

การพัฒนาเครื่องเคลือบฟิล์มบางต้นทุนต่ำ และการวิเคราะห์ฟิล์มบางทองแดง

Development of low-cost sputtering and thin copper film analysis

สุชาติ สุวรรณทัศน์¹, ธงชัย หอมวันทา², อุดมเดช ภักดี³, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุรศักดิ์ เชื้องกา⁴

¹ช่างไฟฟ้าชำนาญงาน ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

²ผู้ปฏิบัติงานวิทยาศาสตร์ชำนาญงาน ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

³นิสิตระดับปริญญาเอก ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

⁴อาจารย์ที่ปรึกษา ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

บทคัดย่อ

เครื่องเคลือบฟิล์มบางต้นทุนต่ำถูกพัฒนาโดยกลุ่มวิจัย ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ โดยมีจุดประสงค์เพื่อใช้ในการเรียนการสอนรายวิชาปฏิบัติการฟิสิกส์ และลดการนำเข้าอุปกรณ์ราคาแพงจากต่างประเทศ วัสดุที่เลือกใช้คำนึงจากราคาที่ต้องไม่สูง และสามารถหาซื้อได้โดยง่าย โดยเลือกเป่าสารเคลือบที่ใช้เป็นเป้าทองแดง มีอัตราการเคลือบ 67.87 นาโนเมตรต่อชั่วโมง ตัวอย่างถูกตรวจสอบลักษณะทางกายภาพโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

คำสำคัญ : สเปคเตอรिंग / ฟิล์มบางทองแดง / โกลว์ดิสชาร์จ

Abstract

The low-cost sputtering was devised by the member of a team of researchers of Physics Department, Faculty of Science, Kasetsart University. These experimental devices were produced for Physics Laboratory studies and also aimed at reduction of costly apparatuses from foreign country. The materials used in these devices were selected due to their lower cost and easy to acquire. The bulk copper was used as a cathode target. The coating rate is 67.87 nm/h. The samples were examined with scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffractometer (XRD).

Keywords: sputtering / thin copper film / glow discharge

บทนำ

การเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศมีความสำคัญในด้านอุตสาหกรรม การแพทย์ การวิจัย และที่สำคัญคือ ทางด้านสิ่งแวดล้อม เนื่องจากการเคลือบในสุญญากาศไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม เครื่องเคลือบสุญญากาศเป็นอุปกรณ์พื้นฐานในการเคลือบฟิล์มบางเพื่อศึกษาสมบัติทางด้านฟิสิกส์ ด้านต่าง ๆ ของวัสดุ วิธีที่นิยมในการเคลือบฟิล์มในสุญญากาศ ได้แก่ การระเหยสาร (evaporation) โดยการให้ความร้อนกับสารที่ต้องการเคลือบจนกลายเป็นไอไปเกาะวัสดุรองรับ (substrate) และการสปัตเตอริง (sputtering) จากการชนเป้าของสารที่ต้องการเคลือบด้วยไอออนพลังงานสูง ทำให้อะตอมของเป้าหลุดไปเกาะที่วัสดุรองรับ เครื่องเคลือบฟิล์มบางสุญญากาศมีส่วนประกอบหลัก คือ ภาชนะเคลือบสุญญากาศ ประกอบด้วย ภาชนะสุญญากาศฝาปิดด้านบน พื้นฐาน ช่องเปิด ระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย เครื่องกลโรตารี เครื่องสูบบแบบแพร่ไอน้ำมัน หรือเครื่องสูบบแบบเทอร์โบ มาตรวัดความดัน วาล์ว และข้อต่อ ส่วนการเคลือบประกอบด้วย ชุดระเหยสาร ชุดจ่ายไฟ แผ่นรองรับวัสดุเคลือบ และชุดควบคุมการเคลือบ ประกอบด้วย ส่วนควบคุมระบบสุญญากาศ ส่วนควบคุมการเคลือบ และส่วนควบคุมหลัก

ปัจจุบันภาควิชาฟิสิกส์มีคณาจารย์ นิสิตปริญญาเอก-โท และนิสิตปริญญาตรี ทำวิจัยด้านวัสดุศาสตร์ ที่ใช้เครื่องเคลือบฟิล์มบางสุญญากาศจำนวนมากขึ้น ถึงแม้ว่าเครื่องเคลือบฟิล์มบางของภาควิชาฟิสิกส์จะสามารถทำงานได้ดี แต่ไม่สามารถรองรับการใช้งานได้ทั้งหมด จากเหตุผลดังกล่าวข้างต้น ผู้วิจัยตระหนักถึงหน้าที่ให้การสนับสนุนการเรียนการสอนของภาควิชา จึงสนใจที่จะศึกษาวิจัยและพัฒนาเครื่องเคลือบสุญญากาศเพื่อรองรับการเรียนการสอน และการทำวิจัยของภาควิชาฟิสิกส์ อีกทั้งทดแทนการสั่งซื้อเครื่องเคลือบสุญญากาศราคาแพงจากต่างประเทศ

ในการวิจัยนี้ ได้ออกแบบเครื่องเคลือบสุญญากาศโดยเลือกวัสดุที่หาได้ง่ายและราคาถูก ดำเนินการเคลือบโดยใช้เป้าสารเคลือบทองแดง ความบริสุทธิ์ 99.99% โดยใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง 600 โวลต์ กระแสไฟฟ้า 0.5 - 1 แอมแปร์ ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน ที่ความดันต่ำกว่าบรรยากาศ ศึกษาอัตราการเคลือบของเครื่อง จากนั้นวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐาน และองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางทองแดงโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อออกแบบและพัฒนาเครื่องเคลือบสุญญากาศให้สามารถทำงานได้ โดยใช้วัสดุที่มีราคาถูก และหาซื้อได้โดยง่าย
2. เพื่อศึกษาอัตราการเคลือบ ลักษณะพื้นฐาน และโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางตัวอย่าง

ขอบเขตการวิจัย

โครงการวิจัยที่นำเสนอเป็นโครงการวิจัยต่อเนื่อง โดยเป้าหมายสุดท้ายของโครงการเป็นการสร้างเครื่องเคลือบสุญญากาศเพื่อใช้ในการเรียนการสอนของภาควิชาฟิสิกส์ โดยใช้วัสดุและอุปกรณ์ต่าง ๆ ภายในประเทศ เนื่องจากโครงการที่นำเสนอนี้เป็นระยะแรกของการวิจัย ดังนั้นขอบเขตการวิจัยจึงเป็นการศึกษาระบบของเครื่องเคลือบฟิล์มบาง โดยจะปรับปรุงและพัฒนาเฉพาะส่วนการเคลือบสารให้สามารถ

ดำเนินการได้ ทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

การทบทวนวรรณกรรม

จักรพันธ์ และคณะ (2000) ได้เคลือบฟิล์มบางอลูมิเนียมด้วยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยติดเป้าสารเคลือบอลูมิเนียมที่แคโทด ในขณะที่เคลือบได้ไบแอส (bias) ศักย์ไฟฟ้าลบที่แท่นวางชิ้นงาน โดยใส่ศักย์ไฟฟ้า 0 V, -50 V, -100 V, -150 V, -200 V และ -250 V แล้วทำการวัดลักษณะเฉพาะของกระแสไฟฟ้า และความต่างศักย์ระหว่างแคโทดกับแอโนด เพื่อศึกษาผลของความต่างศักย์ที่ไบแอสให้กับแท่นวางสารตัวอย่างต่อลักษณะเฉพาะของกระแสไฟฟ้า และความต่างศักย์ที่คร่อมระหว่างแคโทดกับแอโนด เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบสารในสุญญากาศ สรุปได้ว่า ที่ความต่างศักย์แคโทดเท่ากัน ภายใต้เงื่อนไขการไบแอสต่าง ๆ กระแสไฟฟ้าจะได้ค่าต่างกัน โดยกระแสไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มความต่างศักย์ไบแอส

Quaas et al. (2003) ได้เคลือบฟิล์มบางของอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) ด้วยวิธีรีแอคทีฟดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (reactive dc magnetron sputtering) โดยใช้สารเคลือบที่เป็นโลหะ In/Sn และแผ่นรองรับซิลิกา ที่อัตราการไหลของรีแอคทีฟแก๊สออกซิเจน มีค่าระหว่าง 0–2 sccm และความต่างศักย์ที่แผ่นรองรับมีค่าระหว่าง 0–100 V แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปอบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เมื่อนำฟิล์มบาง ITO มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HT-GIXRD (high temperature grazing incident X-ray diffractometer) พบว่า ความเป็นผลึกของฟิล์มบางขึ้นอยู่กับกระบวนการเคลือบฟิล์ม และกระบวนการอบฟิล์มด้วยความร้อน กระบวนการเกิดผลึกของฟิล์มบาง ITO ขึ้นอยู่กับกระบวนการแพร่ของออกซิเจนลงในเกรนของโลหะ จากการวิเคราะห์ความเข้มของรูปแบบเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากฟิล์มบาง ITO พบว่า สัมประสิทธิ์การแพร่ หรือพลังงานก่อกัมมันต์ (activation energy) ของฟิล์มบาง ITO มีค่าขึ้นอยู่กับความต่างศักย์ที่ให้แก่แผ่นรองรับ แต่ไม่ขึ้นกับอัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนในขณะที่เคลือบฟิล์ม

สกุล และคณะ (2003) ได้ศึกษาเทคนิคการเตรียมฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ (AlN) ด้วยวิธีรีแอคทีฟสปัตเตอริง โดยใช้อลูมิเนียมบริสุทธิ์ (99.99%) เป็นเป้าสารเคลือบ มีกระจกสไลด์เป็นแผ่นรองรับใช้แก๊สอาร์กอน (99.99%) เป็นแก๊สบรรยากาศ และแก๊สไนโตรเจน (99.99%) เป็นแก๊สรีแอคทีฟ ทำการเคลือบฟิล์มที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน และแก๊สไนโตรเจนต่าง ๆ เพื่อให้ได้ฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์ที่ใส พบว่าความใสของฟิล์มอลูมิเนียมไนไตรด์แปรผันโดยตรงกับอัตราส่วนของอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สไนโตรเจน โดยอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนกับแก๊สไนโตรเจนคือ 2.4:2.0 sccm จากการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าอลูมิเนียมไนไตรด์ที่มีโครงสร้างแบบเอกซะโกนัล (hexagonal)

นิรันดร์ และคณะ (2003) ได้เคลือบฟิล์มบางทองแดงบนกระจกสไลด์ด้วยระบบ อันบาลานซ์แมกนีตรอนสปัตเตอริง (unbalance magnetron sputtering) พบว่าฟิล์มทองแดงที่ได้มีลักษณะเนียนเรียบมันวาว สะท้อนแสงได้ดี โดยความหนาของฟิล์มอยู่ในช่วง 0.2-0.7 nm และมีความสัมพันธ์แบบเชิงเส้นกับค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า

Voigt et al. (2013) ได้เคลือบฟิล์มบางของอลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) ด้วยวิธีอาร์เอฟแมกนีตรอน

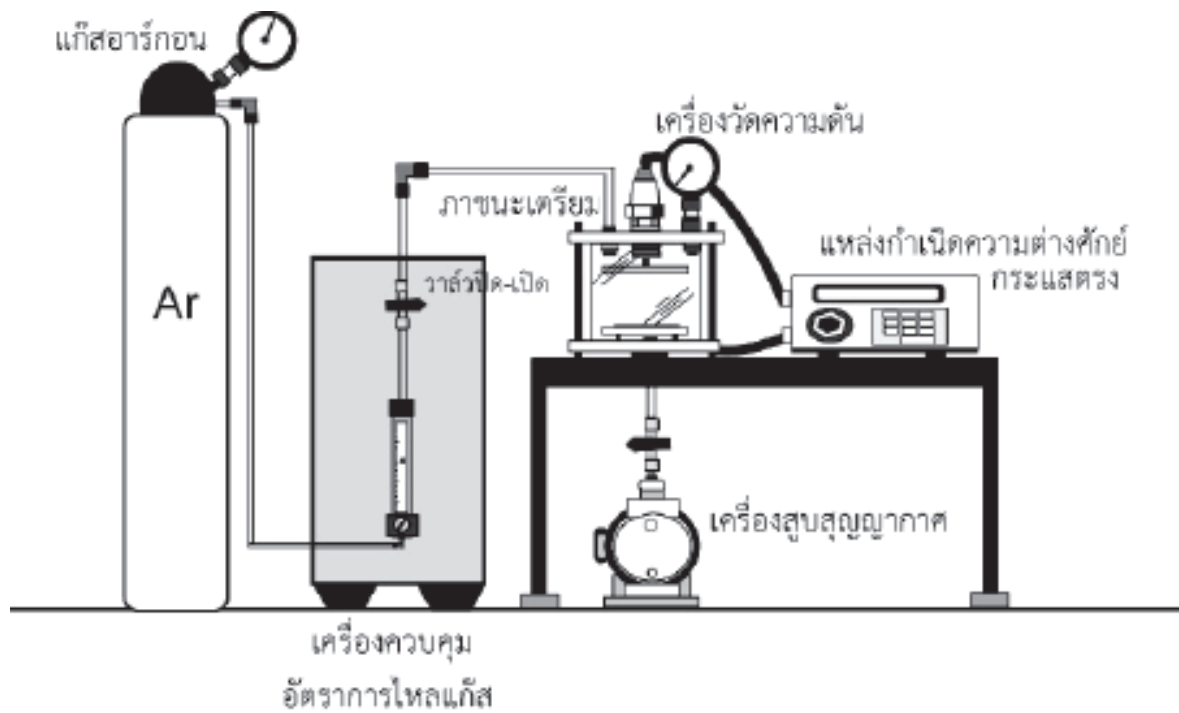
สปัตเตอร์ริง โดยเปลี่ยนเงื่อนไขในการเคลือบ เช่น อัตราส่วนของแก๊สอาร์กอนต่อแก๊สออกซิเจน เป็น 1 ต่อ 1, 10 ต่อ 1, และ 100 ต่อ 1 ความดันของแก๊สระหว่างการเคลือบมีค่าระหว่าง 1.1×10^{-6} ถึง 8.0×10^{-7} และ อัตราการเคลือบฟิล์มมีค่าระหว่าง 0.5 ถึง 3.4 nm/min เป็นต้น แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้า เพื่อนำไปใช้เป็นฟิล์มฉนวน โดยการวัดกระแสไฟฟ้ากับความต่างศักย์ไฟฟ้า พบว่าที่อัตราส่วนการผสมของ แก๊สออกซิเจน 1% ต่อแก๊สอาร์กอน 99% สมบัติความเป็นฉนวนของฟิล์มเคลือบมีค่าดีขึ้น และ ใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope; AFM) ศึกษาลักษณะผิวและขนาดเกรน พบว่า ฟิล์มที่มีผิวไม่เรียบ และมีขนาดเกรนอยู่ระหว่าง 0.3-0.5 μm

Kapoor et al. (2013) ได้ศึกษาสารประกอบ Zr-2.5% Nb ด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เพื่อคำนวณ หาค่าความหนาแน่นการคลาดตำแหน่ง (dislocation density) และความเครียดจุลภาค (microstrain) เนื่องจากการคลาดตำแหน่งภายในเกรน และคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ย โดยวิธีการแปลงฟูริเยร์ (Fourier transform) โดยวิธีอินทิกรัลความกว้าง (integral breadth method) ของแต่ละพีคที่วัดได้จากรังสีเอกซ์ ซึ่งจากการวิเคราะห์ พบว่า เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ขนาดเกรนมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ แต่ความเครียดจุลภาคและความหนาแน่น การคลาดตำแหน่งมีค่าลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้จากการวัดโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องผ่าน (transmission electron microscope)

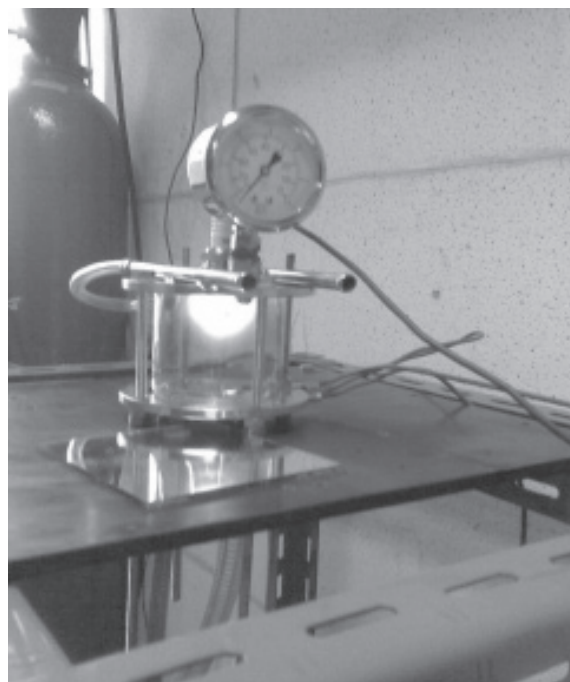
Aldea et al. (2014) ได้วิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงอลูมิเนียมออกไซด์ เพื่อคำนวณหาค่าโครงสร้างจุลภาคโดยใช้ฟังก์ชันของ Fermi, Voigt, pseudo-Voigt และ Pearson VII พบว่า โครงสร้างจุลภาคที่คำนวณได้จากฟังก์ชันของ Fermi มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่คำนวณได้จากฟังก์ชันของ Voigt, pseudo-Voigt และ Pearson VII

วิธีดำเนินการวิจัย

1. ศึกษา ออกแบบ และสร้างเครื่องเคลือบฟิล์มบางสุญญากาศโดยเลือกใช้วัสดุที่ราคาไม่สูง
2. ทดสอบโดยใช้เป่าสารเคลือบเป็นทองแดง ดำเนินการเคลือบฟิล์มบางทองแดงภายใต้ แก๊สอาร์กอนอัตราการไหล 50 sccm (standard centimeters per minute) ที่ความดันต่ำกว่าบรรยากาศ ใช้ความต่างศักย์ 600 โวลต์ กระแสไฟฟ้า 0.5 – 1 แอมแปร์ และใช้กระจกสไลด์เป็นแผ่นรองรับ
3. หาอัตราการเคลือบของเครื่อง โดยแสดงในหน่วย นาโนเมตรต่อชั่วโมง
4. ศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และศึกษาโครงสร้าง ผลึกด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์



ภาพที่ 1 ไดอะแกรมระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยเทคนิคสปัตเตอร์ในงานวิจัยนี้



ภาพที่ 2 ภาพถ่ายภาชนะเตรียมขณะเกิดสภาวะโกลดิสซางน์ (glow discharge)

ผลการวิจัย

ผลการหาอัตราการเคลือบของเครื่องเคลือบสุญญากาศ

การวิจัยนี้ ใช้วิธีการชั่งมวลเพื่อคำนวณหาความหนาของฟิล์มตัวอย่าง ซึ่งมีรายละเอียด ดังนี้

- 1) วัดความกว้างและความยาวของกระจกสไลด์ด้วยเวอร์เนียร์แคลิเปอร์ แล้วนำไปชั่งน้ำหนักก่อนเคลือบฟิล์ม และหลังเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องชั่งอย่างละเอียด
- 2) เมื่อฟิล์มที่เคลือบมีความสม่ำเสมอ จะสามารถคำนวณความหนา (Th) ของฟิล์มที่เคลือบได้จากสมการ

$$Th = \frac{m_2 - m_1}{a \times b \times \rho_{cu}}$$

โดย m_1 และ m_2 เป็น มวลของกระจกสไลด์ก่อนเคลือบฟิล์ม และหลังเคลือบฟิล์ม

และ a เป็น b ความกว้างและความยาวของกระจกสไลด์

ρ_{cu} เป็น ความหนาแน่นของทองแดง มีค่าเท่ากับ 8960 kg/m^3

- 3) อัตราการเคลือบฟิล์ม (R) คำนวณได้จากสมการ

$$R = Th/t$$

โดย t เป็น เวลาที่ใช้ในการเคลือบ

ตารางที่ 1 พื้นที่ของกระจกสไลด์ที่ใช้ในการศึกษาอัตราการเคลือบฟิล์มบาง

จำนวนชั่วโมง ที่เคลือบ	ความกว้างสไลด์ a (mm.)				ความยาวสไลด์ b (mm.)				พื้นที่ (10 ⁻⁶ m ²)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
0.5	26.02	26.01	26.01	26.01	25.32	25.34	25.34	25.33	659.00
1.0	26.20	26.22	26.24	26.22	25.31	25.32	25.30	25.31	663.63
1.5	25.61	25.59	25.57	25.59	25.43	25.43	25.43	25.43	650.75

ตารางที่ 2 มวลของกระจกสไลด์ก่อนและหลังการเคลือบฟิล์มบางทองแดง

จำนวนชั่วโมง ที่เคลือบ	มวลก่อนเคลือบ (10 ⁻³) kg				มวลหลังเคลือบ (10 ⁻³) kg				มวลฟิล์ม (10 ⁻³ kg)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
0.5	1.6178	1.6178	1.6178	1.6178	1.6180	1.6180	1.6180	1.6180	0.0002
1.0	1.6232	1.6232	1.6232	1.6232	1.6235	1.6236	1.6236	1.6236	0.0004
1.5	1.6010	1.6010	1.6010	1.6010	1.6016	1.6016	1.6016	1.6016	0.0006

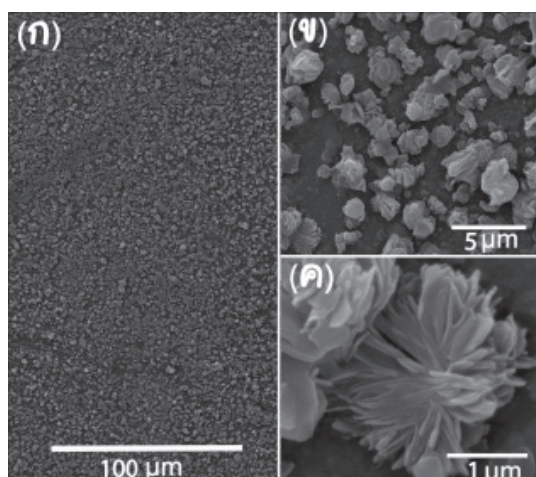
ตารางที่ 3 มวลฟิล์มบางทองแดงต่อพื้นที่และอัตราการเคลือบฟิล์มบางทองแดง

จำนวนชั่วโมง ที่เคลือบ (h)	มวลฟิล์มบางทองแดง ต่อพื้นที่ ($\times 10^{-5}$ kg/m ²)	ความหนาฟิล์ม (nm)	อัตราการเคลือบ (nm/h)	อัตราการเคลือบเฉลี่ย (nm/h)
0.5	30.35	33.87	67.74	67.87
1.0	60.27	67.27	67.27	
1.5	92.20	102.90	68.60	

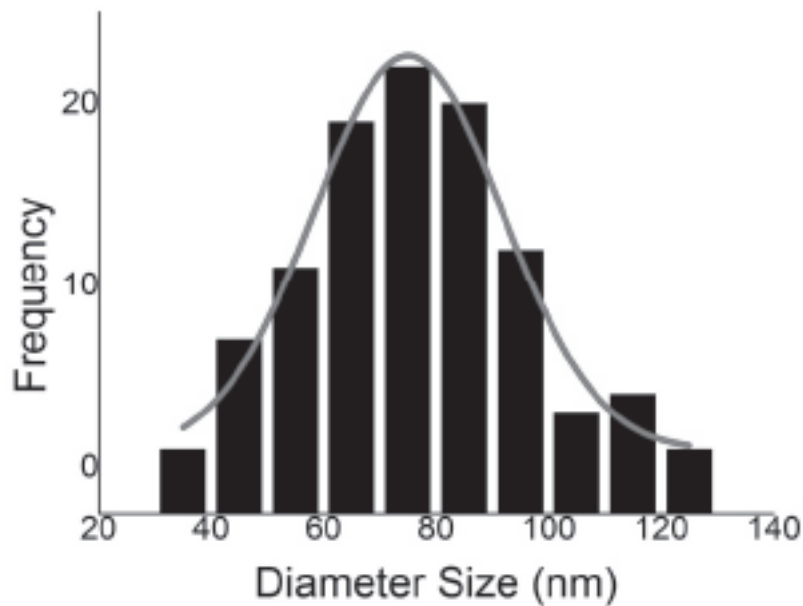
ผลการศึกษาลักษณะพื้นฐานระดับจุลภาคของฟิล์มบางทองแดง

ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังภาพที่ 3 โดยภาพ 3(ก) เป็นลักษณะของฟิล์มที่ใช้เวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง และนำไปอบ (anneal) โดยใช้อากาศเป็นแก๊สบรรยากาศ ที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่ามีการก่อตัวของอนุภาคทองแดง และเมื่อทำการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยด้วยโปรแกรม ImageJ พัฒนาโดยบริษัท NIH และนำไปคำนวณค่าทางสถิติโดยทำการเก็บตัวอย่างจากภาพ 3(ก) จำนวน 100 อนุภาค พบว่ามีค่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 75.03 19.69 nm ภาพที่ 4 แสดงการแจกแจงเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทองแดง

ภาพที่ 3(ข) และ 3(ค) แสดงภาพถ่าย SEM ของอนุภาคทองแดงที่ใช้เวลาในการเคลือบ 1 ชั่วโมง และนำไปอบ โดยใช้อากาศเป็นแก๊สบรรยากาศ ที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าขนาดอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีรูปทรงคล้ายดอกไม้ (flower-liked shape) โดยฟิล์มบางทองแดงที่ไม่ได้ทำการอบไม่สามารถตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ เนื่องจากกำลังการแยกแยะ (resolution) ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนไม่เพียงพอ



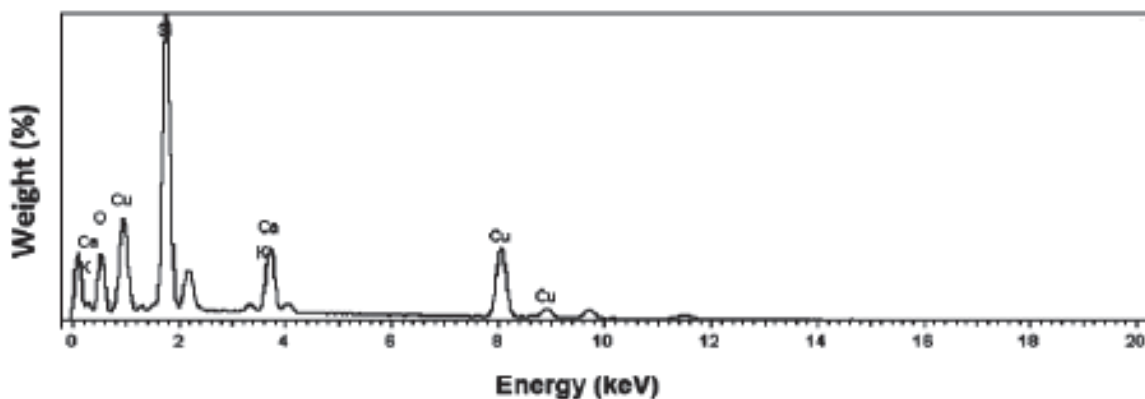
ภาพที่ 3 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะอนุภาคทองแดงที่ก่อตัวขึ้นโดยใช้เวลาในการเคลือบฟิล์ม 1 ชั่วโมง และนำไปอบ (aneal) โดยใช้อากาศเป็นแก๊สบรรยากาศ (ก) ที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (ข) และ (ค) ที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



ภาพที่ 4 กราฟแสดงการแจกแจงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทองแดงที่ก่อตัวขึ้น โดยใช้เวลาในการเคลือบฟิล์ม 1 ชั่วโมง และนำไปอบ (anneal) โดยใช้อากาศเป็นแก๊สบรรยากาศ (ก) ที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ผลการศึกษาร่องรอยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางทองแดงด้วยเทคนิค EDS

การศึกษาร่องรอยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางทองแดง ใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี (Energy-dispersive X-ray spectroscopy; EDS) แสดงให้เห็นธาตุทองแดงที่เป็นฟิล์มบาง (13.04 %) และองค์ประกอบธาตุอื่นๆ เป็นองค์ประกอบของแผ่นรองรับ (กระจกสไลด์) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้เป็นฟิล์มบางทองแดง แสดงดังตารางที่ 4 และภาพที่ 5

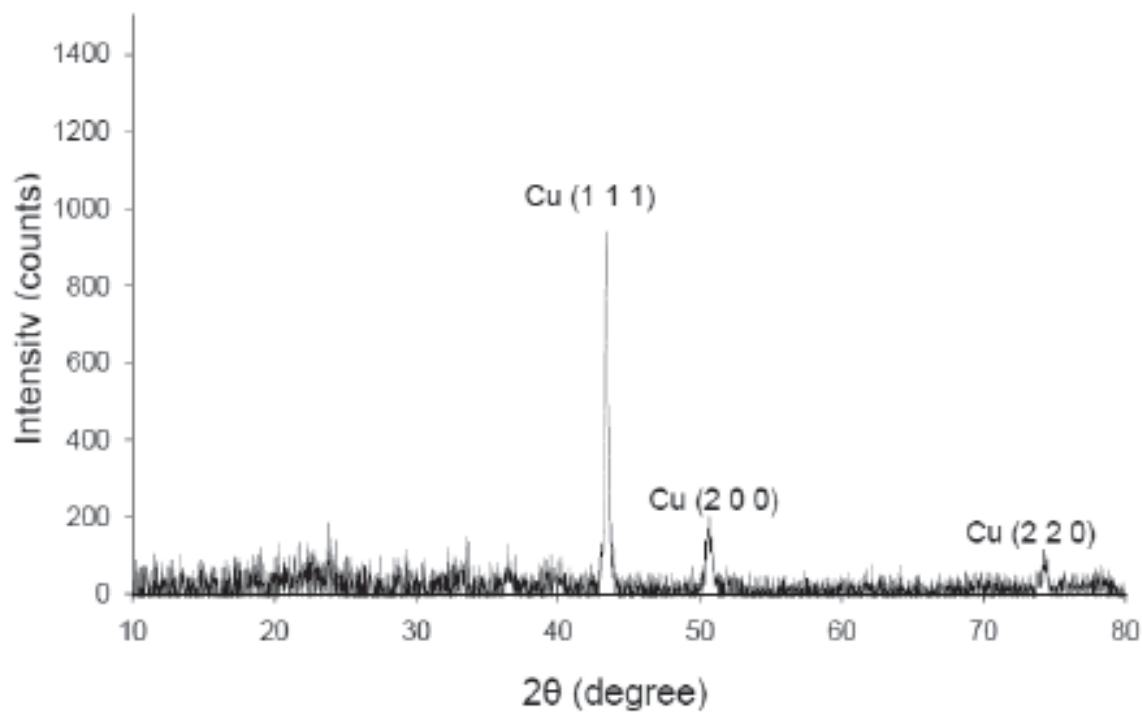


ภาพที่ 5 สเปกตรัมที่ได้จากฟิล์มบางทองแดง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

ตารางที่ 4 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่าง

ตัวอย่าง	องค์ประกอบทางเคมี (Weight %)				
	Cu (%)	Ca (%)	K (%)	Si (%)	O (%)
ฟิล์มบางทองแดง	13.04	4.95	0.54	40.87	40.6

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบางทองแดงด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เมื่อนำฟิล์มบางทองแดงที่ไม่ได้ผ่านการอบไปตรวจสอบด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงดังภาพที่ 6 ซึ่งแสดงการเลี้ยวเบนที่ระนาบต่างๆ พบว่าฟิล์มที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นผลึกสูง และค่าความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความเข้มสูงสุด (full width at half maximum; FWHM) มีค่าเป็น 0.274 เรเดียน และหากประมาณว่าผลึกทองแดงที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะกลม สามารถหาขนาดเกรนโดยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer's equation) ซึ่งสารตัวอย่างทองแดงมีขนาดเกรน 6.95 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กมาก จึงไม่สามารถตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาพที่ 6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางทองแดงใช้เวลาเคลือบ 1 ชั่วโมง และไม่ได้ผ่านการอบ

สมการเชอร์เรอร์

$$D_{hkl} = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta_B}$$

$$D_{111} = \frac{0.9(1.54)}{(0.274) \cos 43.3}$$

$$D_{111} = 6.95 \text{ nm}$$

โดย λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

B คือ ค่าความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความเข้มสูงสุด

θ_B คือ มุมเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ความเข้มสูงสุด

อภิปรายผลการวิจัย

จากการศึกษา และสร้างเครื่องเคลือบฟิล์มบางกระแสตรงโดยใช้ทองแดงเป็นเป้าสารเคลือบพบว่า สามารถดำเนินการเคลือบฟิล์มบางได้ โดยมีอัตราการเคลือบ 67.87 นาโนเมตรต่อชั่วโมง และเมื่อนำฟิล์มบางทองแดงที่เคลือบ 1 ชั่วโมง หรือที่มีความหนา 67.87 นาโนเมตร และไม่ได้ผ่านการอบตรวจสอบด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และทำการหาขนาดเกรนด้วยสมการเชอร์เรอร์ พบว่ามีขนาดเกรน 6.95 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กมากจึงไม่สามารถตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังการแยกแยะต่ำได้ แต่เมื่อนำฟิล์มบางทองแดงหนา 67.87 นาโนเมตร ไปอบที่อุณหภูมิ 200 °C และ 300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อากาศเป็นแก๊สสิ่งแวดล้อม ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีลักษณะทางกายภาพคล้ายดอกไม้ระดับไมโครเมตร

จากข้อมูลดังกล่าว แสดงให้เห็นว่าเครื่องเคลือบสุญญากาศที่สร้างขึ้นสามารถทำการเคลือบฟิล์มบางได้ สามารถนำไปใช้ในการเรียนการสอน และงานวิจัยสำหรับคณาจารย์และนิสิตภายในภาควิชาฟิสิกส์ หรือบุคคลที่สนใจได้ ทดแทนเครื่องเคลือบราคาสูงจากต่างประเทศได้ในระดับดีพอสมควร

ข้อเสนอแนะ

1. ระบบเคลือบฟิล์มบางที่สร้างขึ้นทำงานในสภาวะความดันต่ำ แต่ไม่สามารถระบุความดันที่แน่นอนขณะดำเนินการได้ เนื่องจากเครื่องวัดความดันในสภาวะที่ความดันต่ำมาก ๆ มีราคาสูง โดยเครื่องวัดความดันที่ใช้ในการวิจัยนี้สามารถระบุได้เพียงว่าความดันที่ดำเนินการต่ำกว่าความดันบรรยากาศ
2. เป้าสารเคลือบสามารถเปลี่ยนเป็นสารอื่นๆได้ โดยทำการเปลี่ยนและติดตั้งที่ขั้วแคโทดเนื่องจากเป้าสารเคลือบถูกใช้เป็นขั้วแคโทดด้วย ดังนั้นเป้าสารเคลือบที่เลือกใช้จะต้องสามารถนำไฟฟ้าได้ดี

เอกสารอ้างอิง

จักรพันธ์ ถาวรธิดา (2546). การศึกษาลักษณะเฉพาะกระแส-ความต่างศักย์ของกระบวนการไบอัสสปีดเตอริง. ใน เอกสารการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 29, 216-217. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

- นิรันดร์ วิทิตอนันต์ (2546). การวัดความหนาฟิล์มบางทองแดงด้วยเทคนิคโพรบ 4 เข้ม. ใน เอกสารการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 29. 276-279. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- สกุณ ศรีญาณลักษณ์ (2546). การเตรียมฟิล์มบางออกไซด์ในไนไตรด์ โดยวิธีอีพอกซีฟอสเฟตเตอริง. ใน เอกสารการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 29. 126-128. กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Aldea, C. (2014). **A new x-ray line profile approximation used for the evaluation of the global nanostructure of nickel clusters.** Optoelectronics and Advanced Materials. (6). 225-235.
- Kapoor, D. (2013). **X-ray diffraction line profile analysis for defect study in Zr-2.5% Nb material.** Mater. Sci. (27), 59-67.
- Quaas, H. (2003). **Investigation of diffusion and crystallization processes in thin ITO film by temperature and time resolved grazing incidence X-ray diffractometry.** Surface Science. (540), 337-342.
- Voigt, M. (2013). **Electrical properties of thin RF sputtered aluminium oxide film.** Materials Science and Engineering B. (109), 99-103.