

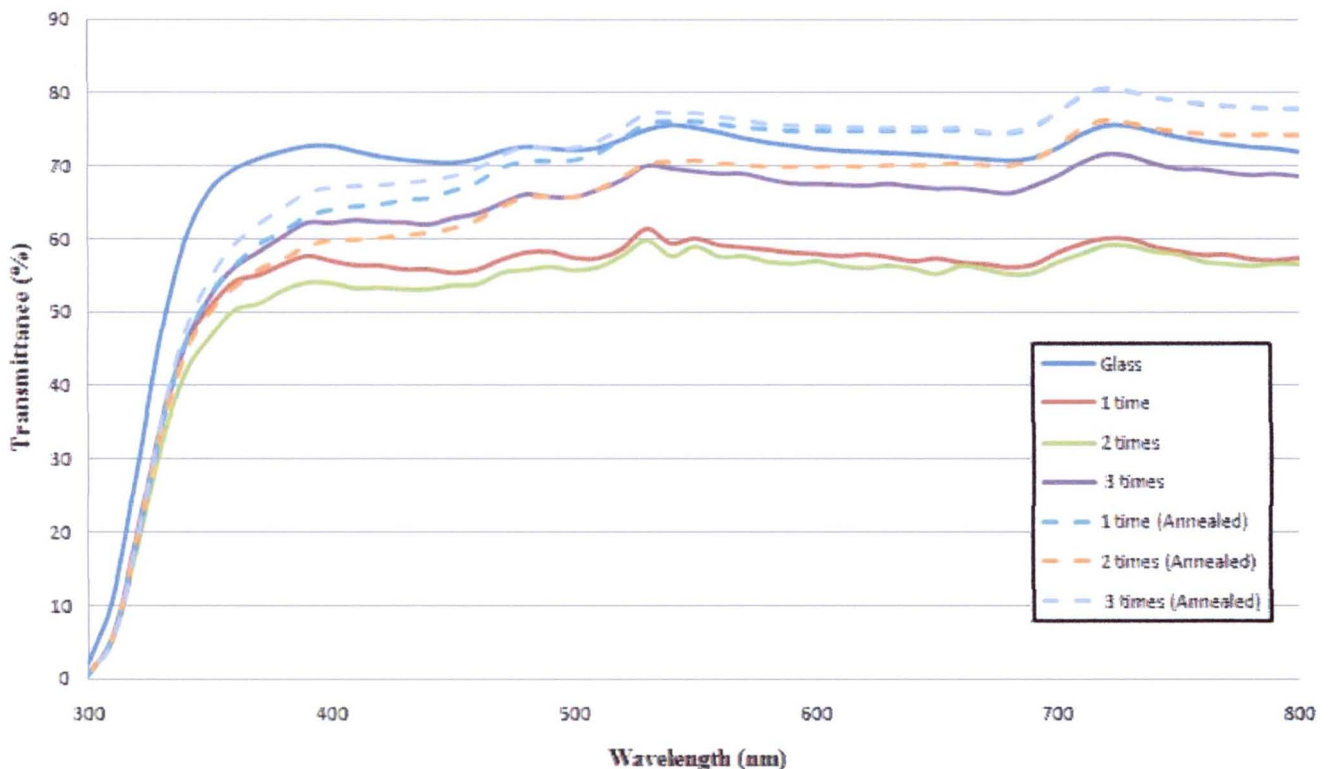


บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

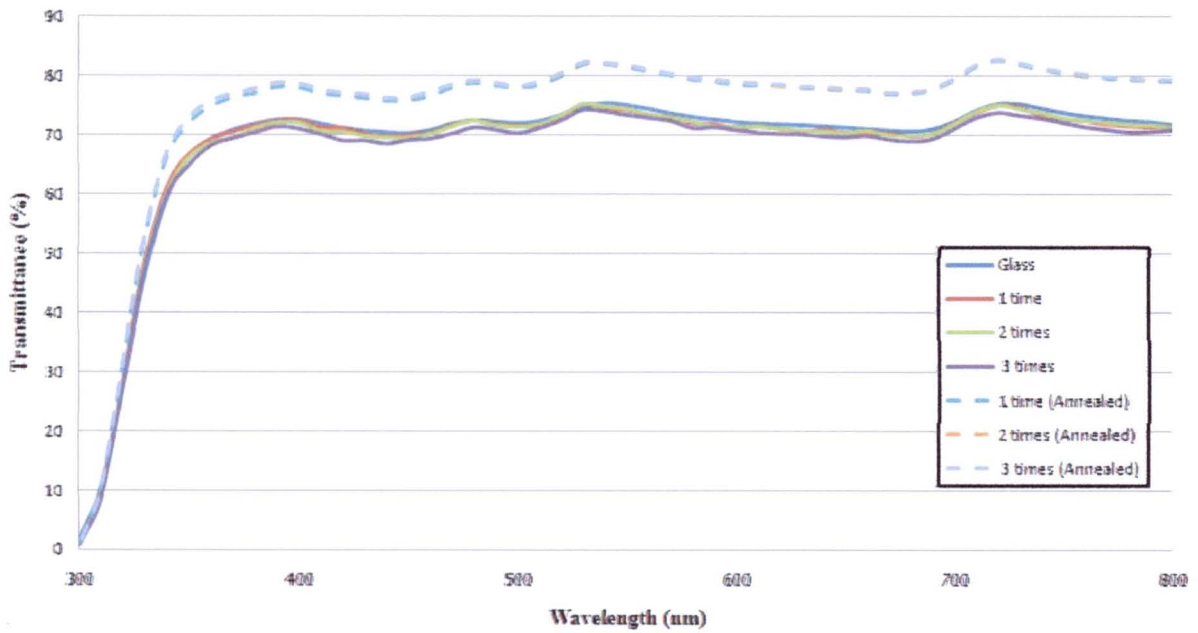
4.1 การวิเคราะห์สมบัติการส่งผ่านแสงในวัสดุต่างๆ

ในบทนี้จะนำเสนอผลการวิเคราะห์ สมบัติการส่งผ่านแสงของวัสดุ 4 ประเภท ได้แก่ TiO_2 , Al_2O_3 , SnO_2 และ V_2O_5 ซึ่งการวิเคราะห์นี้จะวิเคราะห์เพื่อหาวัสดุที่เหมาะสมที่จะนำไปทำเป็นผิวเคลือบกันแสงสะท้อนที่ได้จากเทคนิควิธีการสปาร์ก โดยในแต่ละวัสดุจะทำการสปาร์กเป็นจำนวน 1, 2 และ 3 รอบ จำนวน 2 ชุดการทดลอง โดยชุดที่ 1 ไม่ทำการอบอ่อน ชุดที่ 2 อบอุ่นที่อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสม ซึ่งศึกษาได้จากการทดลองที่เคยมีมาก่อนนี้นั่นเอง

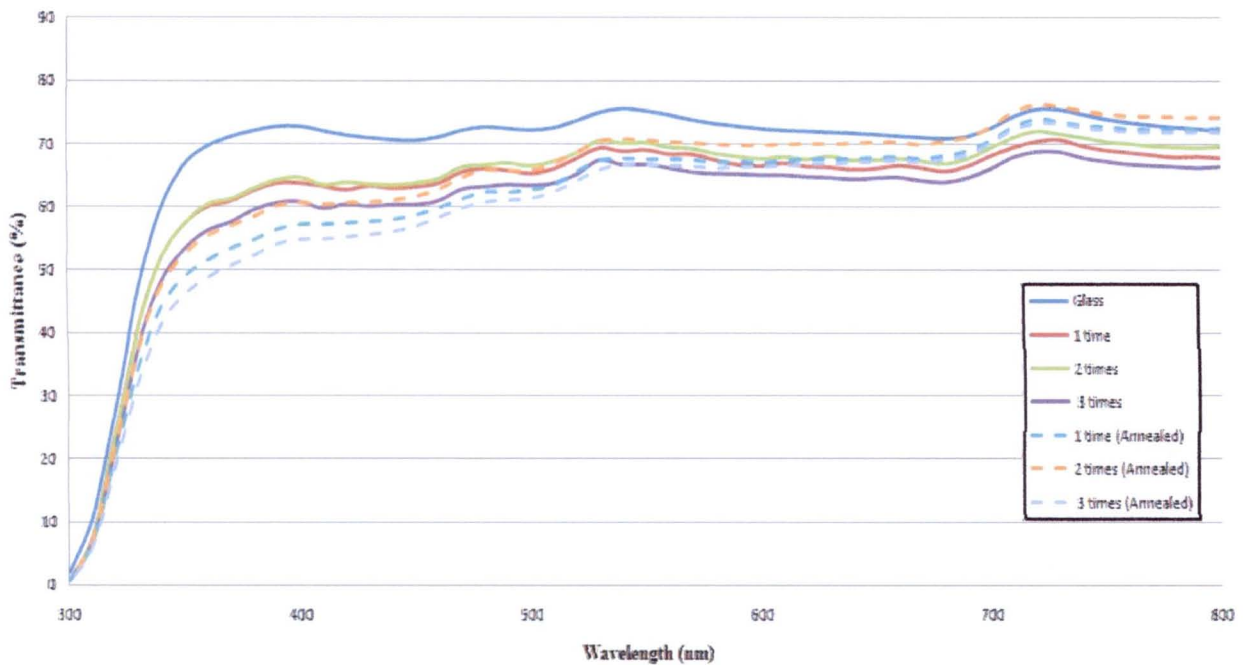


รูป 4.1 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง TiO_2 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

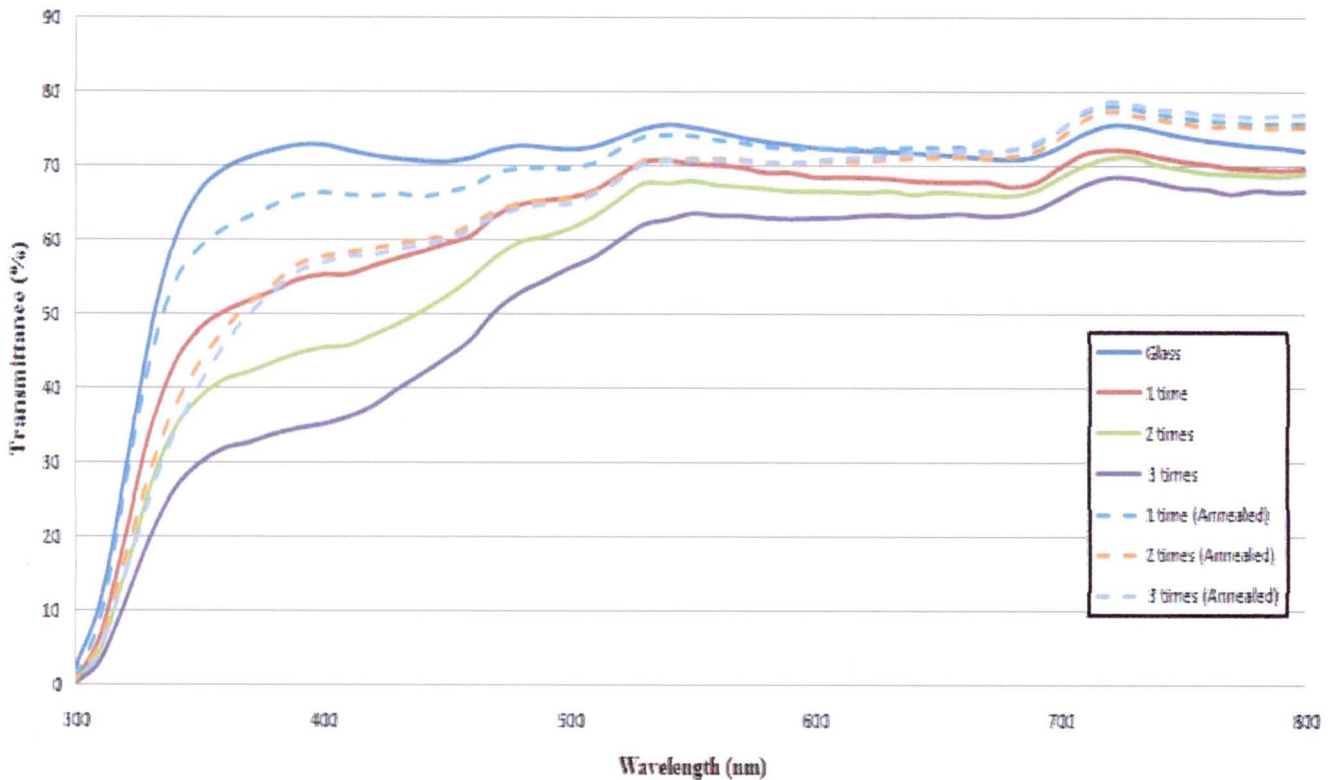
300°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เทียบกับที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อน



รูป 4.2 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง 40 นาทีเทียบกับที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อน



รูป 4.3 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง SnO_2 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเทียบกับที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อน



รูป 4.4 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง V_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงเทียบกับที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อน

จากการศึกษาสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางวัสดุแต่ละชนิดดังแสดงในรูปที่ 4.1 ถึง 4.4 พบว่าในช่วงความยาวคลื่นที่ 400-700 nm ฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง 40 นาที จะให้ค่าการส่งผ่านแสงที่ค่อนข้างคงที่ตลอดทั่วทั้งช่วงของแสงขาว และมีค่าการส่งผ่านแสงอยู่ที่ประมาณ 75% ซึ่งเป็นค่าที่ทำให้การส่งผ่านแสงสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุตัวอื่น ได้แก่ TiO_2 , SnO_2 และ V_2O_3 ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากค่าดัชนีหักเหของ Al_2O_3 มีค่าที่ใกล้เคียงกับกระจก และเมื่อทำการคำนวณค่าดัชนีหักเหเชิงทฤษฎีที่เหมาะสม พบว่าการผลิตผิวเคลือบกันแสงสะท้อนควรมีค่าดัชนีหักเหของฟิล์มบางอยู่ที่ 1.23 ซึ่งฟิล์มบาง Al_2O_3 มีค่าดัชนีหักเหอยู่ที่ 1.63 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าเชิงทฤษฎีมากที่สุดอีกเช่นกัน ดังนั้นจึงเป็นวัสดุที่เหมาะสมในการนำมาผลิตเป็นผิวเคลือบกันแสงสะท้อนโดยเทคนิควิธีการสปาร์ก

การคำนวณหาค่าดัชนีหักเหเชิงทฤษฎีเพื่อหาวัสดุที่เหมาะสมในการนำมาผลิตฟิล์มเคลือบกันแสงสะท้อนโดยเทคนิควิธีการสปาร์ก

จากสมการที่ 2.2

$$n_1 = \sqrt{n_0 n_2}$$

เมื่อ n_0 = ค่าดัชนีหักเหของอากาศ ($n = 1$)

n_1 = ค่าดัชนีหักเหของฟิล์มเคลือบกันแสงสะท้อนเชิงทฤษฎี

n_2 = ค่าดัชนีหักเหของชั้นสเตรตซึ่งในที่นี้เป็น กระจก ($n = 1.52$)

$$n_1 = \sqrt{(1)(1.52)}$$

$$n_1 = 1.23$$

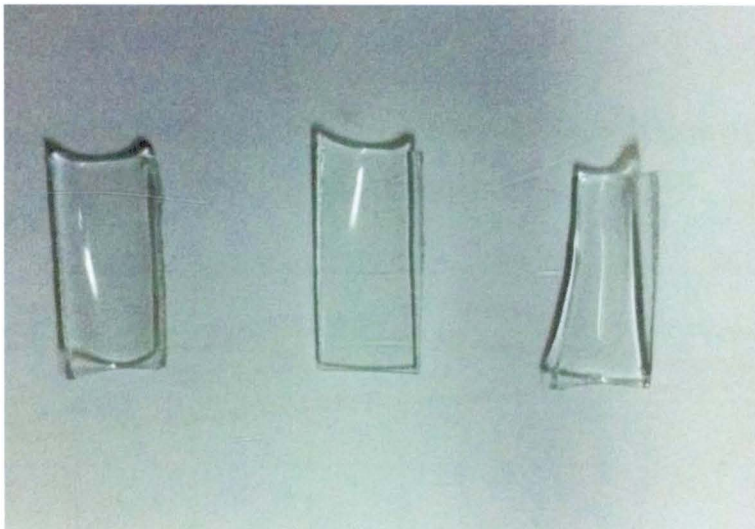
ตาราง 4.1 ตารางแสดงค่าดัชนีหักเหของวัสดุ [3, 27]

วัสดุฟิล์มเคลือบ	ค่าดัชนีหักเหที่ความยาวคลื่น 550 nm
กระจก	1.52
TiO ₂	2.2-2.4
Al ₂ O ₃	1.63
SnO ₂	2.006
V ₂ O ₃	-

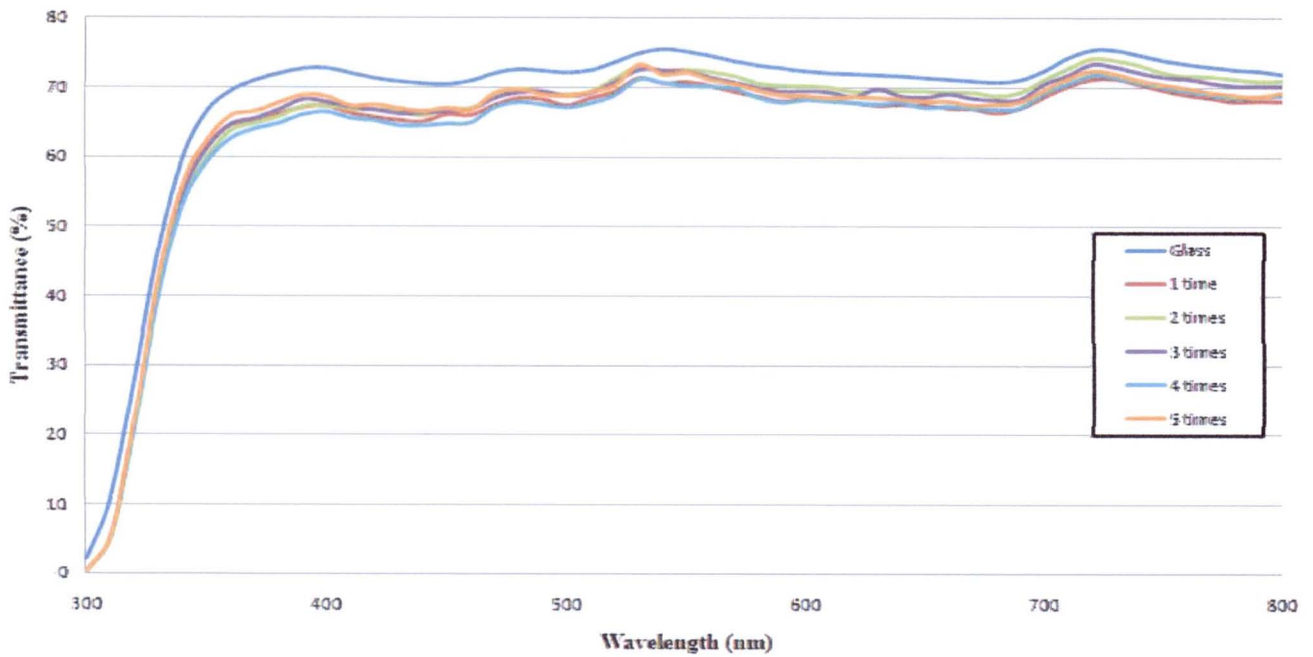
4.2 การวิเคราะห์สมบัติการส่งผ่านและการสะท้อนแสงของ Al_2O_3

4.2.1 การวิเคราะห์การส่งผ่านแสง

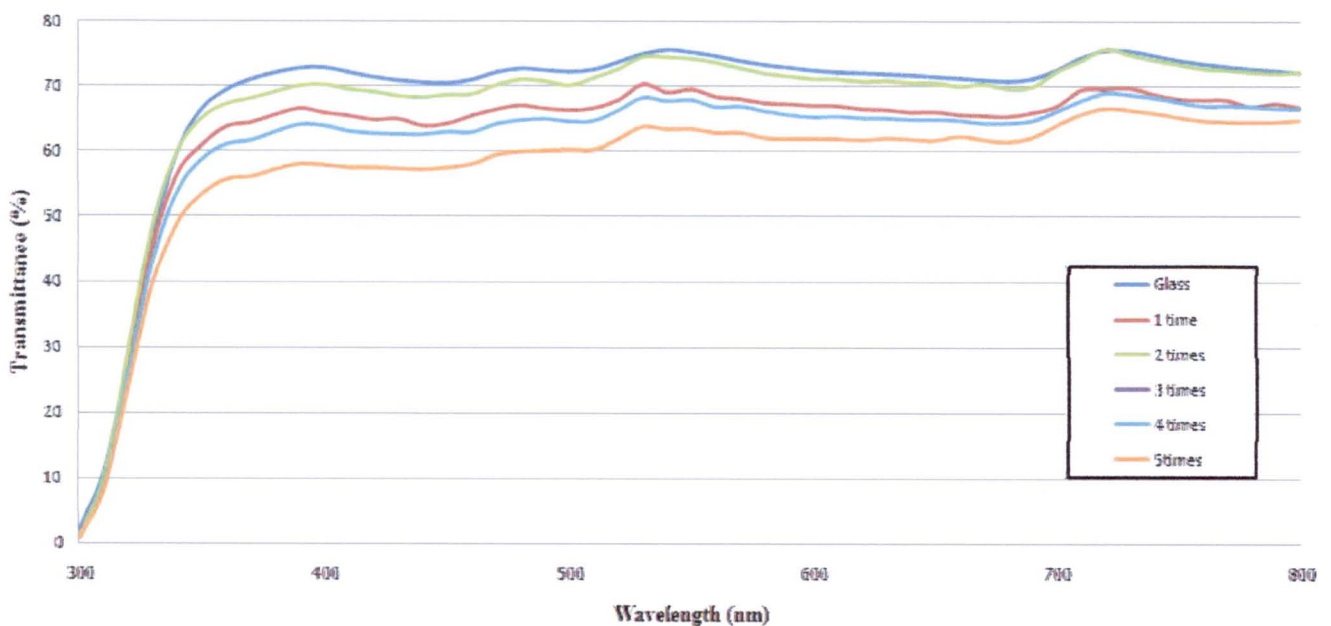
เนื่องจากเมื่อทำการอบอ่อนฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เคลือบอยู่บนกระจกที่อุณหภูมิ 650°C แล้วพบว่ากระจกที่ได้มีการหลอมละลายดังรูปที่ 4.5 จึงไม่สามารถนำไปทำการวัดวิเคราะห์สมบัติใดๆ ได้ ดังนั้นจึงสามารถแสดงผลการทดลองเพียงการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C และ 550°C เท่านั้น



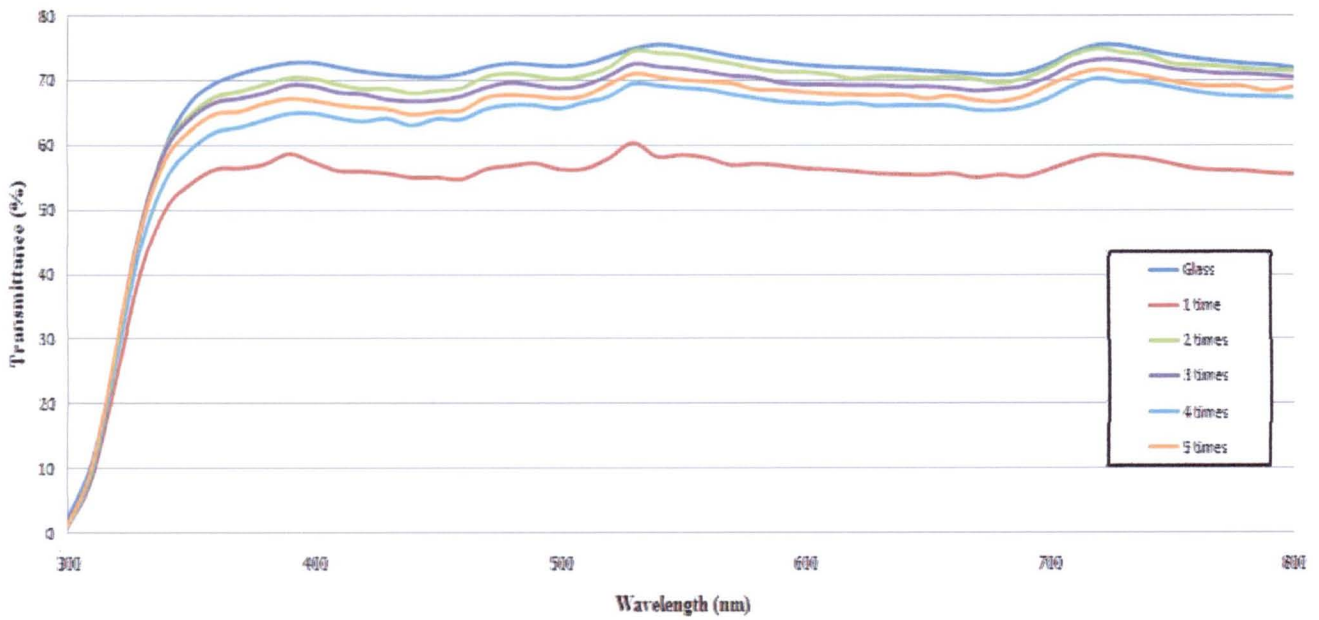
รูป 4.5 แสดงกระจกที่ถูกเคลือบด้วยฟิล์มบางอะลูมิเนียมออกไซด์หลังจากทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 650°C



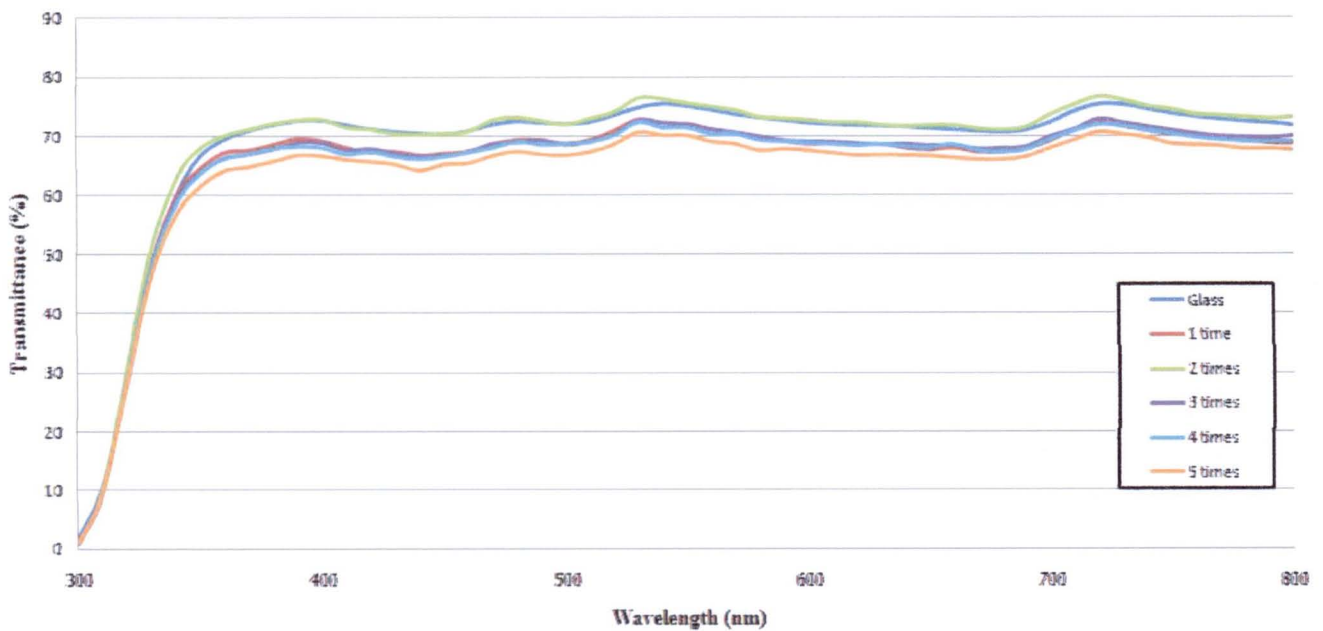
รูป 4.6 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ไม่ผ่านการอบอ่อนเทียบกับ
กระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



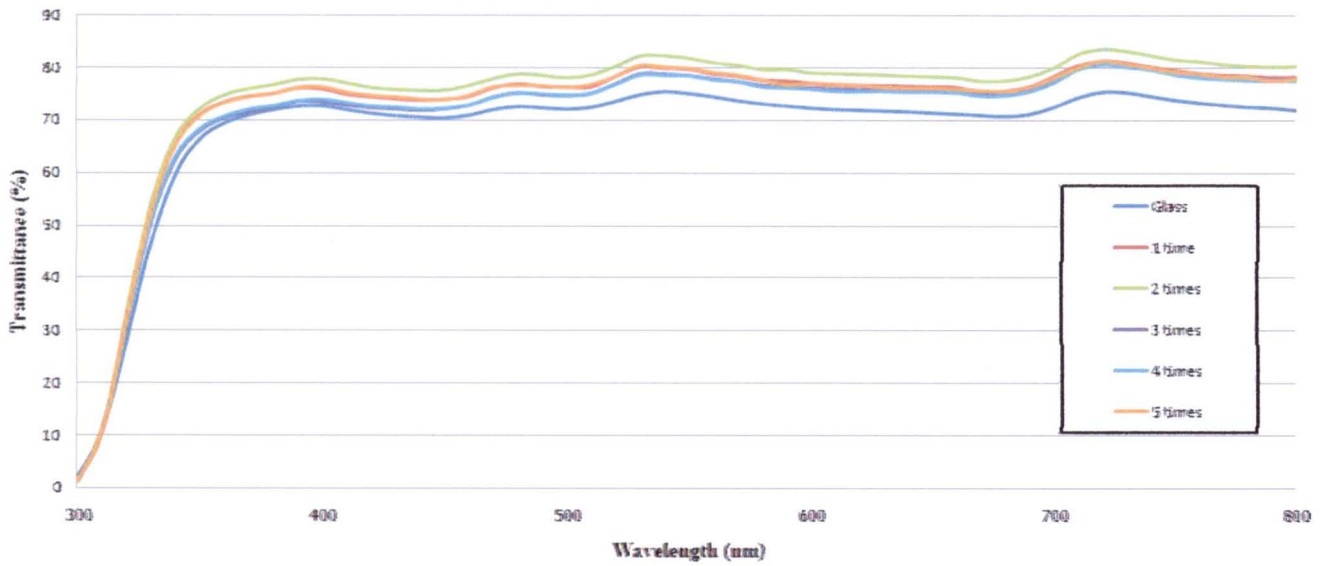
รูป 4.7 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ
450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



รูป 4.8 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

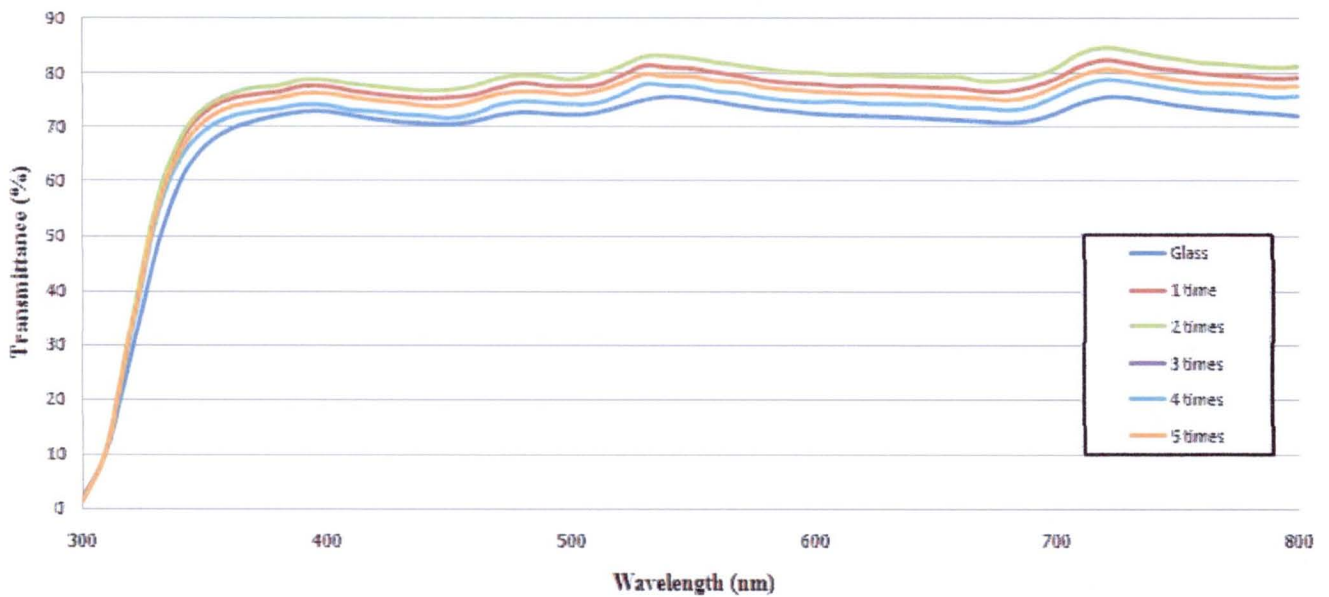


รูป 4.9 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



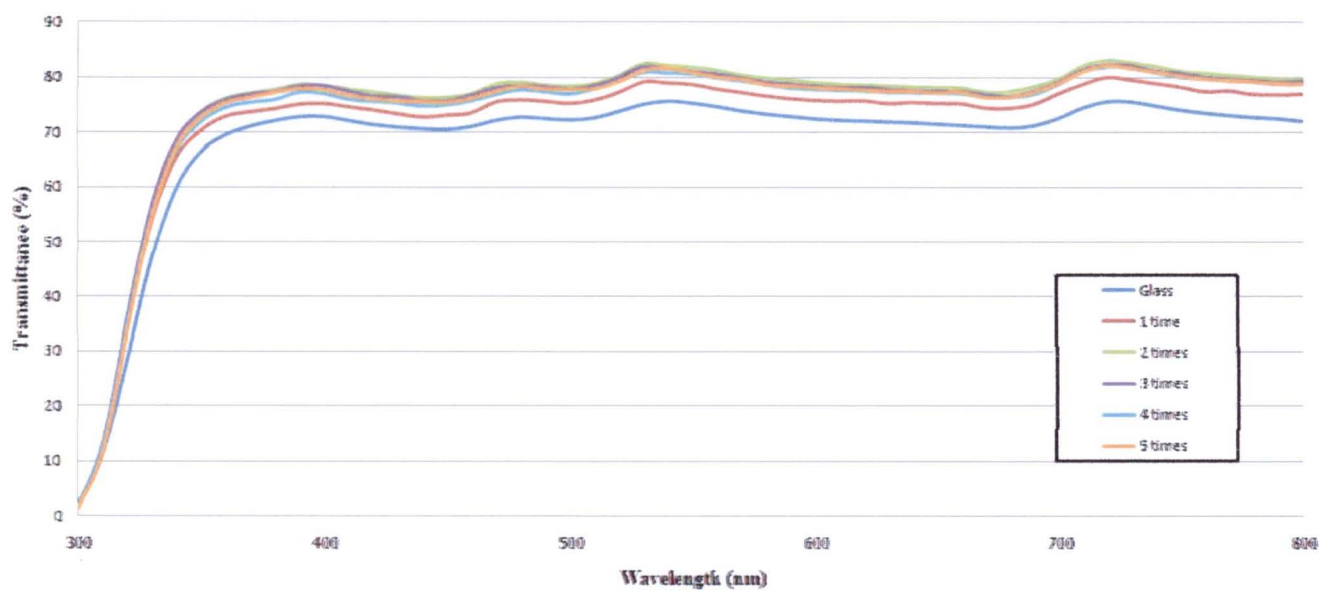
รูป 4.10 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

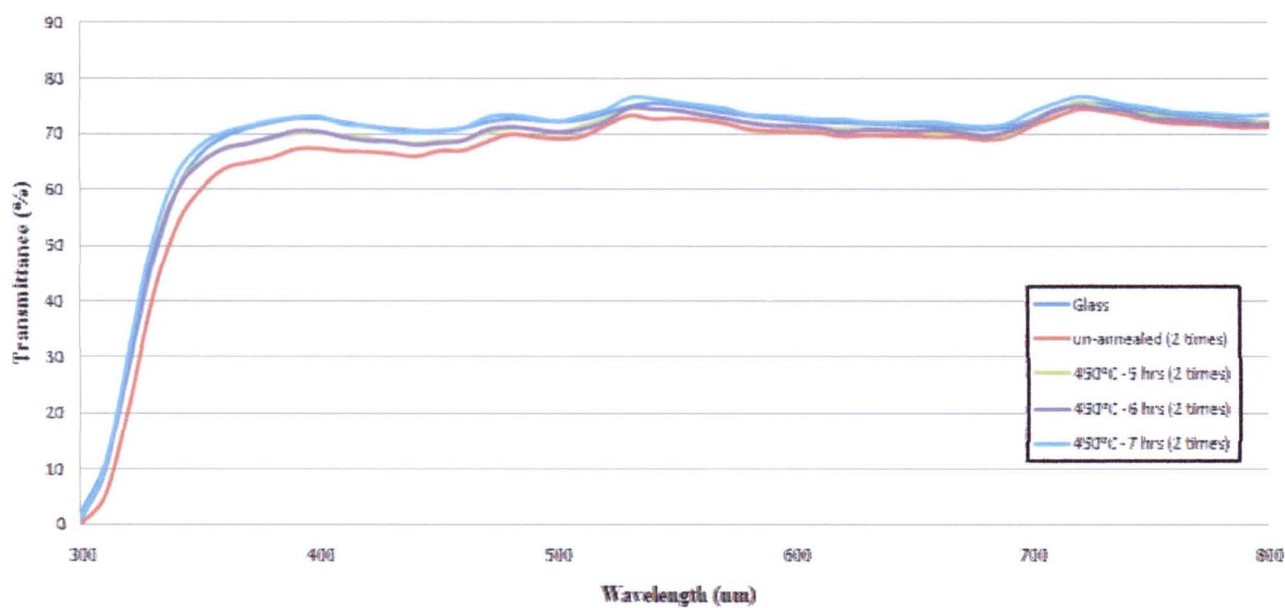


รูป 4.11 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

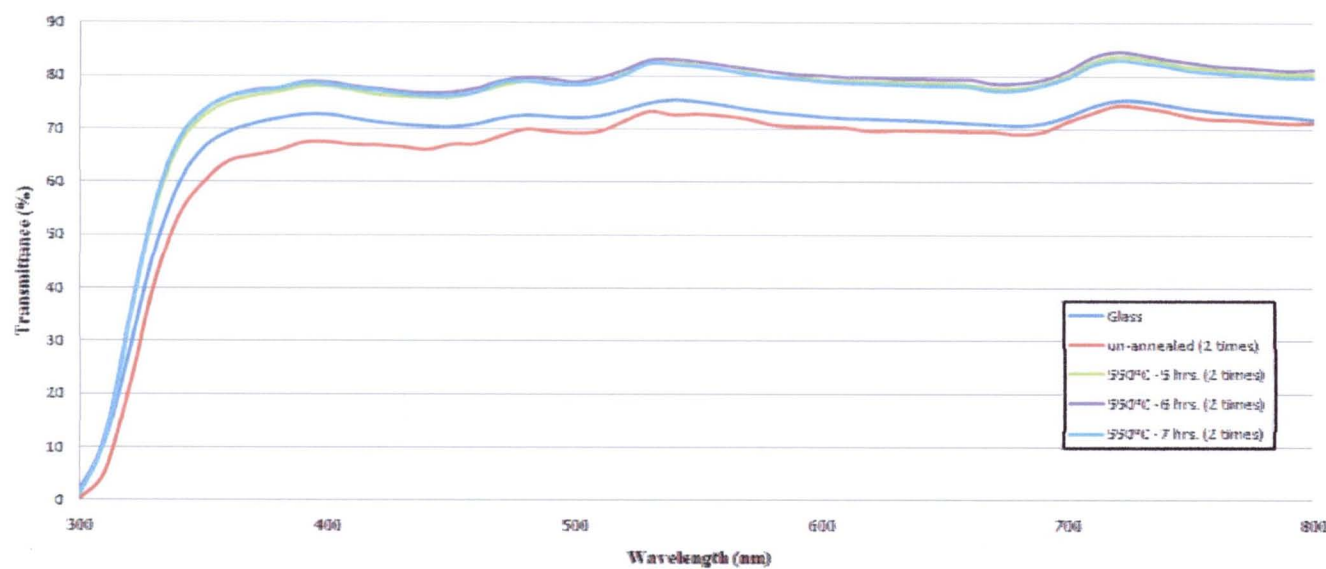
550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



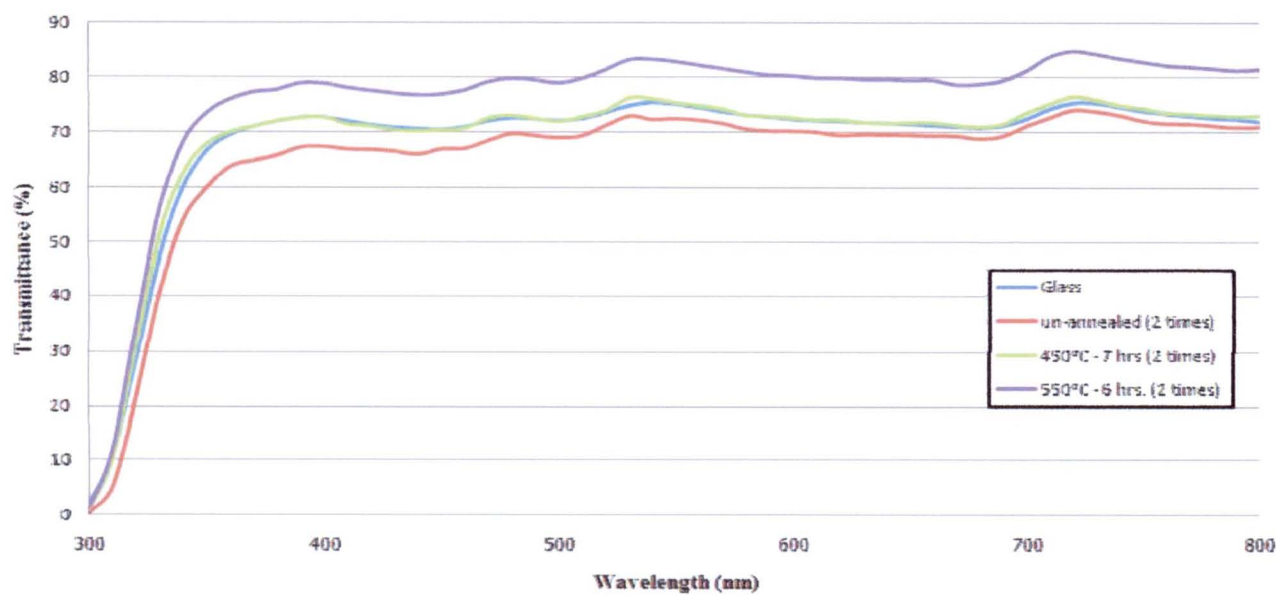
รูป 4.12 สเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



รูป 4.13 สเปกตรัมเปรียบเทียบการส่งผ่านแสงที่ดีที่สุดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C ในแต่ละเงื่อนไขเทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



รูป 4.14 สเปกตรัมเปรียบเทียบการส่งผ่านแสงที่ดีที่สุดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ไม่ผ่านการอบอ่อนและผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C ในแต่ละเงื่อนไขเทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

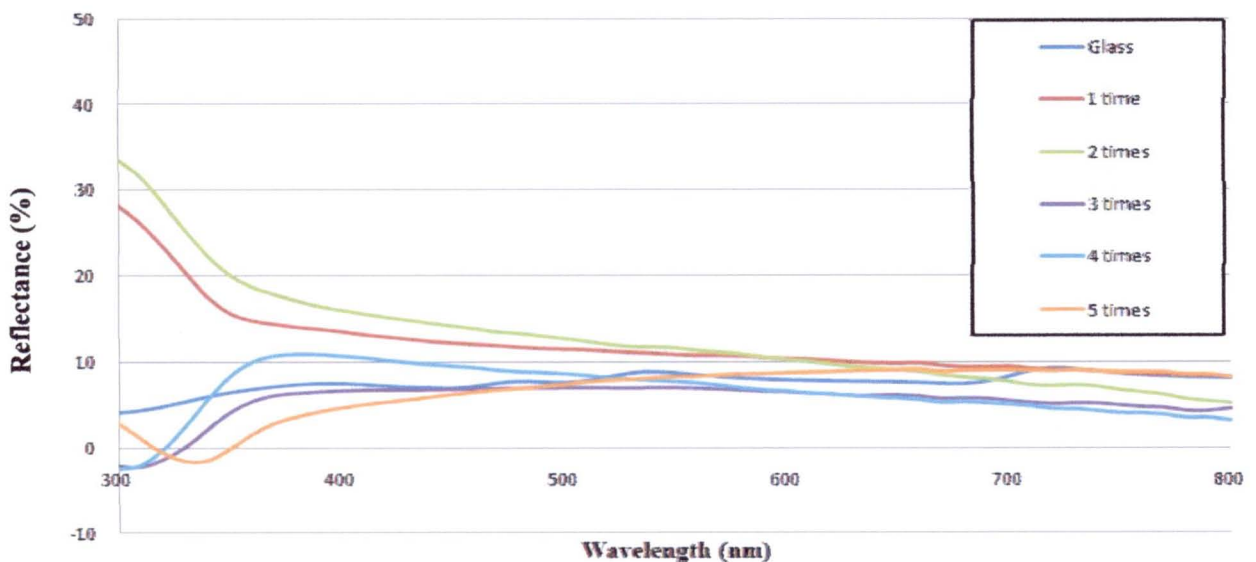


รูป 4.15 สเปกตรัมเปรียบเทียบการส่งผ่านแสงที่ดีที่สุดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ในแต่ละเงื่อนไข

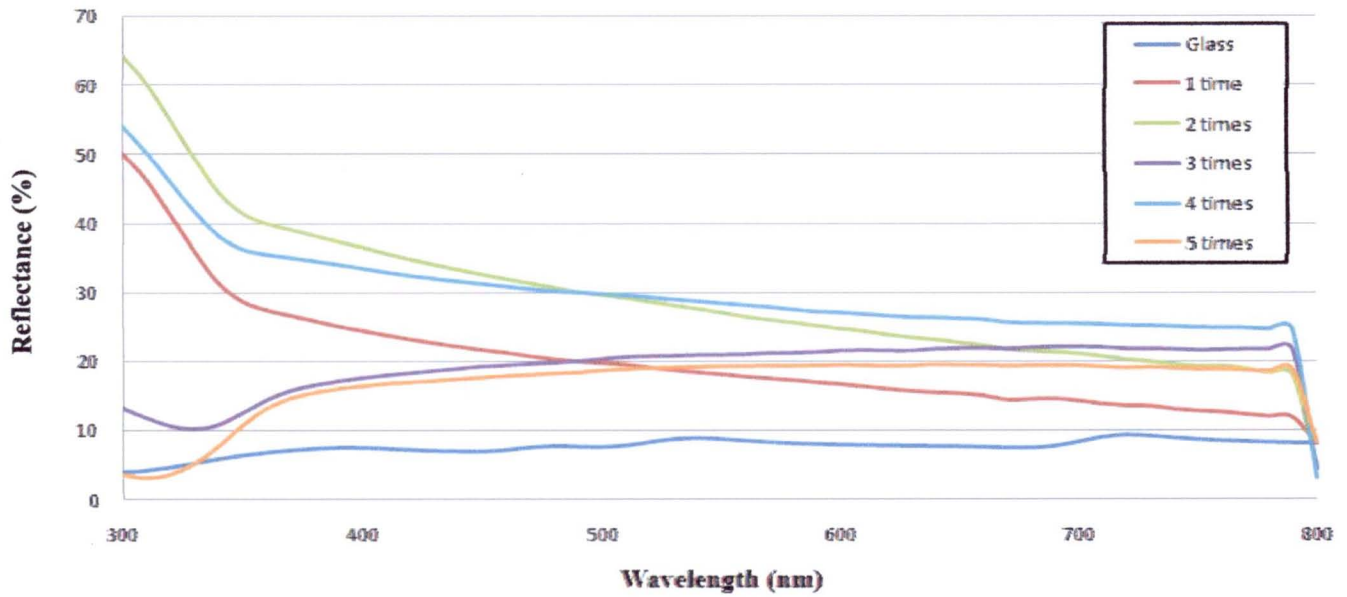


เมื่อทำการสังเคราะห์ฟิล์มบาง Al_2O_3 โดยวิธีการสปาร์กเป็นจำนวน 1, 2, 3, 4 และ 5 รอบ แล้วจากนั้นนำไปทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C และ 550°C เป็นเวลา 5, 6 และ 7 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ซึ่งถูกแสดงในรูปที่ 4.6 ถึง 4.12 นั้นจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการอบอ่อนที่สูงขึ้น โดยมีค่าการส่งผ่านโดยเฉลี่ย คือ ฟิล์มบางที่ไม่ได้ผ่านการอบอ่อนอยู่ที่ประมาณ 70% (รูปที่ 4.6) ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง อยู่ที่ประมาณ 73% (รูปที่ 4.9) และเมื่อนำฟิล์มบางไปทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (รูปที่ 4.11) ค่าการส่งผ่านแสงอยู่ที่ประมาณ 80% ดังรูปที่ 4.15 ทั้งนี้ อาจเนื่องมาจากการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงขึ้นและการอบอ่อนที่ใช้เวลานานขึ้นนี้ จะทำให้ฟิล์มบางมีความเสถียรเพิ่มขึ้น รวมไปถึงการยึดติดกันของฟิล์มบางอาจจะยึดเกาะกันมากขึ้น ซึ่งสามารถสังเกตได้จากรูปโครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบางที่ถ่ายได้มาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่จะกล่าวต่อไปในภายหลัง

4.2.2 การวิเคราะห์การสะท้อนแสง

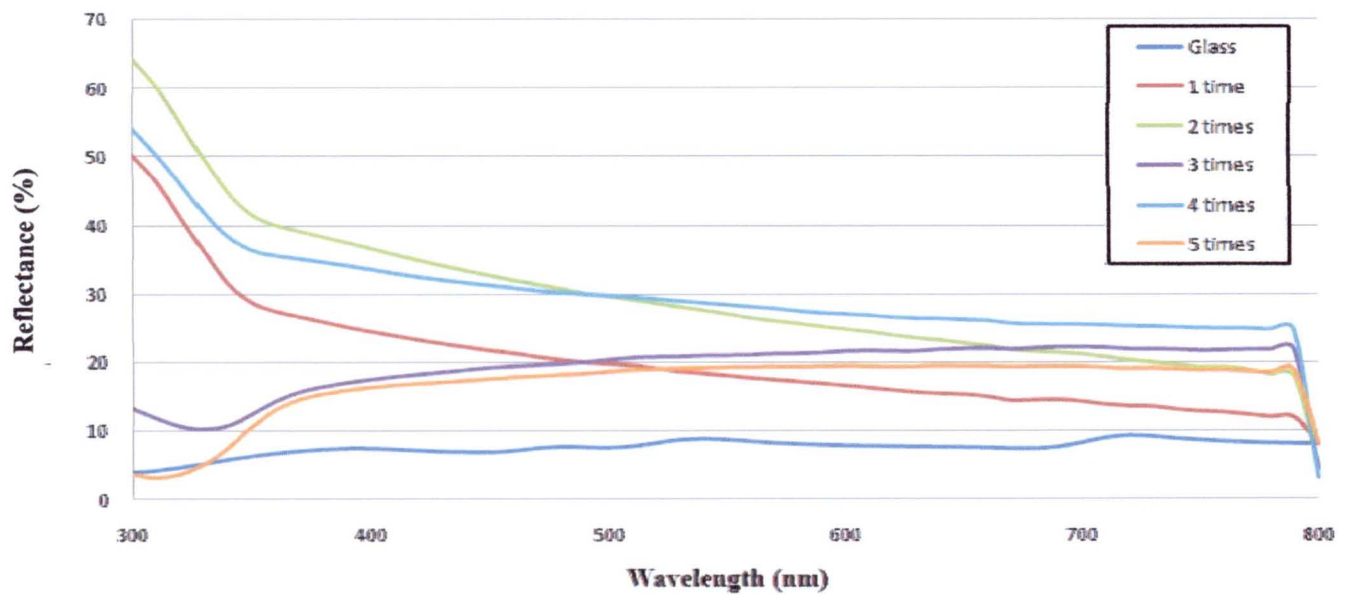


รูป 4.16 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ไม่ผ่านการอบอ่อนเทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



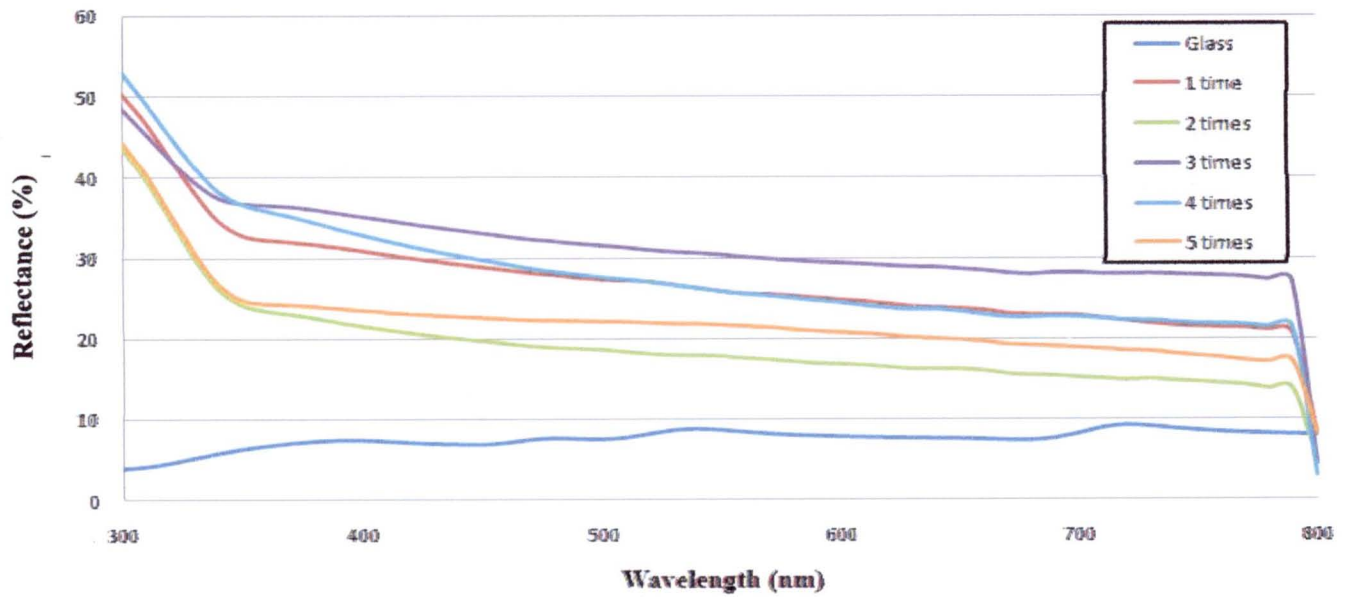
รูป 4.17 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



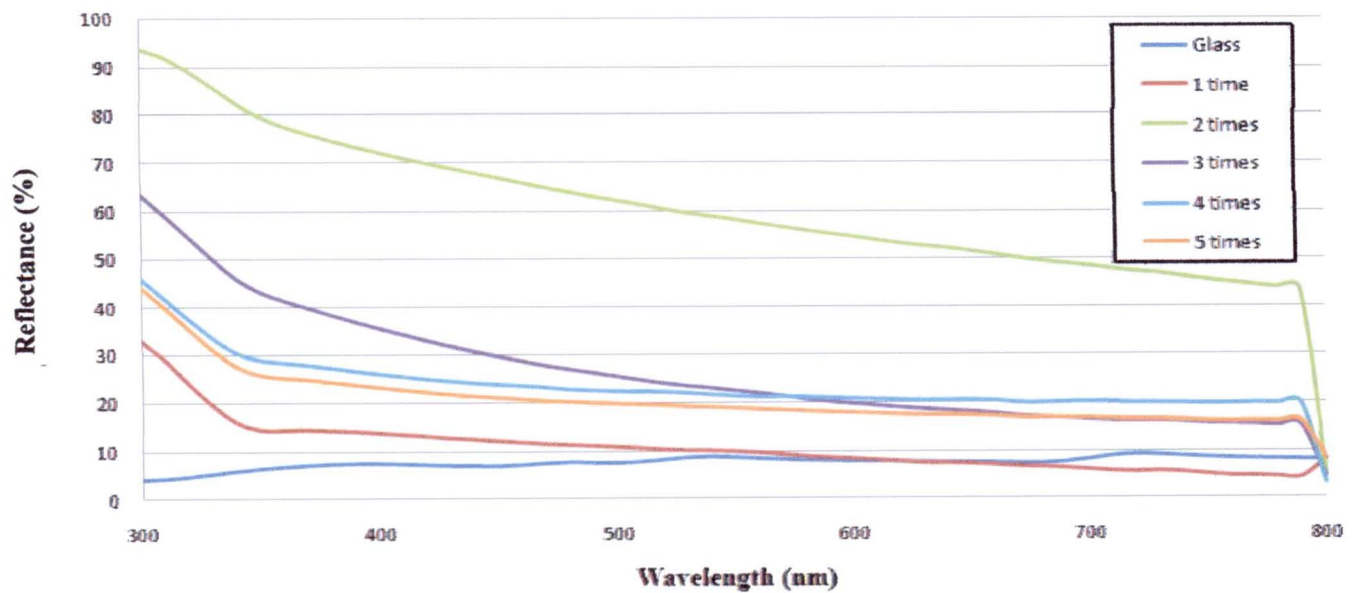
รูป 4.18 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



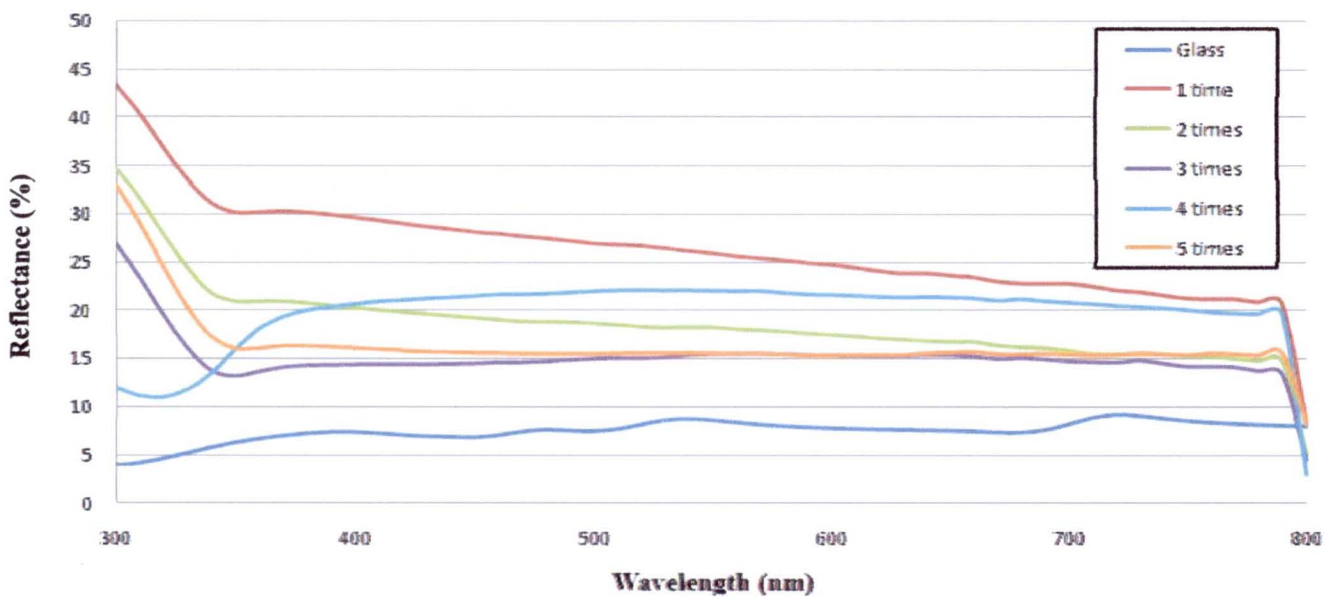
รูป 4.19 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

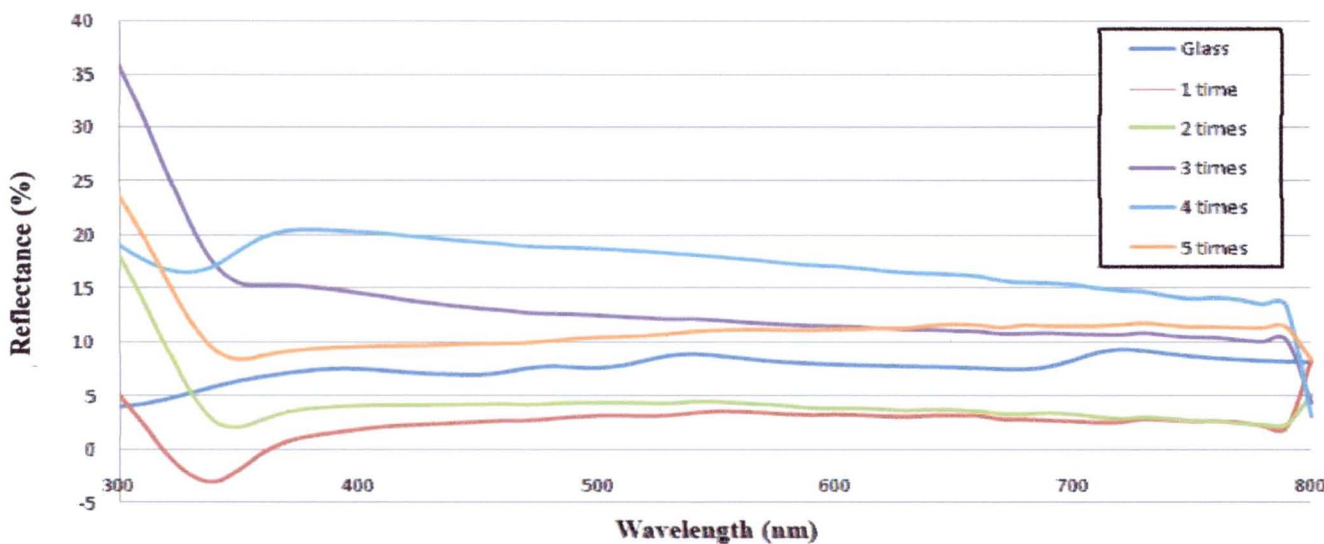


รูป 4.20 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

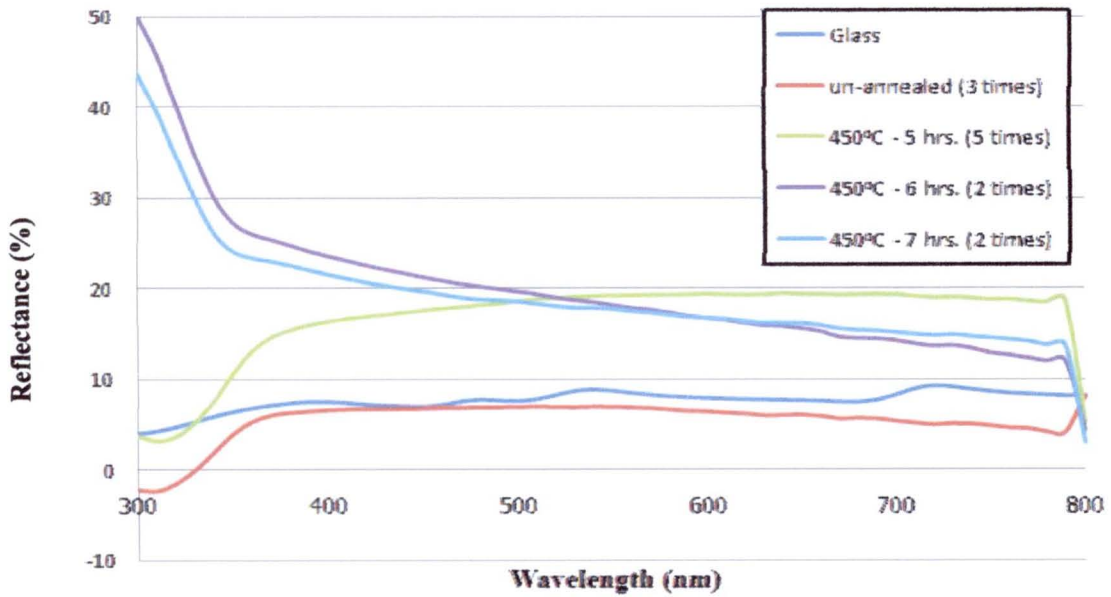
550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



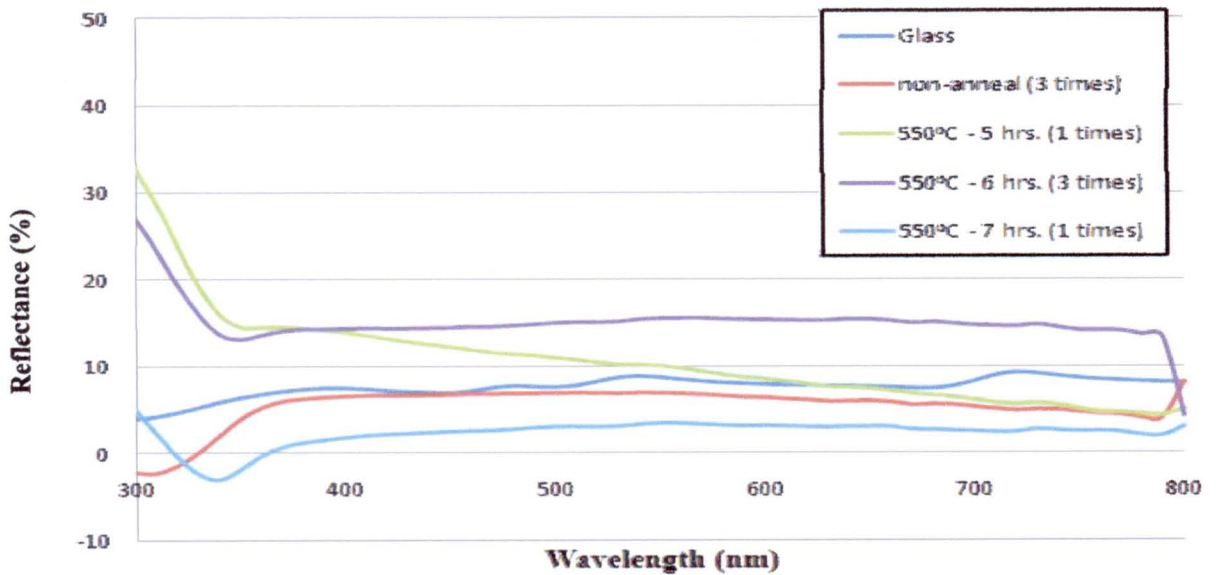
รูป 4.21 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



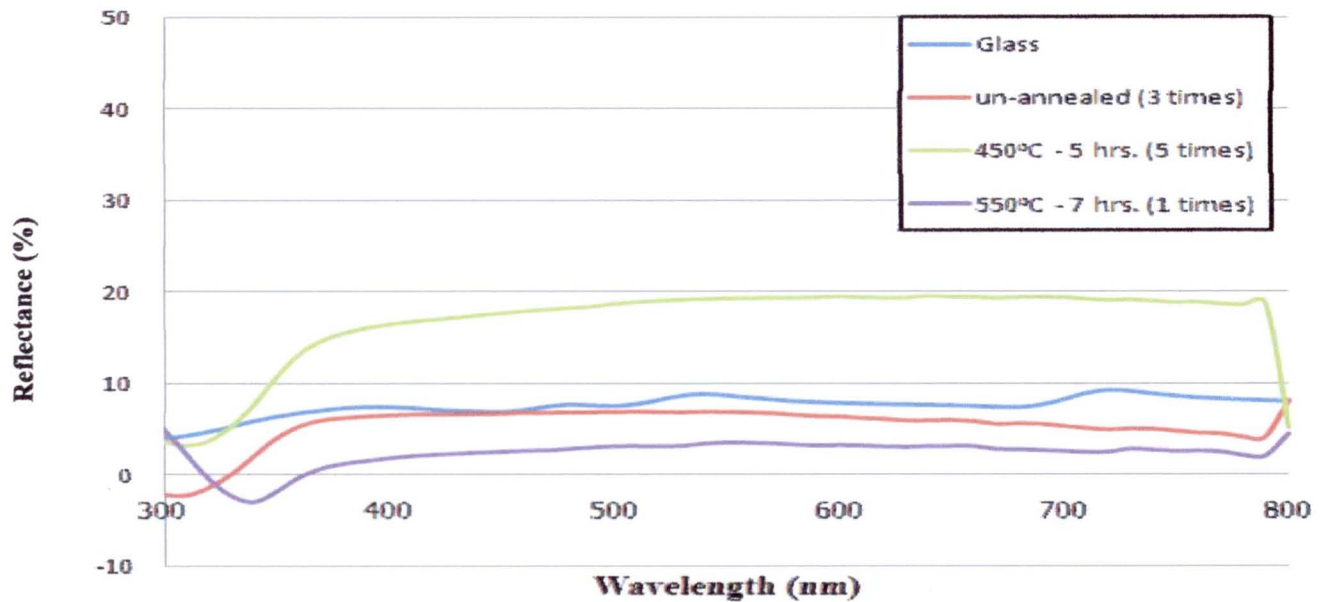
รูป 4.22 สเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง เทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



รูป 4.23 สเปกตรัมเปรียบเทียบการสะท้อนแสงที่ดีที่สุดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C ในแต่ละเงื่อนไขเทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง



รูป 4.24 สเปกตรัมเปรียบเทียบการสะท้อนแสงที่ดีที่สุดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C ในแต่ละเงื่อนไขเทียบกับกระจกที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบาง

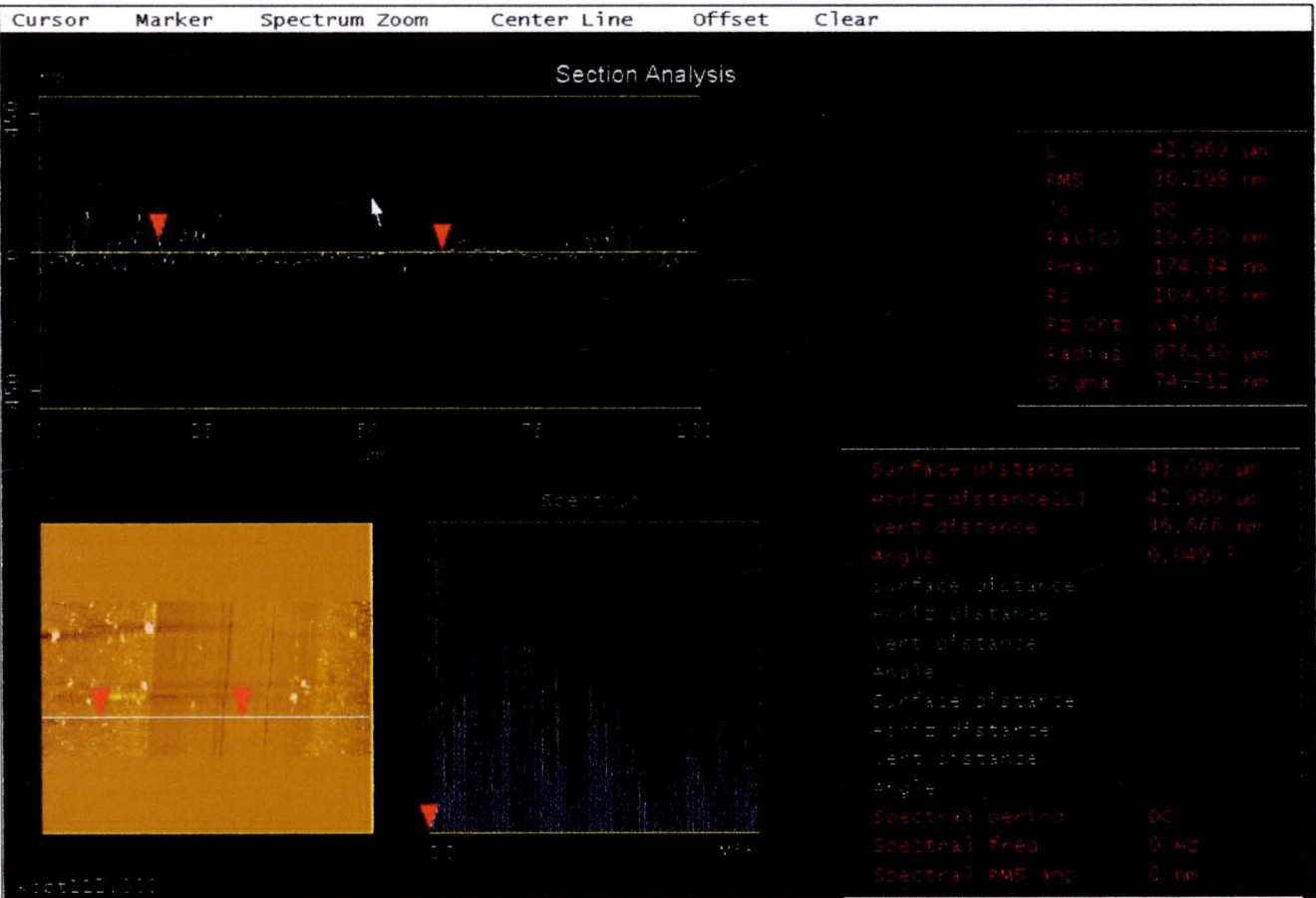


รูป 4.25 สเปกตรัมเปรียบเทียบการสะท้อนแสงที่ดีที่สุดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ในแต่ละเงื่อนไข

จากการศึกษาสเปกตรัมการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3 พบว่า ในช่วงความยาวคลื่นที่น้อยกว่า 400 nm จะมีค่าการสะท้อนแสงที่ค่อนข้างสูง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากสมบัติของอะลูมิเนียมเองที่ว่าอะลูมิเนียมมีการสะท้อนแสงที่มากกว่าโลหะอื่นในช่วงความยาวคลื่น 200-400 nm ซึ่งเป็นช่วงของแสงยูวี แต่อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.25 จะเห็นได้ว่าเมื่อทำการอบอ่อนฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมงจะทำให้ค่าการสะท้อนแสงลดลงโดยอยู่ที่ประมาณ 2.87% โดยเฉลี่ย ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับกระจกธรรมดาที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบฟิล์มบางซึ่งมีค่าอยู่ที่ประมาณ 8% โดยเฉลี่ยจึงพบว่ากระจกที่มีการเคลือบผิวด้วยฟิล์มบาง Al_2O_3 นั้นจะทำให้ค่าการสะท้อนแสงของกระจกลดลงไปประมาณ 75% คาดว่าสาเหตุเกิดจากการที่แสงตกกระทบบนฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่เคลือบอยู่บนกระจกสไลด์แทนที่จะแสงจะตกลงบนกระจกสไลด์โดยตรงนั้น จะทำให้มุมหักเหและมุมสะท้อนมีการเปลี่ยนแปลงและจะช่วยทำให้แสงสะท้อนมีค่าลดลง

4.3 การวิเคราะห์ความหนาของฟิล์มบาง Al₂O₃

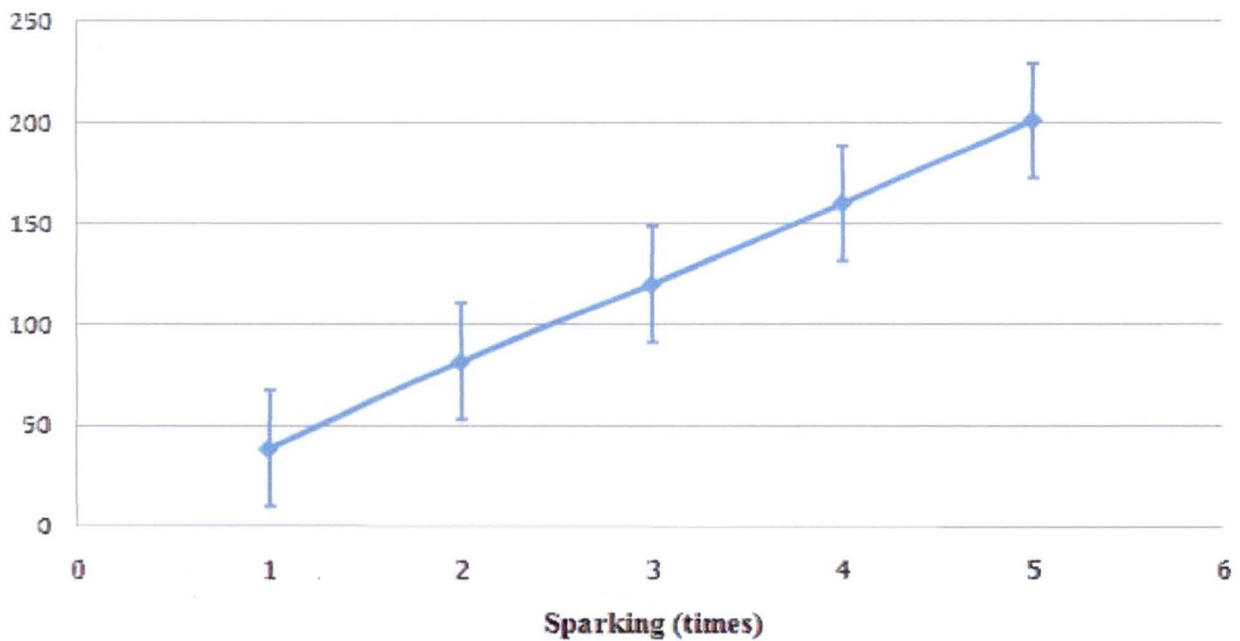
ในการหาความหนาของฟิล์มบางนั้นสามารถหาได้หลายวิธีแต่ในการศึกษานี้จะใช้วิธีการวัดด้วยเครื่อง AFM โดยใช้โปรแกรม Nano Scope III V.5.12r3 ซึ่งสามารถทำได้โดยการกริดฟิล์มบาง Al₂O₃ ออกจากกระจกเพื่อทำให้กระจกและฟิล์มบางมีระดับความสูงที่แตกต่างกัน จากนั้นจึงใช้ฟังก์ชัน Section Analysis ทำการวัดความหนาของฟิล์มบางจากความต่างของความสูงที่กล่าวไปข้างต้น และเมื่อทำการวัดหลายๆ ครั้งโดยการเปลี่ยนตำแหน่งของการวัดแล้วหาค่าความหนาเฉลี่ย ค่าที่ได้จะมีความแม่นยำมากขึ้น ตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 4.26



รูป 4.26 ภาพ AFM จากการใช้ฟังก์ชัน Section Analysis เพื่อทำการวัดความหนาของฟิล์มบาง Al₂O₃ ที่ผ่านการสปาร์กเป็นจำนวน 1 รอบซึ่งไม่ได้ผ่านการอบอ่อนใดๆ

ตาราง 4.2 ตารางแสดงค่าความหนาเฉลี่ยของแต่ละเงื่อนไข

จำนวน รอบการ สปาร์ค	Non- anneal	จำนวนชั่วโมงการอบอ่อน						เฉลี่ย	ค่า ความคลาด เคลื่อน
		450□C			550□C				
		5	6	7	5	6	7		
1	40	38	35	38	42	40	37	39	2.34
2	84	83	80	84	82	84	76	82	2.97
3	122	120	117	125	120	119	117	120	2.83
4	165	160	161	157	162	158	160	160	2.64
5	202	205	198	203	200	200	204	202	2.50



รูป 4.27 กราฟแสดงการตกสะสมของฟิล์มบาง Al_2O_3 โดยเฉลี่ยทั้งหมด

จากรูปที่ 4.27 จะเห็นได้ว่าการตกสะสมเฉลี่ยของฟิล์มบาง Al_2O_3 อยู่ที่ 40 nm ต่อ 1 การสปาร์ค และเมื่อกำหนดค่าความหนาเชิงทฤษฎีของผิวเคลือบกันแสงสะท้อนจะได้เป็น

จากสมการที่ 2.1

$$d_1 = \frac{\lambda}{4n_1}$$

เมื่อ λ = ความยาวคลื่นที่ 550 nm ซึ่งเป็นช่วงกลางของแสงขาว

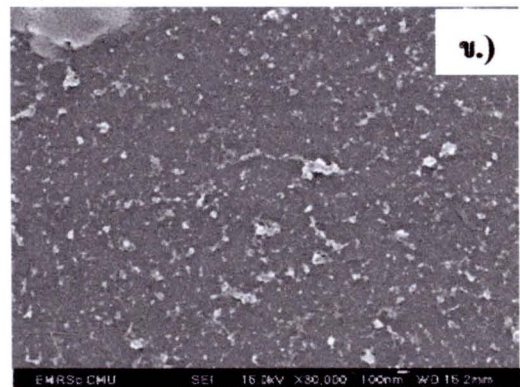
n_1 = ดัชนีหักเหของฟิล์มบาง Al_2O_3 ($n = 1.63$)

$$d_1 = \frac{550 \text{ nm}}{(4)(1.63)}$$

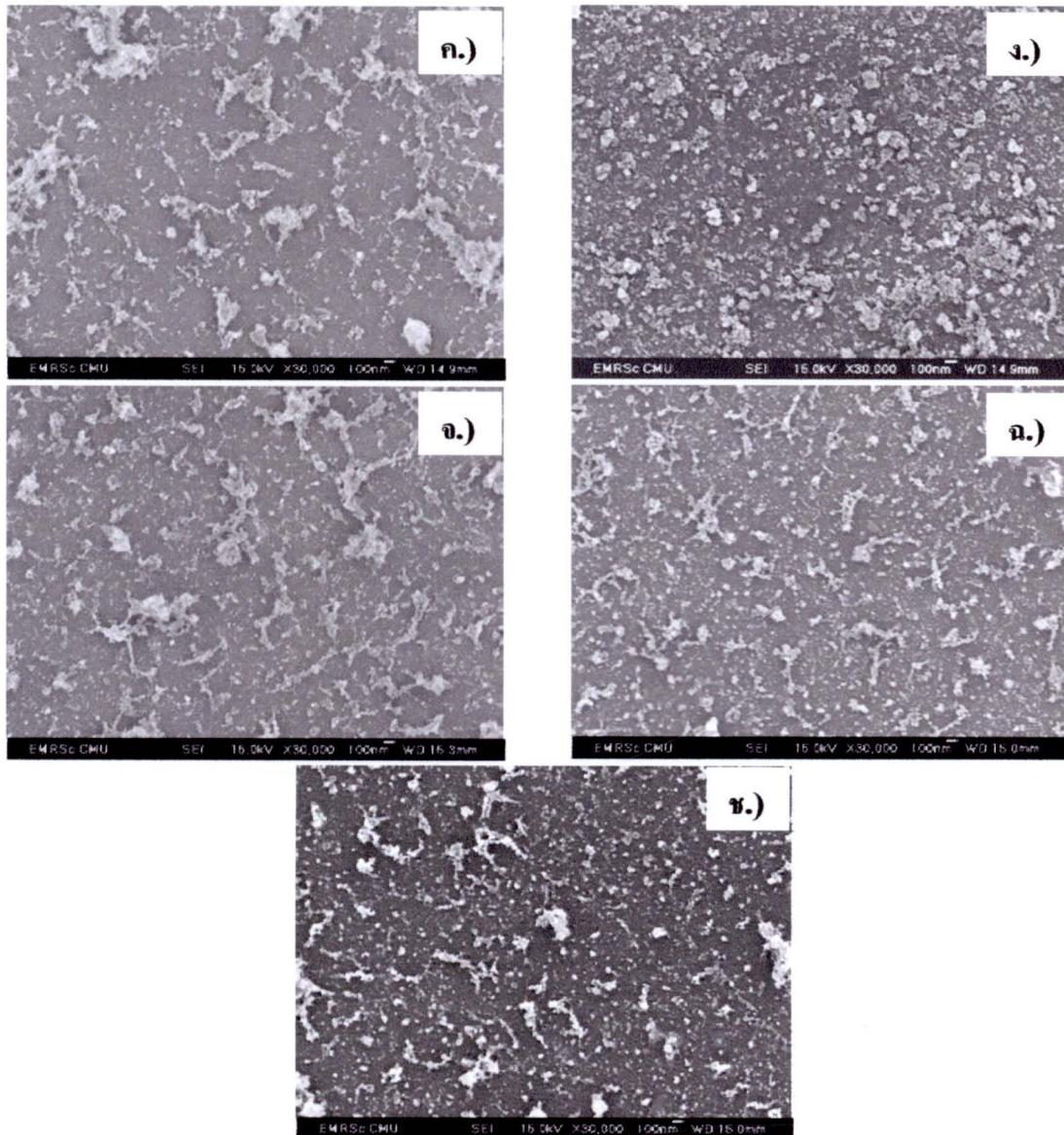
$$d_1 = 84 \text{ nm}$$

จากการคำนวณข้างต้นจะเห็นได้ว่าค่าความหนาของฟิล์มบางเชิงทฤษฎีที่เหมาะสม ซึ่งจะทำให้ค่าการส่งผ่านแสงที่ดีนั้นควรมีค่าอยู่ที่ 84 nm เมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมการส่งผ่านแสงแล้วจะเห็นได้ว่าโดยเฉลี่ยแล้วค่าการส่งผ่านแสงที่การสปาร์คเป็นจำนวน 2 รอบจะให้ค่าการส่งผ่านแสงที่ดี ซึ่งเมื่อทำการตรวจวัดความหนาแล้วจะพบว่ามีความหนาประมาณ 82 nm นั่นเอง

4.4 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al_2O_3



ต่อ →



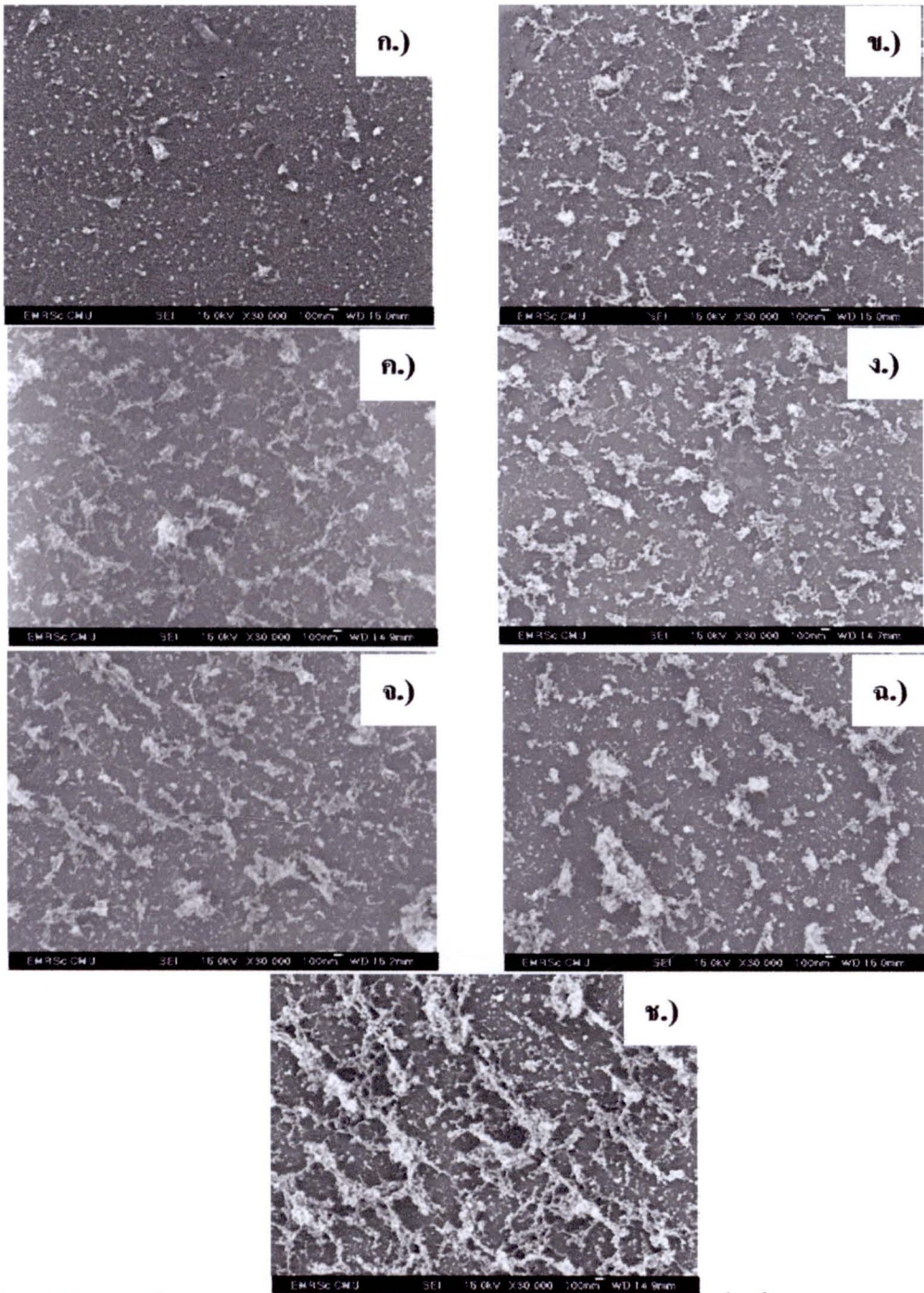
รูป 4.28 โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการสปาร์กเป็นจำนวน 1 รอบของ

ก.) ไม่ผ่านการอบอ่อน และที่ผ่านการอบอ่อนที่ ข.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

ค.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ง.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

จ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ฉ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ช.) อบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง



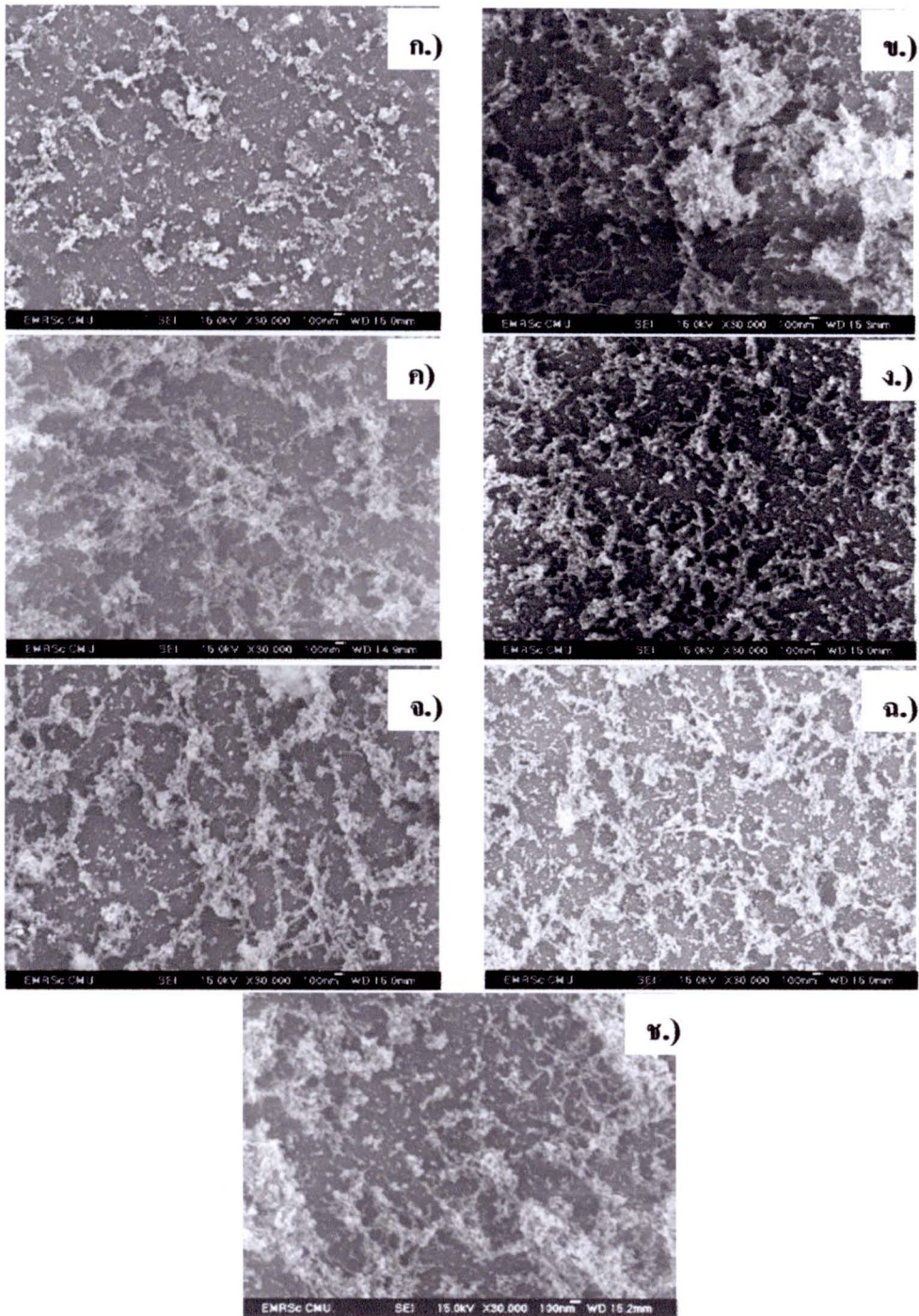
รูป 4.29 โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการสปาร์ตเป็นจำนวน 2 รอบของ

ก.) ไม่ผ่านการอบอ่อน และที่ผ่านการอบอ่อนที่ ข.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

ค.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ง.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

จ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ฉ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ซ.) อบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง



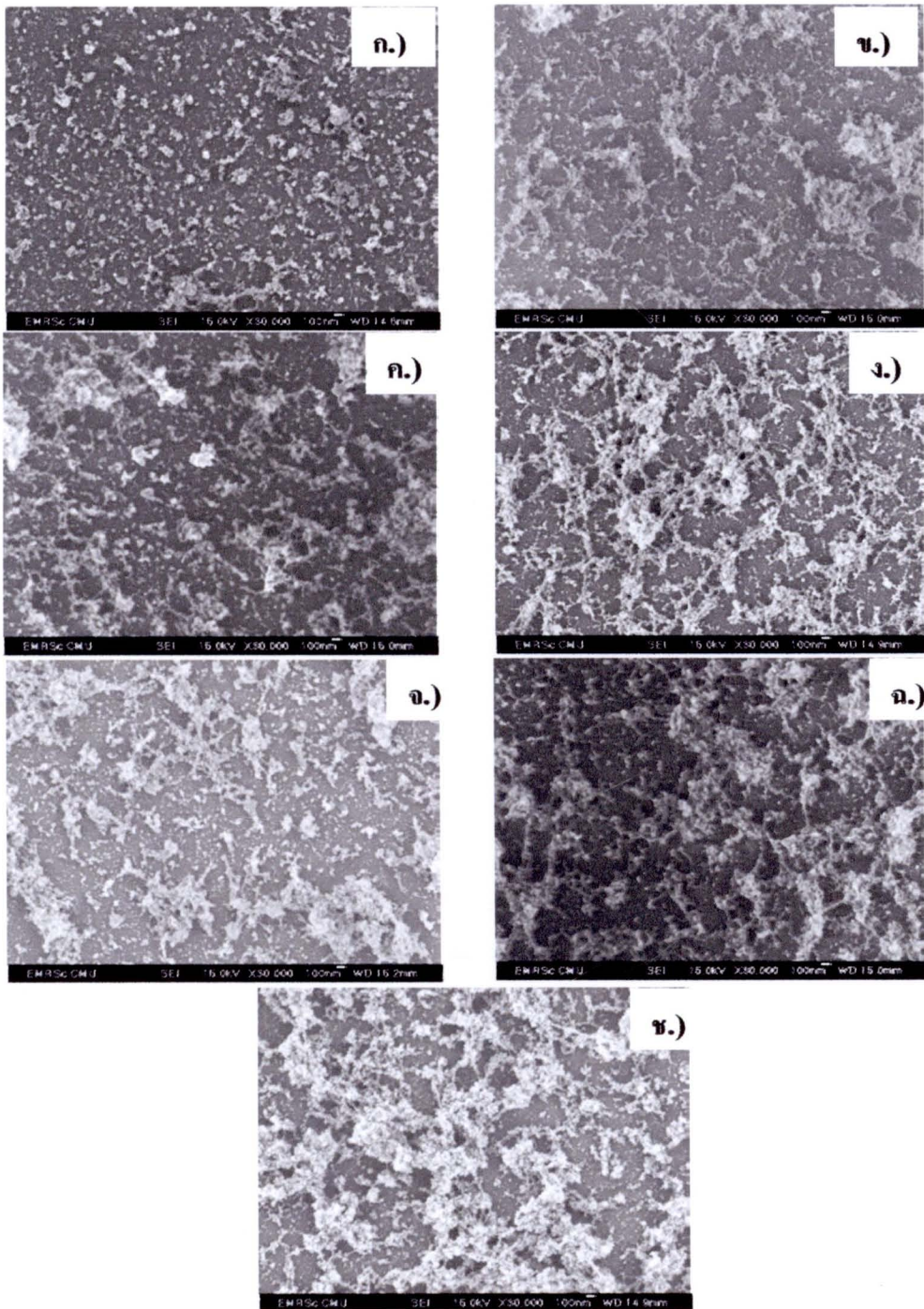
รูป 4.30 โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการสปาร์คเป็นจำนวน 3 รอบของ

ก.) ไม่ผ่านการอบอ่อน และที่ผ่านการอบอ่อนที่ ข.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

ค.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ง.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

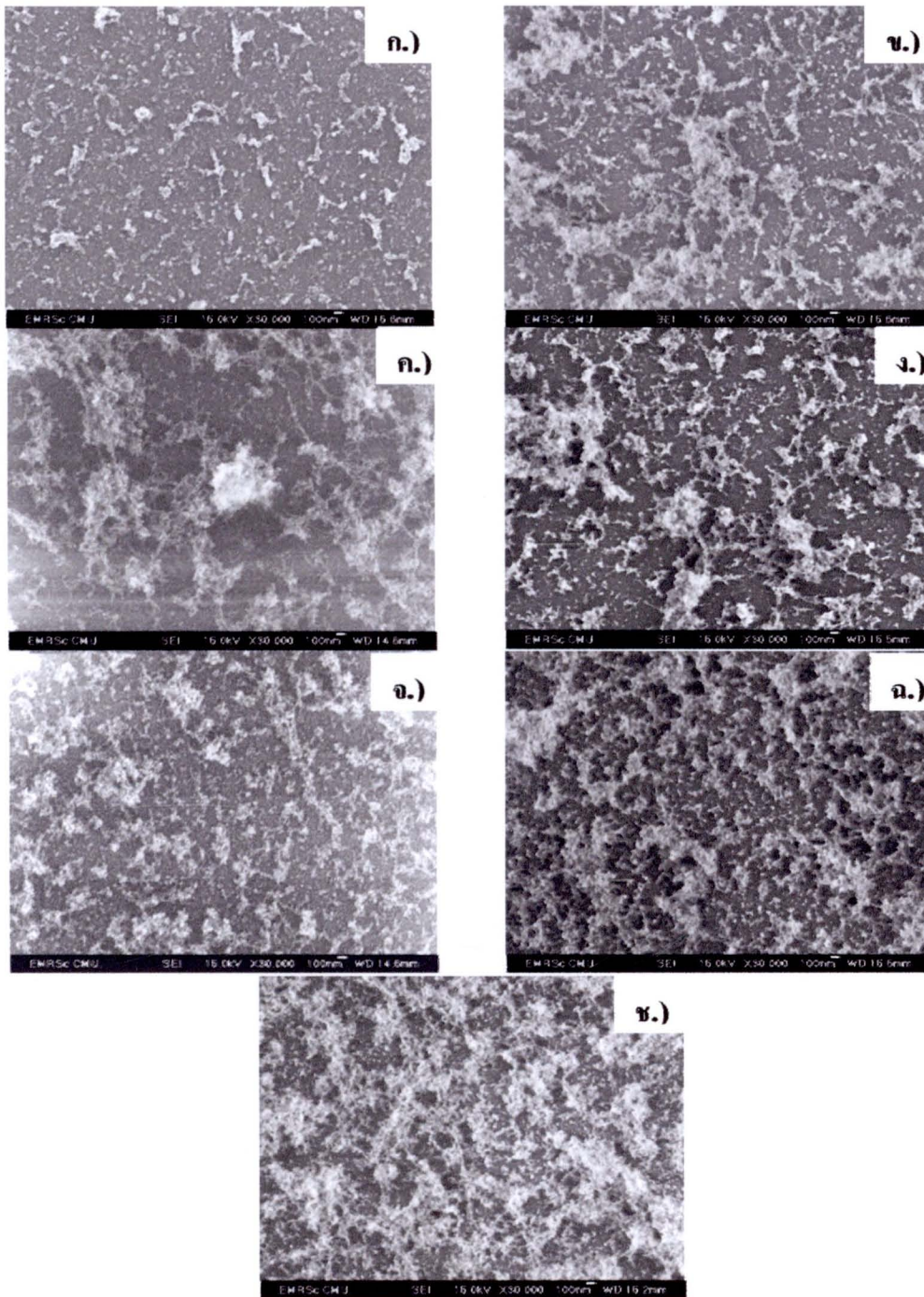
จ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ฉ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ซ.) อบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง



รูป 4.31 โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการสปาร์กเป็นจำนวน 4 รอบของ

- ก.) ไม่ผ่านการอบอ่อน และที่ผ่านการอบอ่อนที่ ข.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
 ค.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ง.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง
 จ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ฉ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
 ช.) อบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง



รูป 4.32 โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ผ่านการสปาร์กเป็นจำนวน 5 รอบของ

ก.) ไม่ผ่านการอบอ่อน และที่ผ่านการอบอ่อนที่ ข.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

ค.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ง.) อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

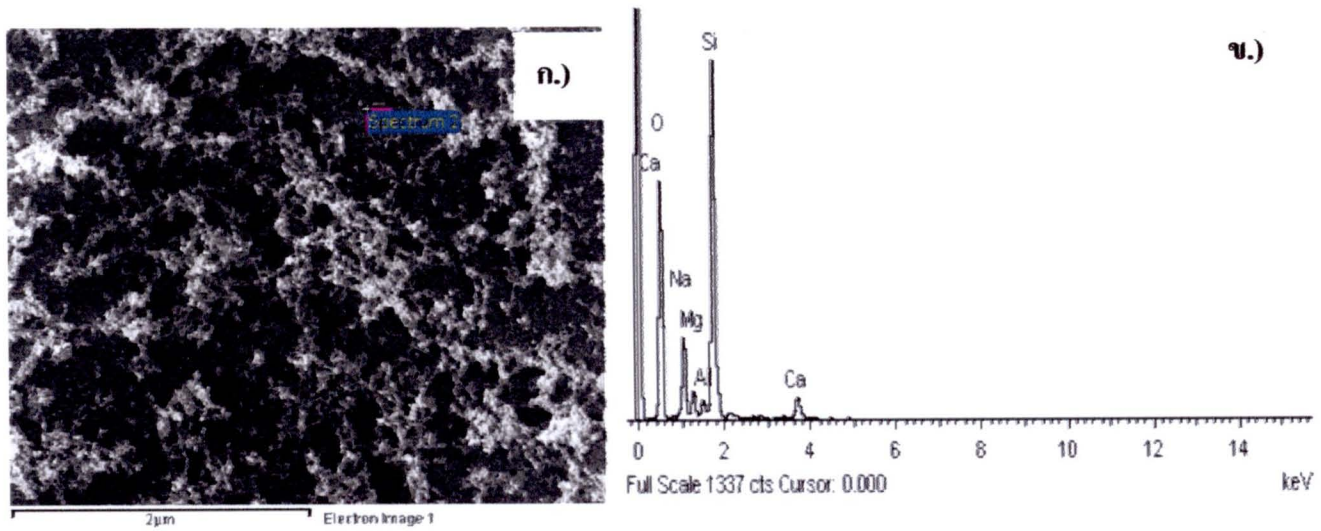
จ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ฉ.) อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ช.) อบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

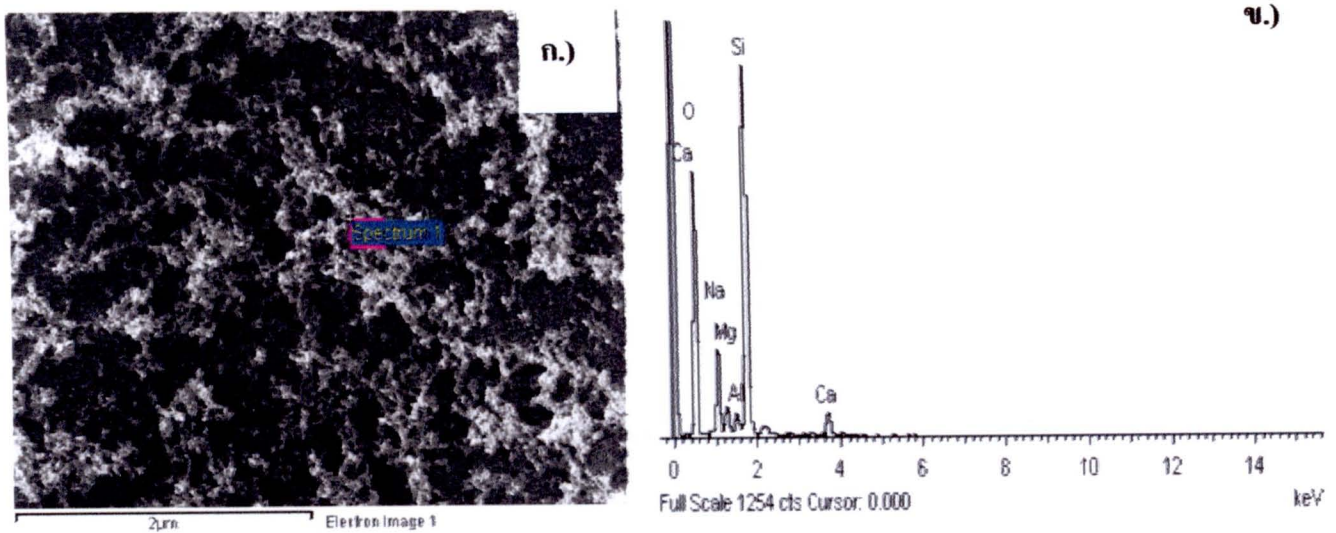
จากการศึกษาทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบาง Al_2O_3 ดังแสดงในรูปที่ 4.28 ถึง 4.32 พบว่า โครงสร้างนาโนที่เกิดบนกระจกสไลด์นั้นมีลักษณะเป็นร่างแหที่เชื่อมต่อกัน โดยที่เมื่อทำการสปาร์คฟิล์มบางแล้วไม่ทำการอบอ่อนใดๆ ฟิล์มบางที่ได้มีการเชื่อมต่อของร่างแหที่ค่อนข้างน้อยมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งฟิล์มบางที่ผ่านการสปาร์ค 1 รอบ นั้นแทบจะไม่พบการเชื่อมต่อของฟิล์มบางเลย แต่จะพบเพียง Al_2O_3 ที่มีลักษณะเป็นเม็ด ดังภาพที่ 4.28 (ก.) แต่อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าเมื่อทำการสปาร์คที่จำนวนรอบมากขึ้น และทำการอบอ่อนฟิล์มบางที่อุณหภูมิสูงขึ้นแล้ว ฟิล์มบางที่ได้จะมีการเชื่อมต่อของร่างแหที่เพิ่มมากขึ้น รวมไปถึงปริมาณของฟิล์มบาง Al_2O_3 ก็มากขึ้นตามไปด้วย ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากความร้อนที่ให้แก่ฟิล์มบาง จะช่วยทำให้เกิดกระบวนการออกซิเดชันได้ง่ายขึ้น และผลจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันจะทำให้เกิดสารประกอบออกไซด์ที่มีโครงสร้างลักษณะแบบร่างแหดังกล่าว ดังนั้นการใช้อุณหภูมิอบอ่อนที่สูงขึ้นและจำนวนรอบการสปาร์คที่เพิ่มขึ้นในการสังเคราะห์ฟิล์มบางจะช่วยให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันง่ายขึ้น โครงสร้างนาโนจึงเพิ่มขึ้น

4.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบาง Al_2O_3

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบาง Al_2O_3 จะทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับบริเวณ 2 จุด โดยจุดแรกจะเป็นฟิล์มบริเวณที่เป็นสีดำ (รูปที่ 4.33) ส่วนในจุดที่สองเป็นฟิล์มที่เป็นสีขาว (รูปที่ 4.34) โดยพบว่าองค์ประกอบที่ได้จะมีธาตุออกซิเจนมากที่สุด รองลงมา คือ ซิลิกอน โซเดียม แคลเซียม แมกนีเซียม และอะลูมิเนียม ตามลำดับ



รูป 4.33 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบาง Al_2O_3 เมื่อ ก.) ภาพแสดงบริเวณที่วิเคราะห์ องค์ประกอบเคมีของฟิล์มบาง ข.) สเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง



รูป 4.34 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบาง Al_2O_3 เมื่อ ก.) ภาพแสดงบริเวณที่วิเคราะห์ องค์ประกอบเคมีของฟิล์มบาง ข.) สเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง



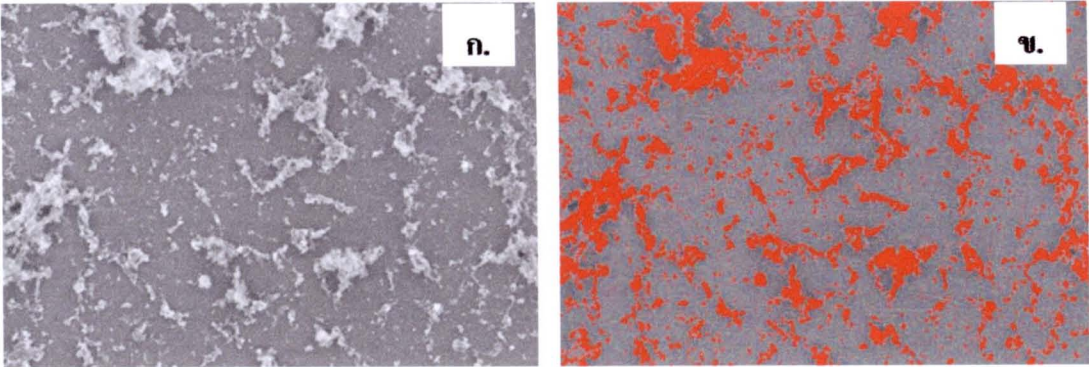
ตาราง 4.3 องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่สังเคราะห์ได้

ธาตุ	ร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%)	
	รูปที่ 4.33	รูปที่ 4.34
ออกซิเจน	51.10	64.80
ซิลิกอน	33.39	32.19
โซเดียม	8.18	8.42
แคลเซียม	3.80	3.97
แมกนีเซียม	2.46	2.47
อะลูมิเนียม	1.06	1.20

ผลการวิเคราะห์ฟิล์มบาง Al_2O_3 แสดงตาราง 4.2 พบว่าฟิล์มบางที่ได้มีปริมาณออกซิเจนที่สูงมากซึ่งเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน รวมไปถึงเป็นธาตุองค์ประกอบหนึ่งของกระจกสไลด์ซึ่งจากตารางจะเห็นได้ว่าจะพบธาตุองค์ประกอบของแก้วค่อนข้างมากกว่าการพบอะลูมิเนียม ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ได้มีความพรุนอยู่ในเนื้อฟิล์มค่อนข้างสูงจึงทำให้เมื่อยิงอิเล็กตรอนเข้าไปยังเนื้อฟิล์มแล้วเกิดการทะลุผ่านไปเจอกับกระจก จึงทำให้ปริมาณของธาตุที่พบโดยส่วนใหญ่จึงเป็นองค์ประกอบธาตุของกระจกสไลด์นั่นเอง

4.6 การวิเคราะห์เฟสของฟิล์มบาง Al_2O_3

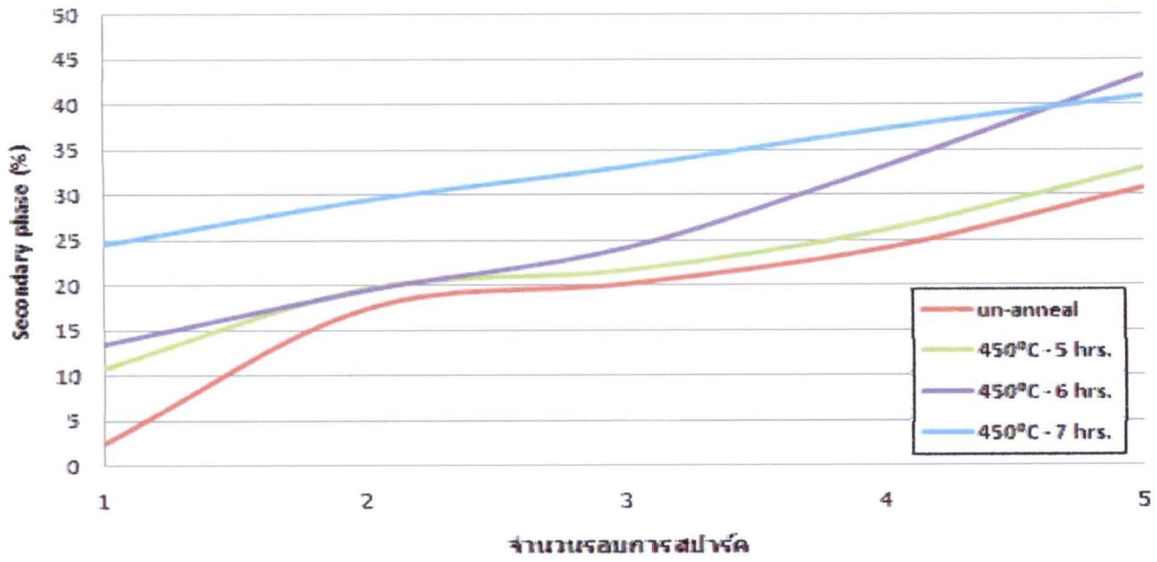
การวิเคราะห์เฟสของฟิล์มบาง ในการวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์โดยใช้โปรแกรม Image J ทำการวิเคราะห์ความต่างเฟสระหว่างเฟสที่หนึ่งและเฟสที่สองของฟิล์มบาง Al_2O_3 จากภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังตัวอย่างที่แสดงในรูป 4.35



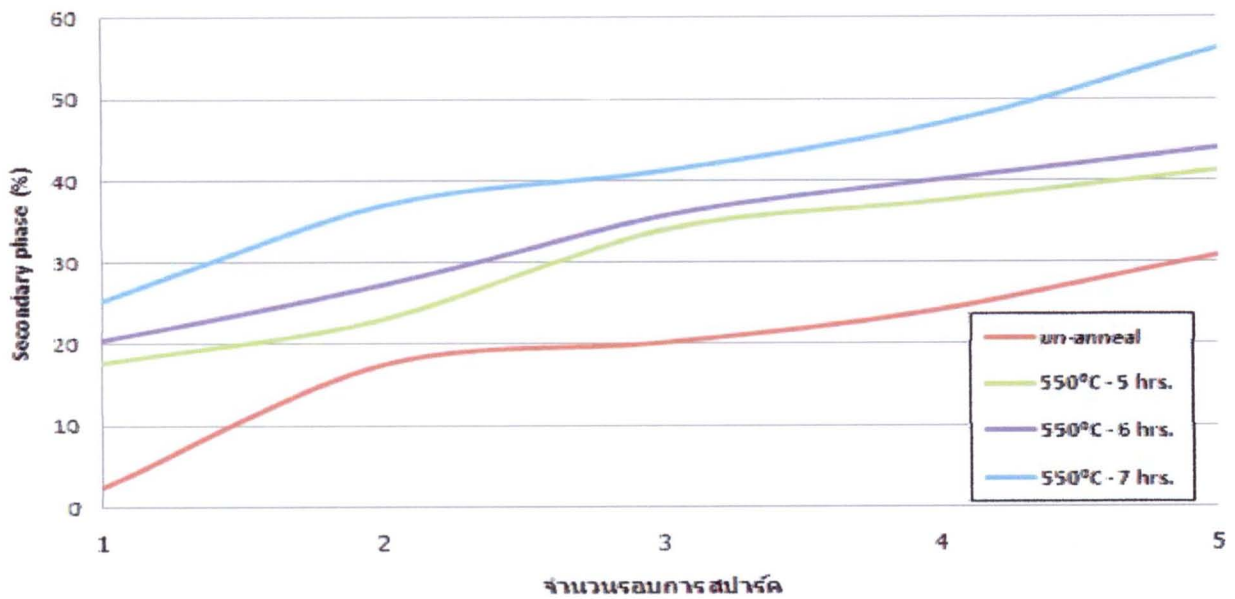
รูป 4.35 ภาพถ่ายทางจุลภาคของฟิล์มบาง Al₂O₃ เมื่อ ก.) ฟิล์มบาง Al₂O₃ ก่อนการเข้าโปรแกรม Image J ข.) ฟิล์มบาง Al₂O₃ หลังจากเข้าโปรแกรม Image J เพื่อทำการวิเคราะห์เฟส

ตาราง 4.4 ร้อยละเฟสที่สองของฟิล์มบาง Al₂O₃ ที่เงื่อนไขต่างๆ

จำนวนรอบการสปรก	un-annealed	จำนวนชั่วโมงการอบอ่อน					
		450°C			550°C		
		5	6	7	5	6	7
1	2.3859	10.7207	13.3309	24.5163	17.5796	20.4987	25.2355
2	17.3792	19.6052	19.3458	29.3703	23.0783	27.2379	36.8842
3	20.1485	21.6547	24.0826	33.1421	33.8907	35.6290	41.2105
4	24.1487	26.1530	33.1697	37.3365	37.3666	40.1503	46.8863
5	30.8860	33.1466	43.2482	41.0241	41.2089	43.9944	56.1764



รูป 4.36 กราฟแสดงร้อยละเฟสที่สองของฟิล์มบาง Al₂O₃ ที่ไม่ผ่านการอบอ่อนและอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 5, 6 และ 7 ชั่วโมง ตามลำดับ



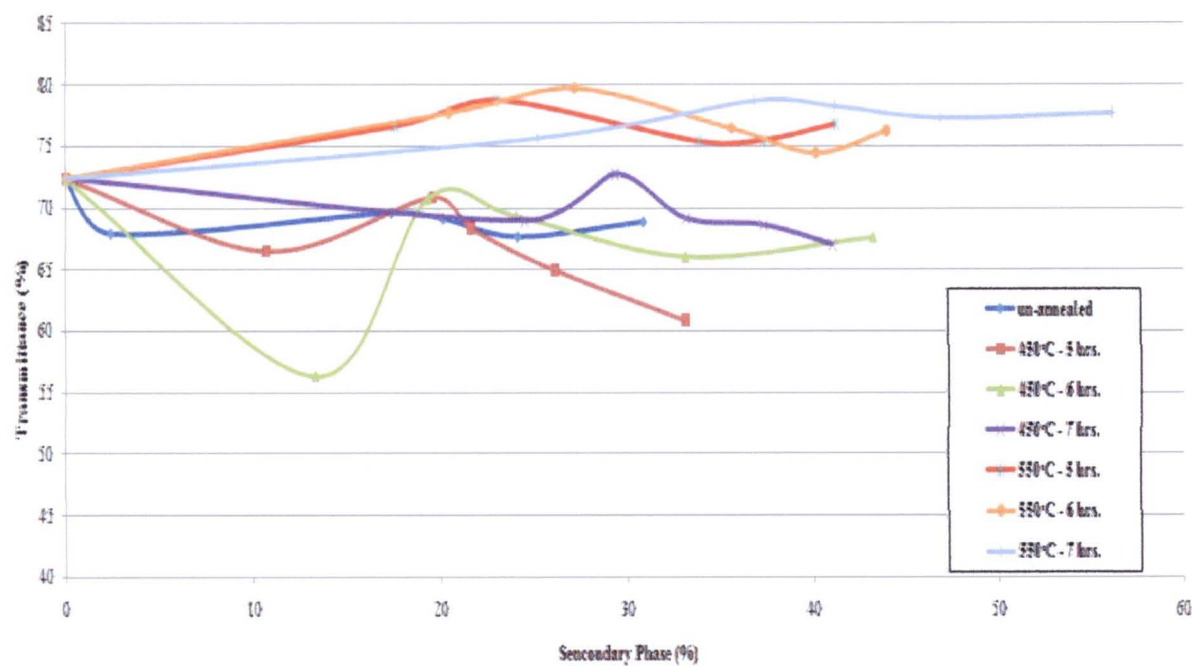
รูป 4.37 กราฟแสดงร้อยละเฟสที่สองของฟิล์มบาง Al₂O₃ ที่ไม่ผ่านการอบอ่อนและอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5, 6 และ 7 ชั่วโมง ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์เฟสของฟิล์มบาง Al_2O_3 แสดงตาราง 4.4 พบว่าฟิล์มบางที่ผ่านการอบ
อ่อนที่อุณหภูมิสูงขึ้น หรือ การอบอ่อนที่จำนวนชั่วโมงมากขึ้นนั้นจะทำให้อนุภาคทุติยภูมิมีการ
เกาะกลุ่มกันเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและจำนวนชั่วโมงการอบอ่อน ซึ่งส่งผลให้ปริมาณเฟสที่สองของ
ฟิล์มบางเพิ่มมากขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากปริมาณความร้อนที่สูงขึ้นและจำนวนชั่วโมงในการอบ
อ่อนที่นานขึ้นนั้น เข้าไปช่วยทำให้อนุภาคปฐมภูมิของฟิล์มบางเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้เพิ่มมาก
ขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้อนุภาคปฐมภูมินี้เกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนกลายเป็นกลุ่มของอนุภาคทุติยภูมิ
ซึ่งทำให้ฟิล์มบาง Al_2O_3 ที่ยึดติดอยู่บนกระจกสไลด์นั้นมีปริมาณเฟสที่สองมากขึ้นตามอุณหภูมิ
หรือจำนวนชั่วโมงการอบอ่อนนี้

4.7 การวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างเฟสที่สองกับการส่งผ่านและการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3

ตาราง 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละเฟสที่สองกับค่าเฉลี่ยการส่งผ่านแสงในช่วงของแสงขาว

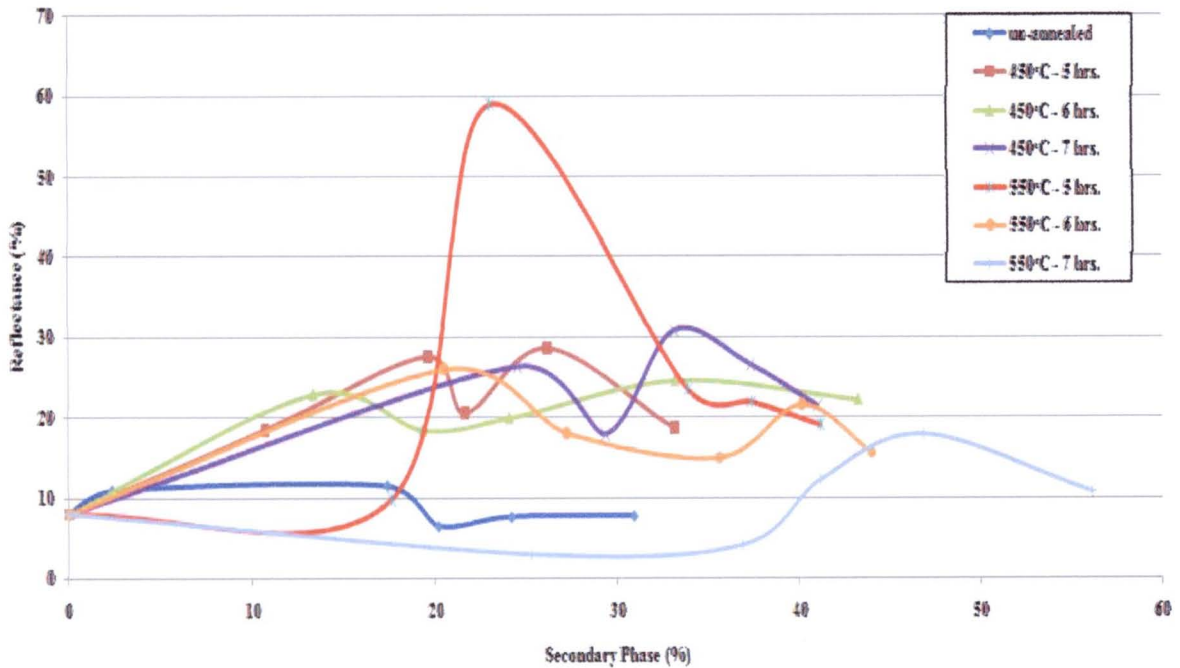
จำนวนรอบการอบที่คิด	un-annealed		450°C - 5 hrs.		450°C - 6 hrs.		450°C - 7 hrs.		550°C - 5 hrs.		550°C - 6 hrs.		550°C - 7 hrs.	
	2nd Phase	%T	2nd Phase	%T	2nd Phase	%T	2nd Phase	%T	2nd Phase	%T	2nd Phase	%T	2nd Phase	%T
Glass	0.00	72.37	0.00	72.37	0.00	72.37	0.00	72.37	0.00	72.37	0.00	72.37	0.00	72.37
1	2.39	67.91	10.72	66.53	13.33	56.36	24.52	68.93	17.58	76.62	20.50	77.73	25.24	75.66
2	17.38	69.59	19.61	70.87	19.35	70.80	29.37	72.70	23.08	78.73	27.24	79.74	36.88	78.74
3	20.15	69.11	21.65	68.34	24.08	69.37	33.14	69.13	33.89	73.37	35.63	76.46	41.21	78.30
4	24.15	67.64	26.15	64.99	33.17	66.08	37.34	68.59	37.37	73.46	40.15	74.42	46.89	77.37
5	30.89	68.84	33.15	60.87	43.25	67.65	41.02	67.03	41.21	76.78	43.99	76.29	56.18	77.73



รูป 4.38 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละที่สองกับการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3

ตาราง 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละที่สองกับค่าเฉลี่ยการสะท้อนแสงในช่วงของแสงขาว

จำนวนรอบการสัปดาห์	un-annealed		450°C - 5 hrs.		450°C - 6 hrs.		450°C - 7 hrs.		550°C - 5 hrs.		550°C - 6 hrs.		550°C - 7 hrs.	
	2nd Phase	%R	2nd Phase	%R	2nd Phase	%R	2nd Phase	%R	2nd Phase	%R	2nd Phase	%R	2nd Phase	%R
Glass	0.00	8.00	0.00	8.00	0.00	8.00	0.00	8.00	0.00	8.00	0.00	8.00	0.00	8.00
1	2.39	10.97	10.72	18.49	13.33	22.84	24.52	26.23	17.58	9.80	20.50	25.98	25.24	2.87
2	17.58	11.54	19.61	27.59	19.35	18.41	29.37	17.87	23.08	58.95	27.24	18.08	36.88	3.98
3	20.15	6.48	21.65	20.56	24.08	19.87	33.14	30.77	33.89	23.47	35.65	14.99	41.21	12.20
4	24.15	7.64	26.15	28.64	33.17	24.53	37.34	26.49	37.37	21.96	40.15	21.60	46.89	17.88
5	30.89	7.77	33.15	18.65	43.25	22.16	41.02	21.41	41.21	19.03	43.99	15.65	56.18	10.71



รูป 4.39 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละเฟสที่สองกับการสะท้อนแสงของฟิล์มบาง Al_2O_3

จากรูป 4.38 จะเห็นได้ว่าการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C การส่งผ่านแสงที่ได้จะมีค่าลดลงเมื่อปริมาณเฟสที่สองของฟิล์มบาง Al_2O_3 มีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อปริมาณเฟสที่สองเพิ่มขึ้นจนถึงค่าหนึ่งแล้วค่าการส่งผ่านแสงก็จะมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณของเฟสที่สอง และการส่งผ่านแสงจะลดลงอีกครั้งหนึ่งเมื่อปริมาณเฟสที่สองยังมีปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นต่อไป สำหรับการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C จะพบว่าเมื่อเฟสที่สองมีปริมาณเพิ่มขึ้นแล้วค่าการส่งผ่านแสงก็จะสูงขึ้นตามปริมาณของเฟสที่สอง แต่เมื่อปริมาณเฟสที่สองเพิ่มขึ้นจนถึงค่าหนึ่งแล้วค่าการส่งผ่านแสงก็จะลดลง

ในทางกลับกันจากรูป 4.39 จะเห็นได้ว่าการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 450°C การสะท้อนแสงที่ได้จะมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณเฟสที่สองของฟิล์มบาง แต่เมื่อปริมาณเฟสที่สองเพิ่มขึ้นไปจนถึงค่าหนึ่งแล้วค่าการสะท้อนแสงก็จะลดลง แต่การสะท้อนแสงจะลดลงจนถึงค่าหนึ่งของเฟสที่สองเท่านั้น เนื่องจากการสะท้อนแสงจะเพิ่มขึ้นอีกครั้งเมื่อปริมาณเฟสที่สองยังมีค่าที่มากขึ้นต่อไป สำหรับการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 550°C พบว่าเมื่อทำการอบอ่อนที่ 5 และ 7 ชั่วโมง ค่าการสะท้อน

แสงจะลดลงหากปริมาณเฟสที่สองที่มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ในกรณีการอบอุ่นที่ 6 ชั่วโมงนั้นค่าการสะท้อนแสงจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณเฟสที่สอง อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าเมื่อปริมาณเฟสที่สองเพิ่มขึ้นจนถึงค่าหนึ่งแล้วค่าการสะท้อนแสงไม่ว่าจะทำการอบอุ่นที่กี่ชั่วโมงก็ตามจะมีค่าเพิ่มขึ้นสูงสุดค่าหนึ่งแล้วค่าการสะท้อนแสงจึงลดลงตามปริมาณเฟสที่สองอีกครั้งหนึ่ง

ทั้งนี้ทั้ง 2 กรณีอาจเนื่องมาจากการเพิ่มขึ้นของเฟสที่สองนั้นช่วยลดการสะท้อนแสงบนผิวฟิล์ม กล่าวคือเมื่อแสงเคลื่อนที่มาตกกระทบบนผิวของฟิล์มแล้ว แสงสะท้อนที่เกิดขึ้นนั้นเคลื่อนที่ไปชนเข้ากับเฟสที่สองแล้วจึงส่งผลให้เกิดการหักเหกลับเข้ามายังฟิล์มบางอีกครั้งหนึ่ง ดังนั้นปริมาณเฟสที่สองจึงสามารถช่วยทำให้ค่าการส่งผ่านแสงมีค่าเพิ่มขึ้นได้นั่นเอง