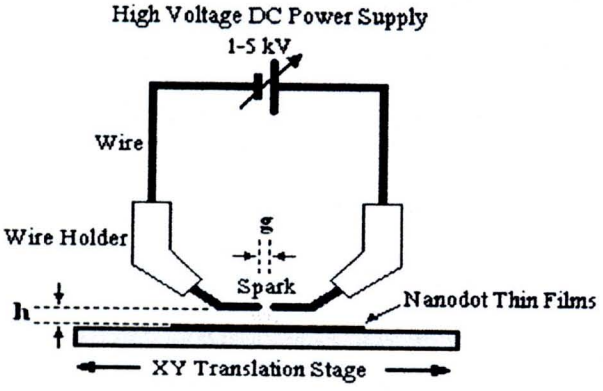
บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงการทดลองเตรียมฟิล์มบางของอนุภาคโลหะอะลูมิเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์ด้วยเทคนิคการสปาร์ค โดยอาศัยหลักการของการทำให้เกิดอนุภาคนาโนด้วยกลไกการสปาร์คของอากาศ (gas discharge) ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในบทที่ 2 โดยเทคนิคนี้ถือได้ว่าเป็นเทคนิคใหม่ที่ใช้การตกสะสมของอนุภาคนาโนจนเกิดเป็นฟิล์มบางของอนุภาคนาโนขึ้น ฟิล์มบางจะเกิดขึ้นจากการเพิ่มค่าความต่างศักย์แรงดันสูงให้กับลวดจนเกิดการสปาร์คเกิดขึ้น ทำให้ก้อนอนุภาคขนาดเล็ก (ขนาดระดับนาโนเมตร) ตกมายังกระจกสไลด์ที่วางอยู่บนแท่นเลื่อนที่สามารถเคลื่อนที่ได้ในแนวระนาบ (XY Translation Stage) ดังรูปที่ 3.1



รูป 3.1 แสดงหลักการเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิคสปัตเตอริงด้วยการสปาร์ค

จากนั้นนำฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์บนกระจกสไลด์ที่เตรียมได้จากกระบวนการสปาร์คมาวิเคราะห์เพื่อศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างและความหนาของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope SEM) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope AFM) ศึกษาสมบัติการส่งผ่านและการสะท้อนแสงของฟิล์มบางด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrometer

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 อะซิโตน (Acetone, C_3H_6O)

3.1.2 เมธิลแอลกอฮอล์ (Methyl alcohol, CH_3OH)

3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์ ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 ชุดอุปกรณ์สังเคราะห์ฟิล์มบางของอนุภาคนาโนด้วยวิธีสปาร์ค

3.2.2 ลวดอะลูมิเนียมบริสุทธิ์ 99.999% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm ของบริษัท Advent Research Materials

3.2.3 ลวดไทเทเนียมบริสุทธิ์ 99.8% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm ของบริษัท Advent Research Materials

3.2.4 ลวดสังกะสีบริสุทธิ์ 99.999% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 mm ของบริษัท Advent Research Materials

3.2.5 ลวดวาเนเดียมบริสุทธิ์ 99.8% ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm ของบริษัท Advent Research Materials

3.2.6 แผ่นแก้วสไลด์ ยี่ห้อ SAIL BRAND หนา 1-1.2 mm

3.2.7 เครื่องอัลตราโซนิก รุ่น TRANSSONIC 310 ขนาด 1 L ของบริษัท Elma ประเทศเยอรมนี

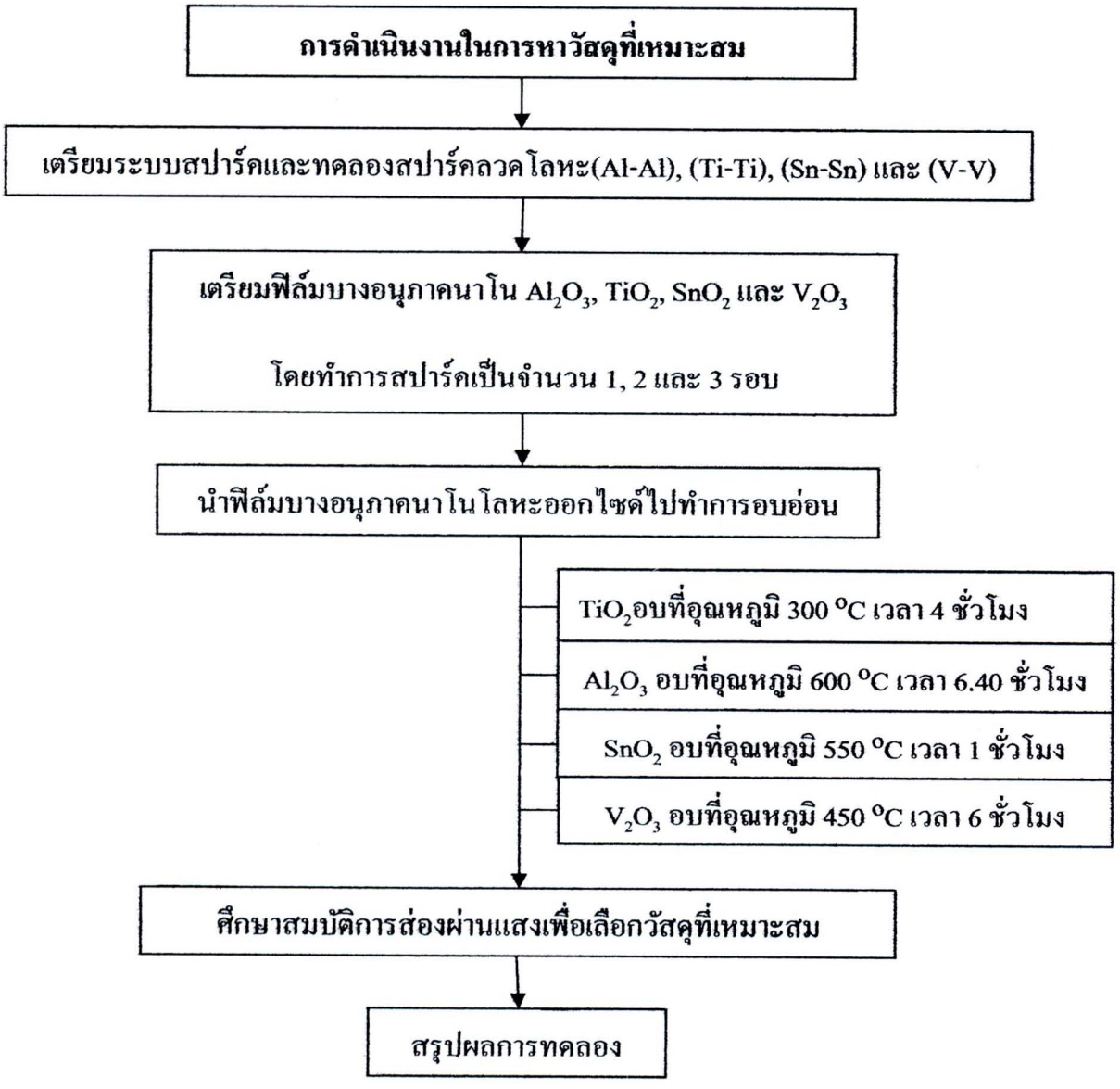
3.2.8 เตาสำหรับอบฟิล์มบาง

3.2.9 เครื่อง UV-Visible spectroscopy

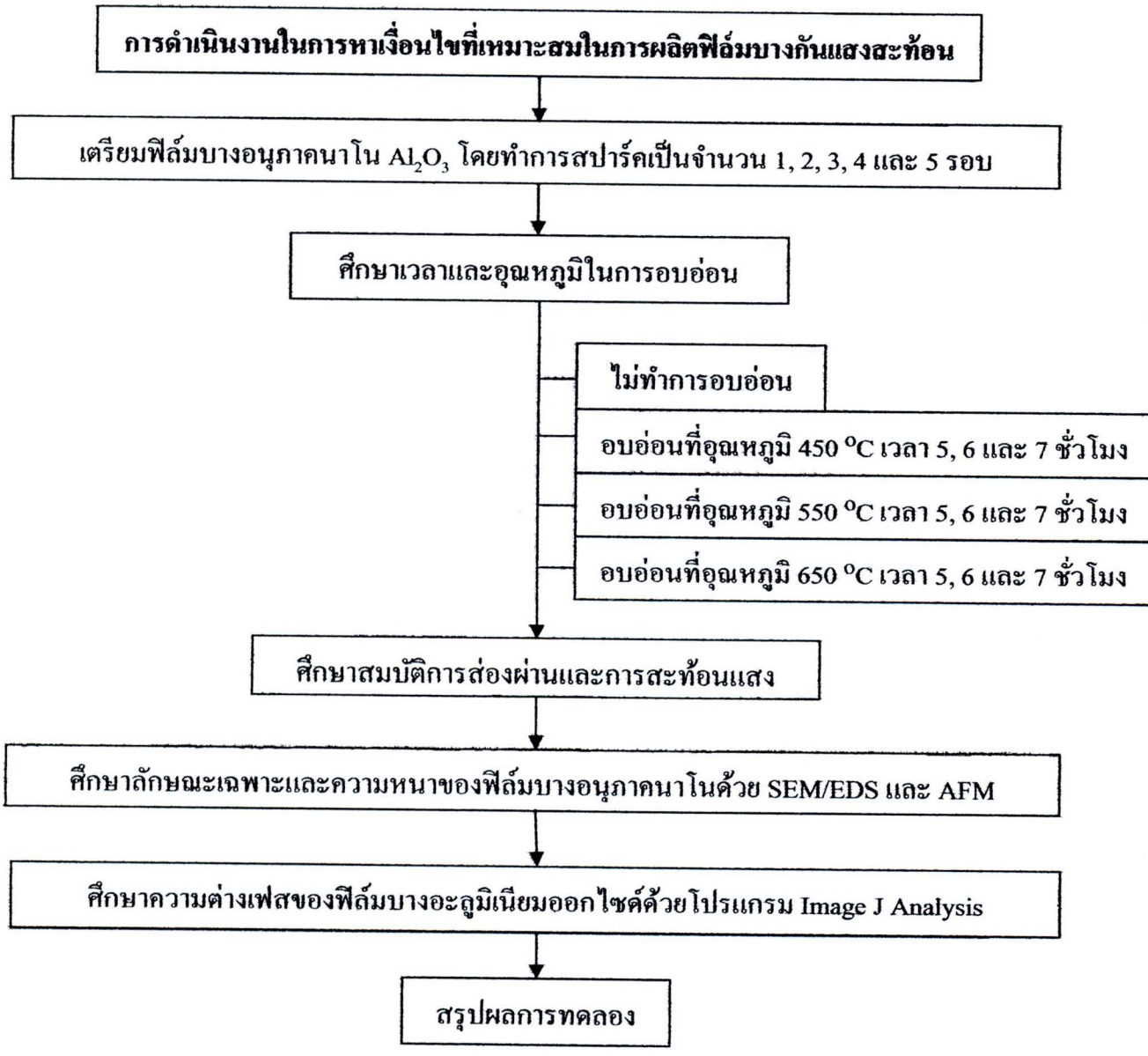
3.2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พร้อมติดตั้งเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) รุ่น JSM-6335F ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

3.2.11 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) รุ่น Nano Scope ®IIIa ของบริษัท Veeco Digital Instruments

3.3 ขั้นตอนการทดลอง



รูป 3.2 แผนผังขั้นตอนการทดลองในการหาวัสดุที่เหมาะสม



รูป 3.3 แผนผังขั้นตอนการทดลองในการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการผลิตฟิล์มบางนาโนอะลูมิเนียมออกไซด์เพื่อใช้เป็นผิวเคลือบกันแสงสะท้อน

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 วิธีการทดลองเพื่อหาวัสดุที่เหมาะสม

1. เตรียมกระจกสไลด์หนา 1 mm ขนาด 1×1 cm^2
2. ทำความสะอาดกระจกสไลด์ โดยการสั่นอัลตร้าโซนิกในน้ำ เมธิลแอลกอฮอล์ และอะซีโตน จากนั้นนำไปเป่าด้วยไดร์ให้แห้งสนิท
3. จัดเตรียมอุปกรณ์สปาร์ค ได้แก่ ลวดอะลูมิเนียม, ลวดไทเทเนียม, ลวดสังกะสี และลวดวาเนเดียม โดยให้ลวดมีระยะห่างระหว่างปลายลวด 1 mm ระยะความสูงของปลายลวดกับกระจก 1 mm
4. สปาร์คลวด Al, Ti, Sn และ V บนกระจก 1×1 cm^2 1 h โดยทำการสปาร์คเป็นจำนวน 1, 2 และ 3 รอบ 2 ชุดการทดลอง
5. ชุดการทดลองที่ 1 ไม่ต้องทำการอบอ่อน แต่สำหรับชุดการทดลองที่ 2 ทำการอบอ่อนฟิล์มบางตามรายละเอียดข้างล่างนี้
   - TiO_2 ที่อุณหภูมิ 300°C ใช้เวลา 4 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติในเตาอบแบบท่อ
   - Al_2O_3 ที่อุณหภูมิ 600°C ใช้เวลา 6 ชั่วโมง 40 นาที ในบรรยากาศปกติในเตาอบแบบท่อ
   - SnO_2 ที่อุณหภูมิ 550°C ใช้เวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติในเตาอบแบบท่อ
   - V_2O_3 ที่อุณหภูมิ 450°C ใช้เวลา 6 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติในเตาอบแบบท่อ
6. ศึกษาสมบัติการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3, TiO_2, SnO_2 และ V_2O_3 ด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrometer
7. สรุปผลเบื้องต้นในการหาวัสดุที่เหมาะสมนำมาทำเป็นผิวเคลือบกันแสงสะท้อนโดยเทคนิควิธีการสปาร์ค

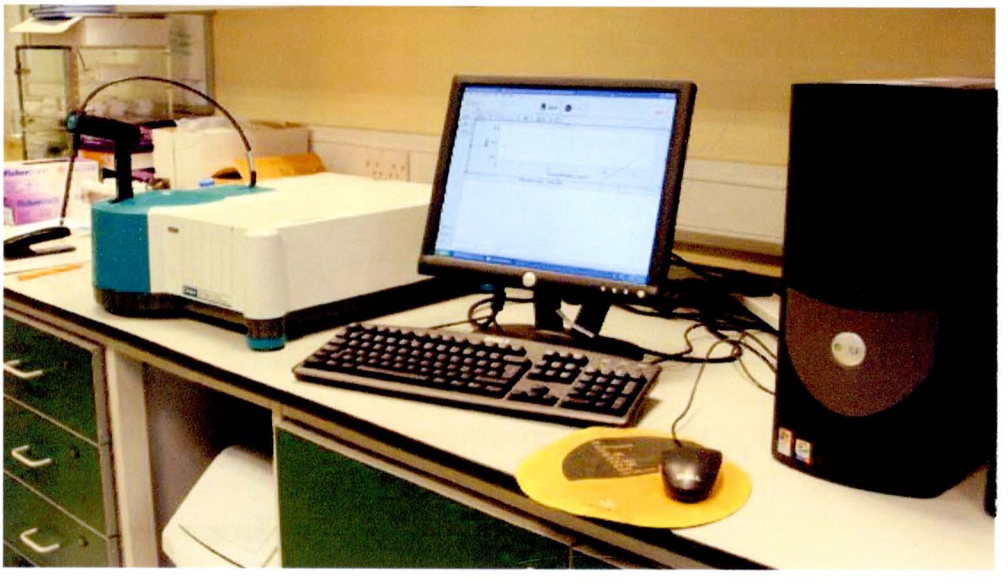
3.4.2 วิธีการทดลองเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการผลิตฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์เพื่อให้ในการนำไปทำเป็นผิวเคลือบกันแสงสะท้อน

1. เตรียมกระจกสไลด์หนา 1 mm ขนาด 1×2 cm^2
2. ทำความสะอาดกระจกสไลด์ โดยการสั่นอัลตร้าโซนิกในน้ำ เมธิลแอลกอฮอล์ และอะซีโตน จากนั้นนำไปเป่าด้วยไดร์ให้แห้งสนิท
3. จัดเตรียมอุปกรณ์สปาร์คลวดอะลูมิเนียม โดยให้ลวดมีระยะห่างระหว่างปลายลวด 1 mm ระยะความสูงของปลายลวดกับกระจก 1 mm
4. สปาร์คลวด Al บนกระจก 1×2 cm^2 1 h โดยทำการสปาร์กเป็นจำนวน 1, 2, 3, 4 และ 5 รอบ
5. อบฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่อุณหภูมิ 450°C, 550°C และ 650°C ใช้เวลา 5, 6 และ7 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติในเตาอบแบบท่อ
6. ศึกษาสมบัติการส่งผ่านและการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrometer
7. ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและตัววิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์
8. ศึกษาความหนาแน่นของฟิล์มบางด้วยโปรแกรม Image J version
9. ศึกษาความหนาของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม
10. สรุปและวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.5 การศึกษาการส่องผ่านและการสะท้อนแสง

3.5.1 UV-Visible Spectrophotometer

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่า ความเข้มของแสง ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่างซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงรังสียูวีหรือแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

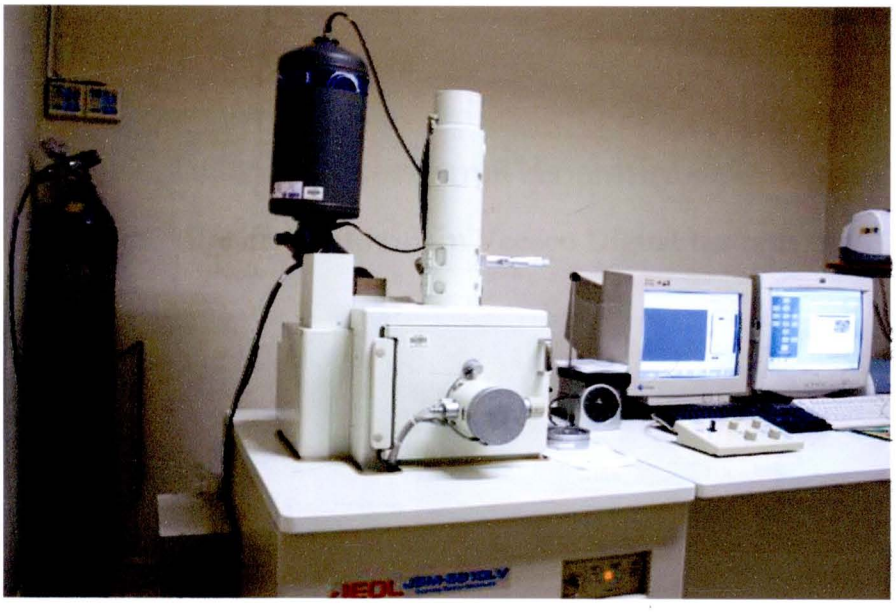


รูป 3.4 เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer VARIAN รุ่น Cary 50 Conc

3.6 การศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมี

3.6.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น JSM 5910LV (รูปที่ 3.4) ทำงานในภาวะสุญญากาศต่ำในช่วง 1-270 ปาสคาล ความแยกชัดในสุญญากาศต่ำจะมีค่าเท่ากับ 4.5 มิลิเมตร ศักย์เร่งอิเล็กตรอนปรับเปลี่ยนได้ในช่วง 0.330 กิโลวัตต์ ชิ้นงานขนาดใหญ่ที่สุดที่สามารถบรรจุได้ คือ 20 เซนติเมตร มีระบบคอมพิวเตอร์ควบคุมให้ง่ายต่อการใช้งาน ติดตั้งพร้อม secondary electron detector, backscattered electron detector และ energy-dispersive X-ray microanalyser



รูป 3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) JEOL รุ่น JSM 5910LV

3.6.2 การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

ตัววิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy dispersive X-ray; EDX) จะติดตั้งคู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานจะใช้ศึกษาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของสารตัวอย่าง โดยมีหลักการการทำงาน คือ เมื่ออิเล็กตรอนชนกับสารตัวอย่างจะเกิดการถ่ายเทพลังงานทำให้อิเล็กตรอนมีระดับพลังงานสูงขึ้น

หากพลังงานนั้นมากพอจนสามารถเอาชนะแรงยึดเหนี่ยวของนิวเคลียสได้ อิเล็กตรอนจะหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระ อิเล็กตรอนในระดับพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่และปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า เรียกว่า "รังสีเอกซ์" [23]

3.7 การหาค่าร้อยละความต่างเฟส

ในการวิเคราะห์ความต่างเฟสของผิวเคลือบจะวิเคราะห์โดยการใช้โปรแกรมวิเคราะห์ภาพถ่าย Image J version การหาร้อยละความต่างเฟสของพื้นผิวจะทำได้โดยการแยกสีที่มีความแตกต่างกันแล้วประมวลผลออกมาเป็นร้อยละความต่างเฟสของพื้นผิว

3.8 ศึกษาความหนาของฟิล์มบาง

3.8.1 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ความหนาของชิ้นงานที่ได้จากการสปาร์คโดยใช้เครื่อง AFM รุ่น Nano Scope ® IIIa ซึ่งผลิตโดยบริษัท Veeeco Digital Instruments

รูป 3.6 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) Veeco Digital Instruments รุ่น Nano Scope ® IIIa

รูป 3.7 แสดงเครื่องสปาร์คที่ต่อเข้ากับหม้อแปลงไฟฟ้ากำลังไฟสูง

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย