บทที่ 4

ผลการวิจัย

จากการศึกษาและเตรียมสารกึ่งตัวนำเทอร์โมอิเลคตริกจากการอัดเย็นของโครงการย่อยที่ 1 ในงานวิจัยนี้ได้มีการศึกษาคุณสมบัติต่างๆ ของสารกึ่งตัวนำที่ได้จากการอัดเย็น และได้ทำการนำสารกึ่งตัวนำที่ได้ไปเริ่มทดลอง ระเหยสารในสุญญากาศในโครงการย่อยที่ 2 ซึ่งได้ศึกษาและสร้างระบบสุญญากาศสำหรับการทำฟิล์มบางและได้วัดคุณสมบัติเริ่มต้น เริ่มและการทำการระเหยสารภายใต้สุญญากาศ ในโครงการย่อยที่ 2 และได้ทำการทดสอบเบื้องต้นของฟิล์มบางที่ผลิตได้ ผู้วิจัยได้นำเสนอไว้ในหัวข้อต่างๆ ไว้ในบทที่ 4 นี้

4.1 ผลการวิจัย โครงการย่อยที่ 1

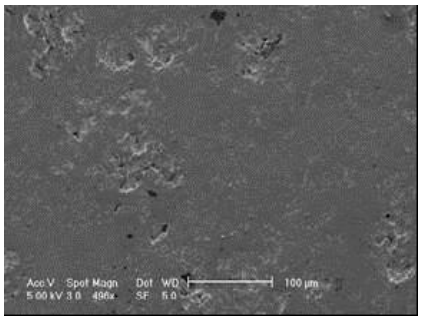
สมบัติสารเทอร์โมอิเลคตริคที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการหลอมและอัดเย็นจากเงื่อนไขการเตรียมสารตัวอย่าง ของสารประกอบ Bi x Sb 2-x Te3 โดยการแปรค่า X ได้ผลดังนี้

ตารางที่4.1 แสดงสมบัติสารเทอร์โมอิเลคตริคของสารประกอบ Bi x Sb 2-x Te3 โดยการแปรค่า X

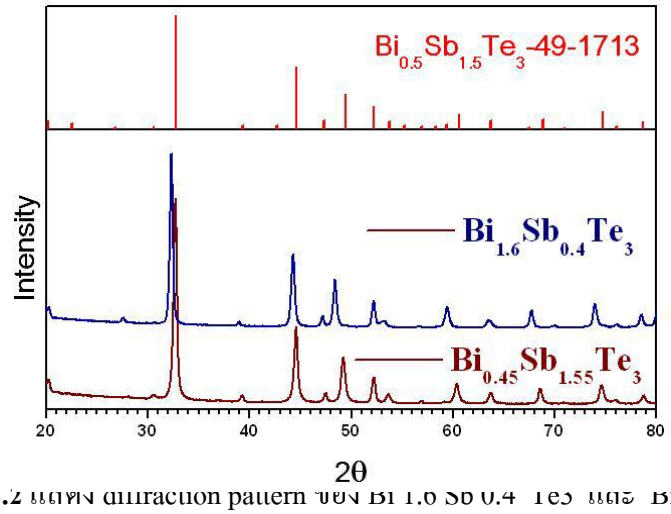
X	Bi x Sb 2-x Te3	ผลที่ได้				
		Type	Density	α	ρ	ZT
1.6	Bi 1.6 Sb 0.4 Te3	N type	7.01 g/cc	102 μV/K	0.80 mΩ cm	-
0.45	Bi 0.45 Sb 1.55 Te3	P type	5.99 g/cc	145 μV/K	0.90 mΩ cm	-

4.1.1 สมบัติทางกายภาพของสารที่สังเคราะห์ได้

จากการตรวจสอบความเป็นเนื้อ เดียวกันพบว่า สารที่เตรียมโดยวิธีอัดเย็นจะมีรูพรุน ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ส่วนการเปลี่ยนสภาพเป็นสารประกอบ Bi 1.6 Sb 0.4 Te3 และ Bi 0.45 Sb 1.55 Te3 ตรวจสอบด้วย ภาพถ่าย รูปแบบ ที่เกิดจาก x ray diffraction พบว่า pattern ที่ได้ สอดคล้องกับ JCPDF Bi 0.5 Sb 1.5 Te3 และไม่มี peak ของสารเริ่มต้นที่ใช้สังเคราะห์ ให้เห็น ดังแสดงในรูปที่ 4.2

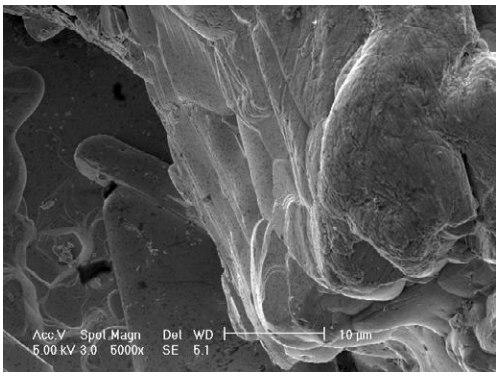


รูปที่ 4.1 แสดงรูพรุนที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่างที่เตรียมได้

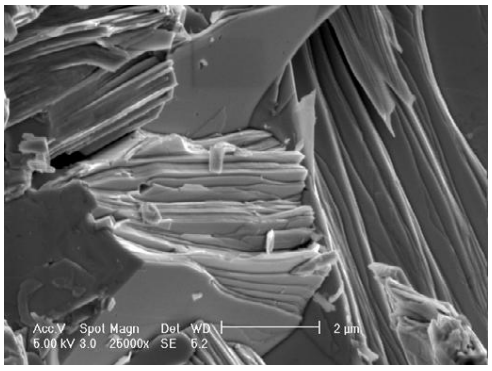


รูปที่ 4.2 แสดง diffracuon pattern ของ Bi 1.6 Sb 0.4 Te3 และ Bi 0.45 Sb 1.55 Te3 ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการอัดเย็น เทียบกับ JCPDF file 49-1713 ของ Bi0.5 Sb 1.5 Te3

จากการตรวจสอบลักษณะด้วย scanning electron microscope พบว่า cleavage plane ในสารที่เตรียมได้มีความแน่น และเป็นแผ่นน้อยกว่าเมื่อปรียบเทียบกับ สารที่เตรียมได้จาก การอัดแบบร้อน



Cleavage plane ของสารที่ได้จากการอัดแบบเย็น



Cleavage plane ของสารที่ได้จากการอัดแบบร้อน

รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย จาก SEM เปรียบเทียบ cleavage plane จากสารที่เตรียมด้วย กระบวนการอัดเย็น (ซ้าย) และอัดร้อน (ขวา

4.1.2 สมบัติทางไฟฟ้าของสารที่เตรียม

1. จากการทดสอบวัดชนิดความเป็นสารกึ่งตัวนำของเม็ดสารตัวอย่างจากกระบวนการอัดเย็น โดยการให้มีความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างด้านทั้งสองของเม็ดสาร และตรวจจับด้วยมัลติมิเตอร์ พบว่า Bi 1.6 Sb 0.4 Te3 แสดงคุณสมบัติความเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด เอ็น ส่วน Bi 0.45 Sb 1.55 Te3 แสดงคุณสมบัติความเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด พี

2. จากการทดลองวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้องด้วยเครื่องมือที่สร้างขึ้น ด้วยวิธีของ Van der Pauw ในห้องทดลอง โดยอุณหภูมิขณะทำการทดลอง อุณหภูมิห้องจะอยู่ในช่วง 27.9-28.1 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการปรับอุณหภูมิของชิ้นงานตัวอย่างให้สูงกว่าอุณหภูมิห้อง โดยทำการทดลองอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 29.9-60.1 องศาเซลเซียส กำหนดให้กระแสที่ไหลผ่านสารตัวอย่างที่มีค่าคงที่ (constant current source) มีขนาด 1 mA ทำการบันทึกค่าความต่างศักย์ในแต่ละกรณี เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าที่คู่สัมผัส ต่างๆกัน จำนวน 8 คู่ และวัดค่าความต่างศักย์ที่คู่สัมผัส ต่างๆ 8คู่ ที่สอดคล้องกัน โดยมีผลการทดลองที่ได้ดังแสดงใน ตารางที่ 4.2 – 4.5

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่ได้เมื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านชิ้นงานที่มีคู่สัมผัสที่ตำแหน่ง 1 และ 4 และความต่างศักย์ที่วัดได้ระหว่างจุด 2 และ3

Temp (C°)	$I_{4,1} V_{2,3}$ (mV)	$I_{1,4} V_{3,2}$ (mV)	V_{AVG} (mV)	R (Ω)	ρ (Ω.cm)
27.9-28.1	532.56	-530.98	531.77	531.77	2.17E-01
29.9-30.1	532.87	-531.52	532.19	532.19	2.17E-01
34.9-35.1	5.29	5.192	5.241	5.241	2.14E-03
39.9-40.1	2.314	5.915	4.114	4.114	1.68E-03
44.9-45.1	2.775	5.902	4.338	4.338	1.77E-03
49.9-50.1	3.481	6.055	4.468	4.468	1.82E-03
54.9-55.1	3.098	4.828	3.963	3.963	1.62E-03
55.9-60.1	3.022	4.494	3.758	3.758	1.53E-03

โดย $I_{4,1}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 4,1 บนสารตัวอย่าง

$I_{1,4}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 1,4 บนสารตัวอย่าง

$V_{2,3}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 2,3 บนสารตัวอย่าง

$V_{3,2}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 3,2 บนสารตัวอย่าง

ตังอย่างการคำนวณค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภุมิห้อง โดยการนำค่า V_{AVG} ที่ได้มาคำนวณหาค่า R ด้วยสมการ $R = V_{AVG} / I$

แทนค่า V_{AVG} ที่ได้และค่า I ซึ่งค่า 1mA จะได้

$$R = 531.77\ (\Omega)$$

จากสมการ

$$\rho = (\pi d / \ln 2) \times \{ (R_{MN,OP} + R_{NO,PM}) * f \} / 2 \quad \text{(4.1)}$$

โดยที่ค่า f หาได้จากสมการ

$$\cosh\{[(R_{MN,OP} / R_{NO,PM})-1] / [(R_{MN,OP} / R_{NO,PM}) + 1](\ln 2) / f\}$$

$$= (1/2)\exp[(\ln 2) / f] \quad \text{(4.2)}$$

เมื่อแทนค่า Rในสมการที่ (4.2) จะได้ค่า f = 6.49E-08

นำค่า f และค่าความหนาที่ได้จากการส่องด้วยเครื่องอิเลคตรอนแบบส่งอกราดซึ่งมีค่าความหนา 90 nm แทนในสมการที่(4.1) จะได้ค่า ρ = 2.17E-01 Ω.cm ส่วนค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภุมิอื่นๆ ใช้การคำนวณในลักษณะเดียวกัน และได้ผลลัพธ์ดังแสดงในตารางที่ 4.2

รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิจาก ตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่ได้เมื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านคู่สัมผัสที่ตำแหน่ง 3 และ 4 และ ความต่างศักย์ที่วัดได้ระหว่างจุด 1 และ2

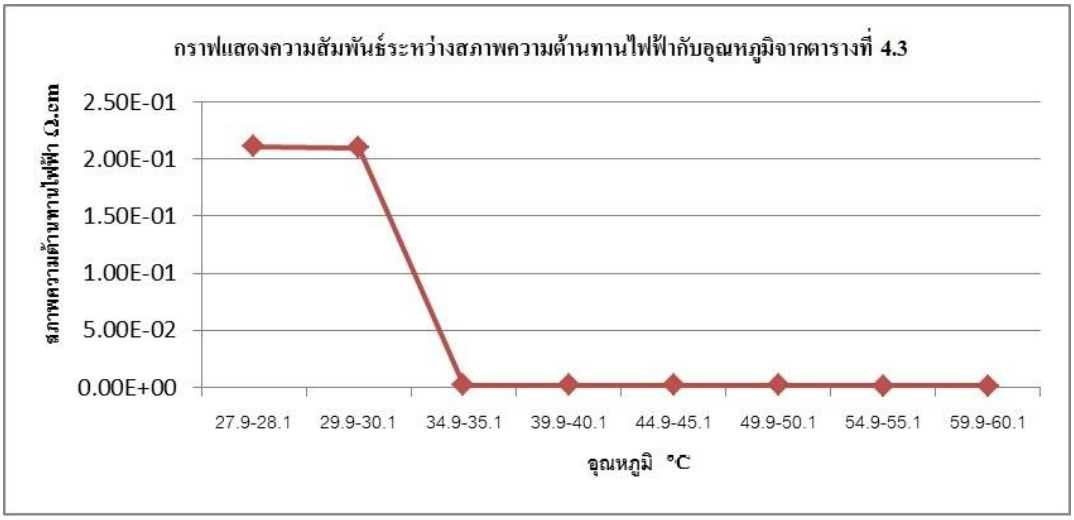
Temp (C°)	$I_{3,4}V_{1,2}$ (mV)	$I_{4,3}V_{2,1}$ (mV)	V_{AVG} (mV)	R (Ω)	P (Ω.cm)
27.9-28.1	512.32	-520.14	516.23	516.23	2.11E-01
29.9-30.1	511.77	-518.59	515.18	515.18	2.10E-01
34.9-35.1	5.292	5.125	5.2085	5.2085	2.12E-03
39.9-40.1	2.425	5.804	4.1145	4.1145	1.68E-03
44.9-45.1	2.384	7.023	4.7035	4.7035	1.92E-03
49.9-50.1	3.315	6.256	4.7855	4.7855	1.95E-03
54.9-55.1	3.374	4.6	3.987	3.987	1.63E-03
55.9-60.1	3.005	4.577	3.791	3.791	1.55E-03

โดย $I_{3,4}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 3,4 บนสารตัวอย่าง

$I_{4,3}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 4,3 บนสารตัวอย่าง

$V_{1,2}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 1,2 บนสารตัวอย่าง

$V_{2,1}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 2,1 บนสารตัวอย่าง



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิจากตารางที่ 4.3

ตารางที่4.4 แสดงค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่ได้เมื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านคู่สัมผัสที่ตำแหน่ง 2 และ 3 และ ความต่างศักย์ที่วัดได้ระหว่างจุด 1 และ 4

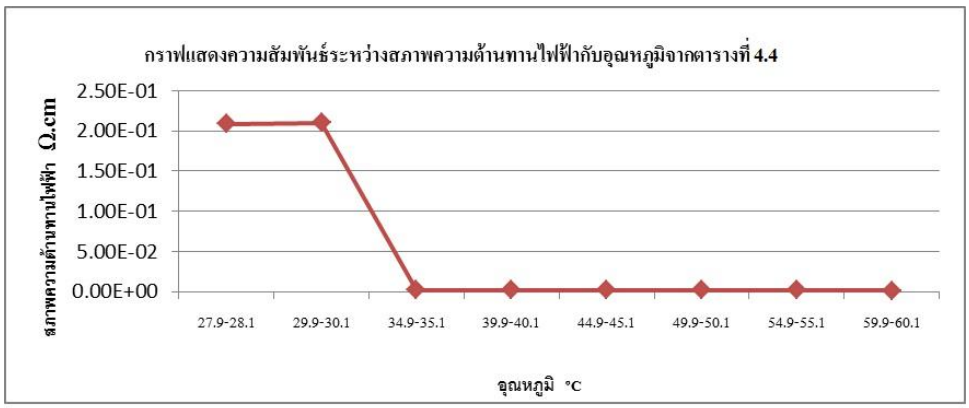
Temp (C°)	$I_{2,3}V_{1,4}$ (mV)	$I_{3,2}V_{4,1}$ (mV)	V_{AVG} (mV)	R (Ω)	ρ (Ω.cm)
27.9-28.1	512.49	-512.64	512.56	512.56	2.09E-01
29.9-30.1	514.6	-514.69	514.64	514.64	2.10E-01
34.9-35.1	5.177	5.038	5.107	5.107	2.08E-03
39.9-40.1	3.64	5.135	4.387	4.387	1.79E-03
44.9-45.1	2.914	5.45	4.182	4.182	1.71E-03
49.9-50.1	4.191	6.002	5.096	5.096	2.08E-03
54.9-55.1	3.428	4.703	4.065	4.065	1.66E-03
55.9-60.1	2.991	4.566	3.778	3.778	1.54E-03

โดย $I_{3,4}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 3,4 บนสารตัวอย่าง

$I_{4,3}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 4,3 บนสารตัวอย่าง

$V_{1,2}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 1,2 บนสารตัวอย่าง

$V_{2,1}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 2,1 บนสารตัวอย่าง



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิจากตารางที่ 4.4

ตารางที่4.5 แสดงค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่ได้เมื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลคู่สัมผัสที่ตำแหน่ง1 และ 2 และ ความต่างศักย์ที่วัดได้ระหว่างจุด 3 และ 4

Temp (C°)	$I_{1,2}V_{3,4}$ (mV)	$I_{2,1}V_{4,3}$ (mV)	V_{AVG} (mV)	R (Ω)	ρ (Ω.cm)
27.9-28.1	384.04	-383.61	383.825	383.825	1.57E-01
29.9-30.1	384.37	-384.38	384.375	384.375	1.57E-01
34.9-35.1	5.226	5.081	5.1535	5.1535	2.10E-03
39.9-40.1	2.552	5.374	3.963	3.963	1.62E-03
44.9-45.1	2.484	7.984	5.234	5.234	2.14E-03
49.9-50.1	3.822	6.444	5.133	5.133	2.09E-03
54.9-55.1	3.262	4.189	3.725	3.725	1.52E-03
55.9-60.1	3.31	4.426	3.868	3.868	1.58E-03

โดย $I_{1,2}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 1,2 บนสารตัวอย่าง

$V_{3,4}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 3,4 บนสารตัวอย่าง

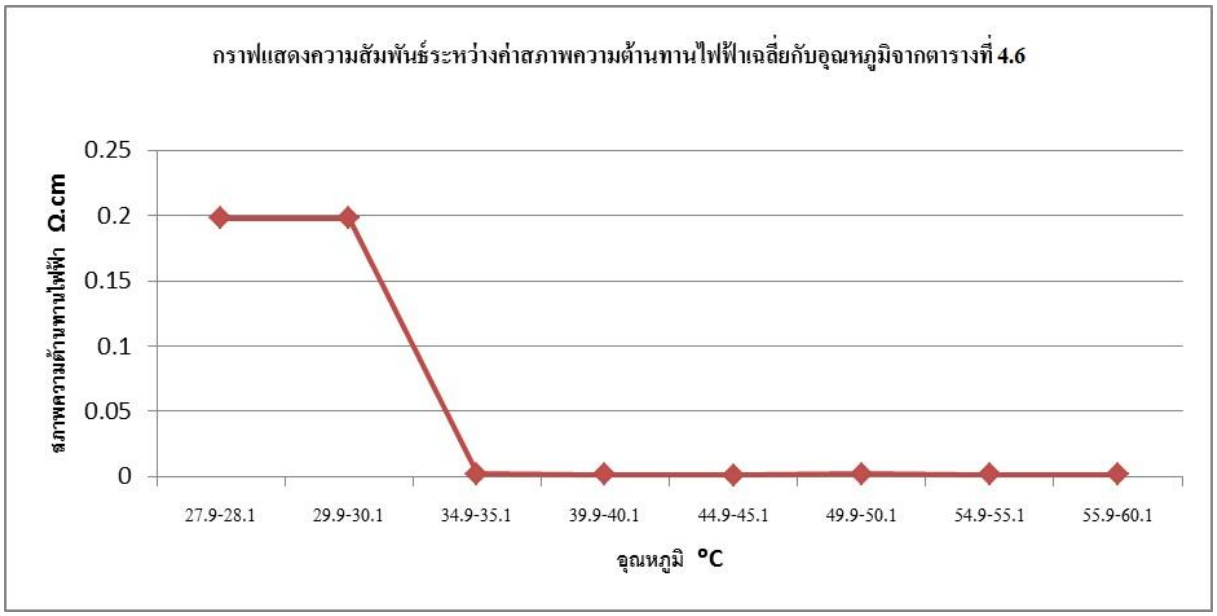
$I_{2,1}$ คือ กระแสไหลเข้าออกที่ตำแหน่ง 2,1 บนสารตัวอย่าง

$V_{4,3}$ คือ ความต่างศักย์ตกคร่อมตำแหน่ง 4,3 บนสารตัวอย่าง

รูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิจากตารางที่ 4.5

ตารางที่4.6 แสดงค่าเฉลี่ยสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ

Temp (C°)	$\rho_{41,14}$	$\rho_{34,43}$	$\rho_{23,32}$	$\rho_{12,21}$	ρ_{avg}
27.9-28.1	2.17E-01	2.11E-01	2.09E-01	1.57E-01	0.198
29.9-30.1	2.17E-01	2.10E-01	2.10E-01	1.57E-01	0.198
34.9-35.1	2.14E-03	2.12E-03	2.08E-03	2.10E-03	2.11E-03
39.9-40.1	1.68E-03	1.68E-03	1.79E-03	1.62E-03	1.69E-03
44.9-45.1	1.77E-03	1.92E-03	1.71E-03	2.14E-03	9.23E-04
49.9-50.1	1.82E-03	1.95E-03	2.08E-03	2.09E-03	1.985E-03
54.9-55.1	1.62E-03	1.63E-03	1.66E-03	1.52E-03	1.607E-03
55.9-60.1	1.53E-03	1.55E-03	1.54E-03	1.58E-03	1.55E-03



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าเฉลี่ยกับอุณหภูมิจากตาราง ที่ 4.6

วิเคราะห์ผลการทดลอง

จากผลการทดลองโดยการวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์ม Bi-Sb-Te ที่เคลือบบนกระจกที่มีความหนา 90 nm.ด้วยเครื่องมือที่สร้างขึ้น ขณะที่สารกึ่งตัวนำมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องและขณะได้รับความร้อนและมีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง พบว่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของชิ้นงานทดลอง มีค่าลดลงหรือมีสภาพความนำไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น ดังกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า รูปที่ 4.2-4.5 โดยมีค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าเฉลี่ยเป็น 0.198 Ω.cm ที่ช่วงอุณหภูมิ27.9-28.1 ºC และมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 30..1º C - 34.9º C โดยมีค่าเฉลี่ยของสภาพความต้านทานไฟฟ้า ลดลงจาก 0.198 Ω.cm เป็น 2.11E-3 Ω.cm ส่วนการเปลี่ยนแปลงค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า ในช่วงอุณหภูมิ 34.9º C จะกระทั่งถึง 60.1 °C ซึ่งมีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเฉลี่ยเป็น 1.55E-03 Ω.cm พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงสภาพความต้านทานไฟฟ้าน้อยกว่าในช่วงแรก มาก (27.9º C ถึง 34.9º C) เมื่อคิดการเปลี่ยนปลงสภาพความต้านทานไฟฟ้าเฉลี่ยในช่วง 34.9º C ถึง 60.1 °C จะมีค่าการเปลี่ยนแปลงไปจากค่าที่วัดได้ที่อุณหภูมิ 34.9 º C เท่ากับ 26.47% เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลอง ในการวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าโดยผ่านวงจรรีเลย์กับชุดทดลองที่วัดค่าสภาพความที่อุณหภูมิห้อง (27.9-28.1ºC) เมื่อกระแสไฟฟ้าคงที่ไหลผ่านคู่สัมผัสต่างๆ โดยมีผลการทดลอง แสดงดังตารางที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าต่างๆที่วัดได้จากชุดการทดลอง ที่ทำการวัดผ่านเครื่องมือที่สร้างขึ้นที่อุณหภูมิห้อง

Temp (C°)	$I_{4,1}V_{2,3}$ (mV)	$I_{3,4}V_{1,2}$ (mV)	$I_{2,3}V_{4,1}$ (mV)	$I_{1,2}V_{3,4}$ (mV)	$I_{1,4}V_{3,2}$ (mV)	$I_{4,3}V_{2,1}$ (mV)	$I_{3,2}V_{1,4}$ (mV)	$I_{2,1}V_{4,3}$ (mV)	ρ_{avg} (Ω.cm)
27.9-28.1	514.4	335.14	509.52	384.12	-515.56	-334.45	-509.36	-384.15	0.145

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าต่างๆที่วัดได้จากชุดการทดลองที่ทำการวัดด้วยมือที่อุณหภูมิห้อง

Temp (C°)	$I_{4,1}V_{2,3}$ (mV)	$I_{3,4}V_{1,2}$ (mV)	$I_{2,3}V_{4,1}$ (mV)	$I_{1,2}V_{3,4}$ (mV)	$I_{1,4}V_{3,2}$ (mV)	$I_{4,3}V_{2,1}$ (mV)	$I_{3,2}V_{1,4}$ (mV)	$I_{2,1}V_{4,3}$ (mV)	ρ_{avg} (Ω.cm)
27.9-28.1	532.56	512.32	512.49	384.04	-530.98	-520.14	-512.64	-383.61	0.198

จะพบว่าชุดทดลองที่วัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าโดยผ่านวงจรรีเลย์นั้นจะมีค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่ 0.198 $\Omega_{.cm}$ และชุดทดลองที่วัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าด้วยมือมีค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่ 0.145 $\Omega_{.cm}$ จะเห็นได้ว่าค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า ที่ได้จากเครื่องที่วัดโดยผ่านวงจรรีเลย์มีค่ามากกว่าค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่วัดด้วยมือเล็กน้อยเนื่องจากชุดทดลองที่สร้างขึ้นมีการต่อวงจรรีเลย์ซึ่งใช้ตัวรีเลย์ถึง 8 ตัว ทำให้มีสายไฟที่ใช้ในการต่อเชื่อมวงจรมากขึ้น ค่าที่มากขึ้นน่าจะเนื่องมาจากการเชื่อมสายไฟในวงจรและปัญหาจากหน้าสัมผัส เมื่อคิดค่าความคลาดเคลื่อนของผลที่ได้จากการวัดทั้งสองวิธี โดยการหาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน(σ) ตามสมการด้านล่าง เมื่อ X คือค่าสภาพความต้านท่านที่วัดได้ในกรณีต่างๆ และ $\overline{X}$ มีค่าเท่ากับ 0.171

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}(x_i - \overline{x})^2}$$

จะได้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสภาพความต้านทานของชุดการทดลองทั้งสองแบบ มีค่าเท่ากับσ σ = 0.026 ซึ่งหมายความว่าค่าที่วัดได้จากทั้ง สองวิธีมีค่าแตกต่างกันไม่มาก

4.2 ผลการวิจัย โครงการย่อยที่ 2

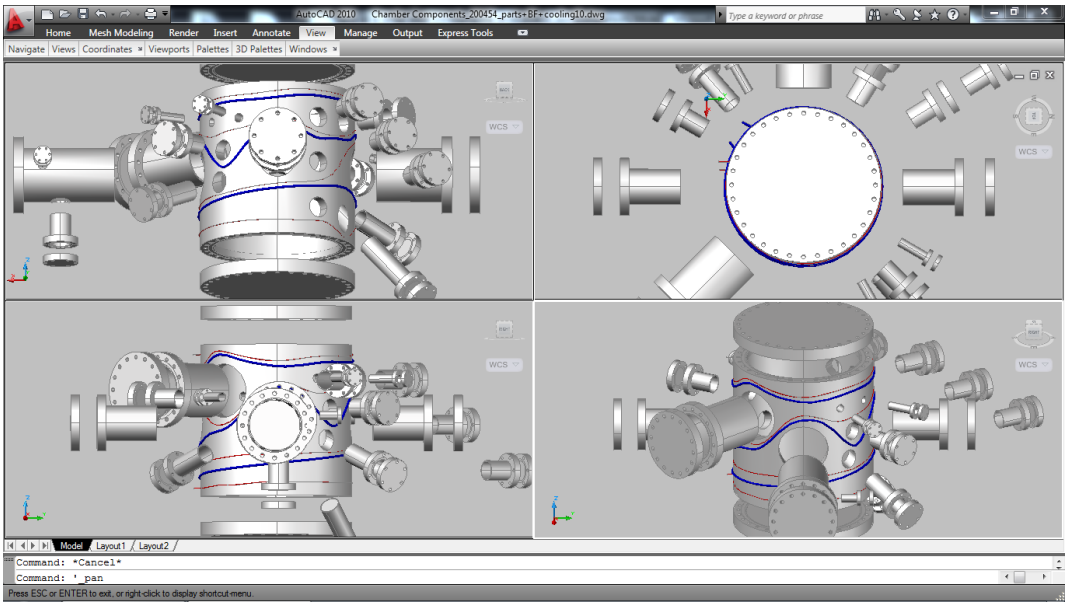
ระบบสุญญากาศและการเตรียมสร้างฟิล์มบาง

โถสุญญากาศแบบหลายพอร์ตนี้ได้ถูกเขียนแบบ แบบ 3 มิติ ด้วยโปรแกรม Autocad โดยให้ตำแหน่งทุกตำแหน่งตรงตามจริงทุกประการ โดยมีความผิดพลาดไม่เกิน 1 มม. เนื่องจากในการทำงานขั้นต่อไป ตำแหน่งต่างๆ ที่จะลงอุปกรณ์ใหม่จะมีความสำคัญอย่างมาก เช่น การโฟกัสของแสงเลเซอร์ให้ได้ลงตรงตำแหน่งต่างๆ พอดี บนเป้าที่เล็กมาก รวมทั้งการยิงลำไอออน การวัดค่าอุณหภูมิแบบเฉพาะจุด ซึ่งจำเป็นต้องอาศัยตำแหน่งและการติดตั้งที่ถูกต้องแม่นยำ

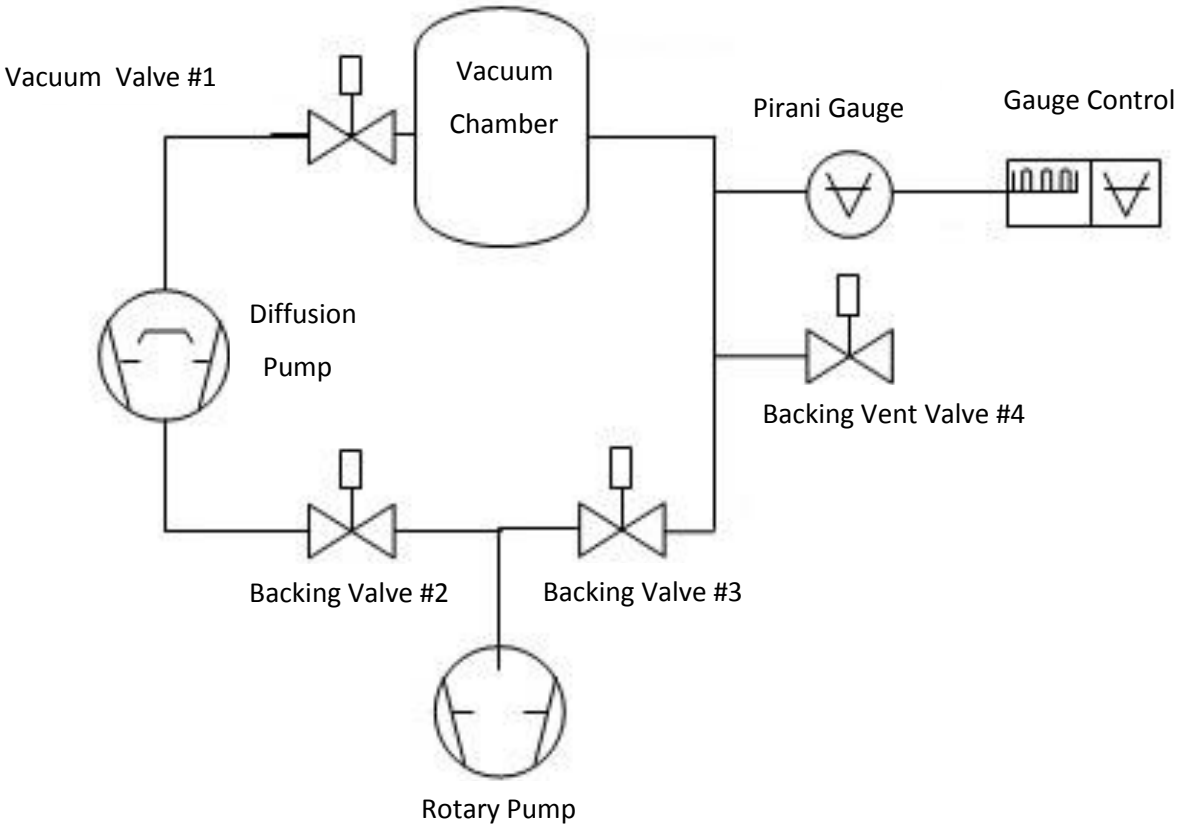
ภาชนะสุญญากาศนี้มีพอร์ตทางเข้าออก 17 ช่องทาง ไม่รวมฝาบนและฝาล่าง มีลวดความร้อนและท่อน้ำเย็นโดยรอบ โอริงสามารถใช้ได้ทั้งแบบยางและแบบทองแดง

4.2.1 ผลการสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศโดยใช้โรตารี่ปั๊มและปั๊มไอฟุ้งกระจาย

การติดตั้งระบบสุญญากาศ ที่มีโถปั๊มสุญญากาศ ระบบท่อ และ วาล์วต่างๆ เข้าด้วยกัน เป็นไปตามรูปที่ 4.9 การทดสอบสูบอากาศออกหลังจากได้พยายามแก้ไขรอยรั่วที่จุดต่าง ได้ผลดังกราฟในรูปที่ 4.10 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา (นาที) กับ ความดัน (มิลลิบาร์) โดยการใช้โรตารีปั๊มสูบอากาศออก ผลการทดลองในช่วงเวลาตั้งแต่ 0-10 นาที พบว่าความดันที่ได้จะมีค่าประมาณ 10^{-4} มิลลิบาร์ ตั้งแต่ 10 นาทีเป็นต้นไปเป็นการสูบอากาศออกโดยใช้ปั๊มไอฟุ้งกระจาย ได้ค่าความดันสุญญากาศของโถสุญญากาศมีค่าความดันที่ ประมาณ 10^{-6} มิลลิบาร์ เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 90 นาที

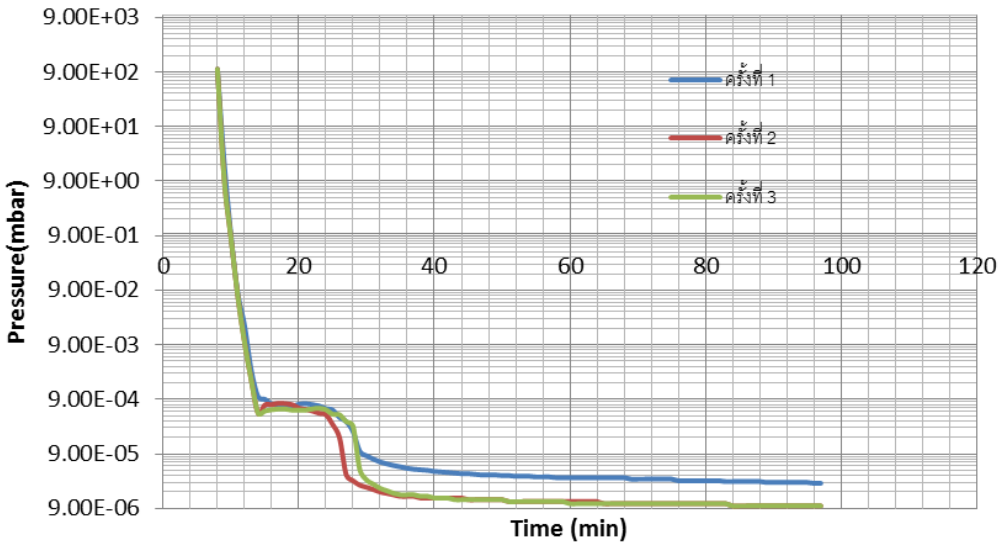


(a)



(b)

รูปที่ 4.9 แสดงระบบสุญญากาศที่มี โถสุญญากาศ ปั๊มสุญญากาศ ระบบท่อ และ วาล์วต่างๆ ใน (a) และ (b) ตามลำดับ

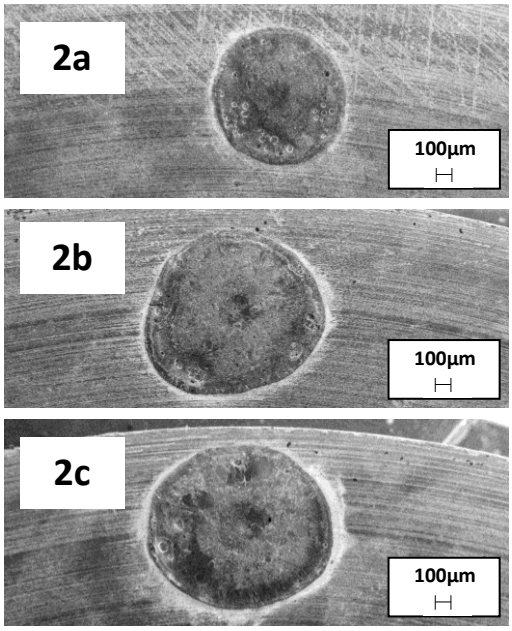


รูปที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ ระหว่าง ความดัน (mbar) และ ระยะเวลา (min) ที่ใช้ในการสูบอากาศออกจากโถสุญญากาศ

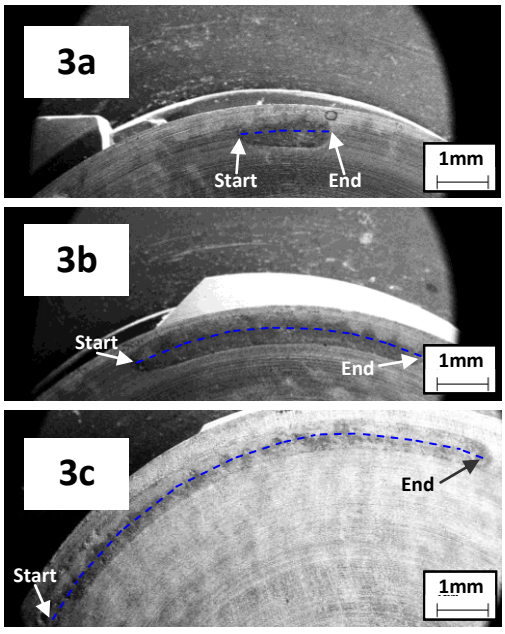
4.3 ผลการทดสอบอันตรกริยา (interaction) ระหว่างเลเซอร์ กับวัสดุเทอร์โมอิเลคตริก

4.3.1 ผลการทดสอบในสภาพแวดล้อมของก๊าซอาร์กอนที่ความดันบรรยากาศ

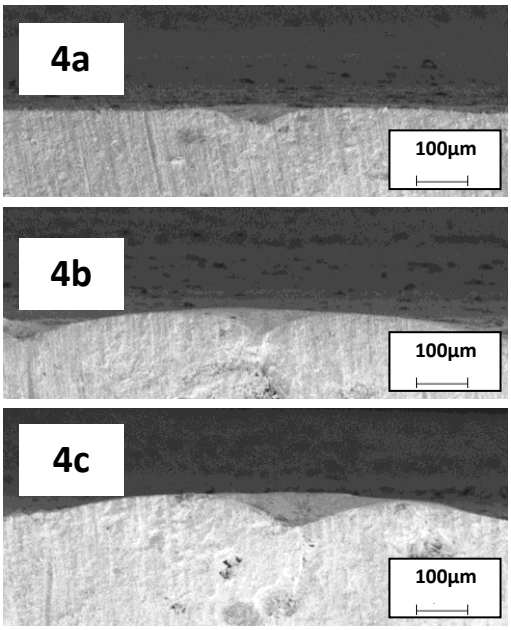
เมื่อทำการยิงด้วย YAG เลเซอร์ลงบนเป้าเทอร์โมอิเล็กทริคที่อยู่นิ่ง พบว่าผลของบริเวณกระทบร้อนที่ปรากฏเมื่อยิงด้วยลำแสงเลเซอร์ด้วยความกว้างของพัลส์เป็น 1, 3 และ 5 มิลลิวินาที พบว่าขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของบริเวณกระทบร้อนจะเป็น 0.93, 1.16 และ 1.30 มิลลิเมตร ตามลำดับ และจะมีค่าความลึกของหลุมสูงสุดเป็น 40, 60 และ 73 มิลลิเมตร ตามลำดับ สอดคล้องกับขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของบริเวณกระทบร้อน ดังแสดงในรูปที่ 4.11 และ 4.13 ในขณะที่ทำการยิงด้วย YAG เลเซอร์ลงบนเป้าที่มีการหมุนด้วยความเร็ว 3000 รอบต่อนาที ลักษณะของบริเวณกระทบร้อนที่ปรากฏบนจะมีลักษณะเป็นเส้นตามแนวเส้นสัมผัสของการเคลื่อนที่แบบวงกลม และระยะทางที่เกิดเป็นริ้วร้อยของบริเวณกระทบร้อนจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อค่าความกว้างของพัลส์เพิ่มขึ้น ในขณะที่ความลึกสูงสุดมีความใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.12 และ 4.14 ตามลำดับ



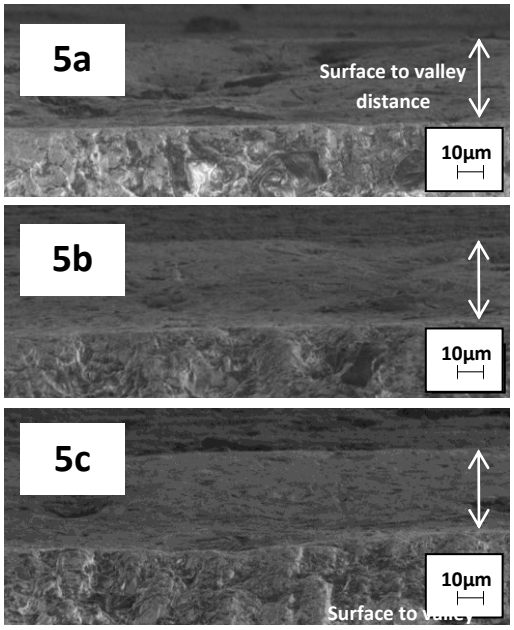
รูปที่ 4.11 แสดงภาพบริเวณกระทบร้อนของการยิง YAGเลเซอร์ลงบนเป้าที่อยู่นิ่ง โดยมีความกว้างของพัลส์เป็น (2a) 1 ms (2b) 3 ms และ (2c) 5 ms ตามลำดับ



รูปที่ 4.12 แสดงภาพบริเวณกระทบร้อนของการ YAG บนผิวของเป้าที่หมุนความเร็ว 3000 rpm โดยความมีกว้างของพัลล์เป็น (3a) 1 ms (3b) 3 ms และ (3c) 5 ms ตามลำดับ

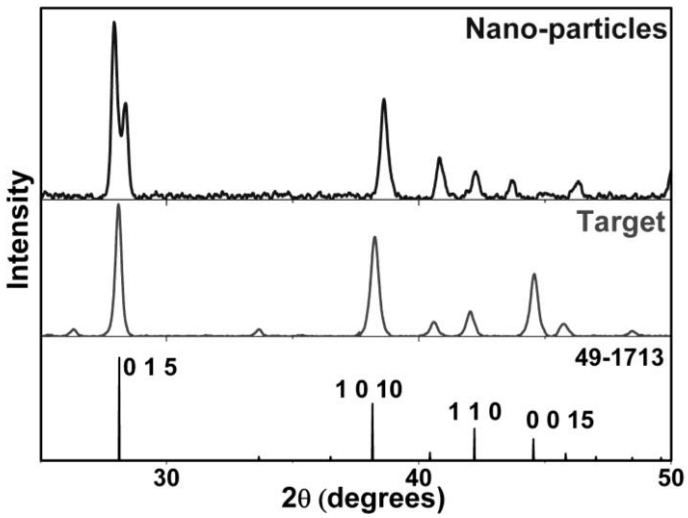


รูปที่ 4.13 แสดงภาพภาคตัดขวางบริเวณกระทบร้อนของ การยิง YAG เลเซอร์ลงบนผิวของเป้าที่อยู่นิ่ง โดยมีความกว้างของพัลส์ต่างกันคือ (4a) 1 ms (4b) 3 ms และ (4c) 5 ms ตามลำดับ



รูปที่ 4.14 แสดงภาพภาคตัดขวางบริเวณกระทบร้อนของการยิง YAG เลเซอร์ลงบนเป้าที่หมุนด้วย ความเร็ว 3000 rpm และมีความกว้างของ พัลส์ต่างกันคือ (5a) 1 ms (5b) 3 ms และ (5c) 5 ms

4.3.2 ผลของโครงสร้างของอนุภาคระดับนาโนเมตรที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD



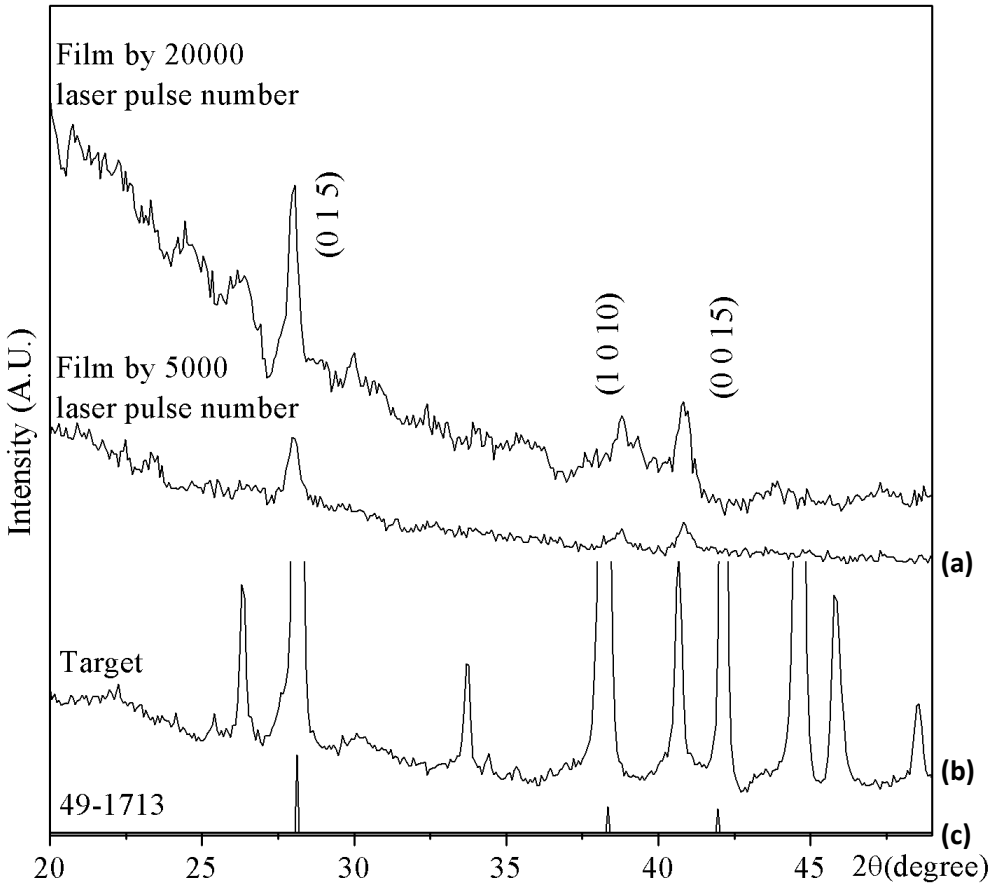
รูปที่ 4.15 แสดงลักษณะโครงสร้างของอนุภาคระดับนาโนเมตรที่เตรียมได้ เป้าเทอร์โมอิเล็กทริค และโครงสร้างของสาร $Bi_{0.5}Sb_{1.5}Te_3$ จาก JCPDS ไฟล์ลำดับที่ 49-1713 ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.15 รูปแบบของการพีคที่วิเคราะห์ด้วย XRD ของอนุภาคระดับนาโนเมตรที่เตรียมได้จากการยิงเลเซอร์ด้วยความกว้างของพัลส์ 5 มิลลิวินาที พบว่าที่พีคตำแหน่ง $2\theta = 28^0$ มีการแยกออกเป็นสองพีคที่ชัดเจนกว่าพีคของเป้าที่ใช้ และชัดเจนกว่าพีคจากสาร $Bi_{0.5}Sb_{1.5}Te_3$ จาก JCPDS ไฟล์ลำดับที่ 49-1713 ทั้งนี้อาจเป็นผลจากการที่สารอยู่ในสภาพของการเป็นอนุภาคระดับนาโนเมตร ความสามารถในการวิเคราะห์เพื่อแยกองค์ประกอบของสารจะมีความใกล้เคียงกับการวิเคราะห์ธาตุเชิงเดี่ยวมากขึ้น เนื่องจากจำนวนโมเลกุลที่อยู่ภายในอนุภาคนั้นมีจำนวนน้อยมากเมื่อเทียบกับเป้า ในขณะที่ภาพรวมของพีคที่ปรากฏทั้งหมดของอนุภาคที่เตรียมได้ ของเป้า และสารอ้างอิงนั้น ยังคงแสดงผลในทำนองเดียวกันทั้งหมด นั่นคือแสดงโครงสร้างแบบ rhombohedra ซึ่งปรากฏในระนาบ (0 1 5), (1 0 10), (1 1 0) และ (0 0 15) ตามลำดับ

4.4 ผลการทดสอบการทำฟิล์มเบื้องต้นในสุญญากาศ

4.4.1 ผลของโครงสร้างของฟิล์มที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD เมื่อใช้จำนวนพัลส์ที่แตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.16 แสดงผลของโครงสร้างของฟิล์มที่เตรียมในระบบสุญญากาศด้วยการยิง YAG เลเซอร์ลงบนเป้าของสารเทอร์โมอิเลคตริคที่เตรียมขึ้นด้วยจำนวนพัลส์ที่แตกต่างกัน โดยในการทดลองใช้จำนวนพัลส์ 2 ค่า คือ 5000 พัลส์ และ 20000 พัลส์ พบว่าลักษณะโครงสร้างที่ตำแหน่งระนาบ (0 1 5) (1 0 1 0) และ (0 0 1 5) สามารถพบได้จากฟิล์มที่เตรียมด้วยการยิงด้วยจำนวนพัลส์ 20000 พัลส์ จะมีความชัดเจนกว่าการยิงด้วยจำนวน 5000 พัลส์ เนื่องจากที่จำนวนพัลส์ที่น้อยกว่า ให้ความหนาของฟิล์มที่ได้บางเกินไปทำให้สัญญาณที่ได้จากการวัดมีค่าน้อย ในขณะที่โครงสร้างที่วัดจากเป้าที่ใช้ ให้ผลของพีคมีความสูงมากกว่า เมื่อนำข้อมูลทั้งหมดมาเทียบกับค่าที่ได้จาก JCPDS ไฟล์ลำดับที่ 49-1713 ฟิล์มที่เตรียมได้ด้วยการยิงจำนวนพัลส์ 5000 และ 20000 พัลส์ รวมทั้งเป้าที่ใช้ยังคงแสดงความเป็นโครงสร้างแบบ rhombohedra ซึ่งปรากฏในระนาบ (0 1 5), (1 0 10) และ (0 0 15) ตามลำดับ



รูปที่ 4.16 แสดงลักษณะโครงสร้างของฟิล์มเทอร์โมอิเล็กทริคที่เตรียมด้วยการยิงเลเซอร์จำนวน 20000 พัลส์เทียบกับ (a) ฟิล์มที่เตรียมด้วยการยิงเลเซอร์จำนวน 5000 พัลส์ (b) เป้าที่ใช้ (c) และสาร $Bi_{0.5}Sb_{1.5}Te_3$ จาก JCPDS ไฟล์ลำดับที่ 49-1713 (d) ตามลำดับ

4.4.2 ผลการวัด Hall effect

จากตารางที่ 2 ผลที่ได้จากการยิงเลเซอร์ลงบนเป้าด้วยจำนวนพัลส์ 5000 พัลส์ ทำให้สามารถเตรียมฟิล์มได้ความหนา 70 นาโนเมตร เมื่อนำไปวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยเทคนิค วาน เดอ พาวน์ และค่าความหนาแน่นของประจุพาหะพบว่ามีค่าเท่ากับ 2.392×10^{-4} Ω.cm และ 2.828×10^{18} cm^{-3} ตามลำดับ ในขณะที่ฟิล์มที่เตรียมด้วยการยิงจำนวน 20000 พัลส์ให้ผลไปในทำนองเดียวกันคือความหนาของฟิล์มที่เตรียมได้เพิ่มขึ้นเป็น 160 นาโนเมตร ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า และค่าความหนาแน่นของประจุพาหะเพิ่มขึ้นเป็น 9.316×10^{-3} Ω.cm และ 1.417×10^{19} cm^{-3} ตามลำดับ ซึ่งทั้งสองกรณีที่กล่าวผ่านไปยังแสดงผลเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด p-type เช่นเดียวกัน ซึ่งในการวิจัยนี้ได้ทำการเปรียบเทียบกับผลการทดลองกับงานวิจัยอื่นๆ ที่ได้ศึกษามาก่อนหน้านี้ กล่าวสรุปดังตารางที่ 3 พบว่าส่วนใหญ่จะใช้ต้นกำเนิดแสงเลเซอร์ที่มีความกว้างของพัลส์อยู่ในระดับนาโนวินาที แต่สำหรับการทดลองในงานวิจัยนี้ใช้ความ

กว้างของพัลส์อยู่ในระดับมิลลิวินาที ซึ่งให้ผลของความหนาเมื่อเทียบกับเวลาที่ใช้ในการเตรียมอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกับการวิจัยอื่นๆ อีกทั้งฟิล์มที่เตรียมได้ยังคงแสดงโครงสร้างที่คล้ายกับเป้าที่ใช้ดังแสดงผ่านไปแล้วในรูปที่ 4.15

ตารางที่ 4.9 แสดงผลที่ได้จากการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มที่เตรียมได้ในการทดสอบเบื้องต้นที่จำนวน พัลส์แตกต่างกัน

Condition	Thickness (nm)	Semiconductor type	Resistivity (Ω.cm)	Carrier concentration (cm^{-3})
5000 laser pulse number	70	p-type	2.39×10^{-4}	2.83×10^{18}
20000 laser pulse number	160	p-type	9.31×10^{-3}	1.42×10^{19}

Note: งานวิจัยนี้ใช้ความกว้างของพัลส์คงที่ 1 มิลลิวินาที อัตราการยิงที่ 10 พัลส์ต่อวินาที และพลังงานเฉลี่ย 2.6 จูลต่อพัลส์

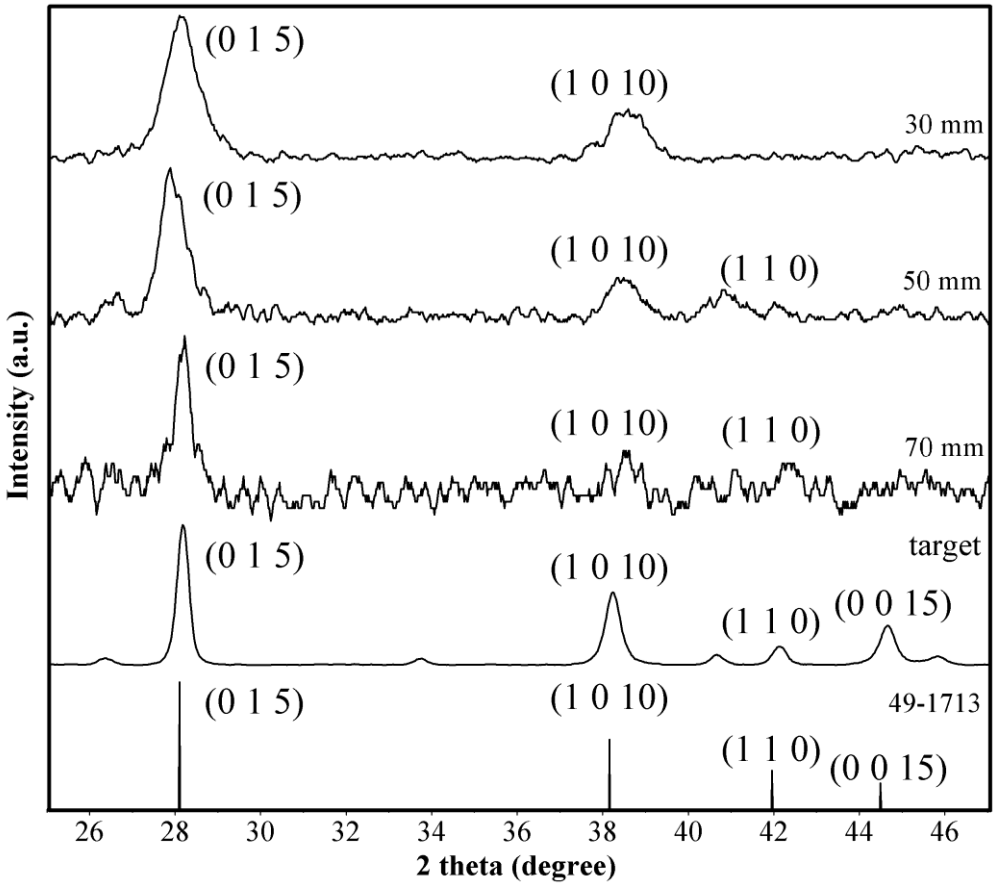
ตารางที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบผลการทดลองกับงานวิจัยอื่นๆที่ใช้ความกว้างของพัลส์เลเซอร์ แบบ Super long pulsed และแบบ short pulsed

Film	Laser : wavelength(nm)	Pulse duration	Thickness	Laser pulse number	Deposition time (min)	Ref
Bi_2Te_3	Nd:YAG : 532	10-15 ns	0.5-1 μm	30000	≈50	[3]
Bi_xTe_y	Nd:YAG : 530	10 ns	34 nm	36000	60	[9]
Bi	Nd:YAG : 532	10 ns	≈100 nm	10000	≈30	[12]
Bi	KrF : 248	23 ns	27 nm	200	≈3.5	[13]
$Bi_{0.6}Sb_{1.4}Te_3$	Nd:YAG : 1064	1 ms	70 nm	5000	≈8	This
		1 ms	160 nm	20000	≈30	work

4.5 ผลการทดสอบการทำฟิล์มเบื้องต้นที่ระยะห่างต่างๆกันของ substrate

4.5.1 ผลของโครงสร้างของฟิล์มที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD เมื่อใช้ระยะ substrate ที่แตกต่างกัน

ลักษณะทางโครงสร้างที่ตรวจวัดด้วยกราฟของ XRD แสดงให้เห็นพีคของฟิล์มที่เตรียมได้เทียบกับเป้าที่ใช้ และเทียบกับโครงสร้างมาตรฐานของสาร $Bi_{0.5}Sb_{1.5}Te_3$ ที่ได้จาก JCPDS ไฟล์ ลำดับที่ 49-1713 ผลทั้งหมดยังคงแสดงโครงสร้างแบบ rhombohedral นั่นคือปรากฏตำแหน่งพีคที่ระนาบ (0 1 5) (1 0 1 0) (1 1 0) และ (0 0 1 5) ดังแสดงในรูปที่ 4.16 ทำให้ทราบว่าการเปลี่ยนค่าระยะห่างระหว่างเป้ากับ substrate ไม่มีผลกับโครงสร้างของฟิล์มที่เตรียม



รูปที่ 4.17 แสดงกราฟโครงสร้างของฟิล์ม $Bi_{0.6}Sb_{1.4}Te_3$ ที่เกิดขึ้นบนแผ่นรองรับ ที่ตำแหน่งที่อยู่ห่างจากเป้าเป็นระยะ 30 50 และ 70 mm เทียบกับกราฟโครงสร้างของเป้าที่ใช้ยิง และโครงสร้างของสาร $Bi_{0.5}Sb_{1.5}Te_3$ จาก JCPDS ไฟล์ลำดับที่ 49-1713 ตามลำดับ

4.6 ผลของ Hall effect

เนื่องจากค่าสภาพความต้านทานของฟิล์ม มีผลโดยตรงกับระยะทางที่เคลื่อนที่ได้อย่างอิสระก่อนจะ เกิดการชนกับอนุภาคอื่น (mean free path) ของประจุพาหะ และการเปลี่ยนค่าความหนาแน่นของประจุพาหะ การชนกันระหว่างประจุพาหะกับผิวจะมีผลอย่างมากเมื่อความหนาของฟิล์มมีค่าลดลง กล่าวคือ เมื่อความหนาของฟิล์มลดลงจะทำให้ mean free path ของประจุพาหะลดลง ในขณะที่ค่าสภาพความต้านทางไฟฟ้าของฟิล์มจะเพิ่มขึ้น ในการวิจัยนี้ แสดงผลของฟิล์มบางของสาร $Bi_{0.6}Sb_{1.4}Te_3$ ที่ถูกเตรียมด้วยการใช้ตำแหน่งระยะระหว่างเป้ากับ substrate ที่ค่าต่างๆ ดังแสดงในคอนดิชัน A1 ถึง A3 เมื่อทำการเพิ่มระยะห่างระหว่างเป้ากับ substrate พบว่าผลของความหนามีแนวโน้มลดลงจาก 195 นาโนเมตร ถึง 43 นาโนเมตร ค่า Hall mobility สูงสุด จะพบได้ในคอนดิชัน A1 ซึ่งจะลดลงจาก 31.653 ถึง 2.973 cm^2/Vs ค่าความหนาแน่นของประจุพาหะจะเพิ่มขึ้นจาก 2.395 x 10^{20} ถึง 16.5 x 10^{20} cm^{-3} ซึ่งค่าความหนาแน่นของประจุพาหะที่อยู่ในช่วง 10^{20} to 10^{21} cm^{-3} เป็นค่าที่แสดงเอกลักษณ์เฉพาะของความเป็นสารกึ่งตัวนำ จากความสัมพันธ์ของค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มบางจะเป็นปฏิภาคกับสภาพความนำไฟฟ้า และความหนาของฟิล์มที่อุณหภูมิคงที่ค่าหนึ่ง เมื่อค่าสภาพนำไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์ม จะทำให้ค่า figure of merit (ZT) มีค่าเพิ่มขึ้นและส่งผลให้ประสิทธิภาพของฟิล์มมีค่าสูงขึ้นตามลำดับ ค่าความต้านทานเชิงพื้นผิวมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของความหนาของฟิล์ม มีค่าเท่ากับ 3.88 x 10^{-3} Ω/sq ถึง 19.14 x 10^{-3} Ω/sq ในขณะที่ค่าสภาพความต้านทางตามข้อกำหนด A1 ถึง A3 มีค่าเท่ากับ 7.57 x 10^{-4} 8.21 x 10^{-4} และ 8.53 x 10^{-4} Ω.cm ตามลำดับ ผลการตรวจวัดสมบัติทางไฟฟ้าของทุกกรณีที่กล่าวมานั้นสรุปได้ดังตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 แสดงค่าความความหนา สมบัติทางไฟฟ้า และผลของการวัด Hall effect ของฟิล์ม $Bi_{0.6}Sb_{1.4}Te_3$

Conditions	Target to substrate distance (mm)	Thickness (nm)	Sheet resistance (10^{-3} Ω/sq.)	Resistivity (10^{-4} Ω.cm)	Hall mobility (cm^2/Vs)	Carrier concentration (10^{20} cm^{-3})
A1	30	195.0	3.88	7.57	31.653	2.395
A2	50	81.9	10.41	8.21	6.944	8.498
A3	70	42.9	19.14	8.53	2.973	16.5