



บทที่ 3 การทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วน ในส่วนแรกเป็นการวัดสมบัติของพลาสมาในระบบ RF-PECVD ในส่วนที่ 2 คือสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ด้วยเทคนิค RF-PECVD ภายใต้ภาวะการสังเคราะห์ต่างๆ และวิเคราะห์สมบัติทางฟิสิกส์ของฟิล์ม DLC ที่ได้ด้วย SEM และลักษณะเฉพาะของรามานสเปกโทรสโกปี

3.1 ระบบ RF-PECVD

ระบบ RF-PECVD ที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นระบบที่เกิดจากการปรับปรุงระบบเดิมที่สร้างขึ้นโดย สุจิตรา พรหมนิมิตซึ่งได้อธิบายรายละเอียดของระบบเดิมไว้ในรายการอ้างอิง [9] แล้วแต่ในที่นี้จะนำมาอธิบายโดยสังเขปดังต่อไปนี้

ระบบ RF-PECVD ที่ใช้ในการทดลองนี้มีส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่

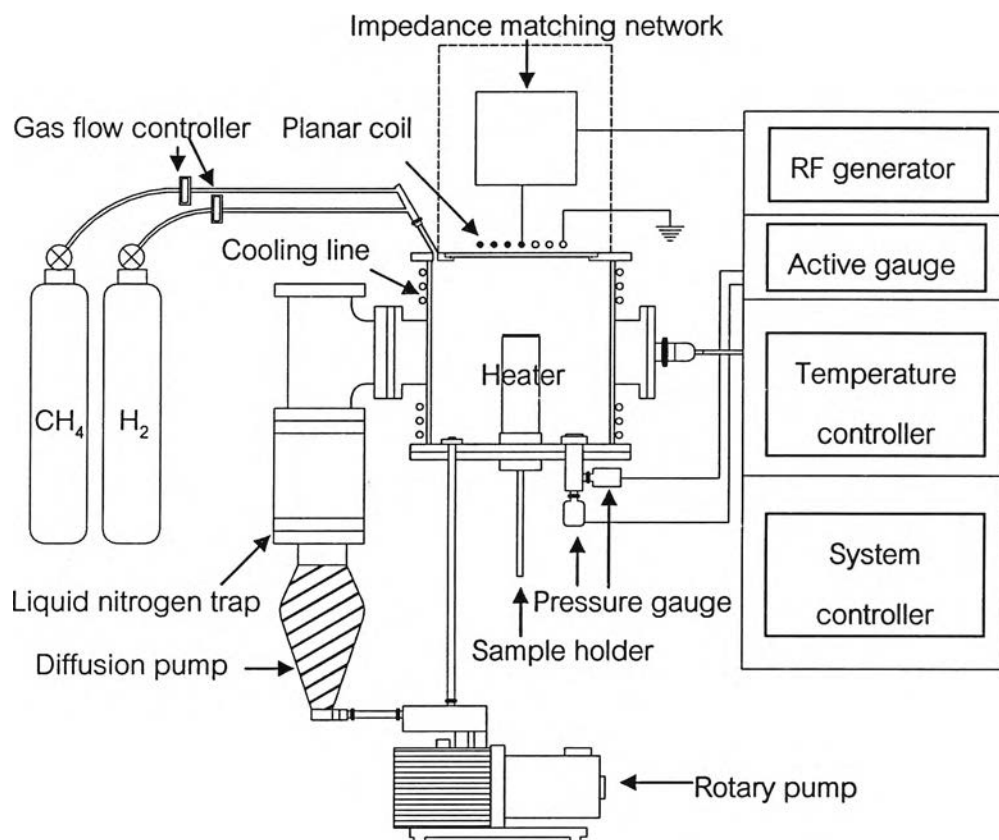
1. ส่วนสุญญากาศ (Vacuum part) ประกอบด้วย ภาชนะสุญญากาศ (Vacuum chamber) ปั๊มสุญญากาศที่ทำงานร่วมกันระหว่างปั๊มกลโรตารี (Rotary pump) และปั๊มไอพุ้งกระจาย (Diffusion pump) ซึ่งจะทำการทดลองในช่วงความดัน 0.1 - 5.0 torr

2. ส่วนจ่ายพลังงาน (Power transfer part) ประกอบด้วย เครื่องกำเนิดสัญญาณความถี่คลื่นวิทยุ (RF-generator) วงจรปรับค่าความขัด (Impedance matching network) และขดลวดระนาบ (Planar coil) ในการจ่ายพลังงานเริ่มจากเครื่องกำเนิดสัญญาณความถี่คลื่นวิทยุ ยี่ห้อ Dressler รุ่น Cesar 1310 ผลิตสัญญาณที่ความถี่ 13.56 MHz ปรับกำลังสูงสุด 1000 W ส่งคลื่นวิทยุผ่านสายส่งสัญญาณ (coaxial) ผ่านวงจรปรับค่าความขัดซึ่งทำหน้าที่ปรับค่าความขัดให้ได้ค่าสัญญาณที่สะท้อนกลับจากระบบน้อยที่สุด ส่งสัญญาณเข้าสู่ขดลวดระนาบต่อไป

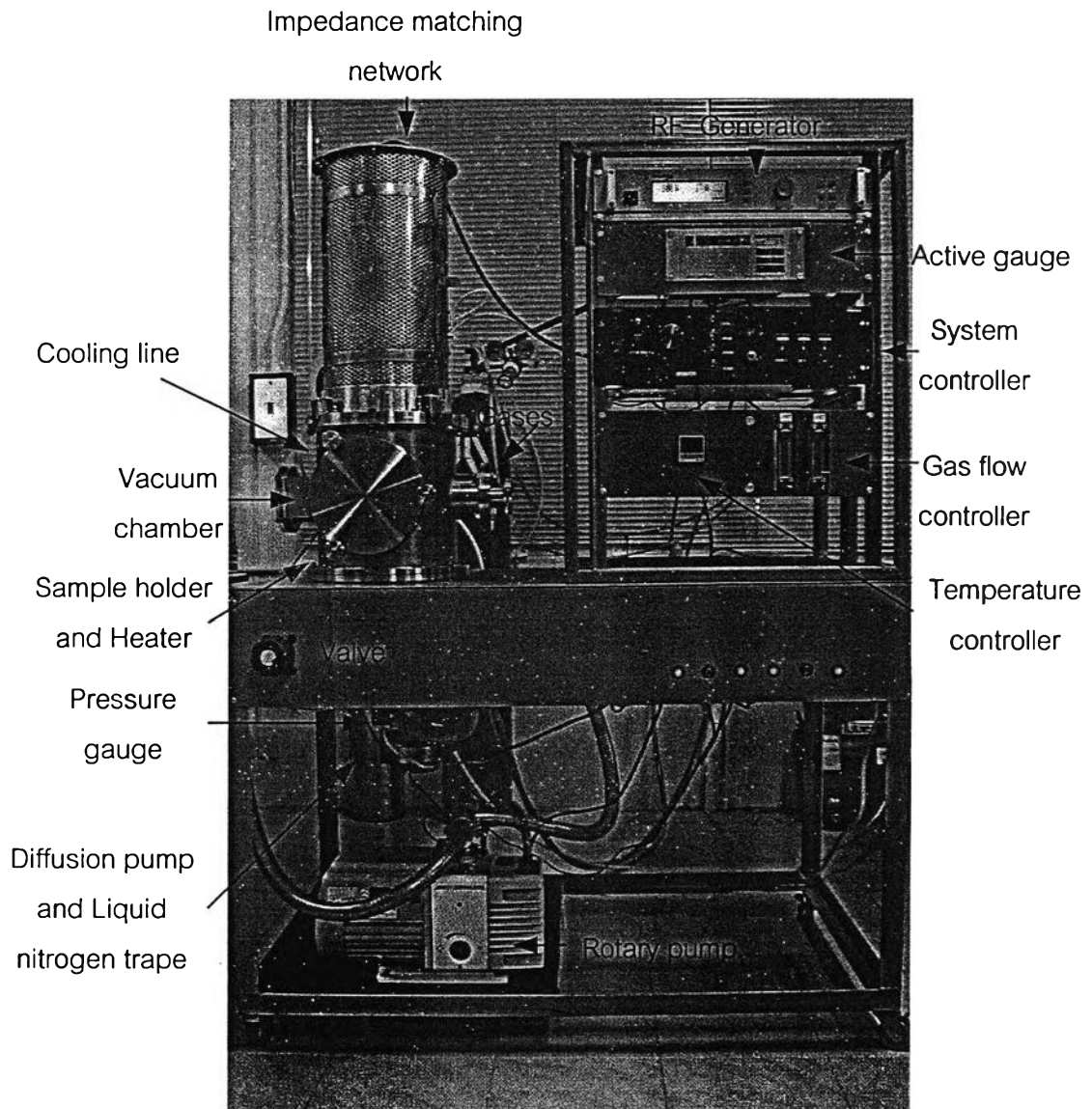
3. ส่วนจ่ายแก๊ส (Gas feed part) ประกอบด้วย แก๊สมีเทนและแก๊สไฮโดรเจน หัววัดความดัน (Pressure gauge) และตัวควบคุมการไหลของแก๊ส (Gas flow controller) ทำหน้าที่ควบคุมอัตราการไหลของแก๊สเข้าสู่ระบบ โดยแสดงค่าในหน่วย sccm (Standard center cubic per minute) หรือ ml/min ตัวควบคุมอัตราการไหลสำหรับก๊าซไฮโดรเจนสามารถปล่อยก๊าซไฮโดรเจนปริมาณมากที่สุดเท่ากับ 284 ml/min และตัวควบคุมอัตราการไหลสำหรับก๊าซมีเทนนั้นสามารถปล่อยก๊าซมีเทนปริมาณมากที่สุดเท่ากับ 16.8 ml/min

จากงานวิจัยของสุจิตรา พรหมนิมิต [9] ซึ่งสร้างระบบกำเนิดพลาสมาแบบ ICP นี้ขึ้นในเบื้องต้นพบว่าสามารถกำเนิดพลาสมาขึ้นได้ แต่ยังไม่สามารถสังเคราะห์ฟิล์มที่กำลังไฟฟ้าที่

กำลังไฟฟ้าสูง และระบบมีการปนเปื้อนของไอน้ำมันจากบีมไอฟุ้งกระจาย ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเพิ่มตัวกรองไอน้ำมันด้วยไนโตรเจนเหลววางเชื่อมต่อระหว่างภาชนะสุญญากาศกับบีมไอฟุ้งกระจายทำให้ระบบสะอาดขึ้น และเพิ่มตัวทำความร้อน (Heater) เพื่อทำความร้อนแก่แผ่นรองรับ ทำให้สามารถสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ได้ดีขึ้น รูปที่ 3.1 และ รูปที่ 3.2 แสดงแผนผังและรูปถ่ายของระบบ RF-PECVD ที่ได้รับการปรับปรุงแล้วและใช้ในการทดลองนี้



รูปที่ 3.1 ส่วนต่างๆของระบบ RF-PECVD ที่ใช้ในการทดลอง

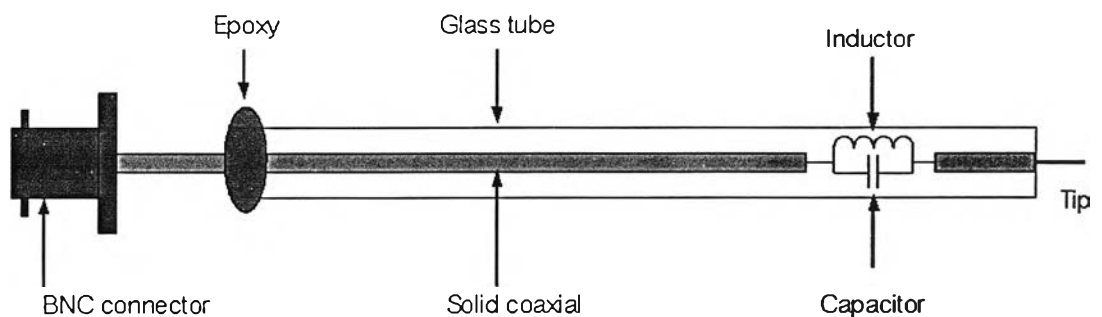


รูปที่ 3.2 ภาพถ่ายของระบบ RF-PECVD ที่ใช้ในการทดลอง

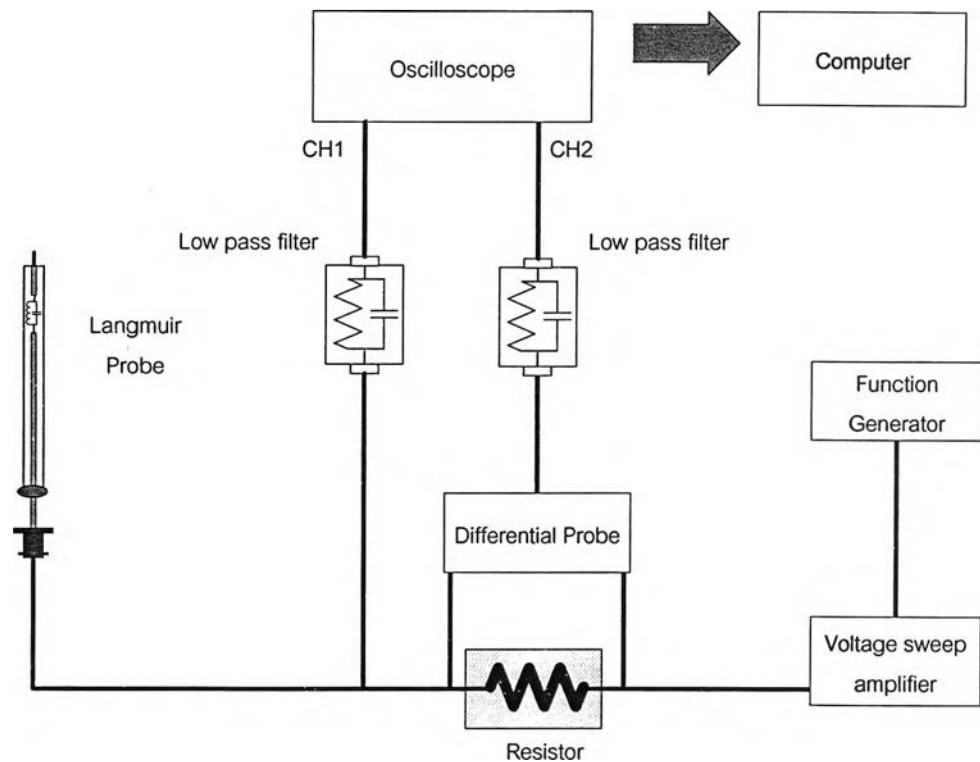
3.2 การวัดพารามิเตอร์ของพลาสมาด้วยหัววัดลงมัวร์

3.2.1 ระบบหัววัดลงมัวร์

รูปที่ 3.3 แสดงส่วนประกอบของหัววัดลงมัวร์ที่สร้างขึ้นในการทดลองนี้ โดยที่ปลายหัววัด (Probe tip) ทำจากโลหะผสมนิเกิล-โครเมียม (Ni-Cr) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.45 mm ยาว 2 mm แล้วบรรจุภายในท่อแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 mm ยาว 40 cm แต่เนื่องจากพลาสมาที่เกิดจากระบบกำเนิดพลาสมาแบบ ICP ด้วยคลื่นความถี่วิทยุ นั้นจะมีกระแสที่ความถี่คลื่นวิทยุไหลเข้าสู่หัววัดด้วย ซึ่งกระแสที่ความถี่คลื่นวิทยุดังกล่าวนี้จะทำให้กราฟสอกระแสสัณยเปลี่ยนไป ส่งผลให้การแปรข้อมูลจากกราฟผิดพลาด ในการทดลองของหมุดตอเล็บ [37] และ B. Paosawatyanong [38] ได้มีการกรองสัญญาณคลื่นวิทยุด้วยการต่อวงจร RF choke ที่ปลายด้านในหัววัด ซึ่งวงจรกรองสัญญาณนี้ประกอบด้วยตัวเก็บประจุ (Capacitor) ที่ต่อขนานกับตัวเหนี่ยวนำ (Inductor) เพื่อเกิดการกำทอนที่ 13.56 MHz โดยค่าของตัวเก็บประจุและตัวเหนี่ยวนำที่ใช้ นั้นสามารถคำนวณได้จากความถี่กำทอน $f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$ เมื่อความถี่ของเครื่องกำเนิดสัญญาณ $f = 13.56$ MHz



รูปที่ 3.3 ส่วนประกอบของหัววัดลงมัวร์แบบชดเชยค่าภายในตัวเอง (Self-compensate) [38]

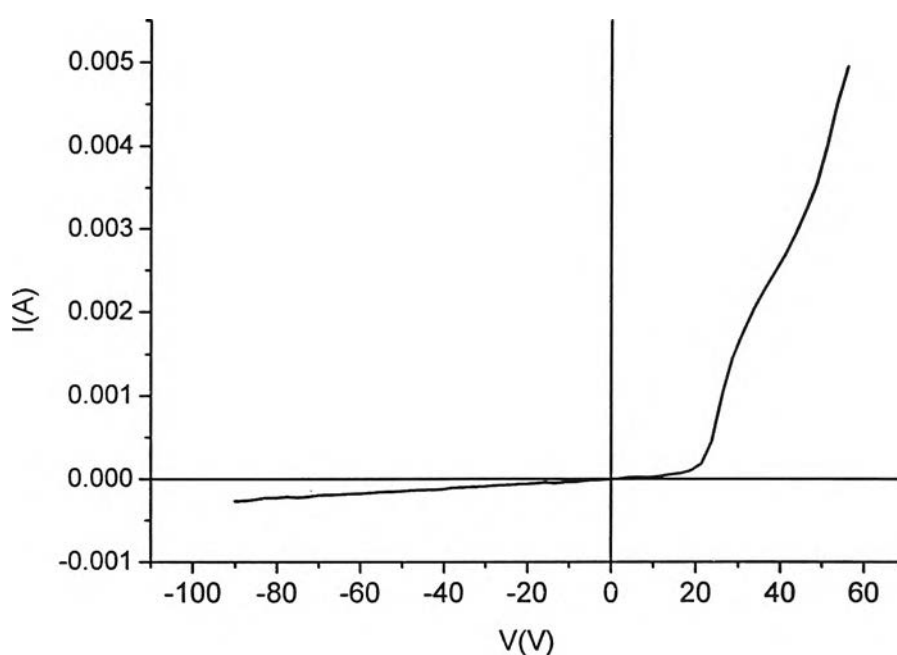


รูปที่ 3.4 ภาพรวมของระบบการวัดพลาสมาด้วยหัววัดลางมัวร์

รูปที่ 3.4 แสดงภาพรวมของระบบการวัดพลาสมาด้วยหัววัดลางมัวร์ ซึ่งในการทดลองนี้ใช้เครื่องกำเนิดสัญญาณ (Function generator) ยี่ห้อ Metrix รุ่น MTX 3240 ซึ่งจ่ายสัญญาณรูปสามเหลี่ยม ขนาด $10 V_{pp}$ ผ่านชุดขยายสัญญาณ (Voltage sweep amplifier) สัญญาณที่ถูกขยายแล้วนี้จะถูกส่งต่อไปยังหัววัดที่สอดในพลาสมาที่ตำแหน่งเดียวกับแผ่นรองรับเพื่อวัดค่าพารามิเตอร์ ณ ตำแหน่งนั้น บันทึกค่ากระแส (I_p) ที่อ่านได้จากความต่างศักย์ที่คร่อมตัวต้านทาน 500Ω และความต่างศักย์ไฟฟ้าที่หัววัด ผ่านตัวกรองความถี่ต่ำผ่าน (Low pass filter) เพื่อกรองสัญญาณความถี่สูงจากระบบอีกครั้ง บันทึกผ่านช่องบันทึกสัญญาณที่ 1 และ 2 บนเครื่องออสซิลอสโคป Tektronix รุ่น TDS 220 จากนั้นนำผลที่ได้ ส่งผ่านไปยังเครื่องคอมพิวเตอร์ โดยโปรแกรม Wavestar TM ผ่านทางพอร์ต RS 232 เพื่อใช้โปรแกรมสำเร็จรูป Microsoft Excel TM และ Origin TM ช่วยวิเคราะห์ผลที่ได้เป็นลำดับ

3.2.2 ตัวอย่างการวิเคราะห์พารามิเตอร์ของพลาสมา

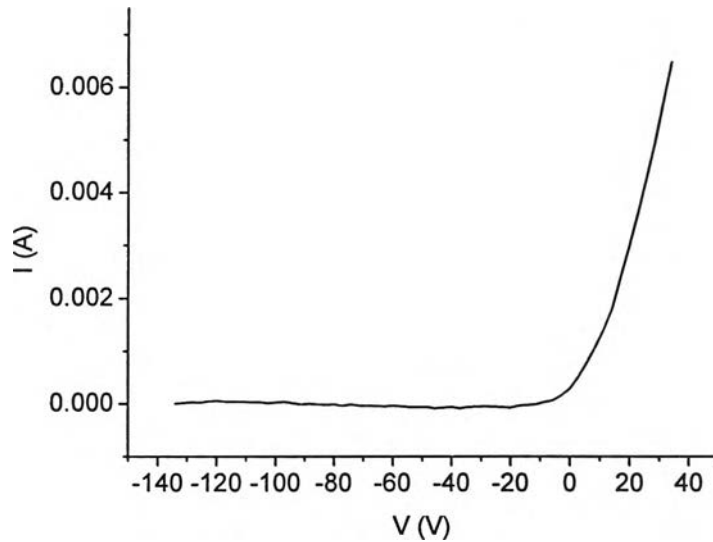
แสดงตัวอย่างการวิเคราะห์พารามิเตอร์ของพลาสมาจากสัญญาณที่วัดได้จากแก๊สผสมมีเทนและไฮโดรเจนที่ความดัน 0.1 torr กำลังไฟฟ้าที่ความถี่คลื่นวิทยุ 200 W ทำการวัดค่าพารามิเตอร์ด้วยการไบแอสศักย์ค่าต่าง ๆ กันให้แก่หัววัดนั้น พร้อมทั้งบันทึกค่าของกระแสที่ได้จากหัววัด ที่แปรตามศักย์ที่ไบแอส นำค่าของคู่กระแส-ศักย์ต่าง ๆ มาเขียนกราฟลักษณะเฉพาะของหัววัดลงมัวร์ ดังรูปที่ 3.5



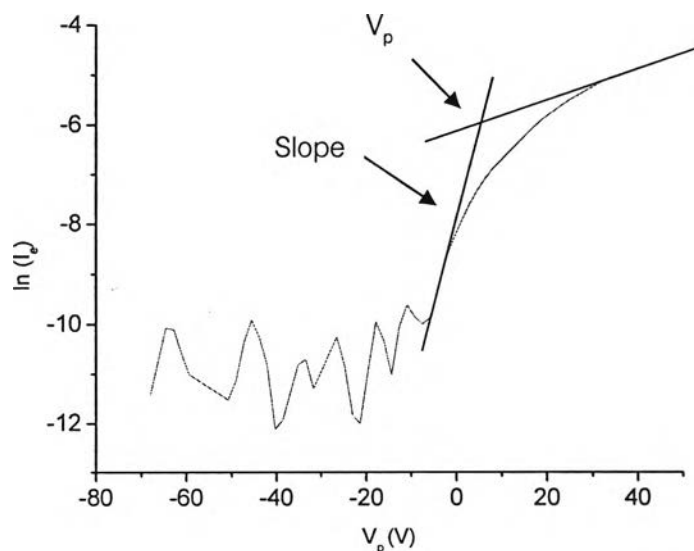
รูปที่ 3.5 กราฟสอกระแสศักย์ของพลาสมาของแก๊สผสมระหว่างแก๊สมีเทนและแก๊สไฮโดรเจนที่ความดัน 0.1 torr

กราฟในรูปที่ 3.5 นี้ได้มาจากพลาสมาของแก๊สผสมระหว่างแก๊สมีเทนและแก๊สไฮโดรเจน ที่ความดัน 0.1 torr ค่าของกระแสที่ได้เป็นผลรวมของกระแสไอออนและกระแสอิเล็กตรอน เมื่อหักค่ากระแสไอออนอิมิต์วออกไปจากกระแสรวมโดยการสร้างสมการเส้นตรงแทนกระแสไอออนอิมิต์ว จะได้กราฟลักษณะสอกระแสอิเล็กตรอน-ศักย์ ดังรูปที่ 3.6 ซึ่งจากสมการที่ 2.15 อุณหภูมิของอิเล็กตรอนมีความสัมพันธ์กับความชันของลอการิทึมของกระแสอิเล็กตรอนและศักย์ในช่วงการเปลี่ยนแปลง รูปที่ 3.7 แสดงการกระทำลอการิทึมของกระแสอิเล็กตรอนเพื่อจะหาความชันในช่วงการเปลี่ยนแปลง ซึ่งความชันระหว่างลอการิทึมของกระแสอิเล็กตรอนกับศักย์ในช่วงการเปลี่ยนแปลงที่ได้นี้เป็นค่าส่วนกลับของอุณหภูมิของอิเล็กตรอนในพลาสมาใน

หน่วยอิเล็กตรอนโวลต์ ตามความสัมพันธ์ในสมการที่ 2.15 นั้นเอง จากกราฟตัวอย่างนี้ค่าอุณหภูมิของอิเล็กตรอนที่คำนวณได้คือ 3.2 eV เมื่อทราบอุณหภูมิของอิเล็กตรอนแล้วสามารถนำค่าอุณหภูมิของอิเล็กตรอนนี้ไปคำนวณหาความหนาแน่นของพลาสมาได้อีก ตามสมการที่ 2.17 ค่าความหนาแน่นของพลาสมาที่คำนวณได้จากตัวอย่างนี้คือ $3.5 \times 10^{11} \text{ cm}^{-3}$



รูปที่ 3.6 กราฟลักษณะสอกระแสอิเล็กตรอนค้ำยของพลาสมา



รูปที่ 3.7 กราฟระหว่างลอการิทึมของกระแสอิเล็กตรอนกับค้ำย

3.3 การสังเคราะห์ฟิล์ม DLC

3.3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ด้วยเทคนิคอาร์เอฟ-พริซิวีดี

ในการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC นั้นต้องมีการเตรียมผิวหน้าก่อนซึ่งจะช่วยเพิ่มการเกิดเพชรมากขึ้นเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์โดยไม่มีการเตรียมผิวหน้าแผ่นรองรับ ซึ่งมีหลายวิธีด้วยกัน เช่น การขัดด้วยผงเพชร (Diamond powders) การใช้แรงกดผงซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC powders) ลงบนแผ่นรองรับ [40] ในงานวิจัยนี้เตรียมผิวหน้าแผ่นรองรับด้วยการขัดด้วยผงเพชรก่อนเข้าสู่กระบวนการสังเคราะห์

ในขั้นตอนการเตรียมแผ่นรองรับนี้จะตัดแผ่นอะลูมิเนียมและกระจก ขนาด $2.5 \times 2.0 \text{ cm}^2$ แล้วทำความสะอาดด้วยน้ำสบู่ เพื่อล้างคราบมันออก หลังจากนั้นขัดด้วยผงเพชร ขนาด $0-0.1 \mu\text{m}$ บนผิวหน้าแผ่นรองรับนาน 3 นาที แล้วเป่าผงเพชรที่เหลือออกด้วยแก๊สไนโตรเจน ล้างด้วยอะซิโตน เอทานอลและน้ำป้อนประจุ ในอ่างอัลตราโซนิก ตามลำดับนาน 20 นาที แล้วขังน้ำหนักของแผ่นรองรับก่อนการสังเคราะห์และบันทึกผล เมื่อเตรียมแผ่นรองรับเรียบร้อยแล้วนำแผ่นรองรับดังกล่าวมาวางบนแท่นวางแผ่นรองรับภายในภาชนะสุญญากาศ เปิดปั๊มกลโรตารี (Rotary pump) เพื่อปั๊มเอาอากาศภายในภาชนะสุญญากาศออก จนกระทั่งได้ความดันในระดับ $2.0 \times 10^{-2} \text{ torr}$ ต่อจากนั้นปั๊มอากาศให้ลงสู่สุญญากาศระดับต่ำด้วยการทำงานร่วมกันของปั๊มกลโรตารีและปั๊มไอฟุ้งกระจายจนได้ความดันระดับ $5.0 \times 10^{-5} \text{ torr}$ หลังจากนั้นใส่แก๊สผสมระหว่างแก๊สมีเทนและแก๊สไฮโดรเจนเข้าสู่ภาชนะสุญญากาศ เพื่อให้เกิดภาวะอิมพัลส์ในภาชนะสุญญากาศ ทำการควบคุมอัตราการไหลของแก๊สด้วยเครื่องควบคุมแก๊สโดยมวล จนกระทั่งได้ความดันตามภาวะที่ต้องการ แล้วเปิดเครื่องกำเนิดคลื่นความถี่วิทยุเพื่อป้อนกำลังไฟฟ้าที่ความถี่คลื่นวิทยุเข้าสู่ระบบ พร้อมทั้งปรับค่าความจุของตัวเก็บประจุสุญญากาศในวงจรปรับค่าความขัดเพื่อให้พลังงานสูงสุดผ่านเข้าสู่ระบบ แล้วปรับค่าต่างๆตามภาวะการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ที่ต้องการศึกษา

3.3.2 ภาวะที่ใช้สังเคราะห์ฟิล์ม DLC ด้วยเทคนิคอาร์เอฟ-พริซิวีดี

เนื่องจากข้อจำกัดของระบบกำเนิดพลาสมาแบบ ICP และหัววัดกลางมวลที่สร้างขึ้นใช้ ในการสังเคราะห์ฟิล์ม DLC ที่สามารถทำงานได้ดีในช่วงความดัน $0.5 - 5.0 \text{ torr}$ และกำลังไฟฟ้าที่ความถี่คลื่นวิทยุระหว่าง $500 - 800 \text{ W}$ ได้จึงเลือกสังเคราะห์ฟิล์มที่ความดันระหว่าง $0.5 - 5.0 \text{ torr}$ กำลังไฟฟ้าที่ความถี่คลื่นวิทยุระหว่าง $500 - 800 \text{ W}$ และอัตราส่วนของแก๊สระหว่าง $0.5 - 5.0$ ภาวะต่างๆที่ใช้สังเคราะห์ฟิล์ม DLC แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ภาวะที่ใช้สังเคราะห์ฟิล์ม DLC

ตัวอย่าง	ชนิดของ แผ่น รองรับ	กำลังไฟฟ้าที่ ความถี่ คลื่นวิทยุ (W)	ความ ดัน (torr)	%CH ₄	อุณหภูมิ ของแผ่น รองรับ (°C)	อัตราการไหล ของแก๊ส ไฮโดรเจน (sccm)	ระยะ เวลา (hr)
AL1	อลูมิเนียม	500	1.0	0.5	350	100	30
AL2	อลูมิเนียม	600	1.0	0.5	350	100	30
AL3	อลูมิเนียม	700	1.0	0.5	350	100	30
AL4	อลูมิเนียม	800	1.0	0.5	350	100	30
AL5	อลูมิเนียม	700	0.5	0.5	350	100	30
AL6	อลูมิเนียม	700	1.0	0.5	350	100	30
AL7	อลูมิเนียม	700	2.0	0.5	350	100	30
AL8	อลูมิเนียม	700	5.0	0.5	350	100	30
AL9	อลูมิเนียม	700	1.0	0.5	350	100	30
AL10	อลูมิเนียม	700	1.0	1.0	350	100	30
AL11	อลูมิเนียม	700	1.0	2.0	350	100	30
AL12	อลูมิเนียม	700	1.0	5.0	350	100	30
G1	กระจก	400	1.0	0.5	350	100	30
G2	กระจก	500	1.0	0.5	350	100	30
G3	กระจก	600	1.0	0.5	350	100	30
G4	กระจก	500	0.5	0.5	350	100	30
G5	กระจก	500	1.0	0.5	350	100	30
G6	กระจก	500	2.0	0.5	350	100	30

โดยมีการจัดกลุ่มที่ต้องการศึกษาภาวะ ดังนี้ ตัวอย่าง AL1-AL4 ทำการสังเคราะห์ เพื่อศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าที่ความถี่วิทยุต่อฟิล์ม DLC ตัวอย่าง AL5-AL8 ทำการสังเคราะห์เพื่อ ศึกษาผลของความดันต่อฟิล์ม DLC ตัวอย่าง AL1-AL4 ทำการสังเคราะห์เพื่อศึกษาผลของ อัตราส่วนของแก๊สมีเทนต่อแก๊สไฮโดรเจนต่อฟิล์ม DLC และ ตัวอย่าง G1-G6 ทำการสังเคราะห์ เพื่อศึกษาผลของชนิดของแผ่นรองรับต่อฟิล์ม DLC