

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนได้ดังนี้

1. ทำการศึกษาค้นคว้างานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
2. ออกแบบการทดลองเตรียมอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง
3. เตรียมอุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับวัดสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแสงของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่สร้างขึ้น
4. เตรียมหน้ากาสำหรับระเหยสารให้ได้ลวดลายที่ต้องการด้วยวิธีการเคลือบด้วยไฟฟ้า (Electroplating)
5. ทำการสร้างไดโอดเปล่งแสงไฮบริดโดยการเปลี่ยนแปลงความหนาของชั้นสารอินทรีย์ NPB กับชั้นสารอนินทรีย์ ZnSe โดยใช้อัตราการระเหยคงที่และไม่คงที่
6. ตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแสงของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดที่สร้างขึ้น
7. วิเคราะห์และสรุปผล เพื่อเปรียบเทียบแนวโน้มความหนาของชั้น NPB และ ZnSe ที่เหมาะสมเพื่อนำไปพัฒนาสร้างเป็นไดโอดเปล่งแสงไฮบริดที่มีประสิทธิภาพสูงต่อไป

3.1 ระบบระเหยสารอินทรีย์ (Organic Source Evaporation System)

ระบบระเหยสารอินทรีย์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ทำการออกแบบระบบโดยห้องปฏิบัติการวิจัยควอนตัมและสารกึ่งตัวนำทางแสง (QOSLab) ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ระบบถูกออกแบบมาเพื่อให้สามารถระเหยสารอินทรีย์ได้เป็นอย่างดีมีประสิทธิภาพ เนื่องจากสารอินทรีย์มีอุณหภูมิในการระเหิดต่ำเมื่อเทียบกับสารอนินทรีย์โดยทั่วไป ดังนั้นระบบจึงออกแบบให้สามารถควบคุมการให้อุณหภูมิกับสารอินทรีย์ได้อย่างละเอียดและแม่นยำ เพื่อให้สามารถควบคุมอัตราการระเหยของสารอินทรีย์ได้อย่างถูกต้องแม่นยำและมีความสม่ำเสมอ โดยระบบทั้งหมดจะอยู่ทำงานภายใน Clean Room Class 10K และเพื่อความสำเร็จของการระเหยสารอินทรีย์ ระบบจะทำการระเหยสารในสุญญากาศสูงโดยใช้เทอร์โบโมเลกุลาร์ปั๊ม และ โรตารีปั๊มในการสร้างสุญญากาศ รวมทั้งการสร้างอุปกรณ์ทั้งหมดจะทำภายในห้องสะอาดคลาส 10000 (clean room class 10K) ดังแสดงในรูป 3.2



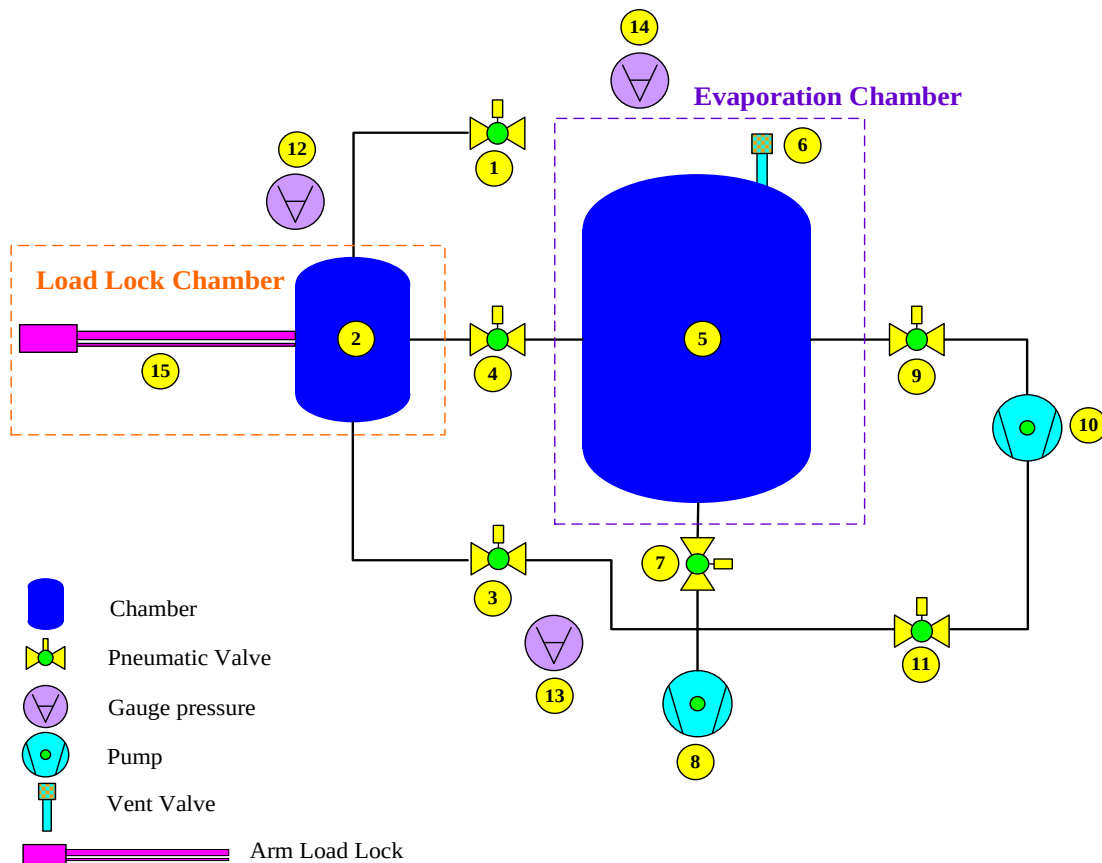
รูปที่ 3.1 ระบบระเหยสารอินทรีย์



รูปที่ 3.2 ห้องสะอาดคลาส 10000

ระบบระเหยสารอินทรีย์มีส่วนประกอบที่สำคัญดังรูปที่ 3.3

Organic Evaporation System



- | | |
|--|--------------------------------|
| 1. load lock vent valve (VENT VALVE) | 9. high vacuum valve (HV) |
| 2. load lock chamber | 10. turbo molecular pump (TMP) |
| 3. roughing load lock valve (LL SYATEM) | 11. backing valve (BV) |
| 4. load lock valve (LLV) | 12. pirani gauge |
| 5. evaporation chamber | 13. pirani gauge |
| 6. evaporation chamber vent valve | 14. full range gauge |
| 7. roughing evaporation chamber valve (RV) | 15. arm load lock |
| 8. rotary pump (RP) | |

รูปที่ 3.3 แผนภาพระบบสุญญากาศของระบบระเหยสารอินทรีย์

ภายในห้องสุญญากาศ (vacuum chamber) ประกอบไปด้วยอุปกรณ์ต่างๆ ดังนี้

1. ระบบระเหยสารอินทรีย์ (Low Temperature Evaporator System ; LTE) เป็นระบบที่ใช้สำหรับระเหยสารอินทรีย์โดยประกอบด้วย 2 ส่วน คือ หัวระเหยสารอินทรีย์ และ ชุดควบคุมการระเหยสารอินทรีย์ของบริษัท Kurt J. Lesker ดังแสดงในรูปที่ 3.4 และ 3.5 ซึ่งสามารถให้ความร้อนแก่สารอินทรีย์ได้อย่างทั่วถึงสม่ำเสมอ มีเทอร์โมคัปเปิล type K ในการตรวจวัดค่าอุณหภูมิที่สารอินทรีย์ได้รับเพื่อนำมาใช้ควบคุมอุณหภูมิที่ให้แก่สารอินทรีย์ ซึ่งระบบที่ใช้สามารถควบคุมอุณหภูมิที่ให้ได้อย่างแม่นยำ ± 0.1 องศาเซลเซียส

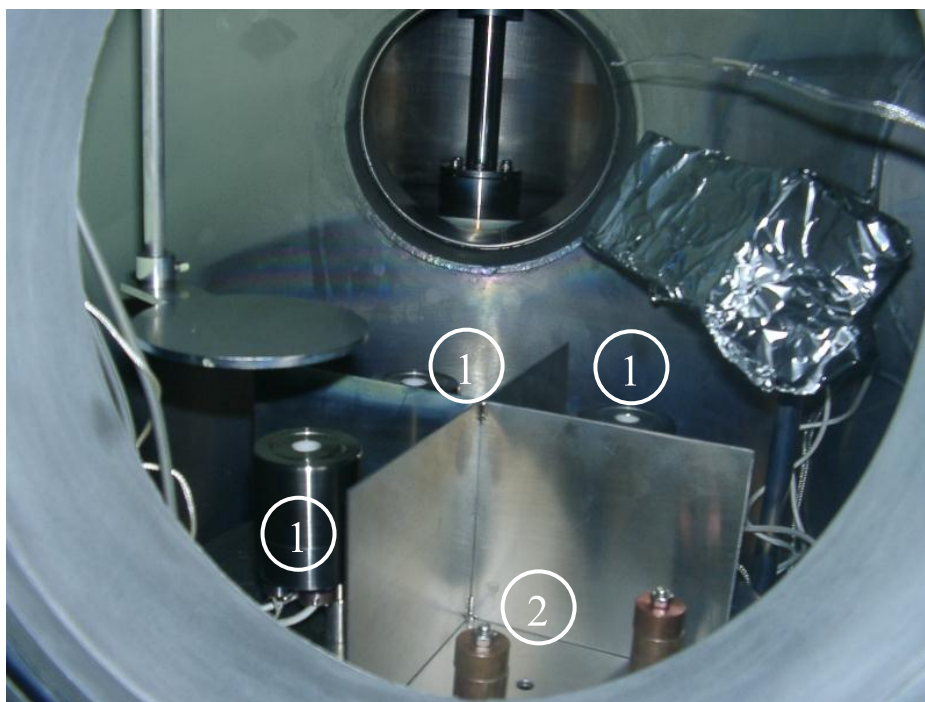


รูปที่ 3.4 หัวระเหยสารอินทรีย์



รูปที่ 3.5 ชุดควบคุมการระเหยสารของระบบระเหยสารอินทรีย์

โดยภายในห้องสุญญากาศทำการติดตั้งระบบระเหยสารอินทรีย์อยู่ทั้งหมด 3 ชุดดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 อุปกรณ์ภายในห้องสุญญากาศสูง 1

2. ระบบระเหยสารด้วยความร้อนเป็นระบบที่ออกแบบมาเพื่อทำการระเหยจั่วไฟฟ้าที่ใช้ในการสร้างไดโอดเปล่งแสงสารอินทรีย์ดังรูปที่ 3.4

3. ระบบตรวจวัดความหนาของฟิล์มบาง ความหนาของฟิล์มบางถูกตรวจสอบความหนาโดยใช้ผลึกควอตซ์ของ INFICON ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 ผลึกควอตซ์

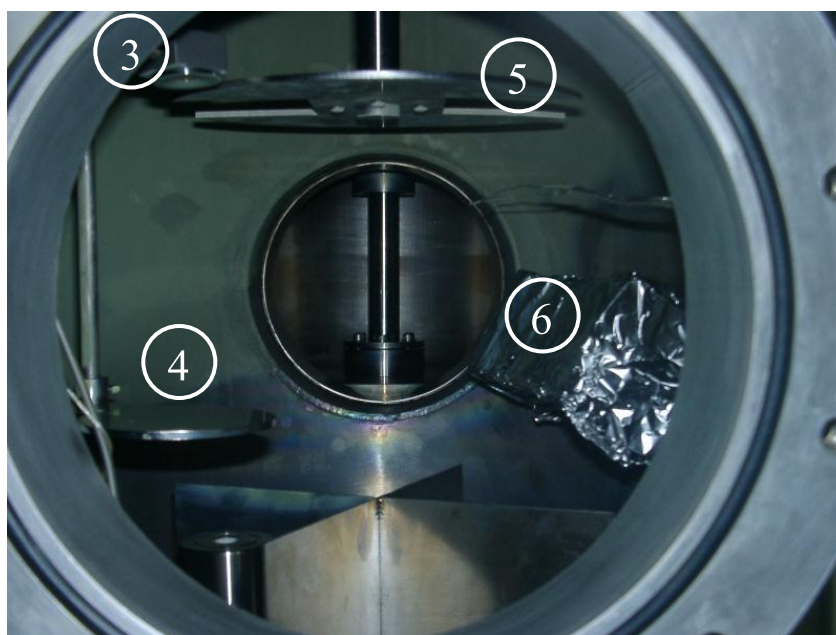
ทำหน้าที่ตรวจวัดความหนาของสารที่กำลังระเหยโดยจะทำการวัดจากค่าความถี่การสั่นของคริสตอลที่มีค่าลดลงเมื่อมีสารมาเคลือบเกาะที่ผิวของคริสตอลมากขึ้น โดยความถี่ที่ได้จะคำนวณอัตราการระเหยสารและความหนาโดย XTM/2 Thin Film Deposition Monitor ของ

INFICON แสดงดังรูปที่ 3.8 โดยที่อุปกรณ์ 3, 4, 5 และ 6 ภายในห้องสุญญากาศแสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.8 เครื่องแสดงผลความหนาฟิล์มบาง

4. ชุดเตอร์มีหน้าที่ในการเปิด-ปิดไอระเหยของสารที่จะขึ้นไปเกาะฐานรองรับ
 5. ตัวยึดจับฐานรองรับมีหน้าที่ใช้ยึดจับฐานรองรับที่ใช้และสามารถทำการหมุนได้
- ขณะที่ทำการระเหยสาร



รูปที่ 3.9 อุปกรณ์ภายในห้องสุญญากาศสูง 2

6. ชุดให้ความร้อนแก่ฐานรองรับเป็นระบบที่ให้ความร้อนแก่ฐานรองรับโดยหลอดไฟควอทซ์ และมีเทอร์โมคัปเปิลที่สามารถวัดอุณหภูมิของฐานรองรับได้

3.2 สมบัติสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ใช้ในการสร้างไดโอดเปล่งแสงไฮบริด

3.2.1 สมบัติทางกายภาพของสารกึ่งตัวนำอินทรีย์ซิงค์ซีลีไนด์

ในงานวิจัยนี้ใช้สารกึ่งตัวนำอินทรีย์ ZnSe ความบริสุทธิ์ 99.995 จากบริษัท Alfa Aesar มีสมบัติแสดงในตาราง 3.1 และรูปที่ 3.10

ตารางที่ 3.1 แสดงสมบัติของสารกึ่งตัวนำอินทรีย์ซิงค์ซีลีไนด์

ชื่อสารอนินทรีย์	ZnSe
ชื่อทางเคมี	Zinc Selenide
สูตรเคมี	ZnSe
Molecular Weight	144.34 g/mole
จุดหลอมเหลว	> 1100 °C
ความหนาแน่น	5.65 g/cm ³
ลักษณะทางกายภาพ	ผลึกสีเหลือง
conduction band	4.0. eV
valence band	6.8 eV
Hole Mobility	-
Electron Mobility	< 600 cm ² /Vs
Dielectric constant	8.5



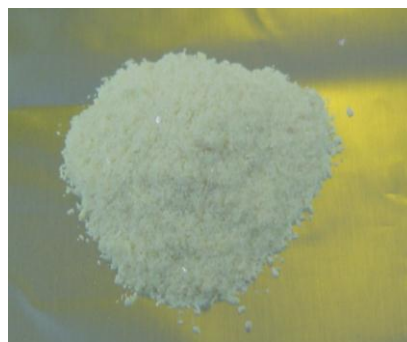
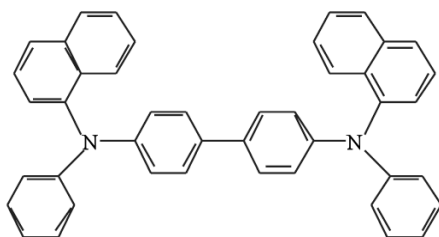
รูปที่ 3.10 ผลึกสารกึ่งตัวนำอินทรีย์ซิงค์ซีลีไนด์ (ZnSe)

3.2.2 สมบัติทางกายภาพของสารกึ่งตัวนำอินทรีย์ NPB

ในงานวิจัยนี้ใช้สารอินทรีย์ NPB จากบริษัท Luminescence Technology มีสมบัติแสดงในตาราง 3.2 และในรูป 3.11

ตารางที่ 3.2 แสดงสมบัติของสารกึ่งตัวนำอินทรีย์ NPB

ชื่อสารอินทรีย์	NPB
ชื่อทางเคมี	N,N'-di(naphthalen-1-yl)-N,N'-diphenyl-benzidine
สูตรเคมี	$C_{44}H_{32}N_2$
Molecular Weight	588.72 g/mole
จุดหลอมเหลว	280~282 °C
Thermal Gravimetric Analysis	Weight loss<0.5% at 340 °C
ลักษณะทางกายภาพ	ผงสีขาว-เหลืองอ่อน
Glass Transition Temperature (T_g)	95 °C
HOMO	5.2 eV
LUMO	2.1 eV
Hole Mobility	$3 \times 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{Vs}$
Electron Mobility	-



รูปที่ 3.11 โครงสร้างสารอินทรีย์ NPB

3.3 การเตรียมฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) บนฐานรองรับกระจกใส

ฟิล์มบางอินเดียมทินออกไซด์ที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าบวกในงานวิจัยนี้จะถูกเตรียมบนฐานรองรับกระจกใส Super Frost ด้วยระบบอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอร์ริงแบบเทคนิคควบคุมเวลาก๊าซ แสดงดังรูปที่ 3.12 โดยมีเงื่อนไขในการปลูกดังนี้

- RF Power 30 Watt
- อัตราการ Flow gas Ar 9 Standard Cubic Centimeters per Minute (SCCM)
- Timing ปลดปล่อยแก๊ส Ar 50 วินาที หยุดปล่อย 2 วินาที
- ระยะระหว่างเป้าเคลือบกับแผ่นฐานรองรับ 5 ซม.
- Based Pressure 1×10^{-6} มิลลิบาร์
- Sputtering Pressure 3.0×10^{-3} มิลลิบาร์
- ไม่มีการให้อุณหภูมิแผ่นฐานรองรับ



รูปที่ 3.12 ระบบ อาร์ เอฟ แมกนีตรอนสปัตเตอร์ริง

โดยสมบัติของ ITO ที่ได้จะมี

- ความหนา 200 นาโนเมตร
- ความต้านทานเชิงแผ่นประมาณ 10 โอห์ม/□
- Timing ปลดปล่อยแก๊ส Ar 50 วินาที หยุดปล่อย 2 วินาที

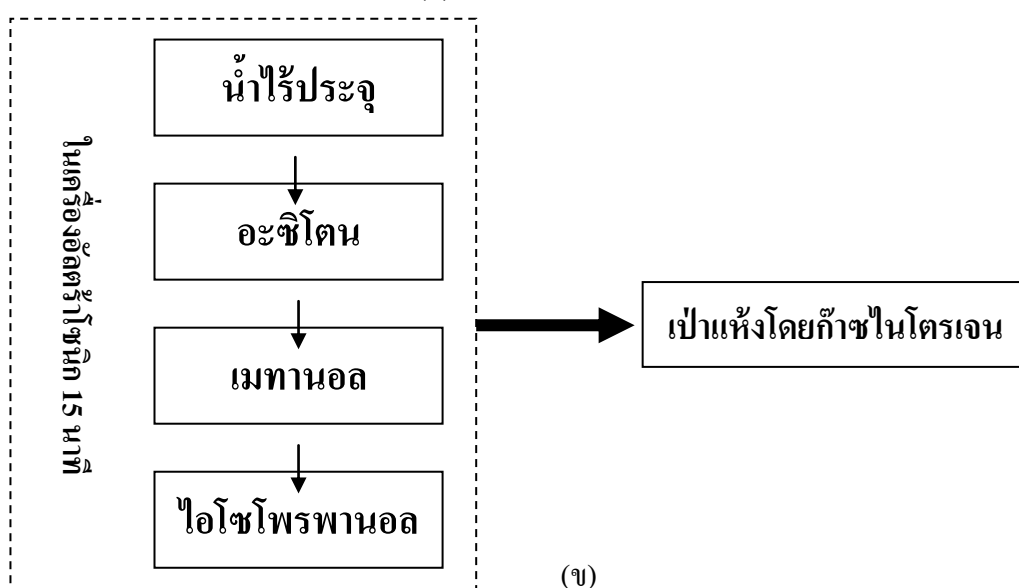
3.4 การทำความสะอาดฐานรองรับอินเดียมทินออกไซด์

ก่อนที่จะทำการระเหยสารอินทรีย์ลงบนฐานรองรับอินเดียมทินออกไซด์จะมีขั้นตอนการทำความสะอาดเพื่อล้างสิ่งสกปรก ผุ่นละออง และคราบไขมันที่ปนเปื้อนบนพื้นผิวซึ่งเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้เกิดการหลุดลอกของฟิล์ม โดยขั้นตอนการทำความสะอาดแสดงดังรูป 3.13 เริ่มจาก

1. ล้างฐานรองรับด้วยน้ำไร้ประจุ (DI water) ในเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที
2. ล้างฐานรองรับด้วยอะซิโตน (Acetone; CH_3COCH_3) ในเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที
3. ล้างฐานรองรับด้วยเมทานอล (Methanol; CH_3OH) ในเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที
4. ล้างฐานรองรับด้วยไอโซโพรพานอล (Isopropanol; $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$) ในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที
5. หลังจากนั้นทำการเป่าให้แห้งโดยใช้ก๊าซไนโตรเจน (N_2)



(ก)



(ข)

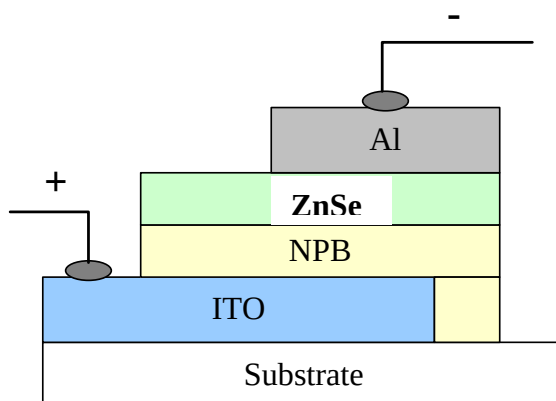
รูปที่ 3.13 (ก) แสดงสารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำความสะอาดฐานรองรับ ITO

(ข) ขั้นตอนการทำความสะอาดฐานรองรับ ITO

3.5 การสร้างไดโอดเปล่งแสงไฮบริดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์โครงสร้าง

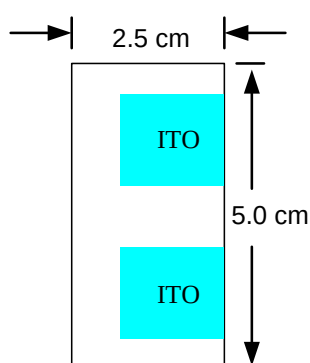
ITO/NPB/ZnSe/Al

โครงสร้างของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ใช้ในการวิจัยเป็นโครงสร้างแบบสองชั้น ซึ่งประกอบด้วยชั้นส่งผ่านโฮลซึ่งเป็นสารอินทรีย์ NPB และชั้นส่งผ่านอิเล็กตรอนเป็นสารอนินทรีย์ ZnSe โดยมีขั้วไฟฟ้าโปรงแสง ITO และโลหะอลูมิเนียมเป็นขั้วไฟฟ้าแอโนดและแคโทดตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.14

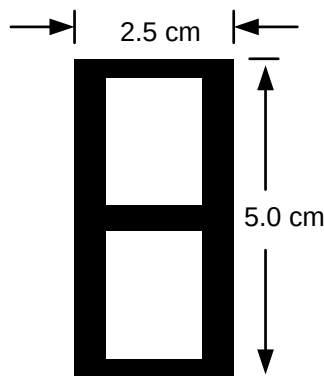


รูปที่ 3.14 โครงสร้างไดโอดเปล่งแสงไฮบริด ITO/NPB/ZnSe/Al

ขั้นตอนการสร้างไดโอดเปล่งแสงไฮบริดเริ่มจากนำฐานรองรับ ITO บนกระจกสไลด์ที่ผ่านการทำความสะอาดแล้วดังรูปที่ 3.15 มาติดหน้ากากสำหรับระเหยสารอินทรีย์และอนินทรีย์ดังรูปที่ 3.16 หลังจากนั้นนำ ITO ซึ่งติดหน้ากากระเหยสารแล้วเข้าห้องสุญญากาศเพื่อทำการระเหยชั้นสารอินทรีย์และอนินทรีย์ตามลำดับ



รูปที่ 3.15 ลวดลาย ITO บนฐานรองรับกระจก



รูปที่ 3.16 หน้ากากสำหรับระเหยสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์

ในการศึกษาจะได้ทำการระเหยสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์โดยแบ่งเป็น 2 เงื่อนไขได้แก่

3.5.1 เงื่อนไขการเตรียมสารอินทรีย์และอนินทรีย์ด้วยอัตราการระเหยสารไม่คงที่

เป็นการระเหยสารให้ได้ความหนาที่ต้องการโดยไม่คำนึงถึงการเปลี่ยนแปลงของอัตราการระเหยขณะทำการระเหยสาร โดยทำการระเหยสารอินทรีย์ NPB ด้วยระบบระเหยสารอินทรีย์ โดยเปลี่ยนแปลงความหนาของ NPB เป็น 30 และ 50 นาโนเมตรโดยเงื่อนไขการระเหยสารเป็นดังนี้

- Base Pressure ประมาณ 3×10^{-6} mbar
- Evaporation Rate ประมาณ $1-3 \text{ Å/s}$
- ไม่มีการให้อุณหภูมิแผ่นฐานรองรับ

หลังจากนั้นทำการระเหยสารอนินทรีย์ ZnSe ด้วยระบบระเหยสารด้วยความร้อน โดยเปลี่ยนแปลงความหนาของ ZnSe เป็น 15, 30 และ 50 นาโนเมตร

- Base Pressure ประมาณ 3×10^{-6} mbar
- Evaporation Rate ประมาณ $1-3 \text{ Å/s}$
- ไม่มีการให้อุณหภูมิแผ่นฐานรองรับ

3.5.2 เงื่อนไขการเตรียมสารอินทรีย์และอนินทรีย์ด้วยอัตราการระเหยสารที่คงที่

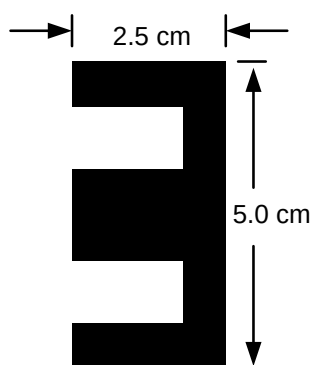
เป็นการระเหยสารให้ได้ความหนาที่ต้องการโดยพยายามควบคุมอัตราการระเหยของสารให้คงที่ตลอดการระเหยสาร โดยทำการระเหยสารอินทรีย์ NPB ด้วยระบบระเหยสารอินทรีย์โดยเปลี่ยนแปลงความหนาของ NPB เป็น 30 และ 50 นาโนเมตรโดยเงื่อนไขการระเหยสารเป็นดังนี้

- Base Pressure ประมาณ 3×10^{-6} mbar
- Evaporation Rate ประมาณ $0.5 \text{ A}^\circ/\text{s}$
- ไม่มีการให้อุณหภูมิแผ่นฐานรองรับ

หลังจากนั้นทำการระเหยสารอินทรีย์ ZnSe ด้วยระบบระเหยสารด้วยความร้อน โดยเปลี่ยนแปลงความหนาของ ZnSe เป็น 15, 30 และ 50 นาโนเมตร

- Base Pressure ประมาณ 3×10^{-6} mbar
- Evaporation Rate ประมาณ $0.5 \text{ A}^\circ/\text{s}$
- ไม่มีการให้อุณหภูมิแผ่นฐานรองรับ

หลังจากทำการระเหยชั้นสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ทั้งสองเงื่อนไขเรียบร้อยแล้ว จะได้นำมาทำการระเหยขั้วไฟฟ้าแคโทดโลหะอลูมิเนียม โดยนำหน้ากากสำหรับระเหยสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ออก จากนั้นนำหน้ากากสำหรับระเหยขั้วโลหะอลูมิเนียม ดังรูปที่ 3.17 มาติดตั้ง

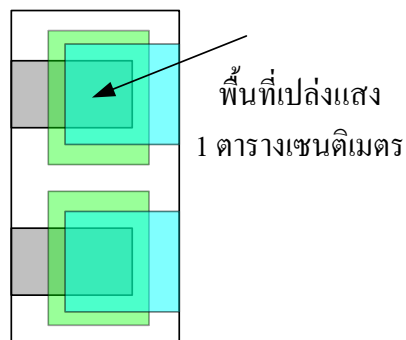


รูปที่ 3.17 หน้ากากสำหรับระเหยขั้วโลหะอลูมิเนียม

ทำการระเหยขั้วไฟฟ้าอลูมิเนียม ด้วยระบบระเหยสารด้วยความร้อน โดยมีเงื่อนไขในการระเหยสารดังนี้

- Base Pressure ประมาณ 4×10^{-6} mbar
- Evaporation Rate ประมาณ $>20 \text{ A}^\circ/\text{s}$
- ความหนา 150 นาโนเมตร
- ไม่มีการให้อุณหภูมิแผ่นฐานรองรับ

ไดโอดเปล่งแสงไฮบริดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่สร้างเสร็จจะมีพื้นที่เปล่งแสง 1 ตารางเซนติเมตรดังรูปที่ 3.18 จากนั้นนำไดโอดเปล่งแสงไฮบริดที่สร้างขึ้นไปทำการตรวจวัดสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแสงต่อไป



รูปที่ 3.18 ไดโอดเปล่งแสงไฮบริดที่สร้างเสร็จแล้วมีพื้นที่เปล่งแสง 1 ตารางเซนติเมตร

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดโครงสร้าง

ITO/NPB/ZnSe/Al

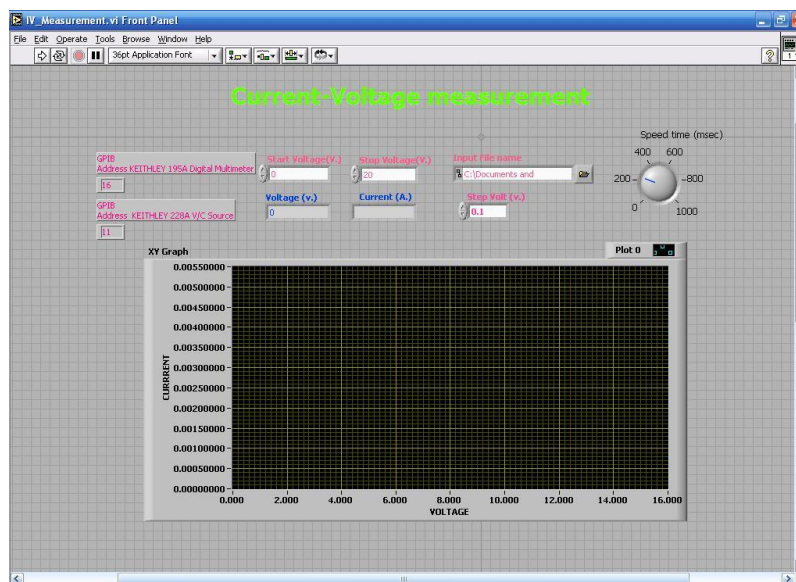
การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดจะทำโดยระบบวัดค่ากระแสและความต่างศักย์ (current-voltage measurement system) ที่จัดขึ้นในห้องปฏิบัติการโดยใช้ KEITHLEY 228 voltage/current source เป็นเครื่องจ่ายความต่างศักย์ให้แก่ไดโอดเปล่งแสง และ KEITHLEY 195A digital multimeter เป็นเครื่องวัดค่ากระแสที่ผ่านไดโอดเปล่งแสง โดยระบบวัดจะถูกควบคุมโดยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่เขียนโดยใช้โปรแกรม Labview ผ่านทาง port G-PIB ดังแสดงในรูป 3.19



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 3.19 ระบบตรวจวัดสมบัติทางไฟฟ้าที่ใช้ในการหาค่าความสัมพันธ์ระหว่างกระแสที่ไหลผ่านไดโอดเปล่งแสงและความต่างศักย์ที่จ่ายให้กับตัวไดโอดเปล่งแสง

(ก) KEITHLEY 228 voltage/current source (ข) KEITHLEY 195A digital multimeter (ค) โปรแกรมควบคุมการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของไดโอดเปล่งแสง

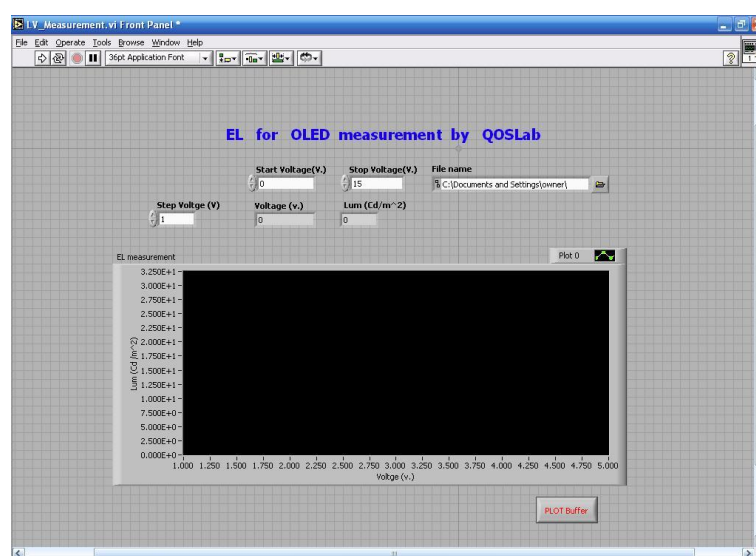
3.7 การตรวจสอบสมบัติทางแสงของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดโครงสร้าง

ITO/NPB/ZnSe/Al

การตรวจสอบสมบัติทางแสงของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดจะทำโดยระบบวัดค่าความส่องสว่างและความต่างศักย์ของไดโอดเปล่งแสง (luminance-voltage measurement system) ที่จัดขึ้นในห้องปฏิบัติการโดยใช้ KEITHLEY 228 voltage/current source เป็นเครื่องจ่ายความต่างศักย์ให้แก่ไดโอดเปล่งแสง และ กล้องวัดความส่องสว่าง (luminance meter) รุ่น LS-110 ของบริษัท KONICA - MINOLTA เป็นเครื่องวัดค่าความสว่างของไดโอดเปล่งแสง โดยการวัดจะถูกควบคุมโดยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่เขียนโดยใช้โปรแกรม Labview ผ่านทาง port GPIB และ RS-232 ดังแสดงในรูป 3.20 และ 3.21



รูปที่ 3.20 ระบบตรวจวัดสมบัติทางแสงที่ใช้ในการหาค่าความสัมพันธ์ระหว่างความสว่างของไดโอดเปล่งแสงและความต่างศักย์ที่จ่ายให้กับตัวไดโอดเปล่งแสง



รูปที่ 3.21 โปรแกรมควบคุมการวัดสมบัติทางแสงของไดโอดเปล่งแสง

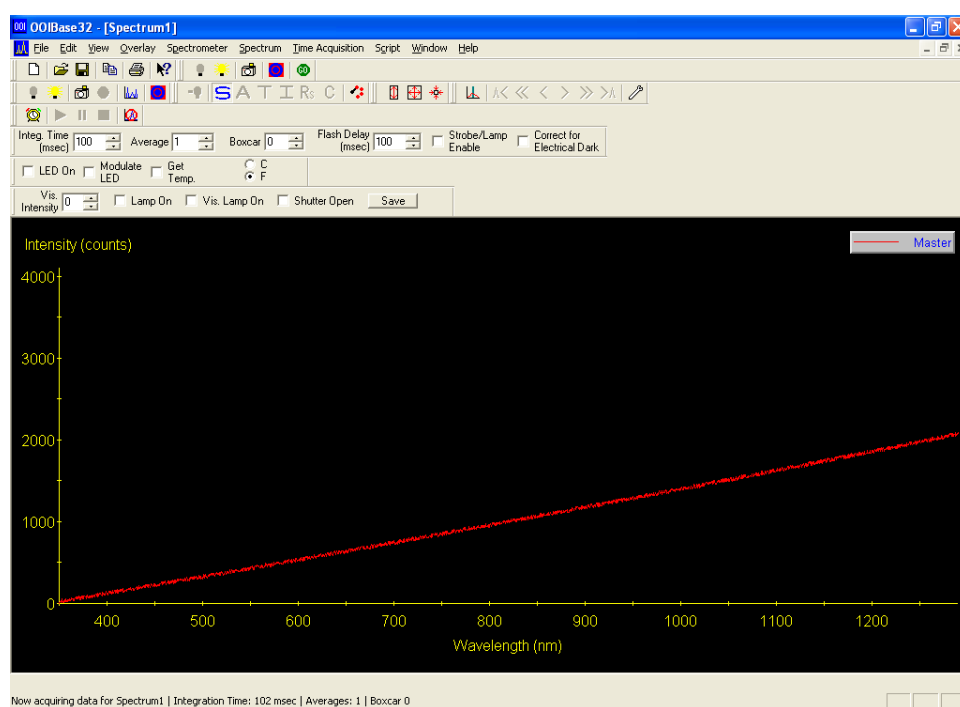
3.8 การตรวจสอบสเปกตรัมการเปล่งแสงด้วยไฟฟ้าของไดโอดเปล่งแสงไฮบริด

โครงสร้าง ITO/NPB/ZnSe/AI

สเปกตรัมการเปล่งแสงด้วยไฟฟ้าของไดโอดเปล่งแสงไฮบริดจะถูกตรวจสอบโดยใช้เครื่อง Spectrofluorometer ของ Ocean Optics รุ่น USB2000 โดยใช้สาย fiber optic เป็นตัวนำแสงจากไดโอดเปล่งแสงมายังตัวตรวจวัด ดังแสดงในรูป 3.22



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.22 ระบบตรวจวัดสเปกตรัมการเปล่งแสงด้วยไฟฟ้าของไดโอดเปล่งแสงไฮบริด

(ก) USB2000 Spectrofluorometer

(ข) Software 00IBase32