# บทที่ 3

## อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 ประกอบและติดตั้งเครื่องแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบง่ายไฟกระแสตรงเป็นห้วงให้สามารถ ทำงานได้

3.1.1 ส่วนประกอบของเครื่องแมกนีตรอนสบัตเตอริงแบบจ่ายไฟกระแสตรง



วัสดุเป้าสารเคลือบ (target)

วัสดุเป้าสารเกลือบที่ใช้ในการทดลองนี้ประกอบด้วย วัสดุเป้าไทเทเนียม 99.999% แบบแผ่น กลม เส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร หนา 1 เซนติเมตร และวัสดุเป้าไฮดรอกซีอะพาไทต์ แบบแผ่น กลม เส้นผ่านศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร



ภาพที่ 3.2 แสดงวัสดุเป้าไทเทเนียม

ภาพที่ 3.3 แสดงวัสดุเป้าไฮดรอกซีอะพาไทต์

แหล่งจ่ายไฟกระแสตรงแบบเป็นห้วง (pulse dc power supply)

แหล่งจ่ายไฟกระแสตรงแบบเป็นห้วงที่ใช้คือ รุ่น IPA 1010 Intelligent Bi-polar Pulse Power Supply ของ EN Technologies โดยแหล่งจ่ายไฟรุ่นนี้สามารถเลือกโหมดการจ่ายไฟให้แก่แหล่งกำเนิด แมกนิตรอนได้ 3 โหมดคือ จ่ายเป็นกำลังไฟฟ้า (power) ได้สูงสุด 10 กิโลวัตต์ จ่ายเป็นกระแสไฟฟ้า (current) ได้ 2 แบบคือ แบบกระแสตรง (DC; 0~10 แอมแปร์) และแบบเป็นห้วง (pulse; 0~20 แอมแปร์) และจ่ายเป็นศักย์ไฟฟ้า (voltage) ได้ตั้งแต่ 100~1000 โวล์ต อีกทั้งยังสามารถเลือกรูปแบบ การจ่ายได้ทั้ง Asymmetric bi-polar, ±Uni-polar และ ±DC



ภาพที่ 3.4 แสดงแหล่งจ่ายไฟกระแสตรงแบบเป็นห้วง รุ่น IAP 1010

 ปั้มสุญญากาศ (turbo pump and rotary pump) และวาล์วเปิด-ปิดหน้าปั้มสุญญากาศ (gate valve)



ประกอบไปด้วย หัวจ่ายก๊าซ (regulator) เครื่องมือวัดอัตราการไหลของก๊าซ (mass flow) กล่องควบคุมการไหลของก๊าซ สายส่งก๊าซ และท่อปล่อยก๊าซแบบห่วง(ในอู่วิเคราะห์)



ภาพที่ 3.8 แสดง ภาพที่ 3.9 แสดงท่อ เครื่องมือวัดอัตรา ปล่อยก๊าซแบบห่วง การไหลของก๊าซ ในอู่วิเคราะห์

ภาพที่ 3.6 แสดงหัว ภาพที่ 3.7 แสดงกล่องควบคุม จ่ายก๊าซ และท่อส่ง การไหลของก๊าซ ก๊าซ

• อู่วิเคราะห์สุญญากาศ (vacuum chamber)

อู่วิเคราะห์สแตนเลสรูปทรงสี่เหลี่ยมขนาด 37x37x37 ลูกบาศก์เซนติเมตร



ประกอบไปด้วยระบบคอมเพรสเซอร์ (compressor) ถังบรรจุน้ำที่ภายในมีขคลวดสำหรับทำ ความเย็น ชุดกรองตะกอนและชุดกรองน้ำให้เป็นน้ำ DI เพื่อใช้หล่อเย็นแหล่งกำเนิดแมกนีตรอน และ ปั๊มสำหรับหมุนเวียนน้ำ • แท่นวางวัสคุรองรับ (substrate holder)

แท่นวางวัสคุรองรับรูปวงกลมทำจากสแตนเลส เส้นผ่านศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร สามารถ ปรับระดับความสูงต่ำได้



3.1.2 ติดตั้งติดตั้งเครื่องแมกนีตรอนสปัตเตอริงแบบจ่ายไฟกระแสตรงเป็นห้วงให้สามารถ ได้





ภาพที่ 3.13 แสดงการติดตั้งระบบแมกนีตรอนสปัตเตอริงสำหรับการใช้งาน

### 3.2 ศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ของแหล่งกำเนิดแมกนี้ตรอนสปัตเตอริง

### 3.2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและแรงดันไฟฟ้า (I-V characteristics)

ทำการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าที่ง่ายให้กับแหล่งกำเนิดแมกนิตรอนโดยใช้ voltage probe ต่อกับ ออสซิลโลสโคป จากนั้นจึงอ่านค่าที่ได้จากสัญญาณที่แสดงที่จอออสซิลโลสโคป และเนื่องจาก current probe ที่มีไม่สามารถใช้งานได้ ดังนั้นจึงนำ ferrite มาประยุกต์ใช้ในการหาค่ากระแสไฟฟ้า โดยใช้หลักการของแรงเคลื่อนแม่เหล็ก จากการสร้างเส้นแรงแม่เหล็กของขดลวดที่พันอยู่รอบแกน ferrite ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับ กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านขดลวดและจำนวนรอบของขดลวด ดัง สมการที่ 3.1

$$I_2 = NI_1 = \frac{NV_1}{R}$$

สมการที่ 3.1

เมือ	$I_2$	คือ แรงเคลื่อนแม่เหล็ก (Magnetomotive force) หน่วย แอมแปร์-รอบ หรือ แอมแปร์
	$I_1$	คือ กระแสไฟฟ้าเหนี่ยวนำที่ไหลผ่านขคลวค หน่วย แอมแปร์
	Ν	คือ จำนวนรอบของขดลวด หน่วย รอบ
	$V_1$	คือ ศักย์ไฟฟ้าที่ผ่าน ferrite หน่วย โวลต์
	R	คือ ค่าความต้านทาน หน่วย โอห์ม

จากนั้นทำการเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและแรงคันไฟฟ้า

#### 3.2.2 ค่าสนามแม่เหล็ก

หาค่าสนามแม่เหล็กของแหล่งกำเนิดแมกนีตรอนได้ โดยการใช้เทสลามิเตอร์วัดในแนวแกน x และแกน y บริเวณหน้าเป้าวัสคุสารเคลือบ

3.3 หาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการเคลือบฟิล์มบางไทเทเนียมในไตรด์และฟิล์มบางไทเทเนียม ในไตรด์-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยใช้เทคนิคสเปกโทรสโกปีแบบเปล่งแสง

3.3.1 จุดพลาสมาในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน และก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนกับในโตรเจน ที่ เงื่อนไขต่างๆ

• โหมด asymmetric bi-polar

- duty cycle ต่างๆ : (+90, -5), (+75, -5) และ (+75, -20)
- ความคันต่างๆ : 3, 5, 7 และ 10 มิลลิทอร์ (mTorr)
- ศักย์ไฟฟ้าต่างๆ
- สำหรับไทเทเนียมในไตรค์ในช่วง 275 400 โวล์ต
- สำหรับไทเทเนียมในไตรค์-ไฮครอกซีอะพาไทต์ในช่วง 450 750 โวล์ต
- ความถี่ต่างๆ : 30 และ 50 กิโลเฮิร์ต
- อัตราการใหลของก๊าซ
- ก๊าซอาร์กอนคงที่ที่ 15 sccm
- ก๊าซในโตรเจน : 0.2, 0.6 และ 1.0 sccm
- ระยะห่างระหว่างเป้าสารเคลือบและวัสดุรองรับคงที่ที่ 4 เซนติเมตร

### 3.3.2 เก็บข้อมูล OES ของพลาสมาที่จุดไว้

ด้วยการใช้เครื่องวัดสเปกตรัมรุ่น AvaSpec-2048 ที่มีหัววัดแบบเส้นใยแก้วนำแสง (fiber optic probe) โดยเครื่องวัดสเปกตรัมรุ่นนี้จะใช้ร่วมกับโปรแกรม Avasoft โดยใช้คอมพิวเตอร์ทำ หน้าที่แสดงประมวลผล และเก็บข้อมูลสเปกตรัมที่วัดได้ผ่านโปรแกรมควบคุม จากนั้นจึงนำข้อมูล สเปกตรัมที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมโปรแกรม OriginPro 8.0

ลยนด



ภาพที่ 3.14 แสคง พลาสมา ภาพที่ 3.15 แสดง หัววัดแบบเส้นใยแก้ว นำแสง ภาพที่ 3.16 แสคง เครื่องวัดสเปกตรัม ภาพที่ 3.17 แสดง โปรแกรม Avasoft

## 3.3.3 หาค่าอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่เงื่อนไขต่างๆ

- จุดพลาสมาที่เงื่อนไขต่างๆ
- เปิดโปรแกรม Avasoft แล้วใช้หัววัดหาตำแหน่งที่ความเข้มสเปกตรัมสูงสุด โดยสังเกตจาก กราฟที่แสดงที่หน้าจอกอมพิวเตอร์
- เลือกตำแหน่งการวัด OES ที่ให้ความเข้มสเปกตรัมสูงสุด และกำหนดให้เป็นตำแหน่ง เดียวกันทั้งหมดสำหรับทุกเงื่อนไข
- ทำการ วัดและบันทึกผลของสเปกตรัมที่ได้จากพลาสมาที่จุด ผ่านจอกอมพิวเตอร์
- นำผลของสเปกตรัมที่บันทึกไว้ ไปขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (intensity) และ ความยาวคลื่น (wavelength) โดยใช้โปรแกรม OriginPro 8
- เลือกกลุ่มของสเปกตรัมของอาร์กอนที่ชัดเจนที่สุดมาสองกลุ่ม ตามเงื่อนไขการพิจารณาที่ กล่าวไว้ในบทที่ 2
- หาค่าความเข้มที่จุดยอด (peak) ของเส้นสเปกตรัมที่เลือก
- นำมาคำนวณค่า I<sub>ki</sub> \*  $\lambda_{ki}$ ,  $g_k$  \*  $A_{ki}$ ,  $I_{ki}$  \*  $\lambda_{ki}/g_k$  \*  $A_{ki}$  และ ln ( $I_{ki}$  \* $\lambda_{ki}/g_k$  \* $A_{ki}$ )
- สร้างกราฟ Boltzmann's plot แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง  $E_k$  กับ ln ( $I_{ki}*\lambda_{ki}/g_k*A_{ki}$ )
- หาความชั้นจากกราฟที่ได้ แล้วนำมาคำนวณอุณหภูมิอิเล็กตรอน จากความสัมพันธ์

slope = 
$$-\frac{1}{k_{\rm B}T_{\rm e}}$$
 จะได้  $T_{\rm e} = -\frac{1}{k_{\rm B} \times {\rm slope}}$  หน่วย เคลวิน (K)

แปลงอุณหภูมิอิเล็กตรอนจากหน่วยเคลวิน (K) ให้เป็นหน่วยอิเล็กตรอนโวลต์ (eV)

โดย 1 eV = 11,604.52500617 Kดังนั้น  $T_e(\text{eV}) = (8.617328154 \times 10^{-5}) \times T_e(\text{K})$ 

บันทึกค่าอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่ได้

## 3.3.4 วิเคราะห์และหาความสัมพันธ์ของการแตกตัวของพลาสมาและอุณหภูมิอิเล็กตรอน ต่อ เงื่อนไขต่างๆที่ใช้จุดพลาสมา

• พิจารณาความเข้มของธาตุต่างๆในพลาสมาที่ปริมาณก๊าซในโตรเจนต่างๆ

- พิจารณาความเข้มของธาตุต่างๆในพลาสมาที่ความคันต่างๆ
- พิจารณาความเข้มของธาตุต่างๆในพลาสมาที่ศักย์ไฟฟ้าต่างๆ
- พิจารณาความเข้มของธาตุต่างๆในพลาสมาที่ duty cycle ต่างๆ
- พิจารณาความเข้มของธาตุต่างๆในพลาสมาที่ความถี่ต่างๆ
- พิจารณาอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่ปริมาณก๊าซในโตรเจนต่างๆ
- พิจารณาอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่ความดันต่างๆ
- พิจารณาอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่ศักย์ไฟฟ้าต่างๆ
- พิจารณาอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่ duty cycle ต่างๆ
- พิจารณาอุณหภูมิอิเล็กตรอนที่ความถี่ต่างๆ

#### 3.4 ทดลองการตกสะสมฟิล์ม

- ตกสะสมฟิล์มไทเทเนียมในไตรค์ โดยใช้โหมดการจ่ายศักย์ไฟฟ้า แบบ asymmetric bi-polar
  ที่ duty cycle (+90, -5) ความถี่ 30 kHz ความดันขณะสปัตเตอริง 10 mTorr อัตราการไหลของ ก๊าซไนโตรเจน 1 sccm และศักย์ไฟฟ้า 350 โวลต์ เป็นเวลา 45 นาทีและ 30 นาที บนวัสดุ รองรับซิลิกอนเวเฟอร์และกระจกสไลด์ ตามลำดับ
- ตกสะสมฟิล์มไทเทเนียมในไตรค์-ไฮครอกซีอะพาไทต์ โดยใช้โหมคการจ่ายศักย์ไฟฟ้าแบบ asymmetric bi-polar ที่ duty cycle (+90, -5) และ (+75, -5) ความถี่ 30 และ 50 kHz ความคัน ขณะสปัตเตอริง 10 mTorr ปริมาณการไหลของก๊าซไนโตรเจน 0.2 และ 0.6 secm และ ศักย์ไฟฟ้า 600 โวลต์ เป็นเวลา 120 นาที บนวัสดุรองรับซิลิกอนเวเฟอร์และกระจกสไลด์

hiang Mai University

s e

## 3.5 วิเคราะห์คุณสมบัติของฟิล์ม

- 3.5.1 ศึกษาธาตุองค์ประกอบและสมบัติทางเคมีที่ระดับพื้นผิวของฟิล์ม ด้วยเทคนิคX-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)
- 3.5.2 ศึกษาพื้นผิวและอัตราการตกสะสมของฟิล์ม ด้วยเทคนิก Atomic Force Microscope (AFM)