บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางของสารกึ่งตัวนำ SnS โดยวิธีซัลเฟอไรเซชัน

3.1.1 การเตรียมแผ่นฐานรองรับที่เป็นกระจกสไลด์ (งามนิตย์, 2559; ฐิตินัย, 2558)

1. ทำความสะอาดแผ่นกระจกสไลด์ด้วยน้ำยาล้างจาน
2. นำแผ่นกระจกสไลด์ไปความสะอาดด้วยน้ำปลอดประจุที่ล้างในอ่างอัลตราโซนิก เป็นเวลา 10 นาที 3 ครั้ง
3. ล้างแผ่นกระจกสไลด์ด้วยอะซีโตน ในอ่างอัลตราโซนิก เป็นเวลา 10 นาที
4. ล้างกระจกสไลด์ด้วยเอธานอล ในอ่างอัลตราโซนิก เป็นเวลา 10 นาที
5. นำแผ่นกระจกสไลด์ไปทำความสะอาดด้วยน้ำปลอดประจุที่ล้างในอ่างอัลตราโซนิกอีกครั้ง เป็นเวลา 10 นาที 3 ครั้ง
6. นำแผ่นกระจกสไลด์ไปเป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน
7. บรรจุแผ่นกระจกสไลด์ในถุงเพื่อนำไปใช้สำหรับการเตรียมฟิล์มบางของโลหะดีบุกเคลือบบนแผ่นฐานรองรับที่เป็นกระจกสไลด์ โดยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงต่อไป

3.1.2 การเตรียมฟิล์มบางของโลหะดีบุกโดยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง (ฐิตินัย, 2558;งามนิตย์, 2558)

1. ทำความสะอาดกระจกสไลด์ และแผ่นสแตนเลสด้วยอะซีโตนเพื่อกำจัดไขมันและเช็ด ทำความสะอาดให้แห้ง
2. วางกระจกสไลด์ลงบนที่วางชิ้นงานในภาชนะสุญญากาศ จัดตำแหน่งของท่อก๊าซอาร์กอนให้อยู่ในตำแหน่งที่ถูกต้อง โดยใช้ท่อก๊าซอาร์กอนอยู่ด้านบนใกล้กับเป้าสารเคลือบ
3. ปิดฝาด้านบนของภาชนะสุญญากาศให้สนิท ต้องระวังการบิดเบี้ยวของยางวงแหวน (o-ring)
4. เริ่มทำการสูบอากาศออกนอกภาชนะสุญญากาศ ตามขั้นตอนการเปิดเครื่อง
5. ทำการสูบอากาศออกจากห้องสุญญากาศด้วยปั๊มดิฟฟิวชันและปั๊มกลโรตารีจนกระทั่งความดันลงต่ำลงถึงระดับ 10^{-5} ทอร์ จากนั้นจึงค่อยๆ ป้อนแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ระบบผ่านทางวาล์วรูเข็ม ส่งผลให้ความดันในห้องสุญญากาศค่อยๆเพิ่มขึ้น สเกล

ความดันตัวบนจะอ่านได้เท่ากับ 1.0×10^{-1} ทอร์ และสเกลตัวล่างจะอ่านได้ในระดับ 10^{-5} ทอร์

6. เปิดสวิตช์แหล่งจ่ายไฟกระแสตรงแรงดันสูง ค่อยๆ ปรับแรงดันไฟตรงให้เพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ จนถึงประมาณ 220-250 โวลต์ พลาสมาจะเริ่มปรากฏให้เห็นเป็นสีม่วง
7. ค่อยๆ ปรับแรงดันไฟตรงให้เพิ่มขึ้นต่อไปอีกและลดปริมาณการไหลของก๊าซอาร์กอนลงอีก จุดประสงค์เพื่อให้กระแสเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ และพลาสมาจะเริ่มจุดติดที่กระแสประมาณ 0.04 แอมแปร์ แต่ถ้ากระแสเกิน 0.1 แอมแปร์แล้ว พลาสมาจะดับ
8. ถ้าพลาสมาดับเราจะต้องเริ่มต้นใหม่ตามข้อที่ 5
9. ปรับแรงดันไฟตรงให้เพิ่มขึ้นต่อไปอีกอย่างช้าๆ จนถึง 420 โวลต์ ในขณะเดียวกันต้องลดความดันแก๊สลงให้สเกลตัวบนอ่านได้เป็น 3.7×10^{-3} ทอร์ ทำการเปิดชัตเตอร์เพื่อเริ่มเคลือบฟิล์มบางโลหะดีบุกลงบนแผ่นฐานรองรับ ใช้เวลาในการเคลือบฟิล์มบาง เป็นเวลา 10 นาที การเลือกใช้แรงดันไฟตรง 420 โวลต์ และความดันแก๊ส 3.7×10^{-3} ทอร์ นับว่าเป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ฟิล์มบางของโลหะดีบุกที่มีคุณภาพดี ผิวหน้าเรียบเป็นมันวาว มีรูพรุนน้อย
10. เมื่อทำการทดลองจนครบกำหนดเวลาที่ตั้งไว้ ปิดแหล่งจ่ายไฟของการสปัตเตอริง แล้วรอจนกระทั่งห้องสุญญากาศเย็นลง แล้วจึงปิดสวิตช์ชัตเตอร์ของปั๊มดิฟฟิวชัน รอจนกระทั่งปั๊มดิฟฟิวชันเย็นแล้วจึงปิดสวิตช์ปั๊มกลโรตารี ขั้นต่อไปก็คือ เปิดลีควาล์วเพื่อให้อากาศภายนอกเข้าสู่ระบบจนเราสามารถเปิดฝาภาชนะสุญญากาศออกได้ แล้วหยิบชิ้นงานออกมาข้างนอก
11. ก่อนนำชิ้นงานใหม่ใส่ลงในภาชนะสุญญากาศเพื่อทำการทดลองครั้งต่อไป ต้องทำความสะอาดภาชนะสุญญากาศและเป้าสารเคลือบ ถ้าไม่ทำความสะอาดก่อน อาจทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอหรือเกิดร่องรอยที่ทำให้ผิวหน้าของชิ้นงานไม่เรียบในการทดลองครั้งต่อไปได้
12. เมื่อใส่ชิ้นงานใหม่เรียบร้อยแล้ว ปิดฝาของภาชนะสุญญากาศแล้วเริ่มทำการสูบอากาศออกอีกครั้งเพื่อทำการทดลองครั้งต่อไป

ภาพที่ 3.1 ภาพถ่ายเครื่องดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

3.1.3 การเตรียมฟิล์มบางของสารกึ่งตัวนำ SnS โดยวิธีซัลเฟอไรเซชัน (งามนิตย์, 2530; ฐิตินัย, 2530)

ฟิล์มบางของโลหะดีบุกที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง จะถูกนำมาผ่านกระบวนการซัลเฟอไรเซชัน โดยใช้ซัลเฟอร์บริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์ ประมาณ 0.5 กรัม บรรจุในกล่องกราไฟต์ แล้วทำการแอนนีล ที่อุณหภูมิ 300, 350, 400, 450 และ 500 องศาเซลเซียส ขั้นตอนการแอนนีลคือ

1. เปิดวาล์วที่ถังก๊าซไนโตรเจนก่อนให้วาล์วละเอียดอยู่ที่ 50 กิโลปาสคาล
2. ตรวจสอบวาล์วหมายเลข 1, 2, 3 และ 4 ให้อยู่ในตำแหน่งปิด
3. เสียบปลักซ์ไฟปั๊มกลโรตารีเพื่อให้ปั๊มทำงาน ตรวจสอบสายยางระบายอากาศเสียออกสู่ภายนอกห้อง จากนั้นจึงค่อยๆ เปิดวาล์วหมายเลข 4 ช้าๆ เพื่อดูดอากาศออกจากหลอดแก้วให้หมด แล้วจึงปิดวาล์วหมายเลข 4
4. เปิดวาล์วหมายเลข 1 ช้าๆ โดยให้สเกลใน G1 ไม่เกิน 4 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว (ไม่เช่นนั้นหลอดซิลิก้าเจลอาจจะระเบิดได้) ให้วาล์วหมายเลข 2 อยู่ในตำแหน่งเปิดสูงสุดเสมอ
5. พยายามปรับวาล์วหมายเลข 1 ให้ก๊าซไนโตรเจนไหลช้าๆ โดยดูจากสเกลใน G3 เพิ่มขึ้นเต็มสเกล แล้วจึงปิดวาล์วหมายเลข 1

6. ทำการดูดอากาศออกจากท่อแก้วโดยการเปิดวาล์วหมายเลข 4 รอให้สเกล G3 ลดลงต่ำสุด (เท่ากับ -30 มิลลิเมตรปรอท)
7. ปิดวาล์วหมายเลข 4
8. เริ่มทำซ้ำตามข้อ 3, 4 และ 5 ตามลำดับ อีก 2 ครั้ง เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มี O_2 เหลืออยู่ (ถ้าเหลืออยู่ก็ควรจะน้อยมากๆ)
9. ปิดวาล์วหมายเลข 4
10. เปิดวาล์วหมายเลข 1 ให้แก๊ซไหลเข้าไปในท่อแก้วจนความดันในสเกล G3 เพิ่มขึ้นเต็มสเกล และเปิดวาล์ว V3 ให้อยู่ในตำแหน่งสูงสุด ให้สังเกตุฟองอากาศปุดขึ้นอย่างช้าๆ ถ้าฟองอากาศปุดขึ้นเร็วมากให้ลดอัตราการไหลเข้าของแก๊สโดยปรับที่วาล์วหมายเลข 1 โดยที่สเกล G1 ต้องไม่เกิน 4 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
11. คอยตรวจสอบวาล์วหมายเลข 1 อย่างสม่ำเสมอเพื่อไม่ให้สเกล G1 เพิ่มขึ้นสูงเกินไปหรือลดต่ำจนเกินไปจากนั้นจึง เพิ่มอุณหภูมิให้แก่เตาตามต้องการ เพื่อเป็นการรักษาอุณหภูมิของเตาให้คงที่ จะต้องใช้ เซรามิกไฟเบอร์อุดที่หัวเตาและท้ายเตา เพื่อป้องกันการไหลของลมเย็นเข้าไปในเตา
12. กดโหมด (mode) ให้ไฟขึ้นที่โหมดแล้วก็กดปุ่มขึ้นลงเพื่อเลือกอุณหภูมิที่ต้องการ
13. ใช้เวลาแอนนีลประมาณ 60 นาที เมื่อครบกำหนดแล้วให้ปิดสวิตช์ (power off) ของแหล่งจ่ายกระแสไฟฟ้า (power supply) แล้วเอาเซรามิกไฟเบอร์ออก (สวมถุงมือและหน้ากาก)
14. เมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส ทำการปิดวาล์วทุกตัว
15. จากนั้นรอให้เตาเย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง นำฟิล์มบางของสารตัวอย่างออกจากเตาแอนนีล

ภาพที่ 3.2 ภาพถ่ายระบบเตาแอนนีล