# บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

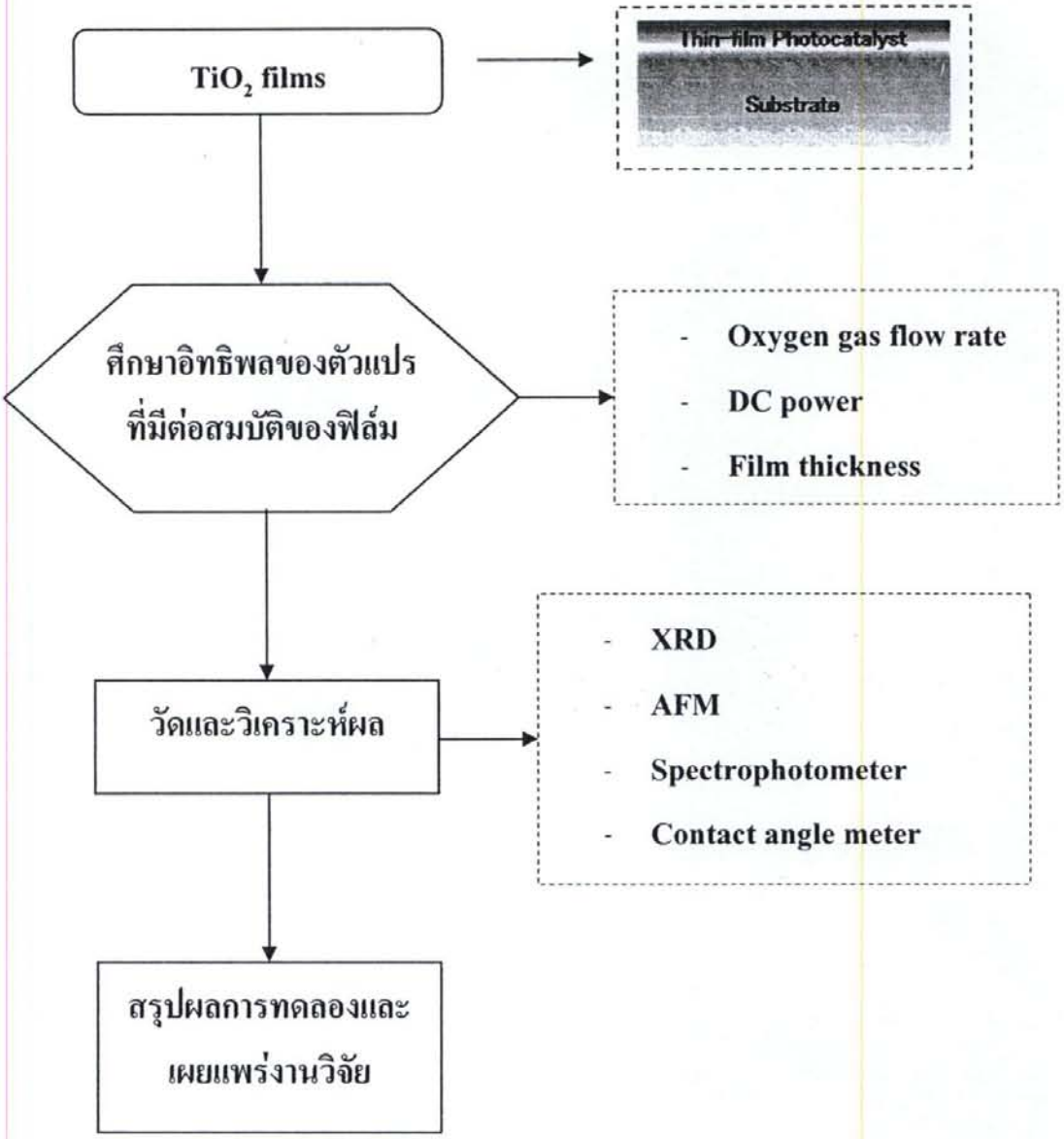
## 3.1 วิธีดำเนินการวิจัย

1. ค้นคว้างานวิจัยที่เกี่ยวข้องสำหรับเป็นข้อมูลในการศึกษาฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์
2. ศึกษาหลักการ ทฤษฎี และการใช้งานเครื่อง D.C. Reactive Magnetron Sputtering
3. ตั้งสมมติฐานและกำหนดเงื่อนไขสำหรับการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์
4. สังเคราะห์ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ด้วยเครื่อง D.C. Reactive Magnetron Sputtering
5. นำฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ได้แก่ สมบัติทางโครงสร้าง ทางแสง และสภาพชอบน้ำ
6. สรุปผลหาเงื่อนไขที่เหมาะสมของการเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ ลงบนกระจกโดยเทคนิคการเคลือบแบบ D.C. Reactive Magnetron Sputtering เพื่อเป็นกระจก Self-cleaning
7. เขียนรายงานการวิจัยและเผยแพร่ให้แก่ผู้สนใจ

ในการศึกษาเพื่อเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์นั้น มีขั้นตอนการวิจัยดังรูปที่ 3.1 โดยเริ่มต้นจากการศึกษา ค้นคว้างานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์เพื่อนำไปใช้เป็นฟิล์มที่สามารถทำความสะอาดตัวเองได้ ทั้งนี้ผู้วิจัยได้สนใจเกี่ยวกับการเคลือบฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง เนื่องจากให้อัตราการเคลือบฟิล์มที่สูง ฟิล์มสามารถยึดเกาะกับ Substrate ได้ดี แต่ในขั้นตอนการเตรียมนั้นก็จะมีตัวแปรที่ส่งผลต่อสมบัติของฟิล์มไม่ว่าจะเป็น สมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางแสง และสมบัติทางโฟโตคะตะลิซิส โดยตัวแปรที่จะศึกษามีดังนี้

- อัตราการป้อนก๊าซออกซิเจน (Oxygen gas flow rate)
- ค่ากำลังไฟฟ้าที่ป้อนให้กับเป้าสารเคลือบ (DC power)
- ความหนาของฟิล์ม (Film thickness)

ฟิล์มที่เตรียมได้จะถูกนำมาทดสอบสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางแสง และสมบัติทางโฟโตคะตะลิซิส โดยใช้เครื่อง XRD, AFM, Spectrophotometer และ Contact angle meter หลังจากนั้นนำผลที่ได้มาวิเคราะห์และสรุปผลการทดลองเพื่อเผยแพร่งานวิจัยต่อไป




**รูปที่ 3.1** แผนภาพแสดงขั้นตอนการวิจัยสำหรับศึกษาตัวแปรต่อสมบัติของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

## 3.2 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

โดยทั่วไปภายหลังจากการเคลือบฟิล์มจำเป็นต้องมีการวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติของฟิล์มว่าเป็นไปตามต้องการหรือไม่ ในกรณีของฟิล์ม Self-cleaning ที่เคลือบลงบนแก้ววิธีการตรวจสอบสมบัติของฟิล์มที่เป็นมาตรฐานยังไม่มีการกำหนดไว้ชัดเจนแต่ก็มีวิธีการที่ยอมรับกันทั่วไปเท่าที่ค้นหาได้จากรายงานวิจัยต่าง ๆ หลายวิธี ที่สำคัญและใช้กันค่อนข้างมาก คือ การทดสอบสมบัติโฟโตคะตะลิซิสของฟิล์ม จากการป้ายสารบางอย่างบนฟิล์ม แล้วดูการสลายตัวของสารเหล่านั้นภายใต้การฉายแสง UV ด้วยการวัดการเปลี่ยนสี หรือการดูดกลืนแสงสารที่ป้ายไปบนฟิล์ม [3] ตลอดจนการวัดอัตราเร็วในการกลับมาเป็นสภาพชอบน้ำของฟิล์มด้วยการวัดค่า Contact angle ของหยดน้ำบนฟิล์ม

นอกจากสมบัติ Self-cleaning ของฟิล์มแล้วยังต้องวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีอื่น ๆ ของฟิล์มอีกด้วย เพื่อให้ทราบว่าฟิล์มที่ได้มีสมบัติที่เหมาะกับการประยุกต์ใช้งาน รวมทั้งเพื่อประโยชน์ในการทดลองเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์ม และการปรับปรุงประสิทธิภาพของฟิล์ม Self-cleaning ให้สอดคล้องกับการใช้งานต่อไป สมบัติของฟิล์มดังกล่าวอาจจะเป็นเรื่องทั่วไปที่ต้องทราบในการประยุกต์ใช้งานฟิล์มบางเช่น ความหนา ความแข็ง ความคงทนของฟิล์ม การสะท้อนและการส่งผ่านของแสง เป็นต้น และยังมีสมบัติของฟิล์มที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการใช้งาน ซึ่งจะส่งผลมาถึงการออกแบบผลิตภัณฑ์ เช่น โครงสร้างทางจุลภาคและ Surface roughness ของฟิล์ม โครงสร้างทางผลึกของชั้นฟิล์ม รวมทั้งส่วนผสมของ Crystal phase ต่าง ๆ ภายในฟิล์ม สมบัติทางแสงของวัสดุฟิล์ม (n,k) ค่า Optical band gap ของฟิล์ม องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์ม และ การนำไฟฟ้าของฟิล์ม จะเห็นได้ว่าเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มมีหลากหลาย เท่าที่พบในรายงานเทคนิคที่ใช้เป็นหลักได้แก่ Scanning electron microscopy (SEM), Atomic force microscopy (AFM), X-ray diffraction (XRD), UV-Vis Spectrophotometry, Spectroscopic ellipsometry (SE), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman scattering, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), Secondary ion mass spectroscopy (SIM), Rutherford back scattering spectroscopy (RBS), และ Profilometry เป็นต้น

ดังนั้นการวัดและวิเคราะห์ฟิล์ม Self-cleaning อาจแบ่งออกได้คร่าว ๆ ดังนี้

1. การทดสอบโฟโตคะตะลิซิส เน้นความเป็นไฮโดรฟิลิก
2. โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม
3. โครงสร้างผลึกของฟิล์ม
4. ความหนาของฟิล์ม
5. สมบัติทางแสงของฟิล์ม

## 3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ทำการวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้มีเครื่องมือและอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้โดยสามารถจำแนกได้ ดังนี้

### 3.3.1 สารเคมีและวัสดุ

| สารเคมีและวัสดุ | เกรดที่ใช้และแหล่งที่มา |
|---|---|
| อะซีโตน | จาก บริษัท วิทยาศรม จำกัด |
| ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ | เกรด Analytic Regent จาก บริษัท Carlo Ebba |
| น้ำกลั่น | น้ำ D.I. Water Purification System จากเครื่อง Millipore S.A. รุ่น ZFRX05020+ZMQS5VO |

| สารเคมีและวัสดุ | เกรดที่ใช้และแหล่งที่มา |
|---|---|
| น้ำยาล้างจาน | ร้านค้าทั่วไป |
| กระดาษเช็ดเลนส์ | Double Rings LENS Cleaning Tissue 10×15 cm |
| กระดาษฟอยล์ | Aluminum M Foil 37(1/2) SQ. Heavy FT. Duty |
| ถุงมือยาง, ถุงนิ้ว | จาก Inter cots Inter World group. |
| ถุงซิป | 8×12.5 cm จากร้านค้าทั่วไป |
| ก๊าซอาร์กอน | ความบริสุทธิ์ 99.99% จาก บริษัท TIG |
| ก๊าซออกซิเจน | ความบริสุทธิ์ 99.7% จาก บริษัท TIG |
| กระจกสไลด์ | Superior micro slide Germany ขนาด 76×26 mm หนา 0.96-1.06 mm |
| แผ่นเป้าไททาเนียม | ความบริสุทธิ์ 99.97% เส้นผ่าศูนย์กลาง 3″ หนา 1/8″ |

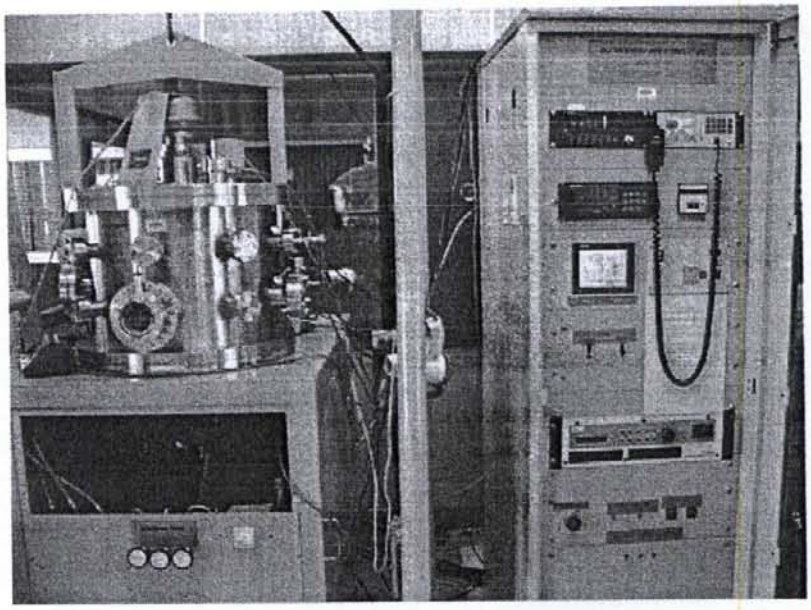
**3.3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือในการเตรียมฟิล์ม**

**- อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทำความสะอาดและเตรียมกระจก มีดังนี้**

| | |
|---|---|
| 1. เครื่องอัลตร้าโซนิกส์ | ยี่ห้อ Cole-Parmer |
| 2. เครื่องเป่าลม | ยี่ห้อ Philips compact power 1000 W |
| 3. บีกเกอร์ | ยี่ห้อ Hysil 250,1000 ml Boro |
| 4. ปากคีบสแตนเลต | ทั่วไป |
| 5. กล่องเก็บกระจกสไลด์ | ทั่วไป |

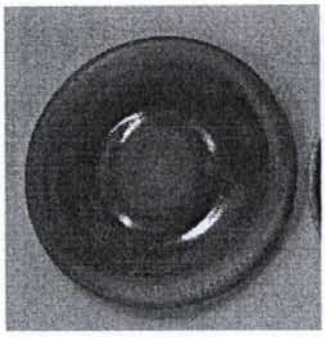
**- เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์**

ในการวิจัยจะใช้เครื่อง DC Pulse Magnetron Sputtering Torus 3″ UHV Sputtering Model SC101 ดังรูปที่ 3.2 ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือจาก ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี รูปที่ 3.3 และ 3.4 แสดงขั้วแคโทดซึ่งเป็นทองแดงและเป้าไททาเนียมตามลำดับ



**รูปที่ 3.2** เครื่อง DC Pulse Magnetron Sputtering

**รูปที่ 3.3** ขั้วแคโทดภายในแชมเบอร์



**รูปที่ 3.4** เป้าไททาเนียมที่ใช้ในการวิจัย

องค์ประกอบของเครื่องเคลือบฟิล์มสุญญากาศระบบ DC Pulse Magnetron sputtering มีดังนี้

1. หัวสปัตเตอริงเป็นชนิดแมกนีตรอนสปัตเตอริงใช้กับเป้าสารเคลือบที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้ว และหนาได้สูงสุด 2/8 นิ้ว สามารถจ่ายกำลังได้ทั้งแบบ DC หรือ DC Pulse
2. แหล่งจ่ายกำลังเป็นแบบ DC Pulse ขนาด 5 kW โดยแหล่งจ่ายกำลังสามารถควบคุมการจ่ายกำลังได้ทั้งในโหมดของ แรงดัน กระแส และกำลังในช่วง 0 – 5 กิโลวัตต์ ในช่วงความถี่ตั้งแต่ 0 – 100 กิโลเฮริตซ์
3. ห้องสุญญากาศเป็นแบบ Cylindrical เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 18 นิ้ว สูง 15 นิ้ว แผ่นฐาน (Base Plate) ทำจาก โลหะสแตนเลสเบอร์ 304 มีความหนา 1 นิ้วและขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 22 นิ้ว เป็นที่สำหรบติดตั้งหัวสปัตเตอริงและ Manual Shutter และหัววัดความหนา (Thickness Gauge Monitor)
4. แผ่นฝาปิดด้านบน (Top Plate) แผ่นฐานทำจากโลหะสแตนเลสเบอร์ 304 มีความหนา 1 นิ้ว และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 22 นิ้ว เป็นที่สำหรับติดตั้ง Rotating Substrate, Thermocouple Feed through และ Substrate Heating
5. อุปกรณ์วัดความดันภายในห้องสุญญากาศ (Pressure Measurements) หัววัดความดันมีอยู่ 2 ชนิด Convection Gauge จำนวน 2 หัว โดยหัวที่ 1 ต่ออยู่กับผนังทางด้านข้างของห้องสุญญากาศ ส่วนหัวที่ 2 ต่ออยู่ที่บริเวณช่องอากาศทางเข้าโรตารี่ปั๊มสำหรับวัดความดันในช่วง 760 -$10^{-3}$ Torr ที่ช่วงความดันต่ำจะใช้ Cold cathode จำนวน 1 หัว โดยต่ออยู่ทางด้านข้างของผนังห้องสุญญากาศสำหรับวัดความดันในช่วง $10^{-3}$ ถึง $10^{-8}$ Torr นอกจากนี้ยังมีเกจวัดความดันในช่วงการสปัตเตอริง (Baratron Capacitance Manometer) โดยวัดความดันในช่วง $10^{-2}$ - $10^{-4}$ Torr ซึ่งต่ออยู่ด้านข้างของผนังสุญญากาศ
6. อุปกรณ์วัดความหนาของฟิล์ม (Film Thickness Monitor) อุปกรณ์วัดความหนาของฟิล์มเป็นแบบ Quartz Crystal Sensor Head โดยมีช่วงความถี่ของผลึกอยู่ระหว่าง 5.0 - 6.0 MHz ที่ความเที่ยงตรง 0.05 Hz ความละเอียดในการวัดความหนาอยู่ในระดับ 0.0617 อังสตรอม โดยหัววัดความหนาของฟิล์มมีระบบระบายความร้อนด้วยน้ำและติดตั้งอยู่ที่แผ่นฐาน (แต่ยังไม่สามารถใช้งานได้)
7. อุปกรณ์ควบคุมการไหลของก๊าซ Mass Flow Transducer ขนาดอัตราการไหล 100 sccm ติดตั้งอยู่ทางตอนล่างของห้องสุญญากาศ เพื่อทำการปล่อยก๊าซเข้าห้องสุญญากาศสำหรับการทำสปัตเตอริงแบบ Reactive และ Mass Flow Transducer มีขนาดอัตราการไหล 200 sccm ติดตั้งอยู่ทางตอนล่างของห้องสุญญากาศต่อเข้ากับ Port ที่หัวสปัตเตอริง เพื่อทำการปล่อยก๊าซในการทำการสปัตเตอริง ชุดกำลังและแสดงผล ในระบบอุปกรณ์ควบคุมการไหลของก๊าซใช้รุ่น MKS 247 ในการควบคุมและปรับตั้งรวมถึงแสดงผลในการจ่ายเข้าสู่ห้องสุญญากาศ

8. ระบบควบคุมแบบสัมผัสหน้าจอ เป็นอุปกรณ์ควบคุมการทำงานของอุปกรณ์ทั้งหมดภายในระบบสามารถทำการควบคุมการทำงานของ Rotary Pump, Turbo Molecular Pump และ Substrated Heater Control
9. Hoist System คืออุปกรณ์ที่ช่วยในการเปิดปิดฝาทางตอนบน (Top Plate) ของระบบห้องสุญญากาศ ทำการขับขึ้นลงด้วยเกียร์และรอกโซ่ เพื่ออำนวยความสะดวกแก่ผู้ใช้ โดยมีสวิตซ์ควบคุมเฉพาะห้อยอยู่กับตัวรอกโซ่

ขั้นตอนการใช้งานของเครื่อง DC Reactive Magnetron sputtering แบ่งออกเป็น

1. เปิดระบบ Cooling-Water Supply และ Air Supply ความดันที่เปิด ~$1\times10^{-3}$ mbar
2. เปิด Switch สำหรับสุญญากาศ
3. กด Start บนจอ PLC เพื่อให้ Rotary Pump ทำงาน
4. รอจนความดันต่ำประมาณ $5\times10^{-2}$ mbar แล้วกด Turbo Molecular Pump ให้ทำงาน
5. เมื่อได้ความดันสุญญากาศพื้นฐาน (Base Pressure) แล้วตรวจสอบความเรียบร้อยของระบบ Work Holder อยู่ตำแหน่งถูกต้อง ชัตเตอร์ต้องอยู่ในตำแหน่งปิด หน้าเป้า
6. ปล่อยก๊าซเข้าระบบจนระดับความดันสุญญากาศคงที่
7. Turn on DC Pulse Power Supply และปรับระดับกำลังทิ้งไว้สักครู่เพื่อทำความสะอาดแหล่งกำเนิดก่อน
8. เปิดชัตเตอร์ เพื่อทำการเคลือบ และเพิ่มกำลังสปัตเตอริงไปสู่ระดับที่ต้องการหลังจากครบเวลาในการสปัตเตอริงที่ต้องการ ให้ปิดชัตเตอร์และ Switch off Magnetron Power Supply
9. ปิดก๊าซ
10. กดปุ่ม Off Turbo Molecular Pump รอให้ความเร็วลดลงแล้วกดปุ่ม Off High Vacuum Valve บนจอทัสกรีน จากนั้นเปิด Vent Valve ที่ Chamber เพื่อให้ Vacuum Chamber ไปสู่ ATM
11. หยิบ Sample ออกดูผลงาน
12. เปลี่ยน Sample ใหม่ปิด Vent Valve ที่ Chamber ปิดฝา Chamber
13. กด Roughing เพื่อทำความดันใน Chamberให้ถึง $5\times10^{-2}$ mbar
14. กด On Turbo Molecular รอให้ได้ Base Pressure ที่ต้องการแล้วทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 5.

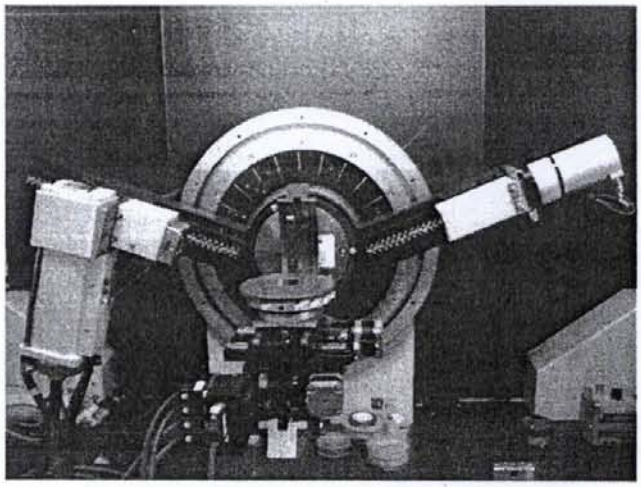
**3.3.3 เครื่องมือทดสอบและวิเคราะห์ฟิล์ม**

**การศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง**

**- เครื่อง X-Ray Diffractrometer**

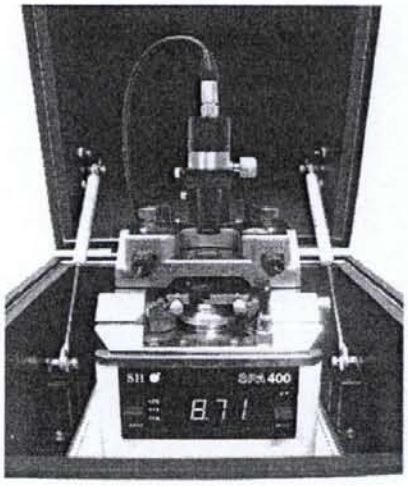
เทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (Diffraction Analysis) ได้มีการนำมาใช้เพื่อการแยกแยะโครงสร้างของสารที่ใช้ในการเคลือบ โดยการวิเคราะห์อาศัยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนกับ

มาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ของสารนั้นนั้น ดังนั้น X-Ray Diffraction เป็นอุปกรณ์สำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่สะท้อนจากผลึก ใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของคลื่น



**รูปที่ 3.5 เครื่อง X-Ray Diffractrometer**

- **เครื่อง AFM,** SII SPA 400, Seiko ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ
ทดสอบโครงสร้างพื้นผิวและอนุภาคบนพื้นผิวในระดับนาโนโดยอาศัยแรงดูดและผลักกันของอะตอม




**รูปที่ 3.6** Atomic force microscope

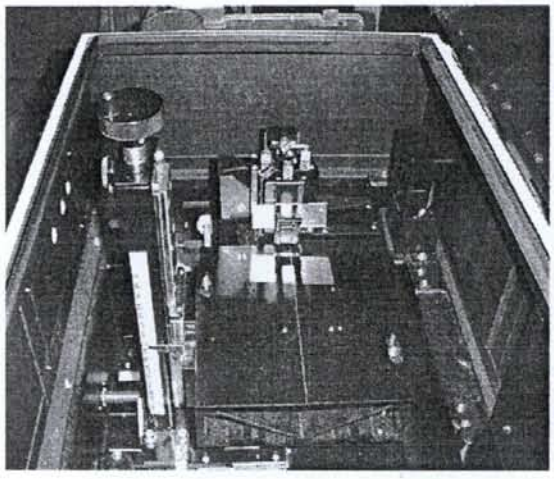
**การศึกษาสมบัติทางแสง**

**- เครื่อง Spectrophotometer**

ยี่ห้อ UV-VIS-IR MPC 3100 บริษัท SHIMADZU Co, Ltd. สายวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า ธนบุรี

การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางในการวิจัยนี้จะใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spectrophotometer) รุ่น UV-VIS-NIR 3100 (Shimadzu Co., LTD) ซึ่งใช้แหล่งกำเนิดแสงจากหลอดดิวทิเรียม ในช่วงความยาวคลื่น 190-393 นาโนเมตร และหลอดฮาโลเจนที่ความยาวคลื่นช่วง 282-2500 นาโนเมตร โดยให้ความยาวคลื่นทีละความถี่สแกนผ่านชิ้นงานที่จะศึกษา เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์นี้สามารถทดสอบสมบัติทางแสงได้ 2 ค่า คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง (Transmittance, %T) และค่าเปอร์เซ็นต์การสะท้อนแสง (Reflectance, %R) โดยช่วงความยาวคลื่นที่ใช้อยู่ในช่วงความยาวคลื่น 190 – 2500 นาโนเมตร ซึ่งทำการวัดเทียบกับตัวมาตรฐานในที่นี้คือ แบเรียมซัลเฟต ($Ba_2SO_4$)

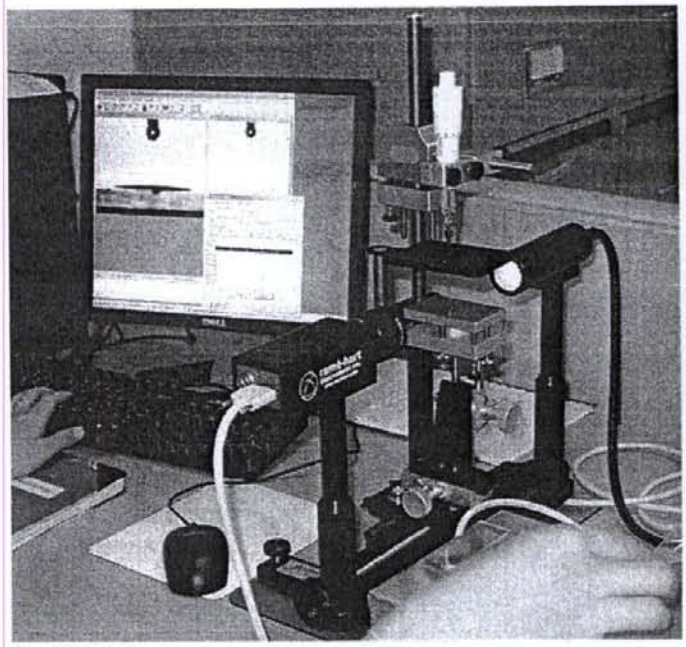
**รูปที่ 3.7** เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์



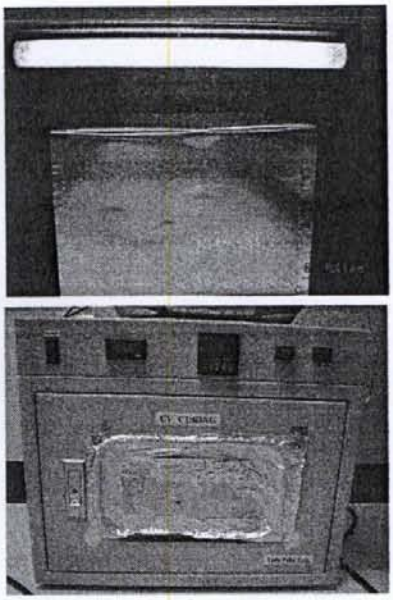
**รูปที่ 3.8** ภายในเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

**เครื่อง Contact angle meter**

ในการศึกษาความชอบน้ำของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์นั้นจะนำฟิล์มไปอาบรังสี UV ก่อน แล้วทำการหยดน้ำลงบนฟิล์มพร้อมกับวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำกับผิวฟิล์ม



(ก)



***UV-A 10 W***
***Intensity 1.2 mW/cm$^2$***

(ข)

**รูปที่ 3.9** (ก) Contact angle meter และ (ข) แหล่งกำเนิดแสงยูวีความเข้ม 1.2 mW/cm$^2$