

### บทที่ 3

#### วิธีการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนและเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติทางแสงและทางโครงสร้างของฟิล์มเซอริโคเนียมไดออกไซด์ สำหรับการศึกษาคความหนาและสมบัติทางแสงของฟิล์มเซอริโคเนียมไดออกไซด์แบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ ใช้เทคนิคสเปกโตรสโคปิกอีลิปโซเมทรีและเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมทรี เพื่อเป็นการยืนยันความแม่นยำในการหาความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคทั้งสอง จึงทำการวิเคราะห์ความหนาของฟิล์มโดยใช้ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด นอกจากนี้ยังมีการศึกษาโครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และสำหรับการเตรียมฟิล์มเซอริโคเนียมไดออกไซด์นั้นได้ใช้วิธีการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยความร้อน (Thermal oxidation) และวิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สเปคโตรอิง (Reactive magnetron sputtering) ทั้งนี้เครื่องมือและขั้นตอนในการวิเคราะห์และเตรียมฟิล์มจะกล่าวโดยละเอียดดังต่อไปนี้

#### 3.1 การศึกษาคความหนาและสมบัติทางแสงของฟิล์มเซอริโคเนียมไดออกไซด์โดยเทคนิคสเปกโตรสโคปิกอีลิปโซเมทรี (Spectroscopic Ellipsometry)

การศึกษาคความหนาและสมบัติทางแสงของฟิล์ม เช่น ค่าดัชนีหักเห และค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญโดยใช้เครื่อง Spectroscopic Ellipsometer เป็นแบบปรับมุมตกกระทบของลำแสงได้ (Variable angle spectroscopic ellipsometer, VASE) ที่มีตัวรับแสงเพื่อนำไปวิเคราะห์แบบหมุนรอบแกน (Rotating analyzer ellipsometer, RAE) ของบริษัท J.A. Woollam ติดตั้ง ณ ห้องปฏิบัติการฟิล์มบาง หน่วยงานวิจัยอิเล็กโตรออปติกส์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ดังภาพที่ 3.1

ภาพที่ 3.1

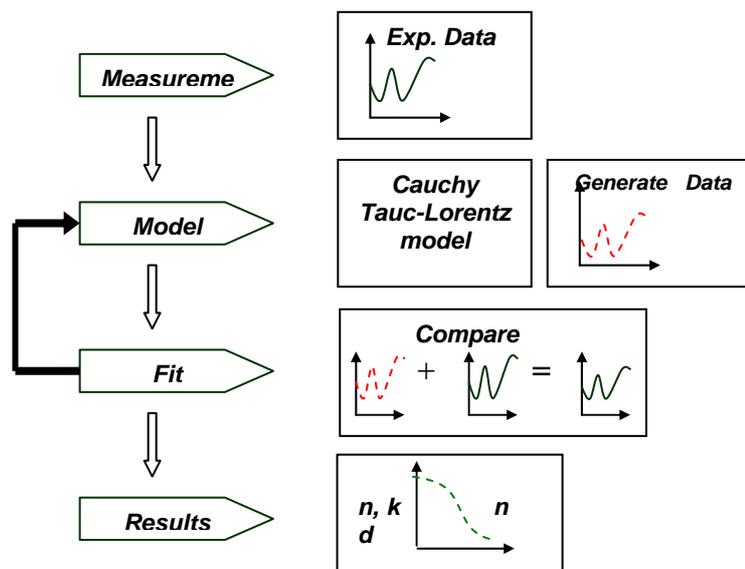
Variable Angle Spectroscopic Ellipsometer (VASE) ที่มีตัวรับแสงเพื่อวิเคราะห์แบบหมุนรอบแกน (Rotating Analyzer Ellipsometer,RAE)



### 3.1.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์ฟิล์ม

ภาพที่ 3.2

แผนภาพขั้นตอนการหาค่าความหนาและค่าคงที่ทางแสงของฟิล์มที่วัดได้จากเครื่อง VASE ด้วยโปรแกรม WVASE32



1. วัดข้อมูลการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูด ( $\Psi$ ) และเฟส ( $\Delta$ ) ของแสง (VASE data) โดยวัดในช่วงพลังงานโฟตอน 0.75-6 eV มุมตกกระทบ  $70^\circ$  กับเส้นตั้งฉากผิวฟิล์ม (Normal line) โดยใช้ความละเอียดในการวัดของข้อมูลทุกๆ 0.25 eV หลังจากนั้นนำข้อมูลไปเปรียบเทียบกับแบบจำลองที่ได้สร้างไว้
2. ทำการสร้างแบบจำลองฟิล์มขึ้นเพื่อทำการสร้างข้อมูล (Generate data) ให้มีความใกล้เคียงกับข้อมูลที่ได้จากการวัด ในการสร้างแบบจำลองของฟิล์มนั้นประกอบด้วย 2 ส่วน คือ แบบจำลองทางกายภาพและแบบจำลองทางแสง ดังจะได้กล่าวในหัวข้อถัดไป
3. หลังจากเลือกแบบจำลองทางกายภาพและทางแสงที่มีความเหมาะสมกับฟิล์มแล้วจึงทำการเปรียบเทียบผลจากการสร้างแบบจำลองกับผลจากการวัด โดยเมื่อผลของการเปรียบเทียบมีความถูกต้อง สามารถบ่งบอกถึงสมบัติของฟิล์มได้ ซึ่งความถูกต้องของสมบัติของฟิล์มที่ได้จะขึ้นอยู่กับความเท่ากันหรือใกล้เคียงกันระหว่างแบบจำลองกับค่าที่วัดได้ ถ้าใกล้เคียงกันมากสมบัติฟิล์มที่วิเคราะห์ได้ก็就会有ความถูกต้องมาก โดยที่ความถูกต้องหรือความใกล้เคียงนั้นสามารถพิจารณาจากค่า Mean squared error (MSE) แสดงดังสมการที่ (3.1)

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

เมื่อ

N คือ จำนวนคู่ของซายด์ ( $\Psi$ ) และเดลต้า ( $\Delta$ )

M คือ จำนวนตัวแปรที่ปรับในแบบจำลอง

$\sigma$  คือ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานข้อมูลที่ได้จากการวัด

ค่า MSE นี้แสดงถึงความผิดพลาดหรือความไม่เท่ากันของแบบจำลองและฟิล์มที่วัด ดังนั้นในการปรับแบบจำลองให้สามารถวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มได้อย่างแม่นยำ จะต้องปรับแบบจำลองให้มีค่า MSE น้อยที่สุด

4. เมื่อค่า MSE มีค่าน้อย ดังนั้น จึงสามารถทราบค่าดัชนีหักเห ค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ และความหนาของฟิล์มที่ได้จากการสร้างแบบจำลอง

### 3.1.2 การสร้างแบบจำลองของฟิล์ม

#### 1. การสร้างแบบจำลองทางกายภาพของฟิล์ม (Physical model)

หลังจากที่วัดค่าต่างๆ ในขั้นตอนแรกแล้ว จำเป็นต้องสร้างแบบจำลองทางกายภาพ (Physical model) ที่เกิดจากการคาดการณ์ลักษณะของฟิล์ม โดยแบบจำลองทางกายภาพที่นำมาใช้วิเคราะห์เซอร์โคเนียมไดออกไซด์จะกล่าวรายละเอียดในบทที่ 4

#### 2. การสร้างแบบจำลองทางแสง (Optical model)

เมื่อสร้างแบบจำลองทางกายภาพของฟิล์มแล้ว ขั้นตอนต่อไปคือการเลือกแบบจำลองทางแสง (Optical model) ของฟิล์มซึ่งเป็นแบบจำลองที่ได้มาจากการใช้สมการการกระจายตัวทางคณิตศาสตร์ ซึ่งมีความจำเป็นที่ต้องเลือกสมการเหล่านี้ให้มีความเหมาะสมกับชนิดของฟิล์มที่นำมาวิเคราะห์ โดยแบบจำลองทางแสงแต่ละชนิดมีข้อจำกัดในการนำมาใช้ได้แตกต่างกัน ในที่นี้ขอยกตัวอย่างแบบจำลองทางแสงที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัย ดังนี้

##### 2.1 สมการคอชีและสมการเซลมาเยอร์ (Cauchy and Sellmeier equation)

โดยปกติฟิล์มไดอิเล็กตริกฟังก์ชันที่มีค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญเป็นศูนย์ ( $k=0$ ) หรือฟิล์มที่สามารถส่งผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการศึกษา สามารถใช้สมการคอชี และสมการเซลมาเยอร์ เพื่อหาค่าดัชนีหักเหในแต่ละความยาวคลื่นในช่วงนั้นได้ สมการดังกล่าวเหมาะสำหรับใช้หาค่าดัชนีหักเหในช่วงแสงที่ตามองเห็นและอินฟราเรด ดังสมการที่ (3.2) และ (3.3)

$$n(\lambda) = A_n + \frac{B_n}{\lambda^2} + \frac{C_n}{\lambda^4} + \dots \quad (3.2)$$

เมื่อ

$n$  คือ ค่าดัชนีหักเหของฟิล์มในแต่ละความยาวคลื่น

$A_n$ ,  $B_n$  และ  $C_n$  คือ ค่าคงที่ของคอชี ซึ่งมีค่าตามคุณสมบัติของฟิล์มแต่ละชนิด (Cauchy parameter)

$$n^2(\lambda) = 1 + \frac{B_1\lambda^2}{\lambda^2 - C_1} + \frac{B_2\lambda^2}{\lambda^2 - C_2} + \frac{B_3\lambda^2}{\lambda^2 - C_3} + \dots \quad (3.3)$$

เมื่อ

$n$  คือ ค่าดัชนีหักเหของฟิล์มในแต่ละความยาวคลื่น

$B_{123}$  และ  $C_{123}$  คือ สัมประสิทธิ์ของเซลล์มายด์ที่ขึ้นอยู่กับสมบัติของฟิล์มแต่ละชนิด

(Experimentally determined Sellmeier coefficient)

เนื่องจากแบบจำลองทางแสงที่ทำการสร้างจากสมการ Cauchy และ Sellmeier นั้นไม่สามารถที่จะทำการอธิบายในช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ต ซึ่งเป็นช่วงที่มีการดูดกลืนแสงหรือเป็นช่วงความยาวคลื่นแสงที่มีค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ ( $k \neq 0$ ) ดังนั้นในการหาค่าดัชนีหักเหในช่วงดังกล่าวจึงต้องทำการเลือกแบบจำลองทางแสงที่มีความเหมาะสม ดังนี้

## 2.2 สมการลอเรนซ์ (The Lorentz Dispersion)

สมการลอเรนซ์ ได้กล่าวถึงการสั่นของกลุ่มอะตอมที่คล้ายกับการสั่นของสปริง ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูลจาก Ellipsometric ซึ่งสมการลอเรนซ์ นั้นสามารถที่จะอธิบายค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อน (Complex index of refraction) ที่เกิดจากความขรุขระพื้นผิวจากกลุ่มอะตอมในการเกิดฟิล์ม

$$m \frac{d^2 \bar{r}}{dt^2} + m\Gamma \frac{d\bar{r}}{dt} + m\omega_0^2 \bar{r} = -e\bar{E} \quad (3.4)$$

เมื่อ

$E$  คือ สนามไฟฟ้า

$m$  คือ มวลอิเล็กตรอน

$\omega_0$  คือ ความถี่เรโซแนนซ์ (Resonant frequency)

$\Gamma$  คือ ค่าคงที่ของแรง Viscous force

โดยเทอมแรกของสมการนั้นได้แสดงแรงเนื่องมาจากอัตราเร่งของมวลอิเล็กตรอน เทอมสองได้อธิบาย Viscous damping from scattering เทอมที่สามได้อธิบาย Restoring force (แรงอนุรักษ) โดยที่  $\omega_0$  ค่าความถี่เรโซแนนซ์ (Resonant frequency) และเทอมของ  $-e\bar{E}$  แสดงแรงเคลื่อนประจุไฟฟ้า จากสมการที่ (3.4) สามารถหาคำตอบทั่วไป (General solution) ดังสมการที่ (3.35)

$$\bar{r} = \frac{e\bar{E}/m}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega} \quad (3.5)$$

จากสมการที่ (3.5) แก้สมการโดยใช้หลัก Atomic polarizability หาค่า  $\tilde{\epsilon}$  ได้เท่ากับ

$$\tilde{\epsilon} = (n - ik)^2 = \epsilon_1 - i\epsilon_2 = 1 + \frac{4\pi Ne^2}{m} \cdot \frac{1}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega} \quad (3.6)$$

เมื่อ

$N$  คือ จำนวนอะตอม

สามารถแยกส่วนจริงและส่วนจินตภาพได้โดยแสดงในสมการที่ (3.7)

$$\epsilon_1 = 1 + \frac{4\pi Ne^2}{m} \cdot \frac{(\omega_0^2 - \omega^2)}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \Gamma^2\omega^2} \quad (3.7)$$

$$\epsilon_2 = \frac{4\pi Ne^2}{m} \cdot \frac{\Gamma\omega}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \Gamma^2\omega^2} \quad (3.8)$$

จากค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อนเท่ากับ  $\tilde{n} = n - ik = \sqrt{\tilde{\epsilon}(E)}$  เมื่อ  $\tilde{\epsilon} = \epsilon_1 + i\epsilon_2$   
 สัมประสิทธิ์การดูดกลืน ค่าดัชนีหักเห ค่าสัมประสิทธิ์การดับสูญ สามารถเขียนในเทอมของ  $\epsilon_1$   
 และ  $\epsilon_2$  ได้ดังนี้

$$n(E) = \sqrt{\frac{1}{2} \left[ (\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2)^{\frac{1}{2}} + \epsilon_1 \right]} \quad (3.9)$$

$$k(E) = \sqrt{\frac{1}{2} \left[ (\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2)^{\frac{1}{2}} - \epsilon_1 \right]} \quad (3.10)$$

$$\alpha(E) = \frac{4\pi k(E)}{\lambda} = \left[ \frac{2E}{\hbar} \right] \sqrt{\frac{(\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2)^{\frac{1}{2}} - \epsilon_1}{2}} \quad (3.11)$$

จากความสัมพันธ์ในสมการที่ (3.9) ถึง (3.11) ที่ได้จากสมการลอเรนซ์ ออสซิลเลเตอร์ นั้นได้ถูกนำมาใช้เป็นแนวคิดพื้นฐาน ในการอธิบายทางคณิตศาสตร์ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต ช่วง แสงที่ตามองเห็นและช่วงอินฟราเรด

### 2.3 ทาวส์-ลอเรนซ์ ออสซิลเลเตอร์ (Tauc-Lorentz Oscillator; TL)

ในการสร้างแบบจำลองทางแสงเพื่อหาค่าตัวแปรของสารกึ่งตัวนำนั้น ทฤษฎีพื้นฐาน ของลอเรนซ์ไม่สามารถหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนของวัสดุได้ในช่วงที่ใกล้ช่องว่างพลังงาน ทาวส์-ลอเรนซ์ จึงได้ถูกนำมาใช้ในการช่วยอธิบายได้จากสมการที่ (3.12)

$$\varepsilon_2(E) = \left[ \frac{AE_0 C (E - E_g)^2}{(E^2 - E_0^2) + C^2 E^2} \cdot \frac{1}{E} \right], \quad E > E_g \quad (3.12)$$

$$\varepsilon_2(E) = 0, \quad E \leq E_g \quad (3.13)$$

เมื่อ

$A$  คือ แอมปริจูด

$E_0$  คือ Peak transition energy

$C$  คือ Broadening constant

$E_g$  คือ ช่องว่างพลังงาน

ทั้งนี้ค่า  $\varepsilon_1$  สามารถเขียนได้ดังสมการที่ (3.14)

$$\varepsilon_1(E) = \varepsilon_1(\infty) + \frac{2}{\pi} p \int_{E_g}^{\infty} \frac{\xi \varepsilon_2(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi \quad (3.14)$$

ให้ค่า  $\varepsilon_1(\infty)$  เป็นค่าคงที่ เนื่องจากค่า  $\varepsilon_1$  จะเข้าสู่ศูนย์เมื่อค่าพลังงานที่พลังงานต่ำกว่าขอบการดูดกลืน และ  $p$  เป็นค่าที่ได้จากการอินทิกรัลสมการคอสี่ ค่าดัชนีหักเหเชิงซ้อนและค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนสามารถหาได้จากสมการที่ (3.9) ถึง (3.11)

### 3.2 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spectrophotometry)

การศึกษาสมบัติทางแสงและความหนาของฟิล์มอีกวิธีหนึ่ง โดยใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น  $\lambda$ -900 UV/Vis (190-2000 nm) ของหน่วยงานวิจัยอิเล็กทรอนิกส์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) แสดงดังภาพที่ 3.3 โดยทำการวัดค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่น 250 - 2000 nm ดังขั้นตอนต่อไปนี้

ภาพที่ 3.3

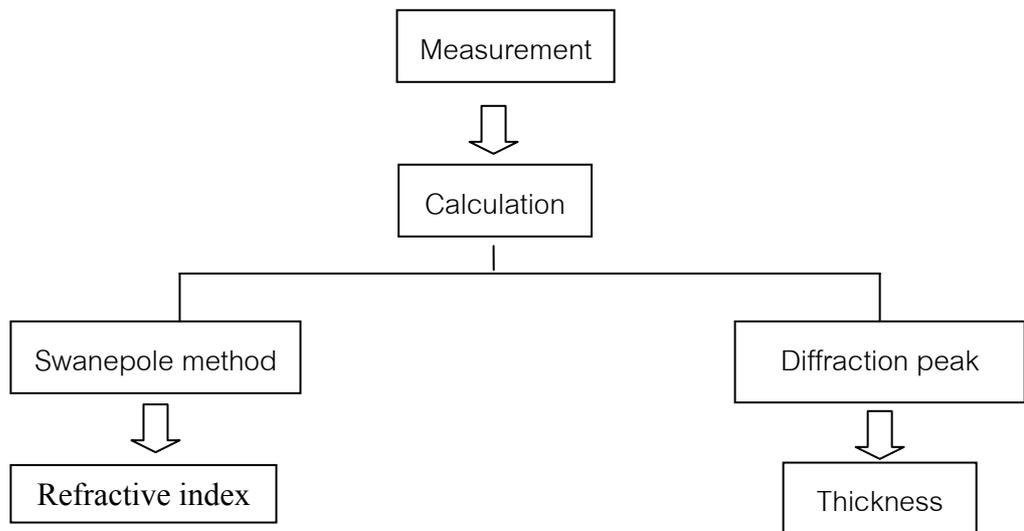
สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แบบ Dual Beam รุ่น  $\lambda$ -900 UV/Vis



### 3.2.1 ขั้นตอนการทดสอบสมบัติทางแสง

ภาพที่ 3.4

แผนภาพประกอบวิธีการวิเคราะห์ค่าดัชนีหักเหและความหนาของฟิล์ม



1. เลือกโปรแกรมการวัดแบบส่งผ่านแสง แล้วตั้งค่า Base line โดยไม่ใส่ชิ้นงาน (Blank sample)
2. นำแผ่นกระจกสไลด์ที่เคลือบฟิล์มเซอโรโคเนียมไดออกไซด์มาวัดค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง ในช่วง 250 – 2000 นาโนเมตร บันทึกข้อมูล ผลของเปอร์เซ็นต์ค่าการส่งผ่านสามารถนำมา คำนวณหาค่าเฉลี่ยเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านได้ดังสมการที่ (3.15)

$$\%T_{avg} = \frac{\sum_{\lambda_a}^{\lambda_b} T(\lambda)E(\lambda)}{\sum_{\lambda_a}^{\lambda_b} E(\lambda)} \quad (3.15)$$

เมื่อ

$T(\lambda)$  คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่าน

$E(\lambda)$  คือ ค่าพลังงานแสงอาทิตย์สัมพัทธ์ (Relative Solar Energy) แสดงในภาคผนวก ข

โดย  $\sum_{\lambda_b}^{\lambda_a} E(\lambda)$  มีค่าเท่ากับ 100 ในการคำนวณค่าเฉลี่ยทางแสงในช่วงตามมองเห็น

$\%T_{avg_{VIS}}$  โดยกำหนดให้  $\lambda_a = 380$  นาโนเมตร  $\lambda_b = 780$  นาโนเมตร

3. คำนวณค่าดัชนีหักเห ( $n$ ) จาก Swanepole method ดังสมการที่ (2.44)

$$n(\lambda) = \sqrt{N + \sqrt{(N^2 - n_s^2)}}$$

โดย

$$N(\lambda) = 2n_s^2 \left( \frac{T_{\max} - T_{\min}}{T_{\max} T_{\min}} \right) + \frac{n_s^2 + 1}{2}$$

$$n_s(\lambda) = \frac{1}{T_s} + \left( \frac{1}{T_s^2} - 1 \right)^{1/2}$$

เมื่อ

$n_s$  คือ ค่าดัชนีหักเหของแผ่นวัสดุรองรับ

$T_{\max}$  คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านสูงสุดของฟิล์ม ณ ความยาวคลื่นที่พิจารณา

$T_{\min}$  คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านต่ำสุดของฟิล์ม ณ ความยาวคลื่นที่พิจารณา

$T_s$  คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงของแผ่นวัสดุรองรับ

4. คำนวณความหนาฟิล์ม ดังสมการที่ (2.47)

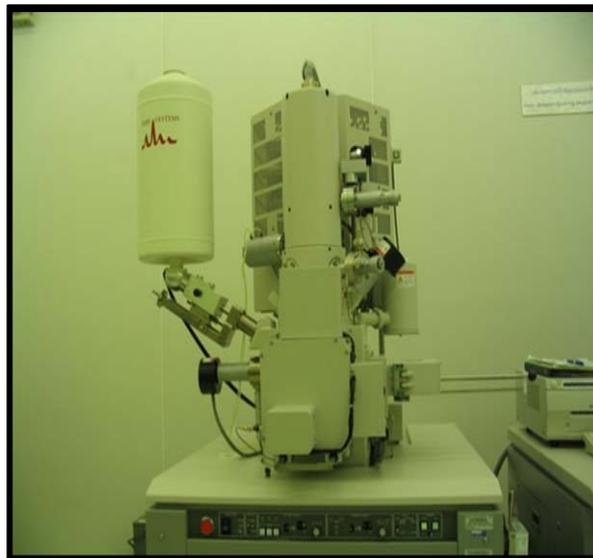
$$l/2 = 2d(n/\lambda) - m_1$$

### 3.3 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope :FE-SEM)

การหาความหนาของฟิล์มเซอริโคเนียมไดออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น S4700 ของบริษัท Hitachi ซึ่งติดตั้ง ณ ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ เพื่อใช้ในการส่องดูลักษณะภาคตัดขวางของตัวอย่างโดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอคอมพิวเตอร์ มีลักษณะภาพเป็นภาพขาวดำมีกำลังขยาย 30- 500,000 เท่า ขึ้นกับชนิดของตัวอย่าง หลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณ นำสัญญาณไปขยายและสร้างเป็นภาพออกมา

ภาพที่ 3.5

เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น S4700



### 3.4 การตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD)

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์อาศัยหลักการของการเลี้ยวเบนที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์ ดังสมการที่ (3.16)

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3.16)$$

เมื่อ

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นแสง

$n$  คือ ลำดับของการสะท้อน

$d_{hkl}$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (hkl)

$\theta$  คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา

กราฟที่ได้จากการตรวจสอบจะเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอ็กซ์และมุมของการเลี้ยวเบน ซึ่งธาตุและสารประกอบแต่ละชนิดจะมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนเฉพาะตัว ในการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะใช้เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D8 Advance ของบริษัท Bruker แสดงดังภาพที่ 3.6 ซึ่งค่าความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์เท่ากับ 1.5406 อังสตรอม โดยใช้ทองแดง (Cu) เป็นเป้า

ภาพที่ 3.6

เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D8 Advance



### 3.5 เครื่องเคลือบฟิล์มระบบสเปตเตอริง

ฟิล์มเซอร์โคเนียมไดออกไซด์เตรียมโดยใช้เครื่องสเปตเตอริง ของบริษัท AJA International, Inc. ATC 2000-F sputtering system ของหน่วยงานวิจัยอิเล็กทรอนิกส์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) แสดงดังภาพที่ 3.7

ภาพที่ 3.7

เครื่องสเปตเตอริง รุ่น ATC 2000F ของบริษัท AJA International



#### 3.5.1 ขั้นตอนในการเตรียมฟิล์ม

1. วางเป้าเซอร์โคเนียม ตรงตำแหน่ง Sputtering gun ดังภาพที่ 3.8a.) และประกอบส่วนต่างๆ ดังภาพที่ 3.8b.)
2. สร้างสภาวะสุญญากาศภายใน Main chamber ดังภาพที่ 3.9 ให้มีความดัน  $10^{-7}$  mTorr
3. นำแผ่นวัสดุรองรับวางลงบน Substrate holder ดังภาพที่ 3.10
4. นำ Substrate holder วางลงในช่อง Load lock chamber ดังภาพที่ 3.11 แล้วสร้างสภาวะสุญญากาศภายใน Load lock chamber ให้มีค่าใกล้เคียงกับความดันภายใน Main chamber

5. เมื่อความดันภายใน Load lock chamber มีค่าใกล้เคียงกับความดันภายใน Main chamber ประมาณ  $10^{-6}$  mTorr แล้ว จึงทำการเลื่อน Substrate holder เข้าสู่ Main chamber

6. เมื่อวาง Substrate holder ไว้ตรงตำแหน่งที่สามารถเคลือบฟิล์มได้แล้ว จึงทำการเคลือบฟิล์มให้ตรงตามเงื่อนไขที่วางไว้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เตรียมฟิล์มด้วยกัน 2 วิธี ดังนี้

6.1 การเตรียมฟิล์มเซอร์โคเนียมไดออกไซด์โดยปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยความร้อน

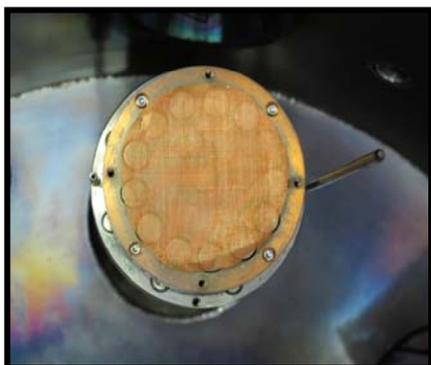
ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมถูกเตรียมลงบนแผ่นซิลิกอน และกระจกสไลด์ ด้วยวิธี ดีซี แมกนีตรอน สเปคเตอริง โดยใช้เป้าเซอร์โคเนียมที่มีความบริสุทธิ์ 99.995% เส้นผ่าศูนย์กลาง 75 mm ความดันก่อนการเคลือบ  $6.0 \times 10^{-6}$  mTorr ความดันขณะเคลือบ  $3.2 \times 10^{-3}$  mTorr โดยป้อนก๊าซอาร์กอนที่มีความบริสุทธิ์ 99.999% ด้วยอัตรา 8.6 sccm ใช้กระแสไฟฟ้า 0.35 A กำลังไฟฟ้า 225 W เวลาในการเคลือบ 5 นาที ในการสร้างฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์โดยการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยความร้อนจะนำฟิล์มเซอร์โคเนียมที่ได้จากเตรียมด้วยวิธีสเปคเตอริงที่กล่าวมาข้างต้นไปอบที่อุณหภูมิ 200 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศ เป็นเวลา 60 นาที และนำฟิล์มที่สามารถเกิดเป็นฟิล์มออกไซด์ไปทำการอบที่อุณหภูมินั้นด้วยเวลา 5 15 30 และ 60 นาที

6.2 การเตรียมฟิล์มเซอร์โคเนียมไดออกไซด์โดยวิธีรีแอคทีฟ แมกนีตรอน สเปคเตอริง

ทำการเตรียมฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ลงบนแผ่นซิลิกอนและกระจกสไลด์ โดยใช้เป้าเซอร์โคเนียมที่มีความบริสุทธิ์ 99.995% เส้นผ่าศูนย์กลาง 50 mm ความดันก่อนการเคลือบ  $3.2 \times 10^{-7}$  mTorr ความดันขณะเคลือบ  $3.9 \times 10^{-3}$  mTorr โดยป้อนก๊าซอาร์กอนและออกซิเจนที่มีความบริสุทธิ์ 99.999% ด้วยอัตรา 30 sccm และ 20 sccm ตามลำดับ ด้วยกำลังไฟฟ้า 200 W เวลาในการเคลือบ 4 5 6 และ 7 ชั่วโมง

ภาพที่ 3.8 a.)

Sputtering gun ภายใน Main chamber

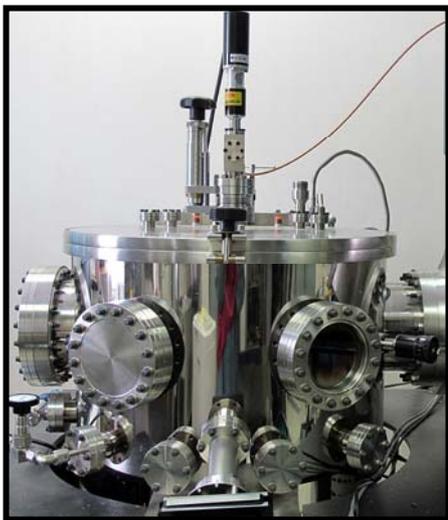


ภาพที่ 3.8 b.)

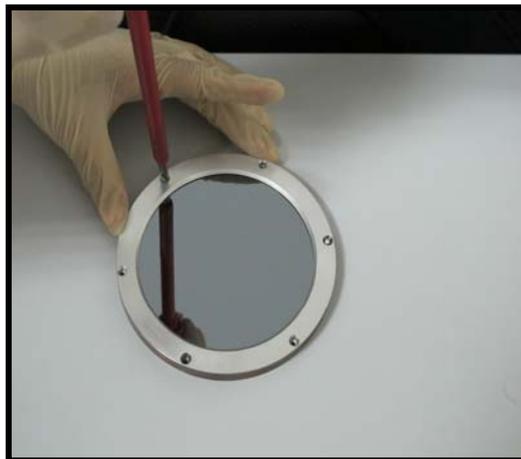
การประกอบชิ้นส่วนตำแหน่ง Sputtering gun



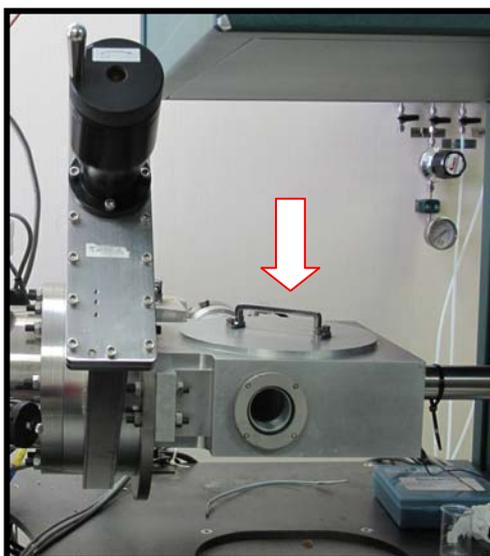
ภาพที่ 3.9  
Main chamber



ภาพที่ 3.10  
การนำแผ่นวัสดุรองรับวางไว้บน Substrate holder



ภาพที่ 3.11  
Load lock chamber



### 3.6 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1. เป้าสารเคลือบ (Target) เป็นเป้าเซอร์โคเนียม มีลักษณะเป็นแผ่นกลมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว มีความบริสุทธิ์ 99.999% จากบริษัท Kurt J. Lesker Company
2. วัสดุรองรับ (Substrate) ที่ใช้มี 2 ชนิดคือกระจกสไลด์ ซึ่งมีลักษณะใส ผิวเรียบ ใช้สำหรับศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มด้วยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมทรี และแผ่นซิลิกอน เวเฟอร์ ระบาย (1 0 0) ใช้สำหรับศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคสเปกโตรสโคปอิลิปโซเมทรีและศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์ม
3. ก๊าซที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยก๊าซ 2 ชนิด คือ ก๊าซอาร์กอน(99.999%)และก๊าซออกซิเจน (99.999%) โดยก๊าซอาร์กอนใช้เป็นก๊าซสปีดเตอร์ และก๊าซออกซิเจนใช้เป็นก๊าซไวปฏิกิริยา

### 3.7 อุปกรณ์ทำความสะอาดแผ่นรองรับ

1. เครื่องอัลตราโซนิก ยี่ห้อ Crest
2. น้ำยาล้างคราบไขมันชนิดไฮดรอลิก
3. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) และอะซีโตน ( $\text{CH}_3$ )<sub>2</sub>CHOH ยี่ห้อ RCI Lab scan
4. เครื่องเป่าลม
5. ถุงมือยางแบบไม่มีแป้ง (ไร้ฝุ่น)
6. กระดาษทิชชูแบบไร้ฝุ่น ( Kimwipes )
7. ปากคีบจับชิ้นงาน
8. กล่องใส่แผ่นกระจกสไลด์
9. ตู้เก็บสารและชิ้นงานแบบควบคุมความชื้น โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 25°C และความชื้นสัมพัทธ์ ( $R_h$ ) ที่ 24%

### 3.8 ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นรองรับ

ก่อนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ จะต้องทำความสะอาดผิวของแผ่นรองรับให้ปราศจากฝุ่นละออง สารเคมี คราบสิ่งสกปรก และไขมันบนผิว เพื่อให้ฟิล์มมีการยึดติดที่ดีกับผิวแผ่นรองรับและเพื่อให้ระบบสุญญากาศสะอาดปราศจากสิ่งสกปรกข้างต้น ซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติที่ดีของฟิล์มด้วย ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นรองรับ แสดงดังภาพที่ 3.12

ภาพที่ 3.12

ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นรองรับ

