่ตกอาจรวมตัวกับอนุภาคอื่น ทำให้อนุภาคที่ตกลงมามีขนาดใหญ่ และมีเวลานานขึ้นในการเคลื่อนที่เพื่อฟอร์มตัวเป็น นิวเคลียส จึงทำให้ช่องว่างระหว่างเกรนมีขนาดใหญ่เกิดขึ้น ผิวเคลือบที่ขรุขระมักเกิดจากความไม่สม่ำเสมอของการโตของนิวเคลียส โดยอุณหภูมิที่มีผลต่อการโตของฟิล์มมักจะมีมาจาก Ion bombardment เป็นส่วนใหญ่
2. บริเวณ T (Zone T) เป็นบริเวณต้นแบบสำหรับการเคลือบฟิล์มด้วยระบบสปิดเตอริง โดยที่ T/T_m อยู่ในช่วง 0.1 - 0.5 ที่ความดันก๊าซระหว่างเคลือบ 1 มิลลิทอร์ เกิดอยู่ในช่วงระหว่างบริเวณ 1 และบริเวณ 2 อะตอมที่อยู่บนผิวแผ่นรองรับจะมีปริมาณมากขึ้น และได้รับพลังงานการชน อุณหภูมิของแผ่นรองรับจะเพิ่มขึ้นค่า Surface Mobility ก็เพิ่มขึ้น และโครงสร้างในบริเวณ 1 ก็จะเข้าสู่บริเวณ T ซึ่งจะเริ่มมีเกรนยาว (Fibrous grain) เติบโตขึ้น และขอบเกรนมีความหนาแน่นสูงขึ้นมา จึงมีการแพร่ของอะตอมผ่านขอบเกรนที่ไม่แข็งแรงนั้นเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน จนกลายเป็น Columnar ต่อไป โดยปราศจากช่องว่างที่บริเวณขอบ
3. บริเวณ 2 (Zone II) ที่บริเวณ 2 จะมีค่า T/T_m อยู่ระหว่าง 0.5 - 0.8 ที่ความดันก๊าซระหว่างเคลือบ 1 มิลลิทอร์ จะเกิดการแพร่ที่รอยต่อระหว่างขอบเกรน จนเกิดเป็นโครงสร้าง Columnar ที่เกิดจากการอยู่กันอย่างหนาแน่นของผลึกทั้งหลาย ขนาดของเกรนและความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิในการเคลือบและอัตราการเคลือบเพิ่ม (มีผลต่อ Surface mobility ของอะตอม) และขนาดของ Columnar จะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเนื่องจากการแพร่ที่บริเวณรอยต่อระหว่างขอบ Columnar
4. บริเวณ 3 (zone III) บริเวณนี้มีอุณหภูมิสูงสุด T/T_m อยู่ระหว่าง 0.8 - 1.0 ที่ ความดันก๊าซระหว่างเคลือบ 1 มิลลิทอร์ การแพร่จะมีค่าสูงและส่งผลกระทบต่อโครงสร้างสุดท้าย

โครงสร้างที่ได้จะเป็นเกรนที่มีด้านเท่ากันหมด ขนาดของ Columnar จะมีขนาดใหญ่ และความหนาแน่นเพิ่มขึ้นอย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิสูงอาจจะทำให้เกิดผลึกใหม่ (Recrystallization) เนื่องจากพลังงานสะสมของความเครียด (Stored strain energy) ที่เกิดขึ้นตั้งแต่ตอนเคลือบ เกรนที่เกิดขึ้นในชั้นตอนนี้จะเปลี่ยนจาก Columnar เป็นผลึกเดี่ยว



รูปที่ 2.8 แสดงโครงสร้างของการเกิดฟิล์มในรูปแบบต่าง ๆ

2.3 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบาง

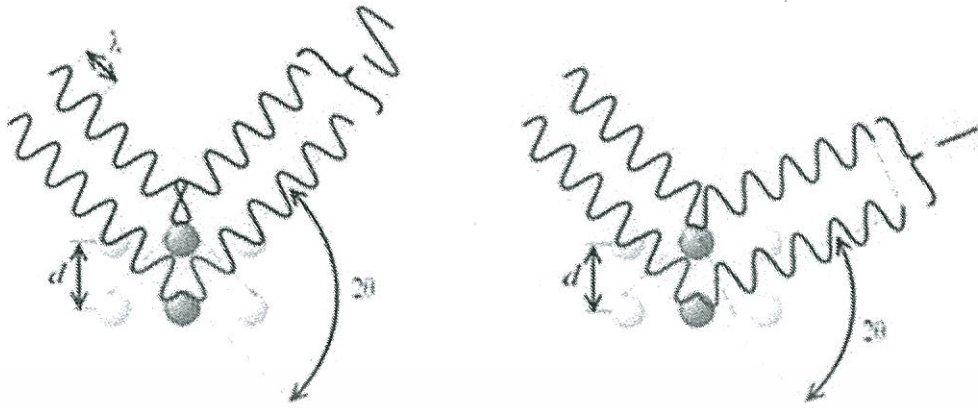
2.3.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นวิธีที่ใช้ศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์ม ทำให้ทราบค่าคงที่แลตติซ (Lattice Constant) รวมทั้งระนาบในการจัดเรียงตัว รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานสูง และมีความยาวคลื่นระหว่าง 0.5 - 2.5 Å รังสีเอ็กซ์เกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งในสนามไฟฟ้าให้มีพลังงานสูงมากวิ่งชนเป้าซึ่งทำด้วยโลหะหนัก เช่น ทองแดง ผลของการชนก่อให้เกิดรังสีเอ็กซ์สองชนิด คือ รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (Continuous X-Ray) กับรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว (Characteristic X-Ray) รังสีเอ็กซ์จะแสดงสมบัติเชิงคลื่น คือ เกิดการเลี้ยวเบน (Diffraction) เมื่อผ่านช่องว่างระหว่างอะตอมในผลึก และหลังจากคลื่นผ่านโครงสร้างผลึกออกมาจะเกิดการแทรกสอด (Interference) ทั้งแบบเสริมและแบบหักล้างกัน ถ้าหากพิจารณาเฉพาะบริเวณที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบบ่อตอม รังสีเอ็กซ์จะแสดงสมบัติเชิงอนุภาค คือ กระจายออกทุกทิศทางเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบ่อตอมซึ่งเรียงตัวอยู่บนระนาบของโครงสร้างผลึกอะตอมนี้จะทำหน้าที่กระเจิงรังสีเอ็กซ์ ทำให้มีสภาพเหมือนกับว่ารังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบ่อตอมมีการสะท้อน

พิจารณารูปที่ 2.9 เมื่อมีรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบ่อตอมกับระนาบของผลึก โดยระยะห่างระหว่างระนาบเป็น d จากรูป รังสีเอ็กซ์ตกกระทบบ่อตอมที่จุด D และ B ทำมุม θ กับระนาบ แล้วสะท้อนออกมาจากระนาบเป็นมุม θ ผลต่างทางเดินของรังสีเอ็กซ์ทั้งสองมีค่าเท่ากับ $AB + BC$ ซึ่งเท่ากับ $2d\sin\theta$ โดยการแทรกสอดแบบเสริมของรังสีจะเกิดขึ้นได้เมื่อผลต่างทางเดินรังสีจะต้องมีค่าเท่ากับ $n\lambda$ โดย n เป็นจำนวนเต็ม และ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ แสดงได้ดังสมการที่ 2.9



รูปที่ 2.9 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากระนาบในผลึกตามกฎของแบรกก์



รูปที่ 2.10 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากระนาบในกรณีคลื่นแทรกสอดแบบเสริมกันและแบบหักล้าง

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.9)$$

เมื่อ n = ลำดับการเลี้ยวเบน มีค่าตั้งแต่ 1, 2, 3,...

สมการที่ (2.9) เรียกว่า กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ในทางผลึกวิทยา (Crystallography) สามารถมองผลึกว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่างๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ (h k l) ซึ่งค่า hkl เรียกว่า ดัชนีมิลเลอร์ (Miller Indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,... ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ (h k l) และค่าคงที่ของโครงผลึก (a, b, c, α , β , γ) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆ ในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบ Cubic ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้ $a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (2.10)$$

จากสมการ (2.9) เมื่อ $n = 1$ แทนใส่ในสมการ (2.10) จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกดังสมการ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4\sin^2 \theta}{h^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (2.11)$$

เมื่อ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

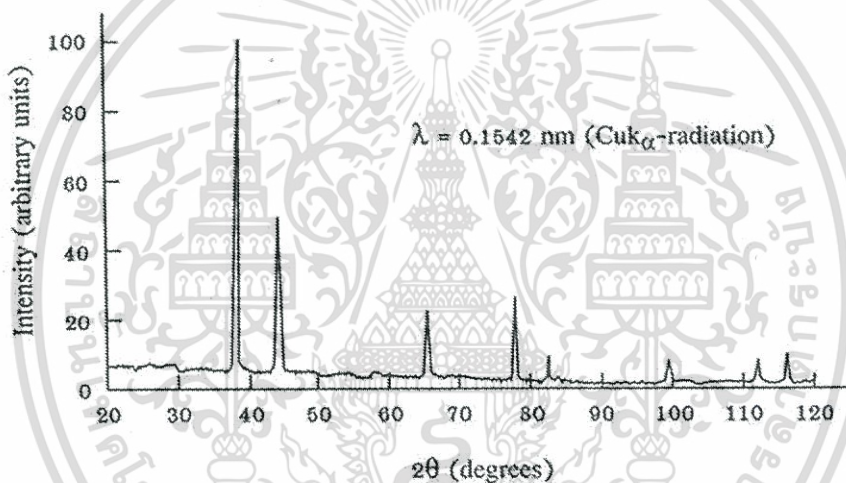
θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg Plane) มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction Angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆจะถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะ

นำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้ เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อได้ข้อมูลทีกล่ามาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงสร้างผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงดังรูปที่ 2.11 ซึ่งจากสมการ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้ (Grain Size)

$$D = \frac{K\lambda}{\beta_{2\theta} \cos\theta} \quad (2.12)$$

- เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก
 K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ($0.89 \leq K \leq 0.94$)
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน
 β คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน
 λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์



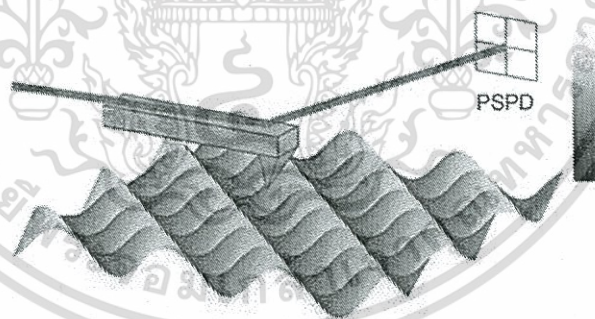
รูปที่ 2.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

2.3.2 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope: AFM)

กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM) ได้สร้างขึ้นในปี 1986 โดย Binnig, Quate และ Gerber ซึ่งใช้หัวโพรบปลายแหลมเคลื่อนที่กวาดไปทั่วทั้งผิวหน้าของชิ้นงาน โดยที่โพรบคือเข็มปลายแหลมเล็กๆที่ติดอยู่บริเวณปลายของคาน (Cantilever) ที่สามารถโค้งงอได้ตามแรงที่เกิดขึ้นระหว่างปลายเข็มกับชิ้นงาน ดังรูปที่ 2.12 ในช่วงเริ่มแรก กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้การทะลุผ่านกำแพงศักย์ของอิเล็กตรอนที่ปลายคานเพื่อตรวจสอบการโค้งงอของคาน แต่ในปัจจุบัน กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้เทคนิคทางแสงเพื่อตรวจสอบการโค้งงอของคานแทน ดังรูปที่ 2.13 ได้แสดงให้เห็นการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ซึ่งคานสามารถโค้งงอได้โดยแสงเลเซอร์เดินทางตกกระทบลงบนคานแล้วสะท้อนออกมาตกกระทบลงบนตัวตรวจจับทางแสงสองตัวที่อยู่ติดกัน จากนั้นทำการวัดผลต่างของสัญญาณที่ได้จากตัวตรวจจับทางแสงจึงทำให้สามารถวัดการโค้งงอของคานได้

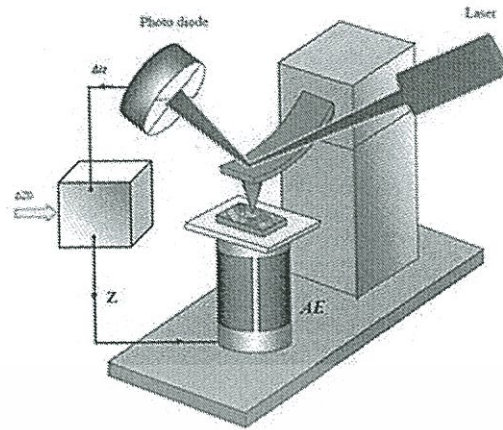


รูปที่ 2.12 แสดงหัวโพรบที่มีเข็มปลายแหลมขนาดเล็กติดอยู่บริเวณปลายของคาน



รูปที่ 2.13 แสดงแผนภาพระบบแสงที่ใช้วัดการโค้งงอของคาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 แสดงระบบการวัดกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

การเคลื่อนที่ของเข็มหรือชิ้นงานที่มีความแม่นยำสูงนั้นใช้อุปกรณ์ที่สร้างจากสารเซรามิก เพียโซอิเล็กทริกเป็นส่วนของการเคลื่อนที่ของฐานแสดงในรูปที่ 2.14 โดยการเคลื่อนที่ของวัสดุ เพียโซอิเล็กทริกนั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงก็เนื่องจากพลังงานไฟฟ้าที่เข้าไปกระตุ้น ซึ่งส่วนมากมี ลักษณะเป็นทรงกระบอก ตัวควบคุมการเคลื่อนที่ที่สามารถควบคุมได้แม่นยำในระดับอังสตรอมใน แนวแกน x , y และ z โดยที่แกน z คือแนวตั้งฉากกับชิ้นงานจากการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรง อะตอม สามารถทำงานได้ในสองโหมดหลักคือ การทำงานแบบมีการควบคุมแบบย้อนกลับ และ การ ทำงานแบบไม่มีการควบคุมแบบย้อนกลับ โดยการทำงานแบบมีการควบคุมแบบย้อนกลับนั้นจะ กำหนดให้เพียโซเป็นตัวควบคุมการเคลื่อนที่ของชิ้นงาน (หรือ เข็ม) สามารถเคลื่อนที่ขึ้นและลงได้ โดยรักษาระยะห่างระหว่างเข็มกับชิ้นงานมีค่าคงที่ส่งผลให้แรงระหว่างเข็มกับชิ้นงานมีค่าคงที่ด้วย ซึ่ง โหมดนี้เรียกว่า โหมดแรงคงที่ (Constant Force) ทำให้สามารถแสดงให้เห็นภาพลักษณะพื้นผิวของ ชิ้นงานที่น่าเชื่อถือได้ ส่วนการทำงานแบบที่สองไม่มีการควบคุมแบบย้อนกลับ เป็นโหมดที่ควบคุมให้ การเคลื่อนที่ในตำแหน่งแนวแกน z คงที่ และจัดการโค้งงอของคาน ซึ่งโหมดนี้มีประโยชน์สำหรับ ชิ้นงานที่มีลักษณะพื้นผิวค่อนข้างเรียบมากที่ความละเอียดสูง การวัดเพื่อให้ได้ภาพจากกล้อง จุลทรรศน์แรงอะตอมนั้น สามารถทำได้หลายวิธีด้วยการใช้อันตรกิริยาที่แตกที่เกิดขึ้นระหว่างเข็มกับ ชิ้นงานต่าง ซึ่งอันตรกิริยาที่ใช้วัดหลักๆมีอยู่ด้วยกันสามวิธี คือ โหมดสัมผัส (Contact Mode), โหมด สัมผัสแบบสั่น (Tapping Mode) และ โหมดไม่สัมผัส (Non-Contact Mode)

1. โหมดสัมผัส คือ เป็นวิธีการวัดพื้นฐานที่ใช้กันทั่วไปของ กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ซึ่ง เข็มและชิ้นงานมีระยะใกล้กันมากขณะที่ลากเข็มผ่านชิ้นงาน โดยการสัมผัสกันระหว่าง เข็มกับชิ้นงานนั้นใกล้กันในระดับที่มีแรงผลักระหว่างโมเลกุลเกิดขึ้น บริเวณที่เกิดแรง ผลักคือบริเวณที่เส้นกราฟอยู่เหนือแกน x ปัญหาที่สำคัญของโหมดสัมผัส นั้นคือมีแรงซึ่ง มีค่ามากเกิดในแนวตามพื้นผิวขณะที่ลากเข็มผ่านชิ้นงาน
2. โหมดสัมผัสแบบสั่น เป็นโหมดการทำงานพื้นฐานอีกชนิดหนึ่งที่ใช้กับกล้องจุลทรรศน์แรง อะตอมทั่วไป ขณะทำงานคานจะเกิดการสั่นด้วยความถี่ที่เหมาะสมและมีตำแหน่งอยู่ เหนือพื้นผิวของชิ้นงาน ด้วยการสัมผัสพื้นผิวชิ้นแบบสั่นนี้ทำให้แรงเสียดทานมีค่าน้อย มาก แต่การสัมผัสระหว่างเข็มกับชิ้นงานนั้นยังอยู่ในช่วงที่เกิดการผลัเหมือนเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากการสัมผัสระหว่างเข็มกับชิ้นงานเกิดขึ้นในช่วงระยะเวลาสั้นๆ จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้แรงตามแนวพื้นผิวลดลงขณะที่เข็มลากผ่านพื้นผิวชิ้นงาน เมื่อชิ้นงานมีความอ่อนมาก การวัดด้วยโหมดสัมผัสแบบสัมผัสจะเป็นทางเลือกที่ดีกว่าการวัดด้วยโหมดสัมผัส

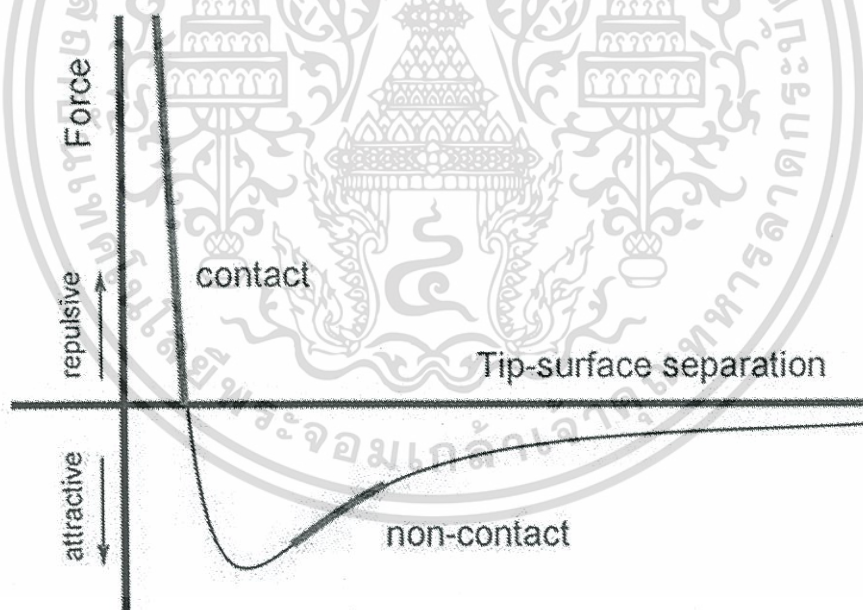
3. โหมดไม่สัมผัส เป็นอีกวิธีการหนึ่งที่ใช้ในการสร้างภาพของ กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมได้ คานต้องอยู่เหนือพื้นผิวของชิ้นงานโดยที่ระยะห่างระหว่างเข็มกับชิ้นงานต้องไม่ห่างเกินกว่าขอบเขตของแรงผลักระหว่างโมเลกุล โหมดการทำงานนี้สร้างขึ้นได้ยากภายใต้สภาวะปกติ ซึ่งสามารถใช้วัดสิ่งเจือปนที่อยู่บนพื้นผิวได้โดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของผิวหน้า สำหรับการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างสามารถทำได้โดยการลากเส้นผ่านจุดที่สนใจบนภาพที่ได้จาก กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ซึ่งทำให้ได้ลักษณะโครงร่างของเส้นที่บอกถึงความลึก ความสูงของพื้นผิว และเราจะใช้ค่าความขรุขระ Root mean square (R_{rms}) เพื่อเป็นค่าที่บอกสภาพความขรุขระของบริเวณพื้นผิวดังกล่าวได้เป็น

$$R_{rms} = \sqrt{\left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (h_i - \bar{h})^2\right)} \quad (2.13)$$

เมื่อ N คือจำนวนจุด

h_i คือค่าข้อมูลความสูงของแต่ละจุด

\bar{h} คือค่าความสูงเฉลี่ย

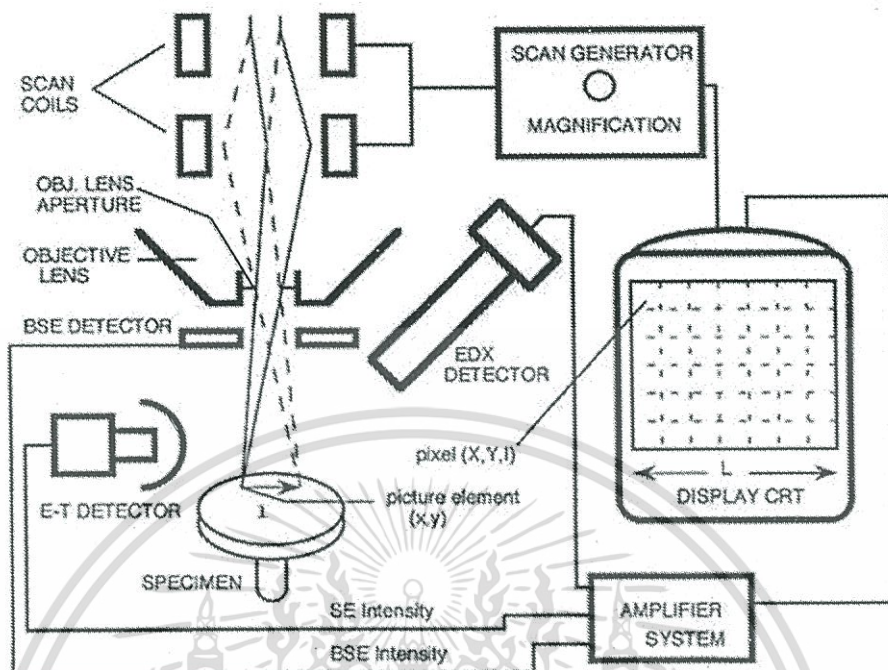


รูปที่ 2.15 แสดงกราฟแรงอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลและระยะห่าง

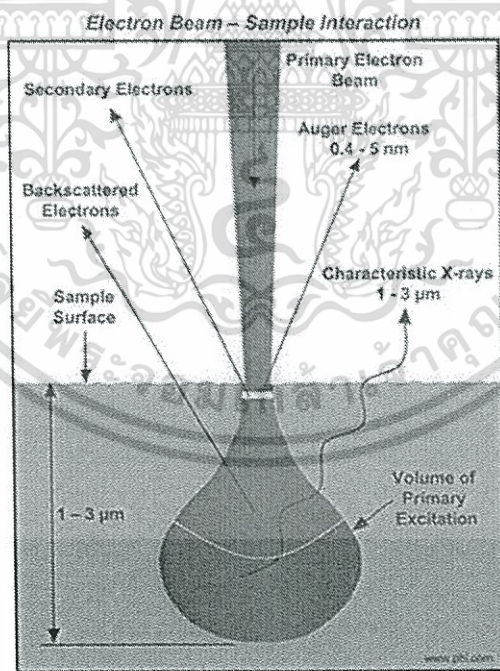
2.3.3 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (Field emission scanning electron microscopy, FE-SEM)

การทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (SEM) พิจารณารูปที่ 2.16 สามารถอธิบายการทำงานได้ดังนี้ แหล่งกำเนิดของอิเล็กตรอน (Electron gun) ซึ่งเป็นขั้วแคโทด มีอยู่ 3 ชนิด คือ ทังสเตน, Lanthanum Hexaboride (LaB6), และ Field Emission ทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนจากฟิลาเมนต์ (Filament) และเร่งกลุ่มอิเล็กตรอนด้วยสนามไฟฟ้าในช่วง 1 - 40 kV และกลุ่มอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะถูกบีบให้เป็นลำอิเล็กตรอนโดย Condenser lens และปรับโฟกัสโดย Objective lens ถ้าต้องการให้ลำอิเล็กตรอนกวาดไปทั่วผิวของตัวอย่างก็สามารถควบคุมได้โดยใช้ Scanning coils ซึ่งจะกวาดบนระนาบ x - y ทำให้เกิดสัญญาณขึ้นมา แล้วหัววัด (Detector) จะวัดสัญญาณที่เกิดขึ้นและถูกแปลงเป็นข้อมูลที่ต้องการโดยชุดระบบทางอิเล็กทรอนิกส์ เมื่ออิเล็กตรอนที่ออกมาจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนโฟกัสลงบนผิวของตัวอย่าง จะทำให้เกิดอันตรกิริยากันระหว่างอิเล็กตรอนที่ถูกยิงลงมาและอะตอมของตัวอย่าง อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนที่ถูกยิงลงมาจากอะตอมของตัวอย่าง สามารถแบ่งได้ 2 แบบ ตามลักษณะการชน คือ แบบยืดหยุ่น (Elastic) และแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic) ซึ่งทั้งสองลักษณะจะให้สัญญาณ ที่จะนำมาใช้งานแตกต่างกัน

1. การชนแบบยืดหยุ่น (Elastic scattering) เมื่อกลุ่มอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งเป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) ตกกระทบลงบนตัวอย่างทำให้อิเล็กตรอนปฐมภูมิกระเจิงออกมา และมีการสูญเสียพลังงานบางส่วนซึ่งน้อยมากให้กับอะตอมของตัวอย่าง อิเล็กตรอนที่กระเจิงออกมาเราเรียกว่า Backscatter electron ซึ่งสามารถนำสัญญาณดังกล่าวมาสร้างเป็นสัญญาณภาพบนจอ CRT ได้
2. การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) กลุ่มของอิเล็กตรอนปฐมภูมิเมื่อชนกับอะตอมของตัวอย่างแล้ว จะเกิดการถ่ายเทพลังงานจลน์และเกิดอันตรกิริยากันกับอะตอมของตัวอย่างทำให้เกิดสัญญาณต่างๆ ซึ่งเป็นสัญญาณที่ Detector สามารถวัดได้ ได้แก่ อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons), Auger electrons, characteristics, X-ray, continuous X-ray, fluorescence X-ray เป็นต้น ดังรูปที่ 2.17 อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) เกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิถ่ายเทพลังงานให้กับอิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้นโคจรต่างๆของอะตอมตัวอย่าง ถ้าพลังงานที่ให้มากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในชั้นโคจรกับนิวเคลียสของอะตอมตัวอย่าง จะทำให้อิเล็กตรอนในชั้นโคจรหลุดออกมา เราเรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาว่า อิเล็กตรอนทุติยภูมิ ซึ่งสามารถนำไปใช้ศึกษาคุณลักษณะผิวหน้าของตัวอย่างได้



รูปที่ 2.16 แสดงโครงสร้างหลักกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด



รูปที่ 2.17 แสดงผลจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดรังสีเอ็กซ์ (X-Ray) สามารถแบ่งตามลักษณะการเกิดได้เป็น 2 ลักษณะ

1. รังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (Continuous X-Ray) เกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิเกิดอันตรกิริยากับอะตอมของตัวอย่างที่บริเวณสนามคูลอมบ์ใกล้กับนิวเคลียส ทำให้อิเล็กตรอนปฐมภูมิเปลี่ยนทิศทางและเกิดการคายพลังงานออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งก็คือรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง มีความสัมพันธ์ดังสมการ

$$E_B - E_A = \Delta E = h\nu \quad (2.14)$$

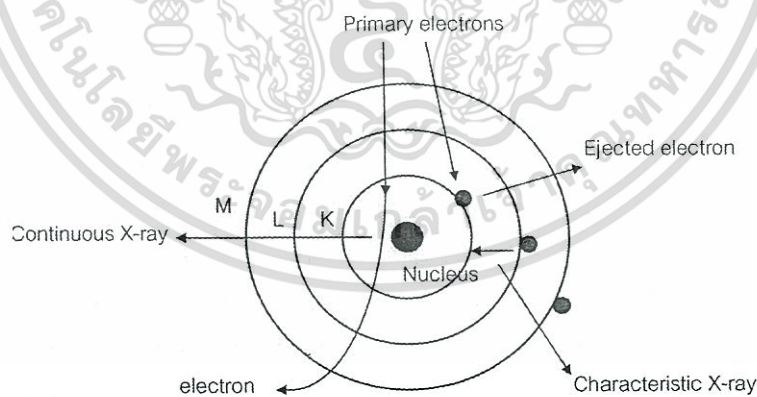
โดยที่ E_B คือ พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิก่อนเกิดอันตรกิริยา (eV)

E_A คือ พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิหลังเกิดอันตรกิริยา (eV)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ เท่ากับ 4.14×10^{-15} (eV.s)

ν คือ ความถี่ของรังสีเอ็กซ์ (Hz)

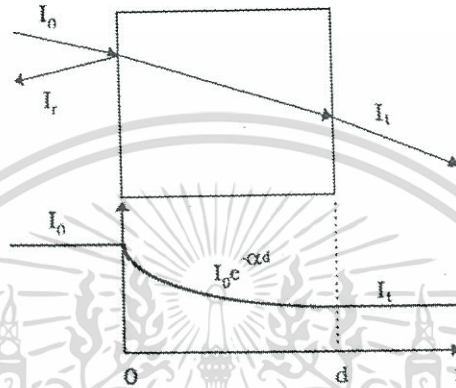
2. รังสีเอ็กซ์เฉพาะค่า (Characteristic X-ray) อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้นโคจรใดๆ ถ้าอิเล็กตรอนในชั้นโคจรใดๆ ได้รับพลังงานซึ่งมากกว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอิเล็กตรอนกับนิวเคลียสจะทำให้อิเล็กตรอนในชั้นโคจรนั้นหลุดออกไปและเกิดที่ว่างขึ้น อิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้นถัดไปซึ่งมีพลังงานสูงกว่าจะเกิดการคายพลังงาน และเข้ามาแทนที่ในตำแหน่งที่ว่างนั้น พลังงานที่คายออกมานั้น ก็คือรังสีเอ็กซ์นั่นเอง เรียกว่า รังสีเอ็กซ์เฉพาะธาตุ ดังรูปที่ 2.18 เนื่องจากระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในชั้นโคจรของแต่ละธาตุมีค่าไม่เท่ากัน ทำให้สามารถนำความแตกต่างของระดับพลังงานเป็นตัวจำแนกชนิดของธาตุที่มีอยู่ในอะตอมของตัวอย่างได้ เรียกว่า การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative analysis) ส่วนความเข้มของรังสีเอ็กซ์สามารถนำมาใช้วิเคราะห์หาปริมาณของธาตุที่อยู่ในตัวอย่างได้ เรียกว่า การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative analysis)



รูปที่ 2.18 แสดงการเกิดรังสีเอ็กซ์ต่อเนื่องและรังสีเอ็กซ์เฉพาะธาตุ

2.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer)

ระบบสเปกโตรสโกปีระบบยูวี-วิสิเบิลถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์สารเมื่อประมาณปี ค.ศ. 1930 ซึ่งนับเป็นสเปกโตรสโกปีแบบดูดซับชนิดแรก ช่วงความยาวคลื่นที่ใช้อยู่ระหว่าง 190 – 400 นาโนเมตร และขยายไปถึงช่วงระหว่าง 380-800 นาโนเมตร โดยหลักการการทะลุผ่านของแสงก็คือ เมื่อแสงเดินทางไปตามทึบวัตถุ แสงบางส่วนจะสะท้อนกลับที่ผิววัสดุและจะมีแสงบางส่วนเดินทางเข้าไปข้างในวัสดุ แสงบางส่วนดังกล่าวจะถูกดูดกลืนและจะมีบางส่วนที่ทะลุออกมา ดังรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 แสดงลักษณะการเดินทางของแสงทะลุผ่านตัวกลาง

เมื่อ I_0 คือ ความเข้มแสงที่ตกกระทบผิววัสดุ
 I_r คือ ความเข้มแสงที่สะท้อนจากผิววัสดุ
 I_t คือ ความเข้มแสงที่ทะลุผ่านผิววัสดุ

เราสามารถให้นิยามของสัมประสิทธิ์การสะท้อนแสง R (Optical reflectivity coefficient) สัมประสิทธิ์การดูดกลืน α (Optical absorption coefficient) และสัมประสิทธิ์การทะลุผ่านแสง (Optical Transmittance Coefficient) ได้ดังนี้

สัมประสิทธิ์การสะท้อนแสง

$$R = \frac{I_r}{I_0} \quad (2.15)$$

ดังนั้น ความเข้มแสงที่เดินทางเข้าสู่ตัวกลาง

$$I_0 - I_r = I_0 - RI_0 = (1 - R)I_0 \quad (2.16)$$

จากนั้นเมื่อแสงเดินทางเข้าไปในวัสดุแสงจะถูกดูดกลืน จากรูปจะเห็นว่าแสงจะมีค่าความเข้มแสงลดลงแบบเอกซ์โพเนนเชียลตามระยะทาง d ในกรณีที่มีการสะท้อนที่ผิวด้านหลัง ความเข้มของแสงที่ทะลุผ่านออกด้านหลังของวัสดุ คือ

$$I_t = (1 - R)^2 I_0 e^{-\alpha d} \quad (2.17)$$

สัมประสิทธิ์การทะลุผ่านแสง

$$T = \frac{I_T}{I_0} = (1 - R)^2 I_0 e^{-\alpha d} \quad (2.18)$$

สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (Absorption coefficient)

$$\alpha = \frac{1}{d} (\ln T) = \frac{1}{d} \ln\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (2.19)$$

พิจารณาสนามไฟฟ้าที่เคลื่อนที่ในทิศ Z มีอิเล็กทริกดิสเพลสเมนต์ในทิศ X เขียนเป็นสมการได้ดังนี้

$$\vec{E} = E_x e^{i(\omega t - z\vec{K})} \quad (2.20)$$

เมื่อ E_x คือ แอมพลิจูดของสนามไฟฟ้า E

ω คือ ความถี่เชิงมุมของคลื่น

\vec{K} คือ เลขคลื่นเชิงซ้อน

t คือ เวลา

i คือ จำนวนเชิงซ้อน

จากสมการแมกซ์เวลล์ สามารถเขียนสมการของเลขคลื่นเชิงซ้อนได้เป็น

$$\vec{K} = \left(\frac{\omega}{c}\right) \sqrt{\mu \tilde{\epsilon}} \quad (2.21)$$

เมื่อ μ คือ ค่าความซึมซาบทางแม่เหล็ก (Magnetic Permeability)

$\tilde{\epsilon}$ คือ สภาพยอมทางไฟฟ้าเชิงซ้อนสัมพัทธ์

c คือ ความเร็วแสง

ค่าของ $\tilde{\epsilon}$ ขึ้นกับความยาวคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า และมีอิทธิพลต่อการตอบสนองการเปลี่ยนแปลงสนามแม่เหล็กของวัสดุตามสมการ

$$\vec{D} = \epsilon_0 \tilde{\epsilon} \vec{E} \quad (2.22)$$

เมื่อ ϵ_0 คือ สภาพยอมทางไฟฟ้าในสุญญากาศ

นอกจากความสัมพันธ์ดังกล่าวแล้ว กรณีวัสดุที่เป็นตัวนำ $\tilde{\epsilon}$ จะมีความสัมพันธ์กับค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อน

$$\tilde{\epsilon} = \tilde{n}^2 \quad (2.23)$$

โดยที่

$$\tilde{n} = n - ik \quad (2.24)$$

เมื่อ n คือ ค่าดัชนีหักเห (Index of Reflection)

k คือ สัมประสิทธิ์การดับสูญ (Extinction Coefficient)

ค่า n และ k จะขึ้นกับความยาวคลื่นของแม่เหล็กไฟฟ้า นำสมการที่ 2.21 ถึง 2.24 แทนในสมการที่ 2.20 จะได้ความสัมพันธ์ใหม่เป็น

$$\vec{E} = E_x e^{i(\omega t - \frac{\omega}{c}nz)} e^{-\frac{\omega}{c}kz} \quad (2.25)$$

เนื่องจากความเข้มจะแปรตามกำลังสองของสนามไฟฟ้าดังสมการ

$$I(z) = |\vec{E}|^2 \quad (2.26)$$

$I(z)$ เป็นความเข้มของสนามไฟฟ้าที่ตำแหน่งจากผิวของวัสดุถึงไป z และที่ $z = 0$ จะได้

$$I(z) = I(0) e^{-2kz \frac{\omega}{c}} = I(0) e^{-\alpha z} \quad (2.27)$$

โดยที่

$$\alpha = \frac{2k\omega}{c} = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (2.28)$$

ค่า α เป็นสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (Absorption Coefficient) เป็นสมบัติของวัสดุที่แสดงถึงการลดทอนความเข้มของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ระยะทางหรือความลึกจากผิวของวัสดุที่ทำให้ความเข้มของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าลดลงเป็น $1/e$ เท่าของค่าเดิมจะเรียกว่า ความลึกผิว (Skin Depth, δ) ซึ่งเป็นส่วนกลับของสัมประสิทธิ์การดูดกลืนมีสมการเป็น

$$\delta = \frac{1}{\alpha} = \frac{c}{2k\omega} = \frac{\lambda}{4\pi k} \quad (2.29)$$

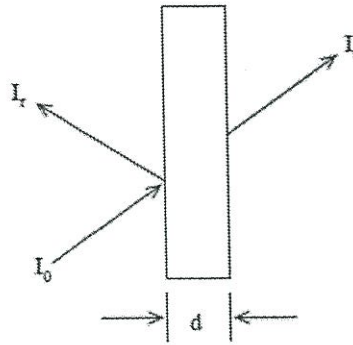
การคำนวณสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง และช่องว่างพลังงาน จากสัมประสิทธิ์การส่องผ่านแสงสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงสามารถคำนวณได้โดยตรงจาก สัมประสิทธิ์การส่องผ่านแสงพิจารณาแสงตกกระทบสารตัวอย่างในแนวตั้งฉาก แสดงดังรูปที่ 2.19 ให้ความเข้มของแสงที่ตกกระทบเป็น I_0 ความเข้มของแสงที่ทะลุผ่านเป็น I_t และความเข้มของแสงสะท้อนที่สะท้อนกลับเป็น I_r ความเข้มแสงที่ทะลุผ่านและสะท้อนกลับ สามารถเขียนในรูปของสัมประสิทธิ์การส่องผ่าน และสัมประสิทธิ์การสะท้อน ตามลำดับดังสมการ

$$T = \frac{I_t}{I_0} = \frac{(1-R)^2 \exp(-\alpha d)}{(1+R)^2 \exp(-2\alpha d)} \quad (2.30)$$

$$R = \frac{I_r}{I_0} = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2} \quad (2.31)$$

เมื่อความหนาของตัวอย่างที่พอเหมาะจะทำให้ปริมาณ $R^2 \exp(-2\alpha d)$ มีค่าน้อยกว่า 1 มาก สมการที่ 2.30 จึงลดรูปเหลือ

$$T = (1 - R)^2 e^{-\alpha d} \quad (2.32)$$



รูปที่ 2.20 แสดงการส่องผ่านแสงและการสะท้อน

การเปลี่ยนแปลงพลังงานของโฟตอนที่ตกกระทบเนื้อสารจะมีผลต่อสัมประสิทธิ์การสะท้อนน้อยมาก ซึ่งสามารถประมาณ $(1-R)^2$ เป็นค่าคงที่ ดังนั้นจากสมการที่ 2.32 สามารถเขียนสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \left(\frac{I_0}{I_t} \right) = \alpha' + c \quad (2.33)$$

เมื่อ c คือ ค่าคงที่ที่เกิดจากการประมาณให้สัมประสิทธิ์การสะท้อนคงที่ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนสูงกว่าความเป็นจริง ในการทดลองจะต้องนำสัมประสิทธิ์การดูดกลืนพื้นหลัง (Background absorption coefficient, α_0) ที่เกิดขึ้นจากข้อบกพร่อง มาลบออกจากค่า α เพื่อให้ได้ค่าที่ถูกต้อง ปรากฏการณ์การดูดกลืนแสงของสารกึ่งตัวนำ เป็นอันตรกิริยาระหว่างคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ากับสารกึ่งตัวนำ นิยามให้ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง คือ ปริมาณความเข้มแสงที่ลดลงต่อหน่วยระยะทาง ดังสมการ

$$\alpha = -(1/I) \frac{dI}{dx} \quad (2.34)$$

เมื่อ I คือ ความเข้มแสงที่ระยะทาง x ใดๆ ในตัวกลาง พิจารณากรณีแสงเอกรงค์ (Monochromatic Light) เคลื่อนที่ผ่านตัวกลางที่มี แกนโพลาไรเซชันแบบระนาบ สนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กสามารถเขียนได้เป็น

$$E = E_0 e^{[iKr - \omega t]} \quad (2.35)$$

$$H = H_0 e^{[iKr - \omega t]} \quad (2.36)$$

- เมื่อ
- E คือ สนามไฟฟ้า
 - H คือ สนามแม่เหล็ก
 - ω คือ ความถี่เชิงมุม
 - t คือ เวลา
 - K คือ เวกเตอร์คลื่น มีทิศทางตั้งฉากกับ E กับ H

เขียนได้เป็น $K = K_1 + K_2$ ซึ่ง K_1 และ K_2 คือ เวกเตอร์จริง (Real Part) และเวกเตอร์จินตภาพ (Imaginary Part) ตามลำดับสมการที่ 2.35 และ 2.36 จะเป็นผลเฉลยของสมการของแมกซ์เวลล์ ค่าสภาพซึมได้ทางแม่เหล็ก (Magnetic permeability) $\mu = 1$ ถ้า

$$KK = \mu_0 \epsilon_0 \epsilon \omega^2 = \frac{\epsilon \omega^2}{c^2} \quad (2.37)$$

สำหรับตัวกลางที่มีดัชนีหักเหเป็นปริมาณเชิงซ้อน

$$N = n + ik \quad (2.38)$$

เมื่อ n คือ ค่าจริงของดัชนีหักเหของตัวกลาง

k คือ ค่าจินตภาพ หรือ สัมประสิทธิ์การดับสูญ (Extinction Coefficient) ของดัชนีหักเหของตัวกลางสำหรับระนาบคลื่นเอกพันธ์จะได้

$$|K_1| = \frac{n\omega}{c} \quad (2.39)$$

$$|K_2| = \frac{k\omega}{c} \quad (2.40)$$

สำหรับการส่งผ่านพลังงานต่อหน่วยเวลาคือ

$$\bar{S} = \frac{nc\epsilon_0}{2} (E_0 \cdot E_0) k_E \quad (2.41)$$

เมื่อ k_E คือ เวกเตอร์หนึ่งหน่วยของ K_1 และ K_2

แทนสมการที่ 2.33 ลงในสมการที่ 2.39 จะได้

$$\bar{S} = \frac{nc\epsilon_0}{2} (E_0 \cdot E_0) k_E \exp(-2K_2 r) \quad (2.42)$$

จะเห็นว่าการส่งผ่านพลังงานเฉลี่ยต่อเวลาลดลงด้วยแฟกเตอร์ $\exp(-2K_2 r)$ ตลอดระยะทาง d ซึ่ง

$$\alpha = 2|K_2| = \frac{2k\omega}{c} = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (2.43)$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นแสงในสุญญากาศ

จากสมการที่ 2.43 พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของตัวกลางขึ้นกับความยาวคลื่นและสัมประสิทธิ์เอ็กซ์ทิงชันชัน ที่ความถี่แสงเดียวกันในตัวกลางต่างชนิดกัน การดูดกลืนแสงก็จะต่างกันการดูดกลืนแสงเป็นสมบัติเฉพาะตัวของตัวกลางแต่ละชนิด การคำนวณหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของสามารถทำได้โดยสมการ

$$B(h\nu - E_g^m) = \alpha h\nu \quad (2.44)$$

เมื่อ B คือ ค่าคงที่

$h\nu$ คือ พลังงานแสง

E_g คือ ช่องว่างพลังงาน

m คือ ค่าคงที่โดยมีค่าขึ้นกับ transition mode ของสารกึ่งตัวนำ

[1/2: การย้ายพลังงานแบบตรงแบบยอมรับได้ (Direct Allowed), 3/2: การย้ายพลังงานแบบตรงแบบต้องห้าม (Direct forbidden), 2: การย้ายพลังงานชนิดไม่ตรงแบบยอมรับได้ (Indirect allowed), 3: การย้ายพลังงานแบบชนิดไม่ตรงแบบต้องห้าม (Indirect forbidden)]



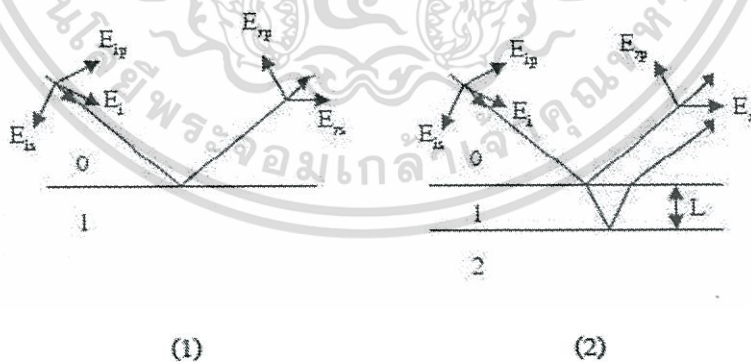
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบสเปกโทรสโกปิก อีลิปโซเมทรี (Spectroscopic Ellipsometry)

อีลิปโซมิเตอร์เป็นเครื่องมือที่ประยุกต์ใช้หลักการการวิเคราะห์โพลาไรเซชันของแสงที่เปลี่ยนไป เพื่อตรวจสอบสมบัติเชิงแสงของฟิล์มบาง(Optical property) โดยทั่วไปอีลิปโซมิเตอร์จะเป็นเครื่องวัดประเภทสเปกโทรสโกปี (Spectroscopy) คือมีการวัดโดยใช้แสงหลายความยาวคลื่น แสงที่ใช้ในการพิจารณาจะอยู่ในย่านแสงเหนือม่วง (Ultraviolet) ย่านแสงที่ตามองเห็น (Visible region) และย่านอินฟราเรด (Infrared) โดยการวัดสามารถวัดได้ทั้งโหมดสะท้อนและส่งผ่าน ขึ้นอยู่กับลักษณะของฟิล์มบาง แต่โหมดสะท้อนเป็นที่นิยมมากกว่าเนื่องจากฟิล์มบางจะให้แสงส่งผ่านน้อยลงเมื่อความหนาเพิ่มขึ้น เครื่องอีลิปโซมิเตอร์มีข้อดี คือมีความแม่นยำและความรวดเร็วในการวัด โดยการวัดจะไม่ทำลายพื้นผิวของฟิล์มบางที่ทำการวัด แต่ข้อเสียของอีลิปโซมิเตอร์คือต้องมีแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ซึ่งมีความซับซ้อน

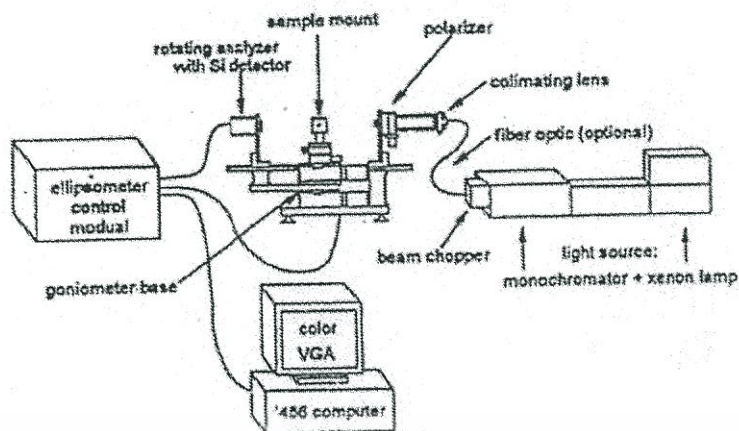
ตารางที่ 2.1 ข้อดีและข้อเสียของอีลิปโซมิเตอร์

| ข้อดี | ข้อเสีย |
|--|---|
| 1) ความแม่นยำในการวัดสูง | 1) จำเป็นต้องมีแบบจำลองทางคณิตศาสตร์เพื่อวิเคราะห์สมบัติของวัสดุตัวอย่าง และการวิเคราะห์ที่มีความซับซ้อนมาก |
| 2) ไม่ทำลายวัสดุตัวอย่างระหว่างการวัด | 2) มีความสามารถในการแยกแยะสมบัติเชิงพื้นผิวได้ไม่ดี ขึ้นกับขนาดของลำแสงที่ใช้ |
| 3) สามารถวัดได้รวดเร็วระหว่างการปฏิบัติงาน | 3) ยากที่จะทำการวัดวัสดุตัวอย่างซึ่งมีสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่ต่ำ |

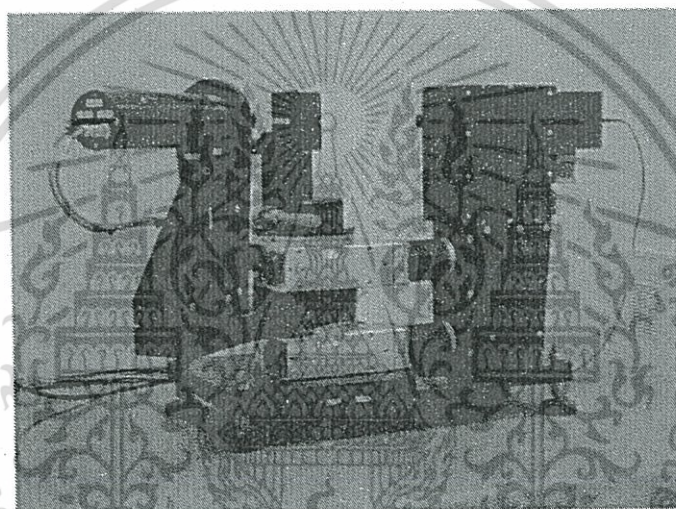


$$r_p = E_{rp}/E_{ip} = |r_p| \exp(i\delta_p), \quad r_s = E_{rs}/E_{is} = |r_s| \exp(i\delta_s)$$

รูปที่ 2.21 แสดงการโพลาไรซ์ของแสงที่สะท้อนจากตัวกลาง (1) 2 ตัวกลาง และ (2) 3 ตัวกลาง



รูปที่ 2.22 แสดงส่วนประกอบของเครื่อง Spectroscopic ellipsometry



รูปที่ 2.23 Variable Angle Spectroscopic Ellipsometer (VASE) ที่มีตัวรับแสงเพื่อวิเคราะห์แบบหมุนรอบแกน (Rotating Analyzer Ellipsometer, RAE) ของบริษัท J.A. Woollam

ในรูปที่ 2.21 จากภาพ (1) แสดงการเปลี่ยนแปลงของโพลาไรเซชันของแสงที่รอยต่อผิวของตัวกลาง 2 ชนิดแสงตกกระทบผ่านมาจากด้านซ้าย (i-Incident Light) และสะท้อน (r-Reflect Light) ทางด้านขวา โดยมีค่าสนามไฟฟ้า (Electric Field, E) สำหรับ E_p เป็นภาพที่อยู่ในระนาบของกระดาษ ส่วน E_s อยู่ในระนาบตั้งฉากกับกระดาษ ส่วนรูป (2) กรณีของ 3 ตัวกลางโดยตัวกลางที่ 1 หนา L ส่วนในรูปที่ 2.22 เป็นองค์ประกอบของเครื่อง Spectroscopic Ellipsometer โดยทั่วไปเมื่อแสงที่โพลาไรซ์ (Polarized Light) จะสะท้อนจากผิวหน้าของสารตัวอย่างทั้งเฟส (Phase) และแอมพลิจูด (Amplitude) ของแสงนั้นจะเปลี่ยนแปลงไปตามค่าคงที่ทางแสง (Optical constant) ของวัสดุนั้นๆ ซึ่งตัวแปรที่สำคัญของเทคนิคนี้ก็คือนเฟสที่เปลี่ยนแปลงไป (Δ) ของ E_s ที่สัมพันธ์กับ E_p และแอมพลี

จุดที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งเราเรียกว่าตัวแปรทั้งคู่คือ เดลตา (Δ) และซายน์ (Ψ) ว่าเป็น Ellipsometric parameters สำหรับสมการหลักคือ

$$\Delta = \delta_{rp} - \delta_{rs} \quad (2.45)$$

และ

$$\tan(\Psi) = \frac{[r_p]}{[r_s]} \quad (2.46)$$

ซึ่งจากสมการ เราจะหาค่าสัมประสิทธิ์การสะท้อนเชิงซ้อน ρ ได้โดยที่

$$\rho = \tan(\Psi)\exp(i\Delta) = \frac{r_p}{r_s} \quad (2.47)$$

เมื่อ δ_{rp} คือ เฟสที่เปลี่ยนแปลงไปสำหรับ p-component (ระนาบขนาน)

δ_{rs} คือ เฟสที่เปลี่ยนแปลงไปสำหรับ s-component (ระนาบตั้งฉาก)

เครื่อง VASE (Variable angle spectroscopic ellipsometer) วัดการเปลี่ยนแปลงสถานะโพลาไรเซชันและการเปลี่ยนเฟสของแสงที่สะท้อน หรือส่องผ่าน ออกมาจากตัวอย่างที่มุมต่าง ๆ กัน แล้วนำผลที่ได้จากการวัด (Experiment data) มาเปรียบเทียบกับค่าจำลองลักษณะของฟิล์ม (Model) ที่เราได้สร้างขึ้น จากหลักทางฟิสิกส์ในการเกิดฟิล์มด้วยระบบสปีดเตอร์ริง โดยฐานข้อมูลของฟิล์มแต่ละชั้นหรือ ลักษณะพิเศษของแต่ละชั้นมีอยู่ในโปรแกรม WVASE 32 ของเครื่องอิลิปโซมิเตอร์ โปรแกรม WVASE 32 จะคำนวณเพื่อเปรียบเทียบค่าที่ได้จากการวัด และค่าจากแบบจำลองลักษณะของฟิล์มบาง (Model) เพื่อหาค่าความหนาของฟิล์มบาง รวมทั้งค่าคงที่ทางแสง (n, k) ที่แปรเปลี่ยนไปตามความยาวคลื่นโดยแสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าดัชนีหักเหของแสง (n) และค่าสัมประสิทธิ์ดับสูญ (k) เทียบกับค่าความยาวคลื่น โดยความใกล้เคียงระหว่างแบบจำลองกับค่าที่วัดได้นั้น โปรแกรมจะแสดงเป็นค่าความผิดพลาด (Mean square error, MSE) ถ้าค่าความผิดพลาดน้อยแสดงว่ามีความใกล้เคียงกับแบบจำลองมาก ซึ่งวิธีการเทียบแบบจำลองให้มีค่าใกล้เคียงกับผลที่ได้จากการวัดมากที่สุดก็จะสามารถหาค่าคงที่ทางแสงได้แม่นยำมากขึ้น

2.3.5.1 ขั้นตอนการวัดข้อมูลจากฟิล์มบาง

เพื่อความถูกต้องในการเปรียบเทียบผลระหว่างแบบจำลองและผลจากการวัดนั้น จะต้องทำการวัดข้อมูล ดังนี้ วัดข้อมูลการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูด (Ψ) และเฟส (Δ) ของแสง (VASE data) โดยในช่วงความยาวคลื่น 350 – 1700 นาโนเมตร มุมตกกระทบ 70° กับเส้นตั้งฉากผิวฟิล์ม หลังจากนั้นนำข้อมูลไปเปรียบเทียบกับรูปแบบจำลองที่ได้สร้างไว้

2.3.5.2 การสร้างแบบจำลอง (Modeling)

1. การกระจายตัวแบบคوشي (The Cauchy dispersion)

สมการ Cauchy เป็นสมการที่สามารถใช้ในการหาค่าดัชนีหักเหของแสงของฟิล์มบางซึ่งมีความแม่นยำสำหรับแสงในช่วงที่ตามองเห็นและอินฟราเรด ทั้งนี้แบบจำลองที่ทำการสร้างจากสมการ Cauchy นั้นไม่สามารถที่จะอธิบายในช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ต

$$n(\lambda) = A_n + \frac{B_n}{\lambda^2} + \frac{C_n}{\lambda^4} \quad (2.48)$$

เมื่อ A_n , B_n และ C_n เป็น Cauchy parameter

2. การกระจายตัวแบบลอเรนซ์ (The Lorentz Dispersion)

สมการลอเรนซ์ได้กล่าวถึงการสั่นของกลุ่มอะตอมที่คล้ายกับการสั่นของสปริง ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการวัด โดยที่สมการลอเรนซ์สามารถที่จะอธิบายค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อน (complex index of refraction) ที่เกิดจากความขรุขระพื้นบนพื้นผิวจากกลุ่มของอะตอมในการเกิดฟิล์มบาง

$$m \frac{d^2 \vec{r}}{dt^2} + m\Gamma \frac{d\vec{r}}{dt} + m\omega_0^2 \vec{r} = -e\vec{E} \quad (2.49)$$

โดยเทอมแรกของสมการนั้นแสดงแรงเนื่องมาจากอัตราเร่งของมวลอิเล็กตรอน เทอมสองอธิบาย viscous damping from scattering และเทอมที่สามได้อธิบาย restoring force (แรงอนุรักษ์) โดยที่ ω_0 ค่าความถี่เรโซแนนซ์และเทอมของ $-e\vec{E}$ แสดงแรงเคลื่อนประจุไฟฟ้า จากสมการ (2.49) สามารถหาคำตอบทั่วไปได้

$$\vec{r} = \frac{e\vec{E}/m}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega} \quad (2.50)$$

จากสมการ 2.48 แก่สมการโดยใช้หลัก atomic polarizability หาค่า $\tilde{\epsilon}$ ได้เท่ากับ

$$\tilde{\epsilon} = (n - ik)^2 = \epsilon_1 - i\epsilon_2 = 1 + \frac{4\pi Ne^2}{m} - \frac{1}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega} \quad (2.51)$$

เมื่อ N คือ จำนวนอะตอม

สามารถแยกส่วนจริงและส่วนจินตภาพได้โดยแสดงในสมการที่ (2.52) – (2.54)

$$\varepsilon_1 = 1 + \frac{4\pi N e^2}{m} \cdot \frac{(\omega_0^2 - \omega^2)}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \Gamma^2 \omega^2} \quad (2.52)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{4\pi N e^2}{m} \cdot \frac{\Gamma \omega}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \Gamma^2 \omega^2} \quad (2.53)$$

$$\tilde{n} = n - ik = \sqrt{(E)\tilde{\varepsilon}} \quad (2.54)$$

จากค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อนเท่ากับ

$$\tilde{\varepsilon} = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 \quad (2.55)$$

สัมประสิทธิ์การดูดกลืน ค่าดัชนีหักเห ค่าสัมประสิทธิ์ดัชนีสูง สามารถเขียนในเทอมของ ε_1 และ ε_2 ได้ดังนี้

$$n(E) = \sqrt{\frac{1}{2}(\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2)^{1/2} + \varepsilon_1} \quad (2.56)$$

$$k(E) = \sqrt{\frac{1}{2}(\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2)^{1/2} - \varepsilon_1} \quad (2.57)$$

$$\alpha(E) = \frac{4\pi k(E)}{\lambda} = \left[\frac{2E}{\hbar} \right] \sqrt{\frac{(\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2)^{1/2} - \varepsilon_1}{2}} \quad (2.58)$$

จากความสัมพันธ์ในสมการที่ (2.51) - (2.53) ที่ได้จากสมการลอเรนซ์ออสซิลเลเตอร์นั้นได้ถูกนำมาใช้เป็นแนวคิดพื้นฐาน ในการอธิบายทางคณิตศาสตร์ในช่วงแสงตั้งแต่นำรังสีอัลตราไวโอเล็ต ถึงรังสีอินฟราเรด

3. ทาวส์-ลอเรนซ์ ออสซิลเลเตอร์ (Tauc-Lorentz oscillator)

ในการสร้างแบบจำลองทางแสงเพื่อหาค่าตัวแปรของวัสดุสารกึ่งตัวนำนั้น ทฤษฎีพื้นฐานของลอเรนซ์ไม่สามารถหาค่าสัมประสิทธิ์ระดับสูงของวัสดุได้ในช่วงที่เข้าใกล้แถบช่องว่างพลังงาน ทาวส์-ลอเรนซ์ได้ถูกนำมาใช้ในการช่วยอธิบายได้ จากสมการที่ (2.59)

$$\varepsilon_2(E) = \left[\frac{AE_0C(E-E_g)^2}{(E^2-E_0^2)+C^2E^2E} - \frac{1}{E} \right], E > E_g \quad (2.59)$$

$$\varepsilon_2(E) = 0, E \leq E_g \quad (2.60)$$

เมื่อ A คือ แอมพลิจูด
 E_0 คือ peak transition energy
 C คือ broadening constant
 E_g คือ ช่องว่างพลังงาน

ทั้งนี้ค่า ε_1 สามารถเขียนได้ดังสมการ

$$\varepsilon_1(E) = \varepsilon_1(\infty) + \frac{2}{\pi} p \int_{E_g}^{\infty} \frac{\xi \varepsilon_2(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi \quad (2.61)$$

ให้ค่า $\varepsilon_1(\infty)$ เป็นค่าคงที่ เนื่องจากค่า ε_1 จะเข้าสู่ศูนย์เมื่อค่าพลังงานที่พลังงานต่ำกว่าขอบการดูดกลืนและ p เป็นค่าที่ได้จากการอินทิเกรตสมการคอปซี ค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อน และค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนสามารถหาได้จากสมการที่ (2.56) - (2.58)

2.3.5.3 การวิเคราะห์ด้วยวิธี Regression Analysis

เป็นขั้นตอนเปรียบเทียบค่าที่ได้จากการวัด เทียบกับแบบจำลองที่สร้างขึ้นโดยการปรับตัวแปรต่างๆ ของแบบจำลอง จนได้แบบจำลองที่มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ได้จากการวัดมากที่สุด ค่าตัวแปรของแบบจำลองที่ได้จากการปรับตัวแปรนี้สามารถให้ข้อมูลสมบัติทางแสงของฟิล์มบาง ส่วนแบบจำลองที่ใกล้เคียงกับการวัดมากที่สุดนั้นจะแสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบาง

2.3.5.4 การประเมินค่าจากแบบจำลองที่ได้หลังจากการวิเคราะห์

ค่าที่ได้จากแบบจำลองเทียบสามารถอธิบายถึงสมบัติของฟิล์มบาง โดยที่ความถูกต้องของสมบัติของฟิล์มบางที่ได้ขึ้นอยู่กับความเท่ากันหรือความใกล้เคียงกันระหว่างแบบจำลองกับค่าที่วัดได้ ถ้าใกล้เคียงกันสมบัติของฟิล์มบางที่ได้ก็จะมีค่าความถูกต้อง โดยที่ค่าความถูกต้องหรือความใกล้เคียงนั้น จะพิจารณาจากค่า Mean squared error (MSE) แสดงดังสมการ 2.63

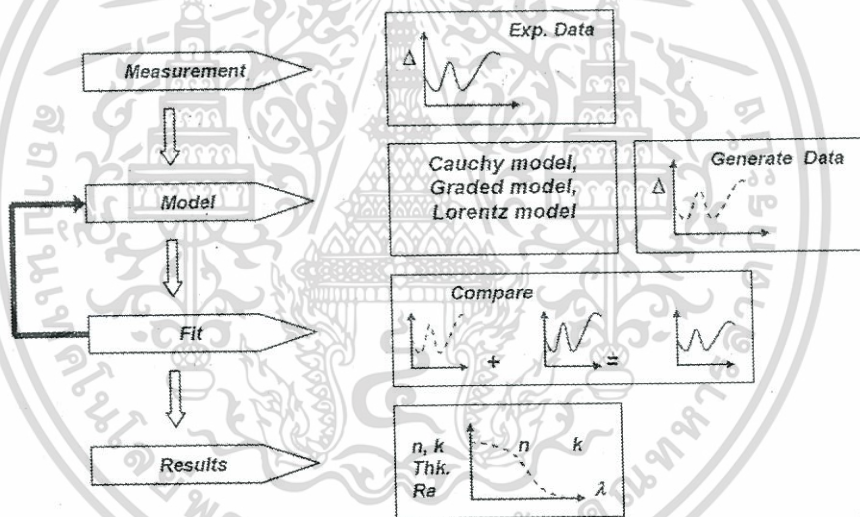
$$MSE^2 = \frac{1}{2N-M} \sum_{i=1}^N \left[\left(\frac{\psi_i^{mod} - \psi_i^{exp}}{\sigma_{\psi_i}^{exp}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_i^{mod} - \Delta_i^{exp}}{\sigma_{\Delta_i}^{exp}} \right)^2 \right] = \frac{1}{2N-M} \chi^2 \quad (2.62)$$

โดยที่ N = จำนวนคู่ของซายน์ (Ψ) และเดลต้า (Δ)

M = จำนวนตัวแปรที่ปรับในแบบจำลอง

σ = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานข้อมูลที่ได้จากการวัด

ค่า MSE นี้แสดงถึงความผิดพลาดหรือความไม่เท่ากันของแบบจำลองและฟิล์มบางที่วัด ดังนั้นในการฟิตแบบจำลองให้สามารถวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางได้อย่างแม่นยำนั้น จะต้องฟิตแบบจำลองให้มีค่า MSE น้อยที่สุด

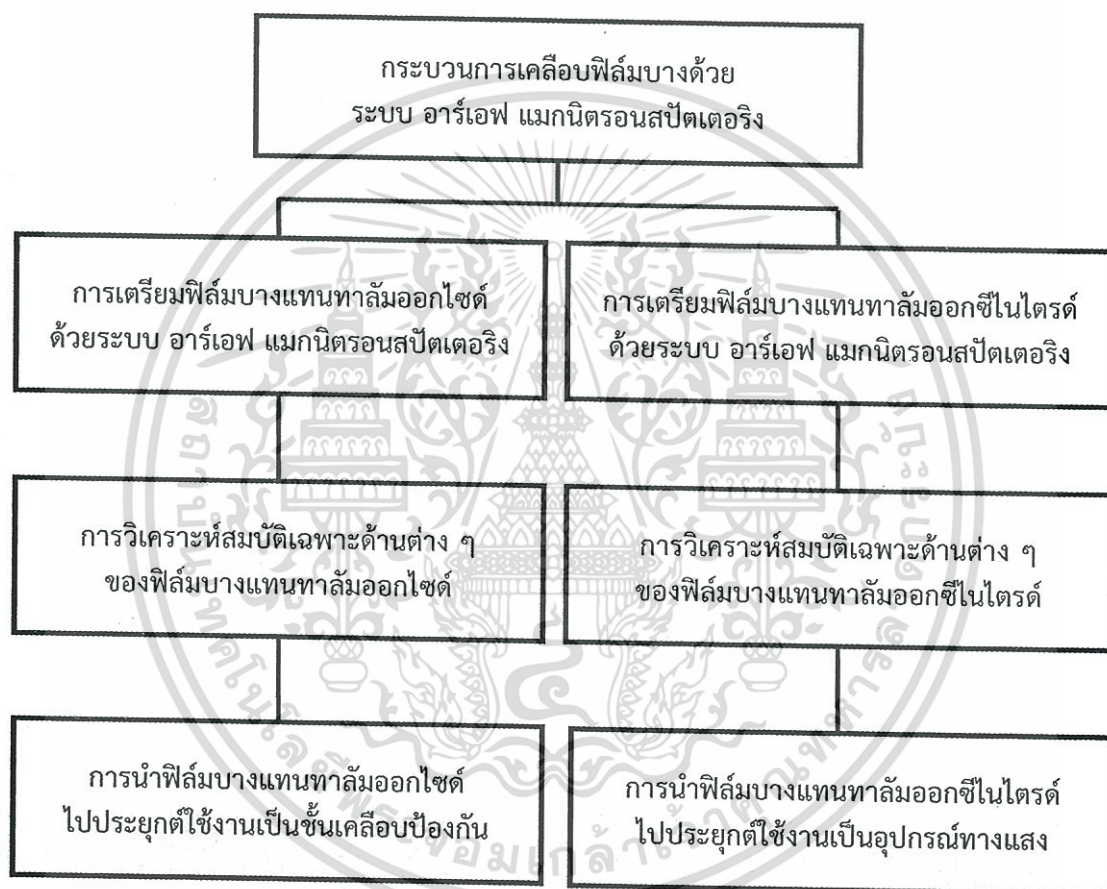


รูปที่ 2.24 แสดงขั้นตอนการหาค่าความหนาและค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มที่วัดได้จากเครื่อง VASE ด้วยโปรแกรม WVASE32

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

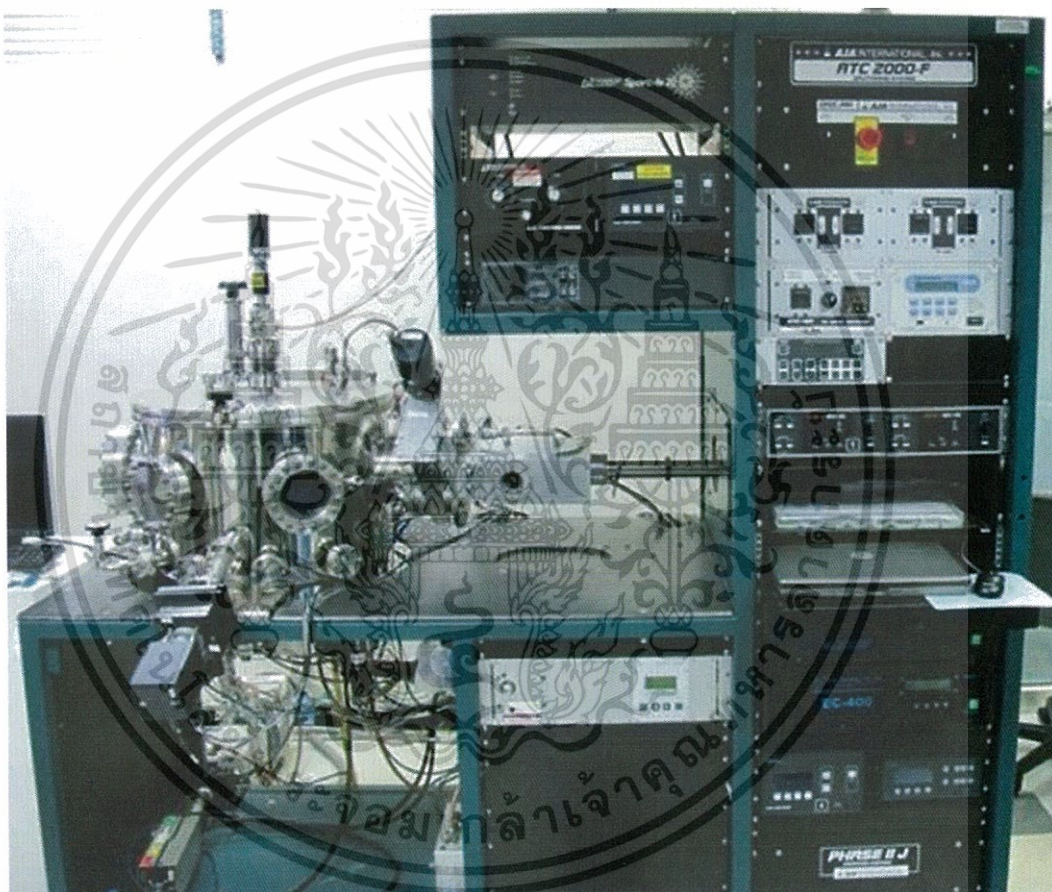
บทนี้จะกล่าวถึงกระบวนการในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และแทนทาลัมออกซีไนด์ในไตรด์ ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง รวมทั้งการตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบางที่เตรียมได้ อาทิเช่น โครงสร้างผลึก ลักษณะกายภาพพื้นผิว สมบัติทางแสง รวมทั้งการนำไปประยุกต์ใช้งานทางการเคลือบปกป้องผิววัสดุและอุปกรณ์ทางแสง ในรูปที่ 3.1 แสดงไดอะแกรมขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย



รูปที่ 3.1 แสดงไดอะแกรมขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 การเตรียมฟิล์มบางด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง

งานวิจัยนี้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ถูกเตรียมด้วยระบบ สปัตเตอริง ของบริษัท AJA International, Inc. ATC 2000-F (รูปที่ 3.2) ติดตั้งภายในห้องปฏิบัติการฟิล์มบางเชิงแสง (Optical thin film laboratory) ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) โดยใช้เป้าโลหะสารเคลือบ (Sputtering target) แทนทาลัม (Ta) ที่มีความบริสุทธิ์ 99.99 % ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว ความหนา 6 มิลลิเมตร ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน (Ar) ที่ความบริสุทธิ์ 99.999 % ก๊าซออกซิเจน (O_2) ที่ความบริสุทธิ์ 99.999% และก๊าซไนโตรเจน (N_2) ที่ความบริสุทธิ์ 99.999%



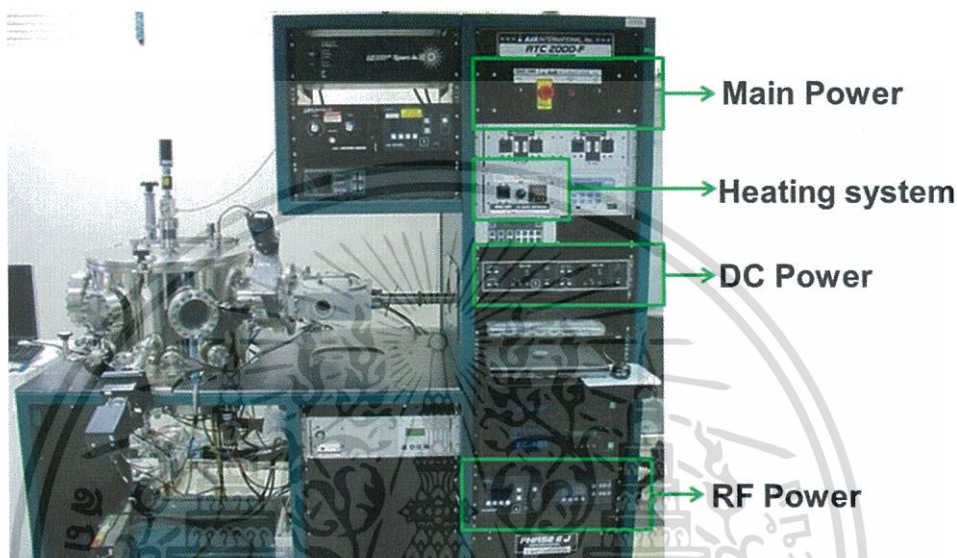
รูปที่ 3.2 แสดงระบบ สปัตเตอริง AJA International , Inc. รุ่น ATC 2000F

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.1 ส่วนประกอบเครื่องสปีดเตอริง AJA International Inc.

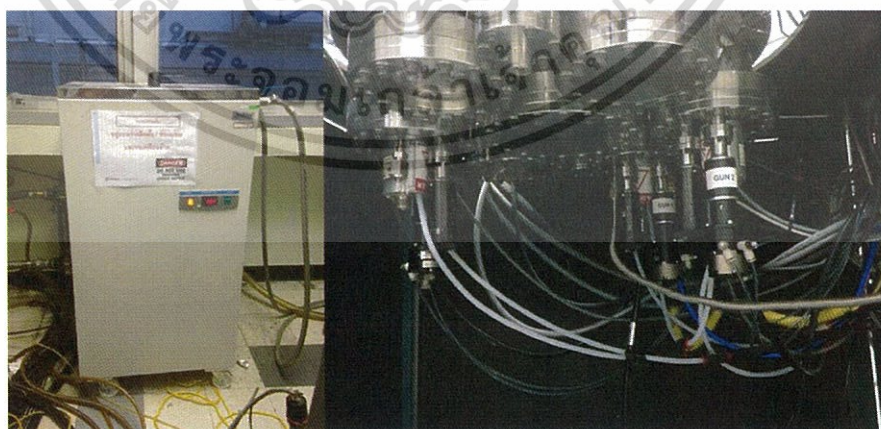
เครื่องสปีดเตอริงรุ่น ATC 2000-F มีส่วนประกอบหลักซึ่งประกอบไปด้วย

1. ระบบควบคุม ซึ่งทำการควบคุมการปิด-เปิดระบบรวม และแหล่งจ่ายไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มบาง (DC , DC pulsed , RF generator power) สามารถจ่ายกำลังไฟฟ้าได้สูงสุด 500 วัตต์ รวมทั้งควบคุมระบบให้ความร้อนขณะทำการเคลือบสาร (700 องศาเซลเซียส) ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ระบบควบคุมเครื่องสปีดเตอริง AJA International Inc.

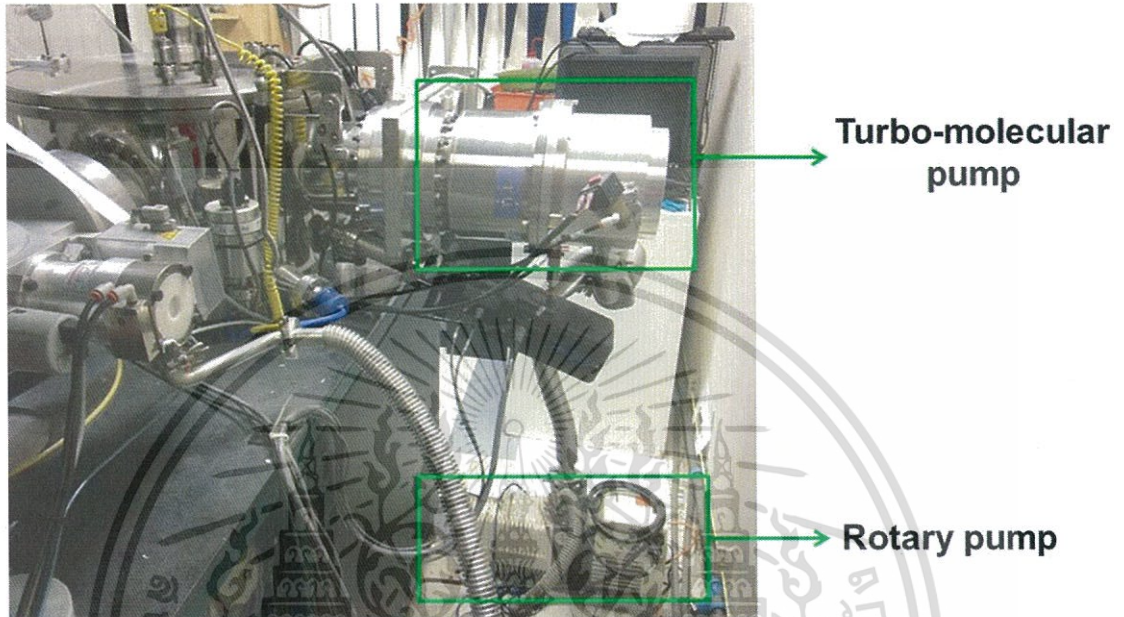
2. ระบบระบายความร้อนด้วยน้ำหล่อเย็นจะทำการระบายความร้อนจาก เทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม (Turbomolecular pump), เป่าโลหะสารเคลือบ รวมทั้งระบบให้ความร้อนแก๊ววัสดุฐานรองรับ ซึ่งจะทำการรักษาอุณหภูมิให้ต่ำกว่า 15 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แสดงระบบระบายความร้อนด้วยน้ำหล่อเย็น

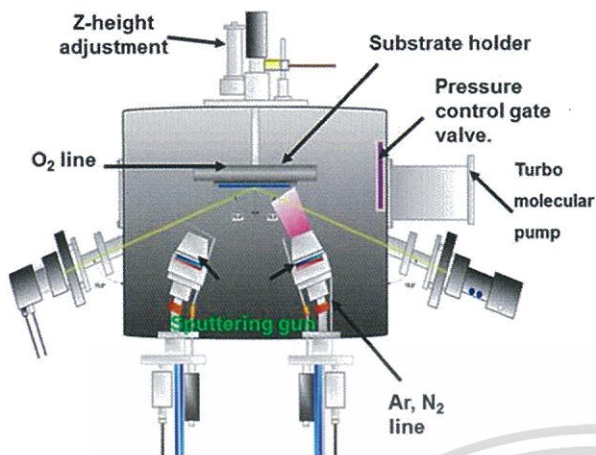
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ระบบสุญญากาศ ก่อนกระบวนการเคลือบฟิล์มบางจำเป็นต้องเตรียมห้องเคลือบสุญญากาศให้มีความดันต่ำกว่า 10^{-7} บาร์ ในระบบประกอบไปด้วยปั๊มสุญญากาศโรตารี (Rotary pump) บริษัท ALCATEL ที่ทำความดันตั้งแต่บรรยากาศถึง 10^{-3} บาร์ และเทอร์โบโมเลกุล่าปั๊ม (Turbo-molecular pump) บริษัท Shimadzu รุ่น TMP-803-LM ที่ทำความดันในช่วง 10^{-3} ถึง 10^{-7} บาร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงระบบปั๊มสุญญากาศ

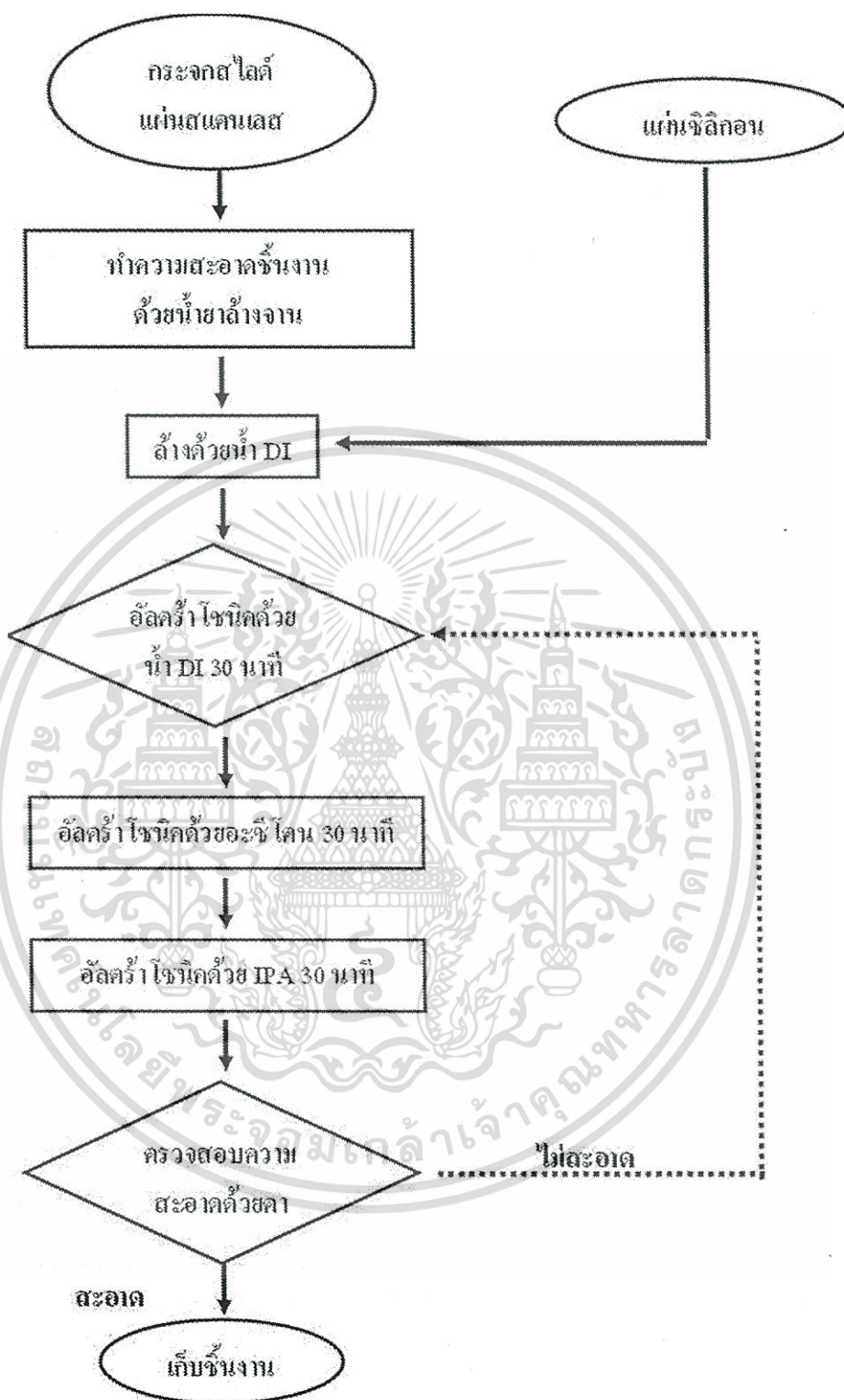
4. ห้องเคลือบสุญญากาศ ภายในห้องเคลือบสุญญากาศประกอบไปด้วย หัวสปีดเตอร์ริง (Sputtering Head) จำนวน 3 หัว และชัตเตอร์ (Shutter) ใช้ในการเปิด-ปิดหน้าต่างสารเคลือบเพื่อให้สารเคลือบระเหยขึ้นไปติดบนวัสดุฐานรองรับ (Substrate) รวมทั้งแผ่นยึดวัสดุฐานรองรับ (Substrate Holder) ที่ใช้ในการยึดวัสดุฐานรองรับในขณะการเคลือบฟิล์มบาง ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 แสดงลักษณะห้องเคลือบสุญญากาศ

3.1.2 กระบวนการทำความสะอาดวัสดุฐานรองรับสำหรับเคลือบฟิล์มบาง

ก่อนกระบวนการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริงนั้น จำเป็นจะต้องทำความสะอาดผิวของวัสดุฐานรองรับ เพื่อให้ปราศจากฝุ่นละออง สารเคมี คราบสิ่งสกปรก รวมทั้งคราบไขมัน เพื่อให้ฟิล์มบางมีการยึดติดกับผิววัสดุฐานรองรับที่ดี ในงานวิจัยนี้วัสดุฐานรองรับที่เลือกใช้ประกอบไปด้วย กระจกสไลด์ที่มีลักษณะโปร่งใส รวมทั้งมีพื้นผิวที่เรียบ เพื่อใช้ในการศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค ยูวีวิซิเบิล สเปกโตรโฟโตเมทรี แผ่นซิลิกอนเวเฟอร์ (Si wafer) ชนิดพี (p-type) หนา (100) ใช้สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด รวมทั้งศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค สเปกโตรสโคปีคอลลีโชมเมทรี นอกจากนี้ยังใช้แผ่นสแตนเลสชนิด 304 สำหรับศึกษาประสิทธิภาพในการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบาง ด้วยเทคนิคไฟฟ้าเคมีโพเทนชิโอสเตส โดยขั้นตอนในการทำความสะอาดผิวหน้าของวัสดุฐานรองรับแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงขั้นตอนการทำความสะอาดวัสดุฐานรองรับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

3.2.1 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์โดยการควบคุมความดันรวมทั้งสุญญากาศขณะทำการเคลือบ

การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นชั้นปกป้องวัสดุที่มีอัตราการกัดกร่อนทางเคมีที่สูง โดยในหัวข้อนี้จะทำการศึกษาผลกระทบของความดันรวมทั้งสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ต่ออัตราการเคลือบ ลักษณะกายภาพพื้นผิว สมบัติทางแสง รวมทั้งประสิทธิภาพในการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีบนวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลส 304 ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ โดยเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

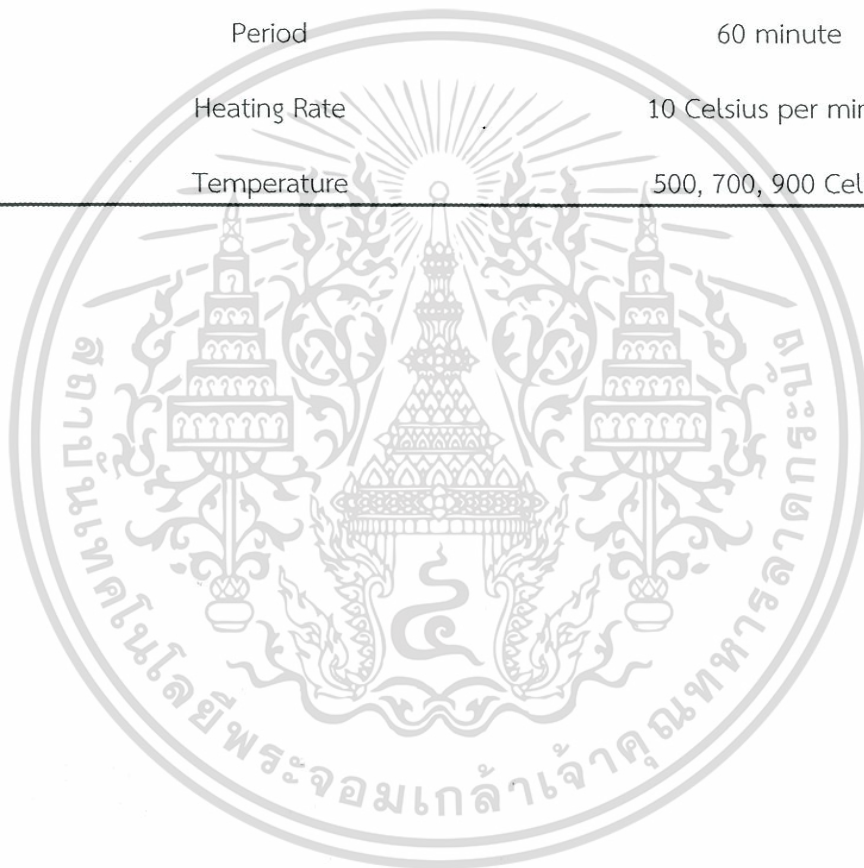
| Parameter | Condition |
|-----------------------|-------------------------|
| Target | Tantalum (Ta) 99.99% |
| RF Generator Power | 200 W |
| Base Pressure | 9×10^{-7} Torr |
| Film Thickness | 200 nm |
| Argon Flow rate | 10 sccm |
| Oxygen Flow rate | 5 sccm |
| Substrate Temperature | Room Temperature |
| Working Pressure | 3, 5, 10, 15, 20 mTorr |

3.2.2 การอบให้ความร้อนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

หลังจากการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเตรียมที่ 3, 5, 10, 15 และ 20 มิลลิทอร์ ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ได้ถูกนำไปอบให้ความร้อน (Thermal Annealing) ในบรรยากาศ สำหรับศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก ลักษณะกายภาพพื้นผิว รวมทั้งประสิทธิภาพในการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมี โดยเงื่อนไขในการอบให้ความร้อนแสดงในตาราง 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงเงื่อนไขในการอบให้ความร้อนฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

| Parameter | Condition |
|--------------|-----------------------|
| Period | 60 minute |
| Heating Rate | 10 Celsius per minute |
| Temperature | 500, 700, 900 Celsius |

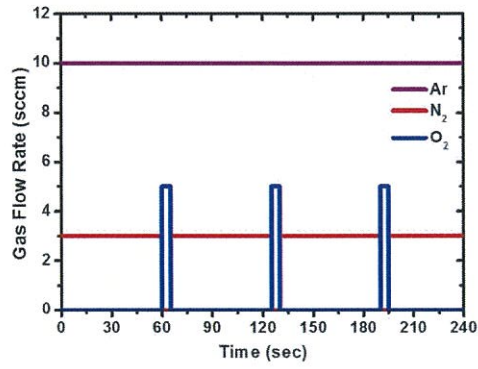


3.3 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

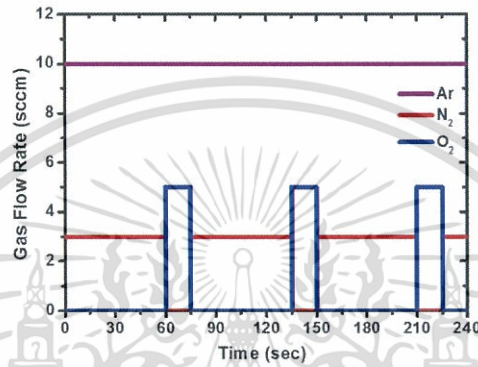
การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ หรือฟิล์มบางโลหะออกซีไนไตรด์ด้วยระบบสปัตเตอร์ริง ส่วนใหญ่จะทำการเตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมอัตราการใช้ของก๊าซไวปฏิกิริยา (Reactive gas-mixing technique) ซึ่งการควบคุมปริมาณองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มนั้นค่อนข้างยาก เนื่องจากความไวในการทำปฏิกิริยาของออกซิเจนสูงกว่าไนโตรเจน ดังนั้นในงานวิจัยนี้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ได้ถูกเตรียมโดยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง ร่วมกับเทคนิคการควบคุมเวลาการใช้ก๊าซไวปฏิกิริยา (Reactive gas-timing technique) โดยฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมได้สามารถนำไปประยุกต์เป็นอุปกรณ์ทางแสง ซึ่งเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์แสดงในตาราง 3.3 และในรูปที่ 3.8 แสดงไดอะแกรมการควบคุมเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบ

ตารางที่ 3.3 แสดงเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

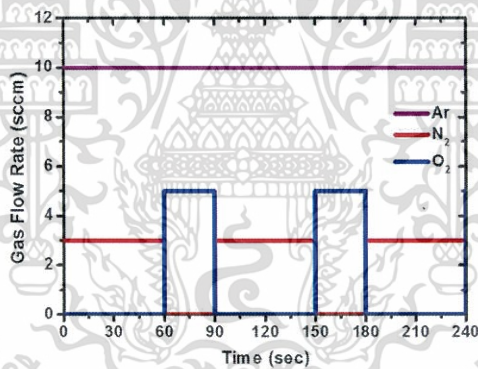
| Parameter | Condition |
|--------------------------|---|
| Target | Tantalum (Ta) 99.99% |
| RF Generator Power | 200 W |
| Base Pressure | 9×10^{-7} Torr |
| Film Thickness | 200 nm |
| Argon Flow rate | 10 sccm |
| Oxygen Flow rate | 5 sccm |
| Nitrogen Flow rate | 3 sccm |
| Substrate Temperature | Room Temperature |
| Nitrogen : Oxygen timing | 60 : 5, 60 : 15, 60 : 30, 60 : 60 sec : sec |



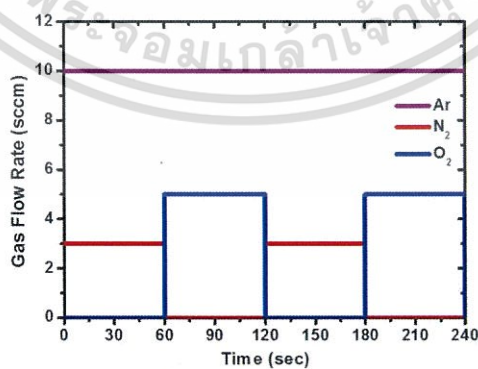
ก.



ข.



ค.



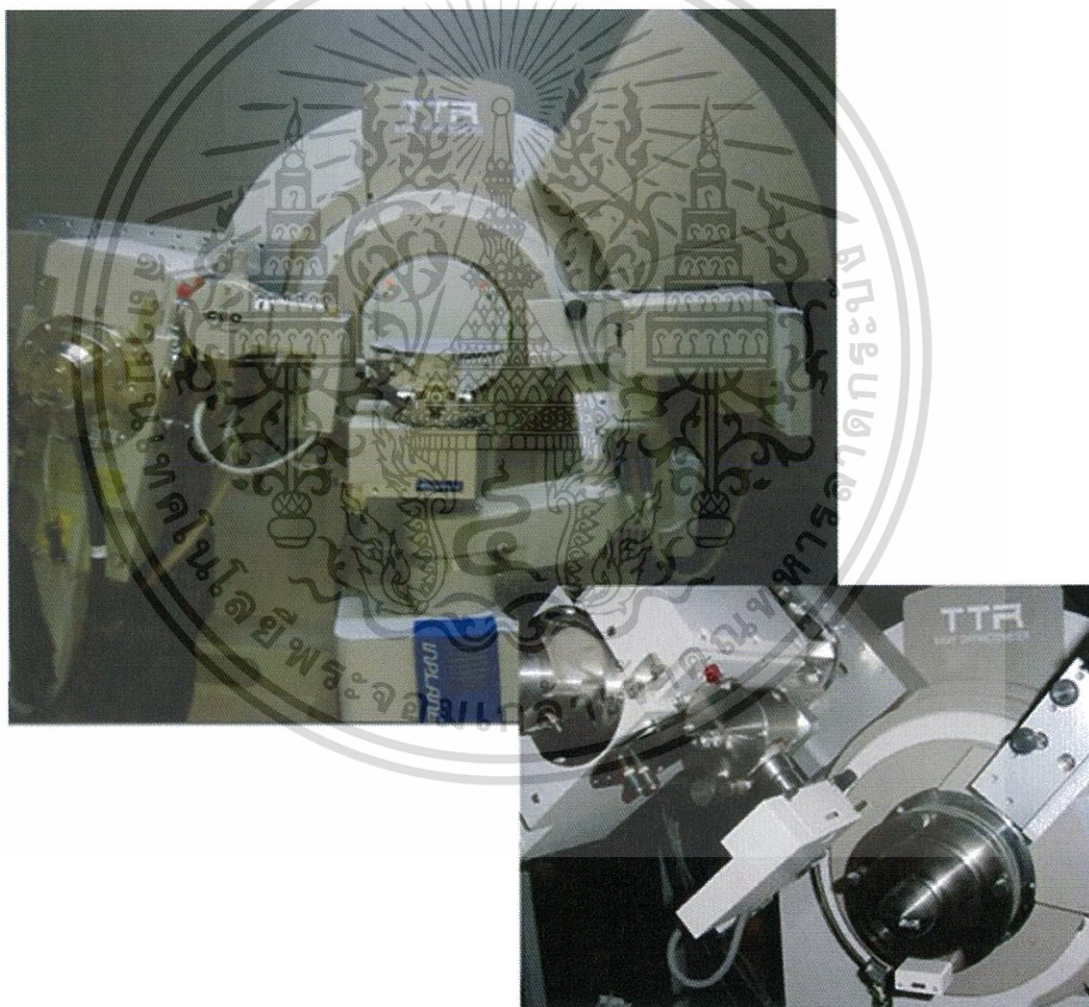
รูปที่ 3.8 แสดงไดอะแกรมควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบที่เวลาต่าง ๆ (ก) 5 วินาที (ข) 15 วินาที (ค) 30 วินาที (ง) 60 วินาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบาง

3.4.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray diffraction, XRD)

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์อาศัยหลักการของการเลี้ยวเบนที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์ กราฟที่ได้จากการตรวจสอบจะเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอ็กซ์และมุมของการเลี้ยวเบนเรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบน ซึ่งธาตุและสารประกอบแต่ละชนิดจะมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนเฉพาะตัว ในการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะใช้เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น TTRAX III ของบริษัท Rigaku แสดงดังรูปที่ 3.9 ซึ่งค่ากำลังของแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์เท่ากับ 18 กิโลวัตต์ (ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ: MTEC)



รูปที่ 3.9 แสดงเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) รุ่น TTRAX III

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope, AFM)

องค์ประกอบหลักของระบบกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม คือการวัดแรงโดยใช้คานยื่น (Cantilever) ซึ่งเป็นแผ่นวัสดุแข็งที่มีปลายแหลม หรือ “ ทิป” (Tip) ติดอยู่ที่ปลายคานยื่น โดยส่วนใหญ่ทิปทำจากวัสดุที่มีความแข็งสูงเช่น Silicon nitride (Si_3N_4) ยาว 100 –500 μm หน้า 0.5- 5 μm แผนภาพแสดงหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.13 ทิปที่ติดปลายคานยื่นจะทำหน้าที่วัดแรงกระทำระหว่างตัวอย่างกับทิป โดยทิปจะสัมผัสกับตัวอย่างด้วยแรงในระดับนาโนนิวตัน และเคลื่อนที่ไป-กลับ บนพื้นผิวดตัวอย่างซึ่งวางอยู่บนวัสดุเพียโซอิเล็กทริกส์ (Piezoelectric scanners) โดยสามารถควบคุมการเคลื่อนที่ในสามทิศทาง (แกน x, y, z) ซึ่งตำแหน่งของทิปทำการวัดได้จากการใช้ลำแสงเลเซอร์ส่องไปที่คานยื่น แล้วสะท้อนกลับไปส่วนรับสัญญาณแบบโฟโตไดโอด (Photodiode detector) ทำให้ทราบข้อมูลการเคลื่อนที่ขึ้นลงของคานยื่น หรือความสูงต่ำของพื้นผิวดตัวอย่างได้ จากข้อมูลความสูงต่ำของแต่ละจุดเทียบกับตำแหน่งของทิป (โคออร์ดิเนต x, y, z) ทำให้กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม สามารถจำลองภาพของพื้นผิวดตัวอย่างได้ทั้ง 2 มิติ และ 3 มิติ รวมทั้งสามารถแสดงค่าความขรุขระบนพื้นผิวฟิล์มบางได้ ซึ่งกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบแรงอะตอมรุ่นที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ลักษณะกายภาพพื้นผิวฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรดัดตั้งที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง รุ่น Seiko SPA-400

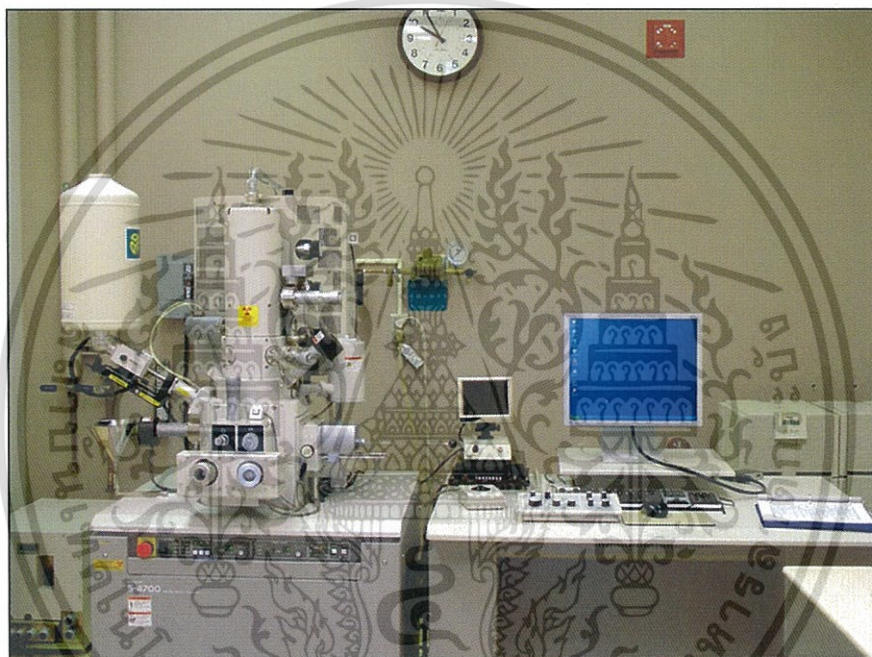


รูปที่ 3.10 แสดงกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม(AFM), Seiko SPA-400

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (Field emission scanning electron microscopy, FE-SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ใช้ในการศึกษาลักษณะกายภาพพื้นผิวของฟิล์มบาง โดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวฟิล์มบางแล้วแสดงภาพที่ได้บนจอ CRT ซึ่งภาพที่ได้จะมีลักษณะเป็นภาพขาว-ดำ มีกำลังขยาย 10-300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดตัวอย่าง หลักการทำงานคืออันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) และทำการตรวจวัดสัญญาณโดยตัวตรวจวัดสัญญาณ แล้วนำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างเป็นภาพแสดงบนหน้าจอ สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราดใช้ในการตรวจวัดเป็นเครื่องของบริษัท Hitachi รุ่น 4700 ติดตั้งที่ศูนย์เทคโนโลยีไทยไมโครอิเล็กทรอนิกส์



รูปที่ 3.11 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด บริษัท Hitachi รุ่น S4700

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบ ยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer)

UV-Visible spectrophotometer เป็นเครื่องมือทางแสงสำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางแสงของฟิล์มบางโดยใช้หลักการดูดกลืนแสง และทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบาง ที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet light) และช่วงที่ตามองเห็น (Visible light) นั่นก็คือช่วงความยาวคลื่นประมาณ 250-950 นาโนเมตร ในกระบวนการวัดทำการวัดสเปกตรัมเทียบการทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางเทียบกับกระจกที่ใช้เป็นวัสดุฐานรองรับ ฟิล์มบางจะดูดกลืนแสงบางส่วน โดยแสงส่วนที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมายังตัวตรวจวัดแสงที่เป็นโฟโตมัลติพลีเออร์ (Photomultiplier tube, PMT) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมา โดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืน จากนั้นจะทำการประมวลผลเป็นเส้นสเปกตรัม ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสง (Optical transmittance) เทียบกับค่าความยาวคลื่น โดยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของบริษัท PG Instrument รุ่น T90+ ติดตั้งที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง



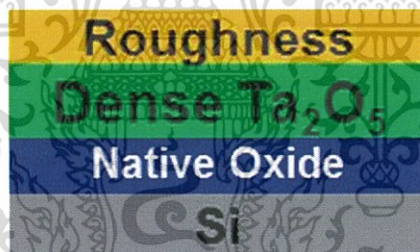
รูปที่ 3.12 แสดงเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ของบริษัท PG Instrument รุ่น T90+

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยระบบสเปกโตรสโคปิกอิลิปโซเมทรี (Spectroscopic ellipsometry)

การตรวจสอบและศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ อาทิเช่น ค่าดัชนีหักเหของแสง (Optical refractive index) สัมประสิทธิ์การดับสูญ (Extinction Coefficient) โดยใช้เครื่อง สเปกโตรสโคปิกอิลิปโซเมทรี เป็นแบบปรับมุมตกกระทบของลำแสงได้ (Variable angle spectroscopic ellipsometry, VASE) ที่มีตัวรับแสงเพื่อนำไปวิเคราะห์แบบหมุนรอบแกน (Rotating analyzer ellipsometer, RAE) ของบริษัท J.A. Woollam ติดตั้ง ณ ห้องปฏิบัติการฟิล์มบางเชิงแสง ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ดังแสดงในรูปที่ 2.23

- 1 วัดข้อมูลการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูด (Ψ) และเฟส (Δ) ของแสงในช่วงความยาวคลื่น 350 ถึง 1700 นาโนเมตร ที่มุมตกกระทบ 70° กับเส้นตั้งฉากผิวฟิล์มบาง (Normal line) หลังจากนั้นนำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับแบบจำลองที่ได้สร้างไว้
- 2 ทำการสร้างแบบจำลองฟิล์มบางขึ้นเพื่อทำการสร้างข้อมูล (Generate data) ให้มีความใกล้เคียงกับข้อมูลที่ได้จากการวัด ในการสร้างแบบจำลองของฟิล์มบางนั้น ประกอบไปด้วยส่วนประกอบ 2 ส่วนคือแบบจำลองทางแสงซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เลือกแบบจำลองทางแสงแบบทาวส์-ลอเรนซ์ (Tauc-Lorentz) และแบบจำลองทางกายภาพ ซึ่งแสดงในรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 แสดงแบบจำลองทางกายภาพของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

- 3 หลังจากเลือกแบบจำลองทางกายภาพและแบบจำลองทางแสงที่มีความเหมาะสมกับฟิล์มบางแล้ว ทำการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการสร้างแบบจำลองและจากการวัด โดยเมื่อผลของการเปรียบเทียบที่มีความถูกต้อง สามารถบ่งบอกถึงคุณสมบัติของฟิล์มบางได้ ซึ่งความถูกต้องของสมบัติทางแสงของฟิล์มบางที่ได้จะขึ้นอยู่กับค่า Mean Squared error (MSE) แสดงดังสมการที่ 3.1 โดยที่ถ้าผลที่ได้มีค่า MSE ต่ำแสดงถึงค่าที่ได้มีความถูกต้องแม่นยำและน่าเชื่อถือที่สูง

$$MSE^2 = \frac{1}{2N-M} \sum_{i=1}^N \left[\left(\frac{\psi_i^{mod} - \psi_i^{exp}}{\sigma_{\psi_i}^{exp}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_i^{mod} - \Delta_i^{exp}}{\sigma_{\Delta_i}^{exp}} \right)^2 \right] = \frac{1}{2N-M} \chi^2 \quad (3.1)$$

- เมื่อ N คือ จำนวนคู่ของไซน์ (Ψ) และ เดลต้า (Δ)
 M คือ จำนวนตัวแปรที่ปรับในแบบจำลอง
 σ คือ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานข้อมูลที่ได้จากการวัด

ค่า MSE สามารถแสดงถึงความผิดพลาดหรือความไม่เท่ากันของแบบจำลองและผลที่ได้จากการวัด ดังนั้นในการฟิตแบบจำลองให้สามารถวิเคราะห์สมบัติทางแสงของฟิล์มบางได้อย่างแม่นยำนั้น ต้องทำการฟิตแบบจำลองให้มีค่า MSE น้อยที่สุด

3.4.6 การตรวจสอบสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีด้วยระบบไฟฟ้าเคมีโพเทนชิโอสเตส (Potentiostat and Galvanometer)

การตรวจสอบการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์นั้น ทำการตรวจสอบด้วยเทคนิคไฟฟ้าเคมี 3 ขั้ว เนื่องจากรวดเร็วและสามารถทำนายโอกาสที่จะเกิดการกัดกร่อนทางเคมีของวัสดุได้อย่างแม่นยำ รวมทั้งสามารถหาค่าความต้านทานการกัดกร่อนได้ ระบบการประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าหลัก 3 ขั้วคือ working electrode (Ta_xO_y coated on stainless), counter electrode (Pt) และ reference electrode (Ag/AgCl) โดยสารละลายกัดกร่อน (Corrosive solution) ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร โดยเครื่องโพเทนชิโอสเตสที่ใช้ในการตรวจสอบสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางนั้นเป็นของบริษัท Metrohm รุ่น Autolab PGST AT 302 ติดตั้งที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง แสดงในรูปที่ 3.14



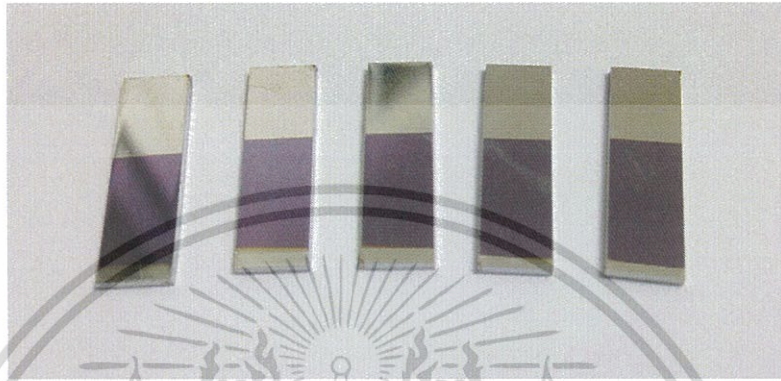
รูปที่ 3.14 แสดงระบบ Potentiostat and Galvanometer บริษัท Metrohn รุ่น PGST AT 302

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.6.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง

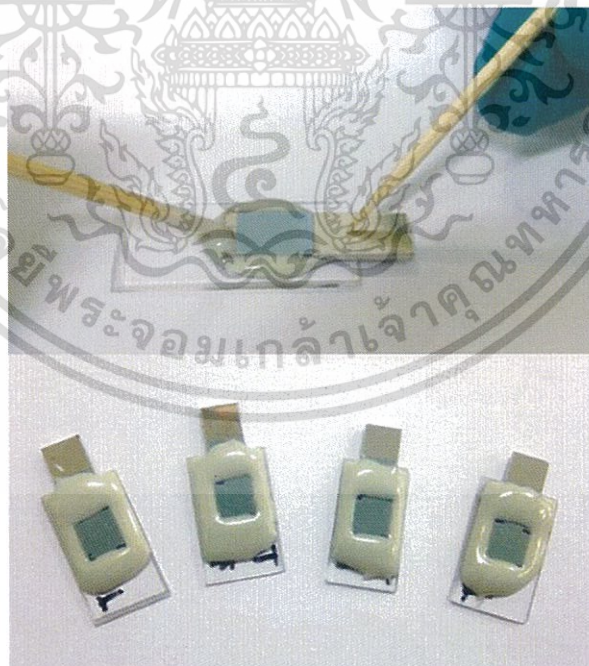
การตรวจสอบสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์นั้น วัสดุฐานรองรับที่ใช้เป็นชนิดสแตนเลส 304

1. เคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลงบนวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลส 304 ด้วยระบบอาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ดังแสดงในรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 แสดงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบลงวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลส 304

2. ทำการหุ้มด้วยกาวอีพ็อกซี (Epoxy) ยี่ห้อ duro เบอร์ 24 โดยทำการเปิดพื้นที่สัมผัสสารละลายกัดกร่อน 0.25 ตารางเซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.16 และวางทิ้งไว้ในอากาศให้กาวอีพ็อกซีแห้งเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

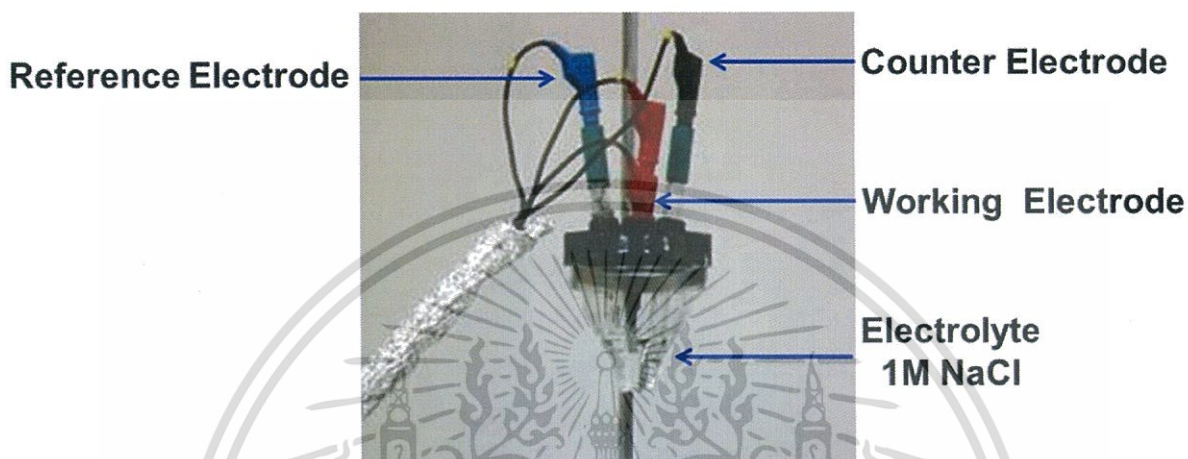


รูปที่ 3.16 แสดงวิธีการหุ้มด้วยกาวอีพ็อกซี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

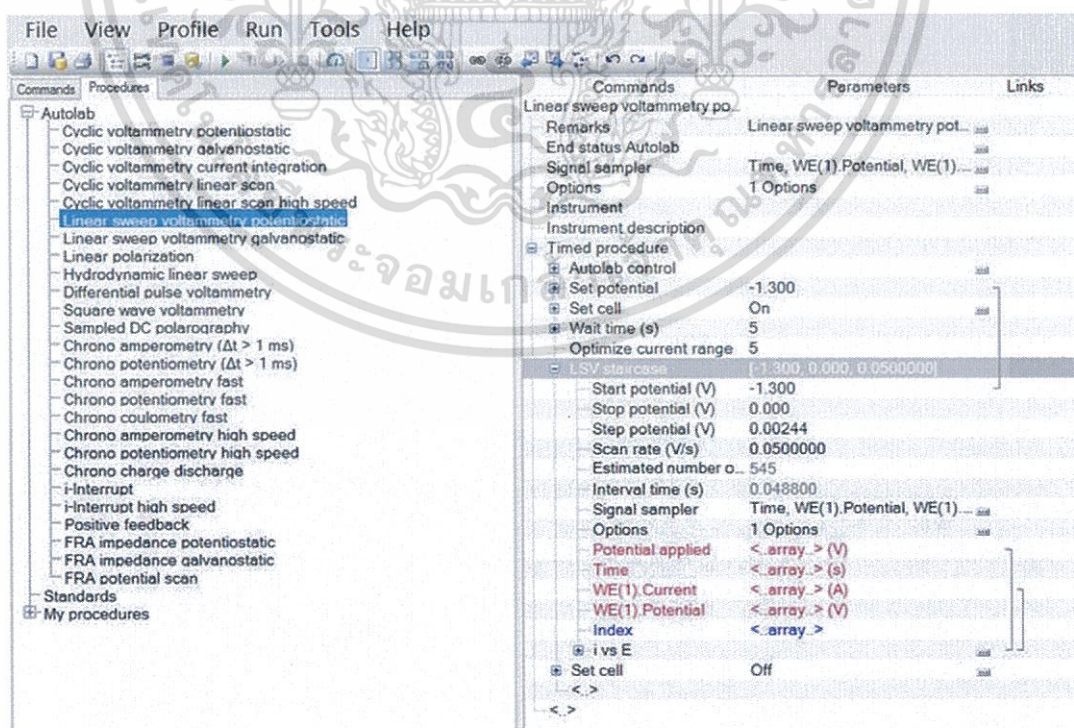
3.4.6.2 การเตรียมระบบไฟฟ้าเคมี

- เมื่อทิ้งไว้ในอากาศ 12 ชั่วโมง จนกว่าอิพริกซีแห้ง ทำการต่อระบบไฟฟ้าเคมีชนิด 3 ขั้วไฟฟ้า ดังแสดงในรูปที่ 3.17 โดยต่อขั้วตัวอย่างที่เตรียมไว้เข้ากับ working electrode (สายสีแดง) ขั้วโลหะแพลตทินัมต่อเข้ากับ counter electrode (สายสีดำ) และขั้ว Ag/AgCl ต่อเข้ากับ reference electrode (สีน้ำเงิน)



รูปที่ 3.17 แสดงรูปแบบการต่อขั้วไฟฟ้าในระบบไฟฟ้าเคมี

- เปิดโปรแกรม NOVA version 1.6 เลือกโหมด Linear sweep Potentiostatic ทำการตั้งค่าพารามิเตอร์สำหรับการวัดการกักร่อนดังแสดงในรูปที่ 3.18



รูปที่ 3.18 แสดงการตั้งค่าพารามิเตอร์ในระบบ Potentiostat and Galvanometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานวิจัย

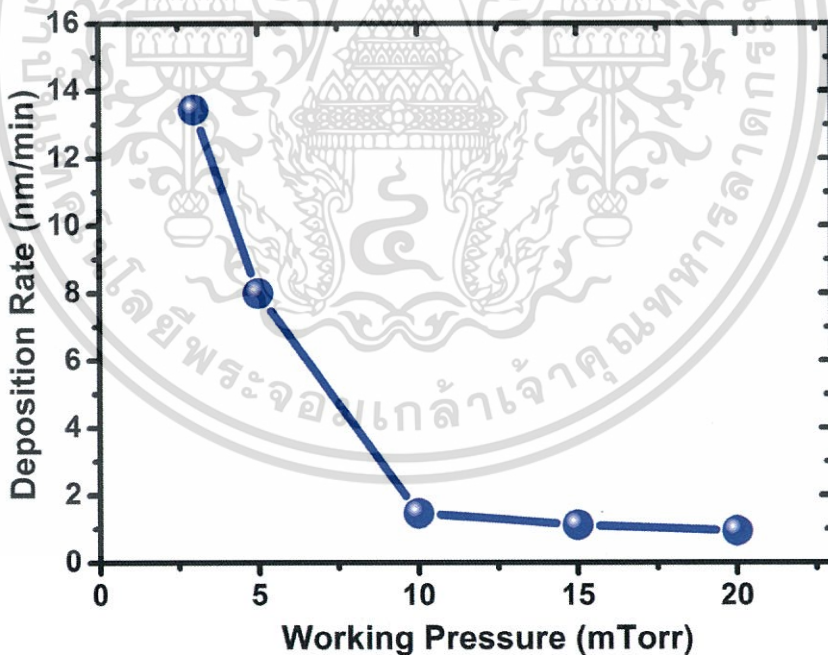
ในส่วนของบทที่ 4 จะเป็นส่วนที่กล่าวถึงผลการดำเนินงานวิจัย การเตรียมฟิล์มบาง แทนทาลัมออกไซด์ (Ta_xO_y) และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ (TaO_xN_y) ด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา (Reactive gas-timing technique) ร่วมกับระบบอาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง รวมทั้งการนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ ซึ่งจะแบ่งการศึกษาออกเป็นสองส่วนหลักดังนี้

4.1 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ (Ta_xO_y) สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการเคลือบป้องกันพื้นผิววัสดุ

ปัจจุบันการกัดกร่อนทางเคมีของวัสดุจำพวกโลหะ หรืออัลลอยด์ (Alloy) ในธรรมชาติสามารถเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วเนื่องจากปัจจัยต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นการเกิดผกรตเนื่องมาจากการปลดปล่อยก๊าซพิษชั้นสู่ชั้นบรรยากาศ หรือการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเนื่องจากภาวะเรือนกระจก ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการกัดกร่อนทางเคมี จากปัญหาดังกล่าวส่งผลให้ผู้ประกอบการจำเป็นต้องจ่ายค่าซ่อมบำรุงในราคาที่สูง ซึ่งการปรับปรุงพื้นผิววัสดุ (Surface Modification) โดยการเคลือบฟิล์มบางที่มีค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีที่สูง ลงบนผิววัสดุหลังจากกระบวนการสุดท้าย (Finishing Process) เพื่อปกป้องการสัมผัสโดยตรงระหว่างผิวหน้าของวัสดุ (Top surface) และสารละลายกัดกร่อน (Corrosive Solution) จึงเป็นทางเลือกหนึ่งในการลดหรือหลีกเลี่ยงปัญหาการกัดกร่อนของวัสดุ โดยฟิล์มบางดังกล่าวจะเป็นสารประกอบอาทิเช่น โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) ซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) รวมทั้ง แทนทาลัมออกไซด์ (Ta_2O_5) จากบทความทางวิชาการของ Carsten และคณะ แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์จะให้ค่าอัตราการกัดกร่อนทางเคมีที่ต่ำที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มบางชนิดอื่น ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจในการประยุกต์ใช้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เป็นชั้นเคลือบปกป้องผิววัสดุ (Protective coating layer) โดยฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ต้องการจำเป็นต้องมีค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีที่สูง ซึ่งข้อบกพร่องในโครงสร้าง (Defects) หรือความเป็นรูพรุนในเนื้อฟิล์มบาง (Thin film porosity) ส่งผลโดยตรงกับค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมี เนื่องจากเป็นตัวแปรควบคุมโอกาสในการสัมผัสโดยตรงระหว่างพื้นผิววัสดุและสารละลายกัดกร่อน เมื่อพิจารณา กระบวนการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์สามารถเตรียมได้จากหลายกระบวนการโดยในงานวิจัยนี้เลือกระบบ อาร์ เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง (RF magnetron sputtering system) เนื่องจากจุดเด่นของระบบ อาทิเช่น สามารถเคลือบฟิล์มบางที่อุณหภูมิห้องได้ รวมทั้งให้ค่าการยึดติด (High adhesion) ระหว่างฟิล์มบางและวัสดุค่อนข้างสูง เมื่อพิจารณาตัวแปรในระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง พบว่าความดันรวมของห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบาง (Working pressure, Total pressure, Operating pressure) ส่งผลโดยตรงกับค่าพลังงานในการฟอร์มตัวรวมทั้งความเป็นรูพรุนในเนื้อฟิล์มบาง

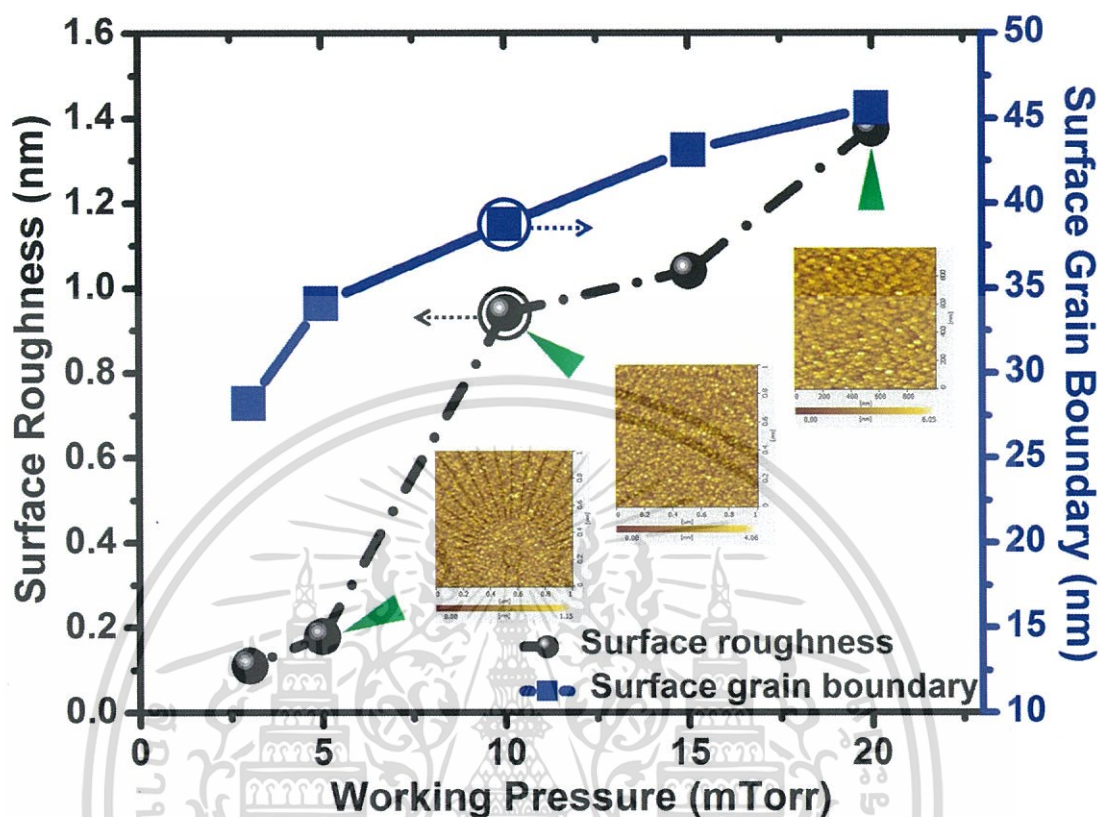
4.1.1 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่ออัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

การศึกษาอิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ต่ออัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ทำการศึกษาจากระบบอิลิปโซเมทรี (Spectroscopic ellipsometry) เนื่องจากการวัดที่ไม่ทำลายพื้นผิวตัวอย่าง รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์และความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบที่ 3, 5, 10, 15 และ 20 มิลลิทอร์ ตามลำดับ พบว่าเมื่อความดันรวมของห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบางลดลงจาก 20 มิลลิทอร์ เป็น 3 มิลลิทอร์ ส่งผลให้อัตราการเคลือบฟิล์มบางเพิ่มขึ้นจาก 1.20 นาโนเมตรต่อนาที เป็น 13.57 นาโนเมตรต่อนาที การเพิ่มขึ้นของอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ เป็นผลมาจากความดันรวมห้องสุญญากาศที่ลดลง ส่งผลให้อากาศในการชนกันระหว่างอะตอมสปัตเตอร์และอนุภาคอื่น ๆ ในห้องสุญญากาศลดลงรวมทั้งระยะปลอดการชนของอะตอมสปัตเตอร์ (Mean free path) สูงขึ้น ทำให้อะตอมสปัตเตอร์มีพลังงานจลน์ต่ออะตอมเพิ่มขึ้น จากผลการวิจัยที่ได้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ K. Ait Aissa และคณะ [7] ที่ทำการเตรียมฟิล์มบางอะลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ด้วยระบบ ดีซี แมกเนตรอนสปัตเตอร์ริง (DC magnetron sputtering) โดยทำการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเตรียมฟิล์มบาง พบว่าอัตราการเคลือบฟิล์มบางลดลงเมื่อเพิ่มความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบ เนื่องจากเกิดการชนกันเองของอะตอมสปัตเตอร์



รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์และความดันรวมห้องสุญญากาศ

4.1.2 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่อลักษณะกายภาพพื้นผิวฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

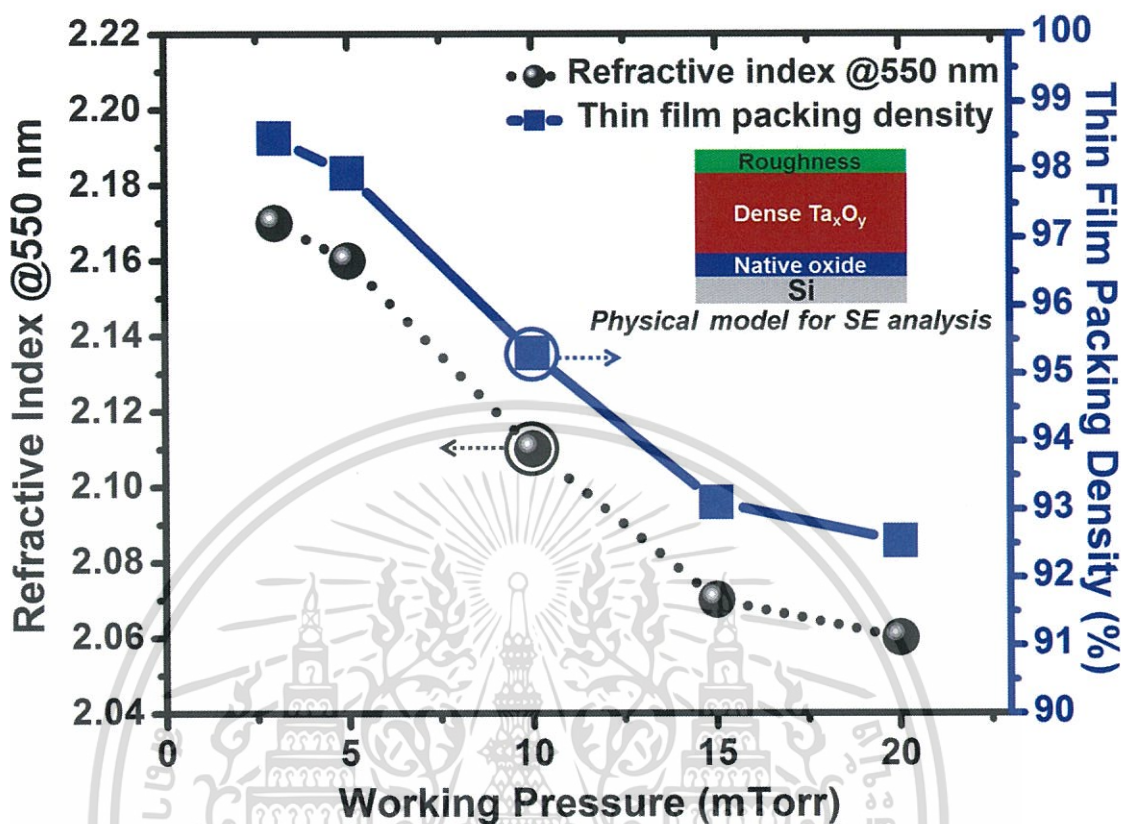


รูปที่ 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขรุขระบนพื้นผิวและขอบเขตเกรนบนพื้นผิวเทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ

จากรูปที่ 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขรุขระบนพื้นผิว (Surface roughness) และขอบเขตเกรนบนพื้นผิว (Surface gain boundary) ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบาง ซึ่งทำการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบแรงอะตอมในพื้นที่ 1 ตารางไมครอน พบว่าเมื่อลดค่าความดันห้องสุญญากาศลง จาก 20 มิลลิทอร์ เป็น 3 มิลลิทอร์ ส่งผลให้ค่าความขรุขระบนพื้นผิวและขอบเขตเกรนบนพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลดลงจาก 1.37 นาโนเมตร ถึง 0.90 นาโนเมตร และ 46.20 นาโนเมตร เป็น 28.00 นาโนเมตร การลดลงของค่าความดันรวมของห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้พลังงานจลน์ของอะตอมสปีดเตอร์เพิ่มขึ้น เมื่ออะตอมสปีดเตอร์ดังกล่าวเดินทางมาถึงวัสดุฐานรองรับจะสามารถแพร่บนพื้นผิววัสดุฐานรองรับได้เนื่องจากมีค่าความคล่องตัวบนพื้นผิวที่สูง (High Surface Mobility) จากผลดังกล่าวมีสอดคล้องกับงานวิจัยของ B. Peng และคณะ [8] ที่ทำการเคลือบฟิล์มบาง ไอรอนโคบอลต์ซิลิกอนโบรไมด์ (FeCoSiB) ด้วยระบบสปีดเตอร์ริง พบว่าเมื่อความดันรวมของระบบเพิ่มขึ้นส่งผลให้ฟิล์มบางที่ได้มีลักษณะเป็นคอลัมนา (Columnar Structure) เนื่องจาก ความดันของระบบที่สูงส่งผลให้อะตอมสปีดเตอร์เสียพลังงานบางส่วนเนื่องจากการชนกันเอง ทำให้มีความคล่องตัวบนพื้นผิววัสดุฐานรองรับที่ต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.3 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่อสมบัติทางแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์



รูปที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าดัชนีหักเหของแสงและค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ

สำหรับการวิเคราะห์ค่าดัชนีหักเหแสง (Optical refractive index) ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ทำการวิเคราะห์ด้วยระบบสเปกโตรสโคปีคิอิลิปโซเมทรี เนื่องจากการวัดที่ไม่ทำลายชิ้นงานรวมทั้งค่าที่ได้มีความแม่นยำค่อนข้างสูง ซึ่งค่าความแม่นยำดังกล่าวจะอยู่กับโมเดลทางคณิตศาสตร์ (Mathematical model) และโมเดลทางกายภาพ (Physical model) ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ โดยในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้โมเดลทางคณิตศาสตร์ของ Tauc-Lorentz และโมเดลทางกายภาพของฟิล์มบาง (Physical model) โดยทำการแบ่งฟิล์มบางเป็นชั้นต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ผังขวา จากรูปที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตรและค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวของฟิล์มบาง (Thin film packing density) เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ พบว่าเมื่อความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบางลดลงจาก 20 มิลลิทอร์ เป็น 3 มิลลิทอร์ ค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 2.05 เป็น 2.17 โดยค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมโดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศที่ 3 มิลลิทอร์มีค่าใกล้เคียงกับค่าดัชนีหักเหแสงของผลึกแทนทาลัมออกไซด์ (Bulk Ta_2O_5) มีค่าอยู่ที่ 2.20 การเพิ่มขึ้นของค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เนื่องจาก อะตอมสปัตเตอร์ที่มีค่าพลังงานต่ออะตอมที่สูง จะฟอร์มตัวบนวัสดุฐานรองรับด้วยค่าความคล่องตัวบนพื้นผิวที่สูง ส่งผลให้ฟิล์มบางแทนทาลัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ออกไซด์ที่ได้มีค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวที่สูง หรือมีความเป็นรูพรุนในเนื้อฟิล์ม (Thin film porosity) ที่ต่ำ จากค่าดัชนีหักเหแสงดังกล่าวสามารถนำไปคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวของฟิล์มบางได้ตามสมการที่ 4.1

$$P = \left(\frac{n_f^2 - 1}{n_f^2 + 2} \right) \left(\frac{n_b^2 + 2}{n_b^2 - 1} \right) \times 100\% \quad (4.1)$$

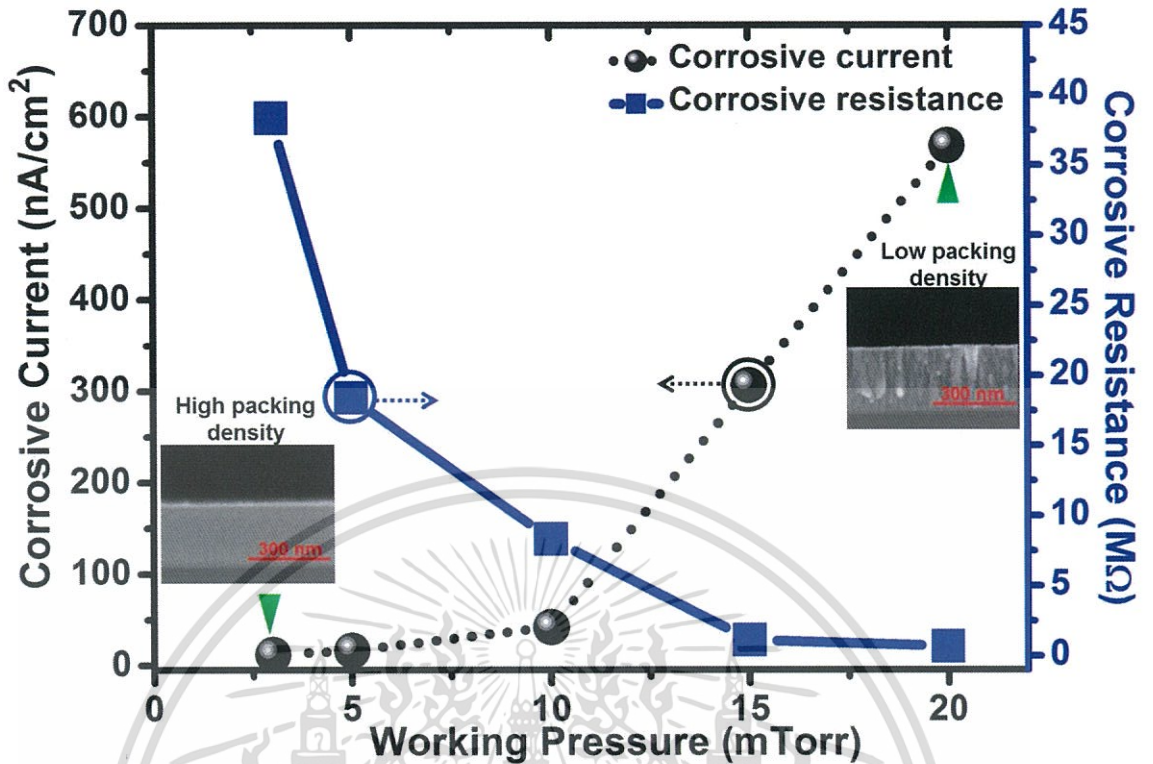
โดยที่ n_f คือ ค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

n_b คือ ค่าดัชนีหักเหแสงของผลึกแทนทาลัมออกไซด์มีค่า 2.20

จากการคำนวณในสมการที่ 4.1 พบว่าเมื่อลดความดันรวมห้องสุญญากาศในขณะที่ทำการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลง ส่งผลให้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ได้มีค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวของฟิล์มบางเพิ่มขึ้นจาก 92.50% เปอร์เซ็นต์ 98.00% จากผลการวิจัยที่ได้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ W.H.LEE และคณะ [9] ที่ทำการเตรียมฟิล์มบางทินออกไซด์ (SnO_2) โดยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง

4.1.4 อิทธิพลของความดันรวมห้องสุญญากาศต่อสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

การศึกษามับัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เคลือบลงบนวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลส 304 ด้วยระบบไฟฟ้าเคมี 3 ขั้ว ประกอบไปด้วย ขั้วอ้างอิง (Reference electrode) ขั้วไฟฟ้านับ (Counting electrode) และขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode) ในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ที่ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร รูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสสัปดาห์และค่าความต้านทานการกัดกร่อนของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ สังเกตได้ว่าเมื่อค่าความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลดลง ทำให้ค่ากระแสสัปดาห์ลดลงและค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เพิ่มขึ้น ในหัวข้อที่ 4.1.3 แสดงให้เห็นว่า เมื่อลดค่าความดันรวมของห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลง ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ได้จะมีค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวเพิ่มขึ้น (ความเป็นรูพรุนในเนื้อฟิล์มบางลดลง) ส่งผลให้อากาศที่สารละลายกัดกร่อนจะสัมผัสโดยตรงกับวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลสลดลง ซึ่งกลไกในการเกิดการกัดกร่อนทางเคมีได้แสดงในรูปที่ 4.5 จากบทความของ G. Ramirez และคณะ [10] ทำการเตรียมฟิล์มบางไนโอเบียมออกไซด์ (NbO) โดยระบบสปัตเตอริง พบว่าการเพิ่มขึ้นของข้อบกพร่องในเนื้อฟิล์มบาง (Defect) ไม่ว่าจะเป็นรูพรุน (Pore) หรือ ช่องว่าง (Pinhole) เปรียบเสมือนการเพิ่มระยะทางและโอกาสให้แก่สารละลายกัดกร่อนสามารถสัมผัสกับวัสดุรองรับได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้อัตราการกัดกร่อนทางเคมีสูงขึ้น



รูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสการกัดกร่อน และค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เทียบกับค่าความดันรวมห้องสุญญากาศ

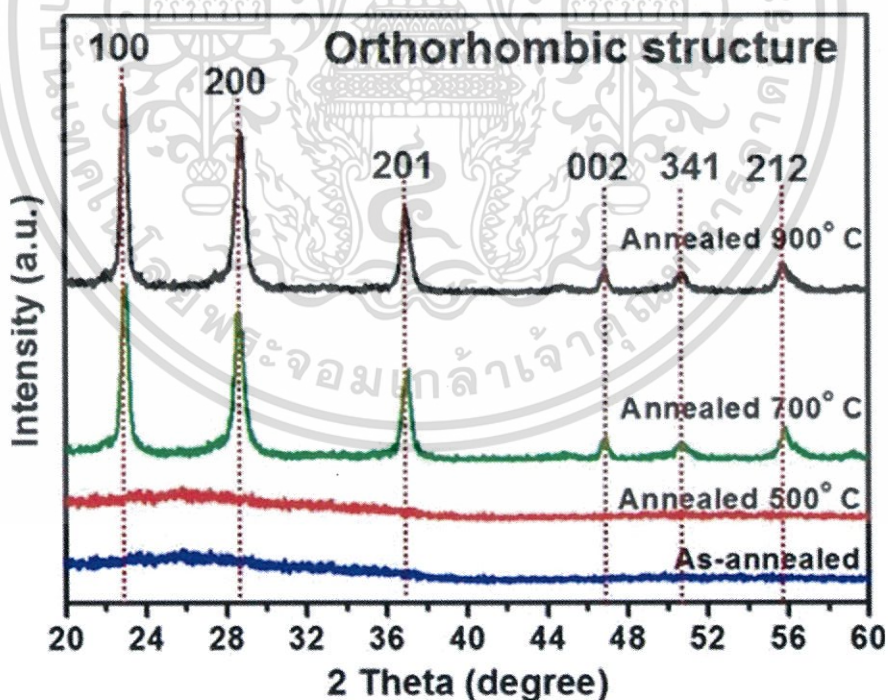


รูปที่ 4.5 แสดงกลไกการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

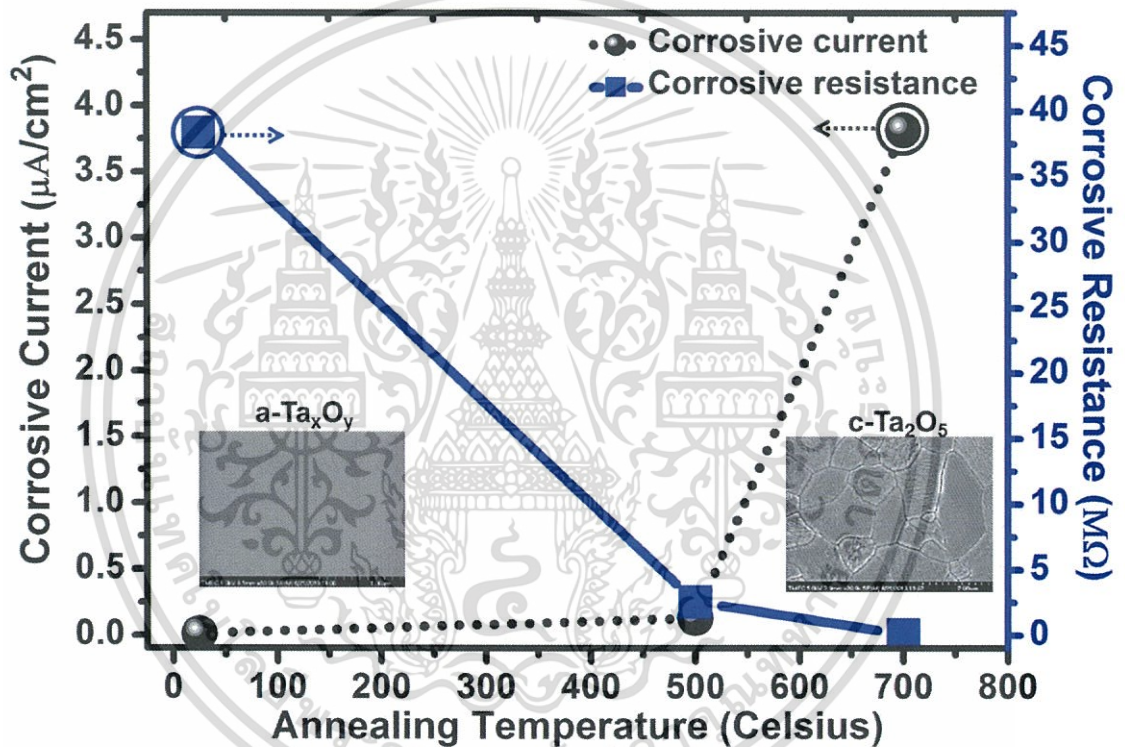
4.1.5 การเปรียบเทียบสมบัติการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในโครงสร้างแบบออสถฐานและโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก

จากหัวข้อที่ 4.1.4 แสดงการนำฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมผ่านระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง มาประยุกต์ใช้งานเป็นชั้นปกป้องการกัดกร่อนทางเคมีแก่วัสดุที่มีอัตราการกัดกร่อนทางเคมีสูง ซึ่งพบว่าตัวแปรหลักที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการปกป้องการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์นั้น คือเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นในการแพ็คตัวของฟิล์มบาง แต่ทั้งนี้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมได้มีการจัดเรียงตัวในลักษณะแบบออสถฐาน (Amorphous phase) ซึ่งการฟอร์มตัวเป็นผลึกแทนทาลัมออกไซด์จำเป็นต้องทำการอบให้ความร้อน (Thermal annealing) ในรูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ผ่านการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์จะปรากฏเมื่ออุณหภูมิในการแอนนิลอยู่ที่ 700 องศาเซลเซียส โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนหลักที่มุม 2θ ซึ่งตรงกับระนาบ (100) ของผลึกแทนทาลัมออกไซด์ โดยฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ผ่านการอบให้ความร้อนจะจัดเรียงตัวในรูปแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic Structure) ผลที่ได้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ Shih-jeh Jimmy Wua และคณะ[11] ที่ทำการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ด้วยระบบ อาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง พบว่าการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ด้วยระบบสปัตเตอริงโดยปราศจากการให้ความร้อนขณะเตรียมฟิล์มบางที่ได้จะมีการจัดเรียงตัวในรูปแบบออสถฐาน และรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏภายหลังจากการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ผ่านการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

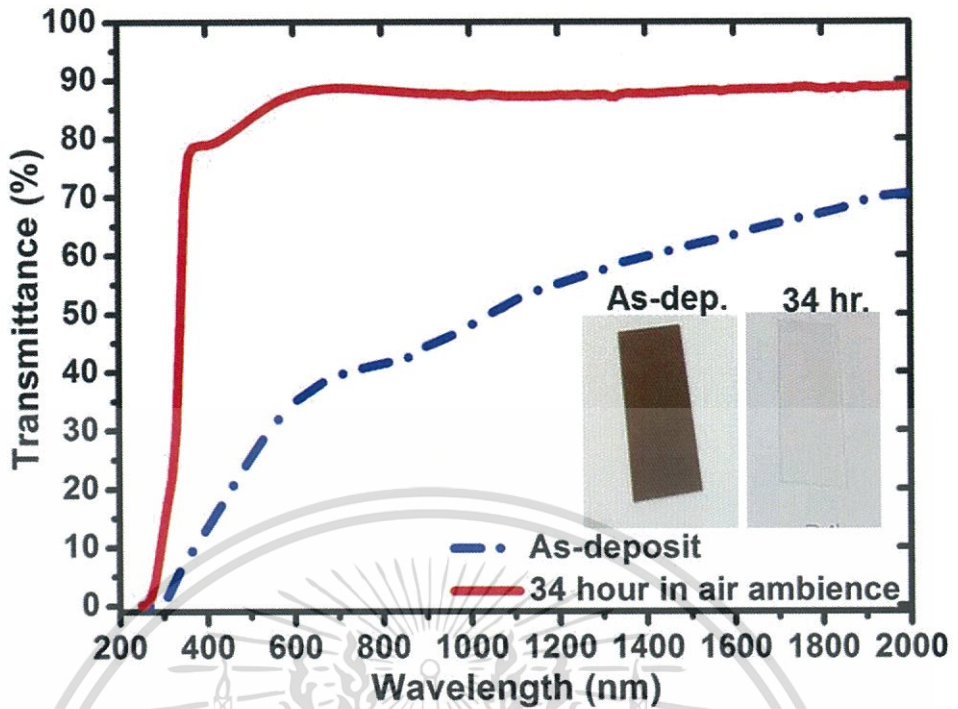
เมื่อทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในรูปแบบอสัณฐานและแบบผลึก ในรูปที่ 4.7 แสดงค่ากระแสการกัดกร่อนและค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในรูปแบบอสัณฐานและรูปแบบผลึก พบว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่มีการจัดเรียงตัวแบบอสัณฐานให้ค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีสูงกว่าแบบผลึก เนื่องจากการพอร์มตัวผลึกของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์จำเป็นต้องทำการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ซึ่งในขณะที่ทำการอบให้ความร้อนแก่วัสดุส่งผลให้เกิดช่องว่างระหว่างรอยต่อของวัสดุฐานรองรับชนิดสแตนเลสและชั้นฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ส่งผลให้สารละลายกัดกร่อนมีโอกาสที่จะสัมผัสวัสดุฐานรองรับได้ง่ายขึ้น รวมทั้งสามารถเกิดการกัดกร่อนจากตำแหน่งขอบเกรนได้ (Grain Boundary Corrosion)



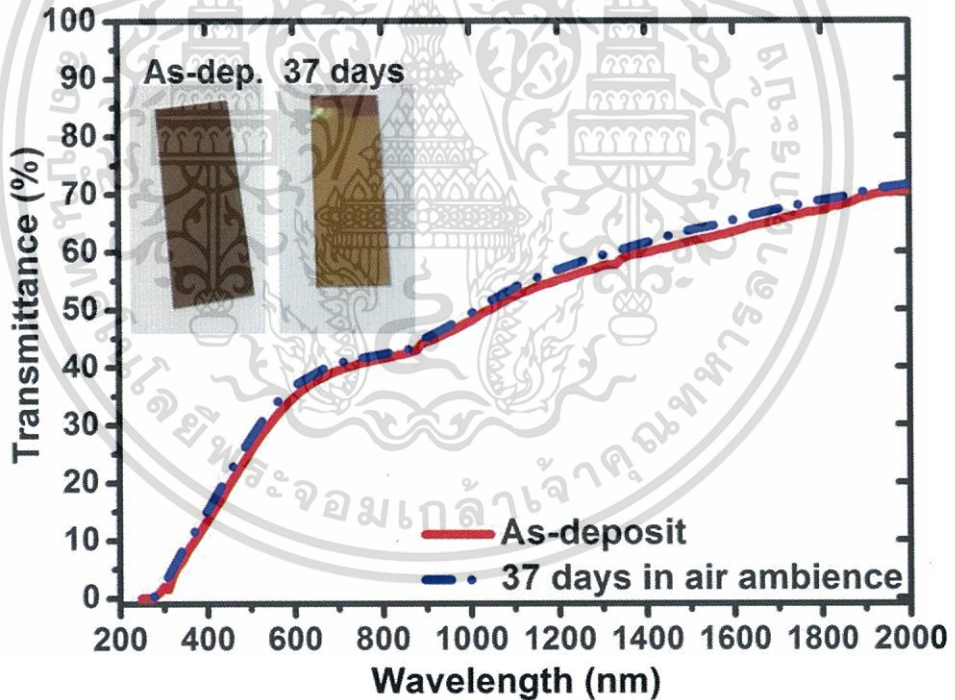
รูปที่ 4.7 แสดงค่ากระแสการกัดกร่อนและค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในรูปแบบอสัณฐานและรูปแบบผลึก

4.1.6 การประยุกต์ใช้งานฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์เป็นชั้นป้องกันการแพร่ซึม

ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมได้นอกจากจะสามารถนำไปประยุกต์งานเป็นชั้นเคลือบป้องกันการกัดกร่อนแก่วัสดุที่มีอัตรากัดกร่อนทางเคมีที่สูงแล้ว ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นชั้นป้องกันการแพร่ซึมของออกซิเจนให้แก่ฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ (Zn_3N_2) ได้ ซึ่งเป็นที่ทราบกันดีอย่างแพร่หลายว่าฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์มีอัตราการสลายตัวที่สูง (High compensation rate) เนื่องจากพันธะเคมีระหว่างอะตอมซิงค์และอะตอมไนโตรเจนเป็นพันธะที่มีเสถียรภาพต่ำ รวมทั้งยังมีตำแหน่งว่างของออกซิเจนที่สูง (High oxygen vacancy) ส่งผลให้ตำแหน่งดังกล่าวสามารถถูกแทนที่ด้วยอะตอมออกซิเจนได้ง่ายเมื่อทิ้งไว้ในบรรยากาศ [12] การเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์บนฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์จึงเป็นวิธีการลดอัตราการสลายตัวของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ เนื่องจากออกซิเจนในบรรยากาศไม่สามารถแพร่เข้าสู่ชั้นฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ได้ นอกจากนี้การเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลงบนฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติเฉพาะตัวด้านต่าง ๆ ของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ ไม่ว่าจะเป็นสมบัติทางแสง หรือ สมบัติทางไฟฟ้า เป็นต้น จากผลการวิจัยข้างต้นพบว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมโดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศที่ 3 มิลลิทอร์ ให้ค่าความหนาแน่นในการแผ่คั่วที่สูง ซึ่งมีความเหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นชั้นปกป้องการแพร่ซึมแก่ฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ รูปที่ 4.8(ก) แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์โดยปราศจากการเคลือบชั้นฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ พบว่าเมื่อเวลาผ่านไป 34 ชั่วโมง ขอบการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์เลื่อนจาก 550 นาโนเมตรเป็น 310 นาโนเมตร เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของพันธะเคมีระหว่างอะตอมซิงค์และอะตอมออกซิเจนในเนื้อฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ ซึ่งแตกต่างจากในรูปที่ 4.8(ข) แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมโดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศขณะทำการเคลือบที่ 3 มิลลิทอร์ที่ความหนา 60 นาโนเมตร พบว่าฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์สามารถอยู่ได้นานถึง 37 วัน เมื่อวางทิ้งไว้ในบรรยากาศปกติ โดยที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงคงที่



(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.8 แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางซิงไนไตรด์ (ก.) ปราศจากการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ (ข.) เคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ 60 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

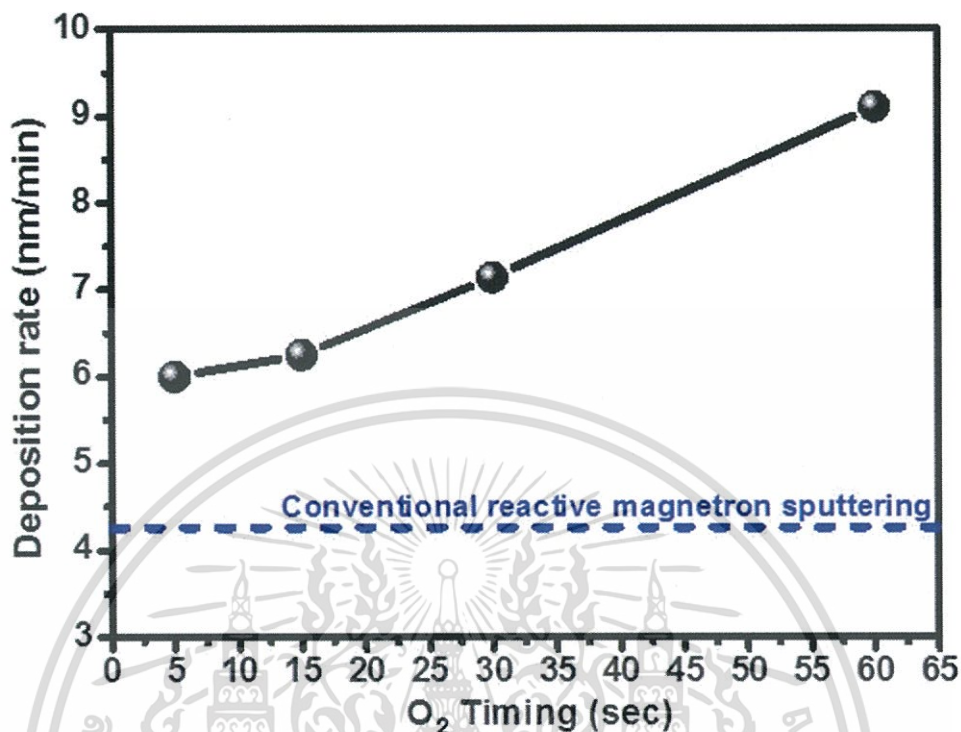
4.2 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ (TaO_xN_y) สำหรับการประยุกต์ใช้งานเป็นอุปกรณ์ทางแสง

ฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติเด่นหลายด้าน อาทิเช่น มีเสถียรภาพทางเคมีและความร้อนที่สูง มีค่าความแข็งที่สูง รวมทั้งสามารถใช้ร่วมกับเซลล์สิ่งมีชีวิตได้ นอกจากนี้การเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มบางส่งผลโดยตรงกับสมบัติทางแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสง (Optical band gap) ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์อยู่ในช่วงระหว่าง 2.8 อิเล็กตรอนโวลต์ ถึง 4.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับการควบคุมองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มบาง กระบวนการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง มีข้อจำกัดในการควบคุมปริมาณธาตุออกซิเจน และธาตุไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบาง เนื่องจากออกซิเจนมีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี (Electronegativity, E_p) ที่สูงกว่าไนโตรเจน การแก้ปัญหาดังกล่าวส่วนใหญ่มักจะทำการเพิ่มอุณหภูมิแก่ระบบ เพื่อเพิ่มโอกาสในการแตกตัวอะตอมไนโตรเจน จากงานวิจัยของ A. Sungtong และคณะ [4] ได้เสนอเทคนิคใหม่ในการเตรียมฟิล์มบางสารประกอบโลหะออกซีไนไตรด์ ที่สามารถควบคุมปริมาณออกซิเจนและไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบางได้อย่างแม่นยำ โดยปราศจากการให้ความร้อนแก่วัสดุฐานรองรับในขณะที่ทำการเคลือบ รวมทั้งให้อัตราการเคลือบฟิล์มบางที่สูง คือ เทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา (Reactive gas-timing technique) ซึ่งเทคนิคดังกล่าวสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ได้

4.2.1 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบต่ออัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ด้วย ระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ร่วมกับเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา โดยปราศจากการให้ความร้อนแก่ระบบขณะทำการเตรียมฟิล์มบาง รวมทั้งการอบให้ความร้อนแก่ฟิล์มบางหลังจากกระบวนการเตรียม ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบคงที่ 60 วินาที และเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบถูกควบคุมไว้ที่ 5 วินาที ถึง 60 วินาที ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ในรูปที่ 4.9 แสดงอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา และเทคนิคการควบคุมอัตราการไหลก๊าซไวปฏิกิริยา พบว่าการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยาให้อัตราการเคลือบฟิล์มบางที่สูงกว่าการเตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมอัตราการไหลก๊าซไวปฏิกิริยา เนื่องจากการเตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา ความดันรวมห้องสุญญากาศมีค่าอยู่ที่ 3 มิลลิทอร์ ในขณะที่การเตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมอัตราการไหลก๊าซไวปฏิกิริยา มีค่าความดันรวมอยู่ที่ 4.2 มิลลิทอร์ จากผลการวิจัยในหัวข้อ 4.1.1 แสดงให้เห็นอิทธิพลของค่าความดันรวมห้องสุญญากาศต่ออัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ พบว่าอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลดลงเมื่อความดันรวมห้องสุญญากาศเพิ่มขึ้น เนื่องจากอะตอมสปัตเตอริ่งสูญเสียพลังงานบางส่วนเนื่องจากการชนกันเอง นอกจากนี้พบว่าเมื่อเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เพิ่มขึ้น การเพิ่มขึ้นของอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์นั้นเนื่องมาจาก 1) อะตอมออกซิเจนมีค่าพลังงานจลน์ที่สูงกว่าอะตอมไนโตรเจน 2)

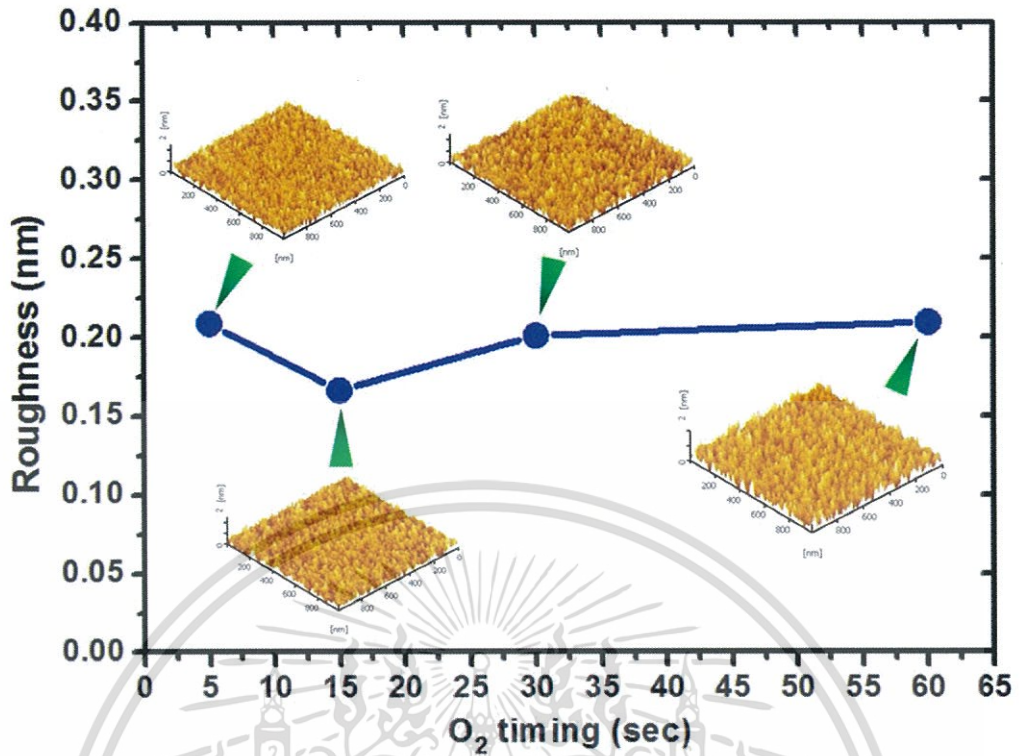
อะตอมออกซิเจนมีค่าพลังงานไอออไนซ์เซชันต่ำกว่าอะตอมไนโตรเจน และ 3) อะตอมออกซิเจนมีค่าอิเล็กโตรเนกาวิตีสูงกว่าอะตอมไนโตรเจน [13]



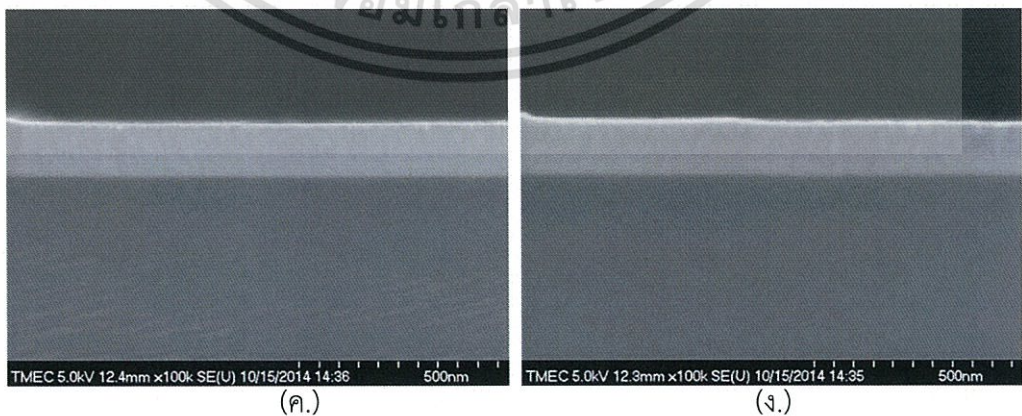
รูปที่ 4.9 แสดงอัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

4.2.2 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบต่อลักษณะกายภาพพื้นผิวฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาปล่อยก๊าซออกซิเจนที่ปล่อยเข้าสู่ห้องสุญญากาศระหว่าง 5 วินาที ถึง 60 วินาที ได้ทำการตรวจสอบด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมในพื้นที่ 1 ตารางไมครอน ในรูปที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขรุขระบนพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมโดยการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนค่าต่าง ๆ พบว่า ฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมได้มีลักษณะกายภาพพื้นผิวที่เรียบ โดยมีค่าความขรุขระบนพื้นผิวอยู่ที่ 0.19 นาโนเมตร และรูปที่ 4.11 แสดงภาพตัดขวางของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด พบว่าค่าความหนาเฉลี่ยของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมได้มีค่าประมาณ 200 นาโนเมตร



รูปที่ 4.10 แสดงค่าความขรุขระบนพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์

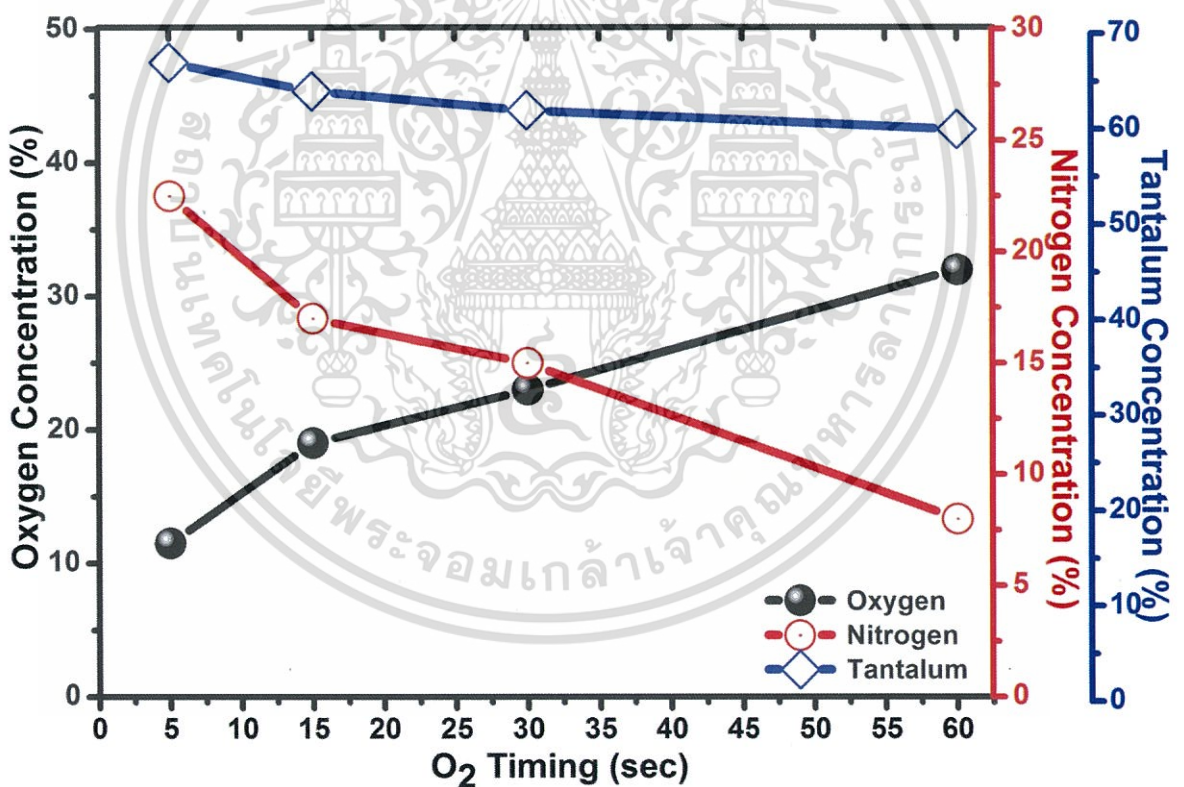


รูปที่ 4.11 แสดงภาพตัดขวางฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์ที่เตรียมด้วยการควบคุมเวลาก๊าซออกซิเจน (ก.) 5 วินาที (ข.) 15 วินาที (ค.) 30 วินาที และ (ง.) 60 วินาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบต่อองค์ประกอบทางเคมีฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

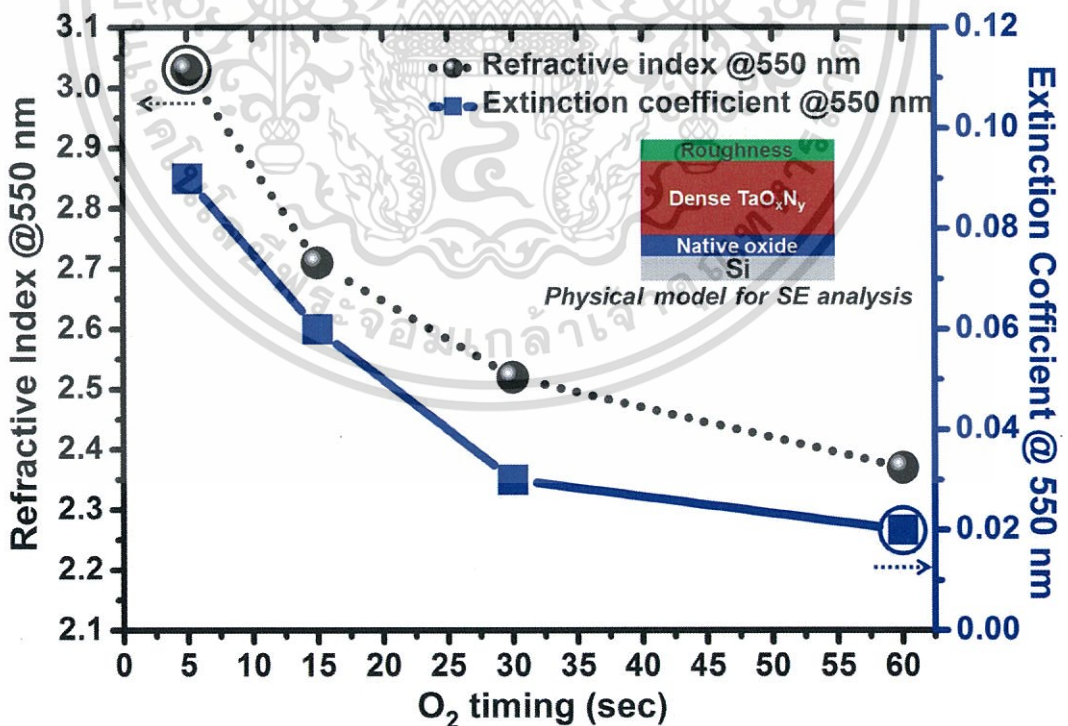
การศึกษาอิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนที่ปล่อยเข้าสู่ห้องสุญญากาศขณะทำการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ ต่อองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ซึ่งประกอบไปด้วย ธาตุแทนทาลัม ธาตุออกซิเจน และธาตุไนโตรเจน ทำการวิเคราะห์ด้วยระบบออเจอร์อิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี ในรูปที่ 4.12 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของธาตุออกซิเจน ธาตุไนโตรเจน และธาตุแทนทาลัม ในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ พบว่าเมื่อเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบเพิ่มขึ้นจาก 5 วินาที เป็น 60 วินาที ส่งผลให้มีปริมาณธาตุออกซิเจนในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เพิ่มขึ้นจาก 11.50 เปอร์เซ็นต์ เป็น 32.00 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ปริมาณธาตุไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบางดังกล่าวมีปริมาณลดลงจาก 22.50 เปอร์เซ็นต์ เป็น 8.00 เปอร์เซ็นต์ การเพิ่มขึ้นของปริมาณธาตุออกซิเจนในเนื้อฟิล์มบาง เมื่อเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบเพิ่มขึ้น เนื่องจากออกซิเจนมีโอกาสนในการฟอร์มตัวกับอะตอมแทนทาลัมที่หลุดออกจากเป้าโลหะสาร



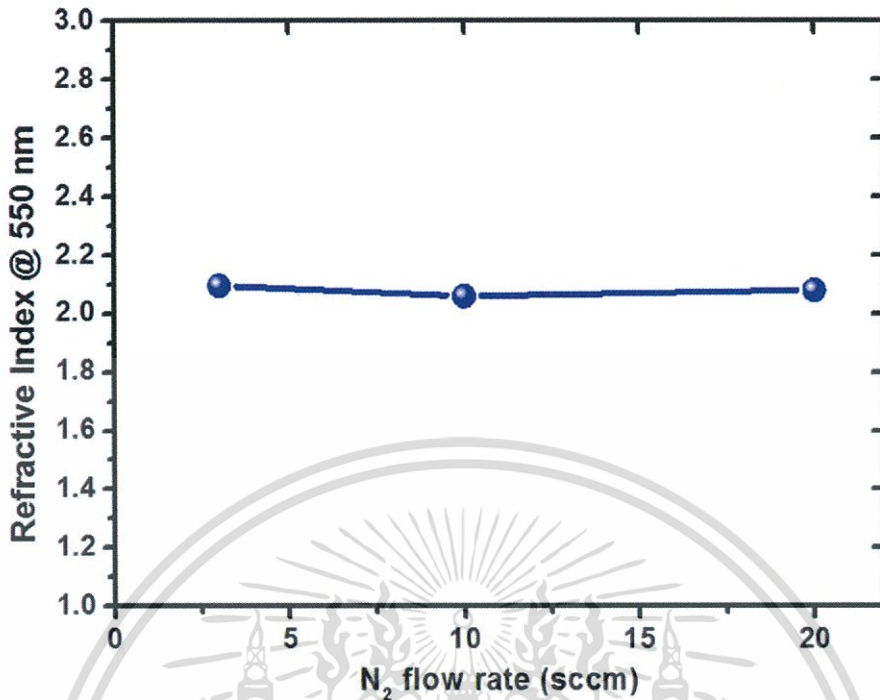
รูปที่ 4.12 แสดงองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

4.2.4 อิทธิพลของการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ระบบต่อสมบัติทางแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์

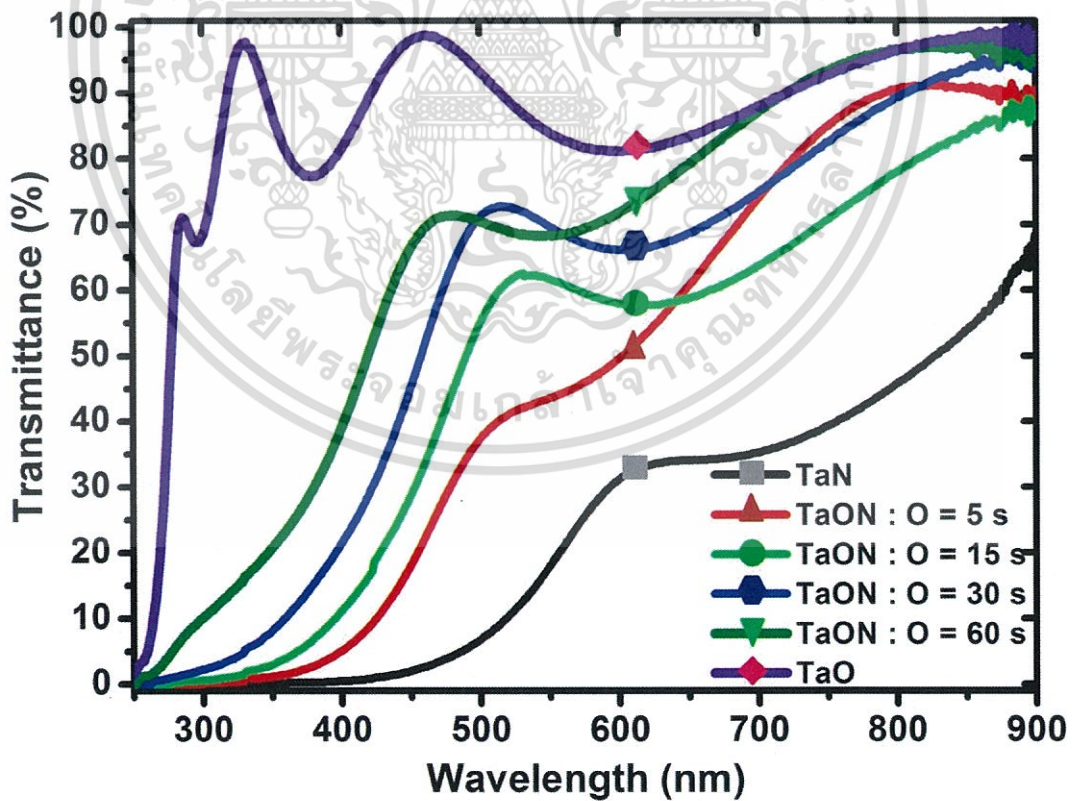
จากที่ได้กล่าวไว้ในหัวข้อ 4.2 ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์สามารถปรับเปลี่ยนสมบัติทางแสงได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนปริมาณธาตุออกซิเจนและธาตุไนโตรเจนในเนื้อฟิล์มบาง การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ด้วยเทคนิค การควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิบัติกริยาโดยปราศจากการให้ความร้อนแก่วัสดุฐานรองรับในขณะที่เตรียมฟิล์มบาง รวมทั้งการอบให้ความร้อนหลังจากกระบวนการเตรียม สามารถควบคุมปริมาณธาตุออกซิเจนต่อธาตุไนโตรเจนได้ ดังแสดงในหัวข้อที่ 4.2.3 ในหัวข้อนี้เป็นการตรวจสอบสมบัติทางแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ด้วย เครื่องอิลิปโซเมทรี สเปคโตรสโคปิก และเครื่องยูวีวิชิเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ รูปที่ 4.13 แสดงค่าดัชนีหักเหแสง (Optical refractive index) และค่าสัมประสิทธิ์ดับสูญ (Extinction coefficient) ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ สามารถสังเกตได้ว่า ค่าดัชนีหักเหแสงและค่าสัมประสิทธิ์ดับสูญของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ลดลงจาก 3.10 เป็น 2.37 และ 0.09 เป็น 0.02 ตามลำดับเมื่อเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเพิ่มขึ้น การลดลงของค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์เนื่องมาจากความหนาแน่นของฟิล์มบาง (Thin film density) ที่ลดลง[14] โดยค่าความหนาแน่นของผลึกแทนทาลัมไนไตรด์ (Bulk Ta_3N_5) มีค่าอยู่ที่ 13.80 g/cm^3 ในขณะที่ความหนาแน่นของผลึกแทนทาลัมออกไซด์ (Bulk Ta_2O_5) มีค่าอยู่ที่ 8.20 g/cm^3 ในทางกลับกันฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมอัตราการไหลของก๊าซไวปฏิบัติกริยาไนโตรเจนระหว่าง 3 – 20 sccm ซึ่งมีค่าดัชนีหักเหแสงค่อนข้างคงที่ที่ 2.07 ดังแสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.13 ค่าดัชนีหักเหของแสงและค่าสัมประสิทธิ์ดับสูญของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิบัติกริยา ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร



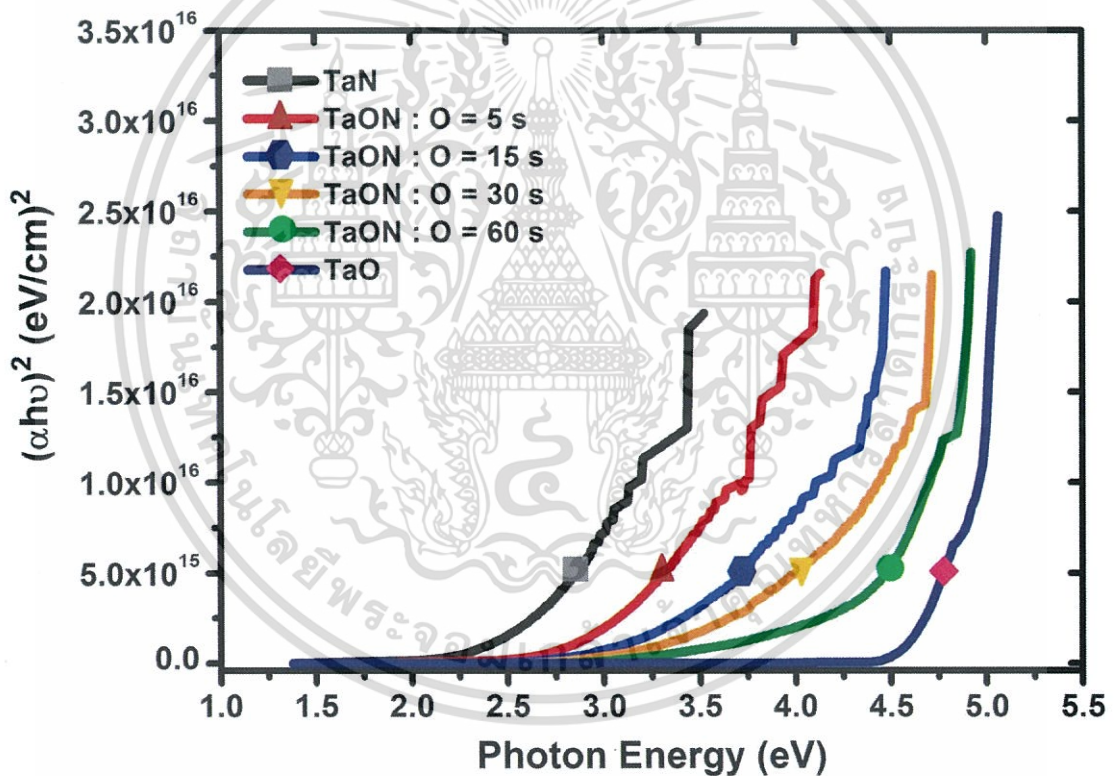
รูปที่ 4.14 ค่าดัชนีหักเหแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เตรียมด้วยเทคนิคการควบคุมอัตราการไหลก๊าซไนโตรเจน ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร



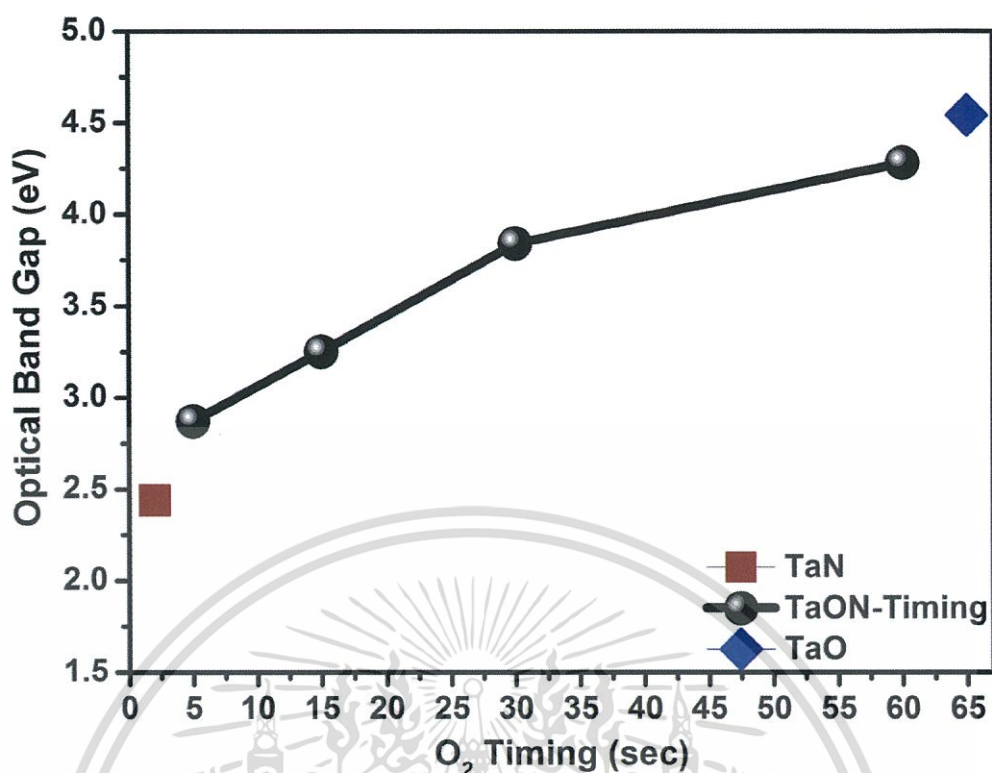
รูปที่ 4.15 แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.15 แสดงเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ที่เตรียมด้วยการควบคุมเวลาการออกซิเจนในช่วงระหว่าง 5 วินาที ถึง 60 วินาที ในช่วงความยาวคลื่นระหว่าง 250 นาโนเมตร ถึง 900 นาโนเมตร พบว่าฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์มีค่าเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงเพิ่มขึ้น รวมทั้งขอบการดูดกลืนแสง (Absorption edge) ของฟิล์มบางเลื่อนจากความยาวคลื่น 450 นาโนเมตร เป็น 370 นาโนเมตร จากค่าเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงสามารถนำไปหาความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงที่ขึ้นอยู่กับค่าพลังงานโฟตอนโดยวิธี Point-wise unconstrained minimization approach [15] ในรูปที่ 4.17 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสง (Optical band gap) ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 2.87 อิเล็กตรอนโวลต์ ถึง 4.28 อิเล็กตรอนโวลต์ เมื่อเวลาในการปล่อยก๊าซออกซิเจนเพิ่มขึ้นจาก 5 วินาที ถึง 60 วินาที ค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากการเพิ่มขึ้นของปริมาณออกซิเจนและพันธะเคมีระหว่างแทนทาลัมและออกซิเจนในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีในหัวข้อ 4.2.3



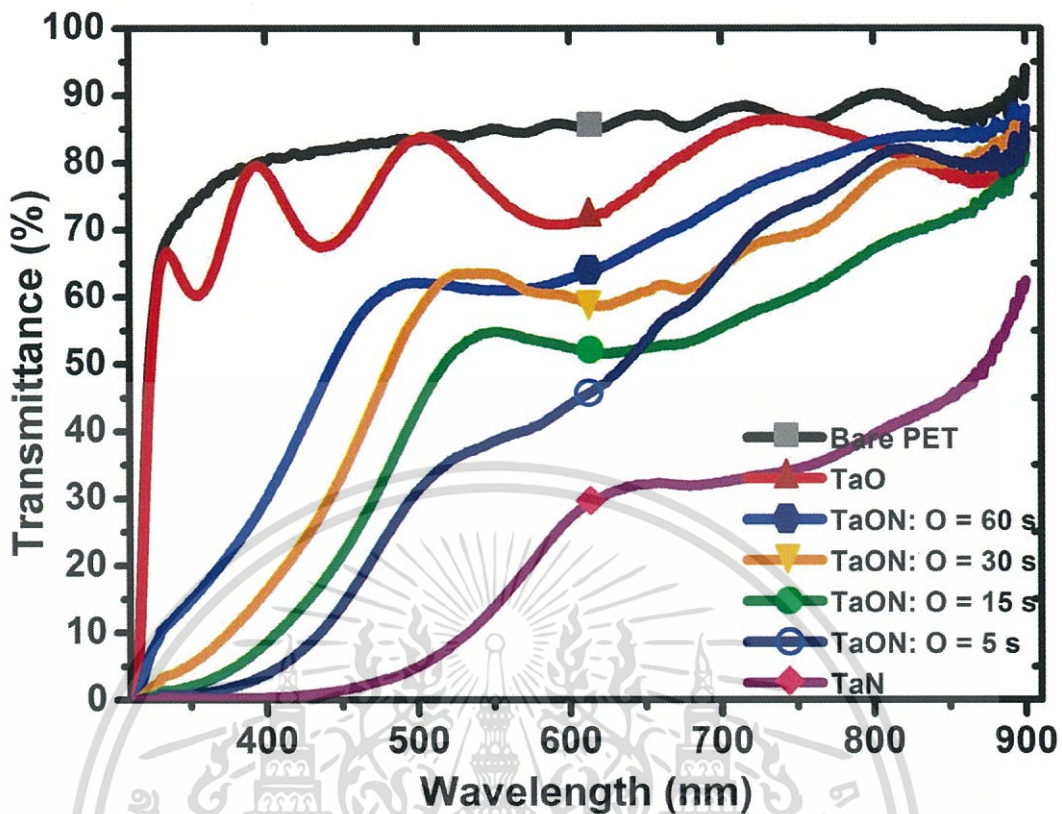
รูปที่ 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงและพลังงานโฟตอนของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์



รูปที่ 4.17 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์

4.2.5 การประยุกต์ใช้งานฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์เป็นอุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้

อุปกรณ์กรองแสงนับว่ามีความสำคัญอย่างยิ่งในระบบหรือเครื่องมือวัดทางแสง เนื่องจากเป็นส่วนสำคัญในการตัดสัญญาณรบกวนออกจากสัญญาณที่ต้องการ ในปัจจุบันอุปกรณ์กรองแสงทั่วไปสร้างจากวัสดุฐานรองรับชนิดแข็งเกร็ง (Rigid body substrate) ซึ่งไม่สามารถดัดให้อยู่ในรูปแบบต่าง ๆ ได้ รวมทั้งมีความยุ่งยากในการเก็บรักษา นอกจากนี้วัสดุที่นำมาใช้เป็นวัสดุเนื้ออ่อน (Soft material) สามารถเกิดรอยขีดขูดได้ง่าย จากการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์ด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาก๊าซไอพิกิริยา สามารถควบคุมอัตราส่วนระหว่างธาตุออกซิเจนและธาตุนิโตรเจนในเนื้อฟิล์มได้อย่างแม่นยำ ซึ่งส่งผลให้สามารถเลือกช่วงการดูดกลืนแสงได้ ยิ่งไปกว่านั้นในกระบวนการเตรียมปราศจากการให้ความร้อนแก่ระบบ ดังนั้นจึงสามารถเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์ลงบนวัสดุฐานรองรับที่มีจุดหลอมเหลวต่ำได้ อาทิเช่น พีโอที (Polyethylene terephthalate; PET) ในรูปที่ 4.18 แสดงเปอร์เซ็นต์ทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์เตรียมลงบนวัสดุฐานรองรับชนิด PET และรูปที่ 4.19 แสดงอุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกซิไนไตรด์ชนิดโค้งงอได้ และรูปที่ 4.20 แสดงการโค้งงอของตัวอุปกรณ์

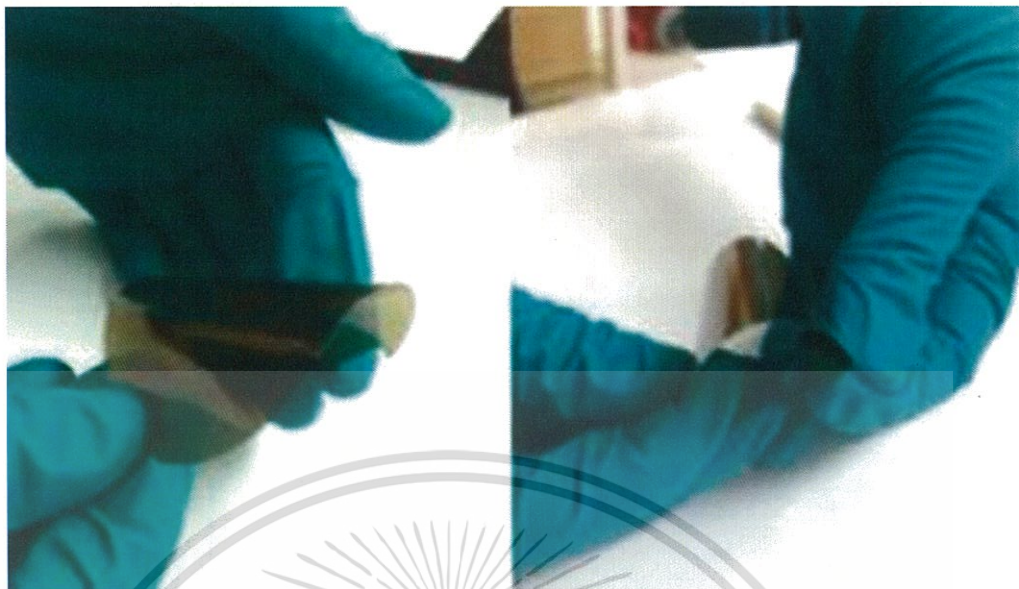


รูปที่ 4.18 แสดงเปอร์เซ็นต์ทะลุผ่านของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์บนวัสดุฐานรองรับชนิด PET



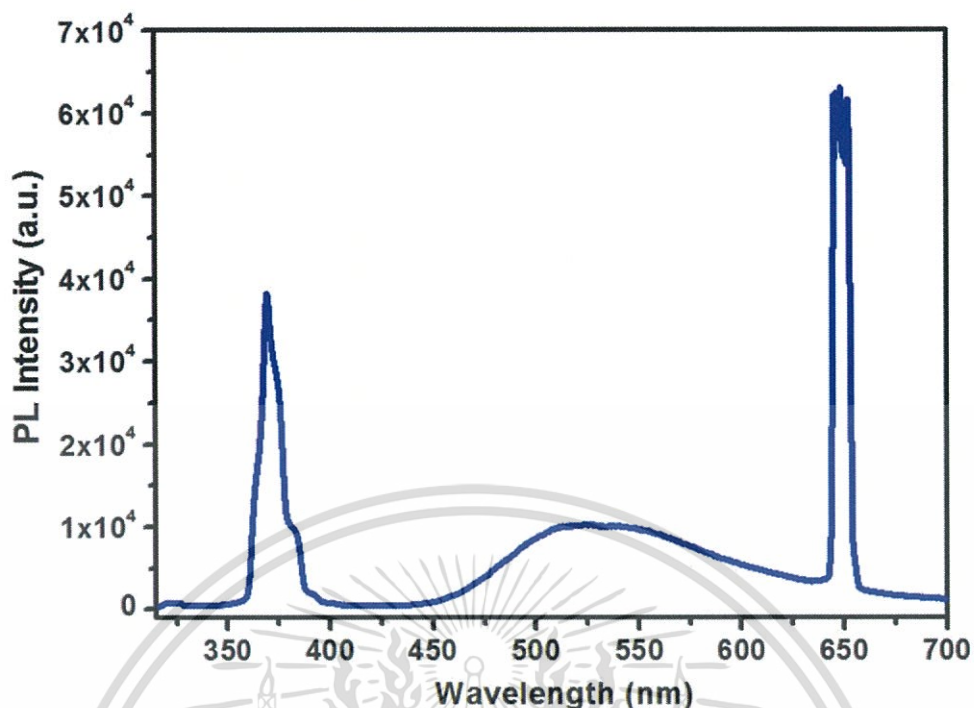
รูปที่ 4.19 แสดงอุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ชนิดโค้งงอได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

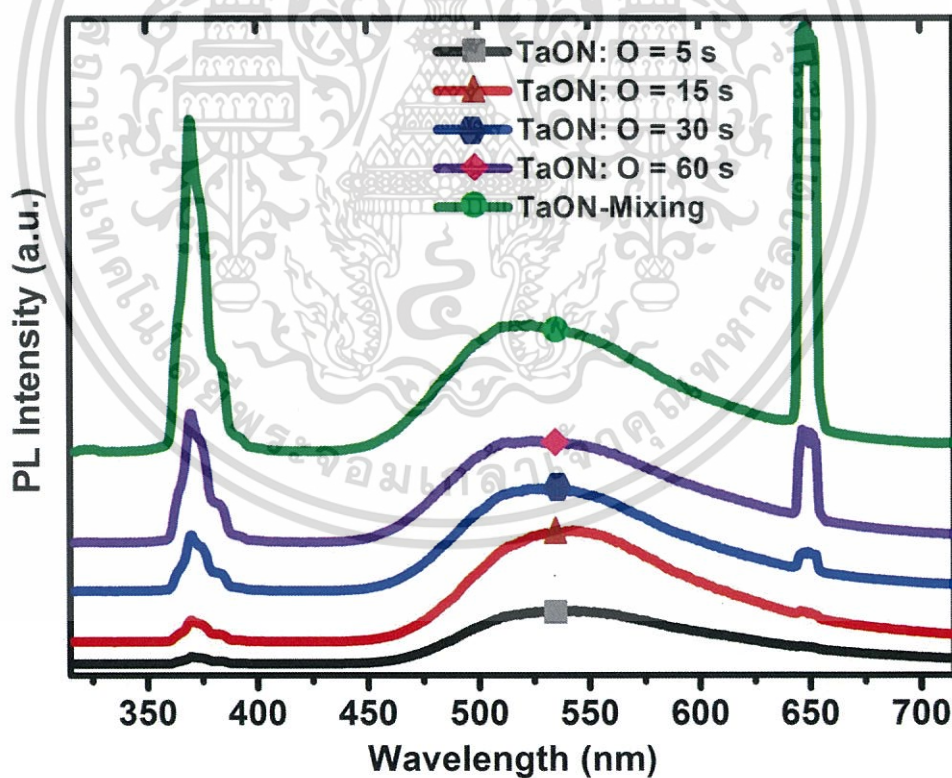


รูปที่ 4.20 แสดงการโค้งงอของตัวอุปกรณ์

อุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ที่เตรียมได้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้ใน ระบบโฟโตลูมิเนสเซนซ์ (Photoluminescence system) เพื่อใช้ในการวิเคราะห์วัสดุเชิงค็อคออกไซด์ เมื่อพิจารณาระบบโฟโตลูมิเนสเซนซ์มีความต้องการอุปกรณ์กรองแสงที่สามารถตัดสัญญาณรบกวน จากเลเซอร์ที่มีความยาวคลื่น 325 นาโนเมตร ในรูปที่ 4.21 แสดงสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของวัสดุ เชิงค็อคออกไซด์ที่อุณหภูมิ 12 เคลวิน โดยไม่มีการใช้อุปกรณ์กรองแสง พบว่ามีสัญญาณรบกวนจาก เลเซอร์ที่มีความยาวคลื่น 325 นาโนเมตร และ 650 นาโนเมตร ในรูปที่ 4.22 แสดงสเปกตรัมโฟโตลู มิเนสเซนซ์ของวัสดุเชิงค็อคออกไซด์ ที่มีการใช้อุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เตรียม โดยการควบคุมเวลาพักไว้ปฏิกิริยา พบว่าอุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์เตรียม โดยการควบคุมเวลาพักไว้ปฏิกิริยา 5 และ 15 วินาที สามารถตัดสัญญาณรบกวนจากเลเซอร์ที่ความ ยาวคลื่น 325 และ 650 นาโนเมตรได้ ซึ่งสอดคล้องกับค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบาง ฟิล์มบางแทนทาลัมออกซีไนไตรด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.17 เมื่อพิจารณาสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนซ์ที่ ความยาวคลื่น 375 นาโนเมตร และ 525 นาโนเมตร เป็นการเปลี่ยนจากชั้นแถบนำ (Conduction band) สู่ชั้นวาเลนซ์ (Valence band) ของวัสดุเชิงค็อคออกไซด์ และการเปลี่ยนจากตำแหน่งข้อบกพร่อง (Defects) ในโครงสร้างวัสดุเชิงค็อคออกไซด์ [16]



รูปที่ 4.21 แสดงสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของวัสดุซิงค์ออกไซด์ ที่ไม่มีการใช้อุปกรณ์กรองแสง



รูปที่ 4.22 แสดงสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของวัสดุซิงค์ออกไซด์ ที่มีการใช้อุปกรณ์กรองแสงฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

การสรุปผลการดำเนินงานวิจัยการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ และฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ร่วมกับเทคนิคการควบคุมเวลา ก๊าซไวพริกิริยา สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการเคลือบปกป้องผิววัสดุ และอุปกรณ์ทางแสง นั้น สามารถสรุปผลการดำเนินงานวิจัยได้ดังต่อไปนี้

5.1.1 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการเคลือบป้องกันพื้นผิววัสดุ

จากการเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ความหนา 200 นาโนเมตร ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศระหว่าง 3 มิลลิทอร์ ถึง 20 มิลลิทอร์ สำหรับการประยุกต์ใช้งานทางด้านการเคลือบปกป้องผิววัสดุโดยเฉพาะอย่างยิ่ง การเคลือบปกป้องวัสดุที่มีอัตราการกัดกร่อนทางเคมีสูง พบว่า

1. การเพิ่มความดันรวมห้องสุญญากาศขณะเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ระหว่าง 3 ถึง 20 มิลลิทอร์ ส่งผลให้อัตราการเคลือบฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ลดลง จาก 13.57 เป็น 1.20 นาโนเมตรต่อนาที เนื่องจากอะตอมสปัตเตอริงมีโอกาสที่จะชนกันเอง ทำให้มีค่าพลังงานต่ออะตอมลดลง
2. การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์โดยปราศจากการให้ความร้อนแก่วัสดุฐานรองรับ ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ได้มีการจัดเรียงตัวในรูปแบบอสัณฐาน ในขณะที่การจัดเรียงตัวในโครงสร้างแบบ ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic structure) ปรากฏภายหลังจากการอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. ลักษณะกายภาพพื้นผิวของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมโดยการควบคุมความดันรวมห้องสุญญากาศระหว่าง 3 ถึง 20 มิลลิทอร์ มีค่าความขรุขระบนพื้นผิวเพิ่มขึ้น จาก 0.90 นาโนเมตร ถึง 1.37 นาโนเมตร นอกจากนี้ขอบเขตเกรนบนพื้นผิวมีขนาดเพิ่มขึ้นจาก 28.00 นาโนเมตร ถึง 46.20 นาโนเมตร เนื่องจากค่าความคล่องตัวบนพื้นผิววัสดุฐานรองรับของอะตอมสปัตเตอริงลดลง
4. ค่าดัชนีของแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร มีค่าลดลงจาก 2.17 ถึง 2.05 เมื่อความดันรวมห้องสุญญากาศเพิ่มขึ้นจาก 3 มิลลิทอร์ ถึง 20 มิลลิทอร์ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นรูพรุนในเนื้อฟิล์มบางที่เพิ่มมากขึ้น
5. ค่าความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในสารละลายไฮเดียมคลอไรด์ลดลง เมื่อความดันรวมห้องสุญญากาศเพิ่มขึ้น เนื่องจากสารละลายกัดกร่อนมีโอกาสที่จะสัมผัสกับวัสดุฐานรองรับได้มากขึ้น

6. फिल्मบางแทนทาลัมออกไซด์ที่เตรียมได้สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นชั้นป้องกันการแพร่ซึมแก๊สฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ ซึ่งสามารถยืดอายุฟิล์มบางซิงค์ไนไตรด์ได้ถึง 34 วัน

5.1.2 การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์สำหรับการประยุกต์ใช้งานเป็นอุปกรณ์ทางแสง

การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ด้วยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอริง ร่วมกับเทคนิคการควบคุมเวลาแก๊สออกซิเจนที่ปล่อยเข้าสู่ห้องเคลือบสุญญากาศระหว่าง 5 วินาที ถึง 60 วินาที สำหรับการประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้ในระบบ โฟโตนิกไมเนสเซนส์ พบว่า

1. การควบคุมเวลาแก๊สออกซิเจนที่ปล่อยเข้าสู่ห้องเคลือบสุญญากาศส่งผลโดยตรงต่อองค์ประกอบทางเคมีในเนื้อฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ โดยที่ปริมาณธาตุออกซิเจนเพิ่มขึ้นจาก 11.50% เป็น 32% ในขณะที่ปริมาณธาตุไนโตรเจนลดลงจาก 22.50% เป็น 8% เมื่อเวลาในการปล่อยแก๊สออกซิเจนเข้าสู่ระบบเพิ่มขึ้นจาก 5 วินาที เป็น 60 วินาที
2. ค่าดัชนีหักเหของแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ลดลงจาก 3.10 เป็น 2.37 เมื่อเวลาในการปล่อยแก๊สออกซิเจนเข้าสู่ระบบเพิ่มขึ้น
3. ค่าแถบช่องว่างพลังงานเชิงแสงของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์เพิ่มขึ้นจาก 2.87 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็น 4.28 อิเล็กตรอนโวลต์เมื่อเวลาในการปล่อยแก๊สออกซิเจนเข้าสู่ระบบเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของพันธะเคมีระหว่างแทนทาลัมและออกซิเจนในเนื้อฟิล์มบาง
4. การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ด้วยเทคนิคการควบคุมเวลาแก๊สไอปฏิบัติโดยปราศจากการให้ความร้อนแก่ระบบ สามารถเตรียมลงบนวัสดุฐานรองรับชนิดต่าง ๆ ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำได้ อาทิเช่น Polyethylene terephthalate เป็นต้น
5. ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ไนไตรด์ที่เตรียมลงบนวัสดุฐานรองรับชนิด Polyethylene terephthalate สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้ ที่ใช้ในระบบโฟโตนิกไมเนสเซนส์ สำหรับการวิเคราะห์ห้วงอวกาศกึ่งตัวนำที่มีแถบพลังงานกว้าง อาทิเช่น ซิงค์ออกไซด์

5.2 ข้อเสนอแนะและแนวทางในการศึกษาต่อ

1. การเตรียมฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ภายใต้การควบคุมความดันรวมทั้งสุญญากาศ ขณะทำการเตรียมฟิล์มบาง ควรทำการไบแอส (Substrate bias) วัสดุฐานรองรับ เพื่อเพิ่มพลังงานจลน์ของอะตอมสปีดเตอร์
2. การทดสอบสมบัติในการป้องกันการกัดกร่อนทางเคมีของฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ ควรทำการทดสอบในสารละลายกัดกร่อนชนิดอื่น ๆ อาทิเช่น สารละลายกรด และ สารละลายด่าง
3. ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์เตรียมโดยการควบคุมเวลาก๊าซไวปฏิกิริยา ควรทำการควบคุมเวลาการปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบที่เวลาแตกต่างกัน
4. การประยุกต์ใช้ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์เป็นอุปกรณ์กรองแสงชนิดโค้งงอได้ ควรทำการศึกษาอิทธิพลของความหนาชั้นฟิล์มบาง
5. ฟิล์มบางแทนทาลัมออกไซด์ในไตรด์ สามารถประยุกต์ใช้งานทางด้านการแยกน้ำด้วยเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar water splitting) รวมทั้งอุปกรณ์ตรวจวัดค่าพีเอช (pH sensor)



เอกสารอ้างอิง

- [1] D. Cristea, *et al.* "Tantalum oxynitride thin films: Mechanical properties and wear behavior dependence on growth conditions", *Surface Coating and Technology* 258, pp 587-596(2014).
- [2] Chao-Sung Lai, Cheng-En Lue, Chia-Ming Yang, Jui-Hsiu Jao and Chih-Chiang Tai. "New pH-sensitive TaOxNy membranes prepared by NH₃ plasma surface treatment and nitrogen incorporated reactive sputtering", *Sensor and Actuator B* 130, pp 77-81(2008).
- [3] Ali Dabirian, Hans van't Spijker and Roel van de Krol. "Wet ammonia synthesis of semiconducting N:Ta₂O₅, Ta₃N₅ and β -TaON films for photoanode applications", *Energy Procedia* 22, pp 15-22(2012).
- [4] A. Sungthong, S. Porntheeraphat, A. Poyai and J. Nukeaw. "An extreme change in structural and optical properties of indium oxynitride deposited by reactive gas-timing RF magnetron sputtering", *Applied Surface Science* 254, pp 7950-7945(2008)
- [5] กิตติพงษ์ ลิ้มวิเชียร, 2554, การปลูกฟิล์มนาโนพอร์สซิงค์ออกไซด์ โดยระบบ อาร์เอฟ แมกนีตรอนสเป็คโตริง แบบควบคุมเวลาก๊าซไอปฏิกิริยา และการประยุกต์ใช้งาน, วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [6] บรรพต แซ่ไคว้, 2555, การปลูกฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ ด้วยระบบระเหยสารลำอิเล็กตรอนโดยเทคนิคเชิงมุมแบบลาดเอียง และการประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์เชิงแสง, วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [7] K. Ait Aissa, A. Achour, J. Camus, L. Le Brizoual, P.-Y. Jouan and M.-A. Djouadi. "Comparison of the structural properties and residual stress of AlN films deposited by dc magnetron sputtering and high power impulse magnetron sputtering at different working pressures", *Thin Solid Films* 550, pp 264-267(2013).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [8] B. Peng, W.L. Zhang, Q.Y. Xie, W.X. Zhang, H.C. Jiang and State Key. "Effect of sputtering pressure on microstructure and magnetic properties of amorphous FeCoSiB films", *Journal of Non-Crystalline Solids* 365, pp 59-62(2013).
- [9] W. H. LEE, H. C. SON, P. J. REUCROFT, J. G. LEE and J. W. PARK. "Effect of working pressure on the electrochemical performance of thin film SnO₂ microbattery anodes deposited by radio frequency magnetron sputtering", *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS* 20, pp 39-41(2001).
- [10] G. Ramirez, *et al.* "Amorphous niobium oxide thin film", *Journal of Non-Crystalline Solids* 356, pp 2714-2721(2010).
- [11] Shih-jeh JimmyWua, Boen Houngb and Bo-sen Huang. "Effect of growth and annealing temperatures on crystallization of tantalum pentoxide thin film prepared by RF magnetron sputtering method", *Journal of Alloys and Compounds* 475, pp 488-493(2009).
- [12] Ting Wen, Madhav Gautam, Amir M. Soleimanpour and Ahalapitiya H. Jayatissa. "Thermal annealing effect on zinc nitride thin films deposited by reactive rf-magnetron sputtering process", *Material Science in Semiconductor Processing* 16, pp 318-325(2013).
- [13] C. Zexian. "Thin Film Growth: Physics", *Material and Applications*, pp 186-187(2011).
- [14] S. Venkataraj, H. Kittur, R. Drese and M. Wuttig. "Multi-technique characterization of tantalum oxynitride films prepared by reactive direct current magnetron sputtering", *Thin Solid Film* 514, pp 1-9(2006)
- [15] M.M. Hasan, A.S.M.A. Haseeb, R. Saidur, H.H. Masjuki and M. Hamdi. "Influence of substrate and annealing temperatures on optical properties of RF-sputtered TiO₂ thin films", *Optical Materials* 32, pp 690-695 (2010).
- [16] Geon Joon Lee, *et al.* "Photoluminescence and Lasing Properties of ZnO nanorods", *Journal of the Korean Physical Society* 57, pp 1624-1629(2010).

ประวัติผู้เขียน

| | |
|------------------|--|
| ชื่อ-นามสกุล | นายนราธร เขมะศิริ |
| วัน เดือน ปีเกิด | 26 มีนาคม 2533 |
| ที่อยู่ | 216 หมู่ 7 ต.ทับปริก อ.เมืองกระบี่ จ.กระบี่ 81000 |
| ประวัติการศึกษา | <ul style="list-style-type: none"> - ระดับมัธยมศึกษา โรงเรียนมหาวิทยาลัยราชวูธ จังหวัดสงขลา - ระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง |

ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์

- [1] N. Khemasiri, S. Pornthreeraphat, M. Horprathum, C. Chananonwathorn, W. Bunjongpru, D. Phromyothin, S. Pratontep and J. Nukeaw, "Tantalum Oxide Bio-Photonics Thin Film Grown by Gas-Timing Innovation Technique", Proceeding of SPIE, Vol. 8883 (2013) pp 88830B1-88830B7
- [2] N. Khemasiri, C. Chananonwathorn, M. Horprathum, Y. Rayanasukha, W. Bunjongpru, D. Phromyothin, S. Pornthreeraphat and J. Nukeaw, "Effect of Operated Pressure on Anticorrosive Behavior of Ta₂O₅ Thin Film Grown by D.C. Reactive Magnetron Sputtering System", Advanced Materials Research, Vol. 802 (2013) pp 242-246
- [3] N. Khemasiri, C. Chananonwathorn, M. Horprathum, P. Eiamchai, P. Chindaudom, S. Pratontep, D. Phromyothin, S. Pornthreeraphat and J. Nukeaw, "High Performance Metal Surface Coating Using Ta₂O₅ Thin Film Prepared by D.C. Magnetron Sputtering ", Advanced Materials Research, Vol. 979 (2014) pp 240-243

ผลงานที่ได้นำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

- [1] N. Khemasiri, S. Pornthreeraphat, M. Horprathum, C. Chananonwathorn, W. Bunjongpru, D. Phromyothin, S. Pratontep and J. Nukeaw, “Tantalum Oxide Bio-Photonics Thin Film Grown by Gas-Timing Innovation Technique”, The International Conference on Photonic Solutions (ICPS2013).
- [2] N. Khemasiri, C. Chananonwathorn, M. Horprathum, Y. Rayanasukha, W. Bunjongpru, D. Phromyothin, S. Pornthreeraphat and J. Nukeaw, “Effect of Operated Pressure on Anticorrosive Behavior of Ta₂O₅ Thin Film Grown by D.C. Reactive Magnetron Sputtering System”, International Conference on Engineering, Applied Sciences and Technology (ICEAST2013).
- [3] N. Khemasiri, C. Chananonwathorn, M. Horprathum, P. Eiamchai, P. Chindaudom, S. Pratontep, D. Phromyothin, S. Pornthreeraphat and J. Nukeaw, “High Performance Metal Surface Coating Using Ta₂O₅ Thin Film Prepared by D.C. Magnetron Sputtering ”, International Science, Social Science, Engineering and Energy Conference (ISEEK2013).

