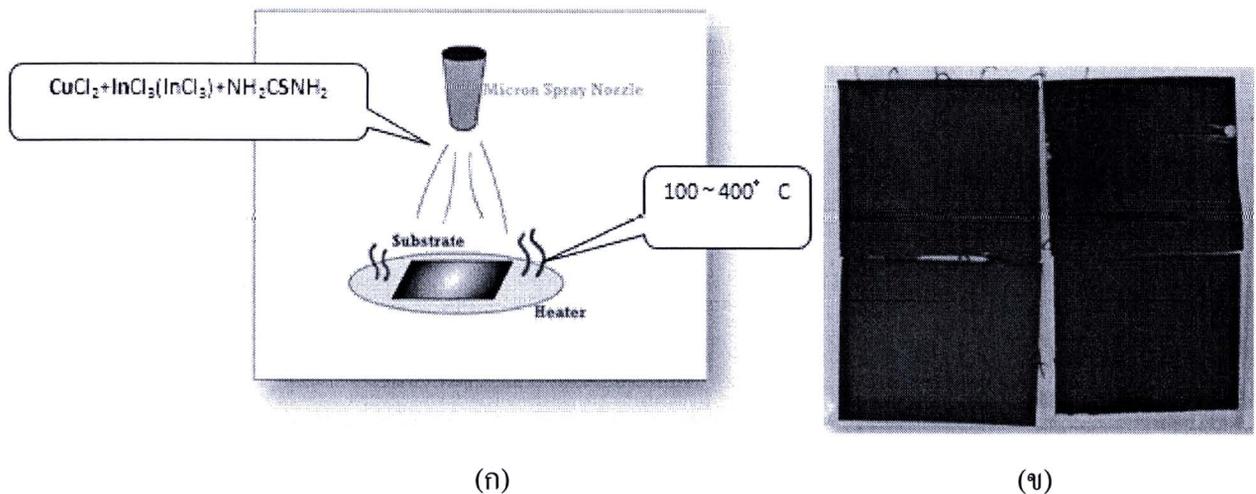


บทที่ 2 วิธีการดำเนินการวิจัย (Materials & Method)

2.1 หลักการปลูกฟิล์มบางด้วยวิธีเคลือบสเปรย์

การเตรียมฟิล์มบาง คอปเปอร์อินเดียมไดซัลไฟด์ (CuInS_2 ; CIS) มีอยู่หลายวิธี ทั้งที่ใช้หลักการของปฏิกิริยาเชิงเคมีและที่ใช้หลักการเชิงฟิสิกส์ มีทั้งที่ใช้และที่ไม่ใช้ระบบสุญญากาศ เช่น วิธีเอพิแทกซ์ลำโมเลกุล (Molecular beam epitaxy) ที่ใช้แหล่งกำเนิดสามแหล่ง, วิธี sulphurisation กับสารตั้งต้นที่เป็นโลหะ, วิธีการระเหย (Evaporation), วิธีการสปัตเตอร์ (Sputtering), วิธี CVD (Chemical vapor deposition), วิธีการอบทางเคมี (CBD; Chemical bath deposition), วิธีเคลือบด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition), วิธีการเคลือบเจล (Sol-gel spin-coating) และวิธีสเปรย์ (Spray pyrolysis) เป็นต้น ในงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงการปลูกฟิล์มบางด้วยวิธีการพ่นสเปรย์เคมี (รูปที่ 2.1) ซึ่งเป็นวิธีการที่ประหยัด เหมาะสำหรับการสร้างเซลล์บนพื้นที่ขนาดใหญ่สำหรับผลิตในเชิงพาณิชย์ได้ เนื่องจากไม่ต้องใช้เครื่องจักรสุญญากาศที่มีราคาสูง

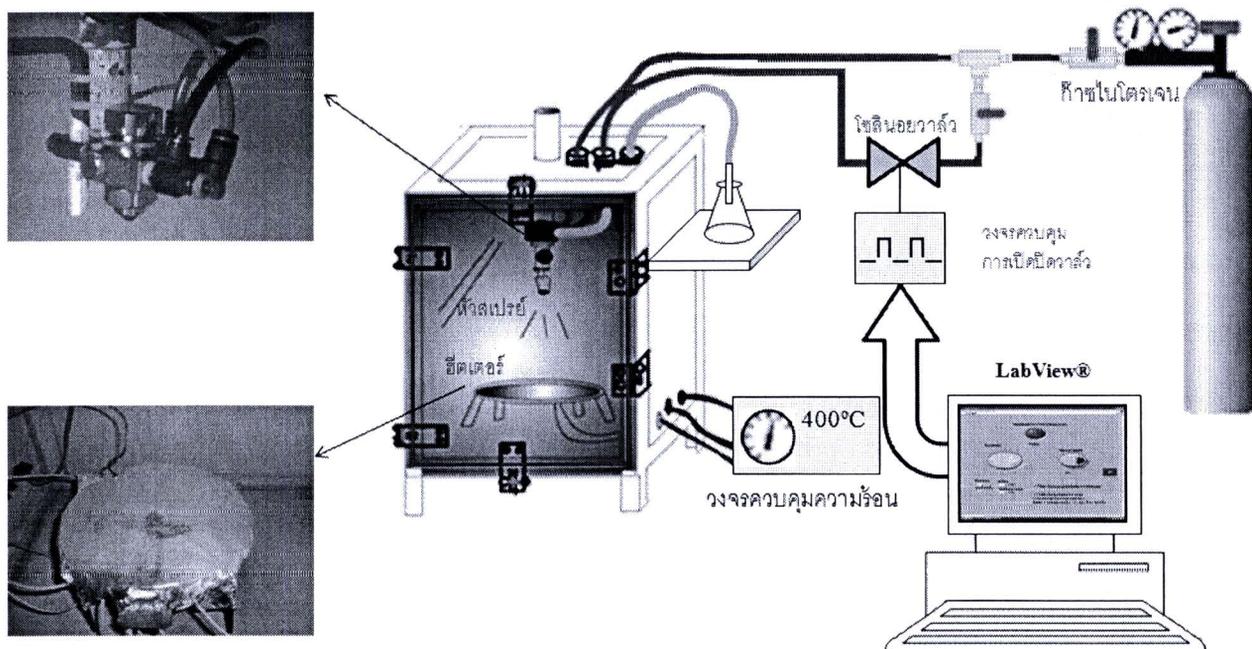
การปลูกฟิล์มบางด้วยวิธีสเปรย์จะใช้หลักการของการพ่นละอองของสารละลายซึ่งมีส่วนผสมของสารตั้งต้นของฟิล์มที่ต้องการลงบนแผ่นฐานรองที่ต้องการ โดยให้ความร้อนกับแผ่นฐานรองเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเคมีจนเกิดเป็นฟิล์มบางขึ้นบนแผ่นฐานรอง ณ ที่นี้จะใช้ CuCl_2 , InCl_3 (หรือ InCl_2) และ NH_2CSNH_2 เป็นสารตั้งต้นของ Cu, In และ S ตามลำดับ และอุณหภูมิที่แผ่นฐานรองประมาณ 100°C – 400°C



รูปที่ 2.1 (ก) วิธีการปลูกฟิล์มบาง CuInS_2 ด้วยวิธีเคลือบสเปรย์ และ (ข) ตัวอย่างชิ้นงานบนกระจก (4 แผ่น แต่ละแผ่นมีขนาด $2.5\text{cm} \times 2.5\text{cm}$)

2.2 ระบบเคลือบสเปรย์ที่ใช้

การปลูกฟิล์มนั้นจำเป็นต้องคำนึงถึงตัวแปรต่าง ๆ ที่อาจส่งผลกระทบต่อคุณภาพของชิ้นงานที่ได้ ทั้งจากปัจจัยแวดล้อมภายนอก เช่น อากาศโดยรอบขณะทำการสเปรย์ รวมทั้งปัจจัยทางด้านระบบ เช่น ความละเอียดและความสม่ำเสมอของละอองสเปรย์ อัตราการสิ้นเปลืองของสารเคมี ซึ่งทั้งหมดนี้ทำให้เราต้องออกแบบระบบพ่นสเปรย์ให้เป็นระบบกึ่งปิด กล่าวคือ ระบบจะถูกปิดกันทุกทิศทาง (โดยออกแบบให้มีท่อดูดอากาศออกและสามารถปล่อยเฉพาะก๊าซที่ต้องการเข้าไปในระบบได้) ซึ่งจะช่วยลดผลกระทบจากอากาศภายนอก นอกจากนี้ยังช่วยให้ละอองสเปรย์ไม่ฟุ้งกระจายซึ่งอาจเป็นอันตรายต่อร่างกายผู้ปฏิบัติงาน ระบบเคลือบสเปรย์ที่สร้างขึ้นแสดงได้ดังรูปที่ 2.2



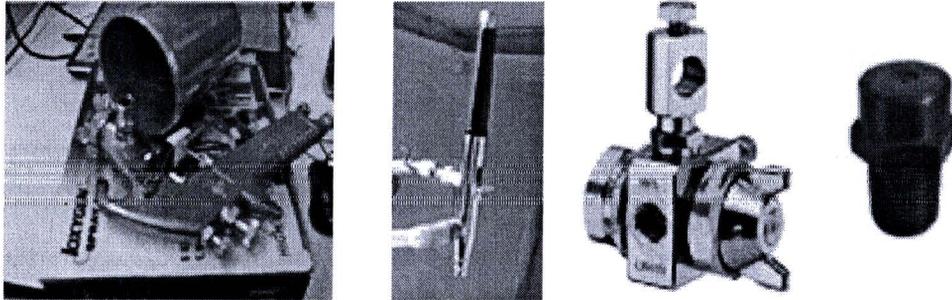
รูปที่ 2.2 ระบบพ่นสเปรย์ที่ได้ออกแบบไว้ประกอบไปด้วย (1) ตู้พ่นระบบปิด (2) ระบบสเปรย์ (รูปถ่ายซ้ายบน) (3) ระบบให้ความร้อน (รูปถ่ายซ้ายล่าง) (4) ระบบจ่ายสารเคมี และระบบระบายอากาศ

2.2.1 หัวสเปรย์ที่เหมาะสม

หัวสเปรย์เป็นอุปกรณ์สำคัญที่ทำหน้าที่แตกสารละลายตั้งต้นให้เป็นละอองขนาดเล็กๆ ก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยาทางเคมีบนฐานรองกระจก ในการทดลองนี้ได้ทดลองใช้หัวสเปรย์ 4 ชนิด ซึ่งสามารถหาซื้อได้ภายในประเทศ (รูปที่ 2.3) สรุปผลได้ดังนี้

- *Spray paint หรือ Spray Gun:* เป็นหัวสเปรย์ที่ใช้พ่นสีตามท้องตลาด ราคาถูกที่สุด แต่หลังจากได้ทดลองพ่นสารเคมี พบว่า การกระจายตัวของละอองกว้างและไม่สม่ำเสมอเท่าที่ควร และยังมีคราบสนิมค้างอยู่ที่ทางเดินน้ำยาในตัวปืน ทั้งนี้เนื่องจากตัวบอดี้อุปกรณ์เป็นโลหะชุบที่ไม่ทนต่อการกัดกร่อน

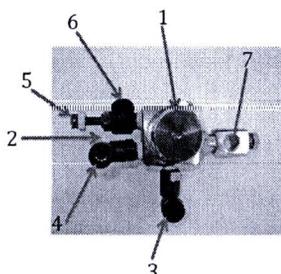
- *Airbush* หรือ หัวแบบปากกา: ละอองที่ได้มีขนาดเล็กและสม่ำเสมอ แต่รัศมีของการพ่นแคบ ทำให้ไม่สามารถเคลือบแผ่นฐานรองที่มีขนาดใหญ่ได้
- *Spray nozzle* แบบพลาสติก: เนื่องจากหัวสเปรย์ทำจากพลาสติก จึงทนต่อการกัดกร่อนได้ดี แต่ละอองสเปรย์มีขนาดใหญ่และรัศมีของการสเปรย์ไม่สม่ำเสมอเท่าที่ควร
- *Spray nozzle* แบบสแตนเลส: มีรุ่นให้เลือกหลายหลาย ไม่ว่าจะเป็นขนาดของละอองและรัศมีของการพ่นทนต่อการกัดกร่อนพอควร ซึ่งเหมาะสมที่จะนำมาใช้งานทดลองมากที่สุด แต่มีราคาแพง



รูปที่ 2.3 หัวสเปรย์สี่ชนิดที่ทดสอบ: *Spray paint* หรือ *Spray Gun*, *Airbush* หรือ หัวแบบปากกา, *Spray nozzle* แบบสแตนเลส และ *Spray nozzle* แบบพลาสติก

ส่วนประกอบของหัวสเปรย์ชนิด *Spray nozzle* แบบสแตนเลสที่ใช้ในการทดลองนี้ แสดงได้ดังรูปที่ 2.4 โดยมีรายละเอียดดังนี้

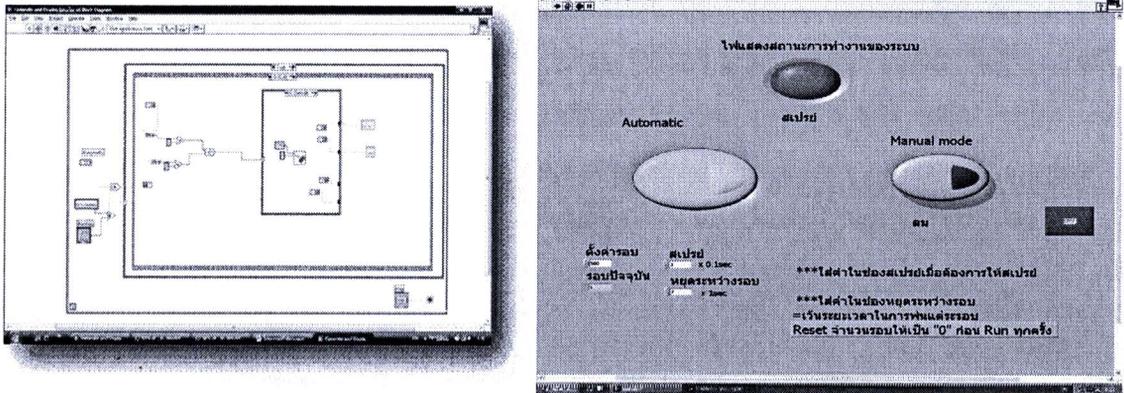
- 1) หมายเลข 1 เป็นส่วนที่ใช้ในการหมุนปรับระดับความสูงของหัวเข็ม สามารถดูจำนวนรอบโดยมองตรงไปทางหมายเลข 2
- 2) หมายเลข 3 เป็นช่องสำหรับต่อสายลม ซึ่งจะทำหน้าที่ในการยกหัวเข็ม
- 3) หมายเลข 4 เป็นช่องสำหรับต่อสายสารละลาย
- 4) หมายเลข 5 ทำหน้าที่ควบคุมแรงดันลมที่จะออกจากหัวสเปรย์
- 5) หมายเลข 6 เป็นช่องสำหรับต่อสายลม ซึ่งสายลมที่ต่อกับช่องนี้จะถูกเชื่อมต่อกับโซลินอยด์วาล์วที่ทำการควบคุมโดยโปรแกรม LabView® เพื่อทำการควบคุมจังหวะการพ่นสเปรย์
- 6) หมายเลข 7 เป็นที่ยึดสำหรับยึดตำแหน่งหัวสเปรย์



รูปที่ 2.4 ส่วนประกอบของหัวสเปรย์ชนิด *Spray nozzle* แบบสแตนเลส

2.2.2 การควบคุมจังหวะการพ่นสเปรย์โดยใช้โปรแกรม LabView®

ระบบพ่นสเปรย์ที่ใช้ถูกออกแบบให้สามารถพ่นเป็นจังหวะเป็นคาบได้ โดยใช้โซลินอยด์วาล์วและใช้โปรแกรม LabView® (รูปที่ 2.5) ในควบคุมการไหลของสารละลายและการไหลของอากาศ (แก๊ส)



รูปที่ 2.5 หน้าต่างโปรแกรมควบคุมเขียนคำสั่งด้วยโปรแกรม LabView®

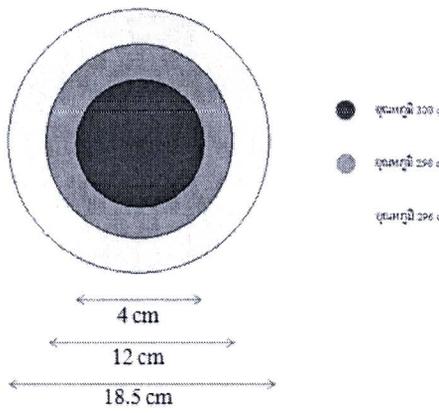
โดยที่หน้าต่างโปรแกรมจะมีปุ่มเลือกโหมดใช้งาน 1) โหมด Manual: สามารถควบคุมได้อย่างอิสระ และ 2) โหมดอัตโนมัติ: ควบคุมได้ด้วยการตั้งเวลาและจำนวนรอบ โหมดอัตโนมัติมีขั้นตอนการทำงานดังนี้

- 1) ตั้งรอบการทำงานของระบบ โดยใส่จำนวนรอบของการพ่นลงในช่อง “ตั้งค่ารอบ”
- 2) ตั้งระยะเวลาการพ่นสเปรย์ในแต่ละรอบ (S)
- 3) ตั้งระยะเวลาหน่วงหยุดระหว่างรอบ (P)
- 4) เมื่อกดปุ่ม “Automatic” โปรแกรมจะควบคุมโซลินอยด์วาล์วให้พ่นสเปรย์ตามที่ตั้งค่าไว้

2.3 ขั้นตอนการพ่นสเปรย์

- 1) ทำการปรับระดับหัวเข็มของหัวสเปรย์เพื่อปรับปริมาณสารเคมีที่ต้องการจะพ่น และปรับ Regulator ให้สุด
- 2) นำหัวสเปรย์ไปติดตั้งในตู้ (รูปที่ 2.2) แล้วนำสายอากาศ (แก๊ส) และสายสารละลายมาต่อเข้ากับหัวสเปรย์ โดยสายอากาศ (แก๊ส) ที่ต่อเข้ากับ Regulator จะต่อโซลินอยด์วาล์วที่เชื่อมต่อกับคอมฯ ควบคุมจังหวะพ่นสเปรย์โดยทำการตั้งค่าจังหวะการพ่นสเปรย์ที่โปรแกรม LabView®
- 3) ตั้งอุณหภูมิฮีตเตอร์ไว้ที่ 300°C โดยจะควบคุมฮีตเตอร์ด้วยอุณหภูมิน้ำมันพอยล์ เพื่อความสะดวกของชิ้นงานและเพื่อป้องกันการลดอุณหภูมิขณะพ่น
- 4) นำฐานรองกระจกที่ตัดแล้วมาวางบนฮีตเตอร์ เมื่ออุณหภูมิถึงที่กำหนดแล้ว รอประมาณ 30 นาทีจึงเริ่มทำการพ่นสเปรย์

หมายเหตุ: เมื่อทำการตั้งอุณหภูมิฮีตเตอร์ไว้ที่ 300°C แล้วทำการวัดอุณหภูมิทุกตำแหน่งบนแท่นฮีตเตอร์ พบว่าฮีตเตอร์ที่ใช้สามารถควบคุมอุณหภูมิทุกจุดได้เกือบใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.6 โดยมีค่าความผิดพลาดไม่เกิน +/- 2%



รูปที่ 2.6 การกระจายตัวของอุณหภูมิบนแท่นฮีตเตอร์ขณะทำการตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 300°C

2.4 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายและการเตรียมแผ่นฐานรอง

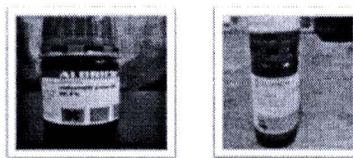
2.4.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย

1) เตรียมสารเคมีที่ใช้ในการสเปรย์ ดังนี้

- ♦ CuCl_2 , ♦ NH_2CSNH_2 , ♦ InCl_3 หรือ InCl_2

2) จากนั้นนำสารแต่ละสารมาผสมกับ H_2O ตามอัตราส่วนที่ได้คำนวณไว้ โดย CuCl_2 มีสีฟ้าอ่อนๆเมื่อถูกอากาศหรือความชื้น และมีสีเขียวเมื่อผสมด้วย H_2O , ส่วนสาร NH_2CSNH_2 และ InCl_3 เมื่อผสมกับ H_2O แล้วจะไม่มีสี, ขณะที่ InCl_2 หลังการปั่นด้วยความร้อนจะเป็นสีขาวขุ่น

หมายเหตุ: รูปที่ 2.7 สรุปข้อเปรียบเทียบระหว่าง In(II)Cl_2 และ In(III)Cl_3 จากการทดลองพบว่า InCl_3 สามารถละลายในน้ำได้ดี ในขณะที่ InCl_2 ละลายในน้ำได้ยากกว่า แต่ก็สามารถละลายได้ด้วยการปั่นด้วยความร้อน 5 ชม. ที่อุณหภูมิ 100°C ดังรูปที่ 2.8

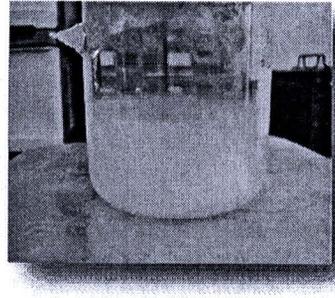


ข้อเปรียบเทียบ	In(II)Cl_2	In(III)Cl_3
ขั้นตอนการผสม	ปั่นด้วยความร้อน	Ultrasonic
เวลา	ใช้เวลานาน	ใช้เวลาน้อย
ตะกอน	เกิดตะกอน	เกิดตะกอน
Ultrasonic(อย่างเดียว)	ไม่ละลาย	ละลาย

รูปที่ 2.7 ข้อเปรียบเทียบระหว่าง In(II)Cl_2 และ In(III)Cl_3 ที่ใช้ในการทดลอง



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.8 การละลายของ $In(II)Cl_2$ ในน้ำ (ก) เมื่ออุลตราโซนิคเวลาผ่านไป 30 นาที และ (ข) เมื่อทำการปั่นที่ความร้อน $100^{\circ}C$ เป็นเวลา 5 ชม

หมายเหตุ: ในกรณีที่ใช้ $InCl_2$, Cu: In: S = 1: 1: 2, ความเข้มข้นในสารละลาย 0.01 M, ค่า pH ของสารละลายแต่ละตัว เป็นดังนี้

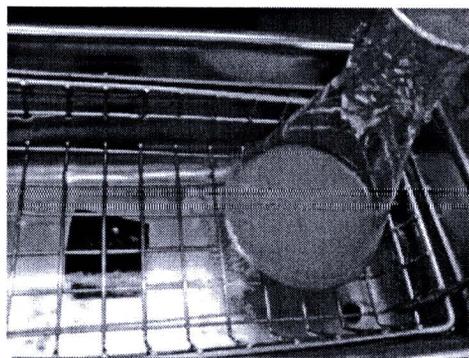
$CuCl_2$ (134.5 g/mol)	= 0.045 (g)	ผสมสารทำละลาย 30 cc.	มีค่า pH = 3.62
$InCl_2$ (185.73 g/mol)	= 0.062 (g)	ผสมสารทำละลาย 40 cc.	มีค่า pH = 4.47
NH_2CSNH_2 (76.12 g/mol)	= 0.0507 (g)	ผสมสารทำละลาย 30 cc.	มีค่า pH = 8.75

3) เมื่อได้สารละลายทั้ง 3 แล้ว จึงนำสารละลายทั้ง 3 มาแยกอัลตราโซนิค (Ultrasonic) เป็นเวลา 30 นาที ดังในรูปที่ 2.9 (ก)

4) จากนั้นนำสารละลายทั้งหมดผสมรวมกัน หลังจากทำการ Ultrasonic ซ้ำเป็นเวลาอีก 30 นาที ก็จะได้สารละลายที่ได้มีสีขาวขุ่นพร้อมใช้งาน ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (ข)



(ก)

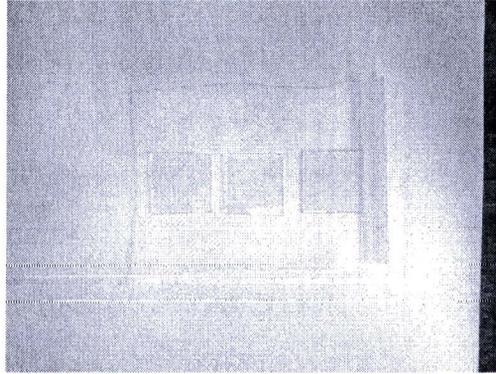


(ข)

รูปที่ 2.9 สารละลายทั้ง 3 ชนิดก่อนผสม (ก) และ หลังผสมรวมกัน (ข)

2.4.2 ขั้นตอนการเตรียมแผ่นฐานรองกระจก

- 1) ใช้ปากกาเพชรตัดแผ่นกระจก (Borosilicate SCHOTT®) หรือกระจก FTO ขนาดประมาณ $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$
- 2) เมื่อได้กระจกขนาดที่ต้องการแล้วจะนำไปทำความสะอาดด้วยวิธีการอุลตราโซนิคด้วยอะซิโตน (Acetone) 20 นาที แล้ว และตามด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ (Ethanol) อีก 30 นาที
- 3) จากนั้นเป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนจนแห้งสนิทก็จะได้ฐานรองกระจกพร้อมใช้งานดังในรูปที่ 2.10

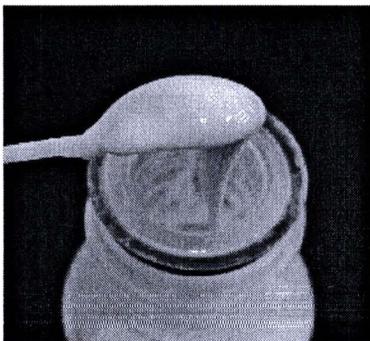


รูปที่ 2.10 กระจกที่ได้ทำความสะอาดแล้ว พร้อมใช้งานขนาด $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$

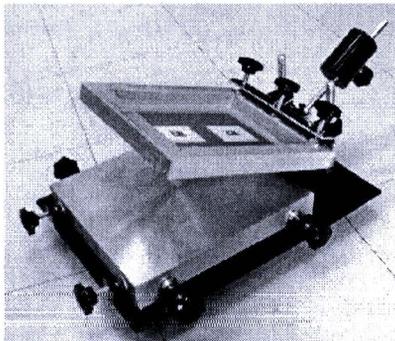
2.5 ขั้นตอนการสร้างชั้นฟิล์มบาง TiO_2 โดยวิธีสกรีน

เจลาไทเทเนียมไดออกไซด์โซลที่ใช้ในการทดลองนี้จะประกอบไปด้วย Titanium dioxide (P25) จากบริษัท Aldich, Ethyl cellulose จากบริษัท Aldich และ Terpeneol จากบริษัท SAFC

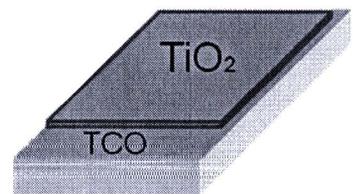
1. ทำความสะอาดอุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ในการสกรีนด้วยเอทิลแอลกอฮอล์
2. นำบล็อกสกรีนวางบนแท่นรอง แล้วบล็อกให้เรียบร้อย โดยใช้บล็อกสกรีนเฉพาะของ TiO_2 (รูปที่ 2.11)
3. นำกระจก FTO ที่ทำการพ่นสเปรย์แล้ว (หรือชิ้นงาน) วางบนแท่นรองด้านล่างบล็อก ตามตำแหน่งที่มีการทำเครื่องหมายไว้แล้ว



(ก)

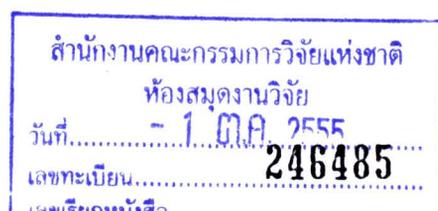


(ข)



(ค)

รูปที่ 2.11 (ก) เจล TiO_2 , (ข) บล็อกสกรีน และแท่นรอง, (ค) โครงสร้างของชิ้นงานที่ผ่านการสกรีน

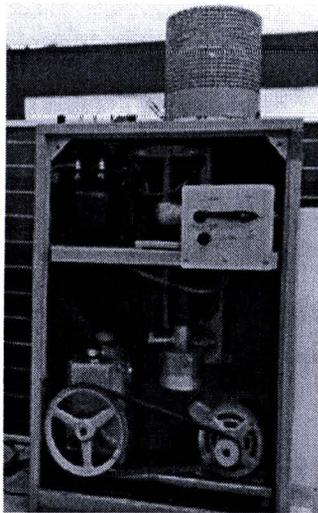


4. ใช้ช้อนตักเจลา TiO_2 ให้มีปริมาณพอเหมาะก้ำขนาดของกระจก แล้วไยลงบนบลิ๊อค จากนั้นก็ทำการสกรีนให้ TiO_2 อยู่ทั่วทั้งแผ่นกระจกอย่างสม่ำเสมอและเรียบติดกับกระจก
5. นำกระจกที่ทำการสกรีนแล้วไปอุ่นให้ร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเป็นเวลา 30 นาที
6. สกรีนรอบ 2 โดยทำซ้ำขั้นตอนในข้อ 4-5
7. นำไปอบร้อยชั้นสุดท้ายที่อุณหภูมิ 450 องศาเป็นเวลา 30 นาที แล้วทำการปิดสวิทช์ของฮีตเตอร์ รอจนกว่าอุณหภูมิจะต่ำกว่า 100 องศา จึงหยิบชิ้นงานออก

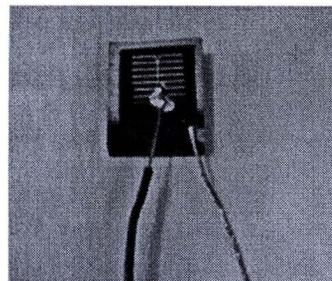
หมายเหตุ สาเหตุที่ต้องรอให้อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศา ก็เพราะว่า การเอาชิ้นงานออกขณะที่อุณหภูมิชิ้นงานยังสูงอยู่ จะให้ชิ้นงานกระจกแตกเสียหายได้

2.6 การสร้างขั้วไฟฟ้าโดยการระเหย

กระบวนการสร้างขั้วไฟฟ้าด้วยอะลูมิเนียมจะใช้วิธีการระเหย (Evaporation) ในสุญญากาศ โดยระบบที่ใช้ (รูปที่ 2.12 (ก)) ประกอบด้วยแชมเบอร์ (Chamber) เป็นกรอบแก้วรูปทรงระฆังคว่ำและระบบปั๊มดูดอากาศออกด้วย Mechanical pump ร่วมกับ Diffusion pump รูปที่ 2.12 (ข) แสดงภาพตัวอย่างเซลล์แสงอาทิตย์ที่สร้างขึ้นจากฟิล์มบาง CIS ที่ทำการต่อขั้วอะลูมิเนียมแล้ว



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.12 (ก) ระบบระเหยภายใต้สุญญากาศสำหรับสร้างขั้วไฟฟ้า (ข) ภาพตัวอย่างเซลล์แสงอาทิตย์ที่สร้างขึ้นจากฟิล์มบาง CIS ที่ทำการต่อขั้วอะลูมิเนียมแล้ว

2.7 การวิเคราะห์คุณสมบัติของฟิล์มบางและการวัดเซลล์แสงอาทิตย์

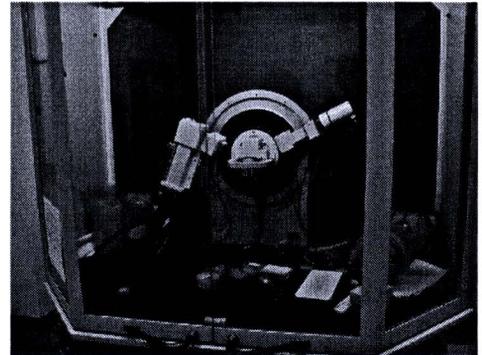
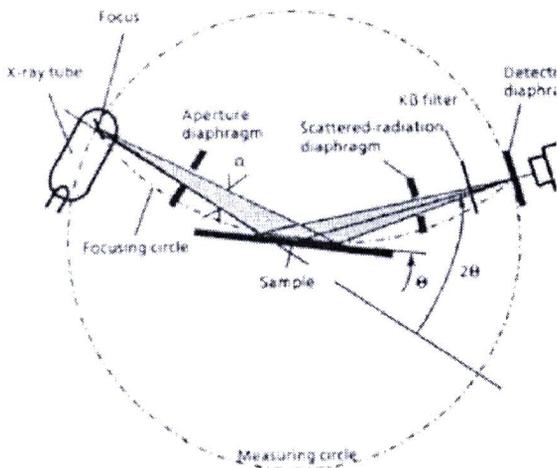
2.7.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD)

รังสีเอ็กซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานสูง มีความยาวคลื่นสั้น มีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง $0.2-2 \text{ \AA}$

ไม่มีประจุ ไม่เบี่ยงเบนในสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้า มีอันตรกิริยากับสารน้อยมาก มีอำนาจทะลุทะลวงสูง จึงเหมาะสำหรับนำมาใช้ประโยชน์ในการศึกษาโครงสร้างผลึกเชิงจุลภาค คือ เป็นการพิจารณาในระดับการเรียงตัวของอะตอมในโครงผลึก

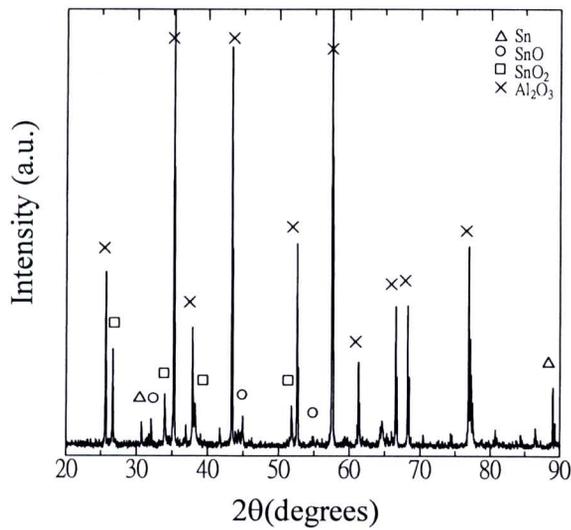
การศึกษาโครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ใช้วิธี θ - 2θ ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (θ - 2θ Diffractometer Method) เทคนิคนี้ใช้รังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดี่ยว ($\text{CuK}\alpha$; ความยาวคลื่น $\lambda = 0.1542 \text{ nm}$) ตกกระทบตัวอย่าง ซึ่งอาจเป็นผลึกเดี่ยวหรือวัสดุหลายผลึกก็ได้ ซึ่งตัวอย่างจะหมุนไปเป็นมุม θ (มุมตกกระทบ) ในขณะที่อุปกรณ์ ตรวจจับสัญญาณรังสีเอ็กซ์ (X-ray detector) จะเคลื่อนที่ไปเป็นมุม 2θ (มุมเลี้ยวเบน) เพื่อให้การเลี้ยวเบนสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ (Bragg's law: $n\lambda = 2d\sin(\theta)$ โดยที่ d คือระยะห่างระหว่างระนาบ) โดอะแกรมของระบบดิฟแฟรคโทมิเตอร์และลักษณะของเครื่องมือที่ใช้เป็นดังรูปที่ 2.13

ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอ็กซ์และมุมเลี้ยวเบน เรียกว่า รูปแบบของการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งสำหรับธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกันก็จะมี Diffraction pattern ต่างกัน ซึ่งสังเกตได้จากยอด (peak) ใน Diffraction pattern รูปที่ 2.14 แสดงตัวอย่างของรูปแบบของการเลี้ยวเบนของสารประกอบชนิดหนึ่ง



รูปที่ 2.13 โดอะแกรมของระบบดิฟแฟรคโทมิเตอร์ [<http://epswww.unm.edu/xrd/xrdclass/01-XRD-Intro.pdf>] และ เครื่อง X-ray Diffractometer ที่ใช้

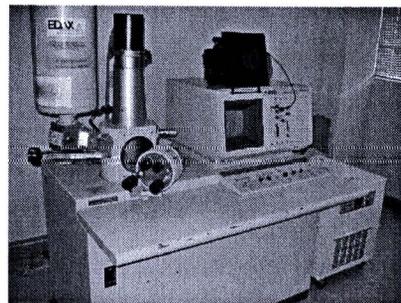
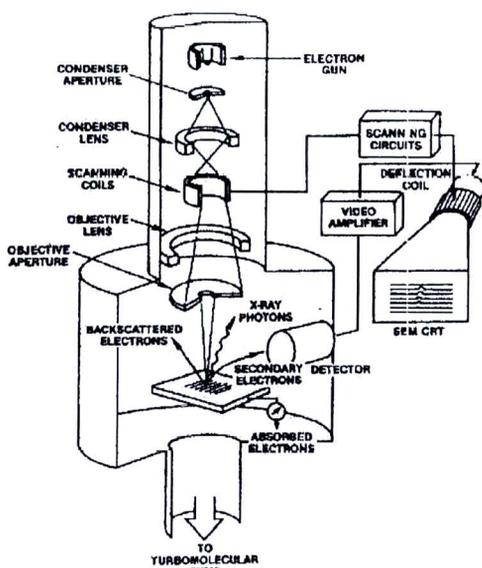
สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกนั้น สามารถทำได้โดยการคำนวณ หรือตรวจสอบข้อมูลที่ได้จาก Diffraction pattern กับ Powder Diffraction File (PDF) ซึ่งเป็นฐานข้อมูลเกี่ยวกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุที่ได้ จากการรวบรวมรายงานการศึกษาและวิเคราะห์วัสดุด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction) โดยข้อมูลส่วนใหญ่จะมาจากเอกสารทางวิชาการต่าง ๆ ก่อนจะตีพิมพ์ในหนังสือ หรือ CD-ROM เป็นประจำทุกปี เพื่อใช้เป็นข้อมูลมาตรฐานสำหรับการอ้างอิง



รูปที่ 2.14 ตัวอย่างรูปแบบของการเลี้ยวเบนของสารประกอบ

2.7.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy, SEM)

พิจารณารูปที่ 2.15 สามารถอธิบายการทำงานของกล้อง SEM ได้ง่าย ๆ ดังนี้ แหล่งกำเนิดของอิเล็กตรอน (Electron gun) ซึ่งใช้แคโทด มีอยู่ 2 ชนิด คือ ทังสเตน และ Field emission จะทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอน และเร่งกลุ่มอิเล็กตรอนด้วยสนามไฟฟ้าในช่วง 1-40 kV และกลุ่มอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะถูกบีบให้เป็นลำอิเล็กตรอนโดย Condenser lens และปรับโฟกัสโดย Objective lens และถ้าต้องการให้ลำอิเล็กตรอนกวาดไปทั่วผิวของตัวอย่างก็สามารถควบคุมได้โดยใช้ Scanning coils ซึ่งจะกวาดบนระนาบ x-y ทำให้เกิดสัญญาณขึ้นมา แล้วหัววัดจะวัดสัญญาณที่เกิดขึ้นและถูกแปลงเป็นข้อมูลที่เราต้องการ โดยชุดระบบทางอิเล็กทรอนิกส์



รูปที่ 2.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนที่ใช้

เมื่อลำอิเล็กตรอนที่ออกมาจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนโพกัสลงบนผิวของตัวอย่าง จะทำให้เกิดอันตรกิริยากันระหว่างอิเล็กตรอนที่ถูกยิงลงมาและอะตอมของตัวอย่าง ผลของอันตรกิริยา ดังกล่าว ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ซึ่งเราสามารถนำมาใช้ศึกษาลักษณะของพื้นผิว ขนาดของผลึกของตัวอย่างซึ่งเป็นฟิล์มบาง CuInS_2 ได้ นอกจากนี้ยังสามารถวิเคราะห์สัดส่วนอะตอมด้วยฟังก์ชัน EDX (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer) ที่อยู่ในเครื่อง SEM ได้อีกด้วย

2.7.3 การวัดการทะลุผ่านของแสง (UV-Visible Spectroscopy)

UV-Visible Spectroscopy (รูปที่ 2.16) เป็นการวัดพลังงานที่ดูดกลืนเข้าไปเมื่ออิเล็กตรอนถูกกระตุ้น ไปอยู่ในระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น เนื่องจากปรากฏการณ์เร้าอิเล็กตรอน สามารถวัดได้ทั้งสารตัวอย่างที่เป็นสารละลายหรือเป็นฟิล์มก็ได้ เครื่องที่ใช้วัดโดยทั่วไปจะวัดในช่วง Near-Ultraviolet Region และ Visible Region โดยจะวัดแสงที่ความยาวคลื่นในช่วง 200-1100 nm ซึ่งสามารถวัดได้ในโหมดค่าความส่งผ่านของแสง (Transmittance) ได้ ตัวอย่างของผลการวัดค่าความส่งผ่านของแสงของฟิล์มบาง CIS แสดงได้ดังในรูปที่ 2.17 (ก)



รูปที่ 2.16 เครื่อง UV-Visible Spectroscopy ที่ใช้

2.7.4 การวัดสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของสารกึ่งตัวนำ

ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของสารกึ่งตัวนำหาได้จากการวัดค่าความส่งผ่านของแสงที่ทะลุผ่าน (Transmission; T) โดยให้แสงที่ตกกระทบเป็น (I_0) ในสารหรือฟิล์มที่จะวัดมีความหนา d และแสงส่งผ่านออกมาเป็น (I_t) ในฟังก์ชันกับความยาว (λ) ค่าความสะท้อน (R) และค่าความส่งผ่านของแสง (T) จะหาได้จากสมการดังนี้

$$T = I_t/I_0 = (1-R)^2 e^{-\alpha d} / (1+R^2 e^{-2\alpha d}) \tag{1}$$

$$R = I_r/I_0 = [(n-1)^2 + k^2] / (n+1)^2 + k^2 \tag{2}$$

โดยที่

I_t คือ ความเข้มแสงที่ส่งผ่าน, I_r คือ ความเข้มแสงที่ตกกระทบ,

d คือ ความหนาของสารตัวอย่าง, I_0 คือ ความเข้มแสงที่สะท้อน,

n คือ ดัชนีหักเห,

k คือ สัมประสิทธิ์การสูญเสีย (extinction coefficient)

สารตัวอย่างมีความหนามากพอที่ $R^2 e^{-2\alpha d}$ มีค่าน้อยกว่า 1 มาก ดังนั้นจึงเขียนสมการที่ (1) ได้ใหม่ได้เป็น

$$T = I/I_0 = (1-R)^2 e^{-\alpha d} \quad (3)$$

โดยที่

T คือ สัมประสิทธิ์การส่งผ่าน, R คือ สัมประสิทธิ์การสะท้อน,

α คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

ในการทดลองการดูดกลืนแสงนั้น การเปลี่ยนแปลงของค่าความส่งผ่านของแสงจะเปลี่ยนแปลงไปน้อยมาก ในช่วงความยาวคลื่นที่เราสนใจ ดังนั้นจะประมาณได้ว่าเทอม $(1-R)^2$ มีค่าคงที่และสมการที่(3) สามารถเขียนได้ใหม่เป็น

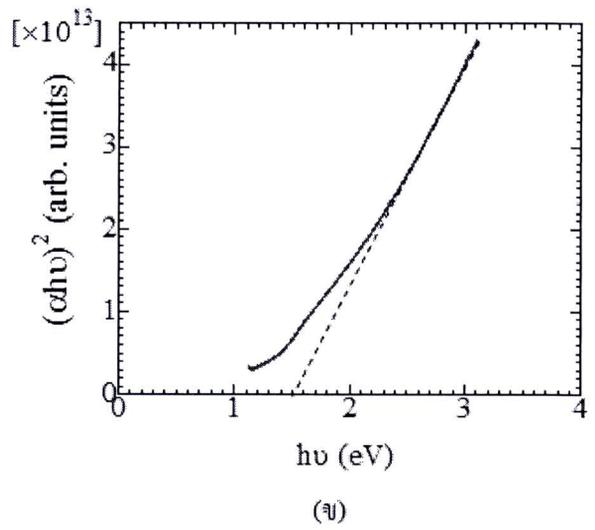
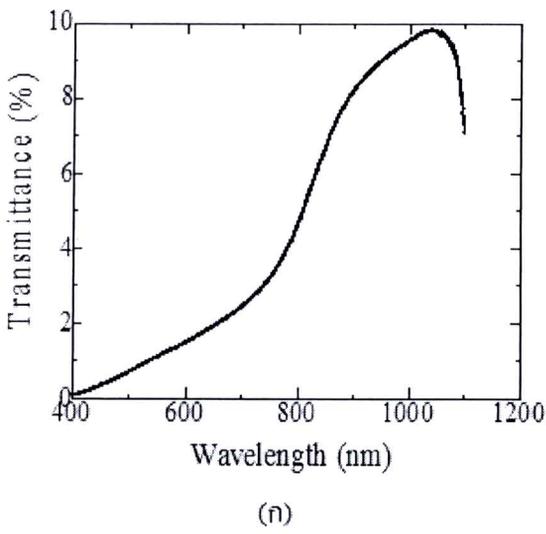
$$\alpha = \frac{1}{d} \ln(I_0/I) \quad (4)$$

ค่าคงที่ในสมการที่ (4) มีผลจากความเข้มแสงที่สะท้อนเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย ดังนั้นจะได้ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงที่สูงเกินจริง เราจึงต้องนำค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงพื้นหลัง (α_0) มาลบออกจากค่า α จึงจะได้ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่ถูกต้อง เพื่อให้ง่ายในการปฏิบัติเราจะหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนได้ในสมการที่ (1) และ (4) และยังสามารถหาค่า E_g ได้จากสมการต่อไปนี้

$$(\alpha - \alpha_0) = A (h\nu - E_g)^2 \quad \text{สำหรับสารกึ่งตัวนำชนิด Direct band-gap} \quad (5)$$

$$(\alpha - \alpha_0) = A (h\nu - E_g)^3 \quad \text{สำหรับสารกึ่งตัวนำชนิด Indirect band-gap} \quad (6)$$

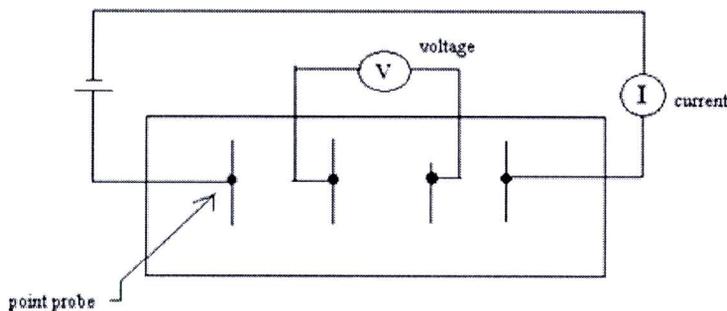
สำหรับสารกึ่งตัวนำชนิด Direct band-gap เช่น CuInS_2 , SnO_2 หรือ CdS ต้องใช้สมการที่ (5) ในการหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน จากกราฟการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง เราต้องคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (α) ก่อน จากนั้นแล้วนำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงยกกำลังสองกับพลังงานโฟตอน ($h\nu$) และจากกราฟดังกล่าวก็จะหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้ โดยการลากเส้นตรงหาค่าคาดหมาย (extrapolation) ของส่วนของกราฟที่เป็นเชิงเส้นไปตัดแกนของพลังงานโฟตอน ซึ่งจุดตัดที่ได้จะเป็นค่าช่องว่างพลังงานของฟิล์มบางนั่นเอง รูปที่ 2.17 (ข) แสดงตัวอย่างการพล็อตสมการที่ 5 เพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบาง CIS



รูปที่ 1.17 ตัวอย่าง (ก) ผลการวัดค่าความส่งผ่านของแสง และ (ข) กราฟคำนวณจากสมการที่ 5 หาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบาง CIS

2.7.5 การวัดความต้านทานด้วยวิธีสี่ขั้วตามแนวเส้นตรง (Linear Four-Point Probe method)

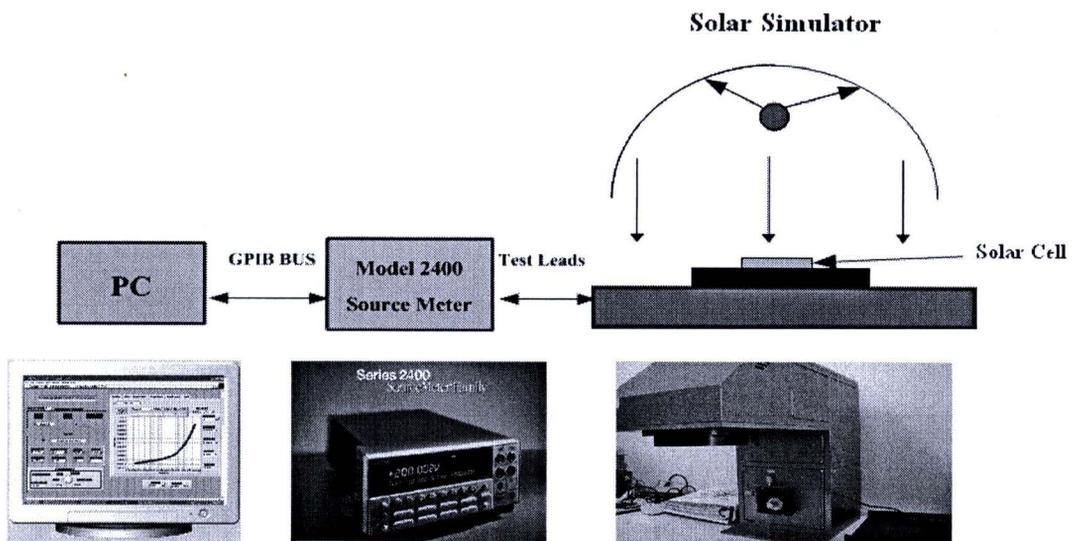
วิธีนี้ใช้กันอย่างกว้างขวางในโรงงานอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำเพราะเป็นวิธีที่ไม่ก่อให้เกิดความเสียหายให้กับชิ้นสารตัวอย่างที่นำมาวัด ยกเว้นกรณีออกแรงกดขั้วสัมผัสมากเกินไป อาจเป็นเหตุให้ผิวหน้าของสารตัวอย่างเสียหาย วิธีนี้ใช้ขั้วสัมผัสสี่ขั้ววางเรียงอยู่ในแนวเส้นตรงเส้นเดียวกันให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านขั้วสัมผัสคู่ นอก ส่วนขั้วสัมผัสคู่ในทำหน้าที่วัดความต่างศักย์ที่เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.18 วิธีนี้จะไม่มีปัญหาเรื่องความต้านทานของรอยต่อ และความต้านทานจะคำนวณได้จากกฎของโอห์ม และถ้ารูขนาดของฟิล์มก็จะสามารถคำนวณหาสภาพต้านทานไฟฟ้า (resistivity) ได้ ส่วนใหญ่แล้วมักจะรายงานค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าอยู่ในเทอมความต้านทานแผ่น (sheet resistance) ซึ่งมีหน่วยเป็น Ω/\square



รูปที่ 2.18 การวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยวิธีสี่ขั้วตามแนวเส้นตรง

2.7.6 การวัดประสิทธิภาพเซลล์แสงอาทิตย์

การวัดประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์โดยใช้แสงอาทิตย์จำลอง (Solar simulator) จากหลอด Xenon lamp (500W) สเปคตรัมของแสงที่ใช้คือ AM 1.5 ก่อนทำการวัดทุกครั้งจะทำการสอบเทียบ เพื่อให้ได้กำลังแสงที่ตกกระทบพื้นที่เซลล์ที่ 100 mW/cm^2 โดยใช้เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดผลึกเดี่ยวซิลิคอนเป็นเซลล์อ้างอิง ซึ่งเซลล์อ้างอิงที่ใช้นี้ได้ผ่านการวัดประสิทธิภาพจากศูนย์ทดสอบผลิตภัณฑ์ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ (PTEC) การวัดคุณสมบัติ I-V โดยการไบอัสเซลล์แสงอาทิตย์และวัดกระแสแสงของเซลล์แสงอาทิตย์โดยใช้เครื่อง Keithley Sourcemeter® Model 2400 ต่อระบบอินเตอร์เฟซกับเครื่องคอมพิวเตอร์และควบคุมการทำงานผ่านทางโปรแกรมแบบจำลอง Labview® แสดงดังรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 ระบบวัดประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์และ Solar simulator ที่ใช้