

บทความวิจัย

การเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียม และอินเดียมด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยใช้เป้าเซรามิกส์

นันทน์ วัฒนสุภิญญา¹ อ้อมตะวัน แสงจักรวาล² บัญชา ศิลป์สกุลสุข¹
ณสรณ์ ผลโภค¹ และ ธนภรณ์ โตโสภณ^{1*}

บทคัดย่อ

ได้ประสบความสำเร็จในการเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียม (AIZO) โดยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง บนแผ่นรองรับที่เป็นกระจกในบรรยากาศอาร์กอนบริสุทธิ์ ณ อุณหภูมิห้อง โดยใช้เซรามิกส์ซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียมในปริมาณ 0.5 wt% ขนาด 3 นิ้วที่เตรียมเองในห้องปฏิบัติการเป็นเป้า ศึกษาอิทธิพลของเงื่อนไขของการสปีดเตอริง ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับ ความดัน และกำลังไฟฟ้า ที่มีต่อการทับถมของฟิล์ม โดยตรวจสอบจากความหนาและภาพตัดขวางของฟิล์มด้วยเครื่องวัดความหนาของฟิล์มและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) ตามลำดับ พบว่าเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 7 cm จะให้ฟิล์มที่มีอัตราการทับถมดีที่สุด (25-32 nm/min) มีความหนาสูงสุดในช่วง 750-950 nm โดยไม่ขึ้นกับความดันขณะสปีดเตอริง ขณะที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับที่เพิ่มขึ้น อัตราการทับถมของฟิล์มจะลดลงและขึ้นกับความดันอย่างชัดเจน โดยการเตรียมฟิล์มที่ความดันต่ำจะให้อัตราทับถมของฟิล์มสูงกว่า และมีความหนาแน่นมากกว่าที่ความดันสูง และการเพิ่มกำลังไฟฟ้าจะทำให้ฟิล์มมีอัตราการทับถมสูงขึ้น โดยฟิล์มเตรียมที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับมากถึง 16 cm ความดันสูงที่ 0.1 mbar จะมีอัตราการทับถมต่ำสุด (1.7 nm/min) และมีความหนาเป็น 50 nm โดยจะอภิปรายกลไกที่เป็นไปได้ในงานวิจัยนี้

คำสำคัญ: ฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง เป้าเซรามิกส์

¹ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

² ภาควิทยาศาสตร์ โรงเรียนไผทอุดมศึกษา กรุงเทพมหานคร

* ผู้นิพนธ์ประสานงาน, email: thanapor@swu.ac.th

Preparation of Aluminium and Indium-Doped Zinc Oxide Thin Films Prepared by DC Magnetron Sputtering Using Ceramic Target

Nuntanut Wattanasupinyo¹, Aomtawan Sangjakrawan², Buncha Silskulsuk¹,
Nason Phonphok¹ and Thanaporn Tohsophon^{1*}

ABSTRACT

We succeed to fabricate Aluminum-and indium doped-zinc oxide (AIZO) thin films by direct current (dc) magnetron sputtering on a glass substrate in pure argon atmosphere at room temperature. Three inches home made of zinc oxide ceramic with 0.5 wt% of aluminum and indium doping was used as a target. The influence of sputtering conditions, i.e, target-substrate distance, pressure and power, on AIZO deposition was studied. Films thickness and cross sections were investigated by surface profiler and scanning electron microscope (SEM), respectively. At the target-substrate distance of 7 cm, the films show optimum deposition rate (25-32 nm/min) with the thicknesses of 750-950 nm throughout the deposited pressure, indicating that the deposited rate not depend on the pressure. While at the higher target-substrate distance, the lower deposited rate depending on the pressure is obtained. The lower pressure, the higher deposited rate with dense films are grown. In addition, as increasing the power, the deposited rate is increased. It was found that at the target-substrate distance of 16 cm and the deposited pressure of 0.1 mbar give the lowest deposited rate (1.7 nm/min) with the films thickness of 50 nm. The mechanism possibility is discussed.

Keywords: ZnO thin films, dc magnetron sputtering, ceramic target

¹ Department of Physics, Faculty of Science, Srinakharinwirot University

² Science Division, Patai Udom Suksa School, Bangkok

* Corresponding author, email: thanapor@swu.ac.th

บทนำ

ในปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้งานฟิล์มออกไซด์โปร่งใสในไฟฟ้า (Transparent Conductive Oxide films: TCO) อย่างแพร่หลาย เช่น ในอุปกรณ์ออปโต-อิเล็กทรอนิกส์ (opto-electronic devices) อุปกรณ์ออร์แกนิกไลต์-อิมิตติง (organic light-emitting devices) และอิเล็กทรอนิกส์โปร่งใสในเซลล์แสงอาทิตย์ เป็นต้น เนื่องจากฟิล์มออกไซด์โปร่งใสในไฟฟ้ามีสภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำ ความโปร่งใสสูงในช่วงความถี่แสง และช่วงความถี่ไก้อื่นๆ [1] โดยในเชิงพาณิชย์ฟิล์มออกไซด์โปร่งใสในไฟฟ้าส่วนใหญ่ทำจากฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์ (ITO) และฟิล์มทินออกไซด์ (SnO_2) ซึ่งมีราคาแพง

อย่างไรก็ตามในช่วง 10 ปีที่ผ่านมา มีการพัฒนาฟิล์มออกไซด์โปร่งใสในไฟฟ้าที่มีส่วนประกอบเป็นซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เพื่อใช้ทดแทนฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์และฟิล์มทินออกไซด์ โดยฟิล์มซิงค์ออกไซด์มีข้อได้เปรียบกว่าฟิล์มดังกล่าว โดยสามารถใช้เป็นฟิล์มออกไซด์โปร่งใสในไฟฟ้าที่มีราคาถูกเพราะมีวัตถุดิบจำนวนมาก สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิประมาณ $100\text{-}150^\circ\text{C}$ และทนทานต่อสิ่งแวดล้อมที่เป็นพลาสมาของไฮโดรเจน (hydrogen plasma) ซึ่งใช้ในการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดอะมอร์ฟัสซิลิกอน แม้สภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มซิงค์ออกไซด์ซึ่งอยู่ในช่วง 6×10^{-3} - $5 \times 10^{-4} \Omega\text{cm}$ ต่ำกว่าฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์อยู่ก็ตาม แต่สภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มซิงค์ออกไซด์มีค่าคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงตลอดระยะเวลา 1 ปีในอุณหภูมิห้อง ดังนั้นฟิล์มซิงค์ออกไซด์จึงเหมาะสมที่จะนำมาใช้แทนฟิล์มอินเดียมทินออกไซด์และฟิล์มทินออกไซด์

โดยทั่วไปสมบัติของฟิล์มซิงค์ออกไซด์ขึ้นกับเงื่อนไขในการเตรียมฟิล์ม โดยมีรายงานว่าสามารถทำให้สภาพต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มซิงค์ออกไซด์ลดลงได้จากการเติมสารเจือ เช่น อลูมิเนียม ฟลูออไรด์ แกลเลียม และอินเดียม [2-5] และมีรายงานว่าอุณหภูมิของแผ่นรองรับที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อคุณสมบัติของฟิล์มที่ได้โดยการเป็นผลึกของฟิล์มดีขึ้น ขนาดเกรนเพิ่มขึ้น สภาพต้านทานไฟฟ้าลดลง [6-8] โดยในการเตรียมฟิล์มซิงค์ออกไซด์โปร่งใสในไฟฟ้านี้สามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น วิธีสเปรย์ไพโรไลซิส (spray pyrolysis) วิธีพัลส์ เลเซอร์ เดโพสิชัน (pulsed laser deposition) วิธีคาโทดิก เดโพสิชัน (cathodic deposition) และวิธีสปัตเตอริง (sputtering)

สำหรับวิธีสปัตเตอริงนั้นงานวิจัยส่วนใหญ่มุ่งเน้นเตรียมฟิล์มบางโดยใช้เทคนิค อาร์เอฟ แมกเนตรอนสปัตเตอริง (rf magnetron sputtering) ซึ่งใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้าความถี่สูงในย่านความถี่วิทยุ โดยใช้เป้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าหรือฉนวน จึงมีนักวิจัยหลายกลุ่มใช้เป้าที่เป็นฉนวน เช่น เซรามิกส์ซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมที่ผ่านการเผาผลึก [9-11] โดยเทคนิคนี้มีอัตราการทับถมฟิล์มต่ำและราคาแพง สำหรับการเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิค ดีซี แมกเนตรอนสปัตเตอริง (dc magnetron sputtering) ใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง โดยเป้าที่ใช้ต้องเป็นตัวนำไฟฟ้าเท่านั้น ดังนั้นหากต้องการเตรียมฟิล์มซิงค์ออกไซด์จึงต้องใช้โลหะซิงค์เป็นเป้าและเพิ่มก๊าซไวปฏิกิริยา เช่น ออกซิเจนเข้าไปในระบบสปัตเตอริง ซึ่งฟิล์มที่ได้ไม่เสถียรขึ้นกับเงื่อนไขของการเตรียมฟิล์มโดยอาจเป็นฟิล์มที่บวมหรือแตกหากใส่ปริมาณของก๊าซออกซิเจนในระบบสปัตเตอริงน้อยไปและฟิล์มอาจไม่นำไฟฟ้าหากใส่ปริมาณของก๊าซออกซิเจนมากเกินไป โดยองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์สามารถเปลี่ยนได้ง่ายโดยการออกซิเดชันของโลหะซิงค์บนผิวหน้าเป้า [12] อย่างไรก็ตามระบบดีซี แมกเนตรอนสปัตเตอริงนี้มีข้อได้เปรียบ คือ มีอัตราการทับถมสูง มีราคาถูกและเป็นเทคนิคที่ง่ายไม่สลับซับซ้อน สำหรับการเตรียมฟิล์มโดยใช้เป้าเป็นเซรามิกส์ในระบบ ดีซี แมกเนตรอนสปัตเตอริงนั้น

มีเงื่อนไขค่อนข้างจำกัด โดยจะต้องเตรียมเป่าเซรามิกส์ให้นำไฟฟ้าเพื่อให้เหมาะสมในการใช้งานในระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง ไม่เช่นนั้นจะไม่เกิดการโกลว์ ดิสชาร์จ (glow discharge) และไม่เกิดการทับถมของฟิล์ม หรือเกิดการอาร์คทำให้ฟิล์มมีคุณสมบัติที่ไม่พึงปรารถนา จากการศึกษาที่ผ่านมา [13] พบว่า การเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอลูมิเนียมโดยใช้เป่าเซรามิกส์โดยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง จะให้ฟิล์มที่มีองค์ประกอบทางเคมีใกล้เคียงกันและใกล้เคียงกับเป่าแม้จะเตรียมด้วยเงื่อนไขต่างกัน โดยการศึกษาจากเทคนิคเอ็กซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอน สเปคโตรสโคปี (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) และมีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากเตรียมในสุญญากาศ โดยจากงานวิจัยที่ผ่านมา [14] พบว่า วิธีการเตรียมเซรามิกส์เพื่อใช้เป็นเป่าก็เป็นปัจจัยที่สำคัญอย่างมากที่จะทำให้เกิดการโกลว์ ดิสชาร์จ ที่ดีในระบบสปีดเตอริง มีอัตราการทับถมของฟิล์มดีและได้ฟิล์มที่มีคุณภาพสูง โดยการเตรียมเซรามิกส์ในเชิงพาณิชย์นั้นมีหลายวิธี เช่น วิธีการเผาผนึกแบบปกติ (normal sintered) วิธีการเผาผนึกแบบอ่อน (soft sintered) และวิธีการอัดด้วยความร้อน (hot pressed)

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาการเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียม (Aluminum-and indium doped zinc oxide film: AIZO) ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยใช้เป่าเซรามิกส์นำไฟฟ้าที่เตรียมเองในห้องปฏิบัติการซึ่งเป็นการลดต้นทุนการผลิตและลดการนำเข้าจากต่างประเทศ โดยมีจุดประสงค์เพื่อตรวจสอบเป่าว่ามีความเหมาะสมใช้งานในระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริงอย่างไร โดยศึกษาจากการสปีดเตอริงในเงื่อนไขต่างๆ ที่ทำให้เกิดฟิล์ม อัตราการทับถมและลักษณะของฟิล์มที่ได้และหาเงื่อนไขการสปีดเตอริงที่ดีที่สุดที่ให้ฟิล์มที่มีลักษณะพึงประสงค์ เช่น มีความหนาตั้งแต่ 700 nm มีอัตราการทับถมดีและมีลักษณะโปร่งใส เพื่อใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแสงของฟิล์มในงานวิจัยขั้นต่อไป

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมเซรามิกส์ AIZO เพื่อใช้เป็นเป่าในระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

เพื่อให้เซรามิกส์ซิงค์ออกไซด์และฟิล์มที่ได้สามารถนำไฟฟ้าได้จึงเจือด้วยอลูมิเนียมและอินเดียมในปริมาณ 0.5 wt% โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกเตรียมเซรามิกส์แบบวิธีการเผาผนึกแบบปกติ ซึ่งมีขั้นตอนการเตรียมเป่าเพื่อนำไฟฟ้างานนี้

1) ซังซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ความบริสุทธิ์ 99.99% ในปริมาณ 148.5 g อลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.99% ในปริมาณ 0.75 g และอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.99% ในปริมาณ 0.75 g

2) ผสมสารทั้งหมดลงในกระป๋องพลาสติก ใส่เม็ดบดเซอร์โคเนีย และเติมเอทานอลลงไป ปิดฝาภาชนะให้สนิทแล้วนำไปหมกอบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3) นำสารที่หมกอบครบตามเวลาแล้วมาทำการระเหยเอทานอลออกโดยใช้เตาแผ่นความร้อน (hot plate) และแห้งแม่เหล็กกวนขณะให้ความร้อนจนสารผสมแห้งสนิท

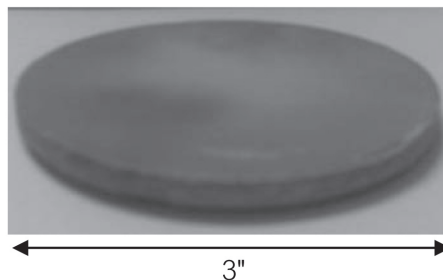
4) นำสารผสมมาบดด้วยครกบดให้ละเอียด

5) นำสารผสมที่ได้มาอัดขึ้นรูปในโมลด์ (mold) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.8 นิ้วด้วยแรงอัด 1 ตัน ใช้เวลาอัด 30 นาที

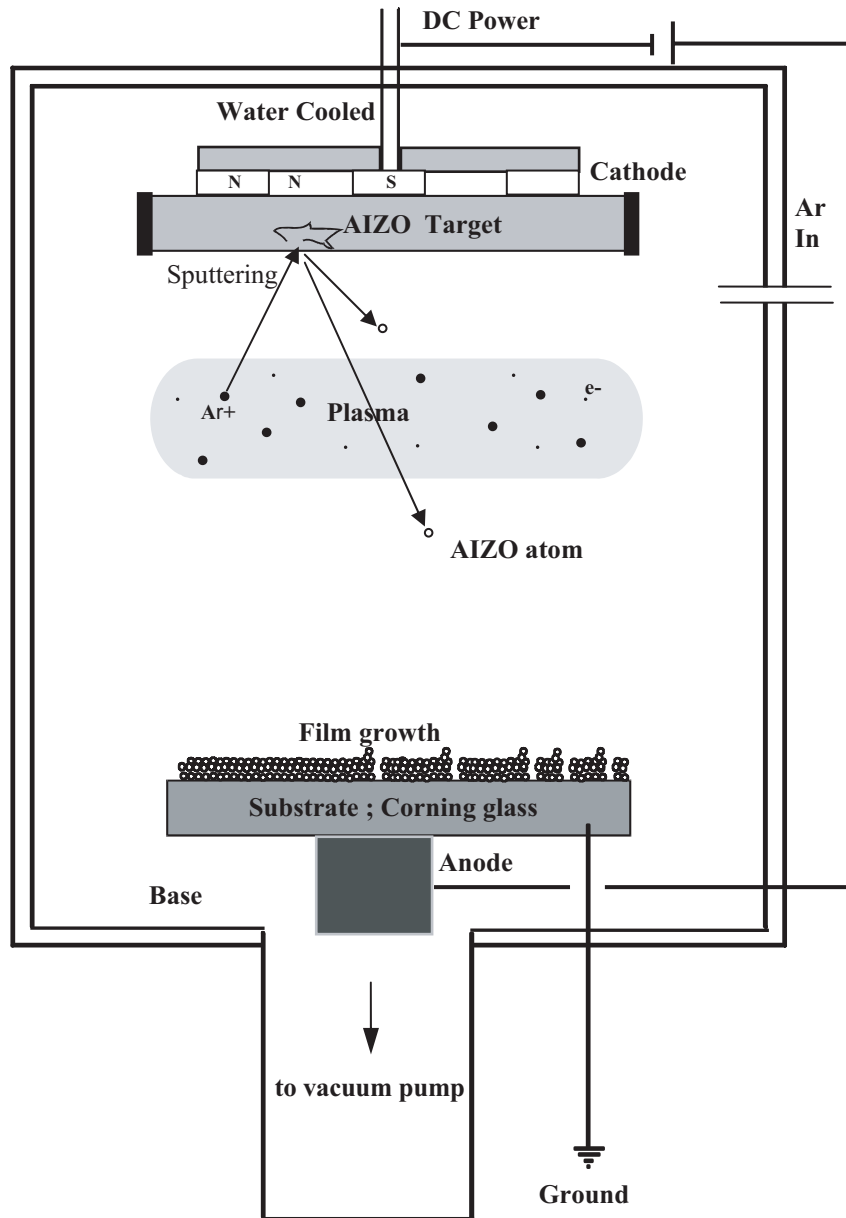
- 6) นำสารผสมที่อัดขึ้นรูปไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ $1,320^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อให้ผนึกตัวเป็นเซรามิกส์ หลังจากกระบวนการเผาเสร็จสิ้นเซรามิกส์จะหดตัวเหลือเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 นิ้ว
- 7) ชัดผิวด้านหนึ่งของเซรามิกส์เพื่อให้ได้ระนาบด้วยกระดาษทรายน้ำ จากนั้นจึงนำเซรามิกส์ไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 8) ทากาวเงิน (silver paint) ที่เซรามิกส์ด้านที่ถูกขัดให้ได้ระนาบ เพื่อให้เซรามิกส์นำไฟฟ้าได้ดีขึ้นเมื่อนำไปใช้งานเป็นขั้วคาโทดในระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง จากนั้นจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 15 นาที ก็เป็นการสิ้นสุดขั้นตอนการเตรียมเป้าเซรามิกส์

2. การใช้เซรามิกส์ AIZO เป็นเป้าเพื่อเตรียมฟิล์มบาง AIZO ด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง

เซรามิกส์ AIZO ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้วที่เตรียมจากการทดลอง 1 มีสภาพต้านทานไฟฟ้าเป็น $905 \Omega\text{cm}$ ลักษณะเป็นแผ่นกลม ทหนา 0.7 cm (ดังรูปที่ 1) ใช้เซรามิกส์ AIZO เป็นเป้าในระบบดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริงเพื่อให้เกิดฟิล์มเคลือบบนแผ่นรองรับซึ่งเป็นกระจกคอร์นนิ่ง (coming glass) ขนาด $7.5 \times 2.5 \text{ cm}$ ผลิตโดยบริษัท คอร์นนิ่ง ประเทศสหรัฐอเมริกา ก่อนการเคลือบฟิล์มนำกระจกคอร์นนิ่งมาทำความสะอาดถึงสภปรก ได้แก่ คราบฝุ่น ไขมัน สารอินทรีย์ต่างๆ เพื่อให้ได้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นบนผิวกระจก ซึ่งมีขั้นตอนการทำความสะอาด โดยเริ่มจากนำกระจกคอร์นนิ่งล้างด้วยน้ำยาล้างจานเพื่อขจัดฝุ่น และคราบไขมันแล้วล้างออกด้วยน้ำเปล่าตามด้วยน้ำกลั่น (distilled water : DI) จากนั้นนำชิ้นงานไปทำความสะอาดด้วยอัลตราโซนิคโดยใช้น้ำกลั่น อะซีโตน และไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (IPA) ชนิดละ 30 นาที และเช็ดให้แห้งด้วยกระดาษเช็ดเลนส์ แล้วจึงนำกระจกคอร์นนิ่งใส่ในภาชนะสุญญากาศ (chamber) เพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับในการสปีดเตอริงต่อไป



รูปที่ 1 เป้าเซรามิกส์นำไฟฟ้าเชิงค้อกไซด์เจือด้วยลูมิเนียมและอินเดียม



รูปที่ 2 แผนผังระบบ ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยใช้เป้าเซรามิกส์ AIZO เป็นขั้วคาโทดและแผ่นรองรับซึ่งเป็นกระจกคอร์นนิ่งเป็นขั้วแอโนด

สำหรับการเตรียมฟิล์มด้วยเทคนิค ดีซี แมกนีตรอน สปีดเตอริง โดยใช้เป้าเซรามิกส์นำไฟฟ้าต่อกับขั้วคาโทดและให้กระจกคอร์นนิ่งซึ่งเป็นแผ่นรองรับต่อกับขั้วแอโนด (ดังรูปที่ 2) โดยให้เงื่อนไขการสปีดเตอริงต่างๆ เช่น ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับตั้งแต่ 7-16 cm กำลังไฟฟ้า 30-50 W และความดันขณะสปีดเตอริงต่างๆ ทำการสปีดเตอริงที่อุณหภูมิห้อง โดยมีความดันในภาชนะสุญญากาศก่อนการสปีดเตอริง (base pressure) เป็น 6×10^{-5} mbar ใช้ก๊าซอาร์กอนบริสุทธิ์เป็นไอออนที่ระดมยิงเป้าและใช้เวลาในการสปีดเตอริง 30 นาที ทำการสปีดเตอริงผิวหน้าเป้าทิ้งก่อน (pre-sputtering) เป็นเวลา 10 นาที

โดยใช้ชุดเตอร์ปิดหน้าแผ่นรองรับไว้

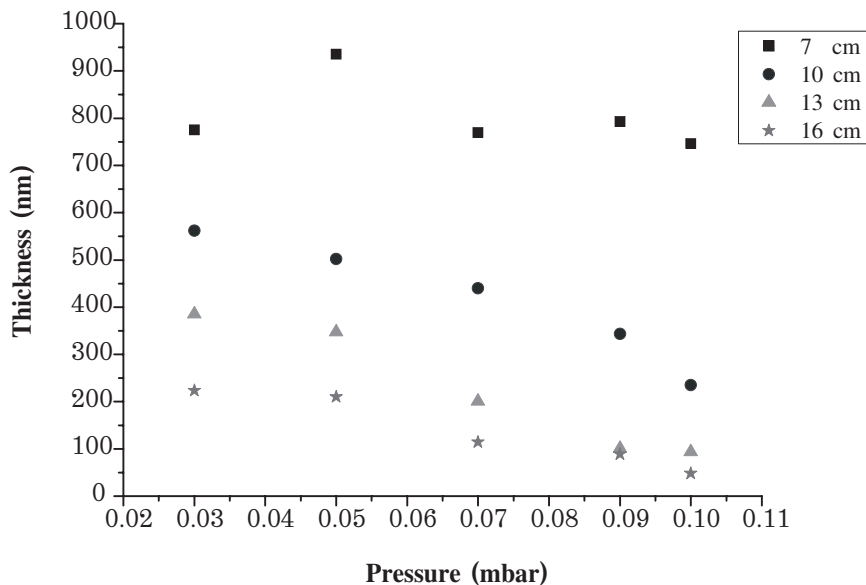
ตรวจสอบการเกิดโกลว์ ดิสชาจต์ ขณะเริ่มสปีดเตอริง และเงื่อนไขการสปีดเตอริงต่างๆ ที่ทำให้เกิดฟิล์ม ตรวจสอบลักษณะกายภาพ เช่น ความโปร่งใสของฟิล์มด้วยสายตา จากนั้นจึงวัดความหนาของฟิล์มบนแผ่นรองรับด้วยเครื่องวัดความหนาของฟิล์ม (surface profiler) ผลิตโดยบริษัทวีโก้ (Veeco) รุ่น Dektak 150 และศึกษาภาคตัดขวางของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลิตโดยบริษัทฮิตาชิ (Hitachi) รุ่น S4700

ผลการทดลอง

จากการใช้เซรามิกสื่อนำไฟฟ้า AIZO ที่เตรียมเองในห้องปฏิบัติการเป็นเป้าในระบบ ดีซี แมกนีตรอนสปีดเตอริงนั้นพบว่า การโกลว์ ดิสชาจต์จะเกิดที่ความดันตั้งแต่ 3×10^{-2} mbar เป็นต้นไป โดยระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับที่สั้นที่สุดที่เกิดการโกลว์ ดิสชาจต์ คือ 7 cm แต่ที่ระยะนี้การโกลว์ ดิสชาจต์ อนุกรมความดันต่ำๆ มีข้อจำกัด คือ ไม่สามารถเกิดต่อเนื่องเป็นเวลานานได้ และกำลังไฟฟ้าต่ำสุดที่เกิดการโกลว์ ดิสชาจต์ คือ 30 W โดยทุกเงื่อนไขการสปีดเตอริงจะได้ฟิล์มบางโปร่งใสบนแผ่นรองรับ โดยมีความหนาต่างกัน ซึ่งขึ้นกับเงื่อนไขการเตรียมฟิล์ม ดังนี้

1. ผลของระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับและความดันที่มีต่อความหนาของฟิล์ม

อันดับแรกวิเคราะห์ถึงปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติและการทับถมของฟิล์ม จากรูปที่ 3 แสดงถึงอิทธิพลของระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับและความดันขณะสปีดเตอริงที่ส่งผลต่อการทับถมของฟิล์มพบว่า เมื่อความดันเพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มมีแนวโน้มลดลง โดยเห็นได้ชัดเจนเมื่อระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 10, 13 และ 16 cm ตามลำดับ ซึ่งอธิบายได้จากเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าระหว่างแอโนดและคาโทดจนถึงแรงดันพังทลาย พลังงานของประจุถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าจะมีค่าสูงขึ้น สามารถชนกับโมเลกุลของก๊าซอาร์กอนซึ่งเป็นก๊าซเฉื่อยในสถานะสุญญากาศทำให้โมเลกุลของก๊าซอาร์กอนเกิดการแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนและไอออนบวก เกิดการไอออไนซ์ก๊าซอย่างต่อเนื่องและมีปริมาณมาก ไอออนบวกจะเข้าไปชนกับเป้าซึ่งอยู่ที่ขั้วคาโทด เกิดการถ่ายเทโมเมนตัมทำให้อะตอมของเป้าถูกสปีดเตอริงออกมาและตกลงบนแผ่นรองรับ เมื่อความดันเพิ่มขึ้นทำให้มีไอออนของอาร์กอนในพลาสมาเพิ่มขึ้น จึงทำให้อะตอมของเป้าที่ถูกสปีดเตอริงออกมาชนกับไอออนของอาร์กอนในพลาสมาและสูญเสียพลังงานเนื่องจากการชน และมีพลังงานไม่พอที่จะตกลงบนแผ่นรองรับ ทำให้อัตราการทับถมลดลง ความหนาของฟิล์มจึงลดลงตามลำดับ ขณะที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 7 cm ความดันที่เพิ่มขึ้นจาก 0.03 ถึง 0.1 mbar กลับไม่ส่งผลต่อการทับถมของฟิล์ม โดยฟิล์มมีความหนาระหว่าง 750-950 nm และมีอัตราการทับถมดีที่สุด (25-32 nm/min) ทั้งนี้เนื่องจากระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับที่ใกล้กันมาก ทำให้อะตอมของเป้าที่ถูกสปีดเตอริงออกมาตกลงบนแผ่นรองรับทันทีโดยไม่สูญเสียพลังงานเนื่องจากการชนกับไอออนของอาร์กอนแม้ที่ความดันสูง จึงมีการทับถมของอะตอมที่เป้าถูกสปีดเตอริงออกมาส่งผลให้ได้ฟิล์มหนา

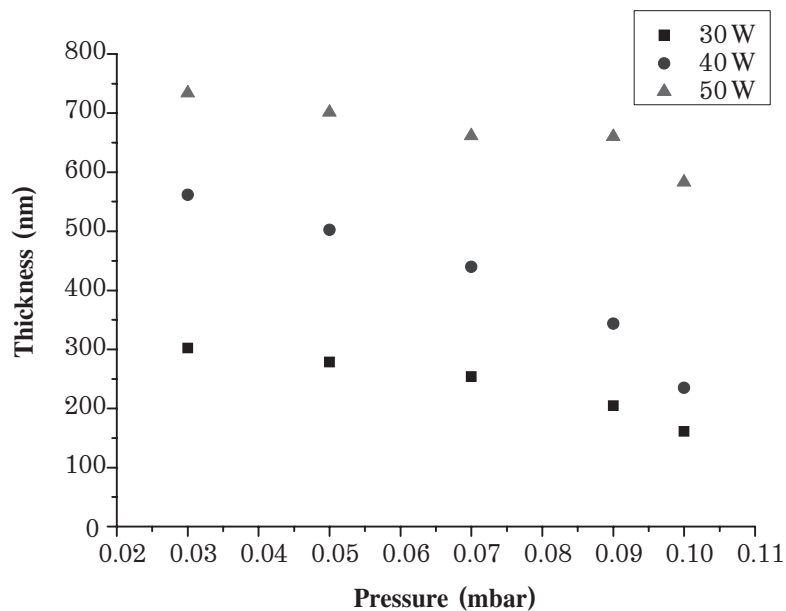


รูปที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่างความดันขณะสปีดเตอริงที่มีต่อความหนาของฟิล์ม AIZO เตรียมที่กัลังไฟฟ้า 40 W โดยมีระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 7, 10, 13 และ 16 cm ตามลำดับ

จากการทดลองยังพบว่าระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับที่ต่างกันยังส่งผลต่อความหนาของฟิล์ม โดยระยะห่างมาก ความหนาของฟิล์มลดลง โดยฟิล์มเตรียมที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับมากถึง 16 cm ความดัน 0.1 mbar จะมีอัตราการทับถมต่ำสุด (1.7 nm/min) และมีความหนาเป็น 50 nm ซึ่งอธิบายได้จากที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับมาก อะตอมของเป้าที่ถูกสปีดเตอริงออกมามีโอกาสสูญเสียพลังงานจากการชนกับไอออนของอาร์กอนในพลาสมามากกว่าที่ระยะใกล้ทำให้อัตราการทับถมลดลง ความหนาของฟิล์มจึงลดลง

จากผลที่ได้แสดงให้เห็นถึงระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับและความดันขณะสปีดเตอริงนั้น มีผลต่ออัตราการทับถมของฟิล์ม ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ S.H. Jeong และคณะ [15]

2. ผลของกำลังไฟฟ้าที่มีต่อความหนาของฟิล์ม

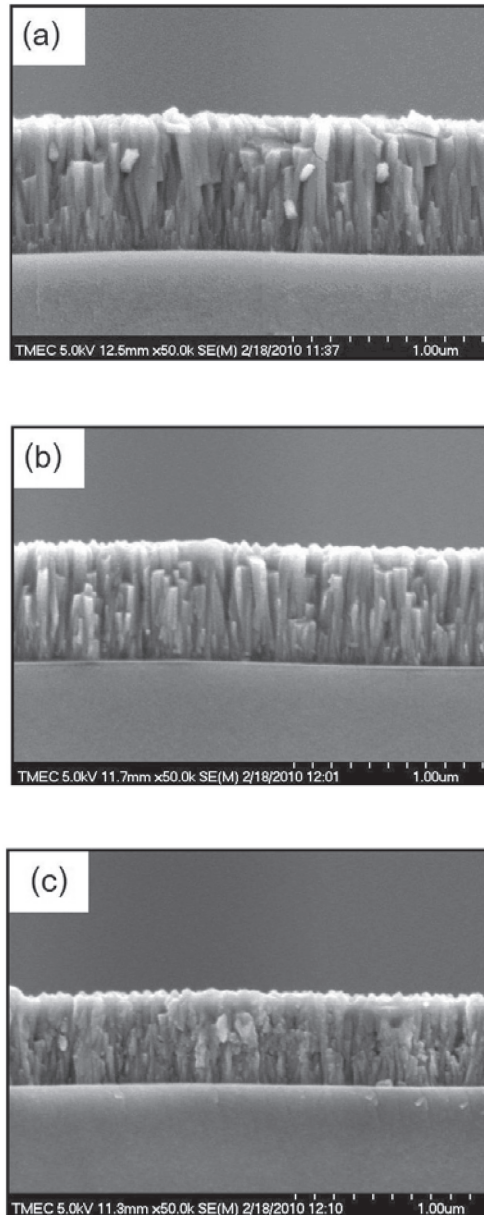


รูปที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างความดันขณะสเปดเตอริงที่มีต่อความหนาของฟิล์ม AIZO เตรียมที่กําลังไฟฟ้า 30, 40 และ 50 W โดยมีระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 10 cm

จากรูปที่ 4 แสดงถึงอิทธิพลของกําลังไฟฟ้าและความดันที่มีต่อการทับถมของฟิล์ม โดยเตรียมฟิล์มที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 10 cm ด้วยกําลังไฟฟ้า 30, 40 และ 50 W ที่ความดันต่างๆ พบว่าตัวอย่างที่เตรียมด้วยกําลังไฟฟ้า 30 W เมื่อเพิ่มความดันความหนาของฟิล์มจะลดลงตามลำดับ โดยมีผลการทดลองที่สอดคล้องกันทั้งหมดไม่ว่าจะเป็นการเตรียมด้วยกําลังไฟฟ้า 40 หรือ 50 W และสอดคล้องกับผลการทดลองที่ 1 แต่เป็นที่น่าสังเกตว่าที่กําลังไฟฟ้าสูงถึง 50 W ความดันที่สูงขึ้นมีผลต่อการทับถมของฟิล์มน้อยมาก

จากการทดลองกําลังไฟฟ้าส่งผลต่อความหนาของฟิล์มเช่นกัน โดยฟิล์มที่เตรียมด้วยกําลังไฟฟ้าสูงกว่าจะมีความหนาเพิ่มขึ้นตามลำดับในทุกตัวอย่างที่เตรียมด้วยความดันเดียวกัน เนื่องจากกําลังไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นจะช่วยเร่งไอออนให้เคลื่อนที่ด้วยพลังงานสูงเมื่อเกิดการชนและถ่ายเทโมเมนตัมกับอะตอมผิวหน้าเป้าจะส่งผลให้อะตอมผิวหน้าเป้ามียังพลังงานการเคลื่อนที่ที่สูงขณะตกเคลือบบนแผ่นรองรับ [16] จึงทำให้ได้ฟิล์มที่มีความหนากว่าตัวอย่างที่เตรียมด้วยกําลังไฟฟ้าต่ำ โดยเงื่อนไขการสเปดเตอริงที่ดีที่สุด คือที่กําลังไฟฟ้า 50 W ในช่วงความดัน 0.03-0.10 mbar โดยมีอัตราการทับถมสูงสุด (21-24 nm/min) และให้ความหนาของฟิล์มในช่วง 630-730 nm/min

3. โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม



รูปที่ 5 ภาพตัดขวางของฟิล์มบาง AIZO ที่เตรียมด้วยกำลังไฟฟ้า 50 W ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับ 10 cm โดยมีความดันเป็น (a) 3×10^{-2} (b) 7×10^{-2} และ (c) 1×10^{-1} mbar ตามลำดับ

จากรูปที่ 5 ซึ่งแสดงภาพตัดขวางของฟิล์มบาง AIZO ที่เตรียมด้วยความดัน 3×10^{-2} , 7×10^{-2} และ 1×10^{-1} mbar ตามลำดับ พบว่าฟิล์ม AIZO ที่เตรียมด้วยความดัน 3×10^{-2} mbar มีลักษณะการก่อตัวของฟิล์มเป็นแท่งเรียวยาวที่หนาแน่นและสม่ำเสมอโดยมีความหนา 730 nm ตัวอย่างที่เตรียมด้วยความดัน 7×10^{-2} mbar การก่อตัวของฟิล์มมีลักษณะเป็นแท่งเรียวยาวไม่สม่ำเสมอ โดยมีความหนาเป็น 660 nm และตัวอย่างที่เตรียมด้วยความดัน 1×10^{-1} mbar เนื้อฟิล์มที่ก่อตัวขึ้นมีลักษณะไม่เป็นแท่งเรียวยาวชัดเจนและไม่หนาแน่น โดยเกาะกันอย่างหลวมๆ มีช่องว่างเล็กๆ แทรกในเนื้อฟิล์มจำนวนมากและมีความหนาเป็น 580 nm

ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นว่าความดันส่งผลต่อการเติบโตของฟิล์ม สำหรับฟิล์มที่เตรียมด้วยความดันสูงซึ่งมีปริมาณไอออนบวกในพลาสมามาก เมื่อเกิดการสปัตเตอริงอะตอมที่หลุดจากผิวหน้าเป้าจึงมีโอกาสสูญเสียพลังงานจากการชนกับไอออนก่อนตกเคลือบบนแผ่นรองรับพลังงานจลน์ของอะตอมสารเคลือบลดลง มีสัมประสิทธิ์การแพร่ต่ำ ทำให้เกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มกระจัดกระจาย ส่งผลให้มีอัตราการทับถมต่ำและมีความหนาแน่นน้อย ขณะที่ฟิล์มที่เตรียมด้วยความดันต่ำซึ่งอะตอมที่หลุดออกจากผิวหน้าเป้าหมายมีพลังงานสูงกว่า จึงทำให้ได้ฟิล์มที่มีความหนาแน่นมากกว่าฟิล์มที่เตรียมด้วยความดันต่ำ โดยผลที่ได้สอดคล้องกับการวัดความหนาของฟิล์มดังได้กล่าวไว้ด้านบน

สรุปและอภิปรายผลการทดลอง

ในการทดลองนี้ได้ประสบความสำเร็จในการใช้เป้าเซรามิกส์ที่เตรียมเองในห้องปฏิบัติการเพื่อใช้ในระบบดีซีแมกนีตรอน สปีตเตอริง โดยสามารถเตรียมฟิล์มบาง AIZO บนกระจกคอร์นนิ่งได้ จากการทดลองพบว่าเงื่อนไขการเตรียมฟิล์ม เช่น ความดัน กำลังไฟฟ้า และระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับ เป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดการทับถมเป็นฟิล์มต่างกัน โดยที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับและความดันที่มากขึ้น จะทำให้อะตอมที่หลุดออกจากผิวหน้าเป้าสูญเสียพลังงานเนื่องจากการชนกับไอออนในพลาสมา ระหว่างทางมา ยังแผ่นรองรับ ทำให้การทับถมของฟิล์มน้อยลง ความหนาลดลง ในขณะที่ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับสั้น ความดันต่ำและกำลังไฟฟ้าที่สูงจะให้ฟิล์มที่มีความหนาเพิ่มขึ้น โดยเงื่อนไขที่ดีที่สุดที่ให้ฟิล์มที่มีอัตราการทับถมสูง (21-24 nm/min) เกิดการโคจร ดิสชาจอย่างต่อเนื่อง คือ ระยะห่างระหว่างเป้ากับแผ่นรองรับเป็น 10 cm ที่ความดันระหว่าง 0.03-0.09 mbar และกำลังไฟฟ้า 50 W

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) และสถาบันพัฒนาเทคโนโลยีพลังงานแสงอาทิตย์ (SOLARTEC) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องวัดความหนาของฟิล์ม ขอขอบคุณคุณคุณณัฐนพ นิลกำจร และคุณเสริมสุข เร่งรัด ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ให้ความช่วยเหลือด้านเทคนิค งานวิจัยนี้ได้รับเงินสนับสนุนการทำปริญญาานิพนธ์สำหรับนิสิตในระดับบัณฑิตศึกษาจากงบประมาณเงินรายได้ของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประจำปี 2553

เอกสารอ้างอิง

1. Jeong, W. J., and Park, G. C. 2001. Electrical and Optical Properties of ZnO Thin Film as a Function of Deposition Parameters. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 65: 37.
2. Nunes, P., Fortunato, E., Vilarinho, P., and Martins, R. 2001. Effect of Different Dopants on the Properties of ZnO Thin Films. *International Journal of Inorganic Materials* 3: 1211.
3. Tsai, Y. Z., Wang, N. F., and Tsai, C. L. 2009. Formation of F-Doped ZnO Transparent Conductive Films by Sputtering of ZnF₂. *Materials Letters* 63: 1621.
4. Song, P. K., Watanabe, M., Kon, M., Mitsui, A., and Shigesato, Y. 2002. Electrical and Optical Properties of Gallium-Doped Zinc Oxide Films Deposited by DC Magnetron Sputtering. *Thin Solid Films* 411: 82.
5. Lee, C., Lim, K., and Song, J. 1996. Highly Textured ZnO Thin Films Doped with Indium Prepared by the Pyrosol Method. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 43: 37.
6. Zeng, J. N., Low, J. K., Ren, Z. M., Liew, T., and Lu, Y. F. 2002. Effect of Deposition on Optical and Electrical Properties of ZnO Films Prepared by Pulsed Laser Deposition. *Applied Surface Science* 197-198: 362.
7. Xu, X. L., Lau, S. P., Chen, J. S., Sun, Z., Tay, B. K., and Chai, J. W. 2001. Dependence of Electrical and Optical Properties of ZnO Films on Substrate Temperature. *Materials Science in Semiconductor Processing* 4: 617.
8. Igasaki, Y., Naito, T., Murakami, K., and Tomoda, W. 2001. The Effects of Deposition Conditions on the Structural Properties of ZnO Sputtered Films on Sapphire Substrates. *Applied Surface Science* 169-170: 512.
9. Fang, G. J., Li, D., and Yao, B. L. 2002. Influence of Post-Deposition Annealing on the Properties of Transparent Conductive Nanocrystalline ZAO Thin Films Prepared by RF Magnetron Sputtering with Highly Conductive Ceramic Target. *Thin Solid Films* 418: 156.
10. Jeong, S. H., Lee, J. W., Lee, S. B., and Boo, J. H. 2003. Deposition of Aluminum-Doped Zinc Oxide Films by RF Magnetron Sputtering and Study of their Structural, Electrical and Optical Properties. *Thin Solid Films* 435: 78.
11. Kluth, O., Schöpe, G., Hüpkes, J., Agashe, C., Müller, J., and Rech, B. 2003. Modified Thornton Model for Magnetron Sputtered Zinc Oxide: Film Structure and Etching Behavior. *Thin Solid Films* 442: 80.
12. Fang, G., Li, D., and Yao, B. L. 2003. Fabrication and Vacuum Annealing of Transparent Conductive AZO Thin Films Prepared by DC Magnetron Sputtering. *Vacuum* 68: 363.
13. Tohsophon, T. 2006. Structure and Properties of Aluminum Dopes Zinc Oxide Transparent Conductive Thin Films Prepared by Sputtering Technique. Dissertation (Materials Science). Chiangmai. Chiangmai University.

14. Tohsophon, T., Hüpkes, J., Siekmann, H., Rech, B., Schultheis, M., and Sirikulrat, N. 2008. High Rate Direct Current Magnetron Sputtered and Texture-Etched Zinc Oxide Films for Silicon Thin Film Solar Cells. *Thin Solid Films* 516: 4628.

ได้รับบทความวันที่ 14 กรกฎาคม 2553
ยอมรับตีพิมพ์วันที่ 30 กันยายน 2553

