บทที่ 3
การทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วน ในส่วนแรกเป็นการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC และการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC เจือซัลเฟอร์ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง ภายใต้ภาวะการสังเคราะห์ต่างๆ และในส่วนที่ 2 วิเคราะห์สมบัติของฟิล์ม DLC ที่ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รามานสเปกโทรสโกปี วัดค่าสภาพนำไฟฟ้าของฟิล์ม DLC ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยจ่ายศักย์ไฟฟ้าและวัดกระแสที่ไหลผ่านฟิล์ม อัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปีและสเปกโตรสโคปิกอิลลิปโซเมทรี

3.1 ระบบสปัตเตอริง[34]

ระบบสปัตเตอริงที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นระบบที่สร้างขึ้นโดยนาย ณัฐพร พรหมรส ซึ่งจะอธิบายรายละเอียดของระบบโดยสังเขปดังต่อไปนี้

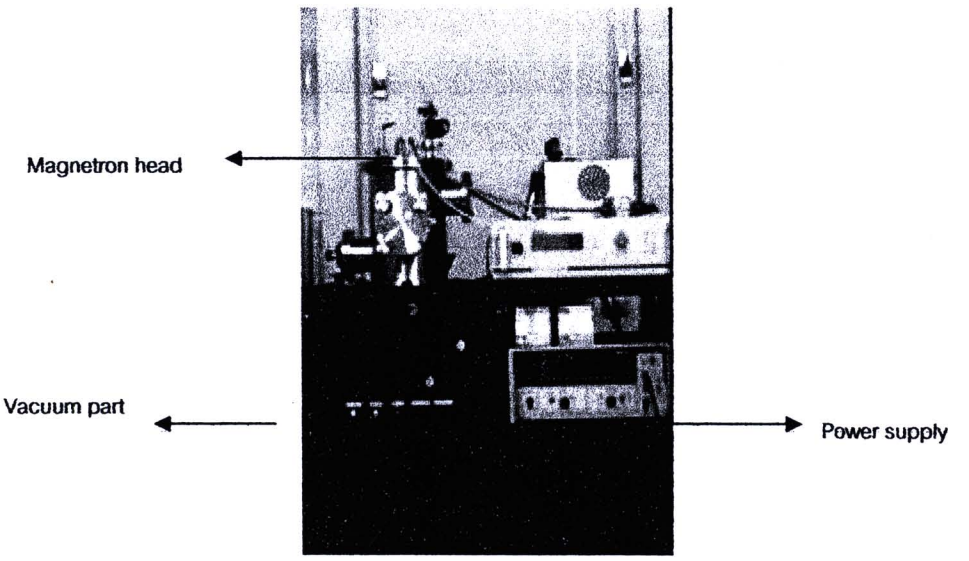
ระบบ DC magnetron sputtering ที่ใช้ในการทดลองนี้มีส่วนประกอบหลักดังต่อไปนี้

1. ส่วนสุญญากาศ (Vacuum chamber) ประกอบด้วย ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum chamber) โดยปั๊มสุญญากาศที่ทำงานร่วมกันในงานวิจัยมี 2 ตัว คือ ปั๊มฟุ้งกระจาย (Diffusion pump) Model 203B No.5298 ของบริษัท Edwards โดยได้ใช้ขดลวดทำความร้อนขึ้นมาใหม่ที่ความต่างศักย์ 220 โวลต์ และมีกำลังไฟฟ้า 250วัตต์ ใช้น้ำมันรุ่น DC704EU ของบริษัท Provac และปั๊มกลโรตารี่ (Rotary pump)เบอร์ 8 two state ของบริษัท Edwards ที่ความเร็วปั๊ม 8.5 ลูกบาศก์เมตรต่อชั่วโมง

2. ส่วนจ่ายพลังงาน (Power transfer part) ในงานวิจัยนี้ใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงยี่ห้อ Good will Model GPR-60H15 สามารถปรับความต่างศักย์ให้คงที่ได้ตั้งแต่ 0-600 โวลต์ และจัดกระแสตั้งแต่ 0-1.5 แอมแปร์

3. หัวแมกนีตรอน (Magnetron head) เป็นส่วนประกอบที่มีความสำคัญมากที่สุดเพราะประสิทธิภาพของหัวแมกนีตรอนมีผลต่อคุณภาพและลักษณะโครงสร้างของฟิล์ม โดยแม่เหล็กที่ใช้ในการทดลองเป็นแม่เหล็กนีโอไดเมียมมี 2ตัวคือแม่เหล็กตัวในมีรูปร่างทรงกระบอกที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร มีความหนา 10 มิลลิเมตร มีความเข้มของสนามแม่เหล็กที่ผิว 536 มิลลิเทสลา และแม่เหล็กตัวนอกมีรูปร่างเป็นวงแหวนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางด้านใน 30 มิลลิเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางด้านนอก 50 มิลลิเมตร มีความหนา 10 มิลลิเมตร มีความเข้มของสนามแม่เหล็กที่ผิว 430

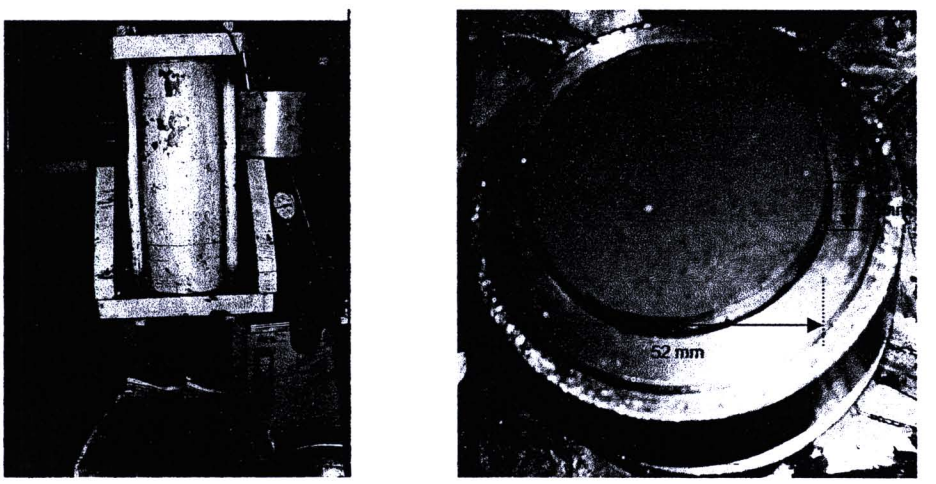
มิลลิเทสลา โดยจะวางแม่เหล็กทั้งสองสลับขั้วกันเพื่อให้เส้นแรงแม่เหล็กเชื่อมปิดระหว่างแม่เหล็กตัวที่ 2 และกักเก็บอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่เป็นเกลียววงกลมที่หน้าผิวเป้าแสดงดังรูปที่ 3.1 ภาพถ่ายของระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย



รูปที่ 3.1 ภาพถ่ายของระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัย

3.2 การเตรียมเป้าในการสังเคราะห์

ในการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ต้องมีการเตรียมเป้าผสมซัลเฟอร์กับแกรไฟต์ทำจากการผสมผงซัลเฟอร์กับแกรไฟต์ที่จำนวนร้อยละของโมล่าร์ของซัลเฟอร์ที่แตกต่างกัน เช่น 0%, 2%, 5%, 8% และ 10% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 52 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร อัดโดยใช้เครื่องอัดไฮโดรลิกที่ความดัน 1800 psi ผสมกับกาวลาเท็กและนำไปขึ้นรูปกับเครื่องอัดดังรูปที่ 3.2 และนำเป้าที่ได้มาอบที่อุณหภูมิมากกว่า 120 องศาเซลเซียส ทำความสะอาดผิวหน้าเป้าด้วยกระดาษทรายเบอร์ละเอียด



รูปที่ 3.2 เครื่องอัดไฮโดรลิก และเป้าที่ใช้ในการทดลอง

3.3 การสังเคราะห์ฟิล์ม DLC

3.3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ด้วยเทคนิคดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ในขั้นตอนการเตรียมแผ่นวัสดุรองรับจะตัดเวเฟอร์ซิลิคอนขนาด 1.0x 1.0 cm^2 แล้วทำความสะอาดด้วยน้ำยาล้างจาน อะซิโตน เอทานอล และน้ำปลอดประจุในอ่างอัลตราโซนิก ตามลำดับเป็นเวลานาน 20 นาที เป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจนแล้วนำไปใส่ไว้บนแท่งวางวัสดุรองรับ ภายในภาชนะสุญญากาศ เปิดปั๊มกลโรตารี (Rotary pump) เพื่อปั๊มเอาอากาศภายในภาชนะสุญญากาศออก จนกระทั่งได้ความดันในระดับ 2.0 x 10^{-2} torr เปิดน้ำระบายความร้อนให้กับปั๊มไอฟุ้งกระจาย จ่ายไฟให้กับขดลวดความร้อนเพื่อต้มน้ำมัน และปิดวาล์วหยาบเปิดวาวล์หลังเพื่อสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศผ่านทางปั๊มไอฟุ้งกระจาย เปิดปลั๊กวาล์วเพื่อสูบอากาศออกจากภาชนะด้วยการทำงานร่วมกันของปั๊มกลโรตารี่และปั๊มไอฟุ้งกระจายจนได้ความดันระดับ 2.0x10^{-5} torr หลังจากนั้นใส่แก๊สอาร์กอนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ เพื่อให้เกิดภาวะอิ่มตัวในภาวะสุญญากาศควบคุมอัตราการไหลของแก๊สด้วยเครื่องควบคุมแก๊สโดยมวล เปิดแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง ปรับความต่างศักย์ที่จ่ายให้กับระบบโดยมีค่า 400-500 V และสังเกตการโกล์วดิสชาร์จที่เกิดขึ้น เมื่อเกิดการโกล์วดิสชาร์จขึ้นปรับวาล์วหลังให้อัตราการปั๊มสัมพันธ์กับอัตราการไหลของแก๊ส เพื่อให้ความดันภายในภาชนะสุญญากาศขณะป้อนแก๊สอาร์กอนมีค่าคงที่ เมื่อควบคุมเงื่อนไขได้ตามต้องการแล้วทำการสปัตเตอริงเป็นเวลาตามต้องการ

เมื่อทำการสปัตเตอริงครบตามเวลาที่ต้องการ ปิดแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง ปิดระบบป้อนแก๊ส หยุดการจ่ายไฟให้กับขดลวดความร้อนที่ปั๊มไอฟุ้งกระจาย ปิดปลั๊กวาว์ลปล่อยอากาศเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ และปิดปั๊มกลโรตารีหลังจากขดลวดความร้อนเย็นลง

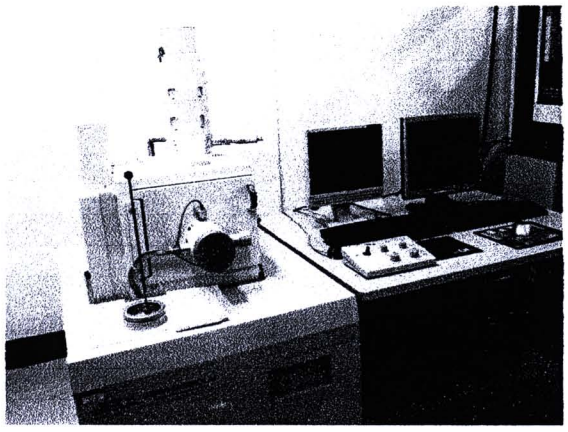
3.3.2 ภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ด้วยเทคนิคสปัตเตอริง

เนื่องจากข้อจำกัดของระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่สร้างขึ้น ได้ถูกใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ที่สามารถในการทำงานในช่วง ความดัน 4.0 x 10^{-3} – 8.0 x 10^{-2} torr และความต่างศักย์ที่ 400 – 500 V อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน 2 sccm ระยะเวลาในการสปัตเตอริง 30 -75 นาที ระยะห่างระหว่างเป้าถึงตัวรองรับ 5 cm และอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ตั้งแต่ 0-10% ซัลเฟอร์

3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์

1. เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาสมบัติทางกายภาพ

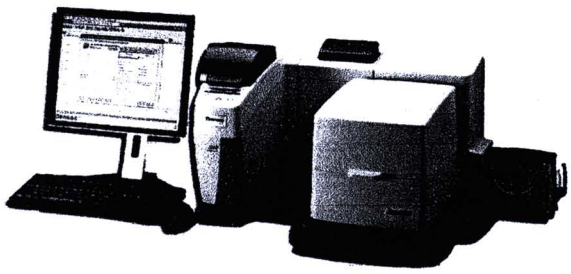
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscope : SEM)ของยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV โดยใช้แรงดันไฟฟ้า กิโลโวลต์ และกำลังแยกความละเอียดของภาพถ่าย 10,000 30,000 และ 50,000 เท่า



รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV ณ ฝ่ายบริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2. เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาสมบัติทางเคมี

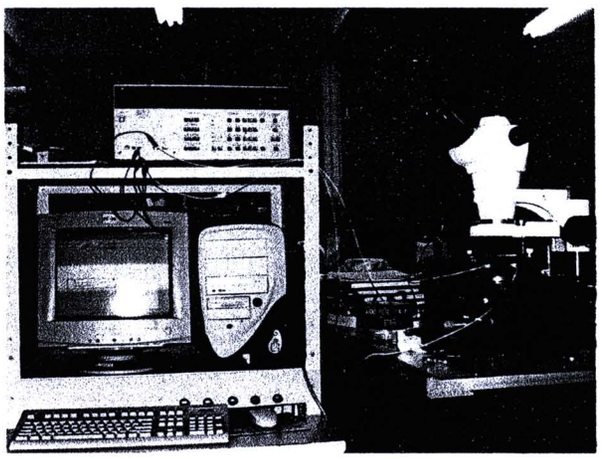
รามานสเปกโทรสโกปี(Raman spectroscopy) ยี่ห้อ Thermo Scientific /USA เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างฟิล์ม DLC



รูปที่ 3.4 รามานสเปกโทรสโกปี ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น DXR SmartRaman Spectrometer ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาและเทคโนโลยีวัสดุขั้นสูงคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกมหาวิทยาลัย

3. เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า

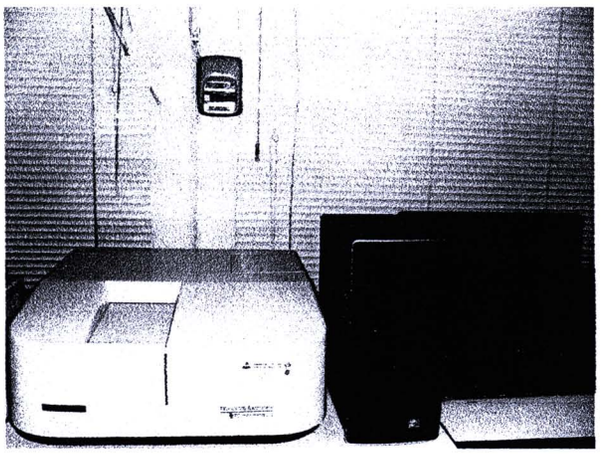
วัดค่าการนำไฟฟ้าของฟิล์ม DLC ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยจ่ายศักย์ไฟฟ้าและวัดกระแสที่ไหลผ่านฟิล์ม รุ่น 4140B pA meter/DC voltage source



รูปที่ 3.5 ภาพถ่ายเครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้าของฟิล์ม ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาและเทคโนโลยีวัสดุขั้นสูง คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

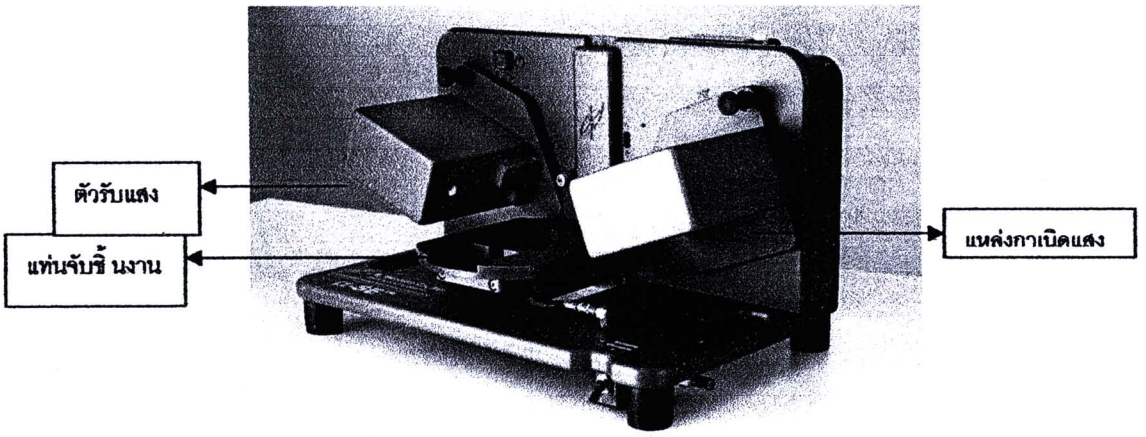
4. เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาสมบัติทางแสง

4.1 ยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์(UV-VIS spectrophotometer) ยี่ห้อ PG Instruments รุ่น T90+ โดยใช้ความยาวคลื่น 190-800 นาโนเมตร



รูปที่ 3.6 ภาพถ่ายเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ thermo รุ่น T90+UV/VIS ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยพลาสมาและเทคโนโลยีวัสดุขั้นสูง คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2 สเปกโตรสโคปิกอิลลิปโซเมทรี (spectroscopic ellipsometry) ของบริษัท เจ.เอ.วูลแลม ใช้ซอฟต์แวร์ Complete EASE ในการตรวจวิเคราะห์ สำหรับส่วนประกอบหลักจะมีอยู่ 3 ส่วน คือ แหล่งกาเนิดแสง (light source) และตัวรับแสง (detector) และแท่นปรับตำแหน่งของชิ้นงาน



รูปที่ 3.7 ส่วนประกอบหลักเครื่องสเปกโตรสโคปิกอิลลิปโซเมทรี ห้องเครื่องมือกลาง ภาควิชาฟิสิกส์ และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่