

การเคลือบฟิล์มบางโพลีเมอร์ โดยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สมพงศ์ ฉัตรภรณ์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ขจรยศ อยู่ดี
ธนสิทธิ์ บุรินทร์ประโคน
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1. บทนำ

เทคนิคการเคลือบฟิล์มบางโดยกระบวนการสปัตเตอริงที่เกิดขึ้นในโกลด์ิสชาร์จมีการนำไปใช้กันอย่างกว้างขวาง เทคโนโลยีนี้รู้จักกันในชื่อ สปัตเตอริง หรือการเคลือบแบบสปัตเตอริง มีข้อดีที่สามารถประยุกต์ใช้กับงานหลายรูปแบบ เช่น การเคลือบฟิล์มที่มีหลายองค์ประกอบ (1,2,3) การเคลือบฟิล์มเป็นชั้น ๆ (4) การเคลือบฟิล์มบางวัสดุสะท้อนแสง (5) การเคลือบฟิล์มบางของฉนวน (6) ฟิล์มที่มีการเกาะยึดกับวัสดุรองรับดีและมีการจัดโครงสร้างที่ผิวหน้าเฉพาะอย่าง (3,7) นอกจากนี้ยังเป็นที่ยอมรับกันว่าสปัตเตอริงเป็นเทคโนโลยีเคลือบฟิล์มบางที่สามารถขยายขนาดเพื่อผลิตฟิล์มที่สม่ำเสมอบนพื้นที่ขนาดใหญ่ได้ ซึ่งเป็นประโยชน์สำหรับงานที่ต้องการผลิตสารในปริมาณมากและมีราคาถูก เช่น การพัฒนาเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดฟิล์มบาง (8) เป็นต้น

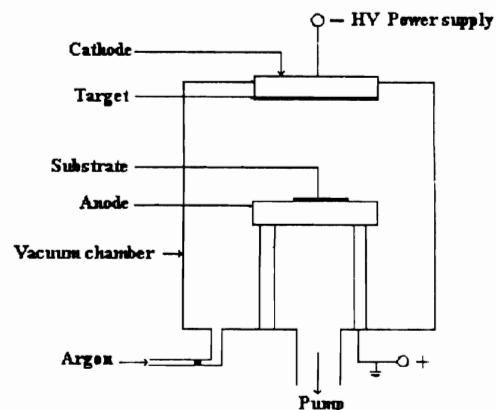
รายงานนี้ได้นำเสนอผลการศึกษาศึกษาการเคลือบฟิล์มบางของโลหะโพลีเมอร์บนกระจก โดยใช้ระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริงที่ออกแบบและสร้างขึ้นอย่างง่าย ๆ กระบวนการเบื้องต้นเกี่ยวกับการสปัตเตอริงกล่าวไว้ในหัวข้อที่ 2. ข้อมูลบางอย่างเกี่ยวกับการออกแบบระบบการทดลองและผลการทดลองเสนอไว้ในหัวข้อที่ 3 และ 4 ตามลำดับ

2. หลักการเบื้องต้นของการเคลือบฟิล์มบางโดยวิธีดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง

ระบบดีซีแมกนีตรอนสปัตเตอริง เป็นระบบเคลือบฟิล์มบางที่มีหลักการเบื้องต้นเช่นเดียวกับระบบดีซีโกลด์ิสชาร์จ (D.C. glow discharge) หรือระบบดีซีไดโอดสปัตเตอริง

(D.C. diode sputtering) (9,10,11,12) กล่าวคือ การเคลือบ ฟิล์มอาศัยกระบวนการสปัตเตอริงที่เกิดขึ้นในก๊าซที่ดิสชาร์จ เนื่องจากไฟฟ้ากระแสตรงศักย์สูง แต่มีส่วนที่เพิ่มขึ้น คือ การผ่านสนามแม่เหล็กเข้าไปในบริเวณที่เกิดการดิสชาร์จ ทำให้ลักษณะส่อและกลไกบางอย่างของการดิสชาร์จแตกต่างออกไป

ระบบดีซีไดโอดสปัตเตอริง จัดเป็นระบบเคลือบฟิล์มโดยการสปัตเตอริงแบบเบื้องต้นที่สุด มีส่วนประกอบต่างๆ แสดงดังรูปที่ 1 ระบบประกอบด้วยภาชนะสุญญากาศภายในบรรจุก๊าซความดันต่ำ เช่น ก๊าซอาร์กอน และมีขั้วไฟฟ้า 2 ขั้วขนานกัน คือ คาโทด (cathode) กับแอโนด (anode) ต่อกับขั้วลบและขั้วบวกของแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงศักย์สูงตามลำดับ เป้า (target) ซึ่งเป็นวัสดุต้นกำเนิดฟิล์มติดอยู่กับคาโทดและทำหน้าที่เป็นขั้วลบในตัว วัสดุรองรับ (substrate) สำหรับให้ฟิล์มเคลือบวางไว้ที่แอโนด

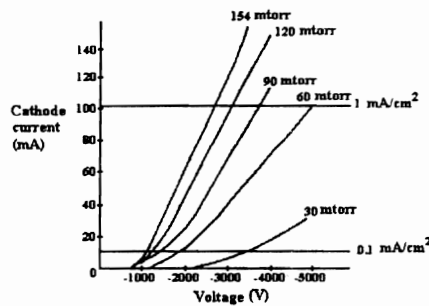


รูปที่ 1 ระบบดีซีไดโอดสปัตเตอริง

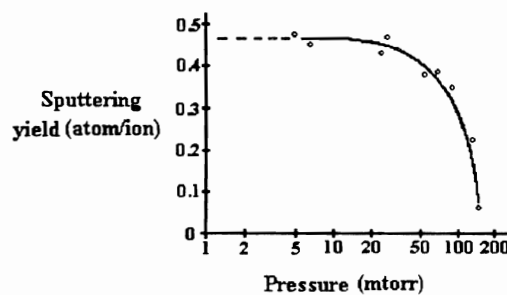
เมื่อป้อนความต่างศักย์ระหว่างคาโอดกับอานโนดจนมีค่าสูงพอ จะเกิดการดีสชาร์จอย่างต่อเนื่องระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง ภายในบริเวณการดีสชาร์จ ไอออนบวกของก๊าซที่อยู่ในสถานะสุญญากาศถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่อง โดยกระบวนการ ไอออนบวกของก๊าซจากการชนของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ที่หลุดจากคาโอด ไอออนบวกจะถูกเร่ง โดยสนามไฟฟ้าให้เคลื่อนที่ไปชนเป้า ผลจากการชน ทำให้อะตอมของเป้าที่ผิวหลุดออก (อะตอมถูกสเปดเตอร์) และได้ อิเล็กตรอนทุติยภูมิจำนวนหนึ่ง อิเล็กตรอนทุติยภูมิ จะถูกเร่งโดยสนามไฟฟ้าให้เคลื่อนที่ไปยังอานโนด ทำให้เกิดการไอออนบวกของก๊าซเพิ่มขึ้นอีก อันเป็นกลไกที่ระบบ รักษาสภาพการดีสชาร์จด้วยตัวเอง สำหรับกลุ่มอะตอมของ เป้าที่ถูกสเปดเตอร์จากผิวเป้าส่วนหนึ่งสามารถเคลื่อนที่ ถึงวัสดุรองรับและยึดติดกับผิววัสดุรองรับเกิดเป็น ฟิล์มบางขึ้น

ข้อเสียของระบบดีซีไดโอดสเปดเตอร์คือ ทำงานได้ในช่วงความดันที่จำกัด (11) เนื่องจากเมื่อความดันกาซลดลง

โอกาสที่อิเล็กตรอนจะชนและไอออนบวกอะตอมของกาซลดลง ทำให้กระแสการดีสชาร์จลดลง (ที่ความต่างศักย์เท่ากัน) ส่งผลให้อัตราการสเปดเตอร์เป้าและอัตราการเคลือบฟิล์มลดลงไปด้วย รูปที่ 2 แสดงกราฟของกระแสและความต่างศักย์ของการดีสชาร์จที่ความดันของกาซอาร์กอนต่างๆ กัน ในระบบที่มีนิกเกิลเป็นคาโอด จะเห็นว่าที่ความดันต่ำกว่า 30 mtorr กระแสการดีสชาร์จน้อยมาก ส่วนที่ความดันสูงขึ้น โดยเฉพาะเมื่อสูงกว่า 100 mtorr การกระเจิงของอะตอมที่ถูกสเปดเตอร์เนื่องจากการชนกับอะตอมของกาซจะมากขึ้น ส่งผลต่อการลดลงของอัตราการสเปดเตอร์ และอัตราการเคลือบฟิล์ม (ดูรูปที่ 3) เช่นเดียวกัน และยังทำให้พลังงานจลน์ของอะตอมที่ไปถึงเป้าลดลงด้วย ทำให้ได้ฟิล์มที่เกาะยึดกับวัสดุรองรับไม่ดีหรือฟิล์มที่มีการจับตัวกันของอะตอมแบบหลวมๆ นอกจากนี้ยังมีปัญหาการเกิดความร้อนที่วัสดุรองรับจากการชนด้วยอิเล็กตรอน เนื่องจากความต่างศักย์ที่ใช้สำหรับการดีสชาร์จค่อนข้างสูง



รูปที่ 2 กราฟของกระแสและความต่างศักย์ที่ความดันกาซอาร์กอนต่างๆ กัน ในระบบดีซีดีสชาร์จที่มีนิกเกิลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 นิ้ว (11, pp 189)



รูปที่ 3 การเปลี่ยนแปลงของอัตราการสเปดเตอร์เป้าหมายนิกเกิลโดยไอออนบวกของอาร์กอนพลังงาน 150 eV เมื่อความดันกาซอาร์กอนสูงขึ้น (11, pp 190)

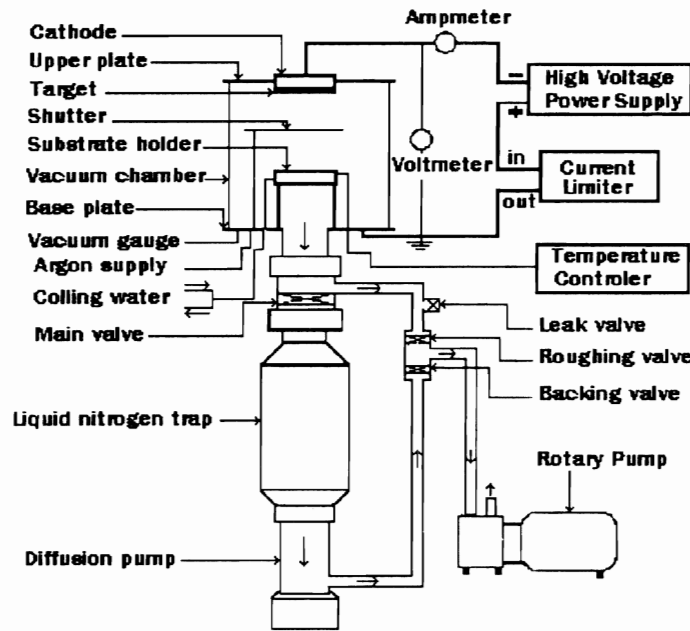
ในระบบดีซีแมกนีตรอนสเป็คเตอริง จะผ่านสนาม แม่เหล็กทั้งในแนวขนานหรือในแนวตั้งฉากกับผิวเป้า เพื่อเพิ่มระยะทางของอิเล็กตรอนก่อนที่จะเคลื่อนที่ถึงอาโนด ทำให้อิเล็กตรอนมีโอกาสไอออไนซ์อะตอมของก๊าซมากขึ้น แม้ที่ความดันก๊าซต่ำ (9,11) ทำให้เกิดผลดีหลายประการ เมื่อเทียบกับระบบดีซีไดโอด เช่น สามารถขยายช่วงความดันที่ทำงานให้ต่ำลง ให้อัตราการเคลือบฟิล์มที่สูง และลดการชนวัสดุรองรับด้วยอิเล็กตรอน

3. การสร้างเครื่องมือ

ระบบเคลือบฟิล์มบางแบบดีซีแมกนีตรอนสเป็คเตอริงที่สร้างขึ้น มีส่วนประกอบต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4 โดยแบ่งออกเป็น 3 ส่วนใหญ่ๆ คือ ภาชนะสุญญากาศ ระบบปั๊มสุญญากาศ และแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรงโวลท์สูง

3.1 ภาชนะสุญญากาศ

ภาชนะสุญญากาศเป็นท่อแก้วทรงกระบอกครอบด้วยฝาทองเหลืองด้านบนและด้านล่าง ภายในประกอบด้วยขั้วคาโธด แท่นวางวัสดุรองรับและหน้ากาก



รูปที่ 4 ระบบดีซีแมกนีตรอนสเป็คเตอริง

ขั้วคาโธดได้ออกแบบให้สามารถระบายความร้อนด้วยอากาศ โดยติดไว้ที่ตรงกลางผาด้านบนของภาชนะสุญญากาศ ประกอบด้วย เป้า แท่นยึดเป้า และแม่เหล็กถาวรแบบวงแหวน แสดงดังรูปที่ 5 เป้าเป็นแผ่นโมลิบดีนัมบริสุทธิ์วงกลมขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 5.6 เซนติเมตร หนา 0.2 มิลลิเมตร ยึดติดกับแท่นยึดเป้าด้วยนอตทองเหลือง โดยที่หัวนอต ทองเหลืองแต่ละตัวจะถูกคลุมด้วยแผ่นโมลิบดีนัมชิ้นเล็กๆ อีกชิ้นหนึ่ง เพื่อป้องกันไม่ให้ทองเหลืองถูกสเป็คเตอริงแท่นยึดเป้าทำด้วยทองแดงเพื่อช่วยให้การระบายความร้อนออกจากเป้าขณะที่ถูกสเป็คเตอริงเกิดขึ้นได้ดี

สำหรับแม่เหล็กถาวรแบบวงแหวนที่ใช้ เป็นแม่เหล็กที่ทำจากสารผสม Fe-Nd-B มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในและภายนอกเท่ากับ 4.6 และ 5.0 เซนติเมตร ตามลำดับความเข้มของสนามแม่เหล็กในแนวขนานและตั้งฉากบน

ระนาบที่ขนานกับแม่เหล็กวัดที่ระยะต่างๆ จากแนวแกนกลางของแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง ได้ผลแสดงดังรูปที่ 6 และสามารถเขียนแนวเส้นแรงแม่เหล็กที่ไหลได้ผิวเป้าได้ดังรูปที่ 7 แม่เหล็กสามารถติดตั้งบนแท่นยึดเป้าและถอดออกได้โดยสะดวก และสามารถที่จะปรับความเข้มของสนามแม่เหล็กที่ผิวเป้าได้โดยการปรับระยะห่างระหว่างแม่เหล็กกับผิวเป้า

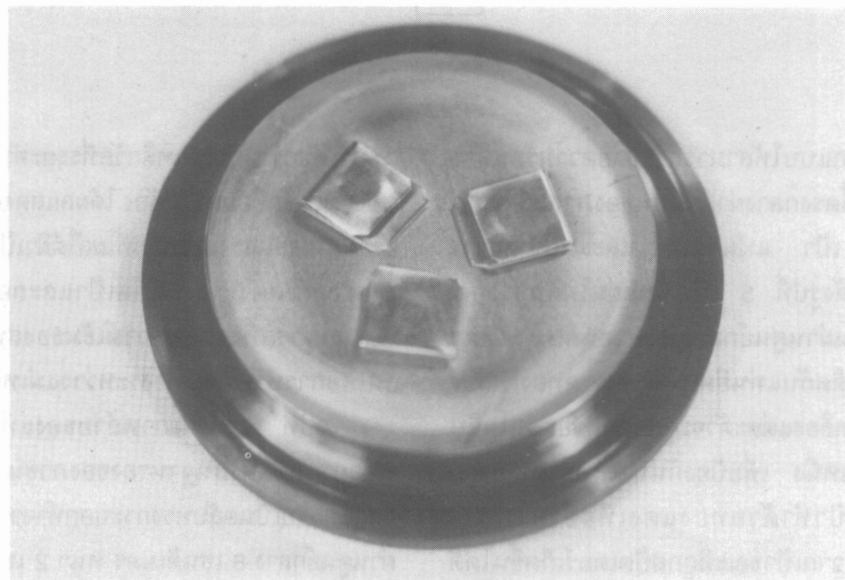
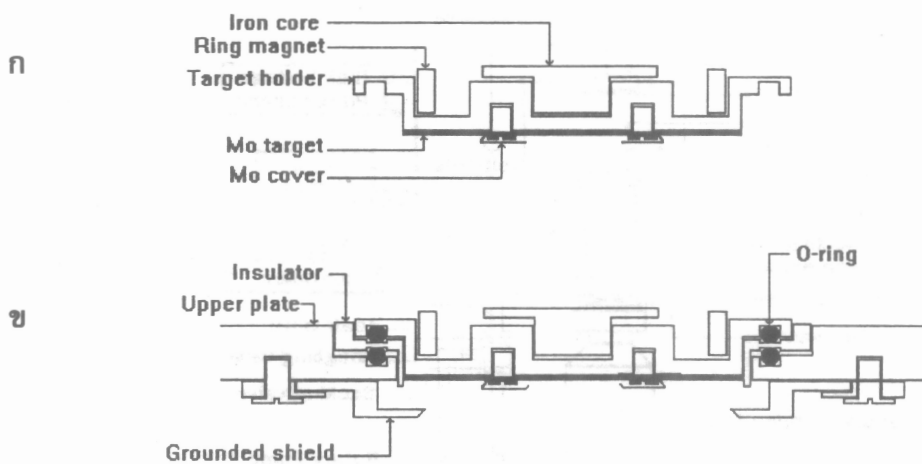
รูปที่ 8 เป็นภาพถ่ายของแท่นวางวัสดุรองรับและหน้ากากที่ติดตั้งบนฐานรองของภาชนะสุญญากาศ แท่นวางวัสดุรองรับเป็นดิสก์ทรงกระบอกทำจากอลูมิเนียม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 เซนติเมตร หนา 2 เซนติเมตร ภายในมีชุดลวดความร้อน และท่อทองแดงสำหรับนำระบายความร้อน อุณหภูมิที่ผิวบนของแท่นวางวัสดุรองรับเพิ่มได้สูงสุด 400 °c และควบคุมโดยชุดควบคุมอุณหภูมิ หน้ากากทำจากแผ่นอลูมิเนียมติดอยู่บนปลายขาตั้งที่ยึดกับฐานรอง ควบคุมการหมุนโดยแรงแม่เหล็กจากภายนอกภาชนะสุญญากาศ

3.2 ระบบปั๊มสุญญากาศ

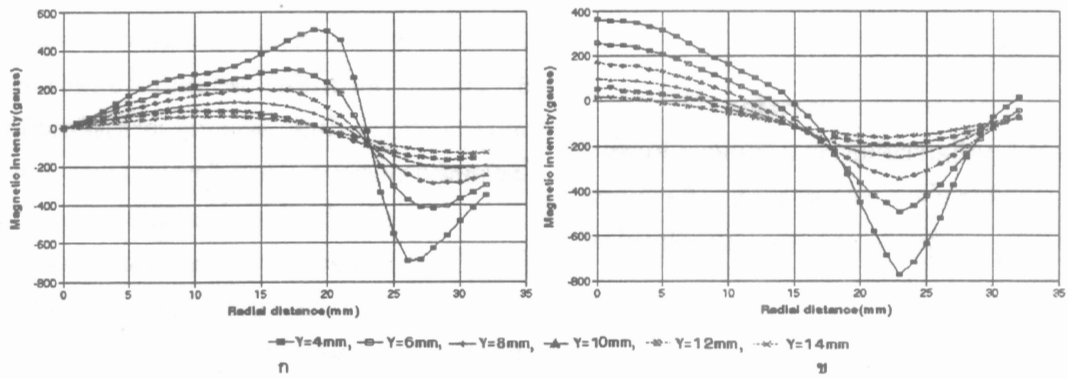
ระบบปั๊มสุญญากาศ ประกอบด้วยปั๊มโรตารี (rotary pump) และปั๊มแพร่ไอน้ำมัน (diffusion pump) พร้อมด้วยกับดักไนโตรเจน (liquid nitrogen trap) ทำงานร่วมกัน สามารถปั๊มความดันในภาชนะสุญญากาศได้ต่ำสุดประมาณ 0.2 mtorr ขณะที่ความดันกาซาร์กอนที่ใช้งานอยู่ระหว่าง 5-50 mtorr

3.3 ระบบจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงโวลต์สูง

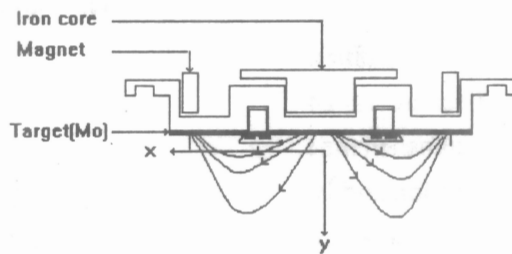
ระบบจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงประกอบด้วยแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงโวลต์สูงและวงจรถูกักกระแส แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงโวลต์สูงเป็นเครื่องที่สร้างโดยสุชาติ (11) เป็นวงจร bridge rectified พร้อมกับวงจรรองแรงดันแบบ π สามารถจ่ายแรงดันได้ระหว่าง 0-2000 โวลต์ สำหรับวงจรถูกักกระแสทำหน้าที่ควบคุมกระแสการดิสชาร์จและป้องกันไม่ให้เกิดการอาร์ค



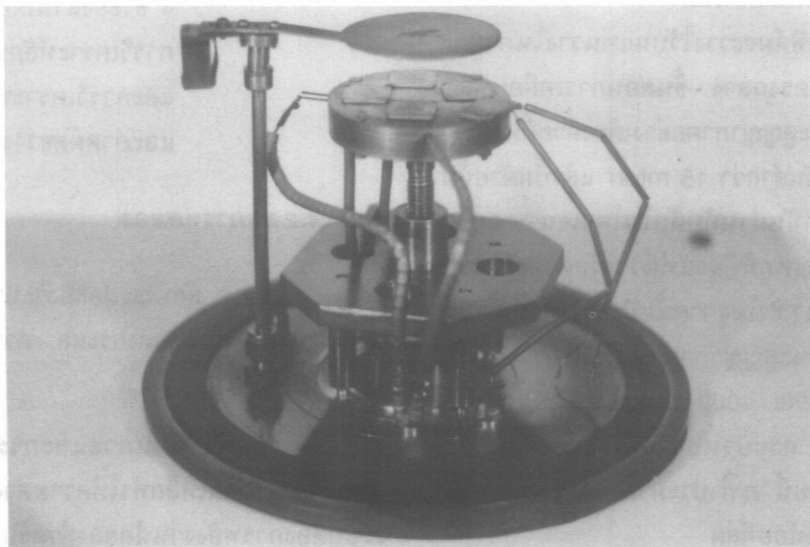
รูปที่ 5 ก ภาพภาคตัดขวางของซิวคาโอเต
 ข ภาพภาคตัดขวางแสดงการติดซิวคาโอเตบนฝาครอบด้านบน
 ค ภาพถ่ายแสดงการติดเป้าบนแท่นยึดเป้า



รูปที่ 6 ความเข้มสนามแม่เหล็กบนระนาบที่ระยะห่างจากแม่เหล็ก Y mm ที่ตำแหน่งต่างๆ จากแนวแกนกลางของแม่เหล็ก
 ก. สนามแม่เหล็กในแนวขนานกับระนาบ (B_x)
 ข. สนามแม่เหล็กในแนวตั้งฉากกับระนาบ (B_y)



รูปที่ 7 แสดงแนวเส้นแรงแม่เหล็กใต้ผิวเป้า



รูปที่ 8 ภาพถ่ายแสดงแท่นวางวัสดุรองรับและหน้าฉาก

4. การทดลองและผลการทดลอง

4.1 การทดลอง

4.1.1 การวัดลักษณะส่อของระบบ

ทำให้ระบบเกิดการดิสชาร์จแล้ววัดความสัมพันธ์ระหว่างกระแสการดิสชาร์จกับความต่างศักย์ ที่ความดันกาซอาร์กอนต่างๆ และสังเกตผลของสนามแม่เหล็กที่มีต่อการทำงานของระบบ

4.1.2 การเคลือบฟิล์ม

การเตรียมวัสดุรองรับฟิล์ม

วัสดุรองรับที่ใช้สำหรับเคลือบฟิล์มบางของโมลิบดีนัมเป็นกระจก corning #7059 ขนาดกว้าง 1.2 เซนติเมตร

ยาว 2.5 เซนติเมตร และหนา 0.2 เซนติเมตร วัสดุรองรับทุกชิ้นจะผ่านกระบวนการทำความสะอาด ซึ่งประกอบด้วย การล้างในน้ำยาล้างจานโดยขัดเบาๆ และใช้ Ultrasonic bath แล้วล้างให้สะอาดด้วยน้ำ de-ionized จากนั้นแช่ในกรดโครมิกเข้มข้น (สารละลายอิมิตัวของ KCr_2O_4 : กรดซัลฟูริกเข้มข้น ผสมกันในอัตราส่วน 1:20 โดยปริมาตร) ประมาณ 12-24 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำ de-ionized โดยการเจือจางกรดลงเรื่อยๆ เมื่อล้างกรดจนหมดแล้ว ล้างด้วยน้ำ de-ionized ใน Ultrasonic bath อีกครั้ง เป่าให้แห้งด้วยกาซไนโตรเจน และอบที่อุณหภูมิประมาณ $70^{\circ}C$ ประมาณ 30 นาที

วัสดุรองรับฟิล์มที่ผ่านการทำความสะอาดแล้ว จะถูกนำไปซึ่งมวลและนำเข้าระบบสปีดเตอร์ทันที

การสปีดเตอร์เคลือบฟิล์ม

กระจกรองรับฟิล์มจะวางไว้บนแท่นวางในภาชนะสุญญากาศ ที่ตำแหน่งตรงกลาง ขั้นตอนการเคลือบฟิล์ม เริ่มต้นด้วยการปั๊มภาชนะสุญญากาศอย่างเดียวด้วยปั๊มโรตารี อย่างเดียว จนได้ความดันต่ำกว่า 15 mtorr แล้วปั๊มด้วยปั๊มโรตารีและปั๊มแพร้อเนน้ำมันผ่านกับดักไนโตรเจน จนได้ความดันต่ำสุด ตั้งอุณหภูมิที่ผิวแท่นวางวัสดุรองรับไว้ที่ $100^{\circ}C$ ปั๊มต่อไปประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นปิดปั๊มแพร้อเนน้ำมัน เติมหากาซอาร์กอนในภาชนะสุญญากาศจนกระทั่งความดันสูงกว่าความดันต่ำสุดประมาณ 1000 เท่า แล้วจึงปั๊มออกให้ความดันลดลงต่ำสุด กระบวนการเติมเข้าแล้วปั๊มออก (evacuation-refill) แบบนี้ จะทำประมาณ 3 ครั้งเพื่อให้ระบบมีกาซอื่น ๆ เจือปนน้อยที่สุด

เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการเติมเข้าแล้วปั๊มออก เติมหากาซอาร์กอนเข้าในภาชนะสุญญากาศ ปรับความดันให้ได้ตามต้องการ แล้วค่อยๆ เพิ่มความต่างศักย์ระหว่างคาโธดกับอานอดจนเกิดการดิสชาร์จเต็มที่ ปรับกระแสดิสชาร์จตาม

ต้องการ การเคลือบฟิล์มและหยุดเคลือบฟิล์ม ทำโดยเปิดและปิดหน้ากาซ ตามลำดับ การเคลือบทำเป็น 2 ช่วง ช่วงละ 5 - 20 นาที เพื่อไม่ให้คาโธดร้อนเกินไป โดยระหว่างช่วงจะหยุดการดิสชาร์จ ในตอนต้นของแต่ละช่วงต้องสปีดเตอร์โดยไม่เปิดหน้ากาซประมาณ 5 นาทีเพื่อทำความสะอาดผิวหน้าของเป้า

ช่วงที่เคลือบฟิล์มอุณหภูมิที่ผิวแท่นวางวัสดุรองรับยังคงเป็น $100^{\circ}C$ และกับดักไนโตรเจนยังทำงานอยู่ตลอดเวลา อุณหภูมิที่ผิวแท่นวางวัสดุรองรับถูกลดลงทันทีที่หยุดสปีดเตอร์เคลือบฟิล์ม ส่วนกับดักไนโตรเจนยังคงทำงานจนกระทั่งนำกระจกที่เคลือบฟิล์มออกจากระบบ

กระจกที่เคลือบฟิล์มแล้ว จะถูกนำออกจากระบบเมื่ออุณหภูมิที่ผิวแท่นวางวัสดุรองรับลดลงสู่อุณหภูมิห้อง และนำไปซึ่งมวลทันที แล้วจึงนำไปวิเคราะห์สมบัติต่อไป

4.1.3 การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์ม

การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มประกอบด้วย

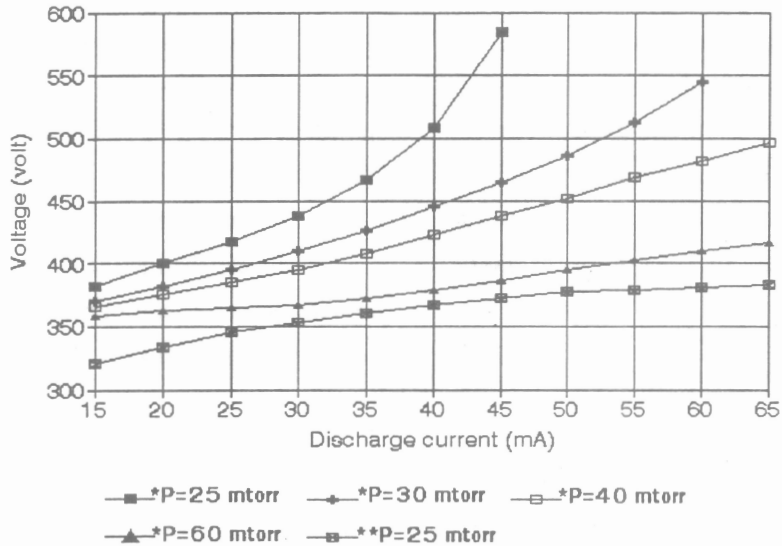
- การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
- การคำนวณความหนาของฟิล์มจากปริมาณเนื้อฟิล์มที่เคลือบบนกระจกและพื้นที่หน้าตัดของกระจก โดยสมมติว่าฟิล์มที่ได้มีความหนาสม่ำเสมอและมีความหนาแน่นเท่ากับโลหะโมลิบดีนัม
- การวัดสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยเทคนิค 4 ขั้วของแวนเดอเพอร์
- การวิเคราะห์ลักษณะผิวหน้าโดย SEM และการวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มและภาคตัดขวางโดย EDX

4.2 ผลการทดลอง

4.2.1 ลักษณะส่อของระบบ

ลักษณะส่อของกระแส - ความต่างศักย์ - ความดัน แสดงดังรูปที่ 9

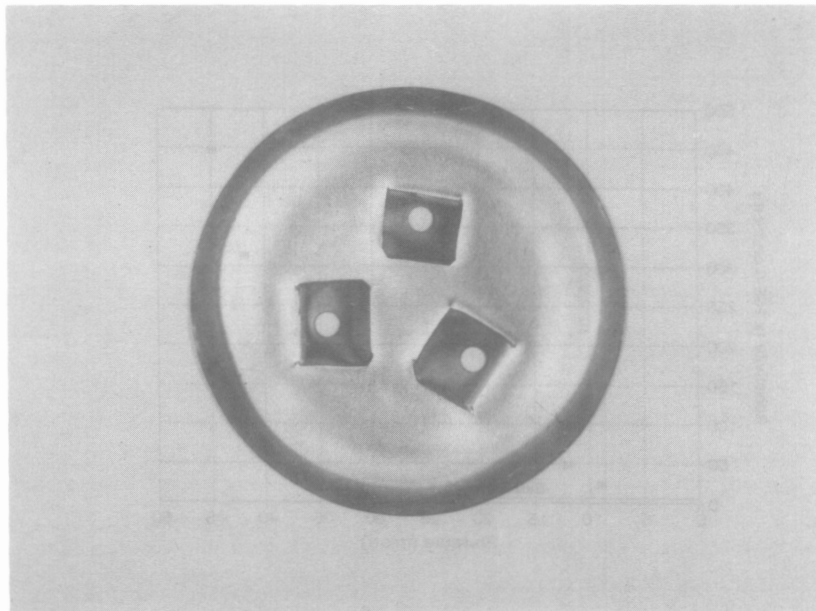
เมื่อความดันกาซและกระแสการดิสชาร์จคงที่ การเพิ่มสนามแม่เหล็กทำให้ความต่างศักย์ลดลง แสดงว่าระบบต้องการพลังงานน้อยลงสำหรับการผลิตประจุปริมาณเท่าเดิม ผลเหล่านี้มาจากการเพิ่มความสามารถของอิเล็กตรอนที่จะไอออไนซ์อะตอมของกาซเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก ในกรณีที่ไม่มีสนามแม่เหล็ก การดิสชาร์จจะไม่เกิดขึ้นในช่วงความดัน และความต่างศักย์ตามรูปที่ 9



รูปที่ 9 กราฟระหว่างกระแสการดีสชาร์จกับความต่างศักย์ที่ความดัน 25, 30, 40 และ 60 mtorr และ (*) ความเข้มสนามแม่เหล็กในแนวขนานผิวเป้าสูงสุด 250 Gauss (**) ความเข้มสนามแม่เหล็กในแนวขนานผิวเป้าสูงสุด 500 Gauss

อย่างไรก็ตาม พบว่าขณะที่สนามแม่เหล็กและกระแสการดีสชาร์จคงที่ การลดความดันก๊าซ จะทำให้ความต่างศักย์สูงขึ้น เมื่อลดความดันก๊าซจนถึงค่าหนึ่งกระแสการดีสชาร์จจะเริ่มลดลงและการดีสชาร์จจะหยุดในที่สุด โดยความต่างศักย์สูงสุดก่อนที่การดีสชาร์จจะหยุดมีค่าประมาณ 540-600 โวลต์ ความดันต่ำสุดที่ยังเกิดการดีสชาร์จสัมพันธ์กับสนามแม่เหล็ก คือ จะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มสนามแม่เหล็กลดลง ที่ความเข้ม สนามแม่เหล็กในแนวขนาน 500 Gauss

และ 250 Gauss ความดันก๊าซต่ำสุดที่ยังเกิดการดีสชาร์จที่กระแส 50 mA มีค่าประมาณ 7.5 mtorr และ 30 mtorr ตามลำดับ ลักษณะส่อเช่นนี้แสดงให้เห็นถึงขีดจำกัดของการเพิ่มความสามารถในการไอออนไนซ์ของอิเล็กตรอนโดยสนามแม่เหล็กที่ใช้ โดยเมื่อถึงขีดจำกัดนี้ ความต่างศักย์ที่สูงขึ้นจะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากการกักของสนามแม่เหล็ก ขณะที่การ ลดลงของความดันก๊าซจะลดโอกาสที่อิเล็กตรอนจะชนกับ อะตอมของก๊าซจนทำให้กระแสการดีสชาร์จลดลงและหยุดในที่สุด



รูปที่ 10 ภาพถ่ายของเป้าที่ถูกลบปิดเตอร์

รูปที่ 10 แสดงภาพถ่ายผิวหน้าของเป้าที่ถูกลบัตเตอร์จะเห็นว่าเป้าถูกกัดเซาะมากในบริเวณที่ สนามแม่เหล็กในแนวขนานมีค่าสูงสุด แสดงว่าการกักอิเล็กตรอนโดยสนามแม่เหล็กในแนวขนานมีประสิทธิภาพมากกว่าสนามแม่เหล็กในแนวตั้งฉาก ทำให้บริเวณนั้นมีการไอออไนซ์ของก๊าซเกิดขึ้นมาก ส่งผลให้จำนวนไอออนบวกที่ไปชนเป้าหมายมีมากขึ้นจนเกิดการกัดเซาะมากกว่าบริเวณอื่น ผลที่ได้สอดคล้องกับผลของ Igasaki และ Inoue (13)

4.2.2 สมบัติของฟิล์ม

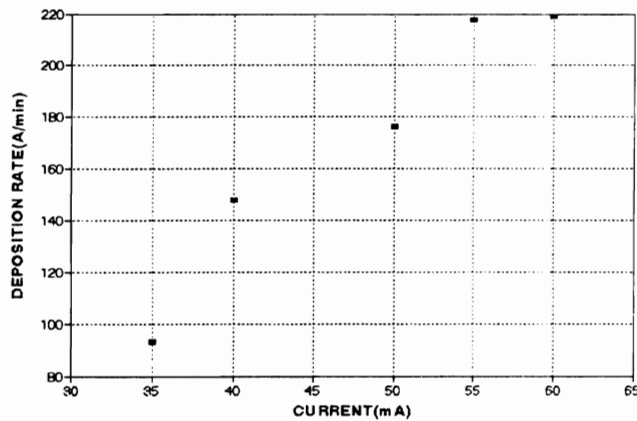
อัตราการเคลือบฟิล์ม

ที่ความดันคงที่อัตราการเคลือบฟิล์มเพิ่มขึ้นตาม

กระแสการดีสชาร์จ รูปที่ 11 แสดงอัตราการเคลือบฟิล์มจากการสปัตเตอร์ทำที่ความดัน 15 mtorr

การเกาะตัวของฟิล์ม

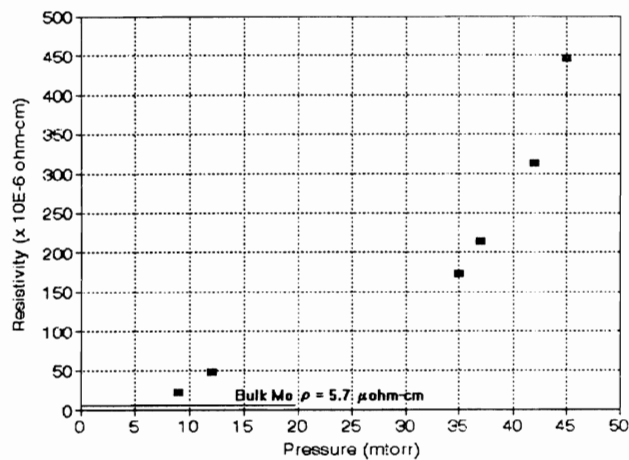
ฟิล์มที่ได้เมื่อสังเกตุด้วยตาเปล่า ส่วนมากเนื้อฟิล์ม เรียบ สะท้อนแสงดี ยกเว้นฟิล์มบางตัวอย่างที่มีการลอกไม่เกาะกับกระจก ฟิล์มที่เกิดการลอกนี้ได้จากการเตรียมใน



รูปที่ 11 อัตราการเคลือบฟิล์มที่ความดัน 15 mtorr

สภาวะที่ความต่างศักย์ต่ำกว่า 450 Volt
สภาพต้านทาน

สภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มพบว่าขึ้นกับความดัน
ของก๊าซอาร์กอนขณะสปัตเตอร์ โดยสภาพต้านทานไฟฟ้า



รูปที่ 12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพต้านทานของฟิล์มกับความดันก๊าซอาร์กอนขณะเคลือบฟิล์ม

ลดลงตามความดัน แสดงดังรูปที่ 12

จากกราฟจะเห็นว่ายิ่งลดความดันให้ต่ำลง สภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มยิ่งเข้าใกล้ค่าของโมลิบดีนัมแบบ Bulk แต่เนื่องจากระบบที่สร้างมีขีดจำกัดที่ไม่สามารถทำงานที่ความดันต่ำกว่า 5 mtorr ได้ จึงยังไม่มีข้อมูลในส่วนที่ความดันต่ำลงไปอีก อย่างไรก็ตามเราก็ได้เห็นแนวโน้มที่ชัดเจนที่จะเตรียมฟิล์มโมลิบดีนัมให้มีสภาพต้านทานไฟฟ้าใกล้เคียงหรือเท่ากับ สภาพต้านทานไฟฟ้าของโลหะโมลิบดีนัม

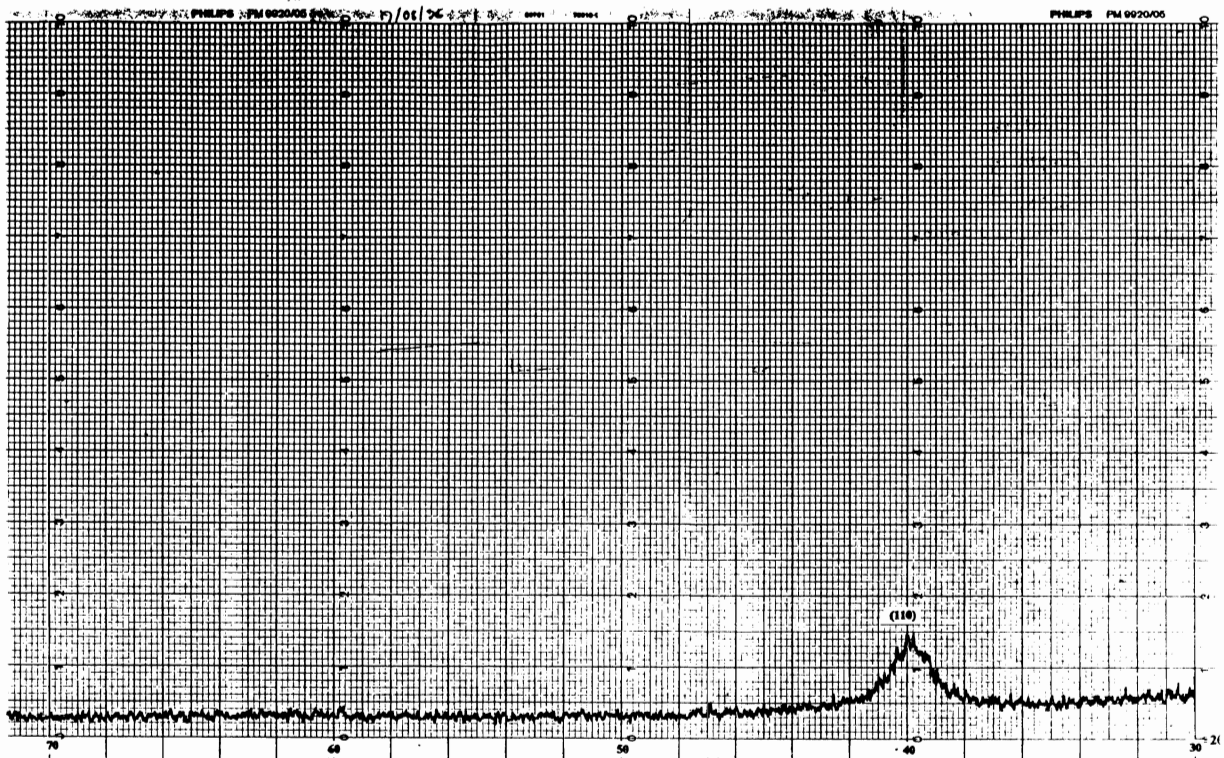
ผลการวิเคราะห์จาก XRD SEM และ EDX

จาก XRD pattern แสดงในรูปที่ 13 แยกฟิล์มได้เป็น 2 กลุ่ม คือกลุ่มที่โครงสร้างเป็น amorphous กับกลุ่มที่มีแนวโน้มโครงสร้างเป็น polycrystalline ที่วางตัวโดยหันระนาบ (110) ชานานกับระนาบกระจก ฟิล์มกลุ่มแรกได้จากการเตรียมที่ความดันสูงกว่า 50 mtorr ลักษณะ XRD pattern ปรากฏเป็นยอดกว้าง ๆ ที่ตำแหน่ง (110) (ดูรูปที่ 12 ก)

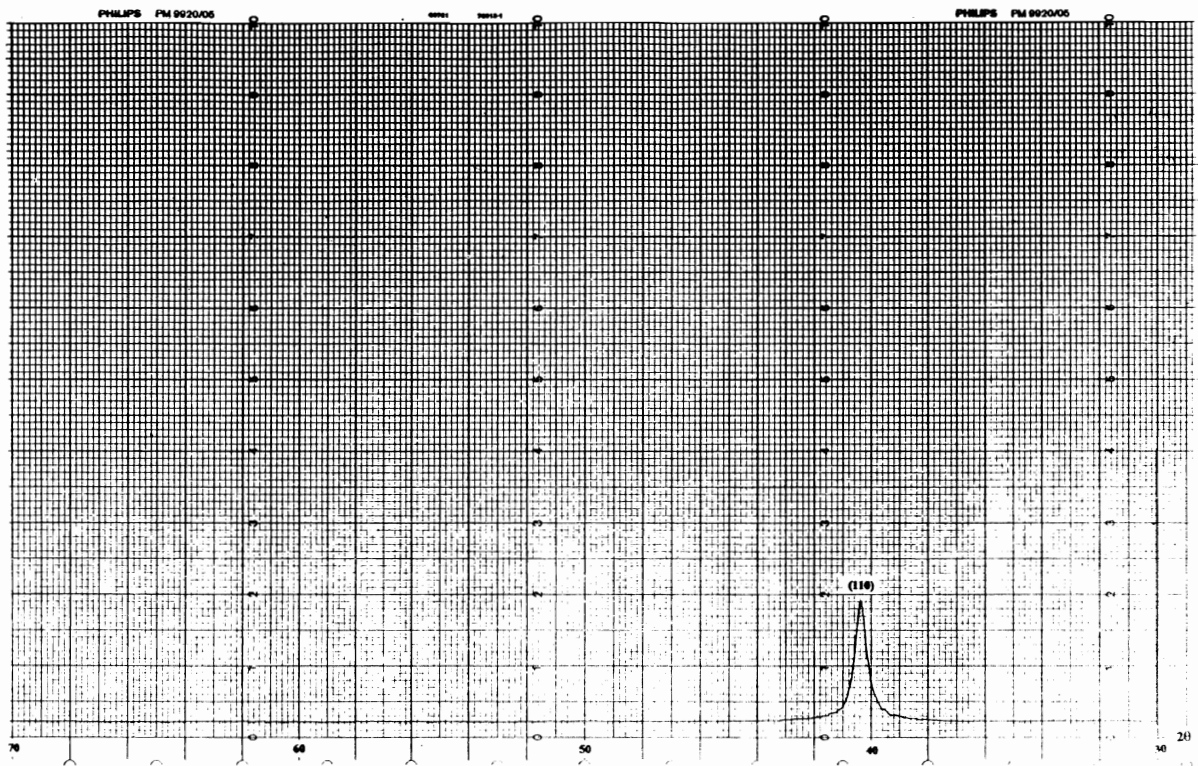
ส่วนอีกกลุ่มซึ่งเตรียมที่ความดันต่ำปรากฏยอดชัดเจนที่ ตำแหน่ง (110) (รูปที่ 13 ข และ ค) เมื่อเปรียบเทียบกับ XRD pattern ของแผ่น Mo ที่ทำเป็นเป้า (ดูรูปที่ 13 ง) จะเห็นว่าแตกต่างกัน สำหรับผลของ XRD สามารถอธิบายผลการวัดสภาพต้านทานได้ดี

ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มกลุ่มที่มีแนวโน้มโครงสร้างเป็น polycrystalline จาก SEM แสดงดังรูปที่ 14 ยืนยันว่าฟิล์มไม่มีรอยแตก สำหรับปัญหาการรอยแตกในฟิล์มพบจากการเตรียมในระบบดีซีไดโอดของสุชาติ (14) สาเหตุเนื่องจากวัสดุรองรับร้อนมากขณะเคลือบฟิล์ม

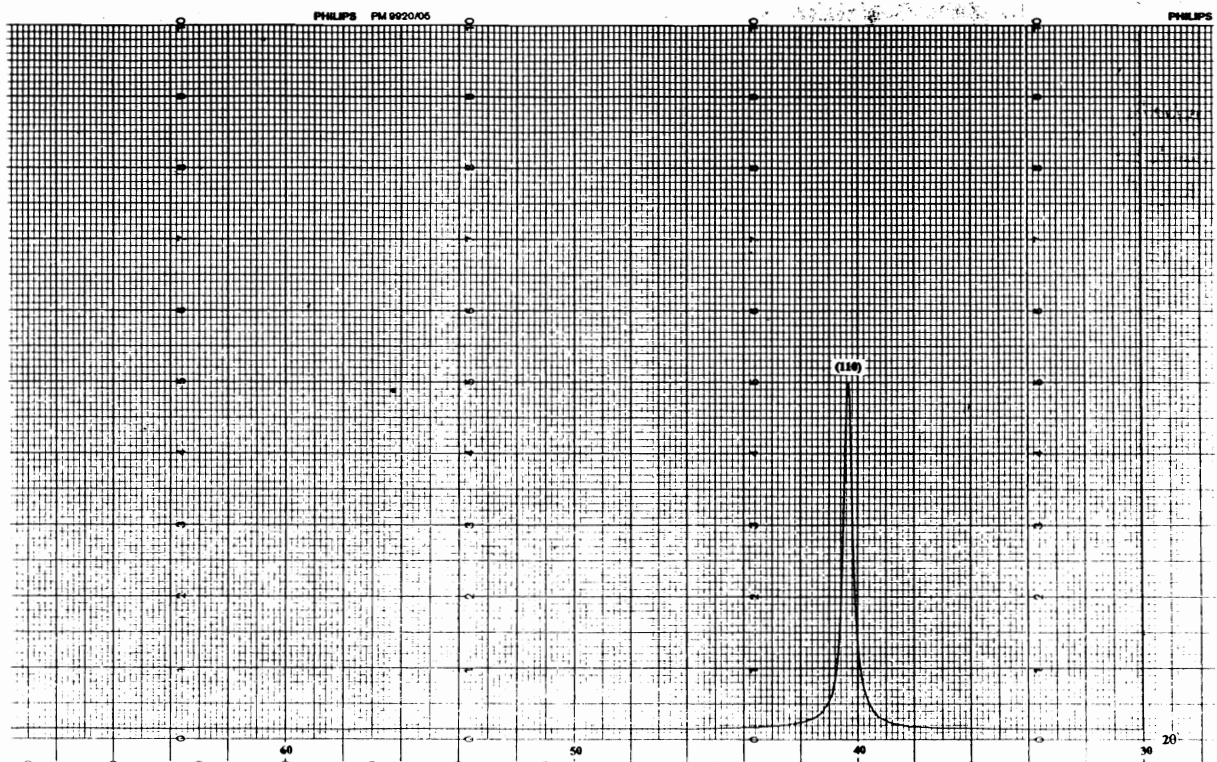
ผลจาก EDX แสดงให้เห็นว่าเนื้อฟิล์มเป็นโมลิบดีนัมเกือบบริสุทธิ์ โดยมีออกซิเจนเจือปนอยู่เล็กน้อย (ดูรูปที่ 15) ออกซิเจนจำนวนนี้อาจเป็นออกซิเจนที่เจือปนในระบบสปัตเตอร์และฝังตัวในฟิล์มขณะเคลือบ หรือเป็นออกซิเจนในบรรยากาศที่จับผิวหน้าฟิล์มเมื่อนำฟิล์มออกจากระบบ



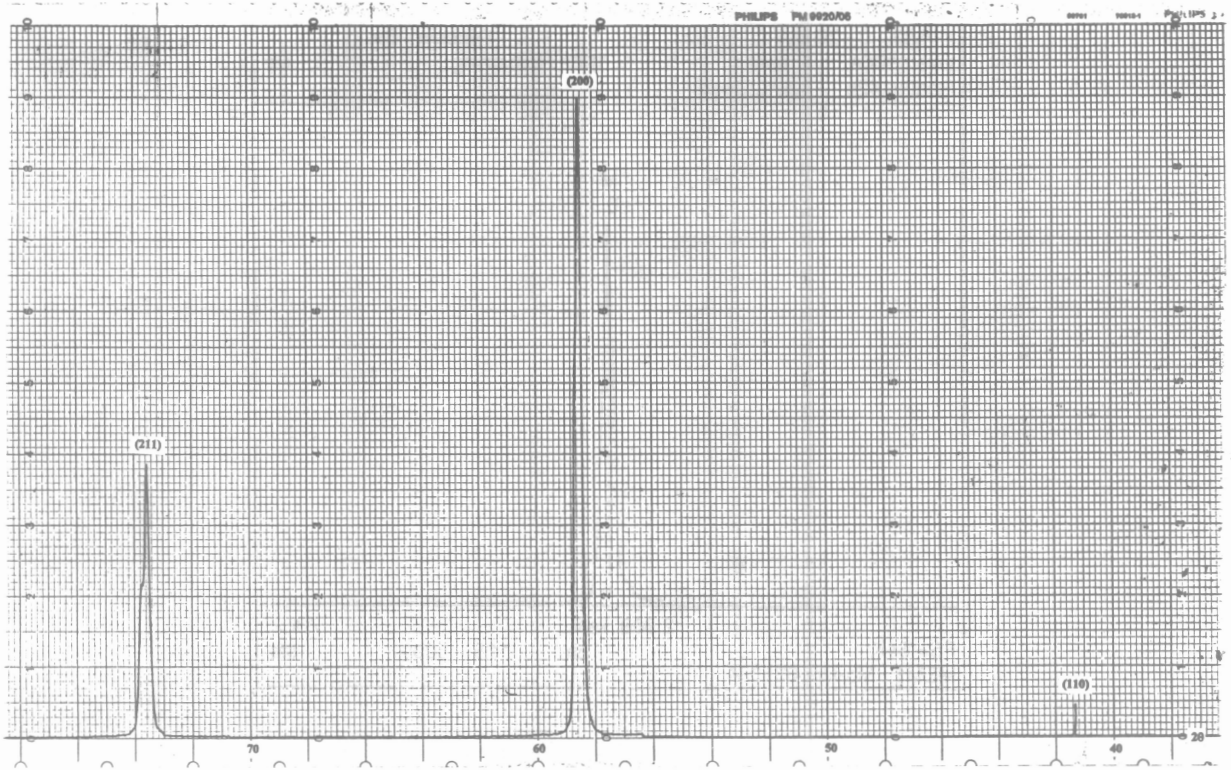
รูปที่ 13 ก XRD pattern ของฟิล์มเตรียมที่ความดัน 75 mtorr



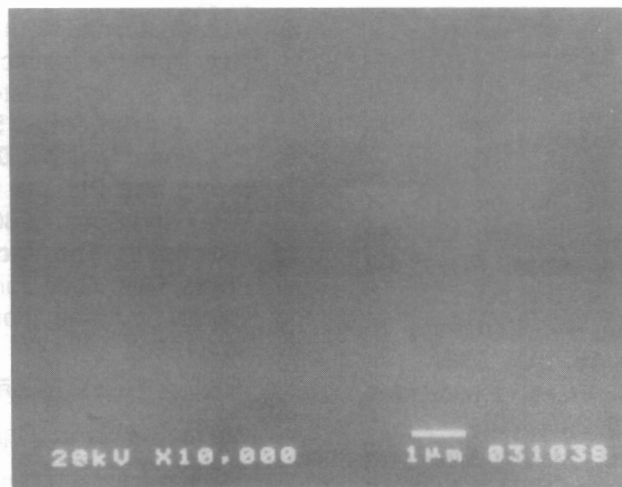
รูปที่ 13 ข XRD pattern ของฟิล์มเตรียมที่ความดัน 15 mtorr



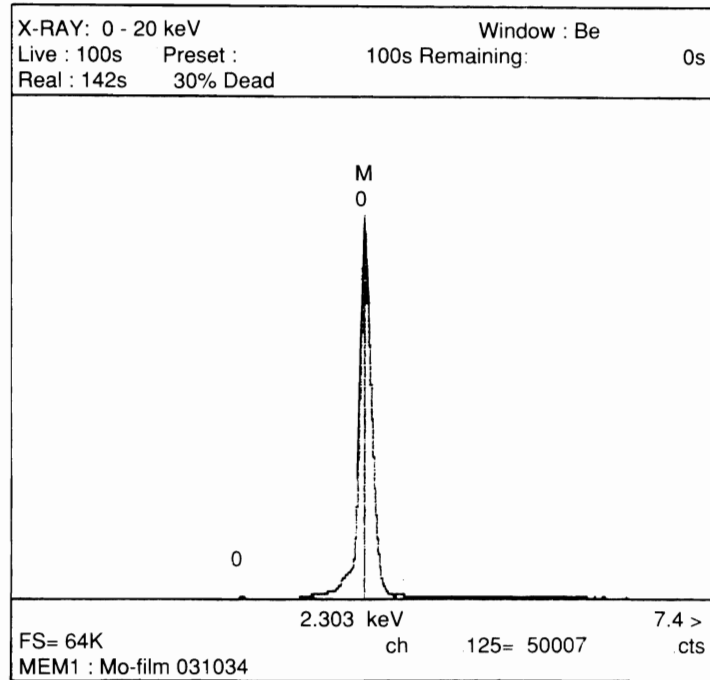
รูปที่ 13 ค XRD pattern ของฟิล์มเตรียมที่ความดัน 35 mtorr



รูปที่ 13 ง XRD pattern ของแผ่นโม่ลิบดินห่ม



รูปที่ 14 ภาพถ่ายจาก SEM ของผิวหน้าฟิล์มเตรียมที่ความดัน 15 mtorr



รูปที่ 15 EDX spectrum ของฟิล์มเตรียมที่ความดัน 15 mtorr

5. สรุปผลการทดลอง

การเคลือบฟิล์มบางของโมลิบดีนัมบนกระจก corning # 7059 สามารถทำได้ในระบบเคลือบฟิล์มแบบดีซีแมก-นีตรอนสเปดเตอร์ที่สร้างขึ้น โดยสภาวะของระบบที่ทำให้ฟิล์มคุณภาพดี คือ ที่ความดันกาซอาร์กอนต่ำกว่า 30 mtorr ความต่างศักย์ของการดีสชาร์จสูงกว่า 500 Volt สำหรับอุณหภูมิวัสดุรองรับ 100 °C ฟิล์มที่ได้มีแนวโน้มโครงสร้างเป็น polycrystalline ที่วางตัวโดยหันระนาบ (110) ชานานกับกระจก

เอกสารอ้างอิง

- Martil, I., Santamaria, J., Gonzalez, G., and Quesada, F. Sanchez., **J. Appl. Phys.** **68**, 189(1990).
- Isomura, S., Nagaamatsu, A., Shinohara, K., and Aono, T., **Solar cells.** **16**, 143(1986).
- Grindle, S. P., Smith, C. W., and Mittleman, S. D., **Appl. Phys Lett.** **35**, 24(1979).
- Ermer, J.H. and Love, R.B. "Method For Forming $CuInSe_2$ Films", **European Patent Application**, Filed July 10, 1986, application No. 86305324.5.
- Vink, T.J., Somers, M.A.J., Daams, J.L.C., and Dirks, A.G., **J. Appl. Phys.** **70**, 4301(1991).
- Chapman, B., **Glow Discharge Process: Sputtering and Plasma Etching.** New York, John Wiley and Sons, 1980.
- Niva, H., and Kato, M., **Appl. Phys. Lett.** **60**, 2520(1992).
- Bosal, B.M., Kapur, V.K., and Halani, A., **Proceedings of the 22nd IEEE Photovoltaic Spec. Conference 1991**, (IEEE, New York, 1991), p. 893.
- Vossen, L., and Kern, W., **Thin Film Process II.** New York, Academic Press, 1991.
- Maniv, S., and Westwood, W.D., and Scanlon, P.J., **J. Appl. Phys.** **53**, 856(1982).
- Chapman, B. **Glow Discharge Process: Sputtering and Plasma Etching.** New York, John Wiley and Sons, 1980.
- Halland, L., **The Vacuum Deposition of Thin Films.** New York, John Wiley and sons, 1956.
- Igasaki, Y., and Inoue, N., **J. Vac. Jpn.** **32**, 301(1989)
- สุชาติ สุภาพ ระบบเคลือบฟิล์มบางโดยเทคนิคสเปดเตอร์ วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2535.