บทที่ 3
วิธีดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบาง ZnO ที่เจือด้วย Al และ In (AlZO) เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแสง จากเป้าเซรามิกส์ ZnO เจือด้วย Al และ In (ZnO: Al_2O_3 0.5 wt%+In_2O_3 0.5 wt%) โดยใช้เทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์มให้ได้คุณสมบัติของฟิล์มตามที่ต้องการ โดยมีรายละเอียดและขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำยาล้างจาน
2. น้ำกลั่น (Distilled water : DI)
3. อะซิโทน (Acetone : C_3H_6O)
4. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (Isopropyl alcohol (IPA): C_3H_8O)
5. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric : HCl) ความเข้มข้น 37%
6. เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol : C_2H_6O)
7. ก๊าซอาร์กอน ความบริสุทธิ์ 99.99 %
8. ยาขัดโลหะ (Wenol)
9. กาวเงิน (Silver paint)
10. ไดไอโอโดมีเทน (Diiodomethane : CH_2I_2)

3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. บีกเกอร์ขนาดต่างๆ
2. ถุงมือยางแบบไม่มีแป้ง (ไร้ฝุ่น)
3. อลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminium Foil)
4. กระดาษทราย
5. กระดาษเช็ดเลนส์
6. คีมปากคีบ
7. กระจกสไลด์
8. กระบอกตวงพลาสติก
9. เครื่องอัลตราโซนิก

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

10. เครื่องสปัตเตอริง ระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง

11. มัลติมิเตอร์ (Multimeter)

12. กล่องใส่แผ่นกระจกสไลด์

13. เป้าสารเคลือบ (Target) เป็นเป้าซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียมในอัตราส่วน 0.5 wt% (Al_2O_3 0.5 wt% + In_2O_3 0.5 wt%) มีลักษณะเป็นแผ่นกลม มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว หนา 0.7 cm

14. กระจกคอร์นนิง (Corning glass) ขนาด 7.5 x 2.5 cm^2 หนา 0.10 cm ผลิตโดยบริษัทคอร์นนิง (CORNING) ประเทศสหรัฐอเมริกา

15. ชุดวัดความต้านทานไฟฟ้า (Four point probe) รุ่น RM3 ผลิตโดยบริษัทแจนเดล (JANDEL) ประเทศอังกฤษ สถานที่ตั้งอุปกรณ์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC)

16. เครื่องวัดพาหะสารกึ่งตัวนำ ฮอลล์เอฟเฟค (Hall effect measurements) ผลิตโดยบริษัทอีโคเปีย (ECOPIA) รุ่น HMS-3000 สถานที่ตั้งอุปกรณ์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC)

17. เครื่องวัดความหนาฟิล์ม (Surface profiler) ผลิตโดยบริษัทวีโก้ (Veeco) รุ่น Dektak 150 สถานที่ตั้งอุปกรณ์ สถาบันพัฒนาเทคโนโลยีพลังงานแสงอาทิตย์ (SOLARTEC)

18. เครื่องทดสอบการส่งผ่านแสง (UV-VIS spectrophotometer) ผลิตโดยบริษัทเพอร์กินเอลเมอร์ (PerKin Elmer) Version 2.85.04 สถานที่ตั้งอุปกรณ์ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ (ประสานมิตร)

19. เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ผลิตโดยบริษัทฮิตาชิ (Hitachi) รุ่น S4700 สถานที่ตั้งอุปกรณ์ ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (TMEC)

20. เครื่องเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟรกโทรมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) รุ่น Rigaku TTRAX III สถานที่ตั้งอุปกรณ์ ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)

21. เครื่องโอเจย์ อิเล็กตรอน สเปคโตสโคปี (Auger Electron Spectroscopy : AES) รุ่น ULVAC, PHI700 สถานที่ตั้งอุปกรณ์ ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กโทรนิกส์ (TMEC)

3.3 สถานที่ดำเนินงานวิจัย

1. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
2. ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC)

3. ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (TMEC)

4. สถาบันพัฒนาเทคโนโลยีพลังงานแสงอาทิตย์ (SOLARTEC)

5. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การเตรียมเซรามิกส์ AlZO เพื่อใช้เป็นเป้าในระบบดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง

เพื่อให้เซรามิกส์ซิงค์ออกไซด์และฟิล์มที่ได้สามารถนำไฟฟ้าได้ดีจึงเจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียมในปริมาณ 0.5 wt% โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกเตรียมเซรามิกส์แบบวิธีการเผาผนึกแบบปกติ ซึ่งมีขั้นตอนการเตรียมเป้าเพื่อให้นำไฟฟ้าดังนี้

1) ชั่งซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ความบริสุทธิ์ 99.99 % ในปริมาณ 148.5 g อลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.99 % ในปริมาณ 0.75 g และอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) ความบริสุทธ์ 99.99 % ในปริมาณ 0.75 g

2) ผสมสารทั้งหมดลงในกระป๋องพลาสติก ใส่เม็ดบดเซอร์โคเนีย และเติมเอทานอลลงไป ปิดฝาภาชนะให้สนิทแล้วนำไปหมุนบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3) นำสารที่หมุนบดครบตามเวลาแล้วมาทำการระเหยเอทานอลออกโดยใช้เตาแผ่นความร้อน (hot plate) และแท่งแม่เหล็กกวนขณะให้ความร้อนจนสารผสมแห้งสนิท

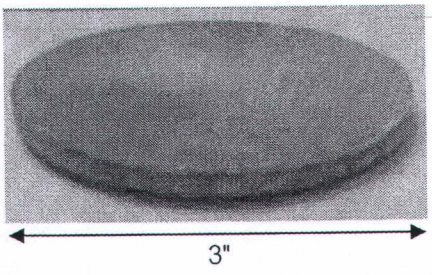
4) นำสารผสมมาบดด้วยครกบดให้ละเอียด

5) นำสารผสมที่ได้มาอัดขึ้นรูปในโมล (mold) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.8 นิ้วด้วยแรงอัด 1 ตัน ใช้เวลาอัด 30 นาที

6) นำสารผสมที่อัดขึ้นรูปไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,320 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อให้ผนึกตัวเป็นเซรามิกส์ หลังจากกระบวนการเผาเสร็จสิ้นเซรามิกส์จะหดตัวเหลือเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 นิ้ว

7) ขัดผิวด้านหนึ่งของเซรามิกส์เพื่อให้ได้ระนาบด้วยกระดาษทรายน้ำ จากนั้นจึงนำเซรามิกส์ไปอบไล่ ความชื้นที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

8) ทากาวเงิน (silver paint) ที่เซรามิกส์ด้านที่ถูกขัดให้ได้ระนาบ เพื่อให้เซรามิกส์นำไฟฟ้าได้ดีขึ้นเมื่อนำไปใช้งานเป็นขั้วคาโทดในระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง จากนั้นจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 15 นาที ก็เป็นการสิ้นสุดขั้นตอนการเตรียมเป้าเซรามิกส์ โดยเซรามิกส์ AlZO ที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้วที่และมีสภาพต้านทานไฟฟ้าเป็น 905 Ωcm ลักษณะเป็นแผ่นกลม หนา 0.7 cm (ดังภาพประกอบ 3.1)



ภาพประกอบ 3.1 เป้าเซรามิกส์นำไฟฟ้าซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียม

3.4.2 การใช้เซรามิกส์ AlZO เป็นเป้าเพื่อเตรียมฟิล์มบาง AlZO ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง

1) การเตรียมแผ่นรองรับ

แผ่นรองรับที่ใช้ในการทดลองเป็นกระจกคอร์นนิง (corning glass) ขนาด 7.5 x 2.5 cm^2 หนา 0.10 cm ผลิตโดยบริษัทคอร์นนิง ประเทศสหรัฐอเมริกา แผ่นรองรับเหล่านี้ก่อนนำมาเคลือบฟิล์มจะต้องนำมาทำความสะอาดสิ่งสกปรกได้แก่ คราบฝุ่นไขมัน สารอินทรีย์ต่างๆ เพื่อให้ได้ผิวกระจกที่สะอาดและฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นกับผิวกระจกได้ดี ซึ่งมีขั้นตอนการทำความสะอาดโดยเริ่มจากนำกระจกคอร์นนิ่งล้างด้วยน้ำยาล้างจานเพื่อขจัดฝุ่น และคราบไขมันแล้วล้างออกด้วยน้ำเปล่าตามด้วยน้ำกลั่น (distilled water : DI) จากนั้นนำชิ้นงานไปทำความสะอาดด้วยอัลตราโซนิกโดยใช้น้ำกลั่น อะซีโตน และไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (IPA) ชนิดละ 30 นาที และเช็ดให้แห้งด้วยกระดาษเช็ดเลนส์แล้วจึงนำกระจกคอร์นนิ่งใส่ในภาชนะสุญญากาศ (chamber) เพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับในการสปัตเตอริงต่อไป

2) การเตรียมฟิล์มบาง AlZO

การเตรียมฟิล์มบาง AlZO โดยวิธี ดีซี แมกนีตรอนสปัตเตอริง จากเป้า ZnO เจือด้วย Al และIn ซึ่งมีลักษณะเป็นแผ่นกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว หนา 0.7 cm เคลือบบนแผ่นรองรับที่เป็นกระจกคอร์นนิง (Corning glass) ขนาด 7.5 x 2.5 cm^2 หนา 0.10 cm ผลิตโดยบริษัทคอร์นนิง ประเทศสหรัฐอเมริกา และใช้ก๊าซอาร์กอน (Ar) 99.99 % เป็นก๊าซพลาสมา โดยควบคุมการไหลของก๊าซด้วยวาล์วรูเข็ม (Needle valve) ในการทดลองจะมีตัวแปรต่าง ๆ ของการเคลือบฟิล์มที่ต้องพิจารณา ได้แก่ ความดันก๊าซอาร์กอน กำลังไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบ และระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับ เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยได้ควบคุมเวลาในการเคลือบฟิล์มคงที่ที่ 30 นาที แล้วนำฟิล์มที่เตรียมตามเงื่อนไขต่างๆไปศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแสง และโครงสร้างจุลภาค โดยมีรายละเอียดการเตรียมฟิล์มดังนี้

1. ทำความสะอาดภายในภาชนะสุญญากาศ (Chamber) โดยเก็บเศษฝุ่นผง และเช็ดทำความสะอาดคราบสกปรกภายในที่เกิดขึ้นขณะสปัตเตอร์ในครั้งที่ผ่านมาออกให้หมดด้วยยาขัดโลหะ

(Wenol) เช็ดซ้ำด้วยอะซิโทน (Acetone) จนคราบสกปรกหมด แล้วเช็ดตามด้วยไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (IPA) ใช้อลูมิเนียมฟอยล์บุผนังด้านในภาชนะสุญญากาศเพื่อป้องกันคราบติดตามผนังขณะสปัตเตอร์

2. นำกระจกที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดแล้ว นำมาวางที่แท่นวางแผ่นรองรับ ซึ่งอยู่ด้านล่างของภาชนะสุญญากาศ และเป็นขั้วบวก (Anode) โดยมีเป้า ZnO เจือด้วย Al กับ In ที่อยู่ด้านบนและเป็นขั้วลบ (Cathode) ดังภาพประกอบ 3.2 กำหนดระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 7 10 13 และ 16 cm ตามลำดับ ก่อนทำการสปัตเตอร์ต้องปิดเป้าด้วยชัตเตอร์ (Shutter) ที่ทำด้วยอลูมิเนียม แล้วปิดฝาภาชะสุญญากาศให้สนิท

3. เปิดสวิตช์เครื่องทำความเย็นและระบบน้ำหล่อเย็นเพื่อระบายความร้อนของเครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion pump : DF) และขั้วลบ (Cathode) ขณะทำการสปัตเตอร์

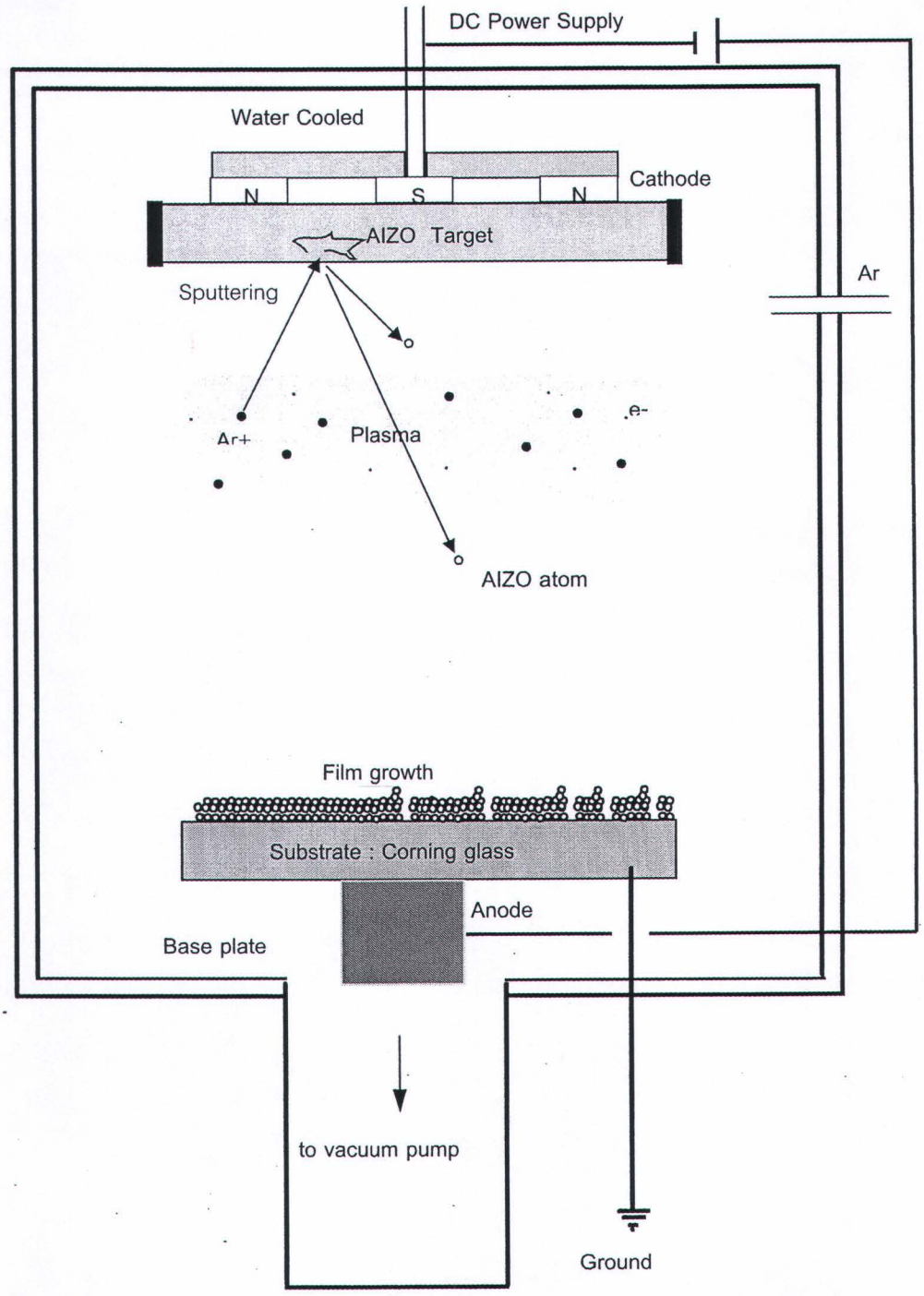
4. เปิดสวิตช์ควบคุมเครื่องสปัตเตอริง เปิดระบบปั๊มเริ่มจากเปิดสวิตช์เครื่องสูบกล (Rotary pump : RP) เปิดเครื่องสูบแบบแพร่ไอ (Diffusion pump : DF) ปั๊มจนได้ความดันที่ 6×10^{-5} mbar

5. เปิดระบบก๊าซอาร์กอน (Ar) หมุนเปิดวาล์วที่ถังก๊าซและปรับปริมาตรการปล่อยก๊าซให้ได้ความดันก๊าซที่ต้องการตามเงื่อนไข ดังนี้ 0.03 0.05 0.07 0.09 และ 0.10 mbar โดยการปรับวาล์วรูเข็ม (Needle valve) ควบคุมความดันก๊าซอาร์กอนจนกว่าจะคงที่

6. เปิดแหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้า หมุนปรับเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้า (Volt) จนเกิดการโกลวดิจชาร์จ แล้วปรับกำลังไฟฟ้าตามที่ต้องการตามเงื่อนไขดังนี้ 30 40 และ 50 W

7. ทำการพรีสปัตเตอร์ (Pre-sputter) เป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นจึงทำการเคลือบฟิล์มบนแผ่นรองรับ โดยการเปิดที่บังเป้าออกเป็นเวลา 30 นาที

8. นำฟิล์มออกจากภาชนะสุญญากาศ และตรวจสอบสมบัติต่างๆต่อไป



ภาพประกอบ 3.2 แผนผังระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปัตเตอริง โดยใช้เป้าเซรามิกส์ AlZO เป็นขั้วคาโทด และแผ่นรองรับซึ่งเป็นกระจกคอร์นนิ่งเป็นขั้วอาโนด

3.4.3 การวัดสมบัติของฟิล์ม AlZO

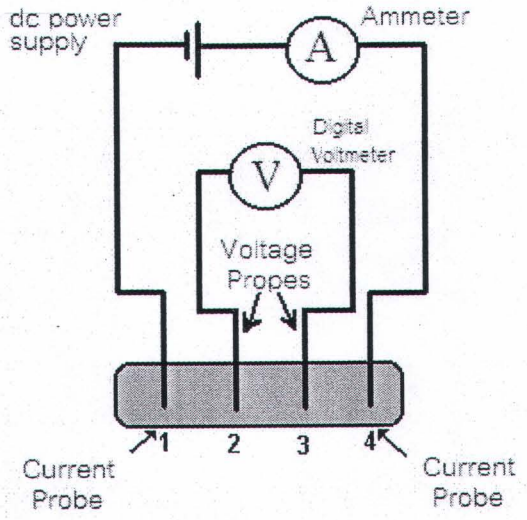
1. การวัดสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์ม

ในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มได้แก่ สภาพต้านทานไฟฟ้า ความคล่องตัวของพาหะ และความหนาแน่นของพาหะดังต่อไปนี้

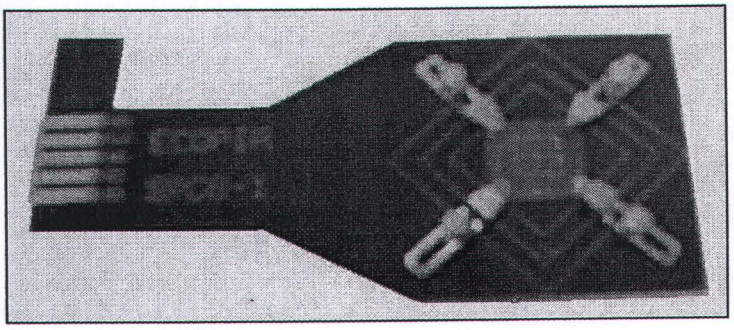
ก) วัดความต้านทานไฟฟ้าด้วยเทคนิคโฟร์พอยท์โพรบ (Four point probe) โดยการนำชิ้นงานขนาด 1.0 x 1.0 cm^2 มาวัดด้วยเทคนิคโฟร์พอยท์โพรบ ดังภาพประกอบ 3.3 โดยการป้อนไฟฟ้ากระแสตรงเข้าโพรบ 1 และ 4 กำหนดกระแสคงที่ที่ 1 μA แล้ววัดความต่างศักย์ไฟฟ้าระหว่างโพรบ 2 และ 3 ด้วยมิเตอร์ระบบดิจิตอล ซึ่งจะได้ค่าความต้านทานไฟฟ้าและนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าโดยใช้สมการ (2.9)

ข) วัดความคล่องตัวของพาหะและความหนาแน่นของพาหะ

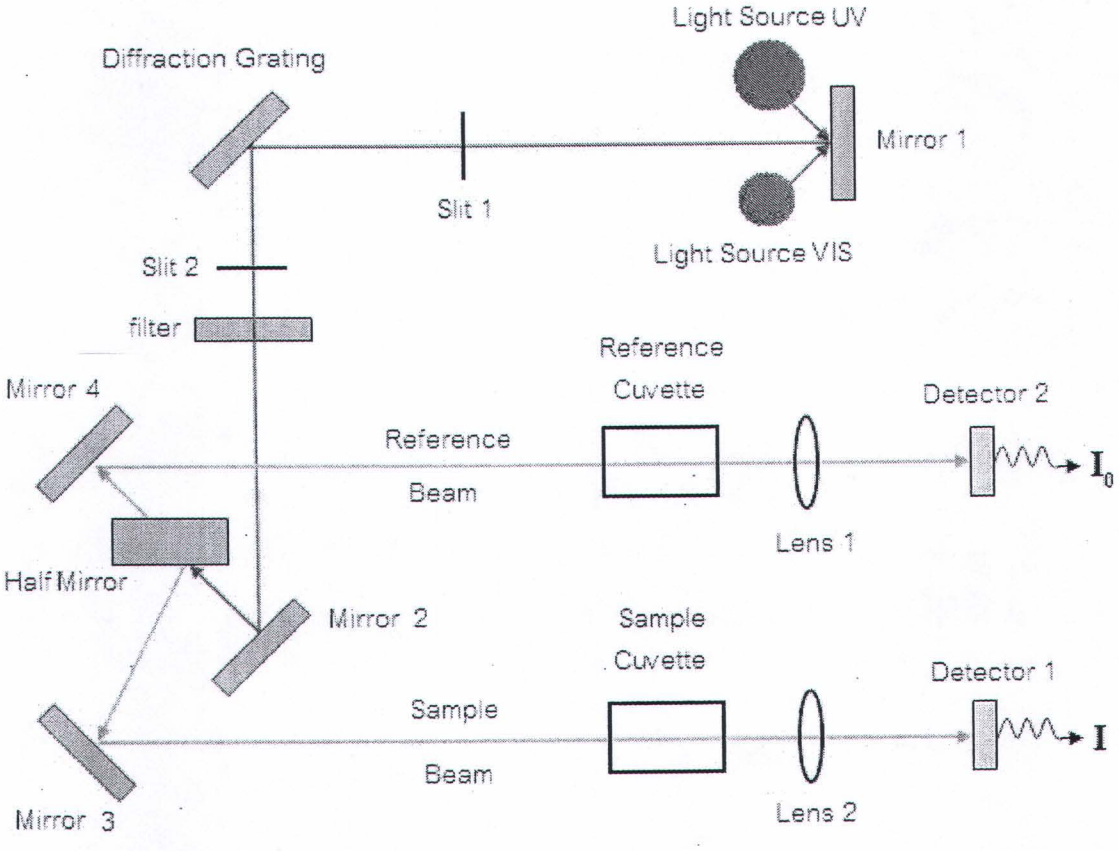
การวัดความคล่องตัวของพาหะและความหนาแน่นของพาหะของตัวอย่างใช้เทคนิคการวัดฮอลล์เอฟเฟค (Hall effect measurements) โดยใช้ชิ้นงานที่มีความสมมาตร หนาสม่ำเสมอ เนื้อผิวเรียบไม่มีรอยแยกขนาด 1.0 x 1.0 cm^2 นำชิ้นงานยึดติดกับขั้วไฟฟ้าทั้ง 4 มุม เพื่อตรวจสอบ ดังภาพประกอบ 3.4 และป้อนกระแสไฟฟ้า 1 nA เพื่อวัดความคล่องตัวของพาหะและความหนาแน่นของพาหะ



ภาพประกอบ 3.3 ระบบการวัดของเครื่องโฟร์พอยท์โพรบ [58]



ภาพประกอบ 3.4 เชื่อมคอนแทคกับชิ้นงาน



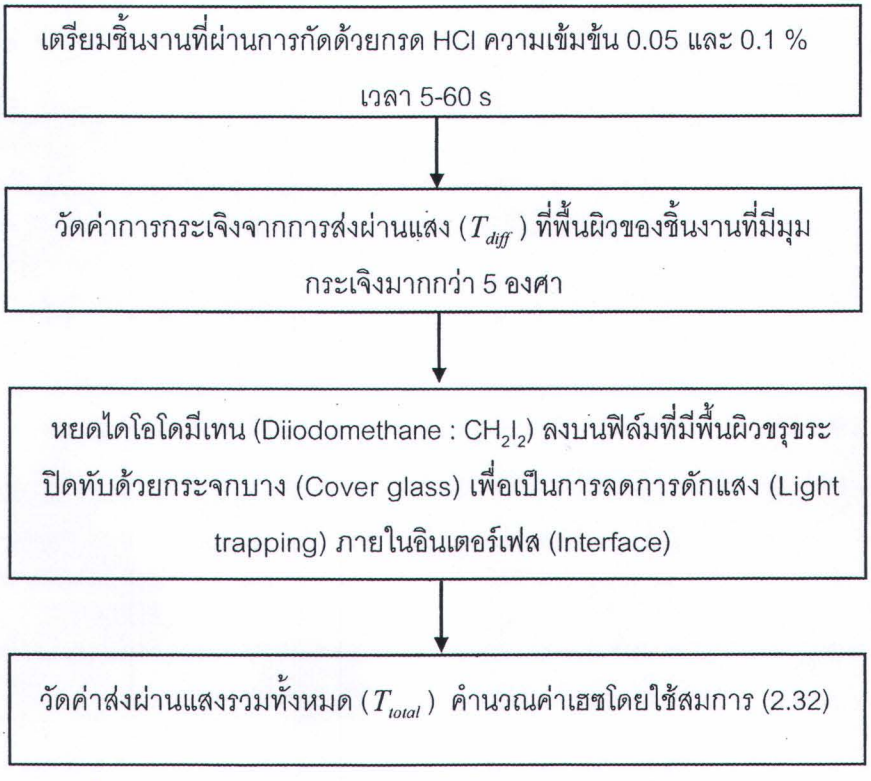
ภาพประกอบ 3.5 การวัดสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง [59]

2. การวัดค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์ม

วัดค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์ม โดยเครื่องยูวี วิซิเบิ้ล สเปคโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS spectrophotometer) ซึ่งเป็นแบบลำแสงคู่ โดยแสงจากแหล่งกำเนิด (Deuterium lamp, D2 or Halogen lamp ,WI) จะกระทบกับกระจก (Mirror 1) แล้วเปลี่ยนเป็นแสงเอกรงค์โดยดิฟแฟรคชันเกรทติง (Diffraction Grating) จากนั้นแสงจะตกกระทบกระจก (Mirror 2) และกระจกสะท้อนแสง 50% (Half Mirror) จะแยกแสงออกเป็นสองลำ ลำแรกไปกระทบกระจก (Mirror 4) ลำแสงนี้จะสะท้อนไปยังแผ่นรองรับอ้างอิง (Reference) ไปยังตัวตรวจวัด (Detector 2) อีกลำกระทบกระจก (Mirror 3) สะท้อนไปยังแผ่นรองรับตัวอย่าง (Sample) ตัวตรวจวัด (Detector 1) ดังภาพประกอบ 3.5 ซึ่งจะทำการวัดการส่งผ่านแสงที่ความยาวคลื่นแสงตกกระทบซึ่งสามารถเปลี่ยนแปลงช่วงความยาวคลื่นได้ในช่วง 190 – 1100 nm

3. การวัดค่าเฮซ (Haze)

การทดลองนี้ได้ทำการวัดค่าเฮซของฟิล์มบาง AlZO โดยเครื่องยูวี วิซิเบิ้ล สเปคโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS spectrophotometer) ร่วมกับอินติเกรทติง สเฟียร์ (integrating sphere) โดยมีขั้นตอนดังภาพประกอบ 3.6



ภาพประกอบ 3.6 แสดงการเตรียมชิ้นงานวัดค่าเฮซ (Haze)

4. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

ในการทดลองนี้ได้ทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของฟิล์มบาง AlZO ด้วยเครื่อง SEM เพื่อศึกษาภาพตัดขวาง (cross-section) และพื้นผิวของฟิล์ม โดยการเตรียมชิ้นงานขนาด 1.0 x 1.0 cm^2 นำไปยึดติดบนแท่นวางชิ้นงานและเคลือบผิวหน้าชิ้นงานด้วยวิธีสปัตเตอร์ด้วยทอง (Gold sputtering) เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าแบบครบวงจรต่อชิ้นงาน ก่อนนำไปถ่ายภาพด้วยกล้อง SEM

5. วัดความหนาของฟิล์ม

วัดความหนาของฟิล์มด้วยเครื่องโพร์ไฟล์ผิวหน้า (Surface profiler) โดยเตรียมชิ้นงานก่อนนำไปวัดด้วยการกัดกร่อนฟิล์มด้วยกรด HCl ความเข้มข้น 0.5 %โดยปริมาตร กัดฟิล์มให้เป็นร่องลึกลงไปถึงผิวแผ่นรองรับ แล้วนำชิ้นงานไปวางบนแท่นวางบนเครื่องวัด โดยจะมีกล้องจุลทรรศน์เป็นตัวส่องให้เห็นพื้นผิวฟิล์มและแสดงภาพบนหน้าจอคอมพิวเตอร์ และระบุตำแหน่งที่ต้องการวัด โดยเครื่องจะวัดโดยการลากโพรบขนาดเล็กๆ ผ่านพื้นผิวฟิล์มที่ขรุขระ แล้วประมวลค่าความหนาที่ได้ออกมา

6. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์ม AlZO โดยใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟรกชั่น (X-ray diffraction) แบบ $\theta - 2\theta$ โดยใช้ต้นกำเนิดรังสีเอ็กซ์เรย์ เป็น Cu K_α ที่ความต่างศักย์ 20 kV โดยวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เรย์ ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างมุมเลี้ยวเบน (2θ) กับความเข้ม (Intensity)

7.การวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์ม

วิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์ม AlZO โดยใช้เทคนิคโอเจย์อิเล็กตรอน (AES) โดยการติดตั้งตัวอย่างทำมุม 75 องศากับอิเล็กตรอนบีม โดยใช้อิเล็กตรอนบีมพลังงาน 10 keV 10-20nA และกัดกร่อนผิวหน้าด้วยการสปัตเตอริงด้วยอาร์กอน (Sputter etching) ด้วยไอออนกัน 4 kV ขนาด 6x6 mm วิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มจากพลังงานไคเนติก (kinetic energy) ของโอเจย์อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากฟิล์ม