

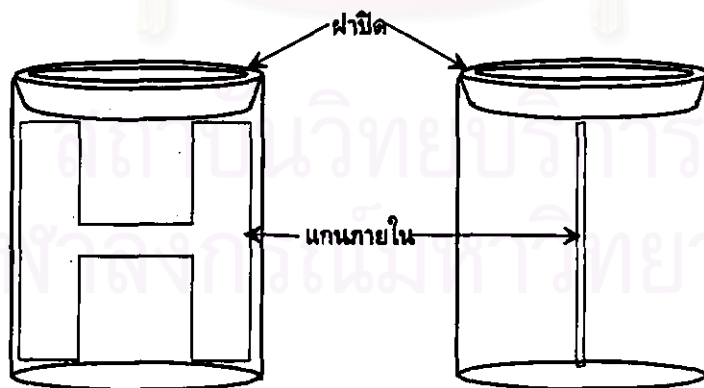
บทที่ 6

การทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดขั้นตอนวิธีการทดลองประกอบด้วย การเตรียมเป้าซิงค์ออกไซด์โดยวิธีอัดเปียกแล้วเผา การเตรียมวัสดุรองรับ การสเปตเตอร์เคลือบฟิล์ม และการวัดสมบัติของฟิล์ม

การเตรียมเป้าซิงค์ออกไซด์

การเตรียมเป้าซิงค์ออกไซด์เตรียมจากผงซิงค์ออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ 99.999% และความละเอียด 200 เมช เจือด้วยผงอลูมิเนียมออกไซด์ความบริสุทธิ์ 99.99% ตามสัดส่วนโดยมวลของส่วนผสมตั้งแต่ 1,2,3,4,5 เปอร์เซ็นต์ ขั้นตอนการเตรียมเป้าซิงค์ออกไซด์สามารถแบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลักดังนี้ การเตรียมส่วนผสมและผสม การอัดขึ้นรูป และการเผาเป้าซิงค์ออกไซด์



รูปที่ 6.1 ภาชนะผสมที่ใช้ผสมซิงค์ออกไซด์กับอลูมิเนียมออกไซด์

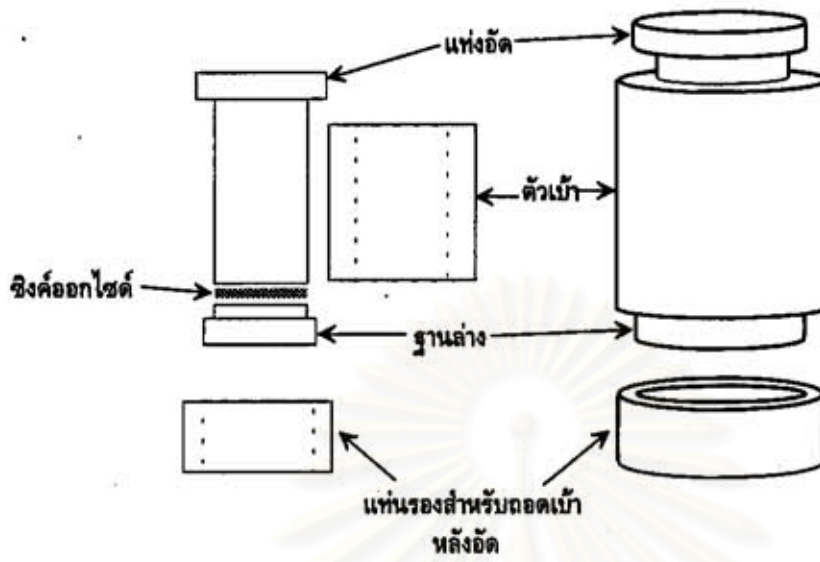
- การเตรียมส่วนผสมและผสม เริ่มจากการคำนวณสัดส่วนโดยมวลของส่วนผสม เช่นถ้าต้องการเจืออลูมิเนียมออกไซด์ 2 เปอร์เซ็นต์โดยมวล หมายถึง มวลสารรวมน้ำหนัก 100 กรัม ประกอบด้วย ซิงค์ออกไซด์ 98 กรัม และอลูมิเนียมออกไซด์ 2 กรัม นำทั้งสองส่วนผสมรวมกันผ่านตะแกรงร่อน แล้วใส่ในภาชนะผสม ซึ่งมีแกนอยู่ภายใน ดังรูปที่ 6.1 แล้วหมุนภาชนะผสมผ่านเครื่องกลึงด้วยอัตรารอบ 55 รอบต่อนาที ต่อเนื่องกันเป็นเวลา 30 นาที ดังรูปที่ 6.2



รูปที่ 6.2 ภาชนะผสมถูกจับให้หมุนบนเครื่องกลึง

สถาบันวิทยบริการ

- การอัดขึ้นรูป เมื่อผสมส่วนถูกผสมจนมีการกระจายของอลูมิเนียมออกไซด์ทั่วถึงกัน แล้วจึงนำมาอัดขึ้นรูปแบบเปียก ด้วยการสเปรย์น้ำดีไอออนไนซ์(deionized water) จนได้ส่วนผสมขึ้นพอเหมาะและสม่ำเสมอ หากการสเปรย์น้ำน้อยเกินไปจะส่งผลให้ส่วนผสมที่ได้จากการอัดขึ้นรูปแตกร้าว และถ้ามากเกินไปจะทำให้อัดขึ้นรูปได้ยาก เมื่อสเปรย์น้ำจนได้ที่แล้วจึงนำส่วนผสมใส่ลงในชุดเบ้าอัดซึ่งทำจากเหล็กเคลือบแข็ง ดังรูปที่ 6.3 แล้วอัดเบ้าด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ดังรูปที่ 6.4 การเพิ่มความดันจะเพิ่มขึ้นช้าๆเพื่อไล่เฉพาะน้ำออกจากเบ้าอัดจนถึงความดันประมาณ 7 ตันต่อตารางนิ้ว แล้วจึงนำเบ้าที่อัดได้ออกจากเบ้าอัด และวางผึ่งในอากาศอีกประมาณ 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปเผาต่อ



รูปที่ 6.3 เบ้าอัดเหล็กเคลือบแข็งสำหรับอัดแป้งชั่งค็อกไซด์

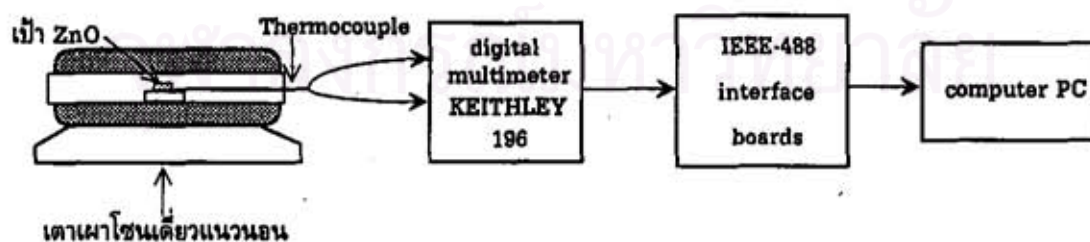


รูปที่ 6.4 การอัดขึ้นรูปแป้งชั่งค็อกไซด์โดยเครื่องอัดไฮดรอลิก

- การเผาเป้าซิงค์ออกไซด์ นำเป้าซิงค์ออกไซด์ที่อัดแล้วไปวางบนแผ่นกระเบื้องเซรามิกส์อุณหภูมิห้อง ออกไซด์ในเตาเผาโซนเดี่ยวแนวนอน แล้วทำการเผาที่ช่วงอุณหภูมิ 1050-1100 องศาเซลเซียส พร้อมทั้ง บันทึกอุณหภูมิของเป้าในขณะที่เผา ดังรูปที่ 6.5 และในการบันทึกอุณหภูมิขณะเผาผ่านทางเทอร์มอคัปเปิล โดยอ่านค่าศักย์ไฟฟ้าของอุณหภูมิด้วยดิจิตอลมัลติมิเตอร์แล้วส่งข้อมูลไปเก็บในคอมพิวเตอร์ ดังรูปที่ 6.6

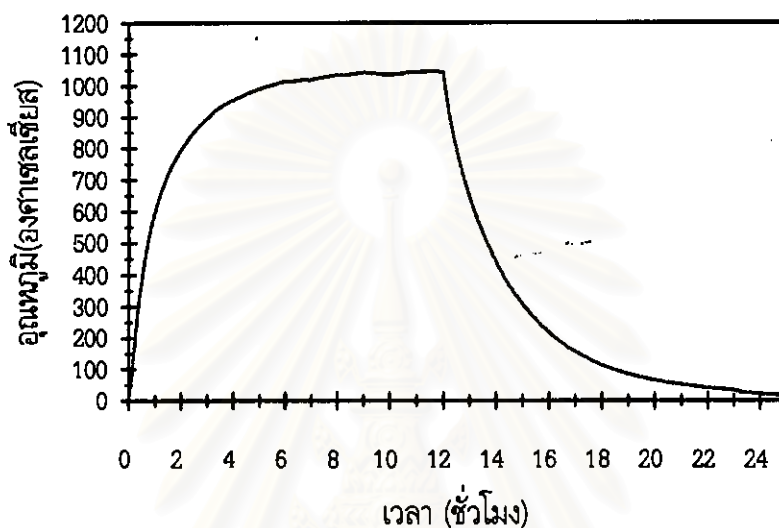


รูปที่ 6.5 การเผาเป้าซิงค์ออกไซด์ในเตาเผาโซนเดี่ยวแนวนอน



รูปที่ 6.6 การบันทึกอุณหภูมิขณะเผาเป้าซิงค์ออกไซด์

ในการเผาเป่าซิงค์ออกไซด์ เตาเผาจะควบคุมการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิจาก 0-1100 องศาเซลเซียส ภายในเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นจึงเปิดเตาปล่อยให้อุณหภูมิลดลงสู่อุณหภูมิต้อง ดังรูปที่ 6.7 เป่าซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากเผาจะถูกนำไปขัดผิวให้เรียบ และพร้อมติดตั้งในระบบสเปคโตรริงต่อไป



รูปที่ 6.7 กราฟของอุณหภูมิต่อเวลาที่ใช้เผาเป่าซิงค์ออกไซด์

การเตรียมวัสดุรองรับ

วัสดุรองรับทุกชิ้นจะผ่านกระบวนการทำความสะอาดประกอบด้วย การล้างในน้ำยาล้างจานโดยจะขัดด้วยฟองน้ำสังเคราะห์เบาๆ และแช่ในอ่างอัลตราโซนิก(Ultrasonic bath)เพื่อขจัดคราบสกปรก เช่น คราบไขมันและฝุ่นละออง แล้วล้างออกให้สะอาดด้วยน้ำดีไอออไนซ์และเป่าให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจนก่อนจะนำไปแช่ในกรดโครมิก(สารละลายอิมิตัวของโปแตสเซียมไดโครเมต(KCr_2O_4) ผสมกับการดซัลฟริกเข้มข้นในอัตราส่วน 1:20 โดยปริมาตร)ประมาณ 12-24 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำดีไอออไนซ์จนแน่ใจว่ากรดหมด จึงนำไปแช่ในอ่างอัลตราโซนิกอีกครั้งก่อนที่จะนำไปเป่าแห้งด้วยแก๊ส ไนโตรเจนและอบที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียสประมาณ 20 นาที วัสดุรองรับที่เตรียมในแต่ละครั้งจะถูกนำไปใช้ให้หมดในครั้งเดียว

การสปีดเตอร์เคลือบฟิล์ม

ฟิล์มบางซึ่งออกไซด์ถูกเตรียมด้วยระบบสปีดเตอร์ที่ปรับปรุงขึ้น ทั้งจากเป้าชนิดอัตร้อน และ ชนิดอัดเปียกแล้วเผา เคลือบลงบนวัสดุรองรับ 2 ขนาด คือ สไลด์กระจกขนาด 1.2×2.5 ตารางเซนติเมตร หนา 2 มิลลิเมตร และกระจกขนาด 4.85×5.85 ตารางเซนติเมตร หนา 1 มิลลิเมตร ภายใต้สภาวะการทำงานต่างๆของระบบ แล้วเลือกสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์มให้ได้สมบัติเหล่านี้ สภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำ สัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงสูง ผิวหน้าเรียบสม่ำเสมอ ยึดเกาะกับวัสดุรองรับได้ดี และสามารถเตรียมซ้ำได้

ขั้นตอนการเคลือบฟิล์ม เริ่มจากบรรจุวัสดุรองรับลงบนแท่นวางวัสดุรองรับติดตั้งแสดงในรูปที่ 5.11 และ 5.13 แล้วปั๊มภาชนะสุญญากาศจนกระทั่งความดันภายในภาชนะสุญญากาศต่ำกว่า 4.5×10^{-6} mbar จากนั้นเติมแก๊สอาร์กอนเข้าภาชนะสุญญากาศจนกระทั่งความดันในภาชนะสุญญากาศสูงกว่าความดันที่จะทำการสปีดเตอร์ แล้วจึงปั๊มออกให้ความดันลดลงต่ำกว่า 6×10^{-6} มิลลิบาร์ กระบวนการเติมเข้าแล้วปั๊มออก (evacuation-refill) จะทำประมาณ 2 ครั้ง เพื่อให้ระบบมีแก๊สอื่นเจือปนน้อยที่สุด จากนั้นจึงเริ่มปั๊มแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศและปรับระดับความดันให้ได้ตามต้องการ จึงทำการสปีดเตอร์เพื่อทำความสะอาดผิวหน้าของเป้าเป็นเวลา 5 นาที แล้วพัก 5 นาทีโดยจะปั๊มแก๊สออกให้ความดันลดลงก่อนสปีดเตอร์เคลือบบนวัสดุรองรับเป็นช่วงๆละ 5-15 นาที การที่จะต้องสปีดเตอร์เป็นช่วงๆเพราะกระบวนการสปีดเตอร์ การชนเป้าของไอออนบวกจะทำให้เกิดความร้อนสะสมบริเวณเป้า ความร้อนที่สะสมอาจทำให้แม่เหล็กมีการเสื่อมสภาพ

สำหรับฟิล์มที่เตรียมบนวัสดุรองรับขนาด 1.2×2.5 ตารางเซนติเมตร จะเตรียมจากเป้าชนิดอัตร้อนและเป้าชนิดอัดเปียกแล้วเผา ที่สภาวะการเตรียมต่างๆ ดังนี้

ความดันแก๊สอาร์กอน 4×10^{-3} , 6×10^{-3} , 8×10^{-3} , 1×10^{-2} , 1.4×10^{-2} และ 1.8×10^{-2} มิลลิบาร์

กำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการสปีดเตอร์ 50, 75, 100, ..., 200 วัตต์

ระยะห่างของเป้ากับแท่นวางวัสดุรองรับ 5.5, 6.5 และ 7.5 เซนติเมตร

สัดส่วนของแก๊สออกซิเจนที่ผสมกับแก๊สอาร์กอน 0, 1, 2, 3 และ 4 เปอร์เซ็นต์

สำหรับสัดส่วนโดยมวลของอลูมิเนียมออกไซด์ที่เจือลงในเป้า 1, 2, 3, 4 และ 5 เปอร์เซ็นต์ มีการศึกษาเฉพาะเป้าชนิดอัดเปียกแล้วเผาเท่านั้น

เป้าชนิดอัดเปียกแล้วเผามีการเจืออลูมิเนียมออกไซด์ 2 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ซึ่งจะเป็นตัวหลักในการเตรียม สำหรับการวัดสมบัติของฟิล์มประกอบด้วย อัตราการเคลือบ สภาพผิวหน้า องค์ประกอบของธาตุโครงสร้างผลึก สภาพต้านทานไฟฟ้า สภาพเคลื่อนที่ได้ของฮอลล์ ความหนาแน่นพาหะ และ

สัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสง แล้วจึงขยายผลสู่การเตรียมฟิล์มบนวัสดุรองรับพื้นที่ขนาด 4.85 x 5.85 ตารางเซนติเมตรต่อไป

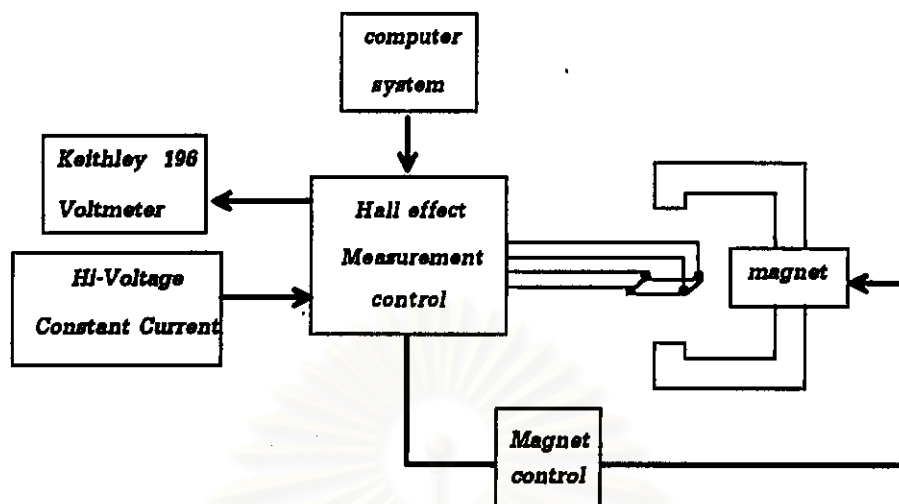
การวัดสมบัติของฟิล์มซิงค์ออกไซด์

1. ความหนาของฟิล์ม

ฟิล์มที่เตรียมได้จะใช้กราดไฮโดรคลอริก 50 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรกัดฟิล์มให้เป็นร่องจนถึงผิววัสดุรองรับ เพื่อนำมาใช้วัดความหนาของฟิล์มโดยเทคนิคโทลนสกีดังรายละเอียดที่ได้กล่าวไปแล้วในบทที่ 4 เรื่อง การวัดความหนาของฟิล์ม ซึ่งอาศัยการเลื่อมกันของรีวแทรกสอดดังรูปที่ 4.2 แล้วคำนวณความหนาของฟิล์มด้วยสมการที่ 4.1

2. สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์ม

ในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มได้แก่ สภาพต้านทานไฟฟ้า สภาพเคลื่อนที่ได้ของฮอลล์ และความหนาแน่นพาหะ ได้ทำการวัดด้วยระบบฮอลล์ของสมฤทธิ์[38] ซึ่งเป็นระบบวัดและเก็บข้อมูลที่ควบคุมโดยคอมพิวเตอร์ แสดงผังการทำงานได้ดังรูป 6.8 คอมพิวเตอร์จะควบคุมการทำงานของแหล่งจ่ายกระแสที่ความต่างศักย์สูง(Hi-Voltage Constant Current) ระบบควบคุมการวัดฮอลล์(Hall effect Measurement control) ระบบควบคุมการวัดฮอลล์จะทำหน้าที่ควบคุมการจ่ายกระแสเข้าที่ขั้วสัมผัสต่างๆ ของฟิล์มที่วัดและควบคุมการเปิดปิดแม่เหล็ก ระบบที่ใช้วัดเป็นแบบแวนเดอร์พาว สภาพต้านทานไฟฟ้าสามารถหาได้จากสมการ 4.5 สภาพเคลื่อนที่ได้ของฮอลล์และความหนาแน่นพาหะ สามารถหาได้จากสมการ 4.14 และ 4.18



รูปที่ 6.8 ระบบการวัดสภาพเคลื่อนที่ได้ของฮอลล์

3. การตรวจสอบสภาพพื้นผิวและองค์ประกอบของฟิล์ม

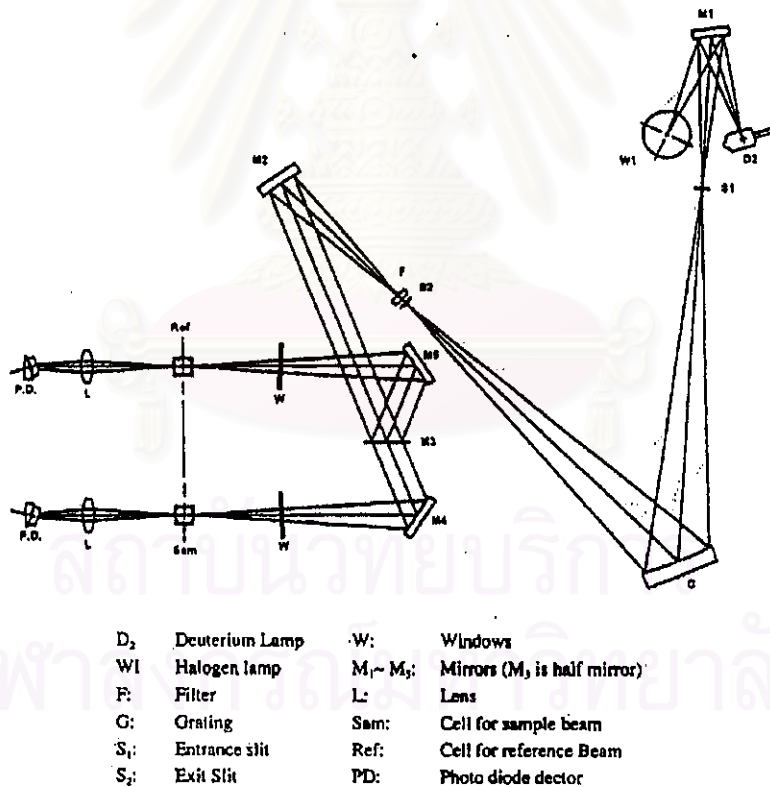
ฟิล์มซิงค์ออกไซด์ขนาด 1.2x2.5 ตารางเซนติเมตรจะถูกส่งไปตรวจสอบสภาพพื้นผิวของฟิล์ม โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน และวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มโดยการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์

4. การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของฟิล์ม

ฟิล์มซิงค์ออกไซด์ขนาด 1.2x2.5 ตารางเซนติเมตรจะถูกส่งไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5. สัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงของฟิล์ม

การวัดสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงสามารถวัดได้ด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer) UV-1601PC แบบลำแสงคู่ ซึ่งเป็นระบบวัดและเก็บข้อมูลโดยคอมพิวเตอร์ มีโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 6.9 แสงจากแหล่งกำเนิดจะถูกแยกเป็นแสงเอกรงค์โดยเกรตติงแล้วจะถูกแยกเป็นสองลำโดยกระจกสะท้อนแสง 50 เปอร์เซ็นต์ แสงจะตกกระทบลงบนวัสดุรองรับที่มีฟิล์มและวัสดุรองรับอ้างอิง(ไม่มีฟิล์ม) ผ่านไปยังหัววัด ซึ่งจะทำการวัดสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงที่ความยาวคลื่นแสงต่างๆ สัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงที่วัดได้จะนำไปคำนวณสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงและช่องว่างแถบพลังงานดังที่กล่าวไปแล้วในบทที่ 4 ซึ่งจะแสดงผลในบทที่ 7



รูปที่ 6.9 โครงสร้างสเปกโทรโฟโตมิเตอร์แบบลำแสงคู่