



ภาคผนวก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาคผนวก ก

รายละเอียดของเครื่องโฟกัสไอออนบีม

ผ.ก. 1. เครื่องโฟกัสไอออนบีม (Focused Ion Beam : FIB)

เครื่องโฟกัสไอออนบีม (FIB) มีองค์ประกอบหลัก 2 อย่าง คือ SEM และ Focused ion beam จึงเป็นเครื่องมือที่มีความสามารถในการมองเห็นภาพในระดับนาโนด้วย SEM (scanning electron microscope) และในขณะเดียวกันก็สามารถที่จะตัด เจาะ ไซซ์ชิ้นงานได้ด้วยลำไอออนด้วยความสามารถดังกล่าวนี้ ทำให้เครื่อง FIB เปรียบได้กับโรงงานกลึงระดับไมโครเมตร-นาโนเมตรที่มีศักยภาพที่สูงอีกเครื่องหนึ่งในวงการวิทยาศาสตร์ในปัจจุบัน

เครื่องโฟกัสไอออนบีมเป็นเครื่องมือที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อนำมาใช้ทางการเตรียมชิ้นงานที่มีขนาดเล็กมากๆ สำหรับการวิจัยด้านนาโนเทคโนโลยี และไมโครเทคโนโลยี เช่นการตัด เจาะ เนื้อเยื่อ พอก หรือตัดแปลงวงจร หรืออุปกรณ์ขนาดเล็กได้ภายในเครื่อง ได้แก่ ไอออนบีม (Ion Beam) ระบบการฉีดสารประกอบโลหะชนิดก๊าซ (GIS) แล้วยังมีเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์เพื่อเป็นการสนับสนุนการทำงานของเครื่องโฟกัสไอออนบีม ติดตั้งอยู่ด้วยภายในเครื่อง ได้แก่ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM), เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (EDS) เพื่อจะให้ทราบเข้าใจถึงระบบการทำงานของเครื่อง จึงเริ่มอธิบายจากเครื่องมือหลักที่รู้จักกันโดยทั่วไปก่อน และส่วนประกอบอื่นๆ ซึ่งจะได้กล่าวในรายละเอียดดังนี้

ผ.ก. 1.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning Electron Microscope: SEM) ^(2,32-34)

ในการศึกษาและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์นั้น อุปกรณ์ที่มีความสำคัญและมีบทบาทเป็นอย่างมากได้แก่กล้องจุลทรรศน์ เนื่องจากเป็นการเพิ่มขีดความสามารถในการมองเห็นทำให้สามารถใช้ศึกษาลักษณะของสารตัวอย่างในระดับที่เล็กลงไปมากกว่าที่จะมองเห็นด้วยตาเปล่า และจำแนกรายละเอียดได้ ดังจะเห็นได้ว่ากล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical or light microscope)

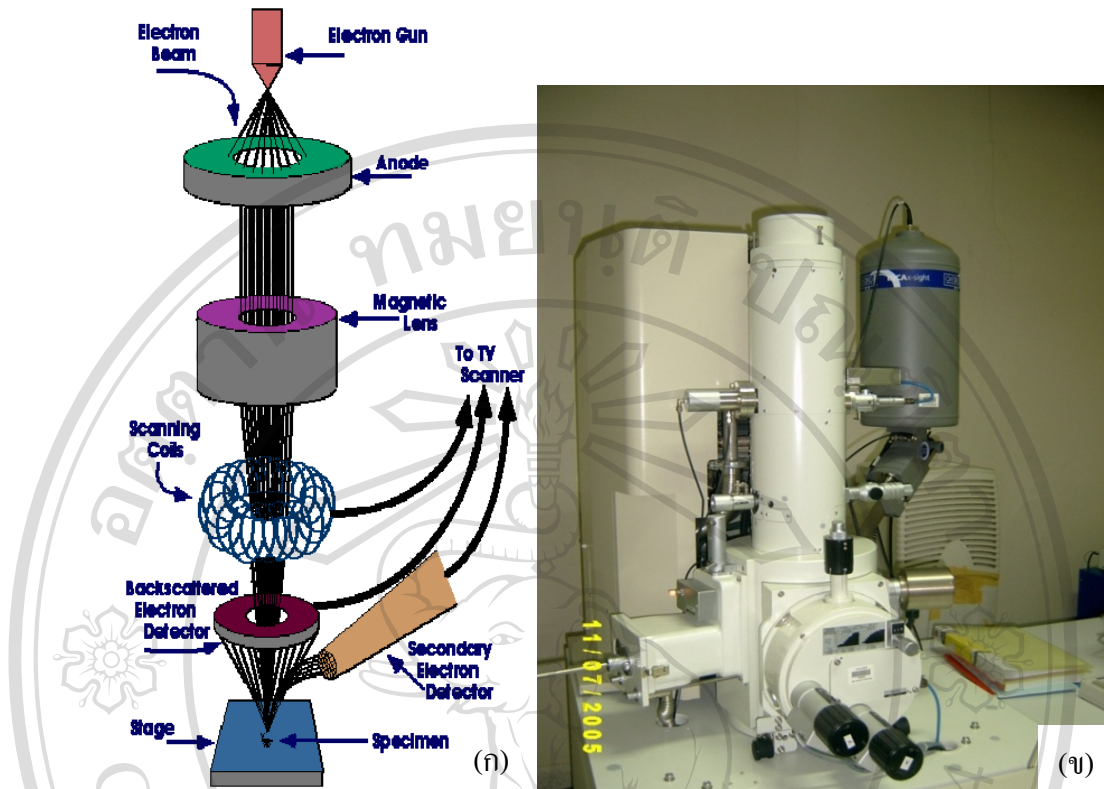
เป็นอุปกรณ์พื้นฐานสำหรับห้องปฏิบัติการเกือบทุกแห่งไม่ว่าจะเป็นห้องปฏิบัติการทาง แพทย์ ชีววิทยา เคมี วัสดุศาสตร์ และอื่นๆ อีกจำนวนมาก ในขณะที่ความรู้ทางด้านวิทยาศาสตร์มีการพัฒนาขึ้น นักวิทยาศาสตร์ยังมีความต้องการที่จะศึกษาในรายละเอียดที่ระดับเล็กลงไปเรื่อยๆ ในระดับไมโครและนาโนเมตร แต่ก็ประสบปัญหาตามมาเนื่องจากกล้องจุลทรรศน์แบบแสงไม่สามารถตอบสนองความต้องการนี้ได้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจึงถูกพัฒนาขึ้นมาใช้แทนที่สาเหตุก็เนื่องจาก ข้อจำกัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงเอง ได้แก่

1. กล้องจุลทรรศน์แบบแสง มีกำลังขยาย (magnification) ต่ำ
2. อำนาจในการจำแนกของกล้องจุลทรรศน์แบบแสง (resolution) ต่ำ
3. ความสามารถในการมองเห็นภาพที่มีความลึกได้ไม่ดี และไม่ลึก

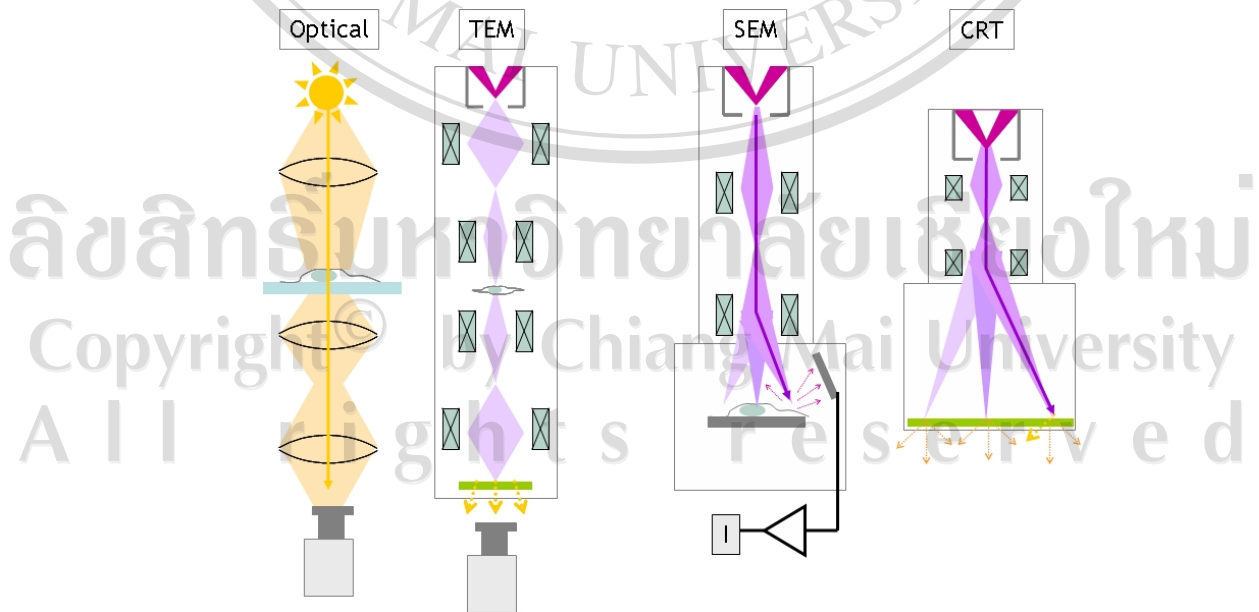
ผ.ก. 1.1.1. หลักการทำงาน (operation)

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แบบแสง จะอาศัยหลักการสะท้อนของแสงที่ตาเรามองเห็น (visible light) เป็นตัวช่วยในระบบ โดยแสงจากแหล่งกำเนิดแสงจะถูกโฟกัสผ่านเลนส์ไปตกกระทบบสารตัวอย่าง แล้วจะเกิดการดูดกลืนและการสะท้อนของแสงในทิศทางต่างๆ ด้วยความยาวคลื่นแตกต่างกัน และเมื่อส่วนของแสงที่สะท้อนออกมาตกกระทบบกับตาของผู้สังเกตจะเกิดการสร้างภาพที่สมองของผู้สังเกต องค์กรประกอบและลักษณะการทำงานแสดงในรูป ผ.ก. 1 และ

2

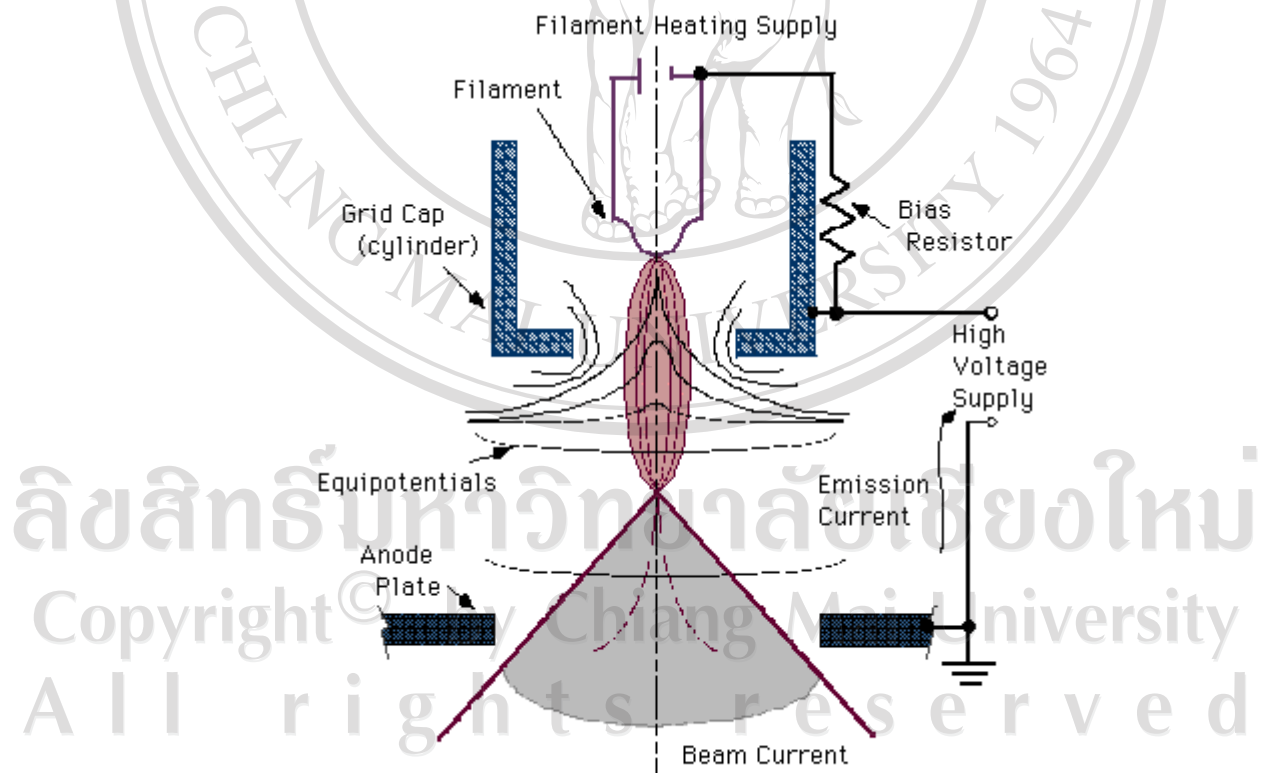


รูป ผ.ก. 1 (ก) องค์ประกอบและลักษณะการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM)
 (ข) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ที่มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (33)



รูป ผ.ก. 2 การทำงานของกล้อง SEM เปรียบเทียบกับ TEM, Optical (LM) และ CRT (35)

ในกรณีของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) ก็มีองค์ประกอบและหลักการทำงานคล้ายคลึงกับกรณีของกล้องจุลทรรศน์แบบแสง ดังแสดงในรูป ผ.ก. 2 โดยภายในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะใช้อิเล็กตรอนพลังงานสูง (high energy electron beam) แทนแสงที่ตามองเห็นซึ่งผลิตขึ้นมาจากส่วนที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (electron gun) ดังแสดงในรูป ผ.ก. 3 โดยอาศัยหลักการ thermionic emission กล่าวคือ ในปืนอิเล็กตรอนจะมีไส้หลอดโลหะที่มีจุดหลอมเหลวสูง อาทิเช่น ทังสเตน หรือ Lanthanum Hexaboride (LaB_6) หากเผาให้ไส้หลอดให้ร้อนโดยการผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปจนอุณหภูมิสูงขึ้นมากกว่า 2,700 K อิเล็กตรอนวงนอกสุดได้รับความร้อน จะมีพลังงานจลน์มากกว่าค่า work function (ϵ) จึงหลุดออกมาจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าให้มีความยาวคลื่นสั้นเท่าใดก็ได้ตามต้องการ จึงไม่มีข้อจำกัดเหมือนคลื่นแสง ค่า work function ของทังสเตน และ Lanthanum Hexaboride (LaB_6) มีค่าเท่ากับ 4.5 และ 3 eV ตามลำดับ



รูป ผ.ก. 3 แสดงลักษณะของ Electron gun ที่มีไส้หลอดเป็นทังสเตน⁽³⁴⁾

ผ.ก. 1.1.2 แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน⁽²⁾

แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนเป็นส่วนที่ทำหน้าที่ผลิตลำอิเล็กตรอน เพื่อนำไปปรับเป็นคลื่นอิเล็กตรอน สำหรับใช้มองดูชิ้นงานที่ต้องการศึกษา โดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนนี้จะเป็นขั้วลบ ดังนั้นจึงมักจะถูกเรียกว่า แคโทด มีหลายชนิดคือ

แคโทดชนิดทั้งสแตน แคโทดชนิดนี้จะเป็นโลหะทั้งสแตนปลายแหลม การปลดปล่อยอิเล็กตรอนจะทำได้โดยการให้ความร้อนสูงประมาณ 2,700 K ทั้งสแตนมีค่า Work function ประมาณ 4.5 eV ซึ่งค่าความร้อน ที่ผิวของทั้งสแตน 2,700 K นี้จะทำให้อิเล็กตรอนมีพลังงานมากกว่า 4.5 eV จึงสามารถเอาชนะแรงยึดเหนี่ยวและหลุดออกมาเป็นอิเล็กตรอนอิสระได้ จะเห็นได้ว่าปัจจัยสำคัญที่ใช้ในการปลดปล่อยอิเล็กตรอนคือ อุณหภูมิ ซึ่งอุณหภูมินี้ขึ้นอยู่กับค่ากระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหลอดทั้งสแตน

แคโทดชนิด Lanthanum Hexaboride (LaB_6) แคโทดชนิดนี้เป็นวัสดุปลายแหลม และสามารถปลดปล่อยอิเล็กตรอนได้โดยการให้ความร้อนเช่นเดียวกันกับแคโทดชนิดทั้งสแตน แต่แคโทดชนิดนี้สามารถให้ความหนาแน่นของอิเล็กตรอนได้มากกว่าแคโทดชนิดทั้งสแตนในขณะที่ใช้อุณหภูมิต่ำกว่าคือ 1800 K เนื่องจาก LaB_6 มีค่า Work function ต่ำกว่า โดยมีค่า Work function ประมาณ 2.5 eV เนื่องจากแคโทดชนิด LaB_6 ถูกใช้งานที่อุณหภูมิต่ำกว่า จึงมีอายุการใช้งานนานกว่าแคโทดชนิดทั้งสแตน แต่แคโทดชนิด LaB_6 ต้องทำงานในความดันบรรยากาศที่ประมาณ 10^{-6} ทอร์ ดังนั้น หากมีการรั่วเข้าไปของอากาศในขณะที่ใช้งานจะทำให้ LaB_6 เกิดการแตกร้าได้

แคโทดชนิด Field Emission แคโทดชนิดนี้ อิเล็กตรอนอิสระจะเกิดจากการดึงอิเล็กตรอนออกจาก บริเวณปลายแหลมของ Single-crystal tungsten ด้วยสนามไฟฟ้า ซึ่งบริเวณปลายนี้มีขนาดเล็กมากมีรัศมีประมาณ 100 nm หรือน้อยกว่า ซึ่งจะเล็กกว่าปลายของ LaB_6 จึงทำให้มีความสามารถในการแยกแยะความละเอียดของภาพสูงกว่า และมีความสว่างของลำอิเล็กตรอนมากกว่า LaB_6 ถึง 100 เท่า จึงเหมาะสำหรับงานที่ต้องการ รายละเอียดบนพื้นผิวระดับสูง แต่มี

ข้อเสียคือ ราคาที่สูงกว่าแคโทดชนิดอื่นและยังต้องการความเป็นสุญญากาศในการทำงานสูงถึง 10^{-8} ทอร์ สมบัติของแคโทดชนิดต่างๆ แสดงตาราง ผ.ก. 1

ตาราง ผ.ก. 1 ตารางเปรียบเทียบสมบัติของแคโทดชนิดต่างๆ ⁽²⁾

Type	W	LaB ₆	Field Emission
Emission	Thermionic	Thermionic	Field
Brightness (A/cm ² steradian)	10^4 - 10^5	10^4 - 10^6	10^7 - 10^9
Energy Spread (eV)	1-5	0.3-0.5	0.2-0.3
Operating Lifetime (hrs)	More than 20	More than 100	More than 300
Vacuum (torr)	10^{-4} - 10^{-5}	10^{-6} - 10^{-7}	10^{-9} - 10^{-10}

ผ.ก. 1.1.3 เลนส์อิเล็กตรอน ⁽²⁰⁾

เนื่องจากอิเล็กตรอนเป็นอนุภาคที่มีประจุลบ เมื่อเคลื่อนที่ผ่านสนามแม่เหล็กจะมีแรงมากระทำต่อลำอิเล็กตรอน ดังนั้นเราสามารถนำหลักการนี้ในการโฟกัสลำอิเล็กตรอนได้ ซึ่งต่อไปเราจะเรียกอุปกรณ์ที่สร้างสนามแม่เหล็กสำหรับโฟกัสลำอิเล็กตรอนนี้ว่า เลนส์อิเล็กตรอน

เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้าไปในสนามแม่เหล็กจะมีแรงกระทำกับอิเล็กตรอนตามกฎของเลนส์

$$\vec{F} = q\vec{v} \times \vec{B} = |q\vec{v}||\vec{B}| \sin\theta \hat{n} \dots\dots\dots(\text{ผ.ก. 1})$$

เมื่อ

v คือ ความเร็วของอิเล็กตรอน

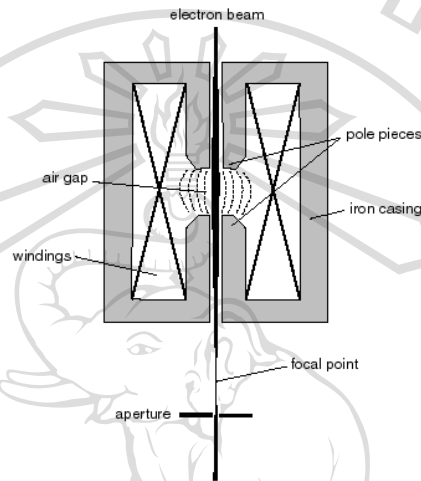
B คือ ความเข้มสนามแม่เหล็กของอิเล็กตรอน

q คือ ประจุของอิเล็กตรอน

θ คือ มุมที่ทำระหว่างเส้นแรงแม่เหล็กกับทิศทางของอิเล็กตรอน

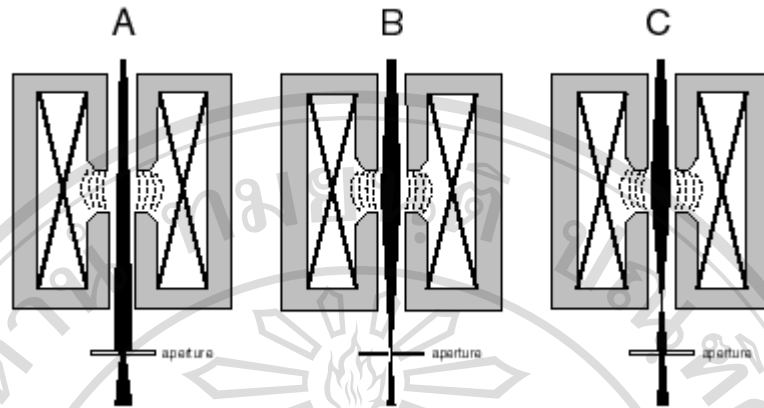
\hat{n} คือ เวกเตอร์หนึ่งหน่วยทิศตั้งฉากกับ \vec{v} และ \vec{B}

ในแรงที่เกิดขึ้นนี้จะมีทิศทางกับทิศของสนามแม่เหล็กและทิศการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน
เลนส์อิเล็กตรอนจะประกอบด้วยขั้วแม่เหล็กสองขั้วและอาศัยขดลวดทองแดงสำหรับสร้าง
สนามแม่เหล็ก เมื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่าน กลางเลนส์แม่เหล็กจะมีช่องสำหรับให้ลำอิเล็กตรอน
ผ่าน ดังรูป ผ.ก. 4 แรงแม่เหล็กจะบีบลำอิเล็กตรอนให้ไปโฟกัสที่จุดโฟกัส



รูป ผ.ก. 4 ภาพภาคตัดขวางของเลนส์อิเล็กตรอน แสดงให้เห็นการเลี้ยวเบนของลำอิเล็กตรอน
เนื่องจากสนามแม่เหล็ก (33)

การควบคุมระยะโฟกัสของลำอิเล็กตรอน โดยเลนส์แม่เหล็กสามารถทำได้โดยการควบคุม
ปริมาณกระแสไฟฟ้าให้แก่ขดลวดทองแดง



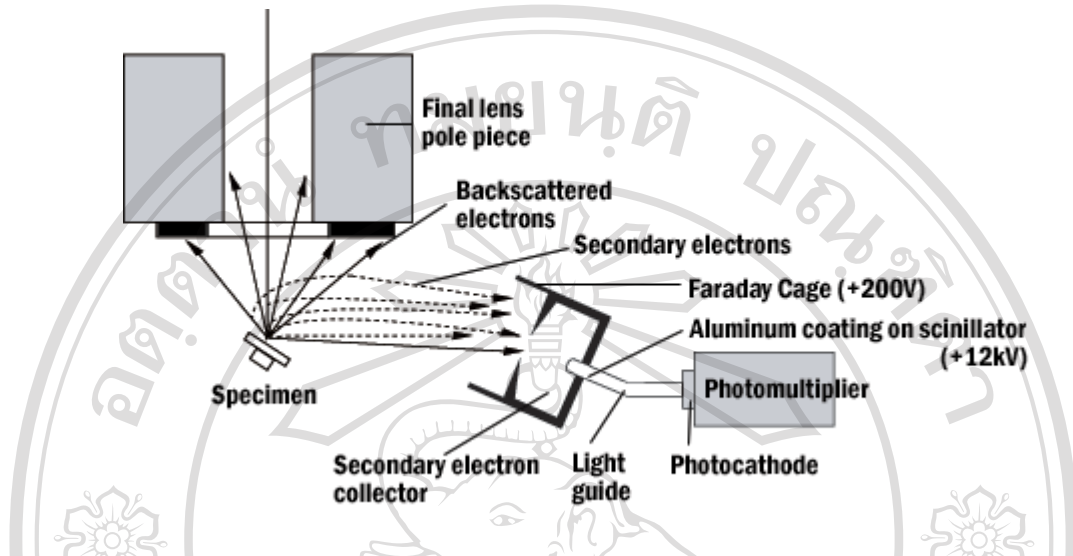
รูป ผ.ก. 5 แสดงตัวอย่างการควบคุมลำอิเล็กตรอนโดยการควบคุมปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ให้แก่ขดลวดทองแดง รูป (A) ไม่ให้กระแสไฟฟ้าลำอิเล็กตรอนจะไม่เกิดการโฟกัส (B) ให้กระแสไฟฟ้าเล็กน้อยลำอิเล็กตรอนมีความยาวโฟกัสมาก (C) ให้กระแสไฟฟ้ามากขึ้น ลำอิเล็กตรอนจะมีความยาวโฟกัสที่สั้นลง⁽³³⁾

เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนผ่านเลนส์แม่เหล็กจะไปรวมกัน ณ จุดโฟกัสของอิเล็กตรอน ความยาวโฟกัสของเลนส์ก็คือ ระยะห่างจากแกนกลางของเลนส์อิเล็กตรอนจนถึงจุดโฟกัส เลนส์อิเล็กตรอนมีอยู่สองหน้าที่ คือ ใช้บีบลำอิเล็กตรอน ให้มีขนาดเล็กหรือใหญ่ตามต้องการ และใช้โฟกัสลำอิเล็กตรอนลงบนตำแหน่งที่ต้องการ

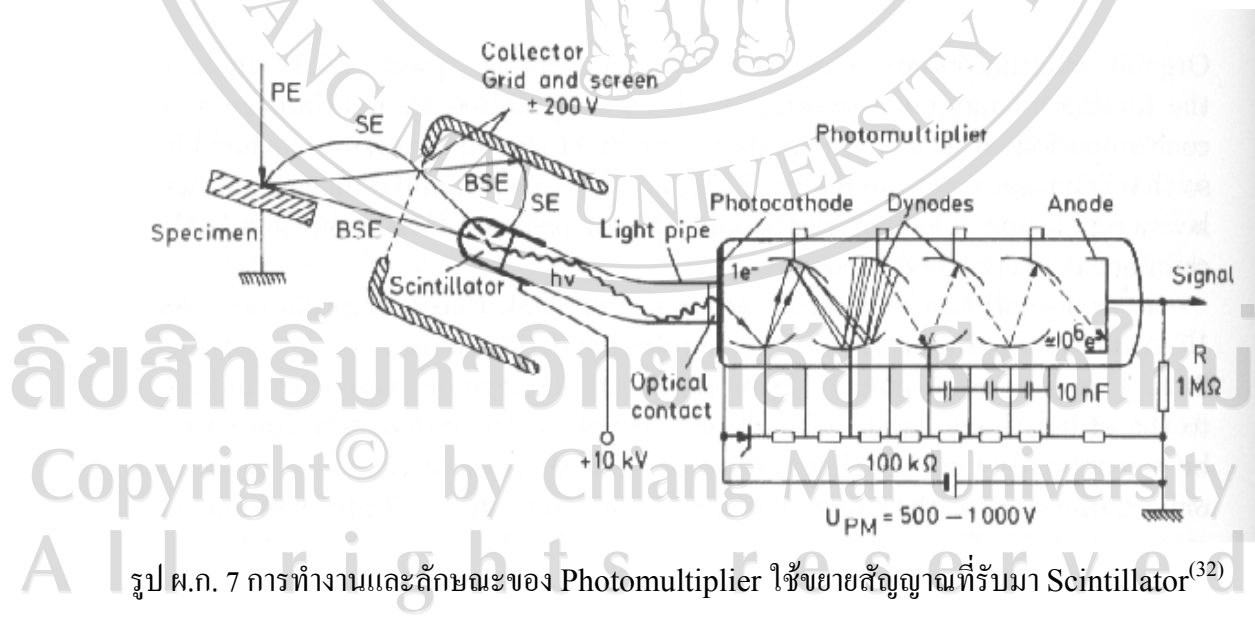
ลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสลงบนสารตัวอย่างด้วยเลนส์วัตถุ (Objective lens) ที่เป็นเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าเช่นเดียวกับเลนส์คอนเดนเซอร์ โดยจะมีส่วน scanning coils หรือ deflection coils เป็นส่วนปรับตำแหน่งของลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบลงบนสารตัวอย่าง โดยที่ลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่ตกกระทบกับสารตัวอย่างนั้นจะเกิดการอันตรกิริยากับอะตอมหรืออิเล็กตรอนที่อยู่บริเวณผิวของสารตัวอย่างทำให้เกิดผลผลิตหลายชนิด ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับพลังงานของลำอิเล็กตรอนและลักษณะของการทำอันตรกิริยาของลำอิเล็กตรอนกับสารตัวอย่างซึ่งจะได้กล่าวถึงต่อไปในผ.ก. 1.1.4

ผลผลิตที่กล่าวมานี้จะถูกตรวจจับโดยหัววัดแสดงในรูป ผ.ก. 6 และ ผ.ก. 7 ซึ่งมีหลายชนิดขึ้นอยู่กับว่าต้องการวิเคราะห์หรือตรวจสอบแบบใด ตัวอย่างเช่น หากต้องการดูภาพถ่ายก็จะนำ

สัญญาณที่ได้จากหัววัดเข้าไปขยายสัญญาณ แล้วสัญญาณที่ได้จะถูกนำไปประมวลผล และแสดงผลออกมาที่จอภาพ



รูป ผ.ก. 6 แสดงการตรวจจับ Secondary electrons ด้วยหัวตรวจวัด photomultiplier⁽³⁶⁾

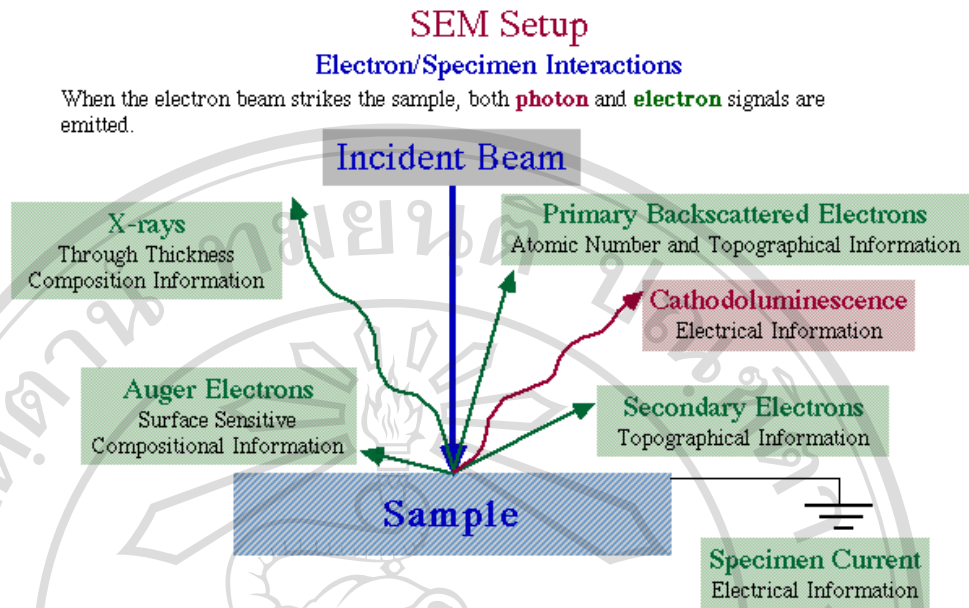


รูป ผ.ก. 7 การทำงานและลักษณะของ Photomultiplier ใช้ขยายสัญญาณที่รับมา Scintillator⁽³²⁾

ผ.ก. 1.1.4 อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับชิ้นงาน

เมื่ออิเล็กตรอนถูกโฟกัสลงบนผิวชิ้นงาน จะเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนได้หลายประการ ดังแสดงในรูป ผ.ก. 8 ซึ่งการชนนี้แบ่งออกได้เป็น 2 แบบคือ

1. การชนแบบยืดหยุ่น (Elastic scattering) อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (อิเล็กตรอนที่เข้าชนชิ้นงาน) จะไม่สูญเสียพลังงาน ให้กับอะตอมของชิ้นงานที่ตกกระทบ และจะมีการกระเจิงกลับจากผิวของชิ้นงาน ซึ่งอิเล็กตรอนส่วนที่กระเจิงกลับนี้ เรียกว่า Backscatter electron
2. การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะถ่ายเทพลังงานจลน์ให้กับอะตอมของชิ้นงาน และทำให้อะตอมของตัวอย่างที่อยู่ในระดับความลึกจากผิวตัวอย่างได้รับอันตรกิริยาที่แตกต่างกัน ซึ่งผลของอันตรกิริยาหลายประการที่ได้จากการชนแบบนี้ เช่น Secondary electrons, Auger electrons, Characteristic X-ray, Bremsstrahlung (continuous x-ray), Electron-hole pairs, Ultraviolet, Cathode luminescence เป็นต้น จะเห็นว่าการชนในลักษณะนี้จะได้สัญญาณหลายชนิด ซึ่งแต่ละชนิดจะบ่งบอกองค์ประกอบของตัวอย่างที่แตกต่างออกไปทั้งลักษณะของภาพจากสัญญาณ Secondary electrons จนถึง การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และปริมาณ ของธาตุในตัวอย่างจากสัญญาณของรังสีเอกซ์



รูป ผ.ก. 8 อันตรกิริยาที่เกิดขึ้นเมื่อลำอิเล็กตรอนตกกระทบกับผิวของสารตัวอย่าง⁽³⁴⁾

สัญญาณที่นำมาใช้ประโยชน์ใน SEM มี 4 ชนิดได้แก่

2.1 Secondary Electrons (SE) เป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำที่เกิดจาก Primary Electrons ไปชนเอาอิเล็กตรอนที่ผิวตัวอย่างหลุดออกมา โดยจะหลุดออกจากผิวตัวอย่างที่ความลึกจากพื้นผิวไม่เกิน 10 นาโนเมตร ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ความเข้มของ SE จะขึ้นกับมุมที่ Primary Electrons ตกใส่ และสภาพพื้นผิวตัวอย่าง ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ภาพที่ได้จาก SE เรียกว่า Secondary Electron Image, SEI

2.2 Back Scattered Electrons (BSE) คือ Primary Electrons ที่กระเจิงกลับออกมาจากผิวตัวอย่าง กล่าวคือ เมื่อ Primary Electrons วิ่งเข้าใกล้หรือเข้าชนนิวเคลียสของอะตอมบนผิวตัวอย่างก็จะเกิดการเปลี่ยนทิศทางกระเจิงกลับออกมาจากผิวตัวอย่าง โดย BSE จะเกิดมากกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง ความเข้มของสัญญาณ BSE จะขึ้นกับมุมที่ Primary Electrons ตกใส่ตัวอย่าง และยังขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุที่ผิวตัวอย่าง ภาพที่ได้จาก BSE เราเรียกว่า Back Scattered Electron Image (BEI) หรือ Primary Electron Image

2.3 Characteristic X-rays เกิดจากการที่เมื่ออิเล็กตรอนวงในของธาตุตัวอย่างถูกชนโดย Primary Electrons จนหลุดออกไป ทำให้อิเล็กตรอนที่ระดับพลังงานสูงกว่าระดับพลังงานลง พร้อมกันนี้ก็จะปล่อยพลังงานในรูปของ X-Rays ออกมา พลังงานของ X-Rays ที่ได้จะขึ้นอยู่กับพลังงานเฉพาะตัวที่อิเล็กตรอนนี้ปลดปล่อยออกมาซึ่งจะแตกต่างกันไปในแต่ละธาตุเรียกว่า Characteristic X-Rays ดังนั้นจึงสามารถวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบที่ผิวตัวอย่างจากพลังงานหรือความยาวคลื่นของ X-rays ที่เกิดขึ้น

2.4 Cathodoluminescence ธาตุบางชนิดเมื่อได้รับการถ่ายทอดพลังงานจาก Primary Electrons ก็จะปลดปล่อยพลังงานในรูปของแสงในช่วงที่ตาเห็นหรืออาจเลยไปถึงช่วง UV ปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นในสารบางชนิดเท่านั้น

ผ.ก. 1.1.5 การสร้างภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด (SEM) ⁽²⁾

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราด ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนอิสระป้อนให้กับระบบ จากนั้นจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าให้มีความยาวคลื่นตามต้องการ จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่าน Condenser lens เพื่อทำให้กลายเป็นลำอิเล็กตรอนซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสโดย objective lens ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษาและกราดในระนาบ XY หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพต่อไป

- อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) เมื่อลำอิเล็กตรอนพุ่งเข้าชนชิ้นงานจะถ่ายเทพลังงานให้อะตอมในสารตัวอย่าง ซึ่งหากพลังงานที่อิเล็กตรอนได้รับสูงกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอะตอม อิเล็กตรอนก็จะหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ซึ่งสัญญาณชนิดนี้มีความสำคัญมากในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน เนื่องจากโอกาสการเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะขึ้นอยู่กับความลึกที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิพุ่งชนสามารถเคลื่อนที่ผ่านชิ้นงาน หากอิเล็กตรอนปฐม

ภูมิสามารถแทรกผ่านชิ้นงานได้ลึก โอกาสเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิก็จะน้อยลง ดังนั้นอิเล็กตรอนทุติยภูมิส่วนใหญ่จะเกิดจากบริเวณพื้นผิวของชิ้นงาน

-Electron Detector หัววัดสัญญาณอิเล็กตรอนจะเลือกเฉพาะสัญญาณที่ต้องการเนื่องจากบริเวณผิวจะมีสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอะตอมของชิ้นงานและอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนหลายชนิด หากสัญญาณที่ต้องการนำไปสร้างภาพคืออิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนทุติยภูมิ จะถูกดึงด้วยสนามไฟฟ้าจากหัววัดสัญญาณ ซึ่งอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะมีพลังงานต่ำจึงเคลื่อนที่อยู่บริเวณผิวของชิ้นงาน เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนเข้าสู่หัววัดสัญญาณจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่เข้าชน Scintillator (ทำจาก CaF_2) ทำให้เกิดโฟตอน ซึ่งจะถูกส่งไปตาม light guide เพื่อเปลี่ยนสัญญาณแสงเป็นสัญญาณไฟฟ้าและนำไปขยายสัญญาณต่อไป

- การเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เมื่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบผิวชิ้นงานจะทำให้เกิดผลจากอันตรกิริยาต่างๆ ดังที่กล่าวมาแล้ว หัววัดสัญญาณจะตรวจวัดสัญญาณต่างๆ ที่เกิดขึ้น เช่น อิเล็กตรอนทุติยภูมิหรือ Backscatter electron และนำสัญญาณไปแสดงบนจอ Cathode Ray Tube (CRT) โดย SEM จะมีระบบชุด Scanning coil ซึ่งเป็นขดลวดที่ใช้สร้างสนามแม่เหล็กสำหรับควบคุมการกราดของลำอิเล็กตรอน ไปบนผิวของชิ้นงาน ซึ่งสัญญาณที่ควบคุมการกราดของลำอิเล็กตรอนนี้จะทำงานเข้าจังหวะกับชุดควบคุมการแสดงผลตำแหน่งบนจอภาพ และแบบจุดต่อจุด ปริมาณของสัญญาณอิเล็กตรอนจะถูกนำไปควบคุมความมืด ความสว่างบนจอ เนื่องจากพื้นที่ในการกราดลำอิเล็กตรอนบนชิ้นงานมีขนาดเล็กกว่าพื้นที่แสดงผลบนจอภาพ ดังนั้นเราจะได้กำลังขยายของกล้อง SEM คือ

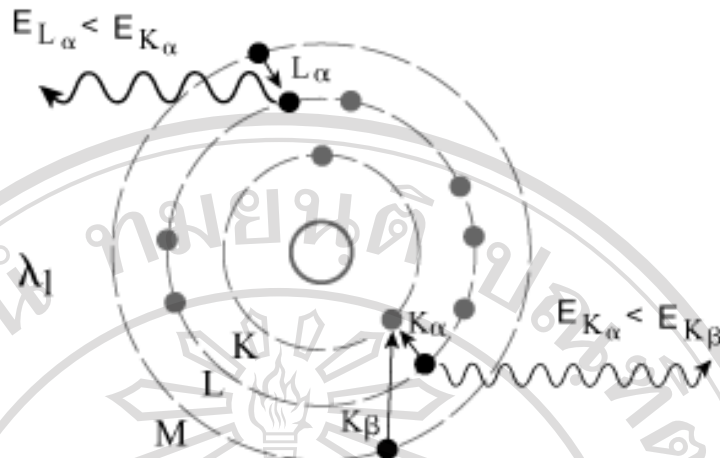
$$\text{กำลังขยาย} = \frac{\text{พื้นที่แสดงผลบน CRT}}{\text{พื้นที่กราดลำอิเล็กตรอนบนชิ้นงาน}}$$

สำหรับความละเอียดของจอภาพจะขึ้นอยู่กับความเร็วของการกราดลำอิเล็กตรอน ถ้าใช้ความเร็วสูงก็จะทำให้ภาพมีความละเอียดต่ำ และหากใช้ความเร็วต่ำก็จะทำให้ภาพมีความละเอียดสูง ซึ่งเราสามารถควบคุมความเร็วของการกราดลำอิเล็กตรอนด้วย Scanning coil

**ผ.ก.1.2 เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน
(Energy dispersive x-ray Analyzer)**

เครื่องมือนี้เป็นส่วนหนึ่งของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารเคมีสารตัวอย่าง โดยสามารถวิเคราะห์ทั้งเชิงปริมาณ (quantitative) และเชิงคุณภาพ (qualitative) ซึ่งหลักการทำงานก็จะเริ่มต้นจากให้อิเล็กตรอนพลังงานสูง 50-200 keV ที่ผลิตจากปืนอิเล็กตรอน เคลื่อนที่เข้าชนกับสารตัวอย่างที่ต้องการศึกษาวิเคราะห์ เมื่ออิเล็กตรอนทำอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนในอะตอมของสารตัวอย่าง จะเกิดการถ่ายเทพลังงานระหว่างกัน ทำให้อิเล็กตรอนในอะตอมมีพลังงานสูงขึ้น และหากพลังงานนั้นมากพอที่จะเอาชนะพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ของอิเล็กตรอนกับนิวเคลียสอิเล็กตรอนจะหลุดออกไปจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระ

เมื่ออิเล็กตรอนหลุดออกไปจากอะตอมจะเกิดช่องว่างในชั้นพลังงานนั้น อะตอมจะอยู่ในสถานะกระตุ้น (excited state) เป็นสถานะที่ไม่เสถียร อิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่า จะเคลื่อนที่เข้ามาแทนที่เพื่อทำให้อะตอมกลับเข้าสู่สถานะพื้น (ground state) ซึ่งการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานจากชั้นที่มีระดับพลังงานสูงมาสู่ชั้นที่มีพลังงานต่ำ อิเล็กตรอนจะคายหรือปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินนั้นออกมาเมื่อให้มีระดับพลังงานเท่ากับชั้นพลังงานที่ใหม่และพลังงานที่ถูกปลดปล่อยออกมานั้นจะอยู่ในรูปของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีระดับพลังงานหรือความยาวคลื่นตรงกับช่วงของรังสีเอกซ์ อันตรกิริยานี้แสดงดังในรูป ผ.ก. 9



รูป ผ.ก. 9 อันตรกิริยาระหว่างอนุภาคกับอิเล็กตรอนในอะตอมที่ทำให้เกิดรังสีเอกซ์ (37)

การเกิดอิเล็กตรอนเปลี่ยนระดับพลังงานจากชั้นที่สูงมาสู่ระดับพลังงานที่ต่ำกว่าจะเกิดได้กับอิเล็กตรอนในบางระดับชั้นพลังงานเท่านั้น ซึ่งจะสอดคล้องกับ กฎการเลือก (Selection rules) ซึ่งกำหนดว่า

$$\begin{aligned} \Delta n &> 0 \\ \Delta l &= \pm 1 \\ \Delta j &= 0, \pm 1 \end{aligned}$$

เมื่อ Δn คือ เลขควอนตัมหลัก (principle quantum number)

Δl คือ เลขควอนตัมเชิงมุม (angular momentum quantum number)

Δj คือ ผลรวมทางเวกเตอร์ของ l และ

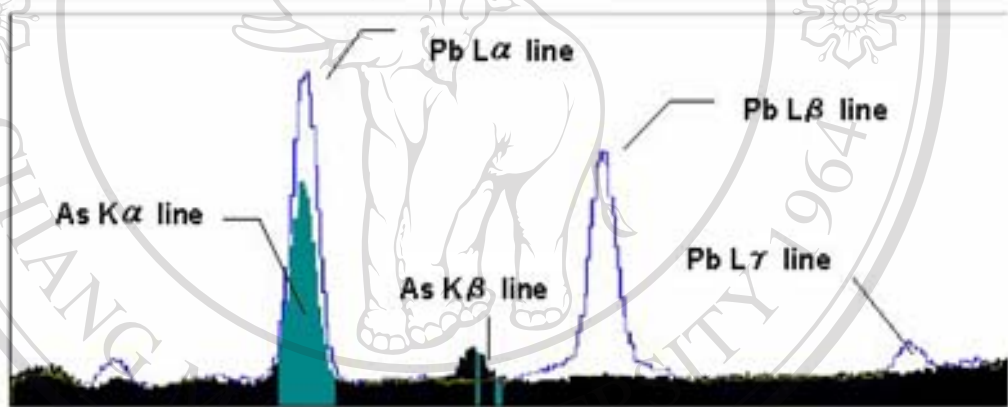
$$s \quad (j = |l \pm s|) \dots \dots \dots (\text{ผ.ก. 2})$$

โดยที่ s คือเลขควอนตัมสปินของอิเล็กตรอน (spin quantum number)

การเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานดังกล่าวหากเป็นไปตามกฎการเลือก เรียกว่า การเปลี่ยนยินยอม (allowed transition) แต่ถ้าหากไม่เป็นไปตามกฎการเลือก เรียกว่า การเปลี่ยนต้องห้าม (forbidden transition) ซึ่งในทางทฤษฎีจะเป็นไปไม่ได้ แต่ในทางทดลองจริงพบว่าในบางครั้งก็มีเหตุการณ์นี้เกิดขึ้นได้จริง ดังในฟิสิกที่มีขนาดเล็กๆ ของเส้นสเปกตรัม K_{β5} ของธาตุทองแดง ระดับพลังงานที่อิเล็กตรอนปลดปล่อยออกมานั้นจะแตกต่างกันไปตามชนิดของธาตุ แม้ว่า

จะเกิดจากการเปลี่ยนระดับของอิเล็กตรอนจาก 2 ระดับชั้นพลังงานที่เหมือนกันก็ตาม ดังนั้นธาตุแต่ละธาตุจะมีชุดของเส้นสเปกตรัมที่เฉพาะตัว เป็นเอกลักษณ์ของธาตุนั้นๆ เรียกรังสีเอกซ์นี้ว่า รังสีเอกซ์เฉพาะ (characteristic x-ray)

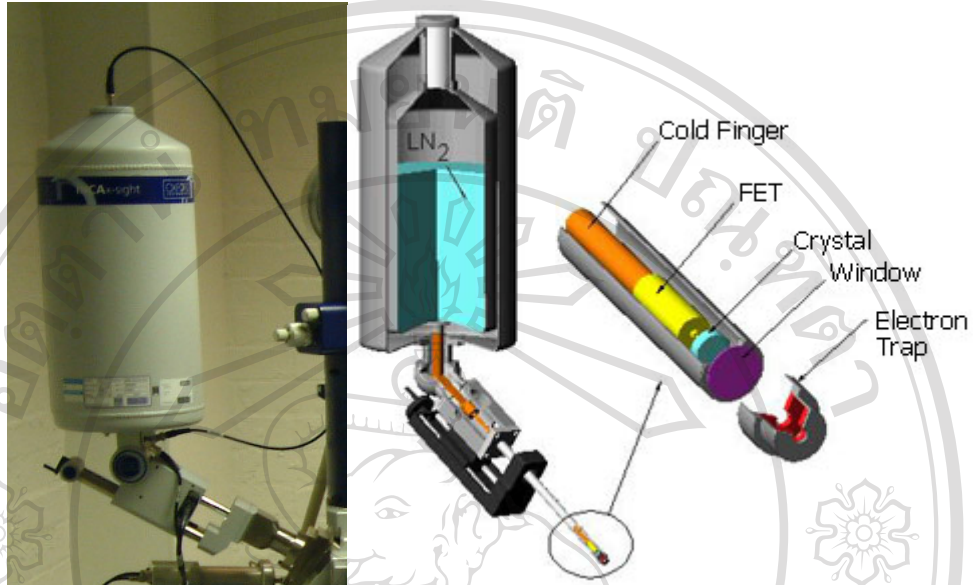
เมื่อเป็นเช่นนี้จะสามารถวิเคราะห์ได้ว่า ในสารตัวอย่างที่ศึกษานั้นมีธาตุใดเป็นองค์ประกอบบ้าง โดยอาศัยการตรวจวัดรังสีเอกซ์ที่ปลดปล่อยออกมาจากอะตอมของสารจากนั้นนำผลที่ได้ไปเทียบกับฐานข้อมูลที่มีอยู่ ซึ่งผลลัพธ์ที่ได้นี้เป็นผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ในรูป ผ.ก. 10 แสดงแผนภาพการเกิดรังสีเอกซ์จากการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอม ส่วนในรูป ผ.ก. 11 เป็นรูปหัวตรวจวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน และสเปกตรัม



รูป ผ.ก. 10 ลักษณะสเปกตรัมที่วัดได้จากเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน⁽³⁸⁾

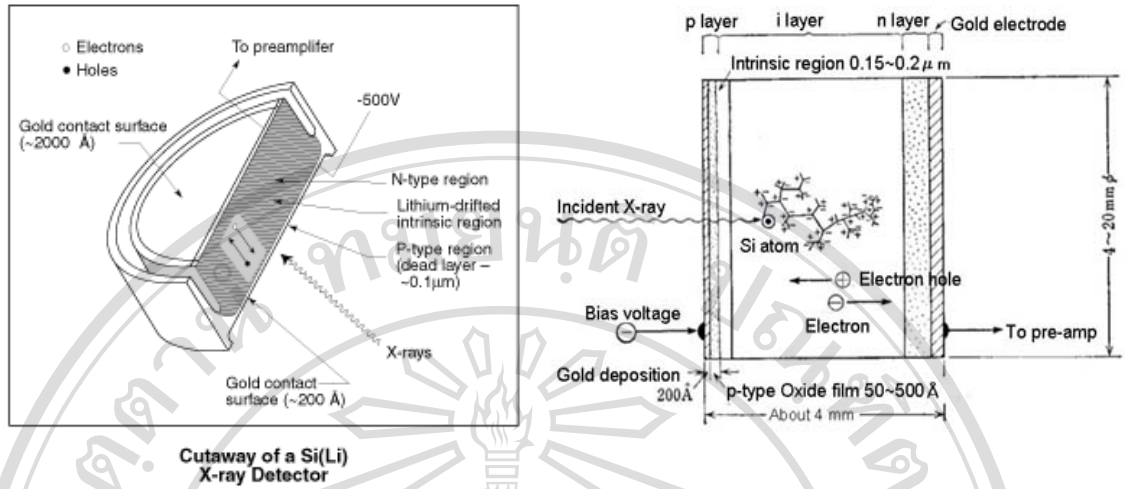
หัววัดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน เป็นชนิดสารกึ่งตัวนำ Si(Li) อ่านว่า ซิลลิ ซึ่งย่อมาจาก lithium-drifted silicon detector สร้างขึ้นโดยนำเอาผลึกของซิลิกอน (Si) ชนิดเอ็น (type n) และชนิดพี (type p) มาต่อกันเป็นรอยต่อพีเอ็น (pn-junction) ด้านชนิดพีจะถูกเคลือบด้วย Li แล้วนำไปอบให้ความร้อนทำให้อะตอมของ Li แพร่เข้าไปในที่ว่างในโครงสร้างของผลึกซิลิกอนชนิดพี ทำให้เกิด depletion layer หรือ intrinsic layer ขึ้นภายในมีลักษณะคล้ายผลึกบริสุทธิ์ ซึ่งส่วนนี้จะเป็นส่วนสำคัญที่ใช้ตรวจวัดรังสีเอกซ์ และ

ผิวหน้าของชนิดที่จะถูกเคลือบด้วยทองเพื่อทำจุดเชื่อมต่อดังแสดงในรูป ผ.ก. 12 และ 13 แสดง ส่วนประกอบของหัววัด

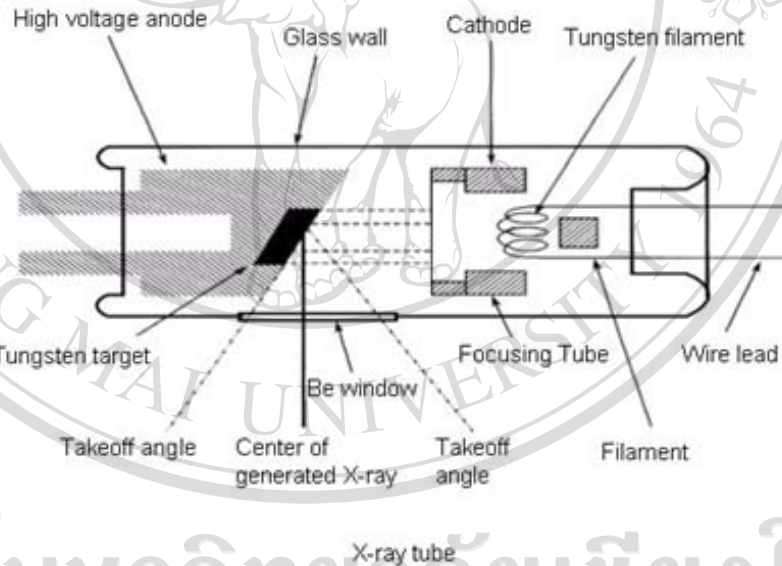


รูป ผ.ก. 11 หัววัดสำหรับตรวจวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน พร้อมถังทรงกระบอก ด้านบนใช้บรรจุไนโตรเจนเหลวเพื่อลดอุณหภูมิหัววัด (39-40)

ปกติแล้วการแพร่ของ Li จะเกิดขึ้นตลอดเวลา ถ้าไม่หยุดการแพร่ของ Li จะทำให้ประสิทธิภาพของหัววัดเสื่อมสภาพลงอย่างรวดเร็ว ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหล่อเย็นหัววัดไว้ในไนโตรเจนเหลวตลอดเวลาภายในนั้นจะเป็นสุญญากาศ จะมีแค่ส่วนปลายสุดเท่านั้นที่ไหลออกมา รับรังสีเอกซ์เพื่อลดการสูญเสียความชื้นจึงต้องเคลือบผิวหน้าของหัววัดด้วยวัสดุเฉพาะที่ดูดกลืนรังสีเอกซ์น้อยที่สุด ซึ่งก็คือ Be ซึ่งบางมากในระดับไมโครเมตร ขนาดของผลึกซิลิกอนที่ใช้มีขนาดประมาณ 30 mm^2 และหนา 3 mm



รูป ผ.ก. 12 ผลึกซิลิกอน Si(Li) ที่เป็นหัวตรวจวัดรังสีเอกซ์ (38)

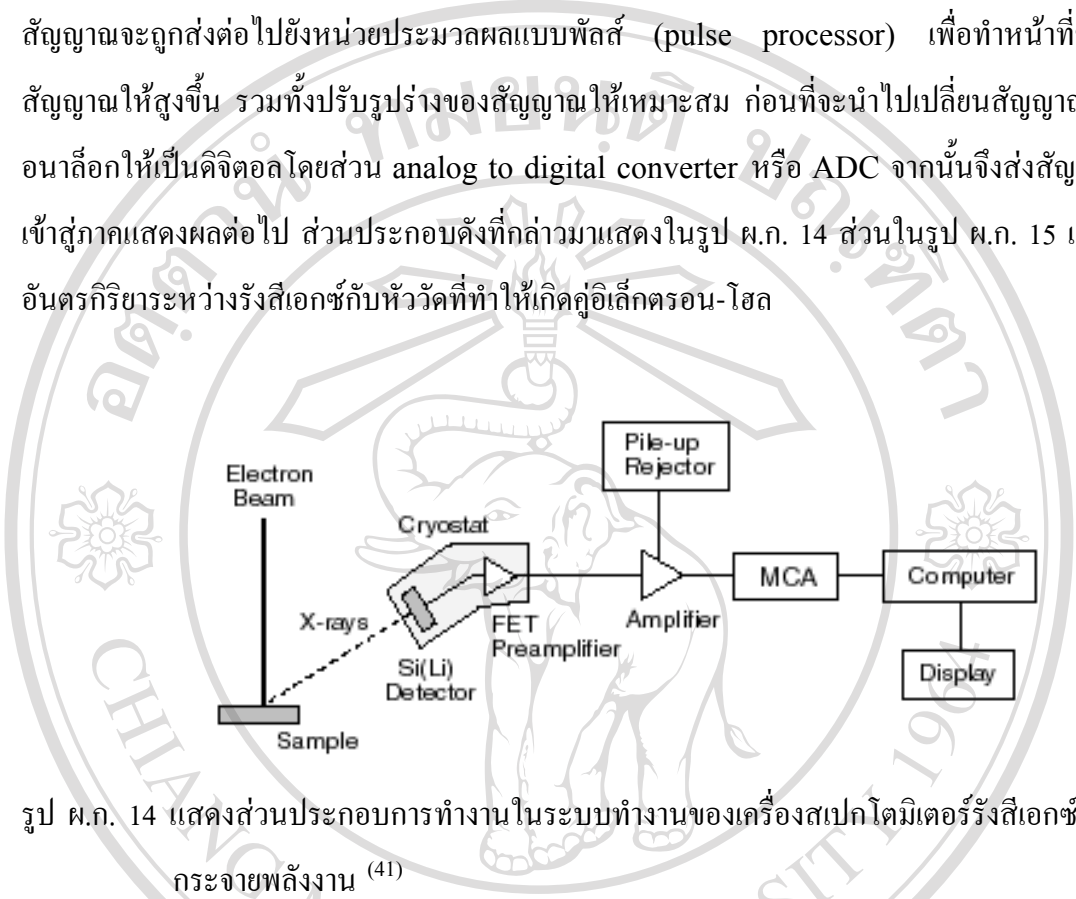


รูป ผ.ก. 13 แสดงส่วนประกอบของหัวตรวจวัดรังสีเอกซ์ (38)

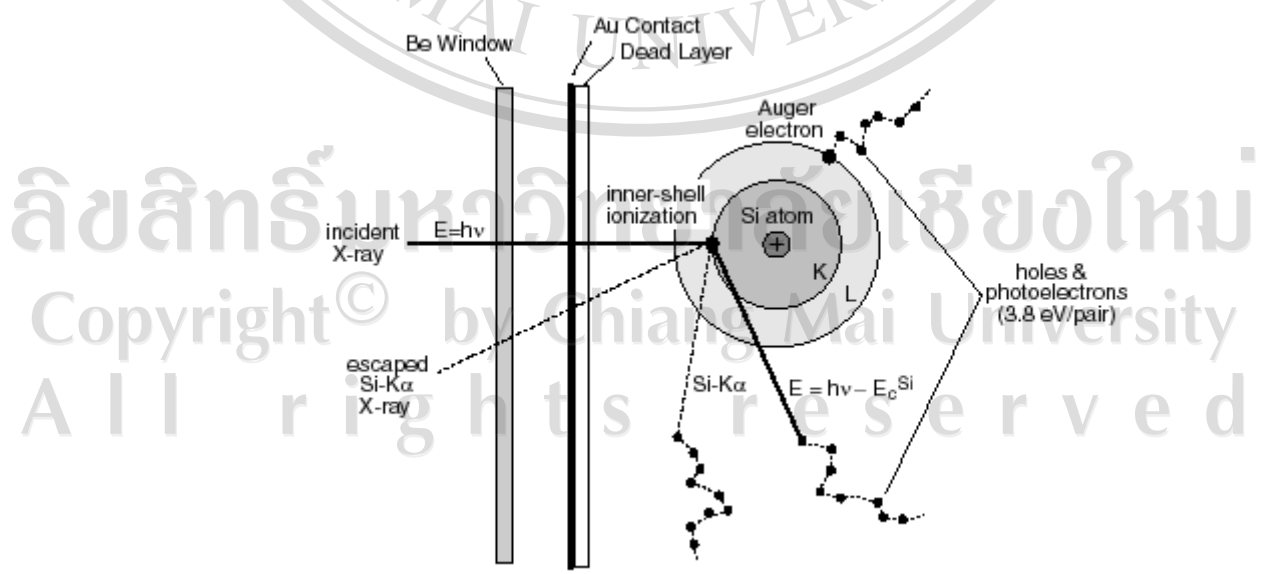
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

การใช้งานหัววัดจะต้องไบแอสกลับ (Reversed bias) ด้วยไฟฟ้า 500-600 V intrinsic layer จะมีความไวในการตรวจจับรังสีเอกซ์ ซึ่งอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดโฟโตอิเล็กตรอนเป็นคู่อิเล็กตรอน-โฮล (electron-hole pair) และการที่เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮลแต่ละคู่จะต้องรับพลังงานจากรังสีเอกซ์ครั้งละ 3.8 eV และเกิดขึ้นเรื่อยๆ จนกว่าพลังงานจะถูกใช้หมด

สัญญาณไฟฟ้าที่วัดได้จากอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับหัววัดจะถูกส่งไปยังพรีแอมพลิฟายเออร์ (pre-amplifier) เพื่อปรับสัญญาณจากหัววัดให้เป็นสัดส่วนกับพลังงานของรังสีและจากนั้นสัญญาณจะถูกส่งต่อไปยังหน่วยประมวลผลแบบพัลส์ (pulse processor) เพื่อทำหน้าที่ขยายสัญญาณให้สูงขึ้น รวมทั้งปรับรูปร่างของสัญญาณให้เหมาะสม ก่อนที่จะนำไปเปลี่ยนสัญญาณจากอนาล็อกให้เป็นดิจิทัลโดยส่วน analog to digital converter หรือ ADC จากนั้นจึงส่งสัญญาณเข้าสู่ภาคแสดงผลต่อไป ส่วนประกอบดังที่กล่าวมาแสดงในรูป ผ.ก. 14 ส่วนในรูป ผ.ก. 15 แสดงอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอกซ์กับหัววัดที่ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล



รูป ผ.ก. 14 แสดงส่วนประกอบการทำงานในระบบทำงานของเครื่องสเปกโทมิเตอร์รังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน⁽⁴¹⁾



รูป ผ.ก. 15 แสดงอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอกซ์กับหัววัดที่ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล⁽⁴²⁾

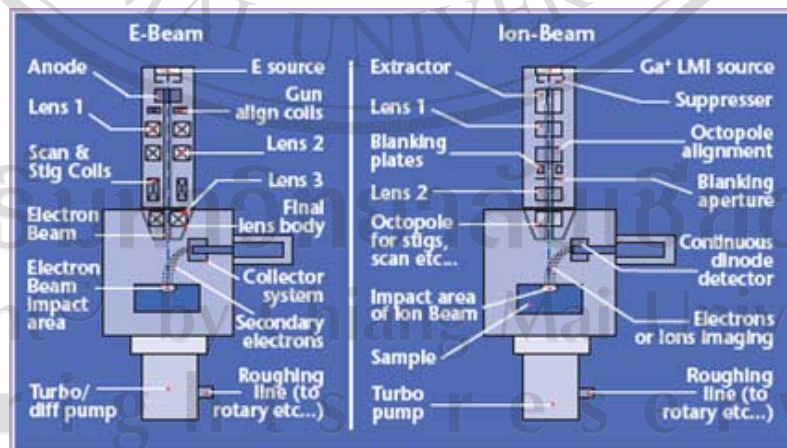
สำหรับรายละเอียดการวิเคราะห์เชิงปริมาณมีรายละเอียดปลีกย่อยทางเทคนิคมากมาย จึงไม่สามารถนำมาอธิบายได้ทั้งหมด แต่การวิเคราะห์นี้จะใช้ความเข้มข้นของสัญญาณรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณหรือความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในองค์ประกอบจากนั้นนำไปคำนวณโดยอาศัยหลักทางสถิติจะทำให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยใช้เทคนิค ZAF

ผ.ก.1.3 ไอออนบีม (Ion Beam)⁽⁵⁻⁷⁾

ผ.ก. 1.3.1 ส่วนประกอบของไอออนบีม

ระบบและหลักการทำงานของโฟกัสไอออนบีม (FIB) จะมีความคล้ายกับระบบและหลักการทำงานของ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) ดังแสดงในรูป ผ.ก. 16 ซึ่งเครื่องไอออนบีมจะมีส่วนประกอบหลักอยู่ 5 ส่วนได้แก่

1. Ion source
2. Column
3. Detector
4. Vacuum system
5. Gas Injection System (GIS)



รูป ผ.ก. 16 ระบบของไอออนบีม(FIB) และระบบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM)

ระบบของไอออนบีม เป็นระบบที่สร้างลำไอออนจากแหล่งกำเนิดไอออน และลำไอออนผ่าน ระบบควบคุมทางแสง (Optic chamber) ลงบนตัวอย่าง ซึ่งเป็นระบบสุญญากาศเพื่อหลีกเลี่ยงการรบกวนจากอนุภาคอื่น ๆ จากภายนอกซึ่งมีผลกับลำไอออนโดยตรง ลำไอออนนี้จะถูกนำมาใช้ในการสร้างภาพ (Imaging), การหลอมละลาย (Milling), การพอกหรือเคลือบ (Depositing) และ การฝังไอออน (Implantation) บนชิ้นงาน

- Ion source

ไอออนจะถูกสร้างขึ้นจากแหล่งกำเนิดไอออน (Ion Source) ซึ่งมีอยู่ 2 ประเภทได้แก่

- แหล่งกำเนิดไอออนโลหะเหลว (Liquid metal ion source, LMIS)

- แหล่งกำเนิดไอออนจากก๊าซประจุสนามไอออน (Gas field ionized Source, GFIS)

แหล่งกำเนิดไอออนโลหะเหลว ได้ถูกศึกษาเป็นครั้งแรกโดย Krohn ในศตวรรษที่ 60 ซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดไอออนที่ถูกนำมาใช้โดยทั่วไปกับระบบ FIB ต่อมาในศตวรรษที่ 70 ได้มีคณานักวิจัยอีกคนหนึ่งได้ทำการพัฒนาแหล่งกำเนิดไอออนจากก๊าซประจุสนามไอออนขึ้น แต่ไม่เป็นที่นิยม ในที่นี้จะเน้นอธิบายถึงแหล่งกำเนิดไอออนโลหะเหลวซึ่งอยู่ในระบบของเครื่อง FIB ที่ถูกใช้อย่างแพร่หลายในปัจจุบัน และจะใช้โลหะเหลวชนิดแกเรียม (Ga)

LMIS เป็นแหล่งกำเนิดไอออนที่นิยมใช้มากในปัจจุบัน ซึ่งส่วนใหญ่จะใช้ Ga ion การกำเนิดไอออนของ LMIS จะใช้หลักการทางกลศาสตร์ควอนตัมของกลไกในการปลดปล่อยพลังงานของสนาม (field emission) หรือ การระเหยเป็นไอของสนาม (field evaporation) ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในบริเวณที่มีแรงดึงเนื่องจากสนามไฟฟ้าแรงสูง สำหรับการเปลี่ยนเป็นไอออน (ionization) ของไอออนโลหะ เช่น Ga, In หรือ โลหะอัลลอยด์ Au-Si โลหะที่เกิดการหลอมเหลวในขณะที่จ่ายแรงดันไฟฟ้าประมาณ +8 kV จะไปปกคลุมส่วนปลายของ emitter ซึ่งโดยทั่วไปจะใช้ทั้งเสตด emitter เนื่องจากแรงดึงที่สูงที่บริเวณ emitter apex สามารถทำให้อะตอมของโลหะระเหยกลายเป็นไอออนออกมาได้ และไอออนเหล่านี้จะถูก บีบ (extracted) ผ่าน extraction aperture แล้วเร่งให้ผ่าน column ต่อไป

หลักการของ LMIS มาจากความรู้อันหนึ่งของ electro-hydrodynamic (EHD) และได้ถูกใช้ใน ระบบ FIB เป็นครั้งแรกในปี 1978 โดยลำไอออนจาก Ga LMIS ที่แรงดันไฟฟ้า 21 kV ได้ให้

ความสว่าง 0.9×10^5 A/cm² steradian และที่กระแสไฟฟ้า 10 μ A พลังงานขยายออก 12 eV นอกจาก Ga แล้วยังมีสารอื่นๆอีกหลายอย่างที่นำมาใช้ทำเป็น LMIS ได้ ยกตัวอย่างเช่น ทองคำ (Au), ซีเซียม (Ze), ปรอท (Hg) และโลหะอัลลอยด์ อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาในเรื่องราคา และผลที่ได้ออกมาจากสารทั้งหมด พบว่า Ga เป็นสารที่มีความเหมาะสมต่อการใช้งานมากที่สุด ดังตาราง ผ.ก. 2

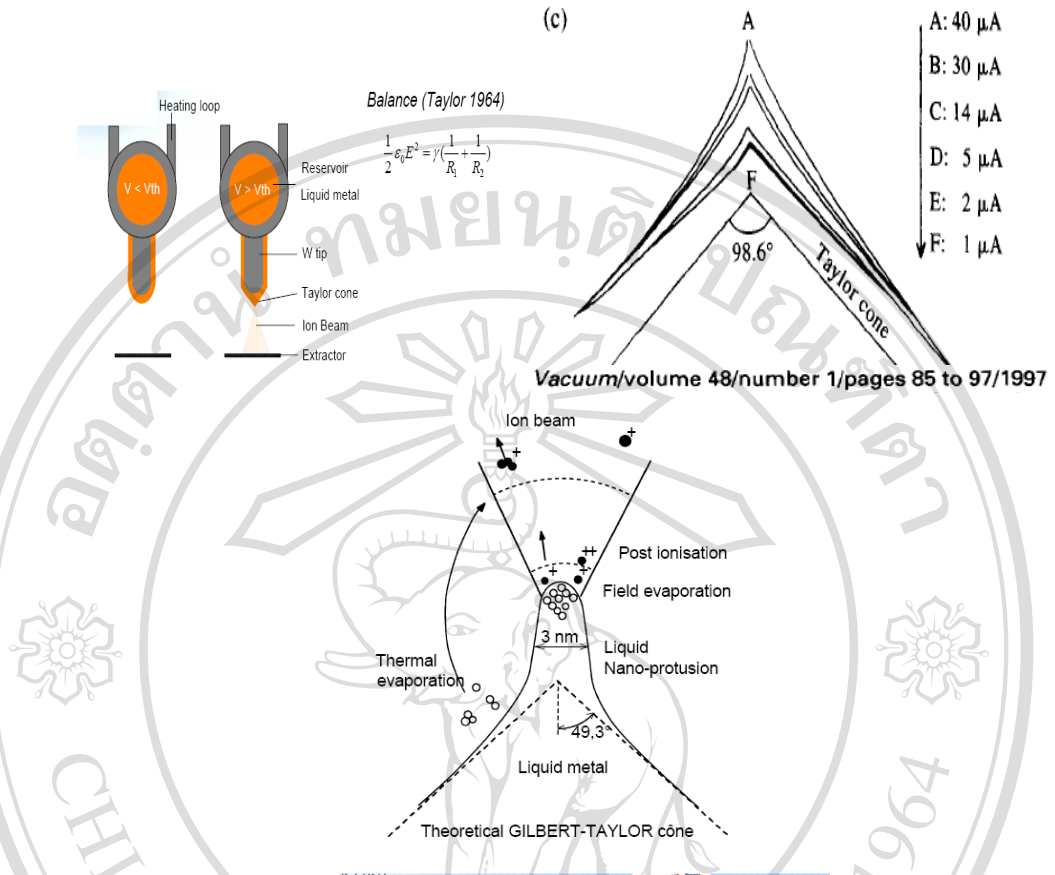
ตาราง ผ.ก. 2 เปรียบเทียบธาตุหลักที่นำมาใช้ทำเป็น LMIS

Table 1. Comparison between field strengths E_p derived from relative-abundance measurements and field strengths E_{fc} characteristic of field evaporation (see text).

Material of LMIS	Relative abundance M^{++}/M^+ at i 10 μ A	E_p derived (V/nm)	E_{fc} for M^+ calculated (V/nm)	E_{fc} for M^+ observed (V/nm)
Al	2.2×10^{-3}	20	19	27
Ga	9×10^{-5}	21	15	15
In	2×10^{-5}	17	13	—
Au	1.5	35	53	35
Bi	2.3×10^{-2}	19	18	—

LMIS จะมีเงื่อนไขการปลดปล่อยไอออนอยู่ 2 เงื่อนไข กล่าวคือ

1. รัศมีของปลายหัวของ LMIS (Tip) จะต้องมีย่านเล็กพอที่จะทำให้เกิด field evaporation ขึ้นเมื่อตอบสนองกับสนามไฟฟ้า ซึ่งไอออนเกิดขึ้นโดย field evaporation
2. ปลายหัวของ LMIS (Tip) ที่เกิดขึ้นจาก Cone ที่อยู่ในสนามไฟฟ้า ซึ่งเมื่อ ปลายของ LMIS อยู่ในสนามไฟฟ้าแล้ว Cone หรือ Tip จะเกิดการงอกตัวขึ้นมา แล้วต่อมา field evaporation จะสร้างไอออนให้เกิดขึ้น



รูป ผ.ก. 17 ปลายหัวของ LMIS (Tip) ที่เกิดขึ้นจาก Cone ที่อยู่ในสนามไฟฟ้า และรัศมีของปลาย LMIS

Emitter ที่สร้างขึ้นมาจากหัวโลหะ single crystal เช่น ทังสเตน (W) หรือ โรเดียม (Rh) จะถูกจ่ายไฟฟ้าแรงดันสูง ทำให้เกิดสนามไฟฟ้าขึ้นบน Emitter ที่เรียกว่า Emitter apex ซึ่งจะมีคุณสมบัติที่แปรผันตรงกับ $1/r$ (เมื่อ r คือ รัศมีที่ปลายยอดแหลมของ emitter) ต่อมาโมเลกุลก๊าซที่อยู่รอบๆจะถูกดึงดูดเข้าไปยังบริเวณของ emitter apex ซึ่งเป็นบริเวณที่มีสนามไฟฟ้าแรงสูงทำให้ก๊าซเหล่านั้นมี polarization energy เปลี่ยนไป ตามสมการ ผ.ก. 3

$$P = \frac{1}{2} \alpha E^2 \dots\dots\dots (\text{ผ.ก. 3})$$

เมื่อ α คือ polarizability

Ga LMIS ให้ความสว่างและความเข้มเชิงมุมที่สูงมาก โดยมีความเข้มประมาณ 17 $\mu\text{A/steradian}$ (ทรงกลม= 4π steradian) และความสว่างประมาณ 10^6 A/cm^2 steradian การที่อิเล็กตรอนถูกยึดให้อยู่ใกล้กับนิวเคลียสจึงให้มองคล้ายกับว่ามีกำแพงศักย์กั้นอยู่ และกำแพงศักย์นี้จะถูกทำลายลงโดยการให้สนามไฟฟ้าแรงสูง 10^8 V/cm แก่ emitter apex ทำให้เกิด field emission ion source ขึ้น ส่งผลให้เกิดอิเล็กตรอนหนึ่งตัวหรือมากกว่านั้น ทะลุผ่านกำแพงศักย์ ออกมาเป็นไอออนประจุบวก เมื่อจ่ายสนามไฟฟ้าแรงสูงให้แก่ LMIS แหล่งกำเนิดซึ่งประกอบไปด้วย metal substrate และ emitter จะสร้าง tip ที่มีรัศมีเล็กๆออกมา ซึ่ง tip นี้จะมีรูปร่างเป็น cone ที่มีชื่อเรียกว่า Taylor cone ซึ่งมีครึ่งของมุมที่ปลายประมาณ 49° และ tip นี้จะถูกสร้างขึ้นบนพื้นผิวของ metal substrate ทำให้ substrate ถูกเคลือบด้วย Ga ซึ่งเมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่ LMIS สนามไฟฟ้ามีแรงดันเพียงพอจะส่งแรงดันนี้ไปให้กับ Ga ทำให้ Ga ไหลออกไปเคลือบ substrate ในรูปแบบที่เรียกว่า Taylor cone ซึ่งเป็นส่วนที่มีรูปร่างเป็นรูป cone ซึ่งต่อออกไปจากปลายของ LMIS โดยการให้แรงดันไฟฟ้าแก่ substrate สนามไฟฟ้าและแรงดึงดูดที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดการฟอรัมตัวของ cone และต่อมาจึงเกิดกระบวนการปลดปล่อยไอออน เมื่อแรงดันที่ให้เข้าไปทำให้กระแสสูงขึ้นระดับ 200 $\mu\text{A/kV}$ จะทำให้กระบวนการปลดปล่อยไอออนเริ่มต้นขึ้น ซึ่ง ณ จุดนี้ความหนาแน่นของกระแสที่พื้นผิวของของเหลวจะมีค่าประมาณ 10^8 A/cm^2 ที่ Taylor cone ซึ่งมีส่วนที่ยื่นออกมาด้วยรัศมีที่ปลาย 20 \AA จะทำให้การปลดปล่อยไอออนเนื่องจากสนามของการระเหยกลายเป็นไอที่ส่วนที่ยื่นออกมานี้ คุณสมบัติของแหล่งกำเนิดไอออนที่นำมาใช้งาน จะถูกวัดจากค่าความสว่าง ตามนิยาม ผ.ก. 4

Emission current density per solid angle

$$B = \frac{I}{A\Omega} \dots \dots \dots (\text{ผ.ก. 4})$$

หน่วย $\text{A/cm}^2\text{steradian}$

I คือ กระแสที่ปล่อยออกมา

A คือ พื้นที่ของแหล่งกำเนิด

Ω คือ มุมตันที่ซึ่งแหล่งกำเนิดไอออน ถูกทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลง

ถ้ากำหนดให้แรงดันไฟฟ้า (V_s) ซึ่งเป็นค่าที่วัดได้จากตำแหน่งของแหล่งกำเนิดและตำแหน่งของการวัด เราสามารถหาตัวแปรพิเศษอีกตัวหนึ่ง ที่มีชื่อว่า ความสว่างจำเพาะได้แก่

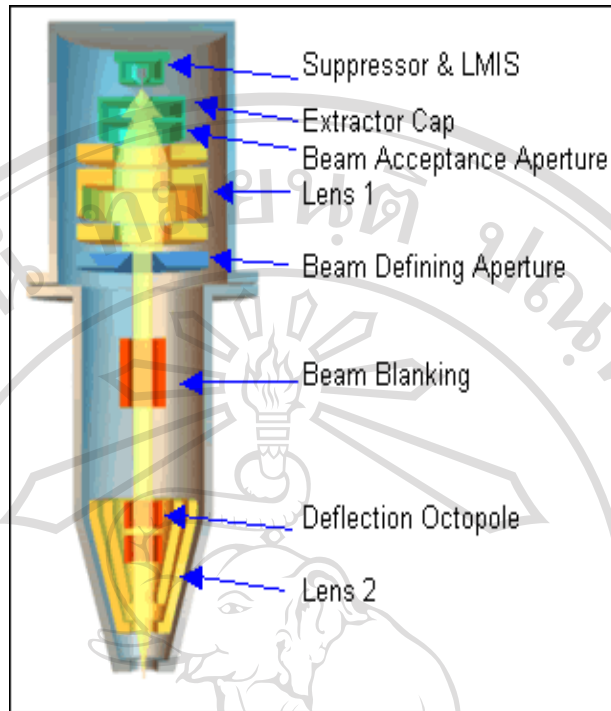
$$\beta = \frac{B}{V_s} \dots \dots \dots (\text{ผ.ก. 5})$$

แต่อย่างไรก็ตามความสว่าง (B) เป็นค่าที่มักถูกนำมาใช้ในการอ้างอิงมากที่สุด

The Column

Column เป็นองค์ประกอบหลักตัวต่อไปของระบบ FIB ซึ่งเป็นบริเวณที่ไอออนจากแหล่งกำเนิดถูกโฟกัสลงบนตัวอย่าง และลักษณะการทำงานก็เหมือน การอนุกรมของเลนส์ประกอบที่ทำหน้าที่ ในการโฟกัสแสงจากแหล่งกำเนิด ในระนาบหนึ่งลงไปบนอีกระนาบหนึ่ง โดย FIB column ประกอบไปด้วย

- Column house ของ LMIS (Suppressor & LMIS)
- Beam acceptance aperture (BAA)
- Electrostatic Lens
- Aperture ที่สามารถเปลี่ยนค่าได้โดยอัตโนมัติ (AVA)
- Beam blanking เป็นตัวปิด-เปิดลำไอออน
- Deflection Octopole หรือ parallel plate ตัวเบี่ยงเบนลำไอออน



รูป ผ.ก. 18 ส่วนประกอบของ Ion beam column

ส่วนโครงสร้าง (Structure secure) และส่วนที่ใช้ในการปรับแนวโฟกัส (aligns the focusing elements) สำหรับ LMIS จะถูกยึดติดอยู่บน stage ที่ติดอยู่ตรงแกนกลางของ column และการที่ ion column ทำงานใน High vacuum ก็เพื่อหลีกเลี่ยงการถูกรบกวนจากโมเลกุลต่างๆ ที่อยู่ในอากาศ

ขนาดของลำไอออนและความหนาแน่นของกระแสจะถูกจำกัดเอาไว้ด้วย Chromatic aberration และขนาดของแหล่งกำเนิดไอออน ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของลำแสง ที่ถูกโฟกัสลงบนตัวอย่างสามารถหาได้จากสมการ ผ.ก. 6

$$d_c^2 = d_s^2 M^2 + d_c^2 \dots \dots \dots (\text{ผ.ก. 6})$$

เมื่อ d_s คือ ขนาดของแหล่งกำเนิด M คือ กำลังขยาย

d_c คือ ขนาดที่เปลี่ยนแปลงไป เนื่องจากผลของการ Chromatic aberration

โดยที่ Chromatic aberration เป็นไปตามสมการ ผ.ก. 7

$$\Delta d_o = 2C_{co} M \alpha_o \frac{\Delta E}{E} \dots \dots \dots (\text{ผ.ก. 7})$$

C_{co} คือ สัมประสิทธิ์ของ Chromatic aberration ซึ่งมาจากขอบของแหล่งกำเนิดไอออน (Source side)

α_o คือ ครึ่งมุมของลำไอออน

M คือ กำลังขยายของระบบ

E คือ พลังงานสุดท้ายของไอออน

ΔE คือ พลังงานที่กระจายออกไป

แต่เนื่องจาก สัมประสิทธิ์ของ Chromatic aberration เป็นค่าที่มีความซับซ้อนเนื่องจากมีปัจจัยที่เกี่ยวข้องหลายปัจจัย อีกทั้ง ขึ้นอยู่กับ Lay out ของอิเล็กโทโรด และค่าพลังงานศักย์ไฟฟ้าของอิเล็กโทโรด ที่อยู่ในเลนส์ไฟฟ้าสถิต (electrostatic lens) ทั้งหมดที่อยู่ใน ion column ดังนั้น การคำนวณค่าเส้นผ่านศูนย์กลางของลำไอออนจึงสามารถคำนวณได้ง่ายกว่าและสามารถที่จะคำนวณสัมประสิทธิ์ของ Chromatic aberration โดยหาเงื่อนไขบังคับที่จะทำให้เกิดสัมประสิทธิ์ของ Chromatic aberration น้อยที่สุด โดยทำการคำนวณย้อนกลับจากค่าของเส้นผ่านศูนย์กลางของลำไอออน ระบบที่มีค่า Chromatic aberration ต่ำได้ถูกออกแบบตามแนวทางที่สะดวกมาก ซึ่งสามารถทำนายว่า จะได้รับความหนาแน่นกระแสที่สูงขึ้นไปถึง 20 เท่า โดยเกิดจากการลดระยะทำการลง (Working distance) เพราะการลด working distance จะมีส่วนในการลดกำลังขยายของบริเวณที่ไม่ได้สนใจลง

เลนส์ที่ใช้ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ใช้สนามแม่เหล็กเพื่อเบนลำอิเล็กตรอนแต่ด้วยเหตุที่ว่า ไอออนนั้น มีมวลสูงกว่าอิเล็กตรอนมาก และเคลื่อนที่ได้ช้ากว่า ดังนั้นหากใช้หลักการเดียวกันกับที่ใช้ใน SEM จะต้องหาสนามแม่เหล็กที่มีกำลังสูงกว่ามากๆ ซึ่งเป็นสิ่งที่ยากที่จะสร้างขึ้นมา เพื่อแก้ปัญหานี้ เลนส์สำหรับควบคุมไอออนที่ใช้อยู่โดยทั่วไปนั้น จึงเป็นเลนส์ไฟฟ้าสถิต (electrostatic lens) และประกอบด้วยกลไกอยู่ 2 ส่วน เพื่อทำการ washer shaped electrode ที่ศักย์ไฟฟ้าสูง โดยการวางเลนส์เหล่านี้ให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางซ้อนทับกัน ทำให้เราสามารถควบคุมลำไอออนให้เบนไปในตำแหน่งที่ต้องการได้และลำไอออนนี้จะถูกเร่งโดยสนามไฟฟ้าต่อไป ซึ่ง

สนามไฟฟ้าเป็นสัดส่วนโดยตรงกับระยะห่างจากแกน ดังนั้นการใช้สนามไฟฟ้าเพื่อเบนลำไอออน จึงต้องออกแบบให้สนามมีสมมาตรแบบทรงกระบอกรอบๆ แกนลำไอออน

ดังที่กล่าวมาแล้วว่าใน optical lens แบบธรรมดา จะมีข้อจำกัดในการใช้งาน เนื่องจากการ Chromatic aberration ซึ่งเกิดขึ้น เมื่อเลนส์ที่นำมาใช้มีความยาวโฟกัสที่แตกต่างกันสำหรับความยาวคลื่นของแสงที่ต่างกันในการทำนองเดียวกัน ข้อจำกัดในการใช้งาน ส่วนใหญ่ของ FIB Column คือ Chromatic aberration เนื่องมาจากความยาวโฟกัสของ electrostatic lens ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานของลำไอออน เพราะที่ผิวของ LMIS นั้นจะมีความหนาแน่นของกระแสที่สูงมาก ทำให้ลำไอออนมีการกระจายของพลังงานประมาณ 5 eV หรือมากกว่านั้น ดังนั้นจึงต้องออกแบบ Column เพื่อทำให้ Chromatic aberration เกิดขึ้นน้อยที่สุด ซึ่งจะช่วยให้เราได้ High spatial resolution

การใช้ Electrostatic lens เพื่อโฟกัสลำไอออนที่กระจายออกมาจากแหล่งกำเนิดไปตกยังจุดต่างๆบนชิ้นงาน ซึ่งจุดนี้สามารถทำให้เบนไปจากพื้นที่ที่ถูกเลือก การทำให้ลำไอออนสามารถเบนไปได้นี้ ออกแบบสร้างขึ้นเพื่อตอบสนองกับข้อจำกัดบางอย่างของระบบ เช่น ความเร็วในการเขียน และขนาดของสนามไฟฟ้า เป็นต้น ถ้าสนามไฟฟ้าตามขวาง

$$\frac{V_x}{d_0} = E \dots\dots\dots(\text{ผ.ก. 8})$$

โดยการใช้หลักการตาม Classical mechanic จะทำให้สามารถนิยามมุมของการเบี่ยง (θ) ได้ดังนี้
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved

$$\theta = \frac{eV_x L}{d_0 m v_z^2} \dots\dots\dots(\text{ผ.ก. 9})$$

สมมุติว่า ไอออนถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้า V_z นั่นคือ $eV_z = \frac{m v_z^2}{2}$

ดังนั้น
$$\theta = \frac{V_x L}{V_z d_0} \dots\dots\dots(\text{ผ.ก. 10})$$

หมายความว่า การกระจายพลังงาน ΔE ของไอออนจะนำไปสู่รอยละเอียดของลำไอออนในทิศทางของการเบน

$$\frac{\Delta x}{x} = - \frac{\Delta E}{eV_g} \dots \dots \dots (\text{ผ.ก. 11})$$

เพื่อการเบนลำแสง สร้างรูปร่างของลำไอออนโดยใช้ stigmator โดยการจ่ายแรงดันให้แก่ deflector plates จะทำให้ stigmator ทำการปรับรูปทรงของลำไอออน ซึ่งโดยวิธีการนี้จะทำให้สามารถกำจัดรูปทรงที่ผิดรูปได้ใน focusing column ได้ ทำให้ spot shape บนพื้นผิวชิ้นงาน ได้ถูกปรับปรุง ส่งผลให้ได้ภาพที่ชัดเจน และปรับปรุงประสิทธิภาพของการ milling ให้ดีขึ้น

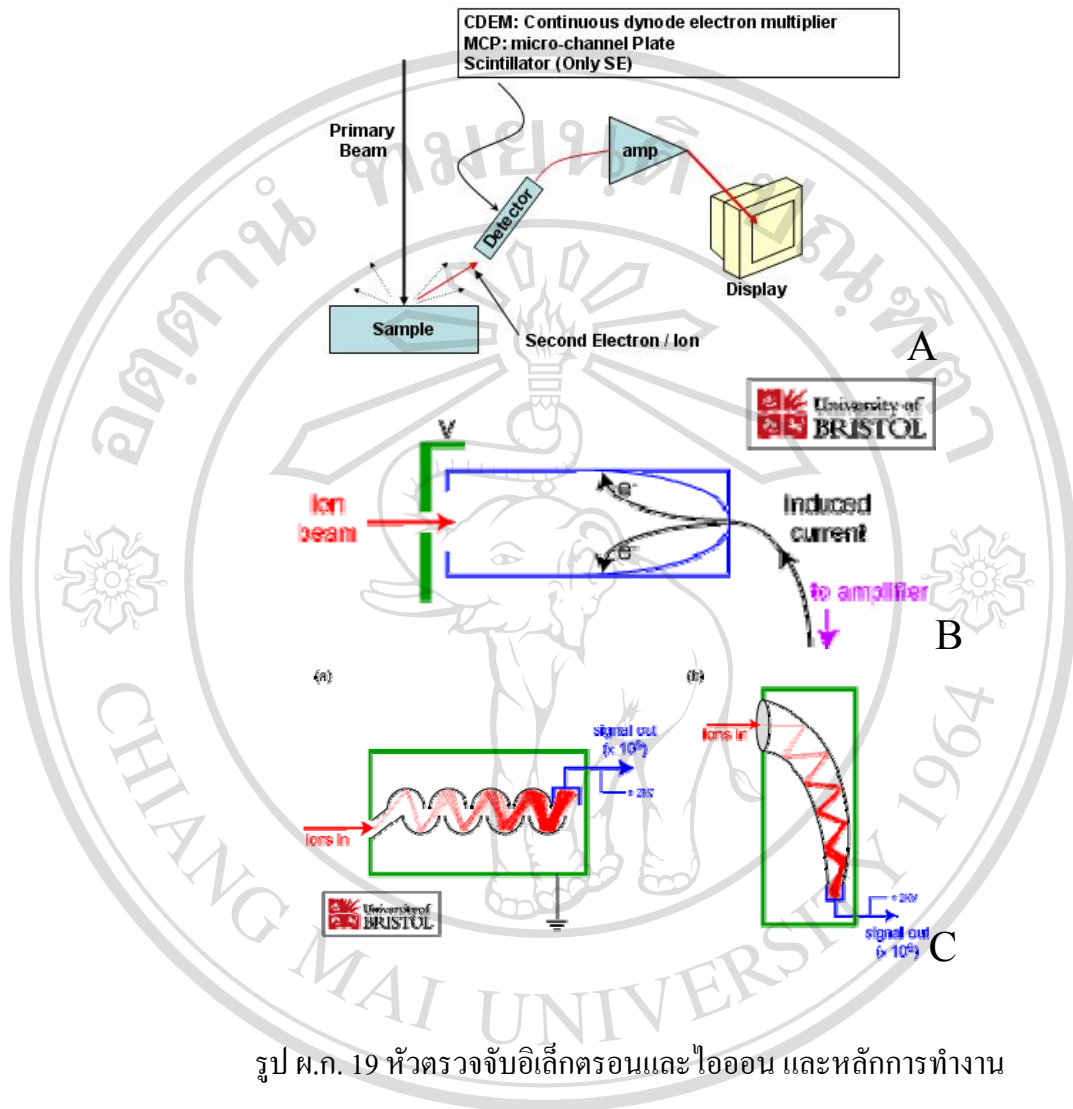
นอกจากนี้ การปิด-เปิดลำไอออน โดยการเบนลำไอออนยังเป็นสิ่งสำคัญอีกส่วนหนึ่งเพราะ ส่วนนี้เป็นส่วนที่จำเป็นต่อการ Milling ซึ่งเรียกว่า beam blanking ทำได้ด้วยการเบนลำไอออน ขณะที่ลำไอออนอยู่เหนือ aperture เมื่อลำไอออนมี cross over ตัว beam blanker จะทำการเบนลำไอออนให้มีทิศตั้งฉากกับเส้นทางเดินของลำไอออนสิ่งที่เกิดขึ้นก็คือ ลำไอออนจะถูกเบนออกไปตามแนวขวางก่อนแล้วจะถูกกราดออกไปจาก aperture

- สัญญาณจากไอออน

Electron emission เกิดขึ้นเมื่อไอออนพลังงานสูงกระทบลงบนพื้นผิวชิ้นงาน อิเล็กตรอน

ถูกใช้ในการสร้างภาพจากพื้นผิวด้วย FIB ในแนวทางเดียวกันกับ SEM

- Detector



รูป ผ.ก. 19 หัวตรวจจับอิเล็กตรอนและไอออน และหลักการทำงาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved

หัวตรวจจับอิเล็กตรอนและไอออน จะต้องมีพลังงานมากพอเพื่อที่จะดึง อิเล็กตรอนและไอออนที่หลุดมาจากพื้นผิวของชิ้นงานที่มีพลังงานต่ำเข้ามาได้ หัววัดจะประกอบด้วย

- Scienlator เป็นตัวแปลงแสงที่เกิดจากพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนเมื่อวิ่งเข้าชนในรูป ผ.ก. 19B

- Optical contact ทำหน้าที่นำส่งแสง
- Photomultiplier ทำหน้าที่ขยายสัญญาณโดยมีการเปลี่ยนแสงให้เป็นอิเล็กตรอนแล้วสร้าง Secondary electron ให้เพิ่มขึ้น ในรูป ผ.ก. 19C

หัวของ Scientlator เป็นแผ่นโลหะบางๆ มีค่าไฟฟ้าสูง ประมาณ 10 kV เป็นตัวดึงอิเล็กตรอนมาที่หัวของมัน เมื่ออิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนจะเกิดแสง จากนั้นนำแสงส่งต่อไปยัง Fiber optic เพื่อส่งผ่านเข้าไปในหลอด Photomultiplier ที่ทำหน้าที่เพิ่มอิเล็กตรอนในแต่ละช่วง ซึ่งจะเพิ่มขึ้นได้ประมาณ 10^6 ซึ่งใน Photomultiplier มีขั้วเรียกว่า Dynodes จำนวน 8 ชุด มีศักย์ไฟฟ้าสูงตามลำดับของแต่ละชั้นสัญญาณที่ได้จะเป็นสัญญาณภาพ

- Vacuum system

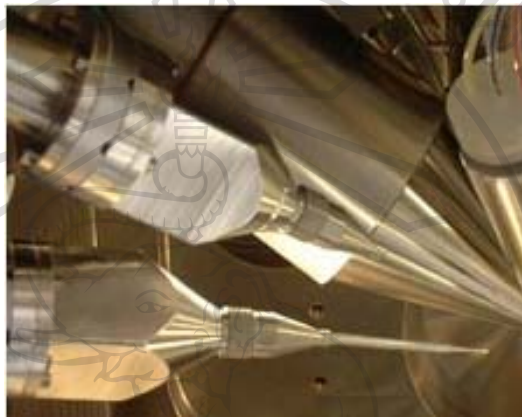
ระบบสุญญากาศจะทำหน้าที่สูบอากาศออกจากคอลัมน์และห้องใส่ตัวอย่าง เพื่อป้องกันไม่ให้อิเล็กตรอนวิ่งชน โมเลกุลของอากาศ ที่อาจเกิดความสกปรก และเสียหายต่อ Filament และคอลัมน์ได้ ระบบทำสุญญากาศนี้จะประกอบด้วยอุปกรณ์ 2 ส่วน คือ

1. เครื่องสูบอากาศแบบโรตารี (mechanical rotary pump) ชนิดแห้ง
2. เครื่องสูบอากาศแบบเทอร์โบปั๊ม (Turbo pump)

ซึ่งระบบสุญญากาศนี้จะต้องทำให้ความดันในระบบของ FIB ต่ำมากประมาณ $10^{-5} - 10^{-8}$ ทอร์ โดยเครื่องสูบอากาศโรตารี จะทำการสูบอากาศออกให้ระบบของ FIB อยู่ในระดับ 10^{-4} ทอร์ ก่อนและหลังจากนั้นระบบของเครื่องก็ตรวจสอบความดันนี้เมื่อได้ตามที่ระบบกำหนด แล้วระบบก็จะเปิดลิ้นควบคุมการสูบอากาศเปิดทางให้เครื่องสูบอากาศ แบบเทอร์โบทำงานร่วมกัน ซึ่งความดันของระบบ FIB จะสามารถลดความดันลงในระดับน้อยกว่า 10^{-5} torr เป็นต้นไปจะทำให้ SEM ที่ใช้ filament และ FIB เริ่มทำงานได้

- **Gas injection system (GIS)**

ซึ่งเป็นระบบลำเลียงโมเลกุลของ สารประกอบโลหะ ในสถานะก๊าซ (Gas delivery) ด้วย หัวฉีดเป็นท่อขนาดเล็กไปส่งถึงบริเวณพื้นผิวเป้าหมายที่ต้องการพอกทับ (deposition) และเพิ่ม การกัดเซาะ (enhanced etch) บนพื้นผิวชิ้นงานได้

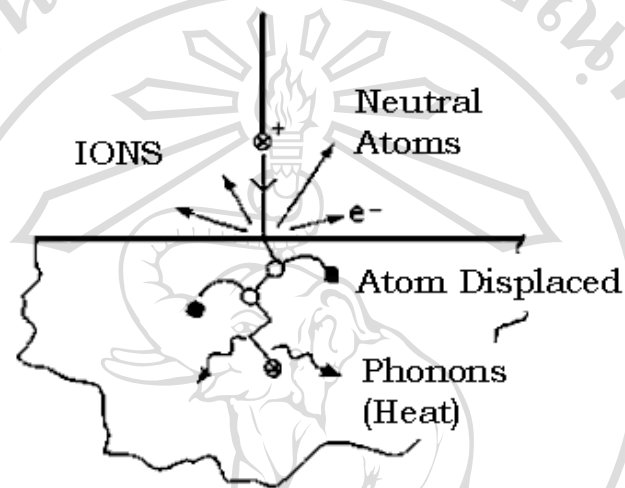


รูป ผ.ก. 20 Gas injection system

Gas injection system (GIS) เป็นระบบนำส่งก๊าซเพื่อช่วยในการ sputter โลหะบางชนิด ได้แก่ Platinum และ Tungsten ซึ่งอยู่ในรูปของสารประกอบ $(\text{CH}_3\text{CH}_5)(\text{CH}_3)_3\text{Pt}$ และ $(\text{W}(\text{CO})_6)$ ตามลำดับ สำหรับการพอกทับ นั้น จะอาศัย Gallium Ion Beam แยกสลายโลหะ ออกมาตามกระบวนการ IBID (Ion beam induced deposition) ซึ่งเป็นเทคนิคในการใช้โลหะ ในการเขียนลวดลายต่างๆ โดยมากแล้วก๊าซตั้งต้น (Precursor gas) จะเป็นสารประกอบโลหะที่ ระเหยกลายเป็นไอได้ยาก เมื่อถูก ไอออนบีม จะเกิดการ แยกองค์ประกอบที่ไม่ใช่โลหะออก ทำให้ เหลือเฉพาะส่วนของโลหะ พอกทับไปบนชิ้นงานตามที่ต้องการ เช่น ใช้ในการกระบวนการเชื่อม พอก และประดิษฐ์ขึ้นรูปต่างๆได้

ผ.ก. 1.3.2 การเปรียบเทียบระหว่าง ลำอิเล็กตรอนกับลำไอออนใน FIB

อันตรกิริยาระหว่างไอออนกับชิ้นงาน เมื่อลำไอออนถูกโฟกัสลงบนผิวชิ้นงาน สามารถที่จะเกิดอันตรกิริยาระหว่างลำไอออนได้หลายประการ ดังแสดงไว้ในรูป ผ.ก. 21



รูป ผ.ก. 21 ลักษณะการชนของลำไอออนบนผิวชิ้นงาน

การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) เมื่อลำไอออนเคลื่อนที่มาชนกับผิวชิ้นงาน ลำไอออนจะถ่ายเทพลังงานจลน์ให้กับอะตอมที่ผิวของชิ้นงานนั้น และทำให้อะตอมของตัวอย่างที่อยู่ในระดับความลึกต่างๆ ได้รับอันตรกิริยาที่แตกต่างกัน โดยผลของอันตรกิริยาที่ได้จากการชนแบบนี้ เช่น Secondary electrons, Sputtered material, Secondary ion, Gallium ions ดังนั้นจะเห็นว่าการชนในแบบนี้เราจะได้สัญญาณออกมาหลายชนิด โดยแต่ละชนิดจะบ่งบอกถึงองค์ประกอบของตัวอย่างที่แตกต่างกันออกไป ทั้งลักษณะของภาพจากสัญญาณ Secondary electrons จนถึงการใช้วิเคราะห์เชิงคุณภาพ

ตาราง ผ.ก. 3 เปรียบเทียบระหว่างลำอิเล็กตรอนกับลำไอออน

Particle	type	FIB Ga ⁺ ion	SEM electron	Ratio
	elementary charge	+1	-1	
	particle size	0.2 nm	0.00001 nm	20'000
	mass	1.2 .10 ⁻²⁵ kg	9.1.10 ⁻³¹ kg	130'000
	velocity at 30 kV	2.8.10 ⁵ m/s	1.0 10 ⁸ m/s	0.0028
	velocity at 2 kV	7.3.10 ⁴ m/s	2.6.10 ⁷ m/s	0.0028
	momentum at 30 kV	3.4.10 ⁻²⁰ kgm/s	9.1.10 ⁻²³ kgm/s	370
	momentum at 2 kV	8.8.10 ⁻²¹ kgm/s	2.4.10 ⁻²³ kgm/s	370
Beam	size	nm range	nm range	
	energy	up to 30 kV	up to 30 kV	
	current	pA to nA range	pA to uA range	
Penetration depth	In polymer at 30 kV	60 nm	12000 nm	
	In polymer at 2 kV	12 nm	100 nm	
	In iron at 30 kV	20 nm	1800 nm	
	In iron at 2 kV	4 nm	25 nm	
Average electrons signal per 100 particles at 20 kV	secondary electrons	100 - 200	50 - 75	
	back scattered electron	0	30 - 50	
	substrate atom	500	0	
	secondary ion	30	0	
	x-ray	0	0.7	

จากตารางจะสังเกตเห็นความแตกต่างหลายอย่างระหว่างลำไอออนกับอิเล็กตรอน ดังนี้

- เมื่อพิจารณาในเรื่องของอนุภาค ในเครื่อง FIB ใช้อนุภาคของ Ga⁺ Ion ซึ่งมีประจุตรงข้ามกับอิเล็กตรอนใน SEM ที่เป็นประจุลบ ซึ่งอนุภาคของไอออน มีขนาดใหญ่กว่า อิเล็กตรอนถึง 20000 เท่า มีน้ำหนักมากกว่าอิเล็กตรอนถึง 130000 เท่า มีความเร็วที่ 30 kV และ 2 kV สูงกว่าอิเล็กตรอนถึง 0.0028 เท่า และมีโมเมนตัม สูงกว่าอิเล็กตรอนถึง 370 เท่า จึงทำให้เกิดการ milling ได้ดี ดังตาราง ผ.ก. 3
- เมื่อพิจารณาในเรื่องของลำไอออนในเครื่อง FIB ใช้ลำไอออนที่มีขนาด พลังงาน และกระแส ในช่วงเดียวกันกับ ลำอิเล็กตรอนใน SEM

3. เมื่อพิจารณาในเรื่องของความลึกของการทะลุผ่านของลำไอออนในเครื่อง FIB ในวัสดุ โพลีเมอร์ และโลหะเหล็ก ที่ 30 kV และ 2 kV จะดีกว่าลำอิเล็กตรอนในเครื่อง SEM ซึ่งจะสังเกตเห็นได้ว่าภาพที่ได้จากลำไอออนจะเป็นภาพที่พื้นผิวจริง มากกว่าลำอิเล็กตรอน
4. เมื่อพิจารณาอันตรกิริยาของลำไอออนในเครื่อง FIB
 - จำนวนของ secondary electrons ในเครื่อง FIB มีจำนวนมากกว่า SEM
 - FIB มีอะตอมของพื้นผิวชั้นงานหลุดออกมาได้ แต่ SEM ไม่มี
 - FIB มี secondary ion เกิดขึ้นแต่ SEM ไม่มี
 - FIB ไม่มี back scattered electron แต่ SEM มี
 - FIB ไม่มี X-ray แต่ SEM มี เนื่องจากอนุภาคของไอออนมีขนาดใหญ่ไม่สามารถเข้าไปทำปฏิกิริยาในชั้นของอิเล็กตรอนชั้นใน ได้จึงไม่เกิด x-ray
 - FIB ใช้เลนส์ไฟฟ้า แต่ SEM ใช้เลนส์แม่เหล็ก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright© by Chiang Mai University
 All rights reserved

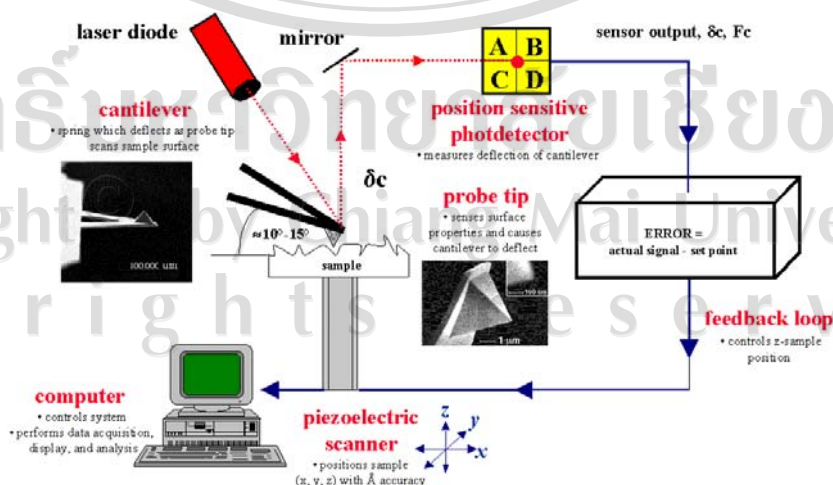
ภาคผนวก ข

รายละเอียดของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force microscopy: AFM) ⁽²⁾

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์พื้นผิวของสารได้ทั้งในสถานะของแข็งและของเหลว เช่น abrasion, adhesion, cleaning, corrosion, etching, friction, lubrication, plating และ polishing เป็นต้นในระดับไมโครเมตรลงไปจนถึงนาโนเมตร AFM จะประกอบด้วยเข็มขนาดเล็กหรือโพรบวัดปลายแหลม (tip) ซึ่งนิยมทำจาก Si, Si₃O₄ และ Si₃N₄ ติดอยู่ที่ปลายของคานขนาดเล็ก (cantilever) เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่าง tip และพื้นผิวชิ้นงานมีค่าน้อยมาก มักจะน้อยกว่า 10⁻⁹ นิวตัน ดังนั้นระบบจะไม่ทำการวัดค่าแรงโดยตรง แต่จะอาศัยการตกกระทบและการสะท้อนของแสงที่เกิดขึ้น จากกระจกซึ่งอยู่ด้านหลังของคานแทน เมื่อคานเอียงหรือกระดกขึ้นลงจะทำให้ตำแหน่งที่แสงสะท้อนจากกระจกด้านหลังคานเข้าสู่โฟโตดีเทคเตอร์ต่างกัน โดยการเปลี่ยนแปลงของคานเพียงเล็กน้อยจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทิศทางของแสงสะท้อนเป็นอย่างมาก

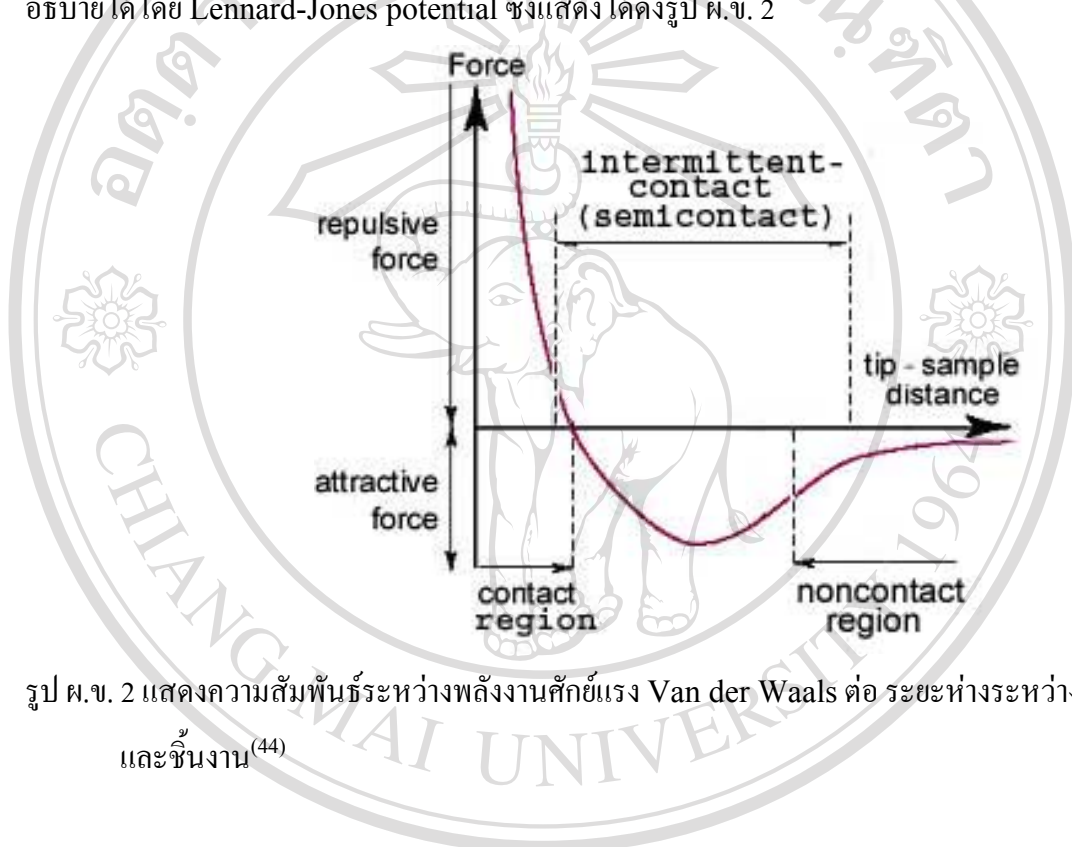
Atomic Force Microscopy (AFM) : General Components and Their Functions



รูป ผ.ข. 1 หลักการทำงานของเครื่อง AFM ⁽⁴³⁾

ผ.ข. 1. Tip-Sample Interaction

แรงระหว่างอะตอมที่อยู่บนปลาย tip และชิ้นงานหรือแรงอะตอมนี้คือ แรงแวนเดอร์-วาลส์ (Van der Waals force) แรงนี้จะเป็นได้ทั้งแรงดูด (-) หรือแรงผลัก (+) ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่าง tip และชิ้นงาน ความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานศักย์ $u(r)$ และแรง $F(r)$ ต่อระยะทาง r อธิบายได้โดย Lennard-Jones potential ซึ่งแสดงได้ดังรูป ผ.ข. 2



รูป ผ.ข. 2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานศักย์แรง Van der Waals ต่อ ระยะห่างระหว่าง tip และชิ้นงาน⁽⁴⁴⁾

เมื่อ r_0 คือ ระยะสมดุลของอะตอม (equilibrium distance)

ค่า ϵ คือค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy)

พลังงานศักย์ระหว่างอะตอมนี้เป็นไปตามความสัมพันธ์

$$u(r) = \epsilon \left[\left(\frac{r_0}{r}\right)^{12} - 2\left(\frac{r_0}{r}\right)^6 \right] \dots\dots\dots (ผ.ข. 1)$$

สามารถเขียนให้อยู่ในเทอมของแรงระหว่างอะตอมได้

$$F(r) = -\frac{du(r)}{dr} \dots\dots\dots (ผ.ข. 2)$$

หรือ

ลิขสิทธิ์ในหนังสือของเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

$$F(r) = \frac{12\varepsilon}{r} \left[\left(\frac{r_0}{r}\right)^{12} - \left(\frac{r_0}{r}\right)^6 \right] \dots\dots\dots(\text{ผ.ข. 3})$$

การทำงานของ AFM เป็นไปได้ 3 แบบคือ แบบสัมผัส (Contact Mode) แบบไม่สัมผัส (Non-contact) และ แบบกึ่งสัมผัส (Tapping Mode หรือ intermittent mode)

ผ.ข. 2 Contact Mode

Contact Mode เป็นแบบที่จะใช้กับชิ้นงานที่มีพื้นผิวแข็ง โดย tip จะอยู่ติดกับชิ้นงาน แรงที่เกิดกับ tip จะเป็นแรงผลึกมีค่าโดยเฉลี่ยประมาณ 10^{-9} นิวตัน ในโหมดนี้ AFM จะอาศัยระบบ feedback control ควบคุมตำแหน่งของ tip ในแนวดิ่งโดยระบบจะทำการเพิ่มหรือลดความแตกต่าง ศักย์ให้แก่ผลึกเพียโซที่ใช้ควบคุมระดับของคานเพื่อให้คานสัมผัสผิวชิ้นงาน ซึ่งความต่างศักย์ที่จ่ายให้กับสารเพียโซนี้จะเป็นตัวที่แสดงลักษณะของพื้นผิว เนื่องจากยิ่ง tip อยู่ใกล้ชิ้นงานมากเท่าไร resolution จะยิ่งมากขึ้น ดังนั้น contact mode จึงเหมาะกับการใช้งานในระดับ atomic scale มากที่สุด แต่การใช้งานของ contact mode จะมีข้อเสียคือ หากใช้กับวัสดุที่อ่อนจะทำให้ผิวหน้าของชิ้นงานถูกทำลายได้

ผ.ข. 3 Non-contact Mode

Non-contact Mode การทำงานของโหมดนี้ tip จะไม่สัมผัสกับพื้นผิวของชิ้นงาน จึงนิยมใช้กับชิ้นงานที่มีผิวอ่อน ขณะใช้งาน tip จะอยู่เหนือชิ้นงานในระยะ 50-150 Å จะมีแรง Van der Waals ซึ่งเป็นแรงคู่ระหว่าง tip และชิ้นงาน โหมดนี้แรงระหว่าง tip และชิ้นงานจะมีค่าน้อยกว่า Contact Mode การทำงานของโหมดนี้ tip จะสั่น ซึ่งจะทำให้สามารถวัดแรงระหว่าง tip และพื้นผิวชิ้นงานได้จากการเปลี่ยนแปลงของ แอมพลิจูด เฟส รวมไปถึงความถี่ในการสั่นของคาน ข้อมูลเหล่านี้จะขึ้นอยู่กับลักษณะของพื้นผิวซึ่งจะถูกนำมาใช้สร้างภาพ แต่สำหรับการใช้งานที่ต้องการความละเอียดสูง การใช้ Non-contact Mode อาจเกิดการผิดพลาดขึ้นได้เนื่อง จากโดยปกติแล้วพื้นผิวของชิ้นงานจะมีชั้นของน้ำและสารอื่นเคลือบอยู่ ซึ่งจะส่งผลต่อค่าแรง Van der Waals ที่วัดได้

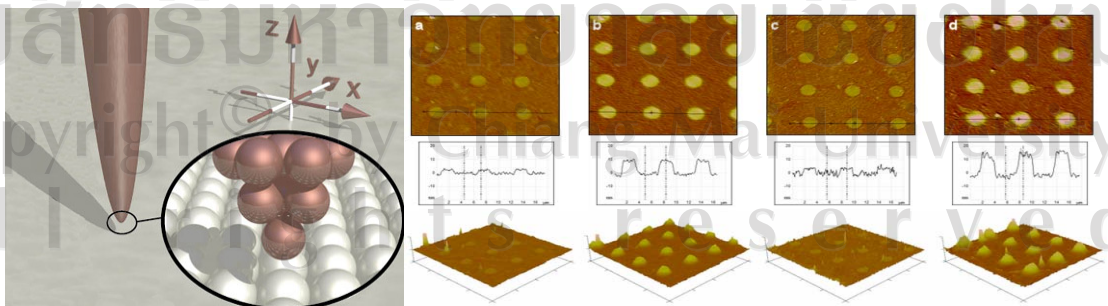
ผ.ข. 4 Tapping Mode

Tapping Mode การทำงานของโหนดนี้จะใช้กับงานที่ต้องการความละเอียดสูง สำหรับชิ้นงานที่ง่ายต่อการเกิดความเสียหาย tapping mode สามารถแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นจาก friction และ electrostatic force การทำงานของโหนดนี้ จะมีการวาง tip สัมผัสกับพื้นผิวชิ้นงานเพื่อให้ได้ภาพที่มีความละเอียดสูง และการยก tip ขึ้นเพื่อทำการเลื่อนตำแหน่ง tapping mode คานจะสั่นด้วยความถี่ที่สั่นพ้อง (resonance frequency) หรือความถี่ใกล้เคียงปกติแล้ว คานจะสั่นด้วยความถี่ 50,000 ถึง 500,000 รอบต่อวินาที โดยจะสั่นด้วยแอมพลิจูดสูง (มักจะมากกว่า 20 nm) เมื่อ tip ไม่ได้สัมผัสกับพื้นผิวชิ้นงาน จากนั้นเมื่อเลื่อน tip เข้าใกล้ชิ้นงานและแตะที่ชิ้นงาน จะทำให้แอมพลิจูดของการสั่นลดลง ดังนั้นการลดลงของแอมพลิจูดของคานนี้จะแสดงถึงลักษณะของพื้นผิว

ผ.ข. 5 Limit of AFM

ความผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากการใช้งานกล้อง AFM นั้นจะทำให้ภาพที่ได้เกิดความเพี้ยนได้เนื่องจากข้อจำกัดเนื่องจากรัศมีความโค้งของปลาย tip

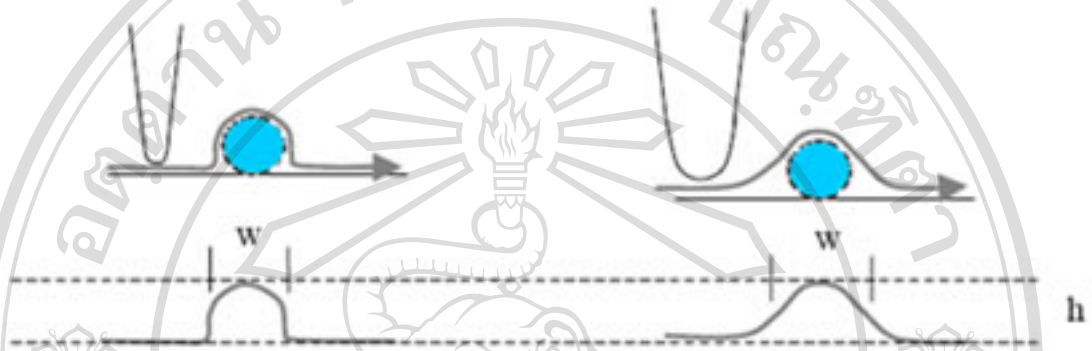
ผ.ข. 5.1 ลักษณะของ tip ในอุดมคติคือมีอะตอมเพียงอะตอมเดียวอยู่ที่ปลาย ซึ่งเป็นไปได้ยากในทางปฏิบัติ ดังนั้น AFM ความผิดเพี้ยนจะเกิดขึ้นหากรัศมีของพื้นผิว มีขนาดเล็กกว่าขนาดของปลาย tip



รูป ผ.ข. 3 ด้านซ้ายแสดงลักษณะของปลาย tip ที่มีขนาดใหญ่กว่ารัศมีของพื้นผิว และด้านขวา แสดงภาพที่ได้จากกล้อง AFM ^(4,44)

ผ.ข. 5.2 ขนาดของ tip

หากงานที่ต้องใช้กับ AFM มีลักษณะเป็นหลุมลึก และแคบจะทำให้ tip ข้อมจำกัดด้านขนาดของ tip ทำให้ภาพที่ได้เพี้ยนจากความเป็นจริงเช่นกัน



รูป ผ.ข. 4 ด้านซ้ายแสดง tip ขณะสัมผัสกับชิ้นงานที่มีความสูง ด้านขวาแสดงภาพที่ได้จาก AFM ซึ่งจะเพี้ยนไปจากความเป็นจริง (46)

ผ.ข. 6 ความยาวของคาน

ในการใช้งาน AFM ความยาวของคานจะมีผลต่อขนาดของแอมพลิจูดของสัญญาณที่ได้ เนื่องจากเมื่อคานกระดกขึ้นลงในแนวตั้งด้วยระยะทางเท่ากัน คานที่ยาวไม่เท่ากันจะมีการเปลี่ยนแปลงมุมไม่เท่ากัน ส่งผลให้แสงเลเซอร์ที่สะท้อนจากปลายคานเข้าสู่โฟโตดีเทคเตอร์อยู่ในตำแหน่งที่ต่างกัน นั่นคือคานที่มีขนาดสั้นกว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงของมุมมากกว่า ทำให้แสงเลเซอร์ที่สะท้อนเข้าสู่โฟโตดีเทคเตอร์ขณะคานกระดกขึ้นและลง มีตำแหน่งต่างกันมากกว่าคานที่มีขนาดยาว

คานที่มีค่าคงที่สปริงไม่เท่ากัน ใน AFM มีผลต่อแรงอะตอมที่ต้องใช้กระบวนการวัด โดยเมื่อคานต้องเคลื่อนที่ในแนวตั้ง (z) เป็นระยะทางเท่ากัน คานที่มีค่าคงที่สปริงมากกว่าจะให้ค่า contact force มากกว่า ($F=-k Z$)

ภาคผนวก ก

วิธีการเตรียมขั้วไฟฟ้า

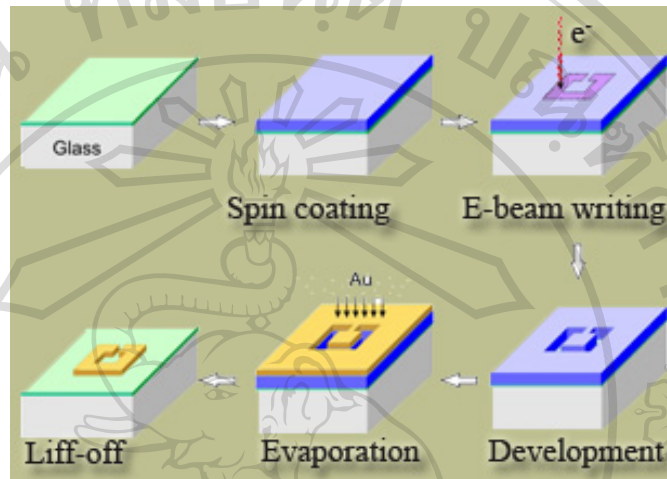
ผ.ก. 1 Electron beam lithography (EBL) ^(2,4)

ลิโทกราฟี ความหมายของลิโทกราฟีในบริบทของการสร้างวงจรรวม อิเล็กทรอนิกส์คือ กระบวนการถ่ายโอนรูปร่างเรขาคณิต (เส้นตรง สี่เหลี่ยม ฯลฯ) ที่มีอยู่บนแผ่นต้นแบบ (Mask หรือ reticle) ให้ไปปรากฏบนฟิล์มไวแสง (Photo resist) บางๆ ที่เคลือบบนแผ่นฐานกึ่งตัวนำ (เวเฟอร์ ชนิด Si หรือ GaAs) อีกต่อหนึ่ง ลวดลายเรขาคณิต (Pattern) จากแผ่นต้นแบบที่ถูกถ่ายโอนไป ปรากฏบนแผ่นเวเฟอร์จะถูกกำหนดให้เป็นพื้นที่ต่างๆ ของวงจรรวม เช่นเป็นขั้วเกต เป็นต้น ปัจจุบันขนาดทางกายภาพที่เล็กที่สุดบนชิพ เช่น ชิพในตระกูลหน่วยความจำซึ่งมีความหนาแน่น ของทรานซิสเตอร์สูง จะมีขนาดต่ำกว่า 90 nm ซึ่งกระบวนการผลิตต้องอาศัยห้องที่สะอาดมากๆ

การสร้างโครงสร้างโดยวิธีการลิโทกราฟีนั้น เปรียบเหมือนกับการแกะสลักหรือการวาด แบบพื้นผิวของแข็ง (ก็คือเป็นการจัดการกับของแข็งชิ้นใหญ่นำมาแกะสลักให้เป็นของชิ้นเล็กลง) ซึ่งเทคโนโลยีลิโทกราฟีเป็นวิธีการหลักที่ถูกนำมาใช้ในวงการอุตสาหกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ในช่วงหลายทศวรรษที่ผ่านมา แต่สำหรับการศึกษาทางด้านวิทยาศาสตร์ระดับนาโนนั้น จำเป็นที่ จะต้องพัฒนาวิธีการของเทคโนโลยีลิโทกราฟีนี้ให้สามารถก่อสร้างโครงสร้างในระดับนาโนเมตร ได้ เพราะลิโทกราฟีในระดับนาโนไม่สามารถใช้แสงที่มองเห็นได้ในการจัดการ (แสงมีความยาว คลื่นอยู่ในช่วง 400 - 700 nm ซึ่งใหญ่เกินกว่าโครงสร้างระดับนาโน) ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนา หลากหลายวิธีการ เพื่อให้วิธีการลิโทกราฟีสามารถที่จะใช้ผลิตโครงสร้างนาโนได้

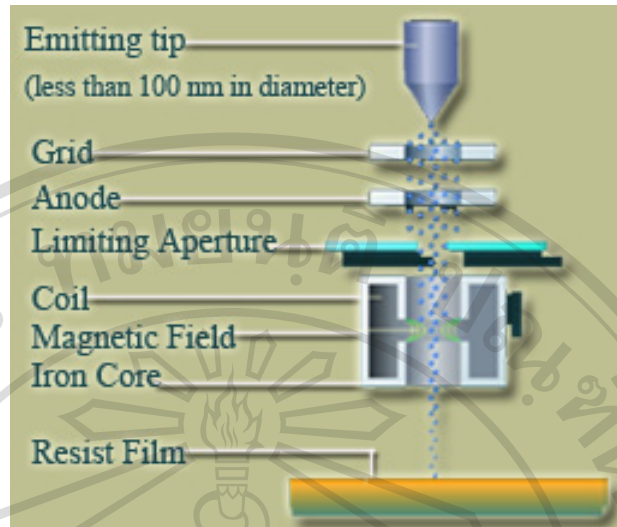
นาโนลิโทกราฟี (Nanolithography) เป็นวิธีการลิโทกราฟีในระดับนาโนเมตร โดยมาก แล้ววิธีการนี้จะใช้ในกระบวนการของการผลิตสารกึ่งตัวนำหรือเซมิคอนดักเตอร์ (semiconductor) เพื่อประกอบสำหรับสร้างเป็นแผงวงจรรวมหรือไอซี (IC) ของชิพคอมพิวเตอร์ รวมทั้งอุปกรณ์

อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆและมีแนวโน้มในการที่จะนำมาใช้สำหรับระบบเครื่องกลไฟฟ้าระดับนาโน (nanoelectro-mechanical systems: NEMS) ซึ่งในปัจจุบันวิธีการนาโนลิโทกราฟีที่ถูกนำมาใช้งานเพื่อสร้างโครงสร้างระดับนาโนมีดังนี้



รูป ผ.ค. 1 ขั้นตอนการทำงานตามวิธีการของ EBL⁽⁴⁾

Electron beam lithography (EBL) เป็นอีกวิธีการหนึ่งของนาโนลิโทกราฟี ซึ่งเป็นวิธีการสร้างโครงสร้างระดับนาโนโดยการใช้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเพื่อสร้างแบบแผนเฉพาะของโครงสร้างอย่างละเอียดบนพื้นผิววัตถุตั้งต้น ซึ่งวิธีการนี้ถูกนำมาใช้มากในอุตสาหกรรมการสร้างแผงวงจรรไฟฟ้าในปัจจุบัน คือ ใช้คอมพิวเตอร์ในการควบคุมการปล่อยลำกระสุนอิเล็กตรอน (โดยต้องให้แคบลงในระดับนาโนเมตร) ลงสู่พื้นผิวของวัตถุ ซึ่งเป็นพื้นผิวที่ถูกเคลือบด้วยฟิล์มบางตามแบบแผนที่ได้ออกแบบไว้ (อาจจะเป็นพื้นผิวของพอลิเมอร์) ทำให้เกิดร่องรอยการเปลี่ยนแปลงบนพื้นผิวที่ได้เคลือบไว้ จากนั้นก็ทำการระเหยอนุภาคที่ต้องการเพื่อเคลือบและใช้เป็นโครงสร้างนาโน จากนั้นก็จะนำทั้งส่วนที่ระเหยไปเคลือบและส่วนที่เคลือบด้วยฟิล์มบางออก สุดท้ายก็จะได้โครงสร้างนาโนตามแบบที่ได้กำหนดไว้โดยลำอนุภาคอิเล็กตรอน ซึ่งการสร้างโครงสร้างนาโนที่เกิดขึ้นนี้จะมีความแม่นยำสูง และวิธีการนี้สามารถนำไปใช้ได้กับหลากหลายพื้นผิววัสดุอีกด้วย



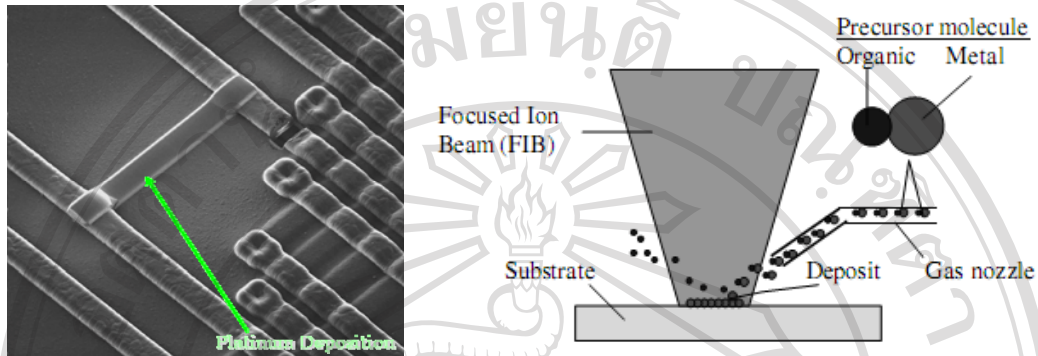
รูป ผ.ค. 2 แผนภาพรายละเอียดของเครื่องจลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ถูกนำมาใช้ในการสร้างโครงสร้างนาโนโดยวิธีการ EBL⁽⁴⁾

ข้อดีคือมีความลึกของจุดโฟกัสที่สูงกว่าระบบลิโธกราฟีเชิงแสง ในระดับ (ประมาณ 20-50 nm) และสามารถสร้างลายวงจรถนบนแผ่นเวเฟอร์ได้โดยตรงโดยไม่ต้องอาศัยแผ่นต้นแบบ

ข้อเสียของระบบนี้คือ มีปริมาณงานต่ำ เนื่องจากต้องเขียนลายวงจรถนบนแผ่นเวเฟอร์โดยตรง ทีละตำแหน่ง ทำให้เหมาะสมสำหรับการสร้างลายวงจรถนบนแผ่นต้นแบบหรือชิปต้นแบบเท่านั้น

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ผ.ค. 2 เทคนิคการพอกโดยไอสารเคมีด้วยลำไอออนบีม (FIB-CVD)



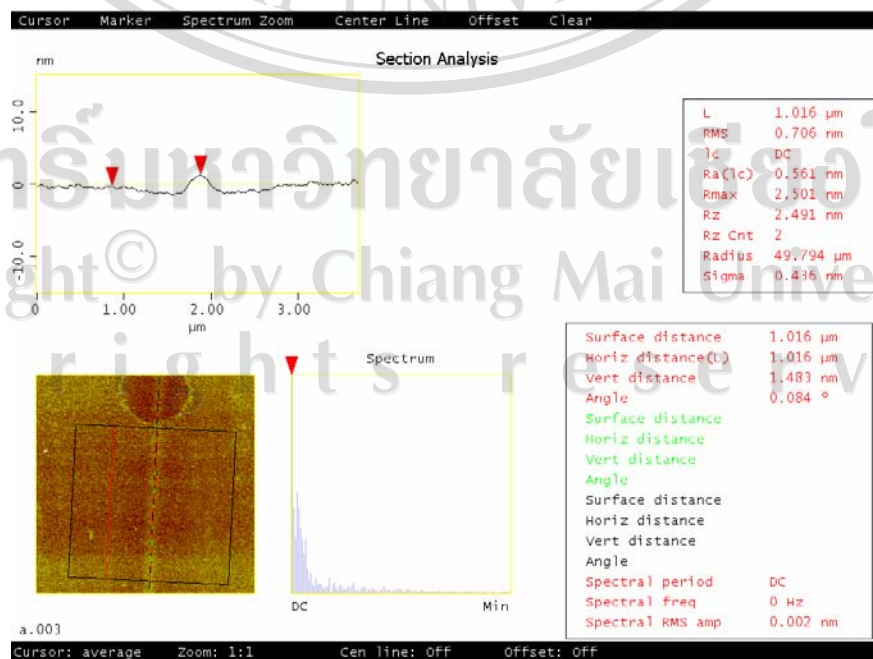
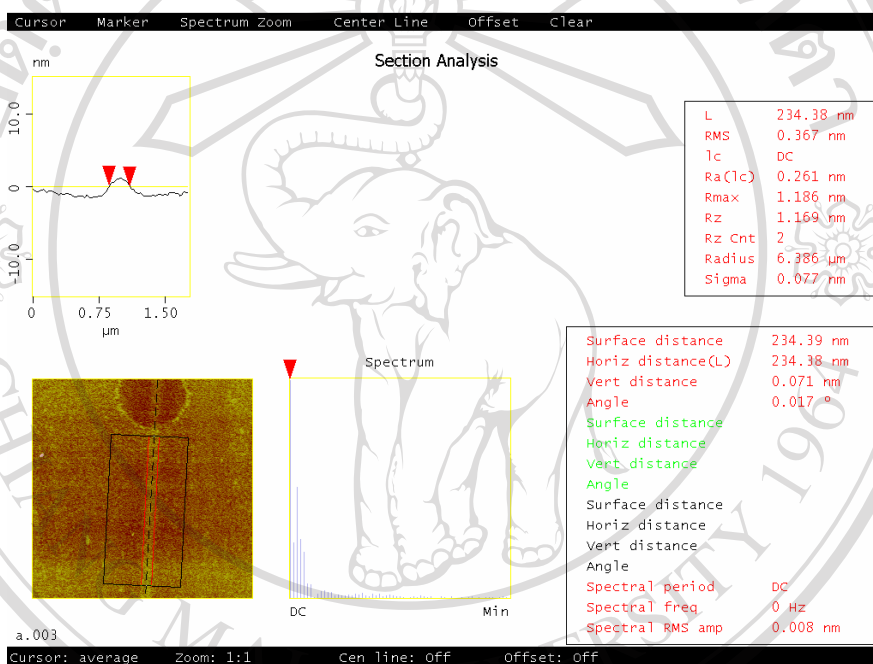
รูป ผ.ค. 3 เทคนิคการพอกโดยไอสารเคมีด้วยลำไอออนบีม (FIB-CVD) ของ FIB และ Gas injection system ⁽⁴⁷⁾

เริ่มต้นด้วยการให้พลังงานความร้อนแก่แหล่งเก็บสารประกอบโลหะที่อยู่ในรูปของเหลว เช่น $(\text{CH}_3\text{C}_5\text{H}_4)(\text{CH}_3)\text{Pt}$ ให้กลายเป็นไอ โดยไอสารจะถูกลำเลียงออกมาตามหัวฉีดที่เป็นท่อขนาดเล็ก ที่ถูกจัดวางไว้ใกล้กับตำแหน่งเป้าหมายที่ต้องการพอกผิว เมื่อมีลำไอออนมาขังบริเวณที่มีไอสารอยู่ ลำไอออนจะแยกส่วนที่ไม่ใช่โลหะออก ทำให้เหลือเฉพาะอะตอมของโลหะ และเรียงตัวเป็นรูปร่างต่างๆ ตามที่กำหนดไว้ ดังรูป ผ.ค. 3

ภาคผนวก ง

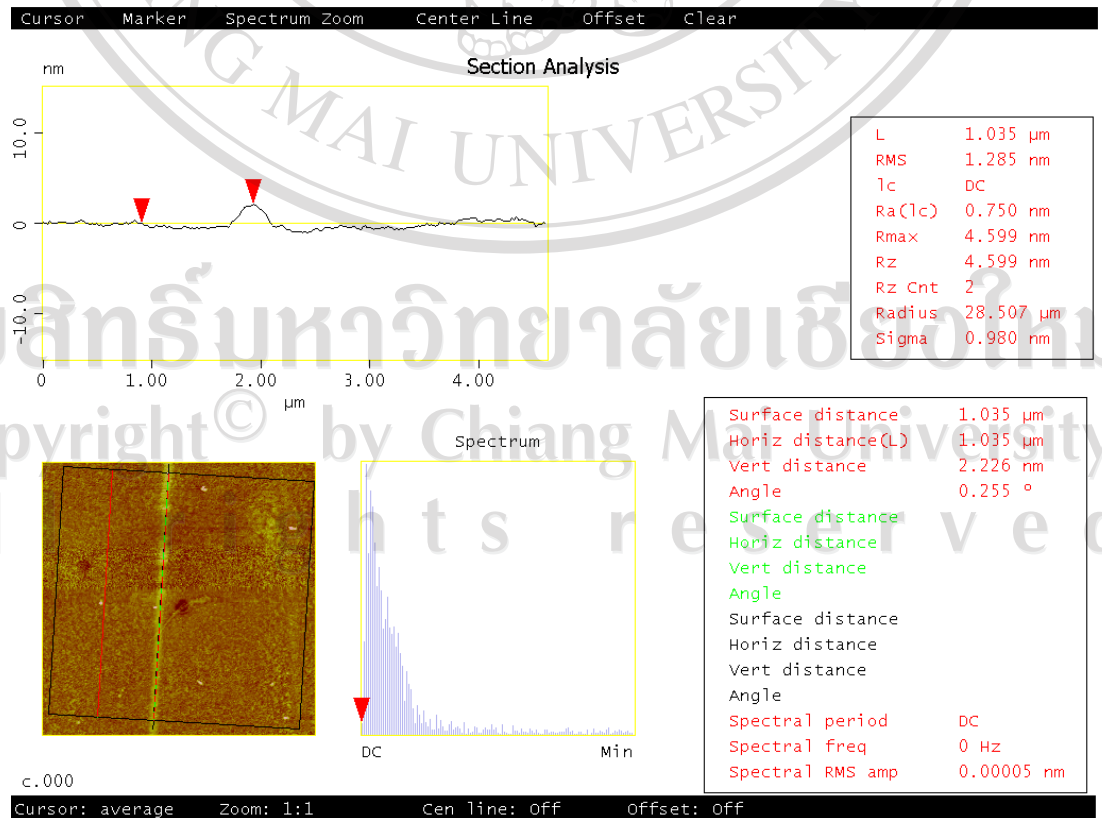
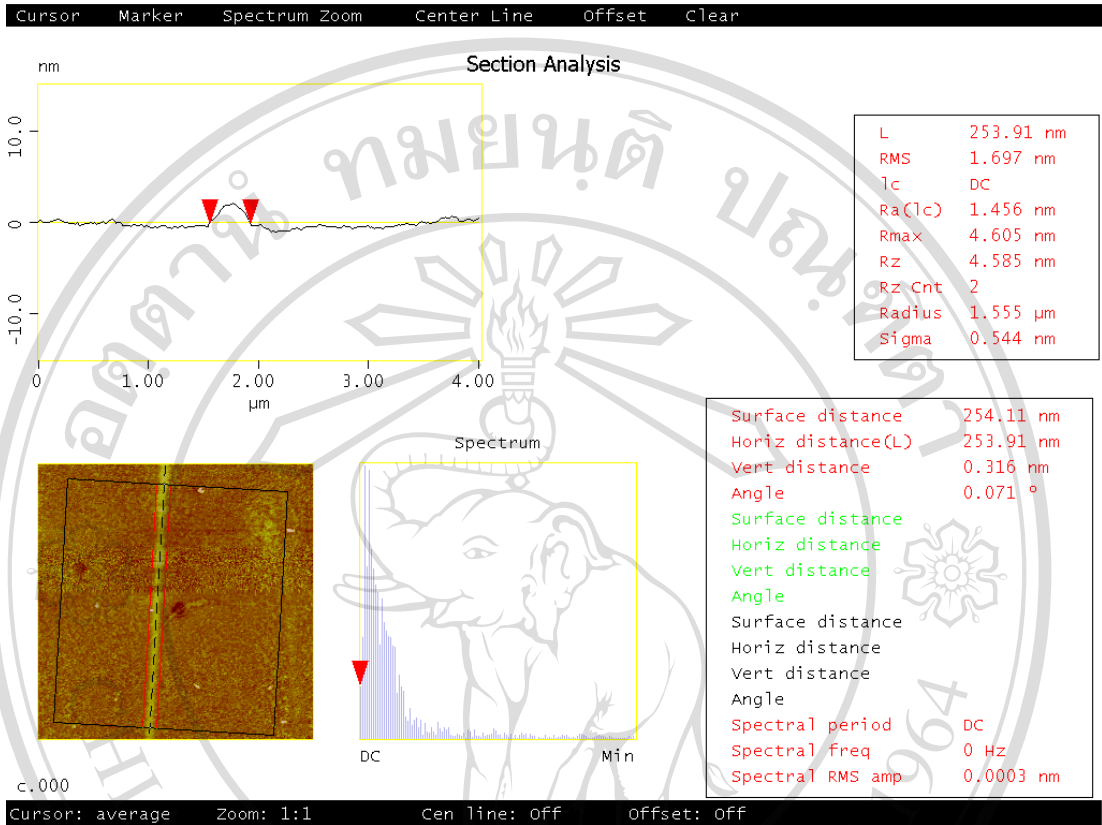
ผลการวิเคราะห์ด้วย AFM

ก) เส้นใย 30kV-10 pA

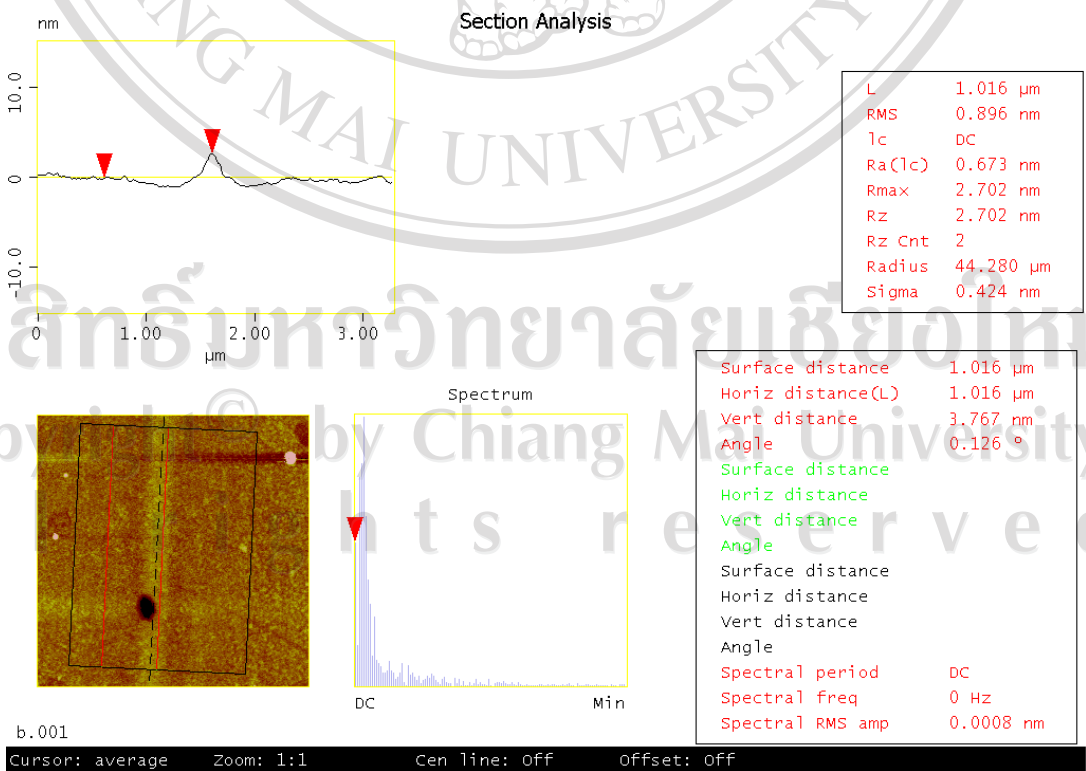
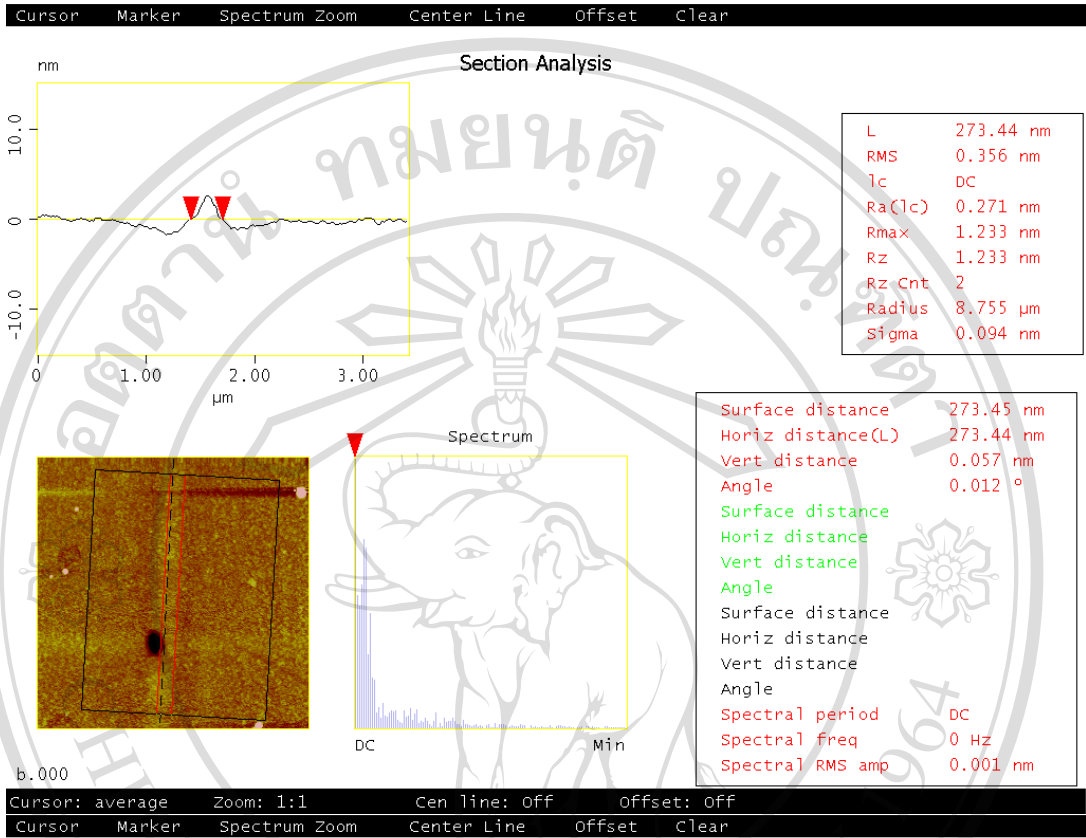


ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ข) เงื่อนไข 30kV-30 pA

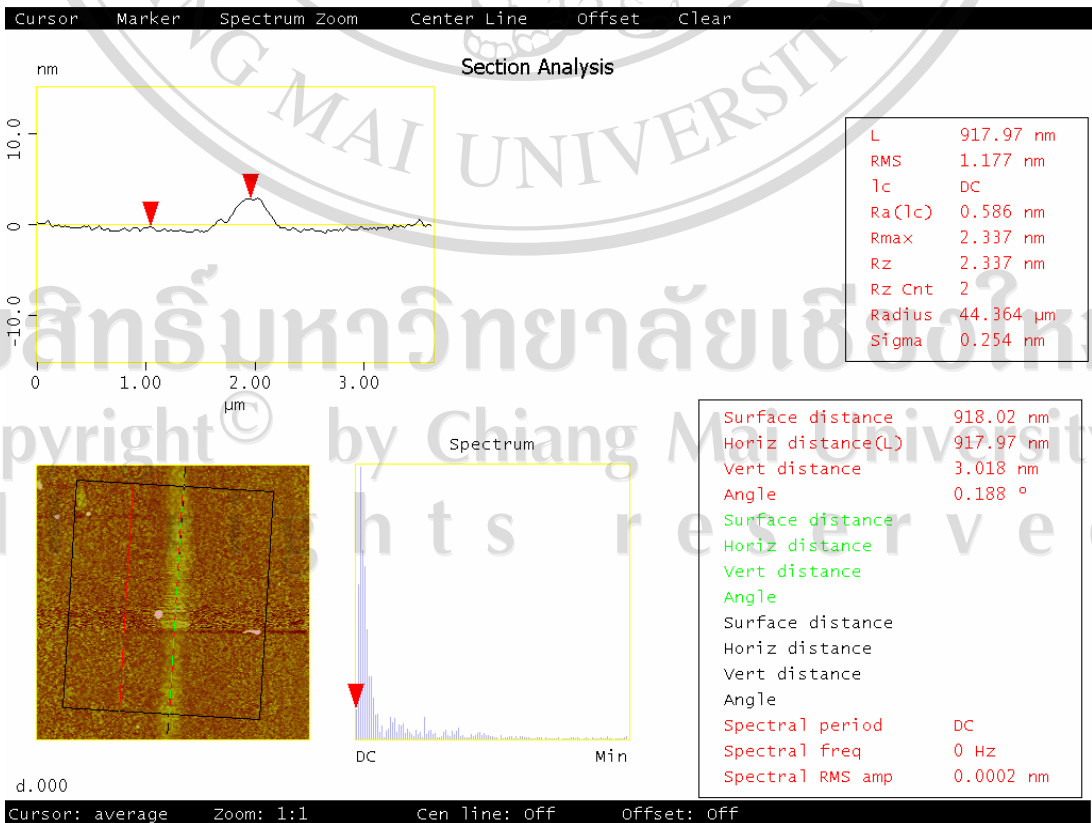
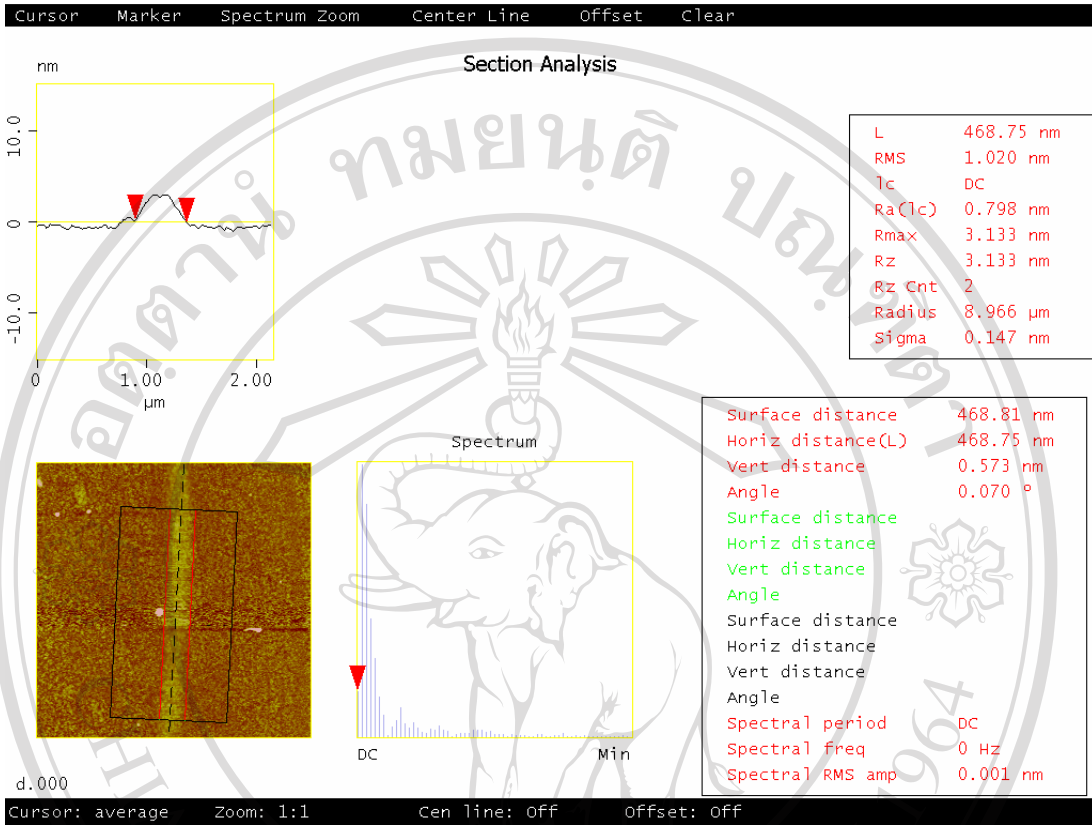


ค) เงื่อนไข 30kV-50 pA



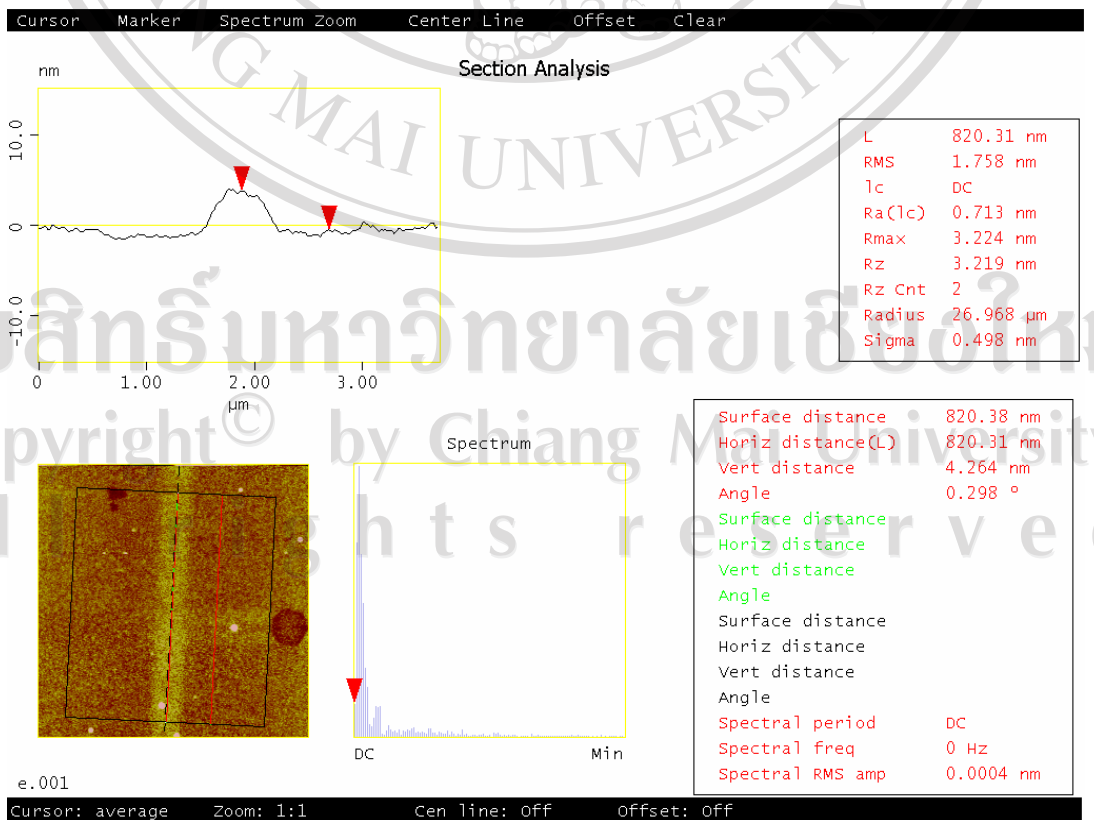
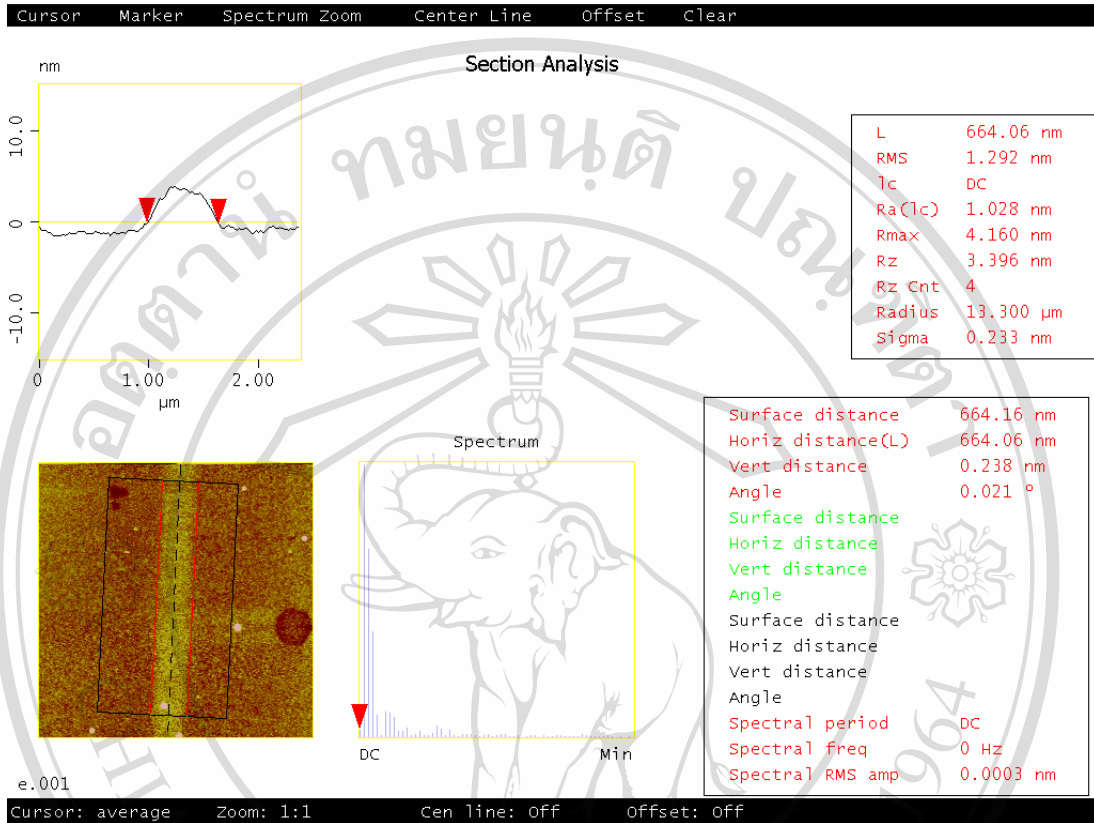
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved

ง) เส้นใย 30kV-100 pA

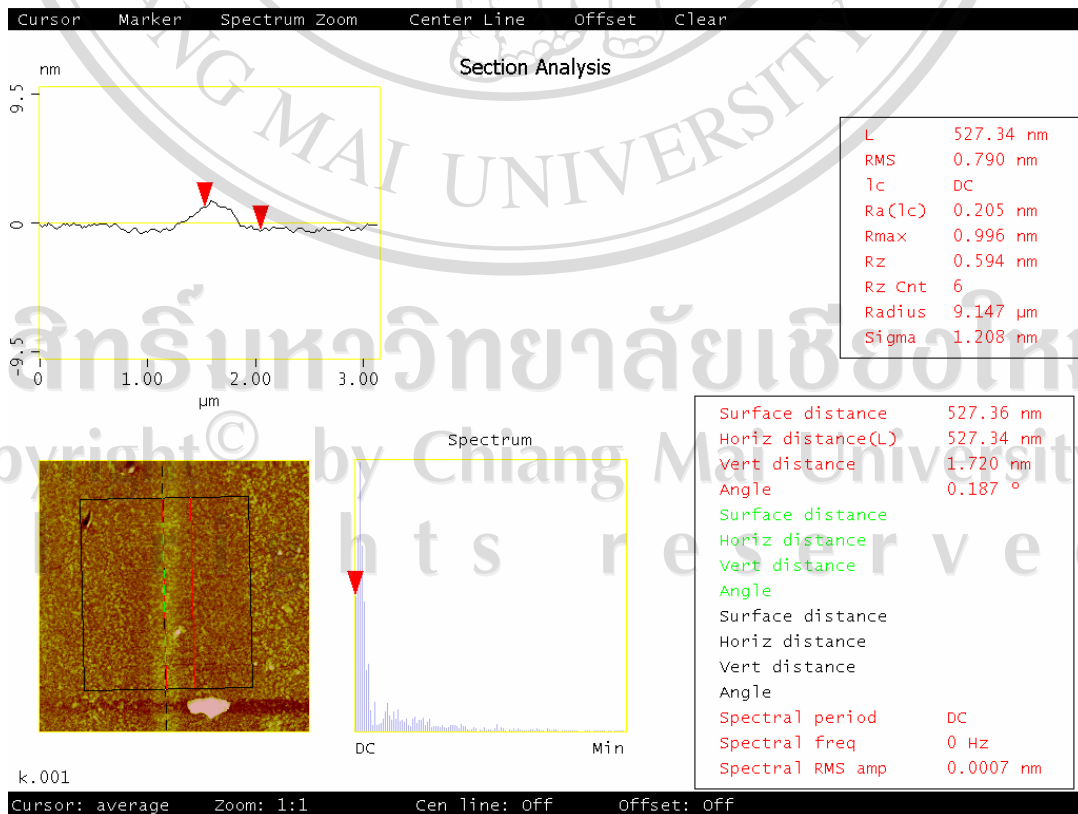
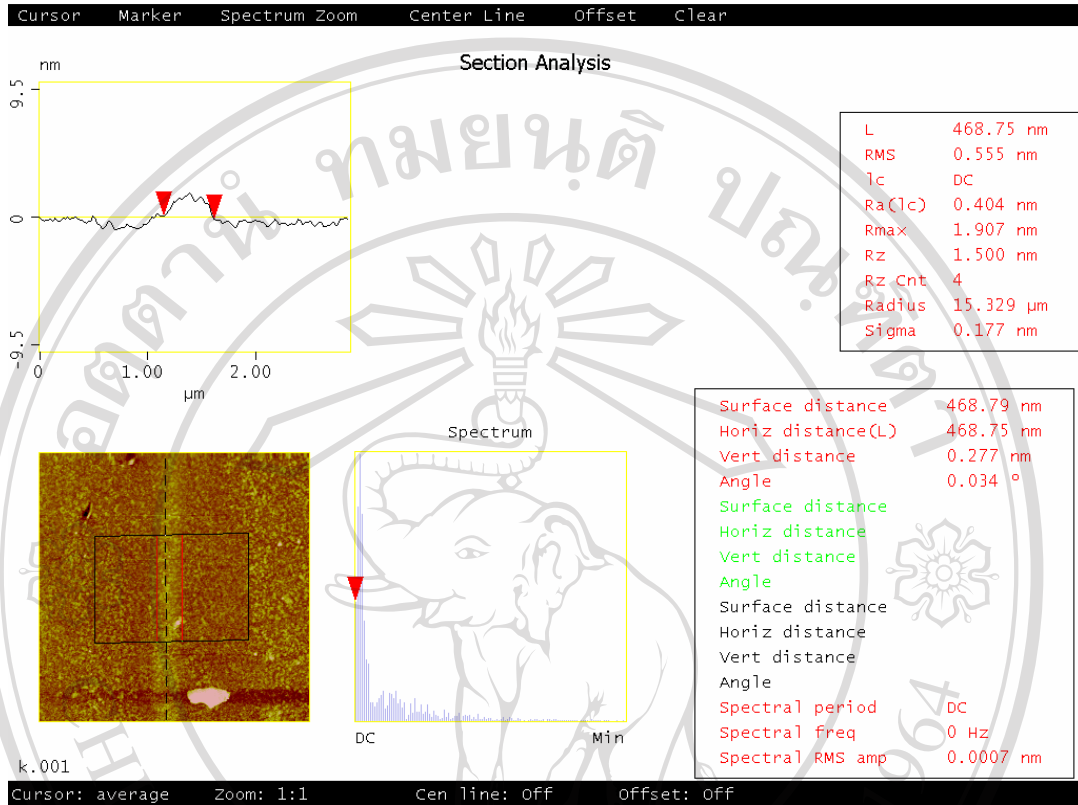


ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved

จ) เส้นใย 30kV-300 pA

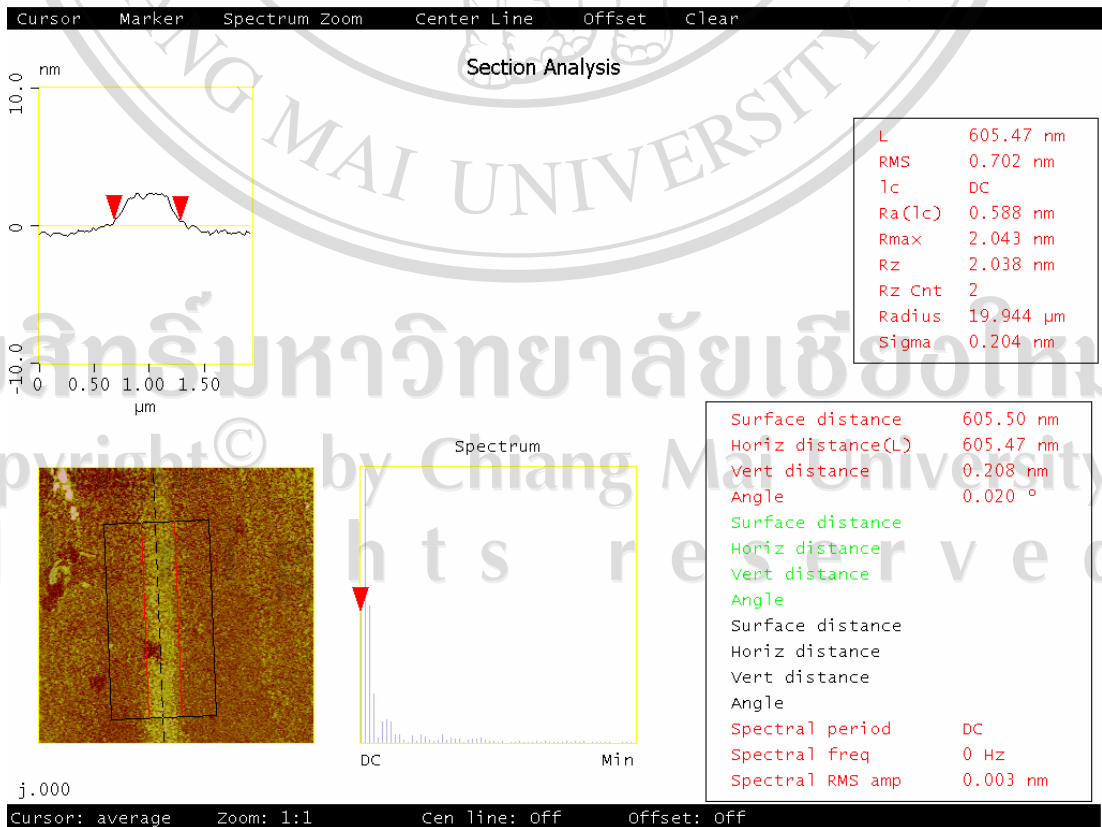
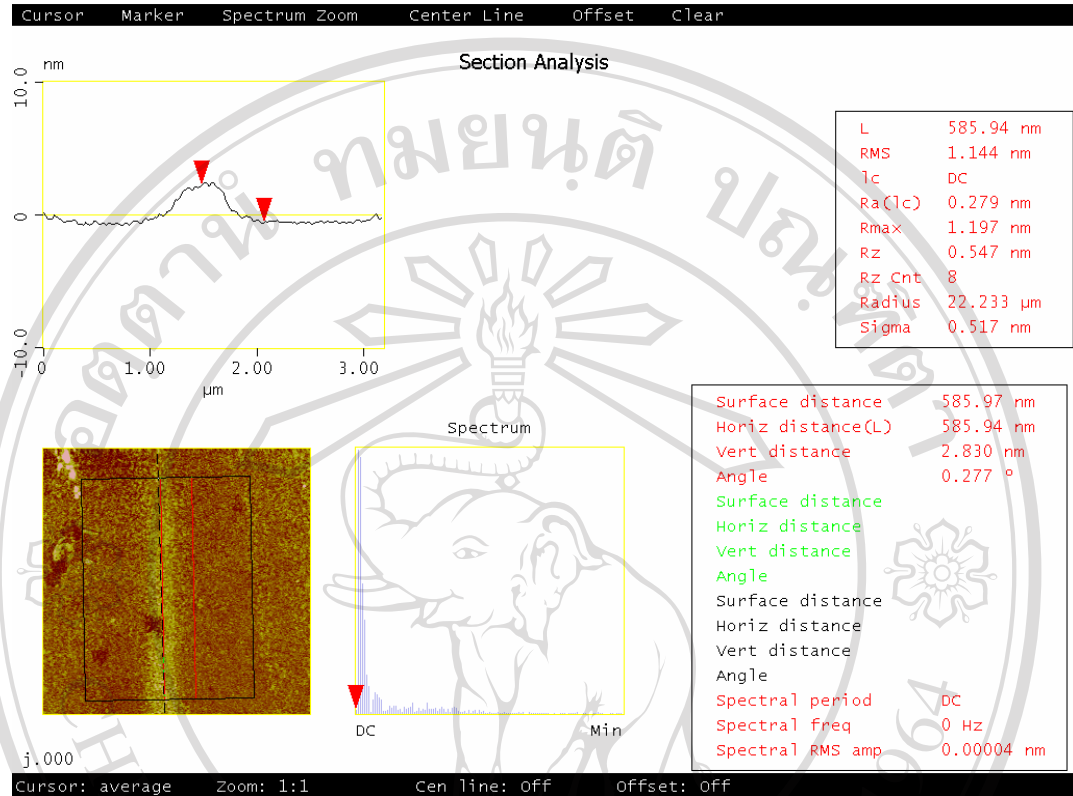


ก) เส้นใย 20kV-4 pA



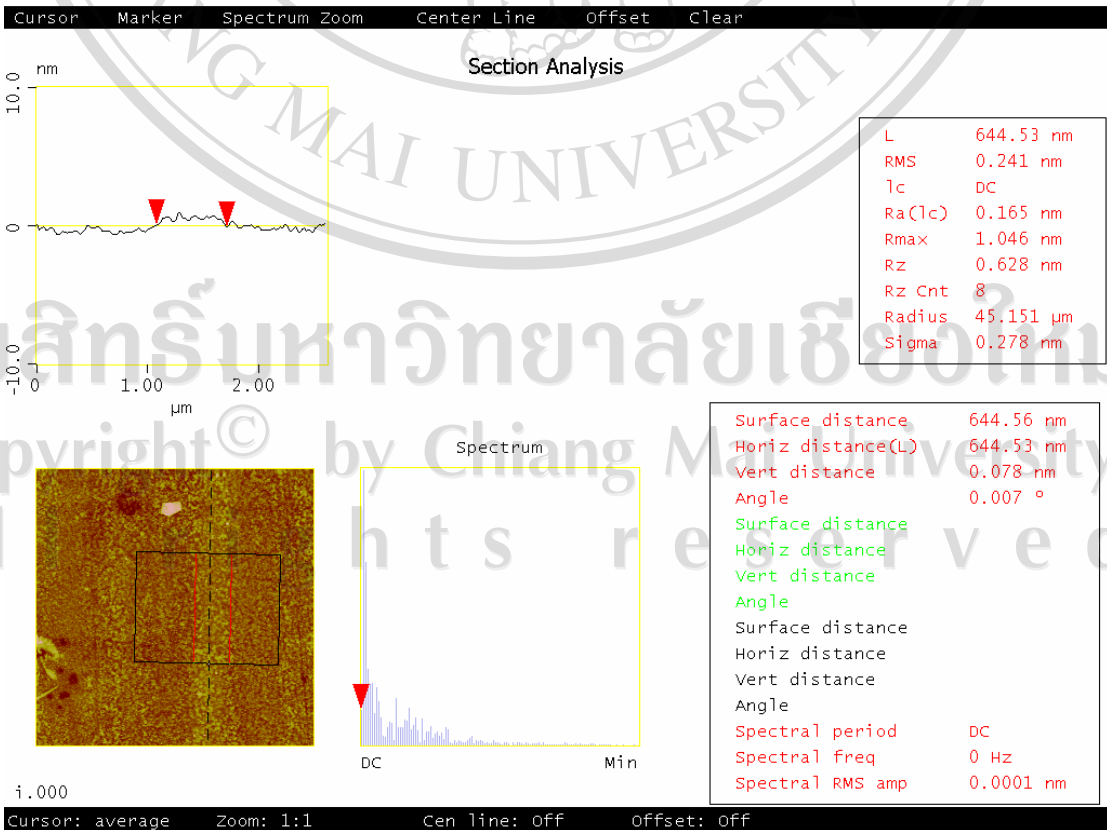
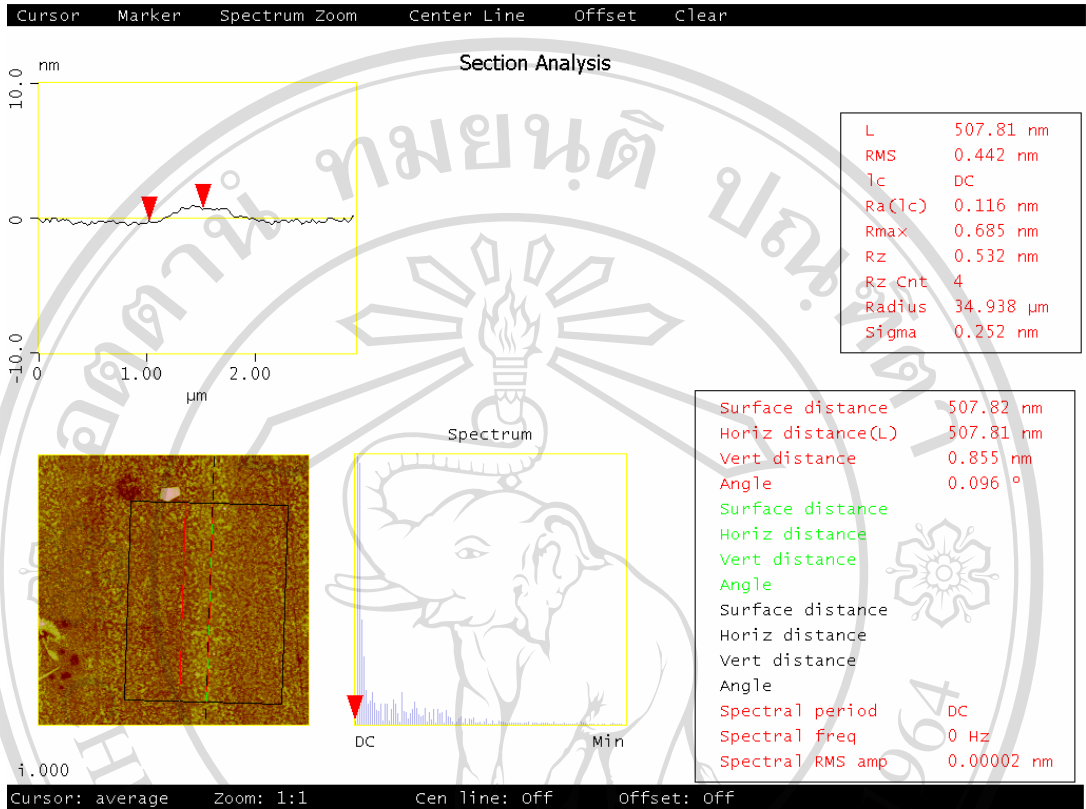
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright © by Chiang Mai University
 All rights reserved

ข) เส้นใย 20kV-23 pA

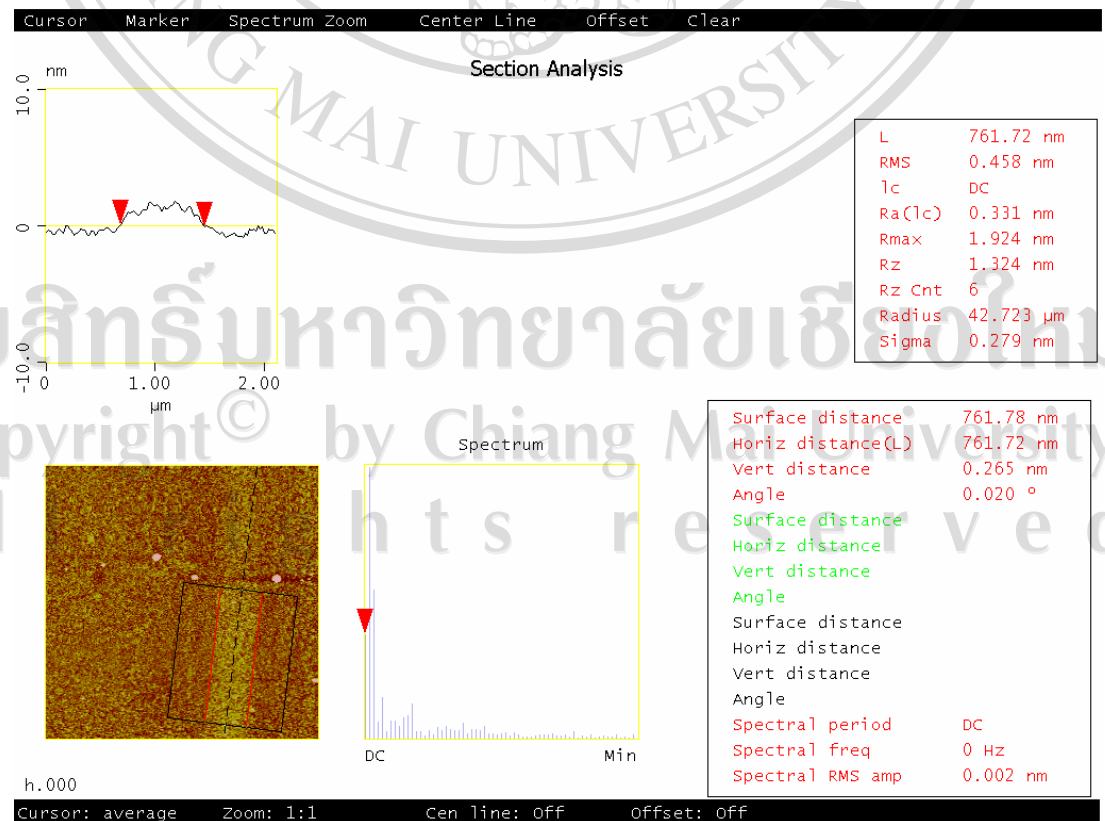
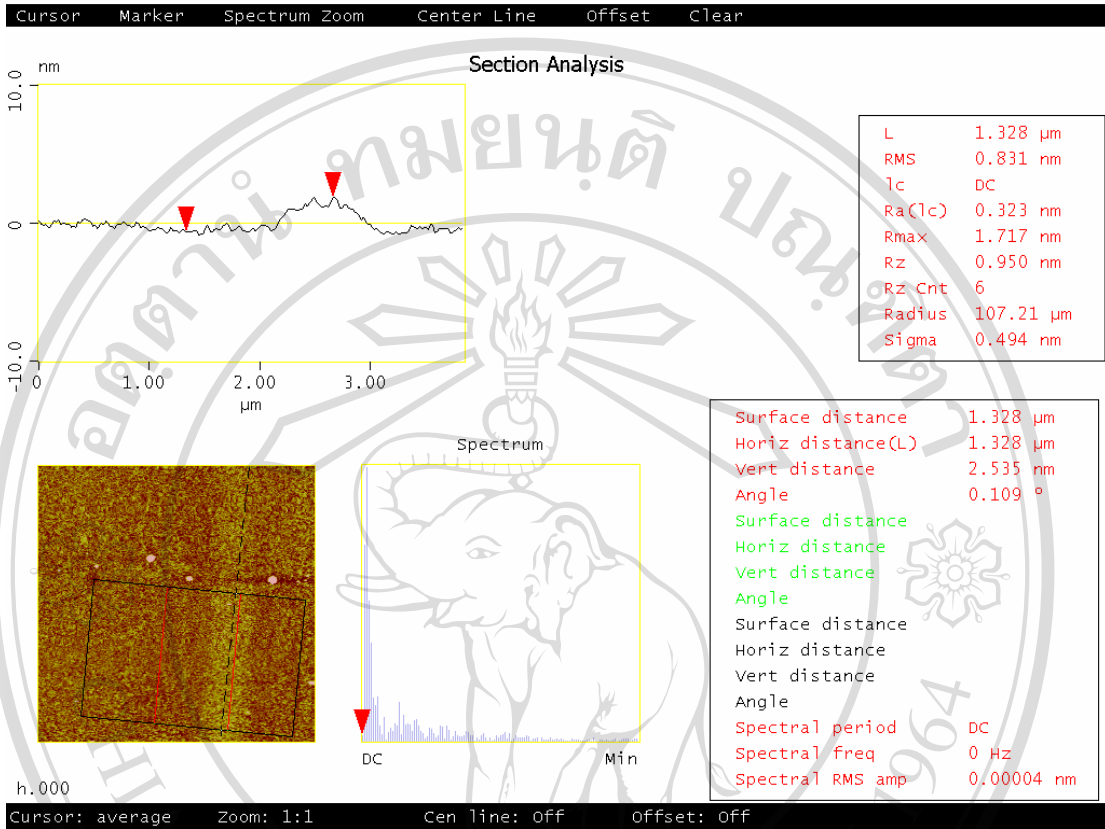


ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ข) เงื่อนไข 20kV-37 pA



ฉ) เงื่อนไขว้ 20kV-81 pA



ภาคผนวก จ

ผลงานวิชาการ

นับจากการลงทะเบียนในหลักสูตรฟิสิกส์ประยุกต์ แบบแผน ก แบบ ก(1) ในปีการศึกษา 2550 เป็นต้นมาได้มีการนำเสนอผลงานทางวิชาการ ทั้งในระดับชาติและนานาชาติ ทั้งหมด 5 ครั้ง รายละเอียดที่แนบมาดังนี้

1. นำเสนอผลงานวิชาการแบบบรรยายในการประชุมระดับชาติ “การประชุมวิชาการนาโนเทคโนโลยีครั้งที่ 1 เรื่อง วัสดุนาโน เกสซิ่งกัณฑ์ อุปกรณ์ และการประยุกต์ใช้” จัดโดยโครงการศูนย์นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ ร่วมกับเครือข่ายความเป็นเลิศด้านวัสดุนาโนเฉพาะทาง มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ สังกัด ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ระหว่างวันที่ 14-16 สิงหาคม 2550 ณ โรงแรมเซ็นทรัลพลาซ่า จังหวัดเชียงใหม่ หัวข้อนำเสนอเรื่อง “A Single SnO₂ Nanowire Gas Sensor” โดย Nikorn Mangkorntong and Meechai Thepnurat ซึ่งผลงานดังกล่าวได้นำไปตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสาร CMU. J. Nat. Sci. Special Issue on Nanotechnology (2008) Vol. 7(1) : 165-170.
2. นำเสนอผลงานทางวิชาการแบบโปสเตอร์ในการประชุม สมาคมจุลทรรศน์แห่งประเทศไทย (Microscopy Society of Thailand) ได้จัดการประชุมวิชาการจุลทรรศน์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 25 ประจำปี 2551 ระหว่างวันที่ 9-11 มกราคม 2551 ณ ห้องประชุมวังธารา โรงแรมอมรินทร์ลากูน จังหวัดพิษณุโลก หัวข้อนำเสนอเรื่อง “Focused Ion Beam Technique for SnO₂ Nanobelt Gas Sensor Fabrication” โดย Meechai Thepnurat, Surachet Phadungdhithhada and Nikorn Mangkorntong ซึ่งผลงานดังกล่าวได้นำไปตีพิมพ์เผยแพร่ใน Proceedings MST25 (2008) Annual Conference : 105-106.

3. นำเสนอผลงานวิชาการแบบบรรยายในการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ เรื่อง “The 2nd Progress in Advanced Materials: Micro/Nano Materials and Application” ประจำปี 2551 ระหว่างวันที่ 16-18 มกราคม 2551 ณ โรงแรมโฆษะ จังหวัดขอนแก่น หัวข้อนำเสนอ เรื่อง “A Simple Fabrication of Silver Nano Bath for Biosensor Applications” โดย Nikorn Mangkorntong, Meechai Thepnurat and Pongsri Mangkorntong ซึ่งผลงานดังกล่าวได้นำไปตีพิมพ์เผยแพร่ใน Abstract Book, (2008) Oral Presentation Session A : Material preparations and processing : 37.
4. นำเสนอผลงานวิชาการแบบบรรยายในการประชุมระดับนานาชาติ จัดโดยศูนย์เครือข่ายความเป็นเลิศด้านวัสดุนาโนเทคโนโลยีภาคใต้ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ เรื่อง “The 2nd Thailand Nanotechnology Conference Nanomaterials for Health, Energy and Environment” ระหว่างวันที่ 13-15 สิงหาคม 2551 ณ โรงแรมเกรซแลนด์ รีสอร์ทแอนด์สปา หาดป่าตอง อำเภอกระทู้ จังหวัดภูเก็ต หัวข้อนำเสนอเรื่อง “ A Simple of Platinum nano Electrode for *Escherichia Coli* Biosensor” โดย Meechai Thepnurat, Suvit Thanasanvorakun, Morakot Sukchotiratana, Suwit Wongsila, and Nikorn Mangkorntong ซึ่งผลงานดังกล่าวได้นำไปตีพิมพ์เผยแพร่ใน Book of Abstracts, The 2nd Thailand Nanotechnology Conference (2008) : 093.
5. นำเสนอผลงานวิชาการแบบบรรยายในการประชุมระดับนานาชาติ “NanoThailand Symposium 2008 International Conference & Exhibition” จัดโดยสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ระหว่างวันที่ 6-8 พฤศจิกายน 2551 ณ ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ กรุงเทพฯ ประเทศไทย หัวข้อนำเสนอเรื่อง “Fabrication and Application of SnO₂ Nanowires : A Single SnO₂ Nanowire Gas Sensor” โดย Suvit Thanasanvorakun, Meechai Thepnurat and Nikorn Mangkorntong ซึ่งผลงานดังกล่าวได้นำไปตีพิมพ์เผยแพร่ใน NanoThailand Symposium 2008 International Conference & Exhibition : 308-312.



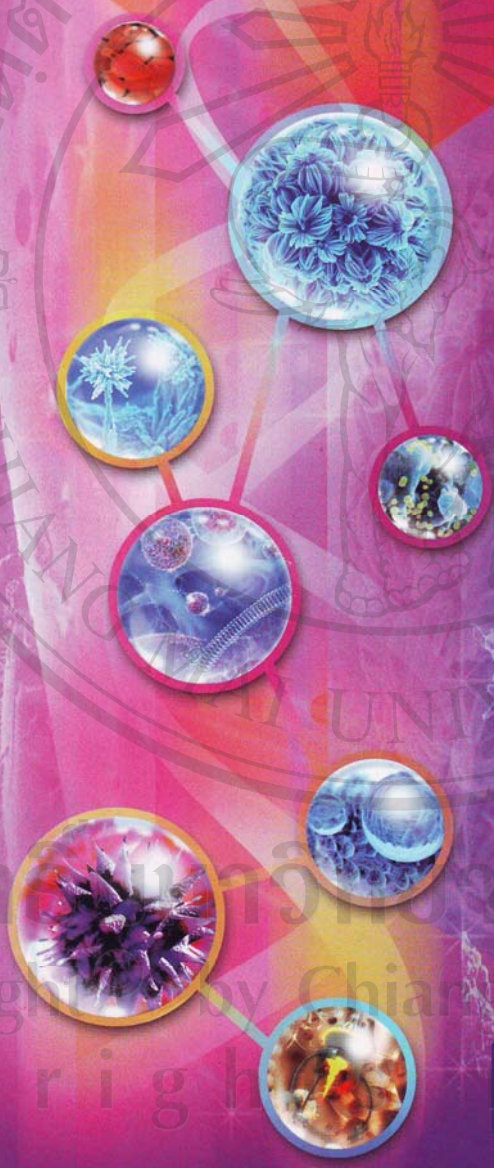
ISSN 1685-1994

CHIANG MAI UNIVERSITY JOURNAL

OF NATURAL SCIENCES SPECIAL ISSUE ON NANOTECHNOLOGY Volume 7 No.1 June 2008

Chiang Mai University Journal

website: <http://cmuj.chiangmai.ac.th>



Published by Chiang Mai University, Chiang Mai, Thailand.

SPECIAL ISSUE
ON NANOTECHNOLOGY

Volume 7, No.1, June 2008

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright by Chiang Mai University
All rights reserved

A Single SnO₂ Nanowire Gas Sensor

Nikorn Mangkorntong* and Meechai Thepnurat

Network for Excellence in Functional Nanomaterials, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand

*Corresponding author. E-mail address: nikornm@gmail.com

ABSTRACT

Generally, a gas sensor is fabricated either in bulk or thin film form. But in this work, a single SnO₂ metal oxide nanowire of about 100 nm in cross-section has been used as the sensing part of the sensor. A special technique employing a focused ion beam (FIB) has been used in fabricating this device, which is a resistive type. A set of electrodes has been attached to the sensor by 30 kV Ga⁺ focused ion beam/chemical vapor deposition (FIB-CVD) with a current of about 10 pA. Details of the fabrication and the characterization of the sensor will be discussed.

Keywords: Nanodevice, SnO₂ nanowire, Sensor, FIB.

INTRODUCTION

Recently, nanostructures like nanowires and nanobelts have gained considerable attention due to their potential in the development of smart functional materials and devices (Ramgir et al., 2005).

Nanowires grown from a SnO₂ semiconductor may be successfully used for gas sensor applications (Li et al., 2007). These nanowires have high sensitivity and response because the reduction in grain size of tin oxide leads to an increase in sensitivity due to the high surface-to-volume ratio (Xi et al., 2008). For example, Ramgir et al., (2005) reported synthesis of Ru-doped SnO₂ nanowires, which enable the highly sensitive detection of various test gases and their distinctive response towards NO₂ and liquefied petroleum gas (LPG) in air. However, such nanowires have a grain boundaries nanostructure, so they cannot respond to some gas values.

Nanostructures comprised of a single nanowire do not have grain boundaries. Therefore, the electrical transduction effects induced by the adsorbed gas molecules onto the surface of these nanowires can be revealed straightforwardly by the electrical magnitudes of these single nanocrystals. They can be fabricated even with low gas values. For example, Hernandez-Ramirez et al., (2006) reported high response and stability in CO and humidity measurements using a single SnO₂ nanowire.

A gas sensor fabricated from a single nanowire can be prepared by attaching microelectrodes on to the wire. This can be archived by several means such as

lithography processes or focused ion-beam/chemical vapor deposition (FIB-CVD). The FIB technique is suggested as a simple method of gas sensor fabrication based on a single nanowire, with only a short fabrication time. For example, Vila et al., (2005) reported fabrication of metallic contacts of nanometer-sized materials using a focused ion beam (FIB).

In this work, a single SnO₂ metal oxide nanowire in cross-section was used as the sensing part of the sensor. A special technique employing a focused ion beam was used to fabricate this resistive-type device.

MATERIALS AND METHODS

SnO₂ nanowires have been grown by various methods based on vapor-liquid-solid (VLS) mechanisms in evaporation/condensation or chemical vapor deposition processes (Li et al., 2007). In all cases, under different growth conditions, it has been possible to achieve excellent results using a single nanocrystal, which presents a different crystallographic orientation and faceting.

A SnO₂ nanowire was placed onto an already-processed SiO₂/Si substrate wafer. After being installed onto the substrate the sample was taken inside an FIB chamber. In imaging mode, it was observed that SnO₂ nanowires were dispersed on the surface of the SiO₂/Si wafer (Fig. 1). The sample was inspected using a SEM to search for individual nanowires and a single SnO₂ nanowire, 50-100 nm long and 50-100 μm wide was selected. Then, four electrodes were deposited onto the nanowire, using the FIB. A set of electrodes was attracted to the single SnO₂ nanowire by 30 kV Ga⁺ FIB/CVD-assisted deposition using a gas injection system (GIS) of platinum ((CH₃)₂Pt(C₂H₅)₂) with a current of about 10 pA. In fact, a couple of contacts are fabricated near each extreme of the nanostructure, requiring as much as about 10 μm. Thus the remaining significant length of the nanowire, more than several microns, is free of any feature relative to the contact fabrication (Fig. 3).

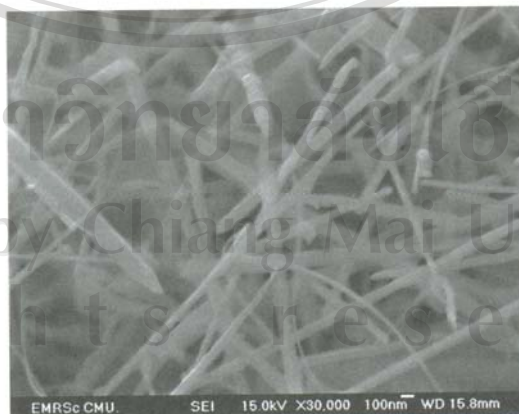


Figure 1. SEM micrograph of SnO₂ nanowires.

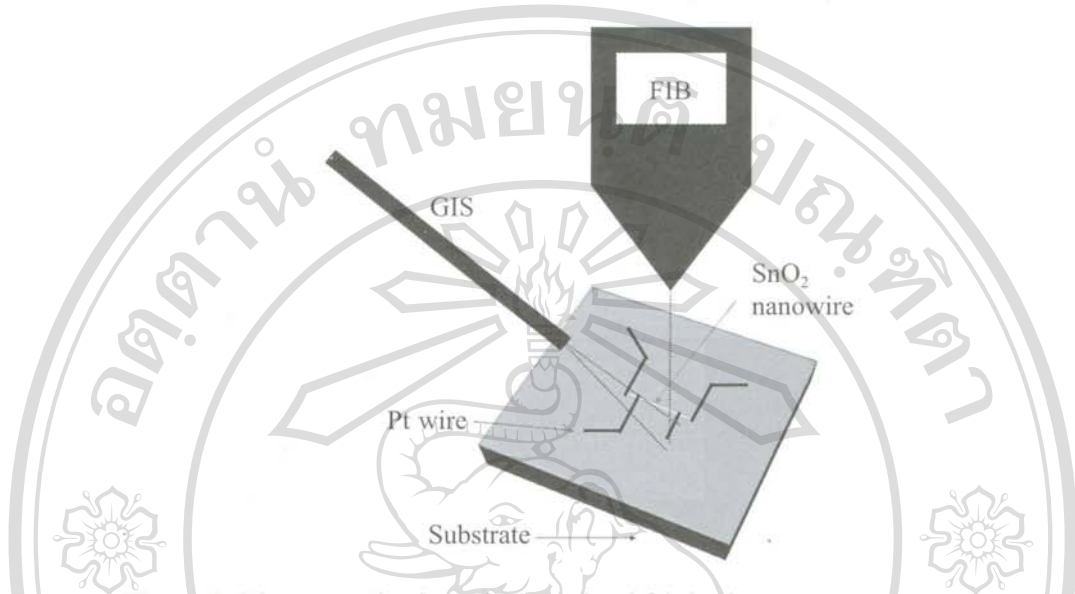


Figure 2. Diagrammatic view of FIB-assisted fabrication process.

RESULTS AND DISCUSSION

Fig. 3 shows an SEM image of a single nanowire device which has been fabricated by FIB-CVD. The device was about 90 nm in width and about 17 μm in length between two electrodes, respectively. The total fabrication time was about 30 minutes, using an ion beam current of 10 pA.

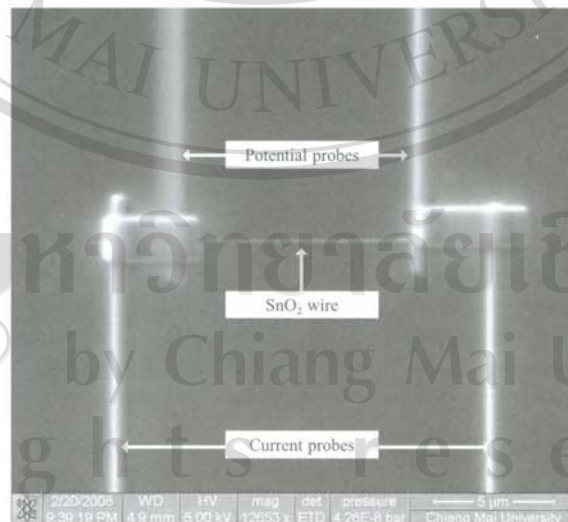


Figure 3. Close-up view of the device.

Fig. 4(a) shows the EDX result taken from the middle part of the SnO₂ wire. Three elements were found, namely Sn, O, and Si with the atomic percentages of 0.5, 4.0 and 95.4, respectively. This indicates that SnO₂ wire was the sensing part of the device.

In Fig. 4(b), an electrode which was fabricated by an FIB-CVD process has been examined. In this case Ga and Pt were also observed in addition to Sn and Si. This indicates that Ga and Pt from the fabrication process played an active role in connecting electrodes to the SnO₂ wire to form a sensor.

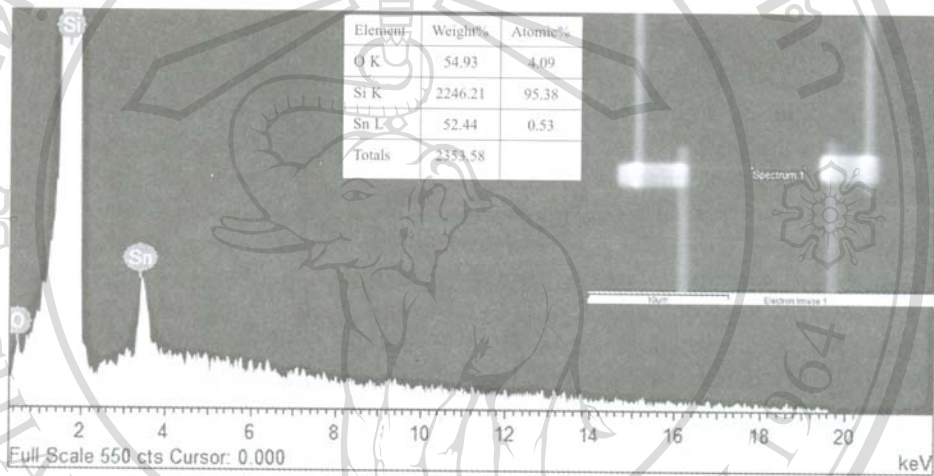


Figure 4. a) EDX results taken from the middle part of the SnO₂ wire.

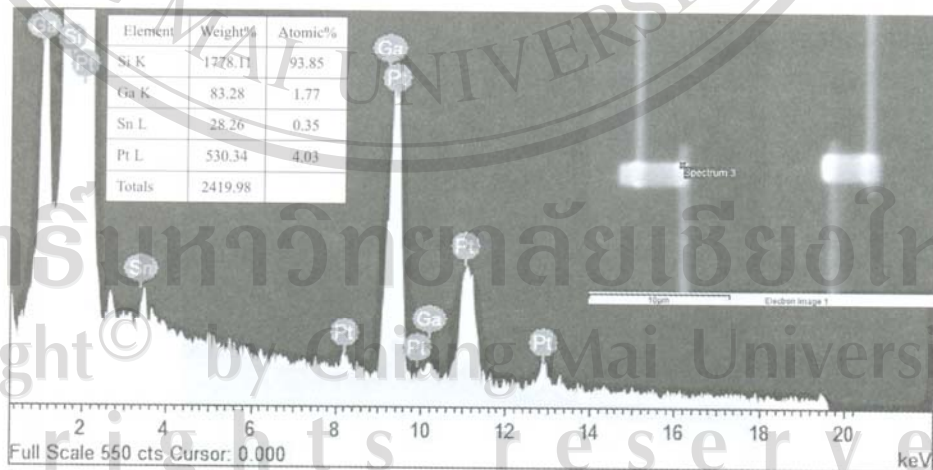


Figure 4. b) EDX results taken from the SnO₂ wire at the electrode region.

The fabricated device was tested for its sensing properties by means of 4-point probe measurement with ethanol concentration of about 1000 ppm, at room temperature of about 27°C.

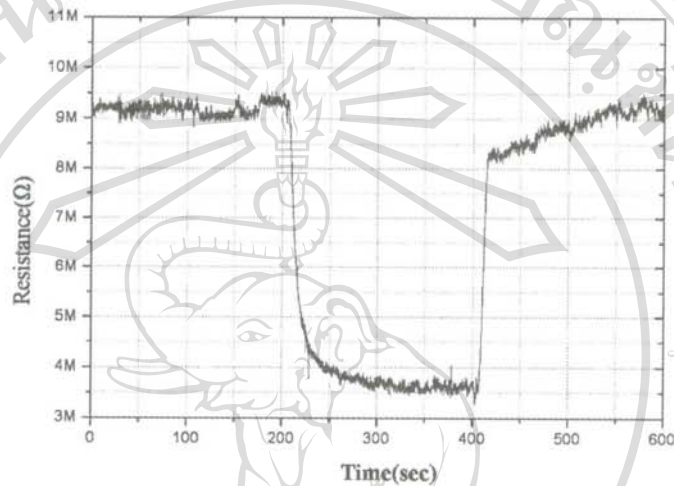


Figure 5. Response and recovery characteristics of SnO₂ nano wire sensor under ethanol vapor concentration of 1000 ppm at room temperature.

Figure 5 shows the characteristic response of the gas sensor when tested with ethanol vapor in ambient atmosphere. It was observed that its sensitivity was quite good about 2.5 with a fairly sharp response time which normally could not be observed for such a gas sensor at room temperature. Further development and study of the sensor properties will be discussed elsewhere.

CONCLUSION

In this work a single nanowire device has been fabricated by utilizing a dual focused ion beam. This demonstrates that any micro or nanodevice can be easily fabricated by this kind of machine and the device tends to have a superior characteristic compare to a conventional one.

ACKNOWLEDGEMENTS

We would like to thank the Applied Physics Laboratory, the Nanoscience and Nanotechnology Center Project, and the Network for Excellence in Functional Nanomaterials, Chiang Mai University for their support. NANOTEC, Thailand is also acknowledged.

REFERENCES

- Li, L., F. Zong, X. Cui, H. Ma, X. Wu, Q. Zhang, Y. Wang, F. Yang, and J. Zhao. 2007. Structure and field emission properties of SnO₂ nanowires. *Mater. Lett.* 61: 4152-4155.
- Ramgir, N. S., I. S. Mulla, and K. P. Vijayamohan. 2005. A room temperature nitric oxide sensor actualized from Ru-doped SnO₂ nanowires. *Sensors and Actuators B* 107: 708-715.
- Vila, A., F. Hernandez-Ramirez, J. Rodriguez, O. Casals, A. Romano-Rodriguez, J. R. Morante, and M. Abid. 2006. Fabrication of metallic contacts to nanometre-sized materials using a focused ion beam (FIB). *Mater. Sci. Eng. C* 26: 1063-1066.
- Xi, L., D. Qian, X. Tang, and C. Chen. 2008. High surface area SnO₂ nanoparticles: Synthesis and gas sensing properties. *Materials Chemistry and Physics*. 108(2-3), pp.232-236.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

PROCEEDINGS
MST25
2008

25th Annual Conference
MICROSCOPY SOCIETY OF THAILAND

January 9-11, 2008
Phitsanulok, Thailand

Organized by
NARESUAN UNIVERSITY
PIBULSONGKRAM RAJABHAT UNIVERSITY
and
THE MICROSCOPY SOCIETY OF THAILAND

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © Chiang Mai University
All rights reserved

Poster Presentation

Focused Ion Beam Technique for SnO₂ Nanobelt Gas Sensor Fabrication

M. Thepnurat, S. Phadungdhithada and N. Mangkornmongkol
Nanoscience and nanotechnology center project, Network for the excellence in functional-nanomaterials(NANOTECH Center of Excellence), NSTDA, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand.

A special technique employing focused ion beam (FIB) has been used for fabrication of a single SnO₂ nanobelt gas sensor. A SnO₂ nanobelt, 100 nm in thickness and 500 nm in width, was used as the sensing part of the sensor. Platinum electrode lines of the sensor were patterned by focused ion beam chemical vapor deposition (FIB-CVD) method. Energy dispersive spectroscopy was used to characterize and confirm the material type of the sensor.

Acknowledgement

The focused ion beam (FIB) research and service, Nanoscience and nanotechnology center project, Network for the excellence in functional-nanomaterials(The National Nanotechnology Center (NANOTECH)), NSTDA, Ministry of Science and Technology, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand.

References

- [1] Romano-R. A., and Francisco, H.-R., 2007 Dual – beam focused ion beam (FIB): A prototyping tool for micro and nanofabrication., J. Microelectro. Eng. 84: 789-792.
- [2] Fujita, J., M.Ishida, T.Ichihashi, Y. Ochiai, T. Kaito and S. Matsui., 2003. Growth of three-dimensional nano-structures using FIB-CVD and its mechanical properties., J. NIM. B 206: 472-477.
- [3] J. Gierak, D. Mailly., G.Faini, J.L. Pelouard, P. Denk, F. Pardo, J.Y. Marzin, A. Septier, G. Schmid, J.Ferre, R. Hydman, C. Chappert, J. Flicstein, B. Gayral and J.M. Gerard., 2001. Nano-fabrication with focused ion beams., J. Microelectro. Eng. 57-58: 865-875.
- [4] Ramgir, N. S., I. S. Mulla and K. P. Vijayamohan., A room temperature nitric oxide sensor actualized from Ru-doped SnO₂ nanowires., 2005. Sensor and Actuators B 107: 708-715.
- [5] Li, L., F. Zong, X. Cui, H. Ma, X. Wu, Q. Zhang, Y. Wang, F. Yang and J. Zhao., 2007. Structure and field emission properties of SnO₂ nanowires., Materials Letters 61: 4152-4155.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright © by Chiang Mai University

All rights reserved

*Corresponding author: nikornm@gmail.com

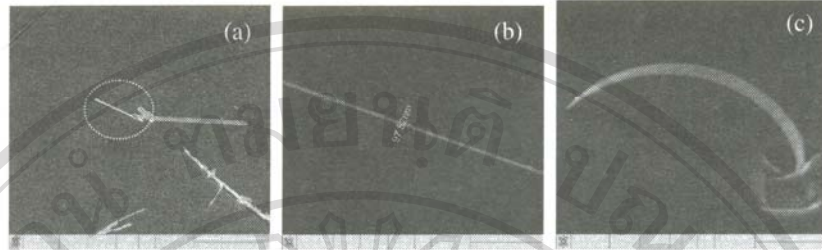


Figure 1 (a),(b) A single SnO₂ nanobelt of about 100 nm in thick on to the SiO₂ substrate. (c) FIB had fabricated a single SnO₂ nanobelt that is the bridge.

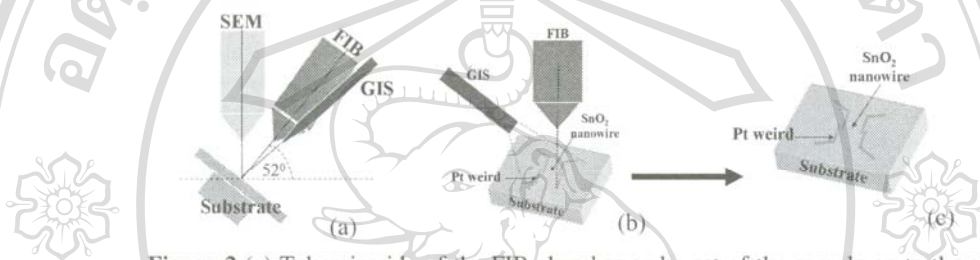


Figure 2 (a) Taken in side of the FIB chamber and a set of the sample on to the substrate at 52° (b) FIB had fabricated a single SnO₂ nanobelt electrodes device.(c) A single SnO₂ nanobelt with electrodes

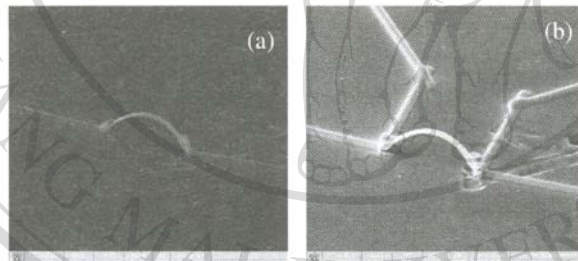


Figure 3 (a) FIB had fabricated a single SnO₂ nanobelt two electrodes device (b) A single SnO₂ nanobelt with four electrodes.

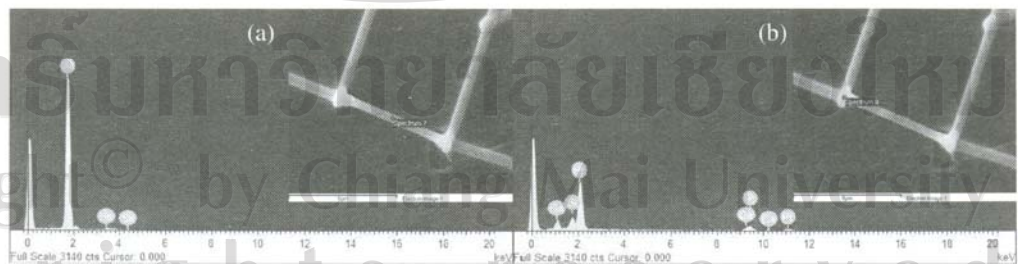


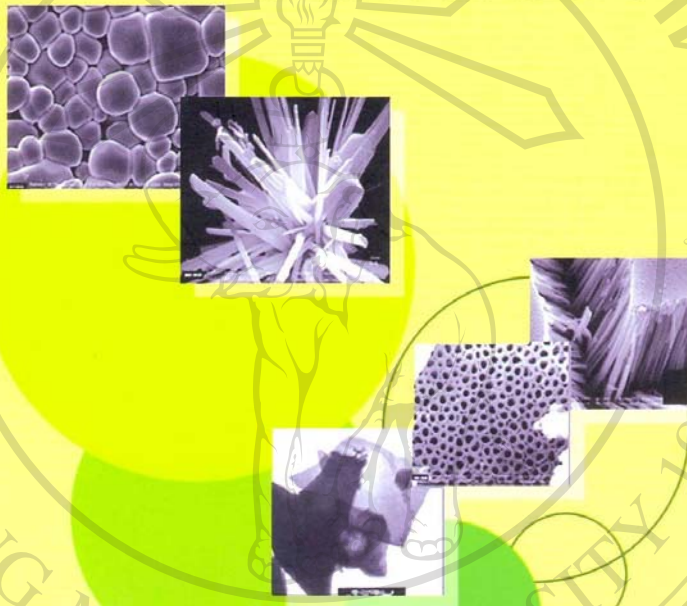
Figure 4 (a) EDX results and image of a device on the single nanobelt. (b) EDX results and image of a device on the single nanobelt electrodes device.

PAM II

The 2nd Progress in Advanced Materials:
Micro/Nano Materials and Applications

16-18 January 2008
Kosa Hotel, Khon Kaen, Thailand

Abstract Book



Organized by

NANO **KKU**

Integrated Nanotechnology Research Center, Khon Kaen University

Sponsored by



Khon Kaen University

NANOTECH
a member of NSTDA

National Nanotechnology Center



Commission on Higher Education

ลิขสิทธิ์ในมหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

Oral Presentation Session A : OA05**A simple fabrication of silver nano bath
for biosensor applications**

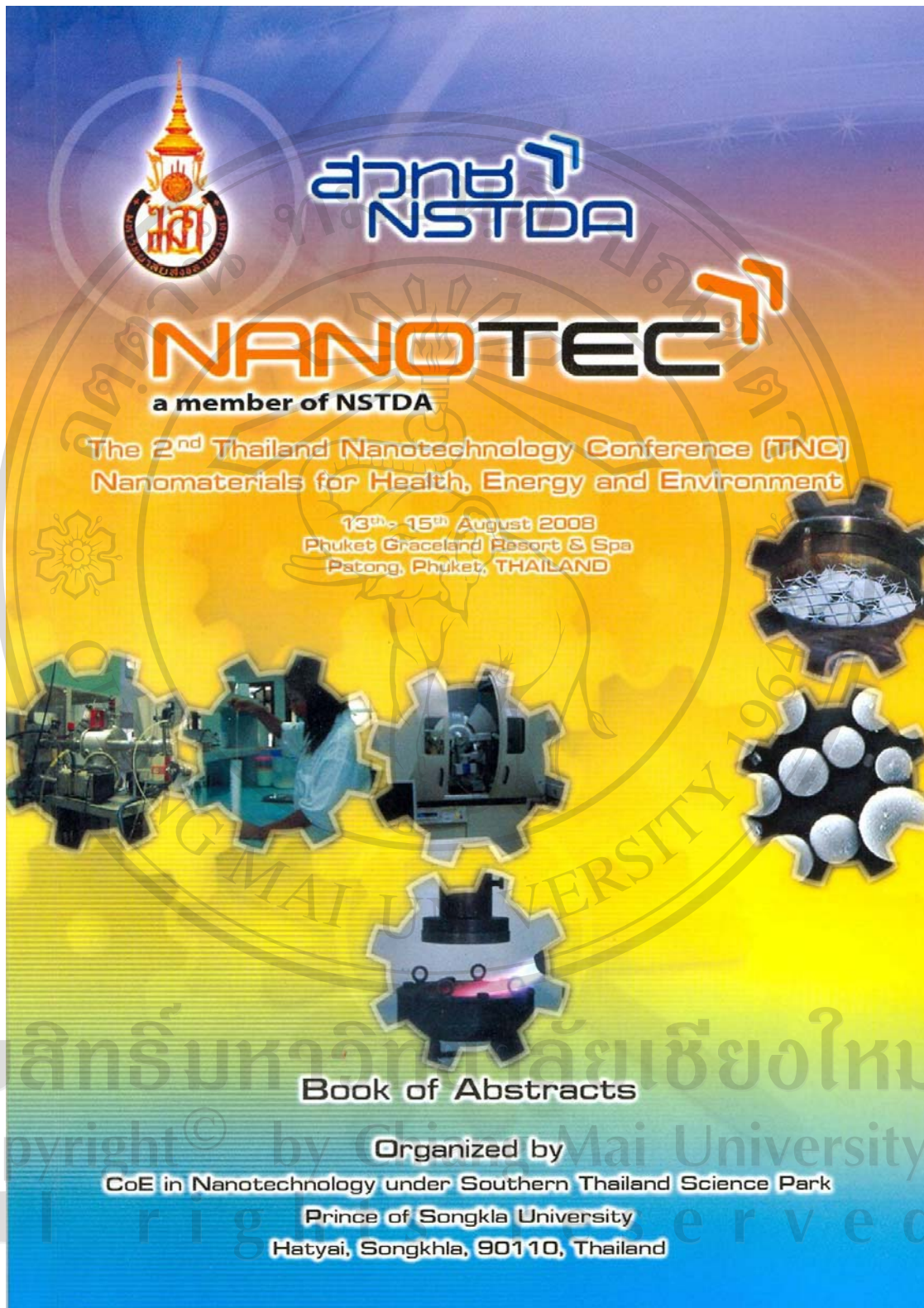
Nikorn Mangkorntong, Meechai Thepnurat and Pongsri Mangkorntong

Nanoscience and nanotechnology center project, Network for the excellence in functional-nanomaterials(NANOTEC Center of Excellence), NSTDA, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand.

Generally, most of biosensors have been fabricated either in the micro or nano electrodes forms. In this work, a fabrication of thin film nano silver bath by electrochemical method is reported. Firstly, a pair of platinum electrodes has been deposited onto a substrate by means of FIB-CVD. Then a thin layer of silver has been formed inside the nano-gap between the pair by means of electrochemical deposition. This silver nano bath is then can be used as a biosensor for electrical characterizing of micro organisms. A yeast sample has been employed for a demonstration of such applications.

Keywords: Nano silver biosensors, FIB-CVD, Nano bath.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

A simple fabrication of platinum nano-electrode for Escherichia coli biosensor

Meechai Thepnurat, Suvit Thanasanvorakun, Suwit Wongsila*,
 Morakot Sukchotiratana and Nikorn Mangkornrong

*Nanoscience and nanotechnology center project and Network for the excellence in functional-nanomaterials (NANOTEC Center of Excellence), NSTDA, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat Yai, Songkhla 90112 Thailand
 Institute for science and technology research and development, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand*

* Corresponding author e-mail address: tapmeechai@hotmail.com

Abstract

Highly sensitivity determination of microbial cell density is one of the very important subjects in the field of the fermentation process monitoring, environmental monitoring, food industry and clinical chemistry. The counting of the microbial colony on the plate medium is widely used, but this method is generally time-consuming. This study is motivated by the recent advances in the fabrication of nanostructure material and its purpose for applying in biosensor areas. The tradition of focused ion beam/chemical vapor deposition (FIB-CVD) process was employed to construct a thin layer of platinum (Pt), performed as Pt- nanoelectrode, for characterizing electrical response of micro-organisms. This device was tested with the Escherichia coli (E-coli) at room temperature. Given these advantages, Pt- nanoelectrode biosensors appear well suited for implementation in portable micro devices directed at, for example, the rapid detection of pathogens. Details of the fabrication and the characterization of the sensor will be discussed.

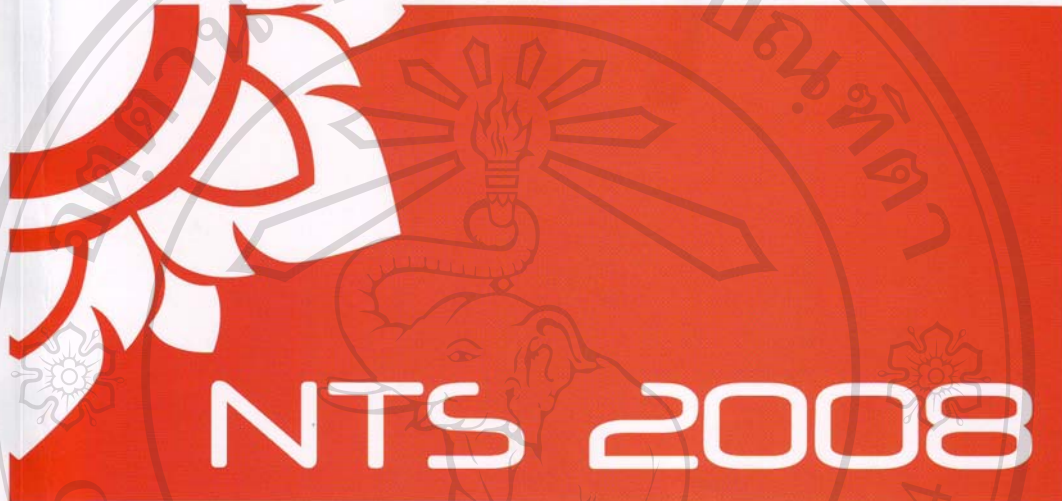
Keywords: *Escherichia coli* biosensors, Biosensors, FIB-CVD, Pt nano-electrode.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 Copyright© by Chiang Mai University
 All rights reserved



NanoThailand Symposium 2008

International Conference & Exhibition



Come Together for a Brighter Future



**NanoThailand
Symposium 2008**

November 6-8, 2008

Queen Sirikit National Convention Center
Bangkok, Thailand

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

Fabrication and Application of SnO₂ Nanowires: A Single SnO₂ Nanowire Gas Sensor

Suvit Thanasanvorakun ^a, Meechai Thepnurat ^b and Nikorn Mangkornong ^{b*}

^aDepartment of Physics, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand.

^bNetwork for Excellence in Functional Nanomaterials, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand.

*Corresponding author. E-mail address: nikornm@gmail.com

Abstract

Semiconducting oxide 1D nanomaterials have attracted considerable attention because of their unique electrical, optical, and mechanical properties as a result of their low dimensionality and the quantum confinement effect. Among these semiconductors, the rutile form of SnO₂ is one of the interesting materials. In this work a simple synthesis of nanowires of SnO₂ in which their high purity single-crystalline form has been successfully prepared at 800°C from the mixture powder of SnO₂ and carbon in the ratio of 1:5 (w/w). Their morphologies, purity of the products were characterized by transmission electron microscopy (TEM), selected area electron diffraction, X-ray diffraction, scanning electron microscope (SEM) and Raman spectroscopy, respectively. Then a gas sensor has been prepared by attaching microelectrodes on to a nanowire using a focused ion-beam (FIB) fabrication technique. Its ethanol sensing property was observed by means of four-point probe method. Details of the fabrication and the characterization of the sensor have been discussed.

Aims and objectives

Low-dimensional semiconductors offer interesting physical phenomena and the possibility to realize a novel device based on its nature and dimensionality, especially for a 1D structure. Metal oxide have attracted considerable attention for a long time for their gas sensing property due to their advantageous features, such as higher sensitivity to ambient conditions, lower cost, and simplicity in fabrication. Among these semiconductors, the rutile form of SnO₂ is one of the interesting materials. It is an n-type semiconductor with a wide band gap of 3.6 eV at room temperature, and is well known for its applications in gas sensors [1], capacitors [2], transistors [3], and solar cells [4]. So far, considerable effort has been devoted to the synthesis of nanostructured SnO₂ materials, including nanoparticles, nanowires, nanorods, and nanobelts [5–8]. Recently, it has been reported that SnO₂ nanowires are promising for sensors due to the high surface-to-volume ratio, high purity due to its the single crystalline structure and consistent size which results in easy to produce a complete depletion of carriers inside the wire [8]. Therefore, the tin oxide nanowires have been widely employed as sensors for ethanol, CO and other gases, mostly in the bulk form [9-10]. So far single wire form has been reported only for carbon monoxide sensor, but not ethanol sensor [11].

It is well known that one of the most important issues for tailoring the sensor's response [12] which directly related to its surface to volume ratio. Nanowire form has a very high such ratio. Actually, to study gas sensing mechanism of a single nanocrystal is still a challenge. One of the main reasons to explain this lack of experimental studies is that there are many difficulties in performing reliable electrical contacts on a single nanowire using a controllable fabrication process performed at the nanoscale level. The most common techniques are optical- or electron-beam lithography's. Nevertheless, both techniques are multi-step and time consuming processes and they are difficult to tailor for a single and specific sample. For all these reasons, an alternative process based on FIB technique has been developed and applied as one option which, experimentally, helps to solve problems related to conventional lithography processes. The use of FIB enabling *in situ* capture of electron images and simultaneous dissociation of metal-organic compounds with the incident electron beam, as ion-beam induced deposition process [13].

In this work, the preparation of SnO₂ metal oxide nanowires was presented and their structures were characterized by means of SEM, TEM, SAED, XRD and Raman spectroscopy. After that a single SnO₂ nanowire was fabricated as a gas sensor for detecting ethanol vapor. The details of its sensing characteristics were observed and discussed.

Materials and methods

SnO₂ nanowires were prepared by thermal oxidation process. The starting materials, tin dioxide (SnO₂) and carbon (C) powders were mixed in a ratio of 1:5 (w/w) and then were hand-grounded in an agate mortar with polyvinyl alcohol (PVA). After that, the mixture was screened onto the alumina substrate and placed in an alumina boat with copper oxide powder laid underneath the substrate. The boat was then rapidly heated in a horizontal tube furnace which had been kept at the temperature of 800°C, for 1 hr. in normal atmospheric pressure, without any inert gas.

In order to separate the nanowires agglomerates into individual and selectable single wire, ultra-sonication of the wires was carried out in ethanol. Then, a drop of the solution was dispersed onto the surface of a SiO₂/Si wafer. Generally, electrical electrode attachment can be achieved by several means such as lithography processes or focused ion-beam/chemical vapor deposition (FIB-CVD). However in this case only FIB technique is suggested as the simplest and most reliable method, with a short fabrication time. The sample was inspected using a SEM to search for a single SnO₂ nanowire, 50-100 nm wide and 50-100 μm long and selected. Then, four electrodes were deposited onto the wire, using a FEI Quanta 3D Dual Beam FIB, employing 30 kV Ga⁺ FIB/CVD-assisted depositions. A gas injection system (GIS) of platinum ((CH₃)₄CH₃C₄H₄Pt) with a current of about 10 pA. Consequently, Ga and Pt from the fabrication process played an active role in connecting electrodes to the SnO₂ wire to form a sensor.

Results

The nanowire obtained from the furnace is in the form of agglomerates, with the individual nanowires intertwined with one another. Some of the nanowires can be as long as 800 μm but tangled to each other. The SEM image in Fig. 1 reveals and confirms that they formed into wire-like and rod-shaped nanowires of about 100 – 800 micrometers in length and 30-200 nm in width. The three observed Raman peaks at 474, 634 and 774 cm⁻¹ indicate the typical rutile phase of the SnO₂ which is in agreement with the X-ray diffraction results. The X-ray diffraction (XRD) pattern (in Fig. 2) of SnO₂ nanowires showed that there were 8 peaks with 2θ values of 26.48, 33.87, 37.91, 38.98, 51.72, 54.85, and 57.97, corresponding to SnO₂ crystal planes of (110), (101), (200), (111), (211), (220), and (002), respectively. All the diffraction peaks can be indexed to the tetragonal rutile structure of SnO₂ with lattice constants a = b = 4.734 Å and c = 3.185 Å, respectively, consistent with the standard values of bulk SnO₂ (JCPDS 880287). In addition, no characteristic peaks of CuO, which used in the fabrication process, were observed. Thus, the XRD result implies that the as-synthesized product was pure rutile SnO₂. A TEM bright field image of a selected nanowire revealed that it was a single crystalline without any dislocation. The inset SAED pattern of the nanowires was recorded with the electron beam along [020]. From the SAED, the growth direction of SnO₂ nanowire was found to be [101], in agreement with other reports [14].



Fig. 1 SEM image of agglomerates SnO₂ nanowires.

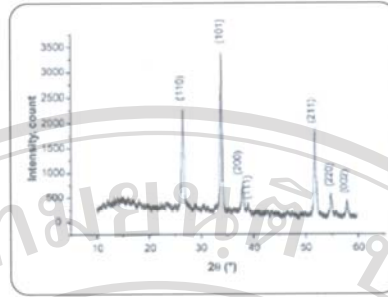


Fig.2 A typical XRD pattern of SnO_2 nanowires obtained from $\text{Cu K}\alpha$ radiation.

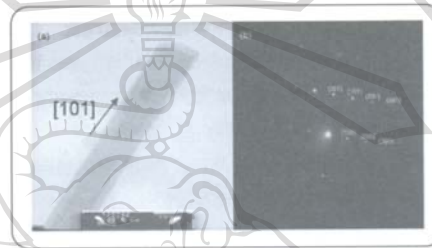


Fig.3 (a) TEM image of a nanowire, (b) Its SAED pattern taken along $[0\ 2\ 0]$.

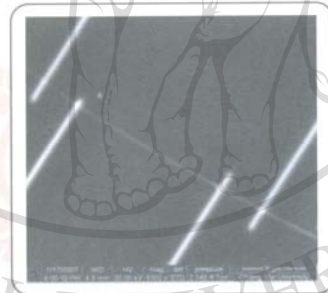


Fig. 4 A single SnO_2 nanowire sensor with 4 point probe electrodes.

The chemical characterization by EDX of the Pt stripes reveals an important contamination. Pt content was about a quarter of the deposited materials, while C was always present in concentration $> 65\%$ and some Ga (8%) was also present too. These results came from the decomposition of the metal organic compound by the ion/electron beam. It is believed that this high carbon contamination is the responsible of the higher resistivity shown by the Pt stripes in comparison with the pure Pt, several tens of times for the ion assisted and higher for the electron assisted due to the lack of gallium. So, according to these results, it should be kept in mind that the deposition performed with FIB are rather a carbon rich matrix doped with platinum and gallium. In spite of these characteristics, one can accept this procedure of nano contact fabrication as a reliable method to have electrical access to study the charge transport properties of the nanostructures if the four point probe technique is employed. These contacts show excellent electrical stability as a function of time and applied current density. Therefore, they fulfill the requirements to fabrication of a tiny good and reliable device. No degradation in this kind of contacts was observed after applying constant current for several minutes [11].

The ethanol sensing response of the fabricated device was observed by the 4-point probe measurement technique in which the sensor was exposed to ethanol vapor of 1000 ppm in concentration and at ambient temperature of about 27°C. In this experiment the current used was about 1-700 nA so that the current density of the wire was not exceed 10^4 A/cm² otherwise the sensor would be damaged. At room temperature, the device showed non-linear behavior possibly originated from the Pt-SnO₂ nanowire junctions, which form a Schottky barrier of height $\Phi_B = 0.75 \pm 0.10$ eV in the absence of interface states, owing to the difference between the Pt work function ($\Phi_{Pt} = 5.65$ eV) and the SnO₂ electron affinity ($\chi_{SnO_2} = 4.9 \pm 0.1$ eV) [15]. This 4-point probe measurement configuration can be described as a back-to-back Schottky circuit. By non-linear behavior (Fig. 5), we can see that the bias current increases since the applied bias is increased while the contact barrier height is reduced.

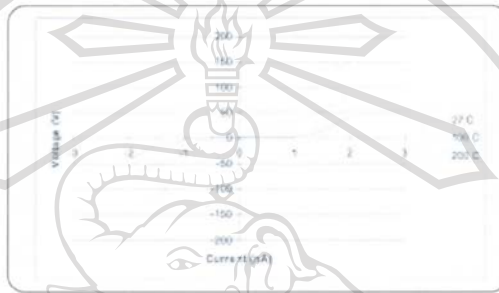


Fig. 5 Non-linear characteristics of the nanocontact of Pt-SnO₂.

The I-V curves also show a dependence on the temperature. The non-linear behavior is reduced as the temperature increased and generally non-predominant over 200°C. (Fig.5). Thus, for a conventional sensor the working temperature would be kept at a temperature higher than 200°C. That why a heater is required for the sensor. However, in this work high current density would generate heat in the wire so that no heater was needed.

In order to validate the capability of a single nanowire as a gas sensor, we have performed the analysis of its sensing behavior with ethanol concentration of about 1000 ppm, at room temperature of about 27°C, without any heater.

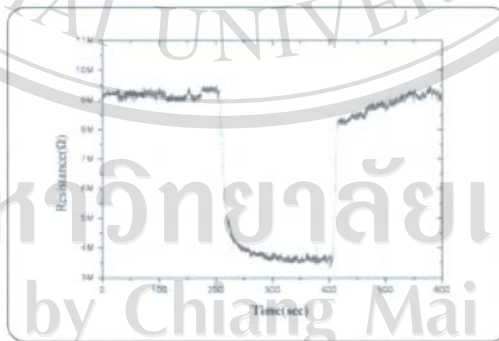


Fig 6. Response and recovery characteristics of SnO₂ nanowire sensor under ethanol vapor concentration of 1000 ppm at room temperature.

Figure 6 shows the characteristic response and recovery of the gas sensor when tested with ethanol vapor in an ambient atmosphere. It was observed that its sensitivity was quite good about 2.5 with a fairly sharp response and recovery which normally could not be observed from such a typical gas sensor at room temperature and without heating. Further development and study of the sensor properties will be discussed elsewhere.

Conclusion of the study

In summary, we have demonstrated that high purity nanowires of SnO₂ could be synthesized from the mixture of SnO₂ and carbon at 800°C. The characteristics of these nanowires were analyzed by means of SEM, TEM, SAED, XRD and Raman spectroscopy. A suitable wire was used for fabrication of a single nanowire ethanol sensor. It exhibited rectifier behavior at room temperature and dependence on the temperature. Its gas sensing behaviors has been observed and found that it has a very fast response and recovery. This observation demonstrates the possibility of development of a new class of stable and very sensitive nanosensor for gas sensing, which may need no heater attached, resulting in a smaller and energy efficient sensing device.

Acknowledgement

We would like to thank the Nanoscience and Nanotechnology Center Project, Faculty of Science, Chiang Mai University and the Network for Excellence in Functional Nanomaterials, Chiang Mai University for their support. NANOTEC, Thailand is also acknowledged. Suvit Thanasanvorakun would like to acknowledge the Graduate School, Chiang Mai University for financial support.

Reference

- [1] S.G. Anasari, P. Boroojerdian, S.R. Sainkar, R.N. Karekar, R.C. Aiyer and S.K. Kulkarni, *Thin Solid Films* 295 (1997) 271.
- [2] K.R. Prasad and N. Miura, *Electrochem. Commun.* 6 (2004) 849.
- [3] G. Sberveglieri, *Sens. Actuator B* 6 (1992) 239.
- [4] M. Turrion, J. Bisquert and P. Salvador, *J. Phys. Chem. B* 107 (2003) 9397.
- [5] A. Kolmakov, Y. Zhang, G. Cheng and M. Moskovits, *Adv. Mater.* 15 (2003) 997.
- [6] X.L. Ma, Y. Li and Y.L. Zhu, *Chem. Phys. Lett.* 376 (2003) 794.
- [7] S. Thanasanvorakun, P. Mangkorntong, S. Choopun and N. Mangkorntong, *Ceramics International* 34 (2008) 1127.
- [8] E. Comini, G. Faglia, G. Sberveglieri, Z.W. Wei and Z.L. Wang, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2002) 286.
- [9] E. Comini, G. Faglia, G. Sberveglieri, Z.W. Pan and Z.L. Wang, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2001) 1869.
- [10] A. Vila, F. Hernandez-Ramirez, J. Rodriguez, O. Casals, A. Romano-Rodriguez, J.R. Morante and M. Abid, *Mater. Sci. Eng. C* 26 (2006) 1063.
- [11] F. Hernandez-Ramirez, A. Tarancon, O. Casals, J. Arbiol, A. Romano-Rodriguez and J.R. Morante, *Sensors and Actuators B* 121 (2007) 3.
- [12] W. Gopel and K.D. Schierbaum, *Sens. Actuators B* 26–27 (1995) 1.
- [13] C.A. Volkert and A.M. Minor, *MRS BULLETIN* 32 (2007) 389.
- [14] Z.R. Dai, Z.W. Pan and Z.L. Wang, *Adv. Funct. Mater.* 13 (2003) 9.
- [15] H. Elhouichet, A. Moadhen, M. Oueslati, S. Romhdane, J. R. Roger and H. Bouchriha, *Phys. Status Solidi* 9 (2005) 3349.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นายมีชัย เทพนุรัตน์
วัน เดือน ปี เกิด	9 กรกฎาคม 2523
ประวัติการศึกษา	สำเร็จการศึกษาประถมศึกษา-มัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนชุมชนบ้านป่าไผ่ อ.ถ้ำจันทวน สำเร็จการศึกษามัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนราชประชานุเคราะห์ ๒๖ จ.ลำพูน ปีการศึกษา 2541 สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยทักษิณ จ.สงขลา ปีการศึกษา 2546
ประสบการณ์การทำงาน	ปี 2546-2549 ทำงานเป็นผู้ช่วยนักวิจัย โครงการวิจัยสร้างเครื่องตรวจวัด แอลกอฮอล์ในลมหายใจ ห้องปฏิบัติการวิจัยฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชา ฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ปี 2549-ปัจจุบัน ทำงานเป็นนักวิทยาศาสตร์ งานวิจัยและวิเทศสัมพันธ์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved