บทที่ 6

การสร้างระบบเตรียมฟิล์มบาง

ในงานวิจัยนี้ได้นำระบบสุญญากาศที่มีอยู่เดิมซึ่งเป็นของระบบระเหยสารแบบอิเล็กตรอนกัน (electron gun) มาปรับเปลี่ยนให้เป็นระบบระเหยสารแบบเบ้าโมลิบดินัมแล้วทำการทดลองระเหยด้วยระบบดังกล่าวจนกระทั่งได้ฟิล์มบางคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์ จากนั้นได้นำฟิล์มบางที่เตรียมได้ไปผ่านกระบวนการซีลีไนด์เซชัน ในระบบแอนนีลที่อุณหภูมิไม่เกิน 400 องศาเซลเซียส ซึ่งในกระบวนการนี้เป็นการเติมธาตุซีลีเนียมที่ขาดหายไปในขั้นตอนการระเหยและปรับปรุงโครงสร้างของฟิล์มบาง จากปริมาณของธาตุซีลีเนียมที่มากเกินพอในการซีลีไนด์เซชันนั้นยังเป็นการโด๊ปให้ฟิล์มบางมีชนิดการนำไฟฟ้าเป็นชนิดพี (p-type) อีกด้วย

แต่ยังพบว่าค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มบางยังสูงอยู่มาก และฟิล์มบางยังมีชนิดการนำไฟฟ้าเป็นชนิดเอ็น (n-type) อยู่ ซึ่งแสดงว่าปริมาณของธาตุซีลีเนียมในเนื้อฟิล์มที่เติมด้วยกระบวนการซีลีไนด์เซชันยังไม่เพียงพอ จึงได้เพิ่มส่วนระเหยธาตุซีลีเนียมขึ้นอีกในระบบระเหยสาร และเมื่อเตรียมฟิล์มบางคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์ขึ้นภายใต้บรรยากาศของซีลีเนียม พบว่าฟิล์มบางที่เตรียมได้นั้น มีโครงสร้างทางผลึกสมบูรณ์มากขึ้น ในขณะเดียวกันก็มีปัญหาที่เกิดขึ้นจากกระบวนการซีลีไนด์เซชันคือการลอกของฟิล์มบาง เนื่องจากธาตุซีลีเนียมที่อยู่ในเนื้อฟิล์มเป็นจำนวนมากสามารถกลายเป็นไอได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 400 องศาเซลเซียส แม้ว่าอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิจะช้าเพียงใดก็ตาม

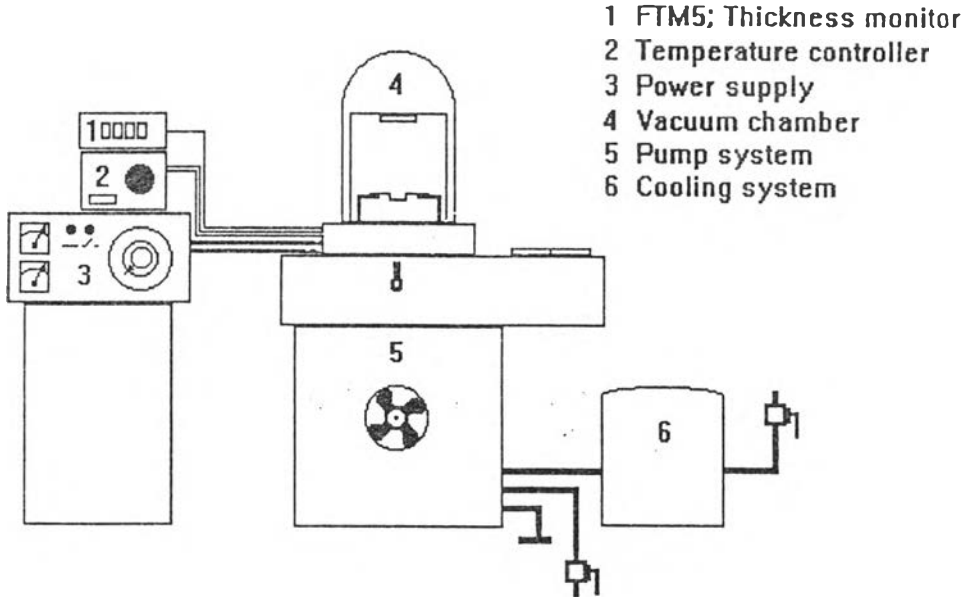
เพื่อแก้ปัญหาของฟิล์มบางที่ลอกออกมาเนื่องจากธาตุซีลีเนียมที่สามารถกลายเป็นไอได้ง่าย จึงได้เปลี่ยนวิธีการปรับโครงสร้างของฟิล์มบาง จากกระบวนการซีลีไนด์เซชันไปเป็นการให้ความร้อนกับแผ่นรองรับโดยตรงในขณะระเหย โดยมีส่วนปรับอุณหภูมิเป็นชุดให้ความร้อนกับแผ่นรองรับ วิธีนี้จะให้ฟิล์มบางที่มีผิวเรียบและมีโครงสร้างทางผลึกที่สมบูรณ์อีกวิธีหนึ่ง ส่วนขั้นตอนการทำงานของระบบเตรียมฟิล์มบางจะกล่าวโดยละเอียดในบทที่ 7

จากขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์ที่ได้กล่าวมาในข้างต้น จะสามารถจำแนกได้เป็นระบบหลักๆ สองระบบดังนี้ คือ

1) ระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหย
2) ระบบแอนนีลในกระบวนการซีลีไนด์เซชัน

ระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหย

ระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยนี้มีลักษณะของระบบ ดังแสดงในรูปที่ 6.1



รูปที่ 6.1 ระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหย

ซึ่งในระบบนี้จะมีส่วนประกอบที่สำคัญดังนี้

1) เครื่องวัดความหนาของฟิล์มบาง
2) เครื่องควบคุมอุณหภูมิของแผ่นรองรับ
3) แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสสูงโวลต์ต่ำ
4) ห้องสุญญากาศ
5) ระบบปั๊มสุญญากาศ
6) ระบบหล่อเย็น

1. เครื่องวัดความหนาของฟิล์มบาง

การวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยเครื่องวัดความหนารุ่น FTM5 นี้ได้ทำการติดตั้งแผ่นผลึก (quartz crystal) ให้อยู่แนวรัศมีเดียวกันกับตำแหน่งของแผ่นรองรับฟิล์มบางจนสามารถอ่านค่าความหนาของฟิล์มได้ใกล้เคียงกับความหนาที่แท้จริงซึ่งวัดจากวิธีโทลานสกี (Tolansky method) โดยวิธีการวัดความหนาแบบโทลานสกีและการสอบเทียบความหนาของฟิล์มบางจากเครื่อง FTM5 นี้ จะแสดงอยู่ในหัวข้อวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบาง

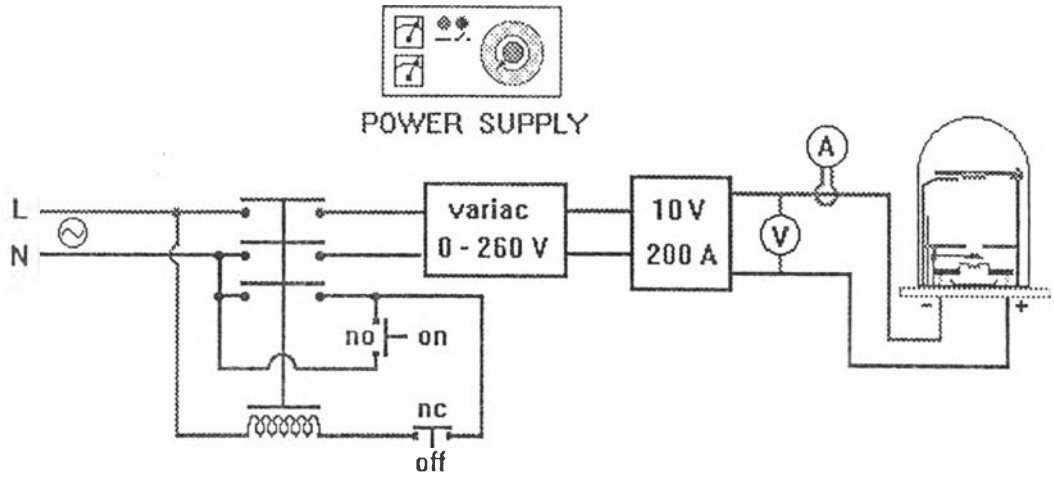
การทำงานของเครื่องวัดความหนานี้จะทำหน้าที่รับความถี่จากแผ่นผลึก โดยความถี่ตามธรรมชาติของแผ่นผลึกจะลดลงเมื่อมีการเคลือบของฟิล์มบางบนแผ่นผลึก จากความถี่ที่ลดลงนี้เครื่องวัดความหนาสามารถคำนวณและแสดงกลับเป็นความหนาของฟิล์มบางที่เคลือบได้ โดยช่วงความถี่ของแผ่นผลึกที่เครื่องวัดความหนาสามารถทำงานได้อยู่ในช่วง 5.5 - 6 MHz

2. เครื่องควบคุมอุณหภูมิของแผ่นรองรับ

การควบคุมอุณหภูมิของแผ่นรองรับโดยใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิเป็นตัวจ่ายไฟฟ้าให้กับหลอดฮาโลเจนซึ่งทำหน้าที่แผ่รังสีความร้อนให้กับแผ่นรองรับฟิล์มบาง ในขณะเดียวกันก็ตรวจวัดอุณหภูมิของแผ่นรองรับ โดยอ่านค่าอุณหภูมิจากเทอร์โมคับเปิลชนิด นิกเกิล-โครเมียม นิกเกิล-อลูมิเนียม ชนิดเค (Nickel-Chromium Vs. Nickel-Aluminium Type K) ที่ติดไว้แนบกับแผ่นรองรับ ซึ่งระบบสามารถควบคุมอุณหภูมิของแผ่นรองรับให้มีอุณหภูมิคงที่ตั้งแต่ 250°C - 400°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ใช้ทำการทดลองโดยอุณหภูมิบนแผ่นรองรับจะคลาดเคลื่อนไม่เกิน 5°C

3. แหล่งกำเนิดไฟฟ้าโวลต์ต่ำกระแสสูง

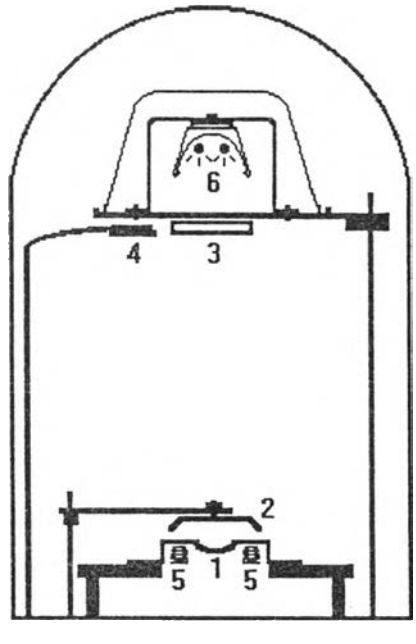
เนื่องจากในระบบเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีระเหยนี้ ใช้เบ้าโมลิบดินัมบริสุทธิ์เป็นเบ้าหลอมระเหยสาร ซึ่งสารกึ่งตัวนำคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์นี้มีจุดหลอมเหลวสูงถึง 986°C จึงต้องใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้าโวลต์ต่ำกระแสสูงขนาด 10 V 200 A เป็นตัวจ่ายไฟฟ้าให้แก่เบ้าโมลิบดินัมจนมีความร้อนมากพอสำหรับหลอมระเหยสารกึ่งตัวนำคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์ ซึ่งแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสต่ำโวลต์สูงนี้มีวงจร ดังแสดงในรูปที่ 6.2



รูปที่ 6.2 วงจรของแหล่งกำเนิดกระแสไฟฟ้าโวลต์ต่ำกระแสสูง

4. ห้องสุญญากาศ (Vacuum chamber)

ภาชนะสุญญากาศของระบบเคลือบฟิล์มบางเป็นครอบแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง12 นิ้ว สูง 20 นิ้ว ดังแสดงในรูปที่ 6.3



1 molybdenum boat
2 shutter
3 substrate holder
4 quartz crystal
5 selenium source
6 halogen lamp

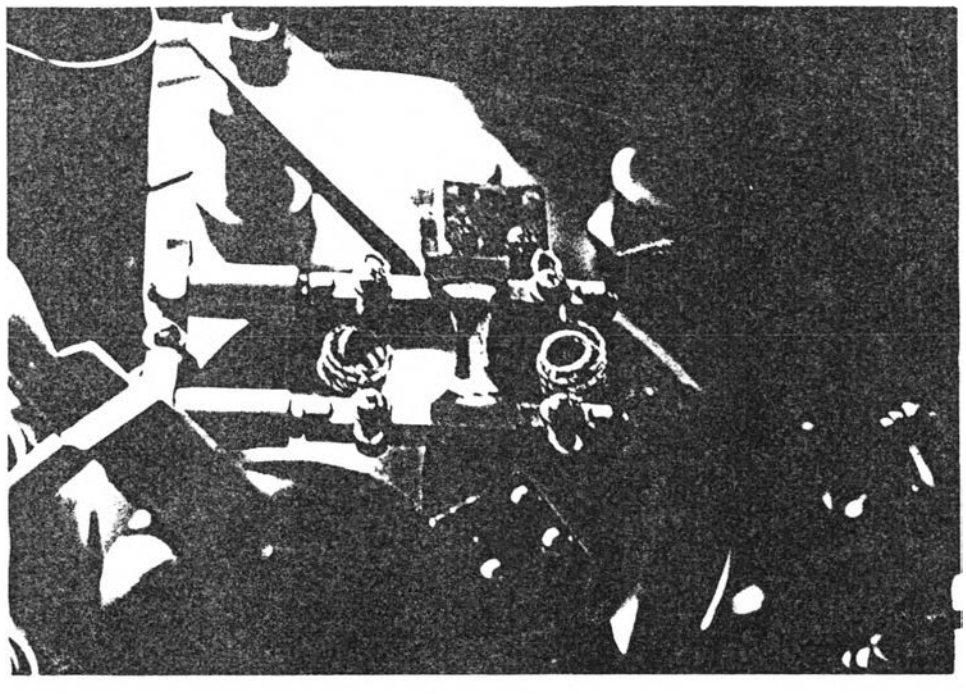
VACUUM CHAMBER

รูปที่ 6.3 ห้องสุญญากาศ

ซึ่งภายในห้องสุญญากาศมีส่วนประกอบที่สำคัญดังนี้

1) **เบ้าโมลิบดินัม** (Molybdenum boat)

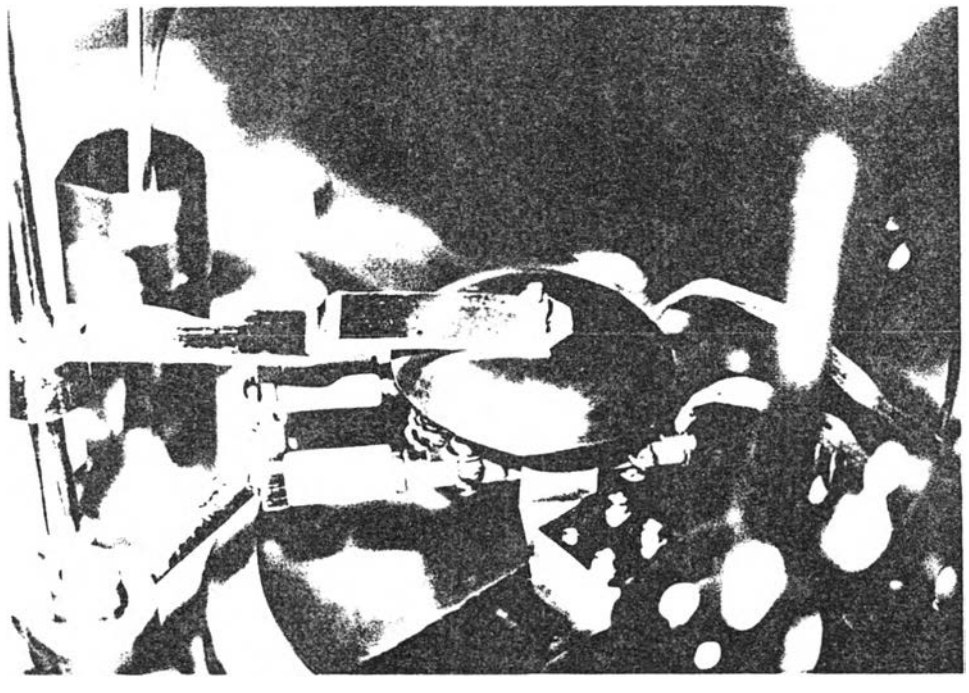
เนื่องจากเบ้าโมลิบดินัมเป็นโลหะทนไฟ มีจุดหลอมเหลวสูงประมาณ 2620^{0}C และความดันไอต่ำ เหมาะสมสำหรับใช้เป็นเบ้าหลอมระเหยสารกึ่งตัวนำคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์ ที่มีจุดหลอมเหลว 986^{0}C จึงได้ติดตั้งให้มีตำแหน่งอยู่ตรงกลางภาชนะสุญญากาศและได้เชื่อมต่อขั้วไฟฟ้าทั้งสองเข้ากับแหล่งกำเนิดไฟฟ้า 10 V 200 A ผ่านทางท่อนำไฟฟ้ากระแสสูงออกภายนอกภาชนะสุญญากาศดังแสดงในรูปที่ 6.4



รูปที่ 6.4 เบ้าโมลิบดินัม

2) **แผ่นปิดกั้นการระเหย** (Shutter)

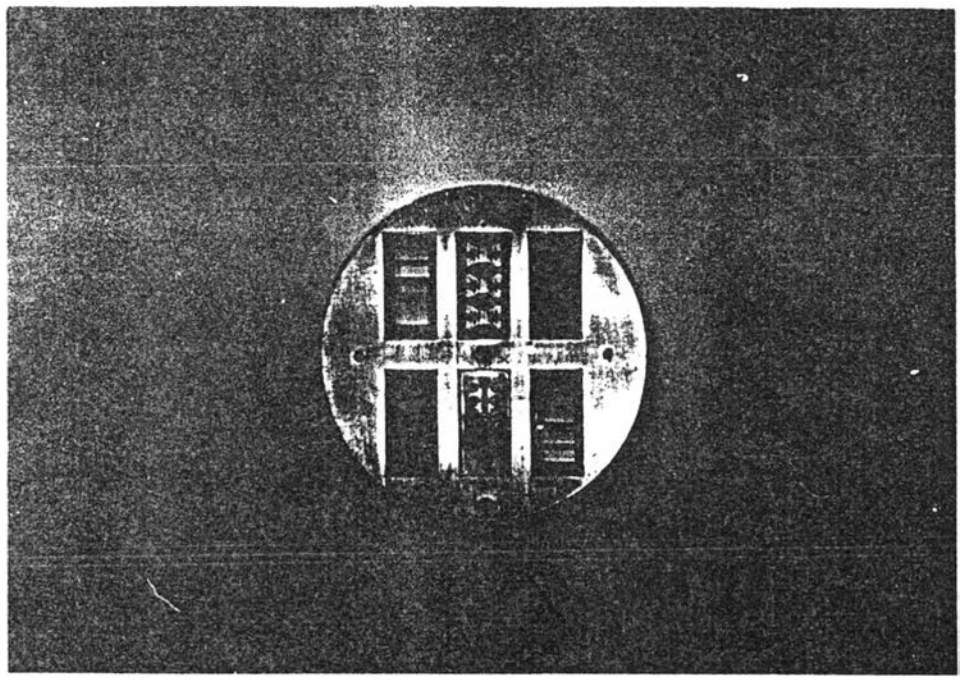
แผ่นปิดกั้นการระเหยนี้ทำจากแผ่นสแตนเลสโค้ง มีผิวเรียบ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 นิ้ว โดยแผ่นกั้นนี้ติดอยู่กับแกนหมุน ซึ่งแกนหมุนสามารถหมุนแผ่นกั้นนี้ให้เปิดปิดได้ด้วยมุมกว้าง 30 องศา ส่วนของแกนหมุนถูกควบคุมโดยสวิทช์แม่เหล็ก ดังแสดงในรูปที่ 6.5



รูปที่ 6.5 แผ่นปิดกั้นการระเหย

3) **ภาชนะบรรจุแผ่นรองรับ** (Substrate holder)

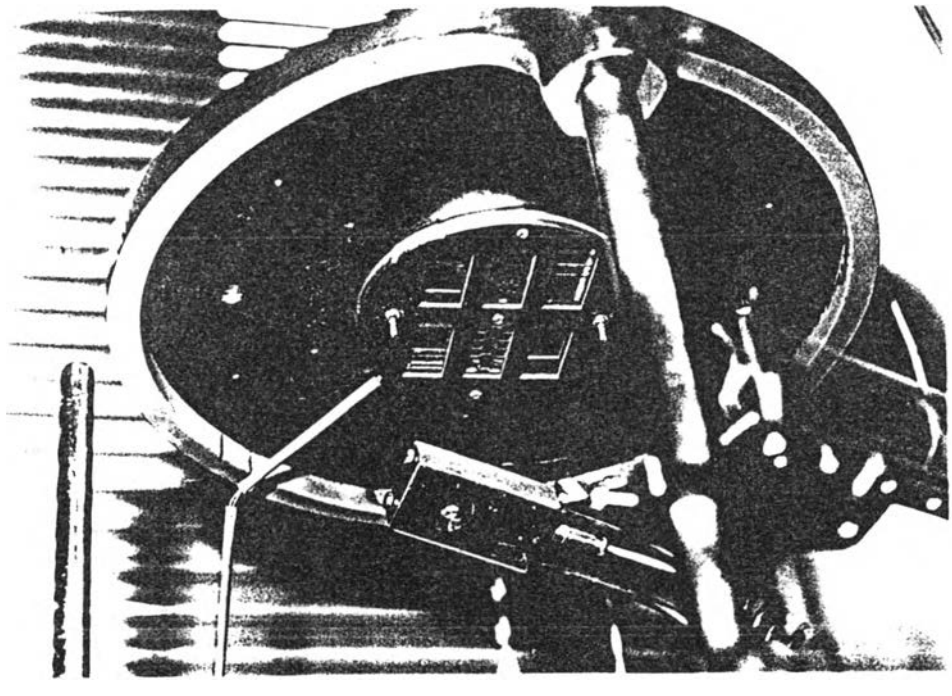
ภาชนะบรรจุแผ่นรองรับที่ใช้ในการทดลองทำจากแผ่นอลูมิเนียมหนา 1 มม. มาตัดเป็นวงกลมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 ซม. จำนวน 2 แผ่น และเจาะเป็นช่องสี่เหลี่ยมสำหรับบรรจุแผ่นรองรับซึ่งเป็นแผ่นกระจกสไลด์จำนวน 6 ช่อง โดยแผ่นล่างมีขนาดของช่องสี่เหลี่ยมกว้าง 12.0 มม. ยาว 23.5 มม. ส่วนแผ่นบนมีขนาดของช่องกว้าง 13.5 มม. ยาว 26.0 มม. สำหรับแผ่นกระจกสไลด์ที่ใช้มีขนาดกว้าง 13.0 มม. ยาว 25.0 มม. และหน้ากาก (Mask) ทำด้วยแผ่นทองแดงมีขนาดกว้าง 13.0 มม. ยาว 25.0 มม. หนาประมาณ 0.35 มม. มีหลายแบบด้วยกัน ดังแสดงในรูปที่ 6.6



รูปที่ 6.6 ภาชนะบรรจุแผ่นรองรับ

4) **ผลึกวัดความหนา** (Quartz crystal)

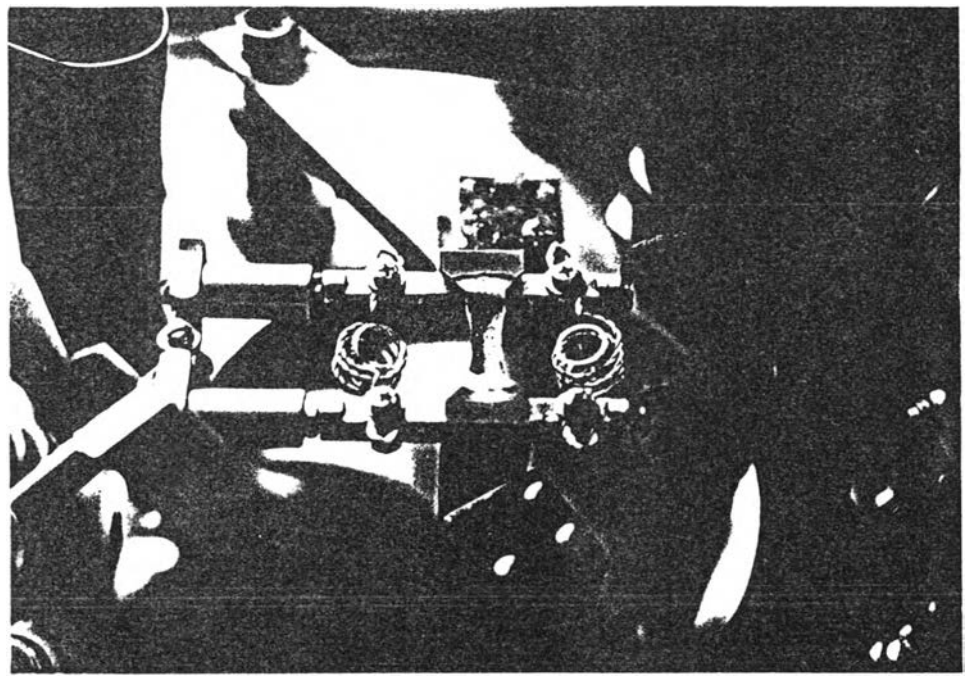
แผ่นผลึกที่ใช้ในกับระบบวัดความหนานี้มีความถี่ตามธรรมชาติ 6 MHz ติดตั้งอยู่ในแนวรัศมีเดียวกันกับแผ่นรองรับ และมีท่อน้ำช่วยระบายความร้อนให้กับแผ่นผลึก ดังแสดงในรูปที่ 6.7 เมื่อมีฟิล์มบางมาเคลือบบนแผ่นผลึกจะทำให้แผ่นผลึกมีน้ำหนักเพิ่มขึ้นและความถี่ลดลง จากความถี่ที่เปลี่ยนไปนี้ เครื่องวัดความหนาสามารถคำนวณกลับเป็นความหนาของฟิล์มบางได้



รูปที่ 6.7 ผลึกวัดความหนา

5) **เบ้าควอทซ์** (Quartz crucible) **และลวดทังสเตน** (Tungsten wire)

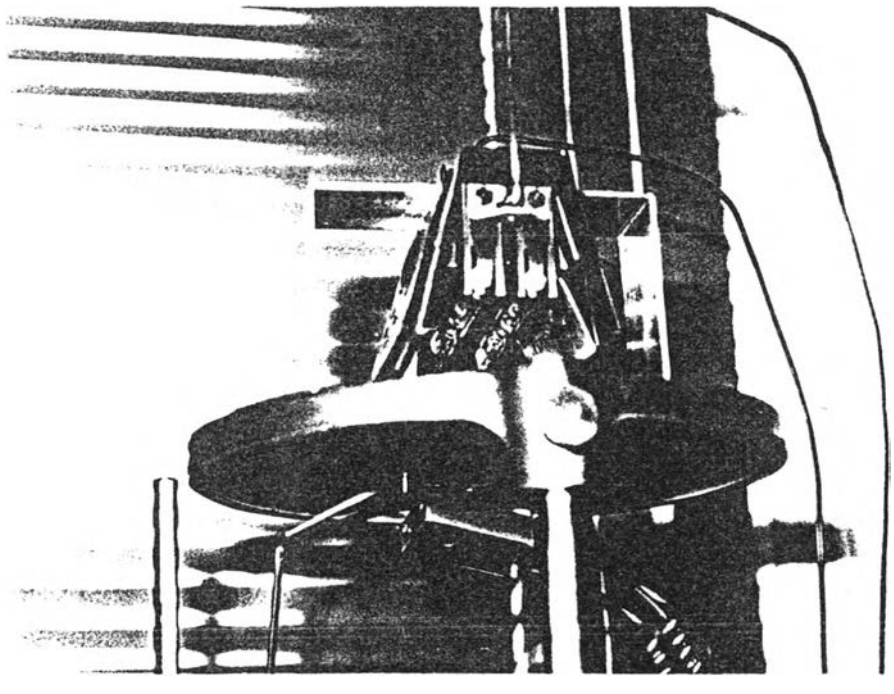
ส่วนระเหยธาตุซีลีเนียมประกอบด้วยเบ้าควอทซ์สำหรับหลอมระเหยธาตุซีลีเนียม รูปร่างทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มม. ลึก 10 มม. หนา 1 มม. และมีลวดทังสเตนขดอยู่รอบเบ้าควอทซ์เป็นส่วนให้ความร้อนสำหรับระเหยธาตุซีลีเนียม ซึ่งมีสองชุดด้วยกันติดตั้งอยู่ในระดับเดียวกับเบ้าโมลิบดินัม โดยจัดตำแหน่งให้เบ้าโมลิบดินัมอยู่กึ่งกลางระหว่างเบ้าควอทซ์ทั้งสอง ดังแสดงในรูปที่ 6.8 ส่วนความร้อนของลวดทังสเตนมาจากแหล่งกำเนิดไฟฟ้าขนาด 10 V 90 A ที่ควบคุมด้วยการปรับหม้อแปลงไฟฟ้า (Variable transformer)



รูปที่ 6.8 เบ้าควอทซ์และลวดทังสเตน

6) หลอดฮาโลเจนแผ่รังสีความร้อน (Radiator halogen lamp)

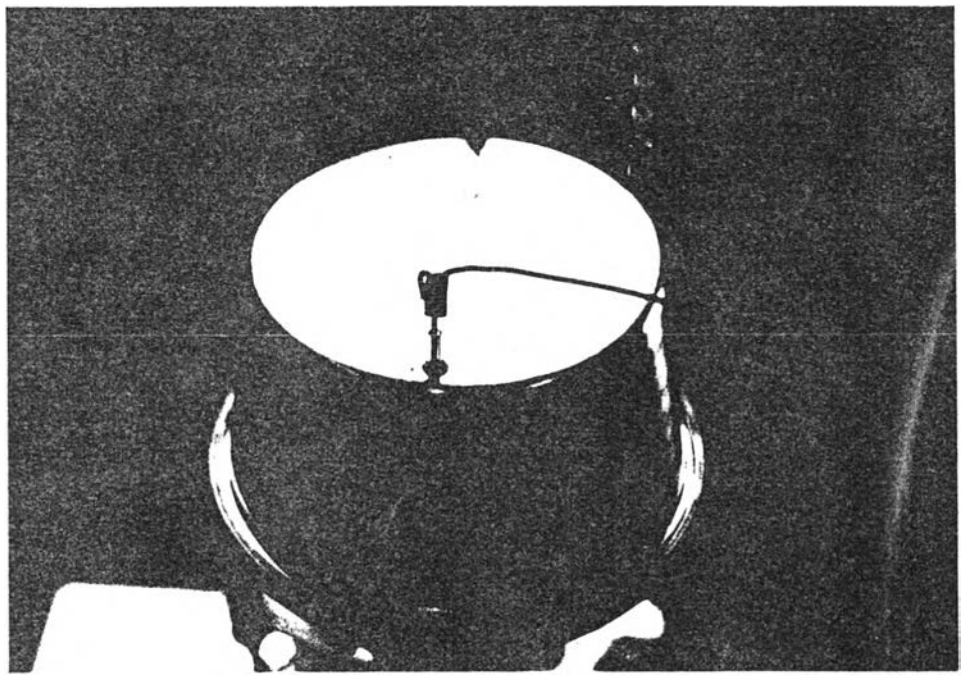
เนื่องจากในการควบคุมอุณหภูมิของแผ่นรองรับภายในระบบสุญญากาศให้มีอุณหภูมิคงที่ตั้งแต่ 250°C - 400°C ที่สามารถทำได้สะดวกคือการติดตั้งหลอดฮาโลเจน ใช้เป็นตัวแผ่รังสีความร้อนไปตกกระทบบนแผ่นรองรับโดยตรง ซึ่งในระบบนี้ประกอบหลอดฮาโลเจนขนาด 500 W 220 V จำนวน 2 หลอด ติดตั้งแบบขนานกันแล้วจึงไปต่อเข้ากับเครื่องควบคุมอุณหภูมิโดยมีเทอร์โมคับเปิลตรวจวัดอุณหภูมิของแผ่นรองรับต่อเข้ารวมเป็นระบบเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 6.9



รูปที่ 6.9 หลอดฮาโลเจนแผ่รังสีความร้อน

7) **ภาชนะกั้นรังสีความร้อน**

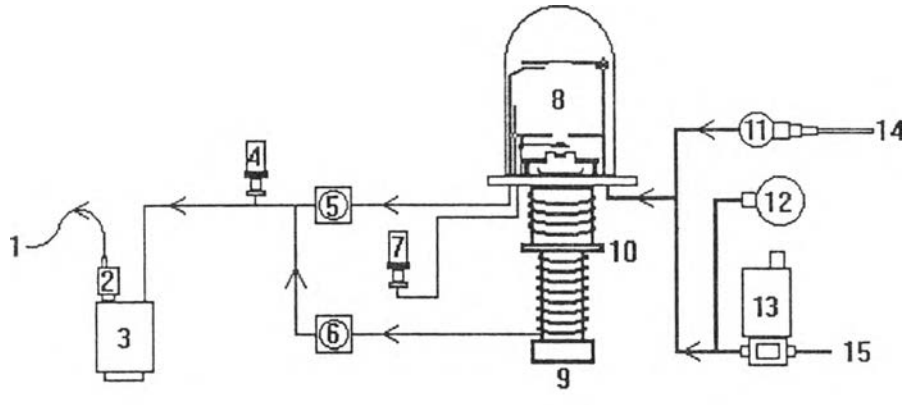
ภายในระบบสุญญากาศหลอดฮาโลเจนสามารถให้ความร้อนได้ด้วยการแผ่รังสีเพียงอย่างเดียว เพื่อเป็นการป้องกันไม่ให้การแผ่รังสีไปถึงครอบแก้ว ซึ่งจะทำให้ครอบแก้วร้อนมากและแตกได้ จึงจำเป็นต้องมีภาชนะสำหรับปิดกั้นรังสีความร้อน โดยใช้เป็นภาชนะอลูมิเนียมครอบปิด ดังแสดงในรูปที่ 6.10



รูปที่ 6.10 ภาชนะกั้นรังสีความร้อน

5. **ระบบปั๊มสุญญากาศ** (Vacuum pump system)

ระบบปั๊มสุญญากาศประกอบด้วยปั๊มโรตารี่กับปั๊มแพร่ไอน้ำมันที่มีส่วนเก็บไนโตรเจนเหลวสำหรับกักไอน้ำมันที่จะแพร่เขาไปในห้องสุญญากาศและความดันที่ระบบปั๊มสุญญากาศสามารถปั๊มได้คือ ที่ภายในห้องสุญญากาศความดันเป็น $8x10^{-7}$ mbar ด้วยเวลาประมาณ 3 ชม. และที่ก่อนเข้าปั๊มโรตารี่ความดันเป็น $8x10^{-2}$ mbar การทำงานของระบบปั๊มสุญญากาศดังแสดงในรูปที่ 6.11



Schematic pumping diagram

1 Exhaust	6 Backing valve	11 Needle valve
2 Oil mist filter	7 Penning gauge head	12 Vacuum switch
3 Rotary pump	8 Chamber	13 Solenoid valve
4 Pirani gauge head	9 Diffusion pump	14 Argon bleed nozzle
5 Roughing valve	10 High vacuum valve	15 Air bleed nozzle

รูปที่ 6.11 ระบบปั๊มสุญญากาศ

6. **ระบบหล่อเย็น** (Cooling system)

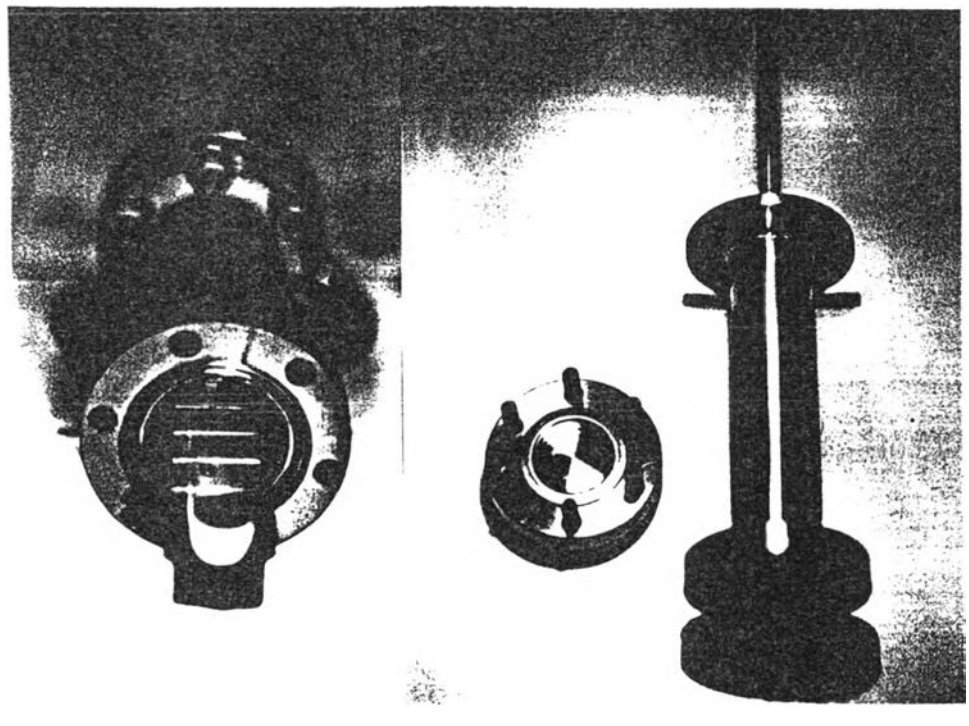
ระบบน้ำที่ใช้นี้เป็นน้ำที่อุณหภูมิห้องทำหน้าที่หล่อเย็นให้กับส่วนของปั๊มแพร่ไอน้ำมันตลอดจนส่วนเก็บไนโตรเจนเหลวและแผ่นผลึกวัดความหนา ซึ่งเป็นระบบน้ำแรงดันสูงแบบเปิด

ระบบแอนนีลในกระบวนการซีลีไนด์เซชัน

จากการเตรียมฟิล์มบางด้วยการระเหยในระบบสุญญากาศทั้งแบบที่ไม่มีการเติมธาตุซีลีเนียมและแบบมีการเติมธาตุซีลีเนียม จะให้ฟิล์มบางที่ไม่มีโครงสร้างซึ่งได้ทำการตรวจสอบจากวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จึงต้องมีการปรับโครงสร้างทางผลึกของฟิล์มบางให้มีความสมบูรณ์ขึ้น โดยระบบแอนนีลในกระบวนการซีลีไนด์เซชัน ซึ่งระบบแอนนีลที่ใช้สามารถแยกได้เป็น 2 ส่วนคือ แคปซูลและเตาแอนนีล

1. แคปซูล (Capsule)

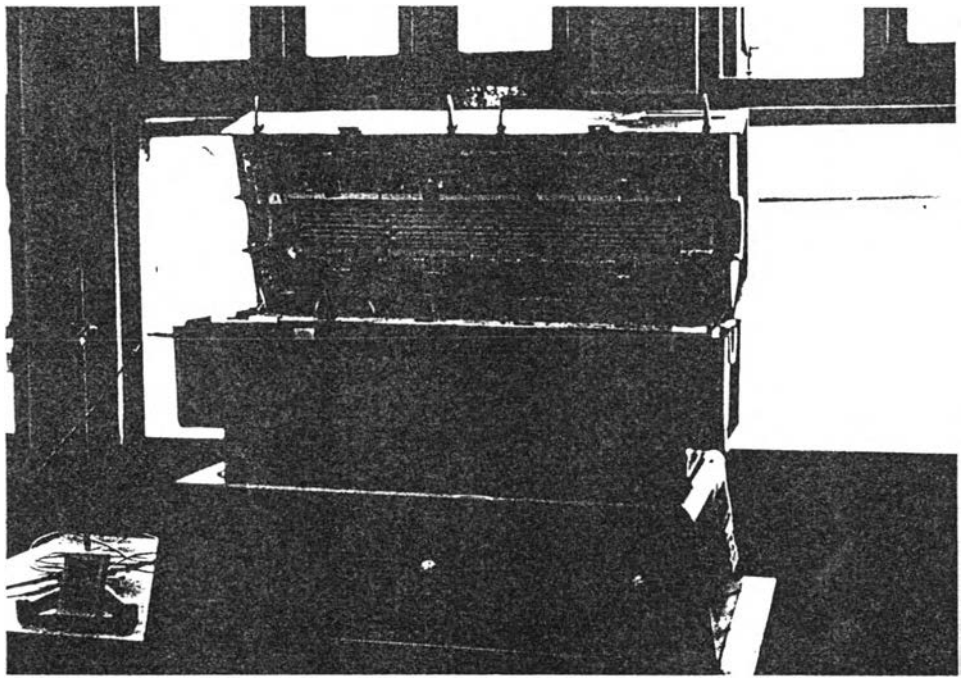
แคปซูลที่ใช้ในระบบแอนนีลนี้เป็นท่อสแตนเลสมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 35 มม. หนา 1.5 มม. ท่อยาว 164 มม. โดยปลายท่อด้านหนึ่งเชื่อมต่อกับท่อเล็กสำหรับต่อกับระบบปั๊มสุญญากาศ ส่วนปลายท่ออีกข้างหนึ่งเป็นด้านที่บรรจุชิ้นสารตัวอย่างและปิดปลายท่อนี้ด้วยการขันอัดฝาปิดลงบนแหวนทองแดง ส่วนภายในแคปซูลจะมีรางสแตนเลสสำหรับบรรจุชิ้นกระจกและเบ้าควอทซ์สำหรับใส่สารซีลีเนียม ดังแสดงในรูปที่ 6.12



รูปที่ 6.12 แคปซูล

2. เตาแอนนีล

เตาแอนนีลที่ใช้ให้ความร้อนกับแคปซูลนี้ เป็นเตาควบคุมอุณหภูมิแบบโซนเดี่ยวในแนวนอนของ LINDBERG ดังแสดงในรูปที่ 6.13 สามารถให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 200°C ถึง 1200°C และอุณหภูมิที่กลางเตาจะคลาดเคลื่อนไม่เกิน 1°C ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลแคปซูลจะอยู่ที่ 400°C เป็นเวลาไม่เกิน 4 ชั่วโมง



รูปที่ 6.13 เตาแอนนีล