บทที่ 3

การออกแบบและกระบวนการสร้างฟิล์มบาง

การระเหยนั้นเกี่ยวข้องกับกระบวนการสองขั้นพื้นฐานอันได้แก่ แหล่งวัสดุร้อนที่มีการระเหยและการควบแน่นที่บริเวณพื้นผิวของวัสดุซึ่งเป็นกระบวนการที่คล้ายกับกระบวนการของของเหลวที่เป็นน้ำที่ได้ระเหยปรากฏอยู่บนฝาหม้อต้มโดยที่การระเหยจะเกิดขึ้นที่สภาวะสุญญากาศในสภาพประกอบแวดล้อมที่เป็นก๊าซที่มีความร้อนแตกต่างกันซึ่งในส่วนของการระเหยที่กำเนิดจากวัสดุที่ต้องการให้ถูกระเหยออกไปนั้นจะถูกควบคุมด้วยกระบวนภายใต้ระบบสุญญากาศสูง (ที่ปราศจากการปนเปื้อนของวัสดุอื่น) โดยการระเหยของอนุภาคสามารถเดินทางได้โดยตรงไปยังเป้าหมายที่จะกำหนดเพื่อให้เกิดการสะสมของสารระเหย โดยไม่เกิดการแทรกสอดกับก๊าซชนิดอื่น (ตัวอย่างเช่น ภายในหม้อต้มความดันไอน้ำจะดันอากาศออกจากหม้อก่อนที่จะสามารถเข้าถึงฝา) ที่ความดันปกติของ 10^{-4} *Pa* อนุภาคที่มีการระเหยนี้จะมีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 0.4 นาโนเมตรด้วยการใช้วัตถุที่เป็นแหล่งความร้อนในห้องระเหยเช่นความร้อนจากไส้ความร้อน (Filaments) พบว่าอะตอมที่ระเหยจะที่เกิดการชนกับอนุภาคต่างๆ ซึ่งอาจทำปฏิกิริยากับ สสารของอนุภาคธาตุชนิดอื่นได้ เช่นถ้าอลูมิเนียมจะเกิดปฏิกิริยากับก๊าซออกซิเจนก็จะกลายเป็นสารประกอบของสารอลูมิเนียมออกไซด์ซึ่งเป็นส่วนผสมที่เกิดจากการระเหยที่ไม่พึงประสงค์จากก๊าซของสารเจือปนที่เป็นการจำกัดคุณภาพประกอบของการระเหยที่ในสภาพประกอบของสุญญากาศนอกจากนี้ยังเป็นการลดปริมาณของไอระเหยที่จะไปสะสมยังส่วนของพื้นผิวที่ต้องการ ซึ่งจะทำให้ยากต่อการการควบคุมความหนาดังนั้นการระเหยของวัสดุจะเกิดการไม่สม่ำเสมอ (No Uniformly) หรือทำให้พื้นผิวนั้นมีพื้นผิวที่ขรุขระ เนื่องจากวัสดุที่ได้รับความร้อน พบว่าที่การระเหยนั้นอนุภาคของธาตุโดยส่วนใหญ่จะมีพุ่งไปตกกระทบยังส่วนของพื้นผิวเป้าหมายที่ต้องการจากทิศทางเดียว แต่กระนั้นยังมีลักษณะบางอย่างที่มีการปิดกั้นทิศทางการเคลื่อนที่ของการพุ่งเข้าสู่เป้าหมายจากสารระเหยในบางพื้นที่ปรากฏการณ์นี้เรียกว่าขั้นตอนการปกคลุม เมื่อการระเหยที่ดำเนินการภายใต้สภาวะในสุญญากาศที่ไม่ดีหรือใกล้เคียงกับความดันบรรยากาศ จะก่อให้เกิดการสะสมจากการปกคลุมของธาตุชนิดอื่นไปทั่วก่อให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของสารที่ระเหยตลอดทั่วทั้งพื้นผิว และมีแนวโน้มที่จะไม่เป็นฟิล์มอย่างต่อเนื่องหรือไม่ราบเรียบตลอดทั่วพื้นผิวที่ต้องการ ดังนั้นการสะสมของสารที่ต้องการเคลือบแต่การสะสมจะปรากฏเป็นฝอยในงานวิจัยนี้เป็นการสร้างวัสดุอัจฉริยะอิเล็กโทรโครมิค ด้วยการสร้างฟิล์มระเหยของสารประกอบทังสเตนออกไซด์ลงบนกระจกที่มีขั้วโลหะโปร่งแสงอินเดียมทินออกไซด์ ที่สภาพสุญญากาศ

จากงานวิจัยเดิมนั้นมีการสร้างเครื่องเคลือบฟิล์มสุญญากาศที่ประกอบด้วย แหล่งจ่ายไฟฟ้าและแหล่งจ่ายกระแส และการออกแบบส่วนประกอบของส่วนต่อเชื่อม และอุปกรณ์วัดความดันแต่เกิดข้อผิดพลาดบางประการ ได้แก่เกิดการรั่วซึมในส่วนของส่วนต่อเชื่อมและอุปกรณ์วัดความดัน ทำให้เกิดการรั่วไหลของอากาศภายนอก เข้าสู่เครื่องเคลือบฟิล์มสุญญากาศ จึงต้องทำการออกแบบปรับเปลี่ยน และซ่อมแซมอุปกรณ์ที่คาดว่าเกิดการรั่วไหล หรือชำรุดต่างๆ รวมทั้งทำการออกแบบการทำให้สารระเหยใหม่ด้วยการใช้แผ่นปิดกัน Shutter เปลี่ยนอุปกรณ์วัดความดันใหม่ ดังนี้

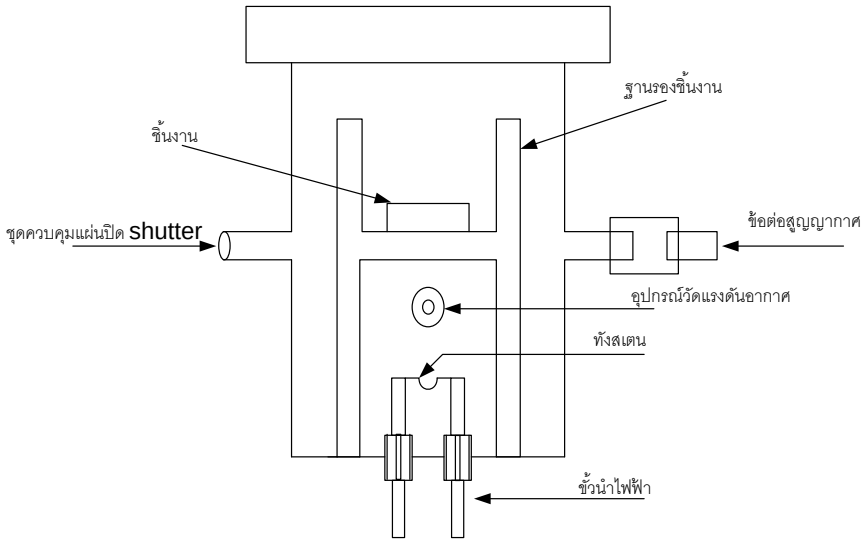
3.1 ส่วนประกอบของถังสุญญากาศ

ตัวถังเป็นส่วนประกอบหลักโดยการนำท่ออลูมิเนียมทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางรอบนอก 10 นิ้ว ด้านใน 9 นิ้ว สูง13 นิ้ว ทำเป็นผนังด้านข้าง และนำแผ่นอลูมิเนียมมากลึงเป็นทรงกลมนำมาเชื่อมเพื่อทำแป้นยึดน็อตด้านบนขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง13 นิ้ว เชื่อมปิดท้ายและได้เจาะตัวถังเพื่อติดตั้งอุปกรณ์ดังภาพที่ 3.1 ส่วนของฝาปิดเป็นการนำแผ่นกระจกทรงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 13 นิ้ว หนา 0.5 นิ้ว ซึ่งเป็นกระจกทนความร้อนสูงดังภาพที่ 3.2 และส่วนภายในตัวถังเป็นการแสดงโครงสร้างภายในของตัวถังโดยมีเสาและมีถาดรองเพื่อวางชิ้นงานไว้ ด้านบนเมื่อสารแตกตัวเข้ามาเกาะบนชิ้นงานดังภาพที่ 3.3 และ 3.4

ภาพที่ 3.1 แสดงด้านหน้าของชิ้นงาน

ภาพที่ 3.2 แสดงฝาปิดด้านบน

ภาพที่ 3.3 แสดงโครงสร้างภายในของตัวถัง



ภาพที่ 3.4 แสดงการวางชิ้นงานภายในถัง

จุดต่อเครื่องวัดความดัน เพื่อใช้ในการประกอบต่อเชื่อมอุปกรณ์เครื่องวัดความดับแบบ Rinary Gauge เมื่อปั๊มสุญญากาศได้ดูดอากาศออกจากภายในถังจะทำให้ภายในถังสุญญากาศ มีความดันที่ลดต่ำลงซึ่งจะแสดงค่าความดันด้วยเกจวัดความดัน เมื่อทำการดูดอากาศออกในขณะกำลังปฏิบัติการทดสอบ รวมทั้งอุปกรณ์ดูดอากาศออกจากถังภาชนะที่ทำการเชื่อมด้วยเครื่องดูดอากาศออกจากในถังให้เป็นสุญญากาศดังภาพที่ 3.5 3.6 และ 3.7

ภาพที่ 3.5 แสดงอุปกรณ์วัดแรงดันภายในเครื่องเคลือบฟิล์มสุญญากาศ

ภาพที่ 3.6 แสดงเครื่องเคลือบฟิล์มสุญญากาศ และ ปั๊มสุญญากาศ

ภาพที่ 3.7 แสดงวาล์วควบคุมความดันใช้กั้นอากาศหลังจากดูดอากาศออก

3.2 การเคลือบฟิล์มบางทังสเตนออกไซด์

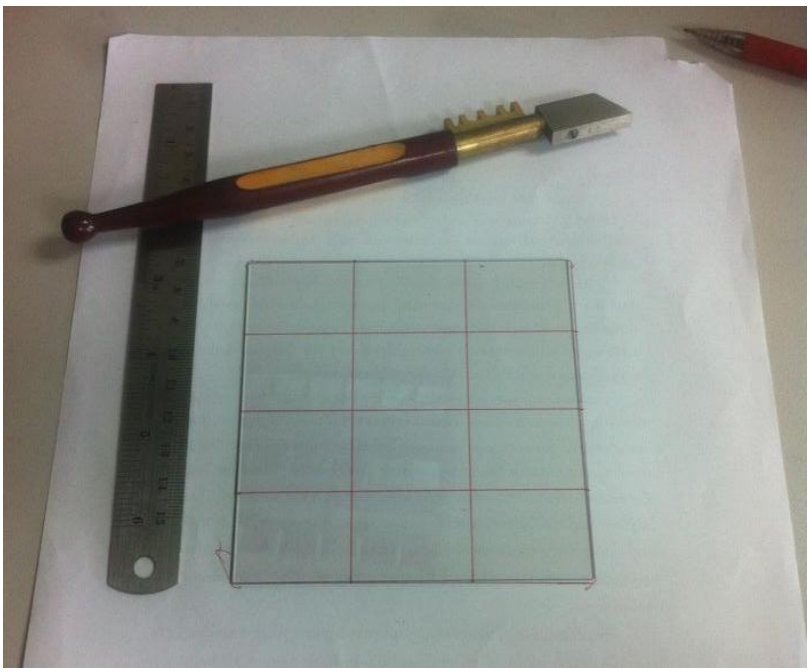
3.2.1 การเตรียมแผ่นกระจก ITO

ในการเตรียมกระจกที่ได้รับการเคลือบฟิล์มของทังสเตนออกไซด์นั้นจะใช้กระจกที่มีการเคลือบโลหะออกไซด์โปร่งแสงที่ทำจากสารประกอบอิเดียมทินออกไซด์ซึ่งเรียกว่ากระจก (ITO Glass) ดังมีขั้นตอนดังนี้

1. ทำการตัดแผ่นกระจก ITO ออกให้มีขนาด $3.33 \times 2.5\ cm^2$ งานวิจัยเดิม ขนาด $3 \times 2\ cm^2$ ดังแสดงในภาพที่ 3.8

2. ทำความสะอาดชิ้นกระจกด้วย acetone และน้ำยาเช็ดกระจก Isopropyl Alcohol จากนั้นทำให้แห้ง ดังแสดงในภาพที่ 3.9

ภายหลังจากการตัดกระจก ITO แล้วให้ทำความสะอาดอีกครั้งแล้ววัดค่าความต้านทานของกระจกโดยด้านที่เคลือบสาร ITO มีความต้านทานประมาณ 22-25 โอห์ม ส่วนด้านที่เป็นกระจกจะมีความต้านทานสูงมาก จากการเคลือบสารอิเล็กโทรโครมิคลงบนแผ่นกระจกที่เคลือบสารประกอบอินเดียมทินออกไซด์ หรือ จะเรียกว่ากระจก ITO ซึ่งกระจกชนิดนี้จะมีความต้านทานที่ด้านหน้าและด้านหลังไม่เท่ากันโดยด้านที่เป็นกระจกนั้นจะมีความต้านทานสูงและด้านที่เคลือบสาร ITO จะมีความต้านทาน

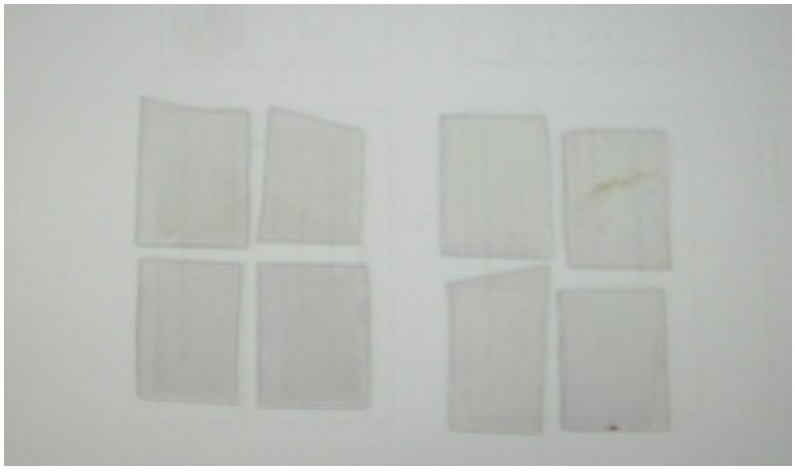


ภาพที่ 3.8 แสดงอุปกรณ์ และการตัดกระจก ITO

ภาพที่ 3.9 แสดงการใช้สารละลาย Isopropyl Alcohol

3.2.2 ขั้นตอนการเคลือบสารประกอบทังสเตนออกไซด์บนแผ่นกระจก ITO

1. ทำความสะอาดภายในภาชนะเครื่องเคลือบสุญญากาศ และทำการติดตั้งส่วนของไส้ทังสเตนมีความต้านทาน 7-9 โอห์ม (งานวิจัยเดิมใช้แผ่นทังสเตนที่มีความต้านทาน 2 โอห์ม) ที่เป็นแบบหลุมเพื่อใส่สารประกอบทังสเตนออกไซด์เข้ากับขั้วไฟฟ้า ดังแสดงในภาพที่ 3.12



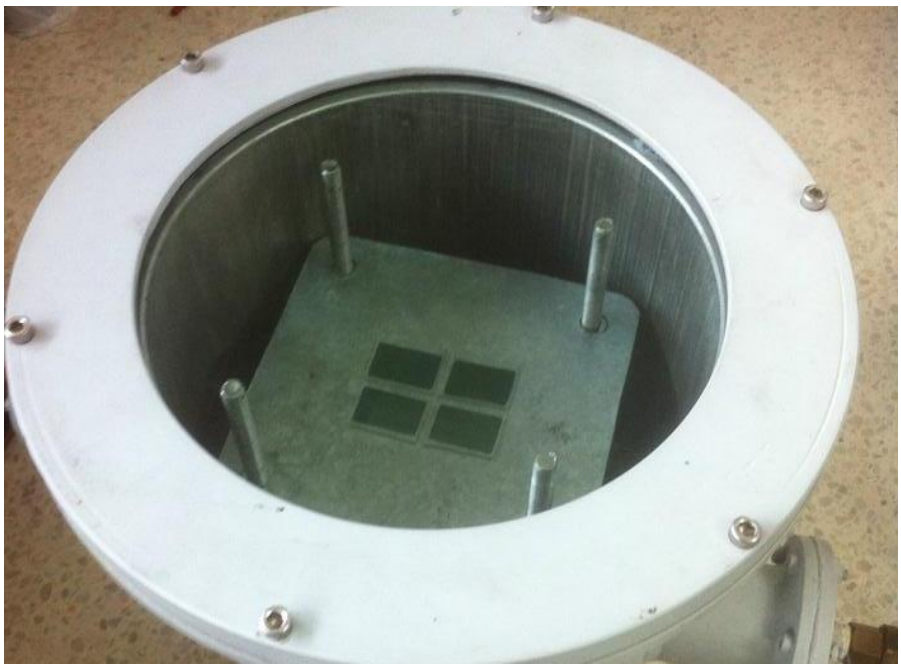
ภาพที่ 3.10 แสดงกระจกที่ตัดเพื่อเตรียมเคลือบสารทังสเตนออกไซด์

2. ชั่งสารประกอบทังสเตนออกไซด์ปริมาณ 0.1 กรัมจากนั้นใส่สารประกอบออกไซด์ที่ภายในหลุมของไส้ความร้อนทังสเตน และจัดวางแผ่นปิดกัน Shutter ดังในภาพที่ 3.13

3. แผ่นตะแกรงโลหะที่ตัดเป็นช่องสำหรับวางกระจก ITO ให้ห่างจากไส้ทังสเตนประมาณ 4 cm จากนั้นปิดฝาครอบกระจกด้านบนดังแสดงในภาพที่ 3.11

4. เปิดวาล์วควบคุมความดันและทำการเปิดสวิทซ์ปั๊มสุญญากาศเพื่อดูดอากาศและสารประกอบที่เจือปนอยู่ภายในออกจากภาชนะเครื่องเคลือบสุญญากาศ

ภาพที่ 3.11 แสดงการวางจัดวางแผ่นปิดกัน Shutter



ภาพที่ 3.12 แสดงการจัดวางกระจก ITO บนตะแกรงโลหะเหนือไส้ความร้อนที่ใส่ผง ทังสเตนออกไซด์

5. เมื่อดูดอากาศภายในจนความดันภายในลดต่ำลงตามประสิทธิภาพของปั๊มสุญญากาศที่ประมาณ 0.4 Pa ซึ่งเป็นระดับความสามารถของปั๊มที่จะทำได้ต่อจากนั้นให้ปิดวาล์วที่ต่อเชื่อมกับปั๊มสุญญากาศ

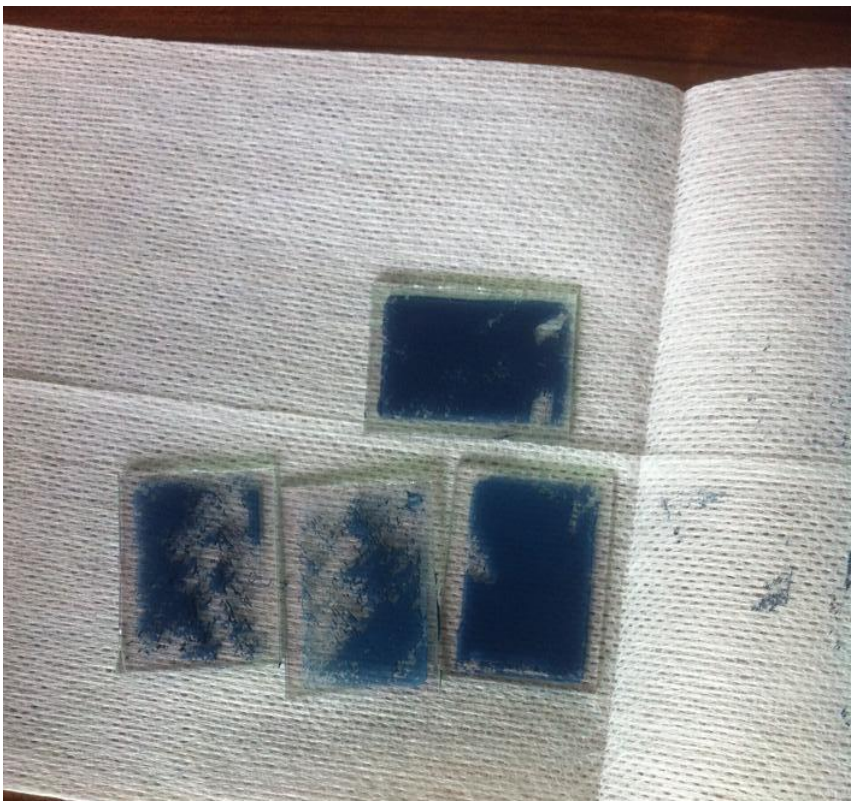
6. ให้เริ่มปรับแรงดันที่อุปกรณ์ควบคุมกระแสที่ให้ความร้อนไส้ทังสเตน โดยในลำดับแรกให้ทำการอุ่นไส้ความร้อนทังสเตนก่อนโดยการปรับแรงดันจาก Auto Transformer ให้มีกระแสไหลผ่านไส้ทังสเตนประมาณ 80แอมป์ จากนั้นให้ค่อยๆปรับแรงดันเพิ่มขึ้นทีละน้อยจนไส้ทังสเตนมีสีส้มแดงที่ระดับกระแส 150 แอมป์

ภาพที่ 3.13 แสดงส่วนประกอบของเครื่องสุญญากาศ

7. เมื่อกระแสที่ไหลผ่านไส้ทังสเตนที่มีกระแสไหล 150 แอมป์นี้จะทำให้สารประกอบทังสเตนออกไซด์เกิดการระเหยจากความร้อนของไส้ทังสเตนนี้เอง เมื่อไอระเหยของสารประกอบทังสเตนออกไซด์เริ่มระเหยเป็นไอในระยะแรกให้รอ สัก 30 วินาที จากนั้นให้เปิด Shutter ที่ปิดกั้นระหว่างแผ่นกระจกกับไส้ความร้อนซึ่งไอระเหยของสารประกอบทังสเตนออกไซด์ระเหยขึ้นไปติดยังส่วนของกระจก ITO โดยในขั้นตอนนี้ต้องรักษาระดับกระแสให้คงที่ที่ 150 A จนกระทั่งสารประกอบทังสเตนออกไซด์ได้ระเหยจนหมด จึงค่อยๆลดระดับกระแสลงอย่างช้าจนเป็นศูนย์ แอมป์ดังแสดงในภาพที่ 3.13

ภาพที่ 3.14 แสดงการให้ความร้อนกับผงทังเสตนออกไซด์เพื่อให้เกิดเป็นไอจับที่กระจก ITO

8. เมื่อสารประกอบทังสเตนออกไซด์ได้ระเหยไปจับติดกับกรจก ITO แล้ว ลดกระแสลงจนเป็นศูนย์ และเปิดวาล์วปรับสภาพบรรยากาศให้เท่ากับบรรยากาศปกติ จากนั้นเปิดกระจกฝาครอบออกแล้วนำเอาแผ่นกระจกที่เคลือบสารประกอบทังสเตนออกไซด์ออกมาดังแสดงในภาพที่ 3.14



ภาพที่ 3.15 แสดงกระจก ITO ที่เคลือบทังสเตนออกไซด์

9. ภายหลังจากการเคลือบสารประกอบทังสเตนออกไซด์นำเข้าสู่เตาอบ (เตาอบถูกออกแบบใหม่โดยปิดกั้นด้วยแผ่นอุดรอยรั่วทนความร้อน เพื่อไม่ให้อากาศภายนอกเข้าได้ และทำการไล่อากาศภายในด้วยก๊าซไนโตรเจน เพื่อไม่ให้ออกซิเจนทำปฏิกิริยากับกระจกที่เคลือบให้เกิดความเสียหายกับกระจกได้) แล้วปิดฝาครอบและปิดด้วยแผ่นกันความร้อนรอบฝาปิด

10. ไล่อากาศภายในโดยการปล่อยก๊าซไนโตรเจน ในปริมาณ 0.5 ลิตรต่อนาทีทิ้งไว้ประมาณ 10 นาทีจึงเริ่มทำการอบ (ปล่อยก๊าซไนโตรเจนตลอดเวลาที่อบ)

11. ตั้งอุณหภูมิของการอบไว้ที่100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงต่อจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นค่อยๆลดอุณหภูมิลง 50 องศาเซลเซียส ทุกๆ 1 ชั่วโมงจนเข้าสู่อุณหภูมิปกติแล้วจึงนำออกจากเตาอบมาทำการทดสอบ

ภาพที่ 3.16 แสดงการนำกระจกที่เคลือบสารทังสเตนออกไซด์ เข้าเตาอบ

ภาพที่ 3.17 แสดงมาตรวัดปริมาตรภายในถังไนโตรเจน

ภาพที่ 3.18 แสดงการอบกระจกโดยใช้ขดลวดเฉพาะด้านที่เคลือบทังสเตน

การเคลือบฟิล์มบางทังสเตนออกไซด์ที่ได้จากสารประกอบทังสเตนออกไซด์ที่อยู่ในรูปของผงแป้งด้วยเครื่องเคลือบสุญญากาศที่สร้างขึ้นนั้นมีศักยภาพพอสมควร ซึ่งมีความสามารถในการสร้างฟิล์มบางทังสเตนออกไซด์ โดยที่ฟิล์มบางที่ได้นี้สามารถเกิดขึ้นได้ที่สภาพแรงกดอากาศต่ำแต่สภาพการยึดเกาะเข้ากับผิวหน้าของกระจก ITO ได้ แต่ไม่สม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่นซึ่งจำเป็นต้องทำการอบด้วยความร้อนด้วยเตาอบเพื่อเพิ่มการยึดเกาะของฟิล์มที่สร้างขึ้น เนื่องจากการที่ข้อต่อต่างๆ อาจจะมีการรั่วซึม ซึ่งจะต้องมีการพัฒนาปรับปรุงต่อไป