

530. 4175

๐419 ก

ร-๒

รายงานการวิจัย

การวัดความหนาของฟิล์มทองแดงด้วยเทคนิค
การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

Cu THIN FILM THICKNESS MEASUREMENT BY
X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE

คณะผู้วิจัย

รองศาสตราจารย์ อรุณีย์ อินทสร

อาจารย์ มาโนชญ์ เสงวัฒนะ

ได้รับทุนอุดหนุนตามโครงการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้
มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประจำปี 2544

บทคัดย่อ

จุดประสงค์ของงานวิจัยนี้เพื่อศึกษาการประยุกต์ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในการวัดความหนาของฟิล์มบาง โดยได้เตรียมฟิล์มทองแดงบางด้วยวิธีการสปัตเตอร์บนแผ่นแก้วบาง ณ มหาวิทยาลัยบูรพา ได้ตรวจสอบแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นตัวอย่างเหล่านี้ซึ่งขึ้นกับการทะลุทะลวงผ่านฟิล์มบางของรังสีเอกซ์นำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่เด่นกับความหนาของฟิล์มทองแดงที่ทราบค่าจากการชั่งมวล ทำให้ได้โมเดลทางคณิตศาสตร์ ($I_i = 5161(1 - e^{-0.225t})$) สำหรับการหาความหนาของฟิล์มทองแดงของชิ้นงานเหล่านี้ด้วยระบบการวัดสเปกตรัมของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์นี้ ได้ตรวจสอบความน่าเชื่อถือของโมเดลที่ได้นี้โดยพิจารณาจากการเบี่ยงเบนของข้อมูลจากการทดลองกับเส้นกราฟเปรียบเทียบ และเปรียบเทียบค่าพารามิเตอร์ทั้งสองของโมเดลทางคณิตศาสตร์กับค่าที่คำนวณได้ทางทฤษฎี ได้เปรียบเทียบประสิทธิภาพของการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยโมเดลนี้กับโมเดลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น และพบว่า การวัดความหนาของฟิล์มบางโดยอาศัยเทคนิค XRD นี้ต้องระวังอย่างยิ่งเกี่ยวกับความชอบในการเรียงตัวของฟิล์มในทิศทางที่เหมือนกันทุกชิ้น ตัวอย่างเท่านั้นจึงจะใช้ได้ ท้ายที่สุดได้รายงานลักษณะเฉพาะของชิ้นงานที่เตรียมขึ้นโดยพิจารณาจากผลของการทดลองเหล่านี้

สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
สารบัญตาราง	ฅ
สารบัญรูป	ง
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	3
1.4 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
1.6 ระเบียบวิธีวิจัย	4
1.6.1 แบบการวิจัย	4
1.6.2 ขั้นตอนและวิธีการในการเก็บข้อมูล	5
1.6.3 ขั้นตอนและวิธีการในการวิเคราะห์ข้อมูล	5
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	7
2.1 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการสปัตเตอร์	7
2.2 การวัดความหนาด้วยเทคนิคทางรังสี	11
2.2.1 เครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	11
2.2.2 การคำนวณความเข้ม	16
2.2.3 เครื่องมือวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์	18

ABSTRACT

The purpose of this study was to apply the X-Ray Diffraction (XRD) technique for thin film thickness measurement. The Cu thin film specimens were prepared by sputtering method on to cover-glass substrates in Burapha University. The XRD patterns of these specimens were examined depending on the depth of x-ray penetration in the films. The calibration curve was plotted over the strong diffraction line intensity vs. the thickness value of the Cu film known by the gravimetric technique. And finally the mathematical model $(I_t = 5161(1 - e^{-0.225t}))$ for Cu thin film thickness measurement with this x-ray diffractometry system is obtained. The reliability of this model was investigated from, not only the deviation of the experimental points, but also the comparison of the model parameters with those of the theoretical calculations. The efficiencies of film thickness measurement with this model and those obtained from wavelength-dispersive x-ray fluorescence technique were compared. It must be aware that the film thickness measurement using XRD technique is valid only all specimens having the same preferred orientation film. Eventually, the characteristics of these specimens observed from these experimental results are reported.

	หน้า
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	22
3.1 อุปกรณ์การวิจัย	22
3.2 การเตรียมชิ้นงาน	22
3.3 การสร้างโมเดลทางคณิตศาสตร์	23
3.4 การเปรียบเทียบผลกับการหาความหนาของฟิล์มกับการวัดด้วย เครื่อง WDXRF	24
บทที่ 4 ผลการวิจัยและสรุปวิจารณ์	26
4.1 ผลการวิจัย	26
4.2 สรุปผลและวิจารณ์	38
บรรณานุกรม	41



สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 4.1 แสดงค่าความเข้มของฟลักที่เลี้ยวเบนจากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นแก้วบาง และค่าความหนาที่หาได้จากการชั่งมวลของชิ้นงานตัวอย่างที่ทำขึ้นโดยการสปัตเตอร์ภายใต้แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ความดัน 0.3 Pa, 420 V, 400mA	31
ตาราง 4.2 แสดงค่าความเข้มของฟลักที่เลี้ยวเบนจากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นแก้วบาง และค่าความหนาที่หาได้จากการชั่งมวลของชิ้นงานที่คัดเลือกมาจากตาราง 4.1 ที่นำมาใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ เนื่องจากข้อมูลทั้งหมดที่ได้จากการทดลองมีค่าเบี่ยงเบนโดยมีแนวโน้มที่ไม่แน่นอน	32
ตาราง 4.3 แสดงผลการทดสอบประสิทธิภาพของโมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้ในการคำนวณความหนาของฟิล์มทองแดงของชิ้นงาน 2 ชิ้นที่มีความหนาเท่ากันเมื่อหาโดยการชั่ง	32
ตาราง 4.4 แสดงค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_{α} ที่วัดออกมาจากฟิล์มทองแดง และค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_{α} ที่วัดออกมาจากสังกะสี (Zn) ที่มีในแผ่นแก้วบางและถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดงที่มีความหนาด่างๆกันที่เคลือบอยู่ด้านหน้า	33
ตาราง 4.5 เปรียบเทียบผลการคำนวณความหนาของฟิล์มทองแดงของชิ้นงาน 2 ชิ้นที่มีความหนาเท่ากันเมื่อหาโดยการชั่งมวลกับโมเดลทางคณิตศาสตร์ทั้ง 3 โมเดล	38

สารบัญรูป

	หน้า
รูป 2.1 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของสปีดเตอริงบิลด์ของทองแดงที่ถูกชนด้วยไอออนจากแก๊สอาร์กอนที่พลังงานต่างกัน	8
รูป 2.2 การเปลี่ยนแปลงค่าสปีดเตอริงบิลด์ของเป้าทองแดง (Cu) เงิน (Ag) และแทนทาลัม (Ta) เมื่อใช้ไอออนของธาตุที่มีเลขอะตอมต่างๆที่มีพลังงาน 45 keV	8
รูป 2.3 แสดงลักษณะพลาสมาของระบบการสปีดเตอริง (a) ระบบเคลือบแบบบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอริง (b) ระบบเคลือบแบบอับบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอริง	10
รูป 2.4 เงื่อนไขการสะท้อนตามกฎของแบรกก์	11
รูป 2.5 แสดงส่วนสำคัญของเครื่องมือวัดสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ของการเลี้ยวเบน	12
รูป 2.6 แสดงให้เห็นว่าขนาดของผลึกมีผลต่อการเลี้ยวเบน	14
รูป 2.7 แสดงแผนภาพของรูปโค้งระหว่างความเข้มของการเลี้ยวเบนกับมุม 2θ โดยขนาดของอนุภาคที่ละเอียดมากจะมีผลต่อรูปโค้งนี้	14
รูป 2.8 การเลี้ยวเบนจากแผ่นแบนราบ ที่มีลำรังสีตกกระทบและลำรังสีการเลี้ยวเบนที่หนา 1 เซนติเมตรในทิศทางตั้งฉากกับระนาบของรูป	17

	หน้า
รูป 2.9 การวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ตามแบบการกระจาย ความยาวคลื่นของการวาวรังสีเอกซ์	19
รูป 2.10 แสดงการวาวรังสีเอกซ์จากฟิล์มที่มีความหนาต่างๆกัน	20
รูป 2.11 การดูคลื่นรังสีทุติยภูมิที่เกิดจากแผ่นรองรับ B ด้วยฟิล์ม A	21
รูป 4.1 แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นตัวอย่างที่มีความหนา ของฟิล์มทองแดงเท่ากับ $0.300 \mu\text{m}$	28
รูป 4.2 เส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างค่าความเข้มของพิกของการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์จากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดงกับค่าความหนาต่างๆกัน ที่ได้จากวิธีการชั่งมวล	29
รูป 4.3 แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเป้าทองแดงบริสุทธิ์ที่ใช้เคลือบ	30
รูป 4.4 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากชิ้นตัวอย่างซึ่งเป็นแผ่นแก้วบาง ที่ยังไม่ได้เคลือบทองแดง โดยพิกเด่นทั้งสองพิกนี้เป็นเส้นรังสีเอกซ์ K_β และ K_α ที่วาวจากสังกะสีในแผ่นแก้วตามลำดับ	34
รูป 4.5 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากชิ้นงานที่มีฟิล์มทองแดงหนา $1.642 \mu\text{m}$	35
รูป 4.6 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของเส้น K_α ที่วาวออกมาจาก ฟิล์มทองแดงกับความหนาของฟิล์มทองแดงที่ได้จากการชั่งมวล	36

รูป 4.7 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของเส้น K_α ที่วัดออกมาจาก 37
สังกะสีที่ถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดงที่มีความหนาต่างๆกัน โดยมีการ
เลือกข้อมูลจากการทดลองบางจุดออก เนื่องจากทำให้ภาพรวมของ
การปรับเส้นกราฟเปรียบเทียบผ่านจุดที่ได้จากการทดลองน้อยมากมีค่า
เบี่ยงเบนมาตรฐานสูง ชิ้นงานที่เลือกออกไปคือ ชั้นที่ 2 ชั้นที่ 8 และ
ชั้นที่ 11 ในตาราง 4.4



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

เมื่อ 20 กว่าปีที่ผ่านมามีการศึกษาเกี่ยวกับฟิสิกส์ของฟิล์มบางและการผลิตฟิล์มบางที่ก้าวหน้ามาก[1] ไม่เพียงแต่มีการพัฒนากระบวนการเชิงเทคโนโลยีใหม่ๆที่ก้าวหน้าแต่ยังมีการศึกษาโครงสร้างจุลภาค เฟส (phase) และส่วนประกอบทางเคมีของฟิล์มบางซึ่งรวมไปถึงการศึกษาอย่างมีระบบเกี่ยวกับประสิทธิผลเชิงความเค้น (stress effect) และการเคลือบสารยึดติดด้วย ความเกี่ยวเนื่องระหว่างพารามิเตอร์ต่างๆของกระบวนการ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติของฟิล์มบางเป็นสิ่งที่น่าสนใจที่สัมพันธ์ไปถึงความรู้พื้นฐานที่สำคัญ โดยเฉพาะอย่างยิ่งความเข้าใจในการกำหนดสมบัติล่วงหน้าในการผลิตฟิล์มขึ้นมามีอีกด้วย การทดลองตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบางเกี่ยวกับสารประกอบ สิ่งเจือปน โครงสร้าง และความหนา มีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องใช้วิธีตรวจสอบแบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง โดยอาศัยเครื่องมือต่างๆกันมากมายขึ้นอยู่กับจุดประสงค์ว่าจะตรวจสอบอะไร และพบว่าเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นเครื่องมือหนึ่งที่ใช้ประโยชน์มากในการตรวจวัดเฟส และลักษณะของฟิล์มบางต่างๆไป[2-3]

“ฟิล์มบาง” หมายถึง ชั้นของอะตอมหรือกลุ่มของอะตอมที่จับรวมกันเป็นชั้นบางๆ การระบุว่าฟิล์มใดเป็นฟิล์มบาง อาจพิจารณาจากลักษณะการนำแผ่นฟิล์มนั้นไปใช้ประโยชน์อย่างไร ถ้าสนใจสมบัติเชิงผิว (surface property) ของแผ่นฟิล์มนั้นก็จัดว่าเป็นการศึกษาฟิล์มบาง แต่ถ้าสนใจสมบัติเชิงปริมาตร (bulk property) ของแผ่นฟิล์มนั้นก็จัดว่าเป็นการศึกษาฟิล์มหนา วัตถุประสงค์ในการเคลือบฟิล์มบางก็มุ่งเน้นเพื่อเปลี่ยนแปลงหรือปรับปรุงวัสดุที่ถูกเคลือบให้ดีขึ้น เช่น ให้มีความคงทนถาวร หรือ เพื่อความสวยงามมากขึ้นเพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในงานอื่นๆต่อไป

การเคลือบฟิล์มบางมีหลายวิธีด้วยกัน วิธีที่กำลังเป็นที่สนใจในการทำวิจัยและพัฒนาขึ้นเพื่อใช้ทดแทนการเคลือบด้วยไฟฟ้าที่อุตสาหกรรมเคลือบในประเทศไทยใช้กันอยู่ ได้แก่ การเคลือบในสุญญากาศ โดยทำการเคลือบในสุญญากาศไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมและให้ชั้นเคลือบที่มีคุณภาพสูงกว่า และลักษณะเฉพาะที่สำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มที่จะมีผลต่อสมบัติทางด้านอื่นๆในการนำวัสดุเคลือบฟิล์มบางไปใช้งาน (อาทิเช่น สมบัติการส่งผ่านแสง สมบัติการสะท้อนแสง สมบัติด้านความต้านทานไฟฟ้า เป็นต้น) คือ ความหนาของฟิล์ม ซึ่งควรมีความเรียบสม่ำเสมอขนานกับผิวหน้าของวัสดุรองรับ โดยการเคลือบในสุญญากาศส่วนใหญ่แล้วจะได้ผิวหน้าของฟิล์มที่ราบเรียบและขนานกับผิวหน้าของวัสดุรองรับ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเน้นการวัด

ความหนาของฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบในสุญญากาศ โดยความช่วยเหลือในการให้คำปรึกษาการใช้อุปกรณ์ วัสดุ และควบคุมการผลิต จาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา

สำหรับเทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางก็มีเทคนิคต่าง ๆ มากมาย ซึ่งมีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันไปโดยขึ้นกับตัวแปรต่างๆ เช่น ชนิดของฟิล์ม ระดับความหนาของฟิล์ม การนำไปใช้ และระดับความถูกต้องแม่นยำ เป็นต้น เทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางที่ใช้กันอยู่ เช่น การวัดด้วยเทคนิคทางแสง เทคนิคทางกล เทคนิคทางแม่เหล็กไฟฟ้า และเทคนิคทางรังสี แต่ละเทคนิคอาจมีวิธีการวัดที่ไม่ทำลายชิ้นงาน กึ่งทำลายชิ้นงาน หรือ ทำลายชิ้นงาน แตกต่างกันไป

ปัจจุบันนี้ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ มีเครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer) และ ประกอบกับทีมงานของ ผศ. นิรันดร์ วิทิตอนันต์ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา ได้ทำการศึกษาการสร้างเครื่องเคลือบในสุญญากาศ คณะผู้วิจัยจึงมีความสนใจจะทดลองใช้เทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยการวัดสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างด้วยเครื่องมือที่มีอยู่ โดยอาศัยหลักการที่ว่าความเข้ม (intensity) ของเส้นรังสีเอกซ์ที่เด่นที่สุดในแบบอย่าง (pattern) ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบบนสารเคลือบฟิล์มบางที่เป็นสารตัวอย่าง จะมีค่าเปลี่ยนแปลงตามความหนาของสารเคลือบฟิล์มบางนั้น โดยรังสีเอกซ์ตกกระทบจะทะลุทะลวงผ่านสารเคลือบได้มากหรือน้อยขึ้นอยู่กับชนิดของสารเคลือบและพลังงานของรังสีเอกซ์ตกกระทบ ถ้าการดูดกลืนรังสีเอกซ์ด้วยสารเคลือบมีน้อยก็จะปรากฏแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากแผ่นรองรับในสเปกตรัมที่วัดได้เมื่อฟิล์มนั้นบางมากๆ และจะมีความยุ่งยากมากขึ้นเมื่อเส้นรังสีเอกซ์ที่สนใจปรากฏอยู่บนแบบอย่างการเลี้ยวเบนแบบอสัณฐาน (amorphous) ของแผ่นรองรับ ได้เคยมีผู้วิจัยวัดความหนาของฟิล์มทองบนแผ่นรองรับที่เป็นทองแดง[4] โดยใช้เครื่องวัดแบบเดียวกันนี้ แต่คำนวณความหนาด้วยสมการการลดทอนซึ่งต้องรู้ค่าสัมประสิทธิ์การลดทอนที่แม่นยำจึงจะได้ค่าถูกต้อง สำหรับงานวิจัยนี้จะมีความแตกต่าง โดยเน้นแผ่นรองรับที่เป็นแก้วซึ่งมีแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบอสัณฐาน และสร้างโมเดลคณิตศาสตร์สำหรับใช้คำนวณความหนาของชนิดสารตัวอย่างและระบบการวัดแบบเดียวกัน นอกจากนี้ความถูกต้องเที่ยงตรง (precision) ของวิธีการนี้ยังขึ้นอยู่กับฟิล์มบางของชิ้นงานต้องมีความเรียบสม่ำเสมอและมีผิวหน้าขนานกับวัสดุรองรับซึ่งขึ้นกับความสามารถของการเคลือบในสุญญากาศด้วย ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงหวังว่านอกจากจะวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยวิธีนี้แล้ว จะทำการเปรียบเทียบผลของความหนาและประสิทธิภาพในการเคลือบสารในสุญญากาศที่มีพารามิเตอร์ในการเคลือบสารเหมือนกันในแต่ละครั้งและที่มีพารามิเตอร์ต่างกันไปเป็นอย่างไรด้วย

1.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี พ.ศ. 2542 ผู้ช่วยศาสตราจารย์ นิรันดร์ วิทิตอนันต์[5] ได้ทำวิทยานิพนธ์เรื่อง“การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์” โดยใช้เครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบการกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer) (ปัจจุบันนี้ได้มีการบัญญัติศัพท์คำว่า “Fluorescence” เป็น “การวาวแสง”) ซึ่งแตกต่างจากเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แต่ใช้หลักการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดอันตรกิริยากับสารเคลือบฟิล์มบางเหมือนกันเพียงแต่รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นเนื่องจากชนิดของอันตรกิริยาที่แตกต่างกัน ข้อดีของการใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ คือสามารถวัดการวางตัว (orientation) ของเม็ด (grain) ของฟิล์มบางที่เคลือบบนวัสดุรองรับและสามารถตรวจสอบลักษณะผิวหน้าของฟิล์มว่ามีความเรียบสม่ำเสมอหรือไม่อย่างไร โดยศึกษาจากการวิเคราะห์แบบอย่างการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ซึ่งจะเป็นข้อมูลที่ละเอียดขึ้นมีประโยชน์ต่อผู้สนใจสมบัติทางด้านโครงสร้างจุลภาคของชิ้นตัวอย่างด้วย

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

การวิจัยนี้เริ่มต้นจากการเตรียมสารตัวอย่างด้วยการเคลือบในสุญญากาศ และการชั่งมวลแล้วคำนวณไปเป็นความหนาในหน่วยไมครอน จากนั้นนำมาวัดด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แล้วทำการสร้างกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ของฟิล์มทองคำกับความหนาของฟิล์มที่คำนวณได้จากการชั่งมวล ได้โมเดลคณิตศาสตร์เพื่อใช้ในการวัดความหนาของสารตัวอย่างนี้ด้วยเครื่องมือชุดนี้ เปรียบเทียบและวิเคราะห์ผลงานเกี่ยวกับประสิทธิภาพของการวัดความหนาของฟิล์มบางโดยเทคนิคนี้ รวมถึงประสิทธิภาพการเคลือบในสุญญากาศด้วยอุปกรณ์ของมหาวิทยาลัยบูรพาว่าขึ้นกับพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเคลือบสารอย่างไร

1.4 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.4.1 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการวัดความหนาของฟิล์มทองคำด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ โดยการสร้างโมเดลคณิตศาสตร์เพื่อการคำนวณความหนาของชนิดของสารตัวอย่างและระบบการวัดแบบเดียวกันนี้ พร้อมตรวจสอบความถูกต้องของโมเดล สาเหตุในการเลือกศึกษาฟิล์มทองคำบนแผ่นรองรับที่เป็นแก้วโดยหวังว่าการวิจัยนี้อาจจะมีประโยชน์ต่อการนำไปประยุกต์ใช้ในโรงงานแก้วที่เกี่ยวข้องกับการเคลือบสารบนแก้ว และเลือกสารเคลือบทองคำเนื่องจาก

ทองแดงมีการดูดกลืนรังสีเอกซ์จากเครื่องมือที่มีเป้าเป็นทองแดง (Cu K_α x-ray) ก่อนข้างต่ำ ทำให้ได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของทองแดงปรากฏอยู่บนแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแก้วแบบมาตรฐาน ซึ่งนับว่าเป็นสารตัวอย่างที่มีลักษณะที่ยากต่อการวิเคราะห์ โดยสารตัวอย่างอื่นที่มีการดูดกลืนรังสีเอกซ์จากเครื่องมือที่มีเป้าเป็นทองแดง (Cu K_α x-ray) ที่มีค่าสูงน่าจะวิเคราะห์ได้ง่ายกว่า ดังนั้นเงื่อนไขที่สำคัญที่ได้จากการศึกษาในครั้งนี้จะนำไปประยุกต์ใช้ได้กับสารตัวอย่างชนิดอื่นๆ ต่อไป

1.4.2 เพื่อทดสอบว่าเทคนิคที่ใช้ทดลองนี้สามารถตรวจสอบประสิทธิภาพการเคลื่อนในสุญญากาศด้วยอุปกรณ์ดังกล่าวว่ามีความมั่นคงหรือมีการเปลี่ยนแปลงในการเคลื่อนสารอย่างไร

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 ได้ทดสอบคุณภาพของเทคนิคในการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยการใช้เครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ โดยเน้นสารตัวอย่างที่มีความยากต่อการวัดพร้อมกับได้เงื่อนไขที่สำคัญสำหรับเทคนิคนี้เพื่อนำไปประยุกต์ใช้กับการงานที่คล้ายคลึงกันต่อไป

1.5.2 สามารถตรวจสอบประสิทธิภาพการเคลื่อนในสุญญากาศด้วยอุปกรณ์ของมหาวิทยาลัยบูรพาว่าเป็นอย่างไร เพื่อประโยชน์ต่อการร่วมมือในการทำวิจัยที่เกี่ยวข้องต่อไป หรือให้บริการในการตรวจสอบความหนาของฟิล์มบางต่อไปในอนาคต

1.5.3 สามารถนำเครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ มาใช้ประโยชน์ได้เต็มที่ และสามารถแสดงผลงานการใช้ประโยชน์จากเครื่องมือนี้ให้เป็นที่รู้จักต่อหน่วยงานภายนอก โดยตีพิมพ์ผลงานในการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทยครั้งที่ 27 นับเป็นการสร้างศักยภาพไปสู่การดำเนินการกิจการต่างๆ ในประเทศ

1.6 ระเบียบวิธีวิจัย

1.6.1 แบบการวิจัย

งานวิจัยนี้มีลักษณะเป็นการค้นคว้าวิจัยหาเทคนิคที่เหมาะสมและดีที่สุดในการวัดและวิเคราะห์โดยอาศัยเครื่องมือการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ สำหรับหลักการทำงานของอุปกรณ์การทดลองนี้ได้ประยุกต์ความรู้พื้นฐานทางฟิสิกส์เกี่ยวกับการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาใช้ประโยชน์ ต้องเรียนรู้ว่าผลการวัดจะถูกต้องหรือไม่ขึ้นกับสมบัติของสารตัวอย่างที่นำมาวัดโดยวิธีนี้อย่างไร ต้องเรียนรู้พารามิเตอร์ต่างๆ ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ไม่ว่าจะเป็นการเคลื่อนฟิล์มบาง การซังสารเคลื่อน

ที่เบามากในหน่วยไมครอน และการวัดสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่สารตัวอย่างเป็นฟิล์มบาง ซึ่งแตกต่างจากสารตัวอย่างแบบผงที่ใช้อยู่ปกติทั่วไปสำหรับเครื่องมือวัดนี้ โดยได้เน้นทดลองกับ สารตัวอย่างที่ยากต่อการใช้เทคนิคนี้ คือฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแก้วซึ่งมีโครงสร้าง แบบออสถฐาน และท้ายที่สุดต้องทำการวิเคราะห์ผลของโมเดลคณิตศาสตร์ที่ใช้คำนวณความหนา ของชนิดสารตัวอย่างและระบบการวัดเดียวกันนี้ว่าเป็นอย่างไร พร้อมกับวิเคราะห์ประสิทธิภาพ การเคลือบสารในแต่ละครั้งด้วย

1.6.2 ขั้นตอนและวิธีการในการเก็บข้อมูล

ในการวิจัยนี้จะแยกการทดลองเป็น 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นการเคลือบฟิล์มทองแดงบนแผ่นแก้วปิด(cover glass)บนสไลด์แก้ว ที่ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา เพื่อตรวจสอบความมั่นคงหรือ การเปลี่ยนแปลงของเครื่องมือเคลือบว่าเป็นอย่างไร พร้อมกับการชั่ง หนามวลของฟิล์มบางแต่ละแผ่นแล้วแปลงเป็นความหนาในหน่วย ไมครอน(μm)

ส่วนที่ 2 เป็นการวัดหาความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่เด่นของทองแดงในสเปกตรัม ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแต่ละชั้นตัวอย่าง นำไปสร้างกราฟปรับ เทียบ (calibration graph) ระหว่างความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์กับความหนา ของฟิล์มที่คำนวณได้จากการชั่งมวล ซึ่งไม่น่าจะเป็นค่าความหนาที่ ละเอียดถูกต้องเท่าที่ควร โดยคาดว่าเส้นกราฟปรับเทียบที่ได้จากการปรับ ค่า (fit) ข้อมูลที่ได้จากการทดลองนี้จะนำไปสู่การวัดความหนาของฟิล์ม บางที่น่าเชื่อถือกว่า

1.6.3 ขั้นตอนและวิธีการในการวิเคราะห์ข้อมูล

แยกวิเคราะห์ข้อมูลเป็น 2 ส่วนเช่นกัน

ส่วนที่ 1 เพื่อทดสอบคุณภาพของเทคนิคในการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วยการ ใช้ เครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ นำข้อมูลที่ได้จากการวัดการเลี้ยว เบนรังสีเอกซ์ของแต่ละชั้นตัวอย่างที่ได้จาก การเคลือบในสุญญากาศที่มี ความหนาต่างๆกันในฟิล์มที่เหมาะสมต่อการสร้างกราฟปรับเทียบระหว่าง ความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนจากฟิล์มทองแดงกับความหนาของ ฟิล์มที่คำนวณได้จากการชั่งมวล ซึ่งความสัมพันธ์ของปริมาณทั้งสองของ เส้นกราฟปรับเทียบเป็นไปตามสมการ $I_t = I_0 (1 - e^{-\alpha t})$ โดย I_t คือความ เข้มของเส้นรังสีเอกซ์ที่เด่นของทองแดงที่มีความหนา t I_0 คือความเข้ม

อิมตัวเมื่อฟิล์มทองแดงมีความหนาจนจัดเป็นความหนานั้น α เป็น
แฟกเตอร์เชิงเรขาคณิตของระบบของการทดลอง โดยค่า I_0 และ α หาได้
จากการปรับค่าเส้นกราฟเปรียบเทียบกับข้อมูลจากการทดลอง ท้ายที่สุดก็จะ
ได้โมเดลคณิตศาสตร์สำหรับการวัดความหนาของตัวอย่างชนิดนี้ด้วยเครื่อง
มือชุดนี้

ส่วนที่ 2 เพื่อศึกษาตรวจสอบประสิทธิภาพการเคลื่อนในสูญญากาศด้วยอุปกรณ์

ของมหาวิทยาลัยบูรพาว่าเป็นอย่างไร

นำข้อมูลที่ได้จากการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแต่ละชิ้นตัวอย่างที่ได้จาก
การเคลื่อนในสูญญากาศ(สามารถเคลื่อนได้ครั้งละ 4 ตัวอย่าง) มาพิจารณาค่า
ความเข้มรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนจากฟิล์มทองแดงว่ามีการเปลี่ยน
แปลงตามความหนาของฟิล์มอย่างไร ขณะเดียวกันก็เปรียบเทียบผลของ
ความหนาด้วยสำหรับสารตัวอย่างที่ใช้เวลาเคลื่อนต่างกัน



บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

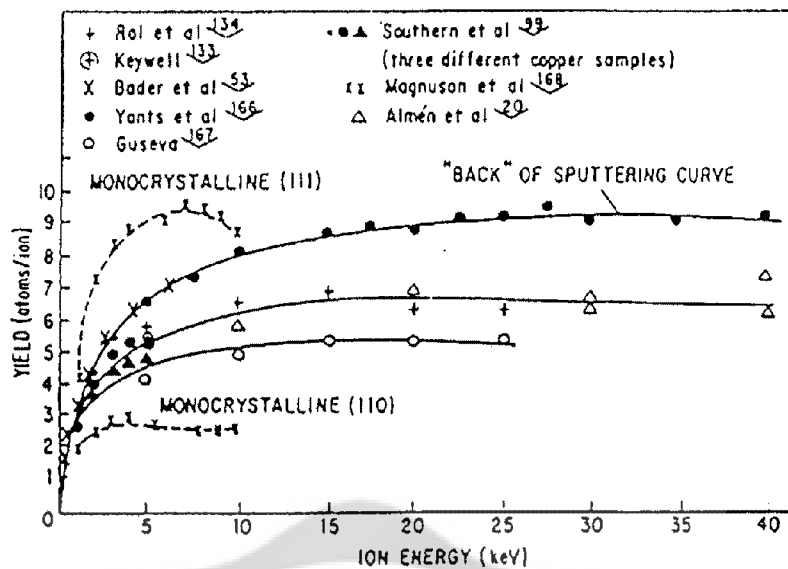
2.1 การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการสปัตเตอร์ [5]

เนื่องจากการวิจัยนี้ได้ใช้ฟิล์มบางทองแดงที่เคลือบบนแผ่นแก้วบางด้วยวิธีการเคลือบฟิล์มโดยการสปัตเตอร์ (sputtering) จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องศึกษาความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับเรื่องนี้ เพื่อจะได้วิเคราะห์งานได้ถูกต้อง กระบวนการสปัตเตอร์ คือการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุด้วยการการชนของอนุภาคหรือไอออน (ion) พลังงานสูง เกิดการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบที่เรียกว่า “เป้าสารเคลือบ” และเนื่องจากไอออนเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงกว่าวิธีการระเหยสารมาก ทำให้อะตอมที่วิ่งเข้ากระทบแผ่นรองรับ (substrate) จะฝังตัวแน่นในเนื้อวัสดุของแผ่นรองรับที่ต้องการเคลือบมากกว่าการระเหยสาร ดังนั้นการเคลือบโดยวิธีนี้จะทำให้ได้การยึดเกาะที่ดีระหว่างสารเคลือบกับวัสดุรองรับ การผลิตอนุภาคพลังงานสูงนี้จะต้องผลิตอย่างต่อเนื่องเพื่อให้กระบวนการเคลือบสารเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาของฟิล์มบางตามต้องการ สิ่งที่น่าสนใจเกี่ยวกับกระบวนการเกิดสปัตเตอร์มีดังต่อไปนี้

ค่าสปัตเตอริงยิลด์ (sputtering yield) เป็นค่าเฉลี่ยของปริมาณอะตอมของเป้าสารเคลือบที่หลุดออกต่อปริมาณไอออนที่ชน มีหน่วยเป็น อะตอมต่อไอออน โดยสามารถหาค่านี้ได้จากการหาน้ำหนักหรือความหนาที่ลดลงของเป้าสารเคลือบ หรือหาจากวัสดุทั้งหมดที่ถูกสปัตเตอร์ไปบนแผ่นรองรับ โดยค่าสปัตเตอริงยิลด์นี้จะเปลี่ยนไปตามสถานะต่างๆ ดังนี้

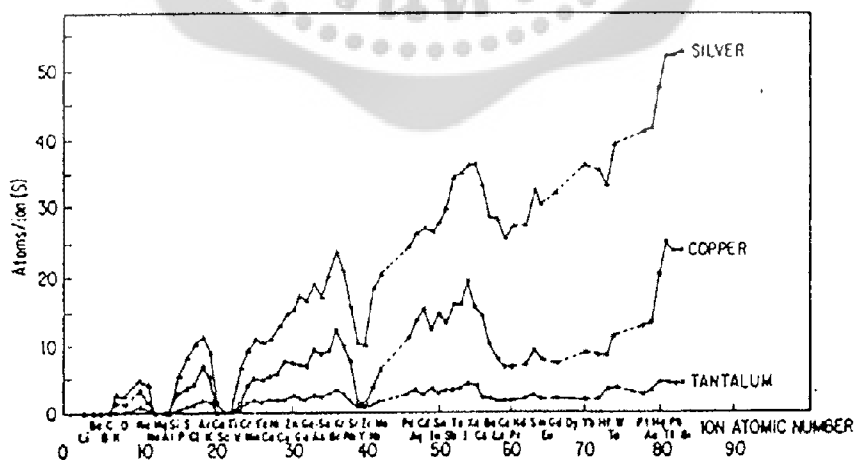
ก) พลังงานของไอออนที่เข้าชน เมื่อไอออนที่เข้าชนมีพลังงานสูงขึ้นค่ายิลด์จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและเข้าสู่สภาพอิ่มตัว (saturation) ขณะที่ไอออนมีพลังงานสูงมากดังรูป 2.1 ทั้งนี้เนื่องจากไอออนพลังงานสูงมีโอกาสในการฝังตัว (ion implantation) บนผิวเป้าสารเคลือบสูงขึ้น ทำให้ค่าสปัตเตอริงยิลด์ของสารเคลือบมีค่าคงที่

ข) เปลี่ยนแปลงตามระนาบผลึกของผิวสารเคลือบ ได้มีผู้ทำการทดลองแล้วพบว่าเมื่อเป้าสารเคลือบเป็นผลึกเดี่ยวจะทำให้ได้ค่าสปัตเตอริงยิลด์มีค่ามากที่สุดเมื่อไอออนชนเป้าในแนวระนาบที่มีอะตอมหนาแน่นที่สุด และพบว่าในทองแดงมีโครงสร้างผลึกแบบ FCC (face centered cubic) การชนบนระนาบ (111) ซึ่งมีความหนาแน่นอะตอมสูงสุด จะมีค่าสปัตเตอริงยิลด์สูงสุดเมื่อไอออนที่เข้าชนมีพลังงานค่าเดียวกัน



รูป 2.1 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของสปีดเตอริงยิลด์ของทองแดงที่ถูกชนด้วยไอออนจากแก๊สอาร์กอนที่พลังงานต่าง ๆ กัน

ค) เปลี่ยนแปลงตามชนิดของไอออนที่ชนเป้าสารเคลือบ เมื่อใช้ไอออนต่างชนิดกันวิ่งชนเป้าสารเคลือบชนิดเดียวกัน จะได้ค่าสปีดเตอริงยิลด์แตกต่างกัน โดยจะมีค่าสูงขึ้นเมื่อใช้ไอออนที่มีมวลสูงกว่ามวลอะตอมของเป้าสารเคลือบ รูป 2.2 แสดงการเปลี่ยนแปลงของค่าสปีดเตอริงยิลด์ที่พบว่ามีค่าสูงสุดเป็นช่วง ๆ ณ ตำแหน่งที่ใช้ไอออนจากแก๊สเฉื่อย ได้แก่ แก๊ส Ne Ar Kr และ Xe ซึ่งอะตอมของธาตุเหล่านี้มีอิเล็กตรอนอยู่ครบ 8 ตัวในวงนอกสุด



รูป 2.2 การเปลี่ยนแปลงค่าสปีดเตอริงยิลด์ของเป้าทองแดง (Cu) เงิน (Ag) และแทนทาลัม (Ta) เมื่อใช้ไอออนของธาตุที่มีเลขอะตอมต่าง ๆ ที่มีพลังงาน 45 keV

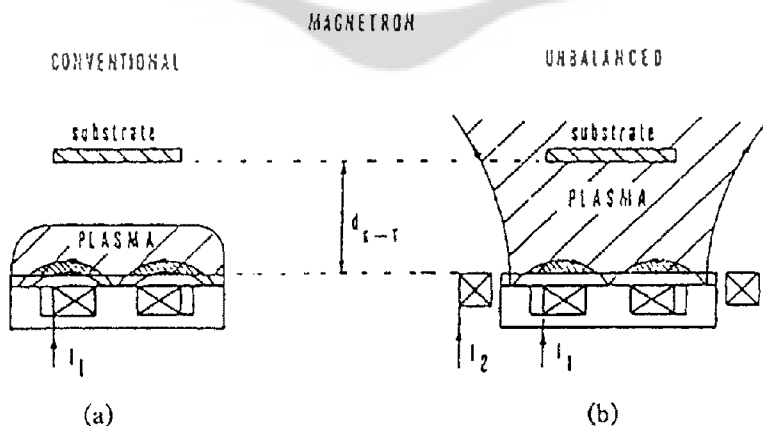
ง) เปลี่ยนแปลงตามมุมตกกระทบของไอออนบนเป้าสารเคลือบ ถ้ามุมตกกระทบเทียบกับเส้นปกติของเป้าหมายมากขึ้นค่าสปีดเตอริงยิลด์มีค่ามากขึ้นจนถึงค่าสูงสุดมุมประมาณ 45° จากนั้นค่าสปีดเตอริงยิลด์จะลดลงเมื่อมุมสูงขึ้นจนถึงมุม 90° จะมีค่าสปีดเตอริงยิลด์เป็นศูนย์เนื่องจากขณะนั้นเหมือนไอออนเข้าชนพื้นที่ของสารเป็นศูนย์

พลังงานของอะตอมที่ถูกสปีดเตอริง อะตอมที่หลุดออกจากผิวหน้าเป้าสารเคลือบด้วยวิธีการสปีดเตอริง จะมีพลังงานจลน์ค่อนข้างสูง ซึ่งสูงกว่าอะตอมที่หลุดออกด้วยวิธีการระเหิดสารประมาณ 50-100 เท่า โดยมีการแจกแจงพลังงานแบบแมกซ์เวลล์ พลังงานส่วนใหญ่มีค่าต่ำกว่า 10 eV

กระบวนการเกิดการคายประจุ (glow discharge) เมื่อป้อนแรงดันไฟฟ้ากระแสตรงให้กับขั้วอิเล็กโทรด (electrode) 2 ขั้วซึ่งประกอบด้วยแผ่นเป้าสารเคลือบเป็นคาโทด(cathode) และแอโนด(anode)เป็นทิวางวัสดุรองรับ โดยวางห่างกันภายใต้ความดันของแก๊สเฉื่อย พบว่าช่วงแรก queเพิ่มแรงดันไฟฟ้าจะมีกระแสไหลในวงจรน้อยมากซึ่งเกิดจากอิเล็กตรอนและไอออนของแก๊สที่เกิดขึ้น เมื่อศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นพลังงานของประจุจะถูกเร่งภายใต้สนามไฟฟ้าที่มีค่าสูงขึ้นทำให้เกิดการชนและทำให้อะตอมของแก๊สกลายเป็นไอออน (ionization) เพิ่มขึ้น ไอออนบวกจะถูกเร่งให้เข้าชนกับเป้าสารเคลือบคาโทดมากขึ้นและมีการปลดปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) มาชนกับโมเลกุลของแก๊สเกิดไอออนขึ้นมากมายจนเพียงพอที่จะรักษาสภาพการคายประจุ (discharge) ได้ด้วยตนเอง แรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรด ลดลงและกระแสเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เกิดการเรืองแสงเนื่องจากการรวมตัวเป็นกลางของไอออนบวกกับอิเล็กตรอนด้วยกระบวนการต่างๆเกิดการปลดปล่อยแสงซึ่งเป็นความถี่เฉพาะของสารออกมา เรียกช่วงนี้ว่า “การเรืองแสงปกติ” (normal glow) เมื่อกระแสเพิ่มขึ้นแนวการชนของไอออนจะค่อยๆ ขยายตัวเพิ่มพื้นที่ครอบคลุมตลอดผิวคาโทดจนความหนาแน่นกระแสเท่ากันตลอด โดยมีค่าแรงดันไฟฟ้าระหว่างขั้วอิเล็กโทรดคงที่ หลังจากนั้นการเพิ่มกำลังไฟฟ้าเข้าสู่ระบบจะทำให้ทั้งแรงดันไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เรียกว่า “ช่วงการเรืองแสงผิดปกติ” (abnormal glow) เกิดการเปล่งแสงจ้าขึ้นเป็นช่วงที่ใช้กับระบบการสปีดเตอริง แก๊สที่ใช้เป็นแก๊สเฉื่อยซึ่งให้สปีดเตอริงยิลด์สูงและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคลือบขณะเกิดการกระบวนการคายประจุที่ความดันคงที่ค่าหนึ่ง เมื่อความดันลดลงหรือแรงดันไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดสูงขึ้น ระยะปลดปล่อยการชนของอิเล็กตรอนสูงขึ้นกระแสลดลงและการสปีดเตอริงอะตอมมีปริมาณลดลงจนกระแสไฟฟ้าลดลงสู่ศูนย์ กระบวนการผลิตไอออนสิ้นสุดลงไม่มีอะตอมหลุดออกจากเป้าสารเคลือบอีกต่อไป ระบบการสปีดเตอริงทั่วไปจะต่อแอโนดลงดิน(ground) ร่วมกับภาชนะสุญญากาศ โดยแยกขั้วคาโทดจากผิวของภาชนะสุญญากาศด้วยฉนวนที่เรียกว่า “กำบังสายดิน” (ground shield) ซึ่งมีลักษณะเป็นผนังโลหะหุ้มรอบๆขอบของคาโทด ถึงแม้ว่าศักย์ไฟฟ้าของกำบังสายดินจะเท่ากับแอโนด กระบวนการเกิดการคายประจุและการสปีดเตอริงจะไม่สามารถเกิดกับคาโทดในบริเวณที่มีกำบังสายดินหุ้มอยู่ทำให้

สามารถควบคุมบริเวณที่ต้องการการสปีดเตอร์ได้ สำหรับความดันในระบบจะมีผลต่อ อัตราการเคลือบ ค่าสปีดเตอร์ริงฮิลด์ และกระแสของระบบ โดยทั่วไปการเคลือบฟิล์มที่ความดันต่ำจะทำให้ได้ฟิล์มที่มีคุณภาพดี การแทรกตัวของแก๊สในเนื้อฟิล์มน้อยและลดปริมาณสารปลอมปนในฟิล์ม

ระบบการเคลือบแบบการสปีดเตอร์นี้มีหลายแบบด้วยกัน จะขออธิบายเฉพาะระบบที่มีอยู่ที่มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เท่านั้น ซึ่งได้แก่ระบบเคลือบแบบอานาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง (unbalanced magnetron sputtering) โดย Window และ Savvides ได้คิดค้นและตีพิมพ์เผยแพร่ระบบนี้ในปี 1986 ทั้งสองพบว่าการติดตั้งแม่เหล็กที่คาโทด ของระบบการสปีดเตอร์ที่มีความเข้มสนามแม่เหล็กด้านใดด้านหนึ่งมากกว่าอีกด้านหนึ่งทำให้สนามแม่เหล็กที่คาโทดไม่สมมาตร จะทำให้ปริมาณไอออนที่วิ่งเข้าชนวัสดุรองรับที่เป็นอาโนด นั้นมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากกว่าปกติมีผลต่อคุณภาพของฟิล์มโดยตรง ดังรูป 2.3 เนื่องจากอำนาจสนามแม่เหล็กจะทำให้อิเล็กตรอนที่ออกจากคาโทดเคลื่อนที่เป็นเส้นโค้งทำให้อะตอมของแก๊สเฉื่อยในระบบกลายเป็นไอออนได้มากขึ้น และสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ายังทำให้อิเล็กตรอนวิ่งชนเป้าสารเคลือบแบบซ้ำๆอย่างต่อเนื่องทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมาปริมาณมาก การสปีดเตอร์ก็มากตามไปด้วย แต่ก็ยังมีอิเล็กตรอนบางส่วนที่มีพลังงานสูงสามารถหลุดออกจากสนามแม่เหล็กนี้ได้แล้ววิ่งเข้าหาอาโนดโดยตรง แต่สำหรับระบบเคลือบแบบอานาลานซ์ แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริงนี้อิเล็กตรอนพลังงานสูงที่หลุดจากสนามแม่เหล็กจะถูกยึดไว้ด้วยเส้นแรงสนามแม่เหล็กส่วนเกินของระบบแล้วเคลื่อนที่เป็นเส้นโค้งไปชนกับอะตอมของแก๊สเฉื่อยทำให้เกิดการเป็นไอออนเป็นพลาสมา (plasma) ทุติยภูมิที่บริเวณผิวหน้าของวัสดุรองรับทำให้ความหนาแน่นกระแสที่วัสดุรองรับมีค่าสูงมากกว่าในระบบบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง โดยพลาสมาที่เกิดขึ้นจะมีส่วนช่วยในการเคลือบฟิล์ม จะทำให้ฟิล์มบางที่ได้มีความหนาแน่นสูงและการยึดติดดี

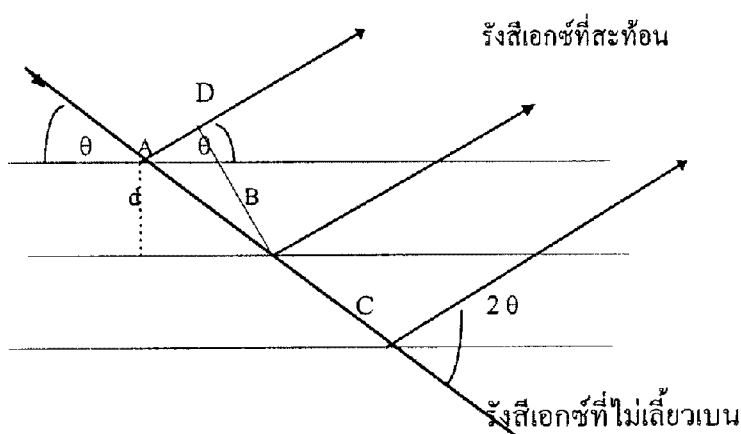


รูป 2.3 แสดงลักษณะพลาสมาของระบบการสปีดเตอร์ (a) ระบบเคลือบแบบบาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง (b) ระบบเคลือบแบบอานาลานซ์แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง

2.2 การวัดความหนาด้วยเทคนิคทางรังสี [6-7]

การวัดความหนาของฟิล์มบางมีหลายวิธีด้วยกัน อาทิเช่น การวัดด้วยเครื่องมือที่สร้างขึ้น เฉพาะในการวัดความหนาของฟิล์มบางโดยตรง หรือโดยการชั่งหามวลที่มีค่าน้อยๆแล้วคำนวณ เป็นค่าความหนาเมื่อทราบค่าความหนาแน่นของสารฟิล์มบางที่ถูกต้อง (gravimetric technique) สำหรับเทคนิคทางรังสีเป็นวิธีการวัดความหนาของฟิล์มบางอ้อม โดยอาศัยหลักการวัดความเข้ม ของรังสีที่เปลี่ยนแปลงตามความหนาของฟิล์มบางที่ต้องการวัด สามารถแบ่งการวัดความหนาของ ฟิล์มด้วยเทคนิคการวัดรังสีออกเป็น 3 วิธีด้วยกันคือ การวัดความหนาโดยอาศัยเทคนิคการเลี้ยว เบนรังสี เทคนิคการแผ่รังสี และการส่งผ่านรังสี เนื่องจากในการวิจัยนี้ใช้เครื่องมือวัด การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) (XRD) วัดความเข้มรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกมา เมื่อรังสีเอกซ์จากหลอดในเครื่องมือตกกระทบฟิล์มบางที่เป็นสารตัวอย่าง ดังนั้นจะขออธิบาย เฉพาะทฤษฎีเบื้องต้นเกี่ยวกับการวัดความหนาโดยหลักการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และเครื่องมือวัด การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังต่อไปนี้

2.2.1 เครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ อาศัยหลักการที่ว่าเมื่อลำรังสีเอกซ์ที่มีความยาว คลื่น λ ตกกระทบบนแนวของอะตอมชนิดเดียวกันที่มีระยะห่างของแต่ละแถวหรือระยะห่าง ของระนาบของการสะท้อนของรังสีเอกซ์ที่เรียกว่า “स्पACING” (spacing) d เกิดการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์โดยมีมุมของการสะท้อนออกไปเป็น θ ดังรูป 2.4 รังสีสะท้อนออกไปรวมกันเป็นลำ รังสีเลี้ยวเบนถ้าเฟส (phase) ของรังสีสะท้อนเหล่านั้นมีเฟสเดียวกัน (in phase) ลำรังสีเลี้ยวเบน จะมีความเข้มค่อนข้างมากเมื่อเทียบกับผลรวมของรังสีที่เกิดจากการกระเจิงทั้งหลายในทิศทางเดียวกั น (รังสีที่กระเจิงออกจากอะตอมที่ไม่ได้จัดตัวอยู่อย่างเป็นระเบียบและแบบเป็นคาบ (periodic) จะ มีเฟสที่สัมพันธ์ซึ่งกันและกันแบบสุ่มๆ ผลรวมของความเข้มของรังสีกระเจิงเหล่านี้อาจไม่เกิด การแทรกสอดแบบหักล้าง (destructive) หรือแบบเสริมกัน (constructive) ก็ได้) ผลต่างของทาง เเดิน (path difference) $AB-AD = n\lambda$ เมื่อ n เท่ากับ 1, 2, 3, ... จะได้



รูป 2.4 เงื่อนไขการสะท้อนตามกฎของแบรกก์

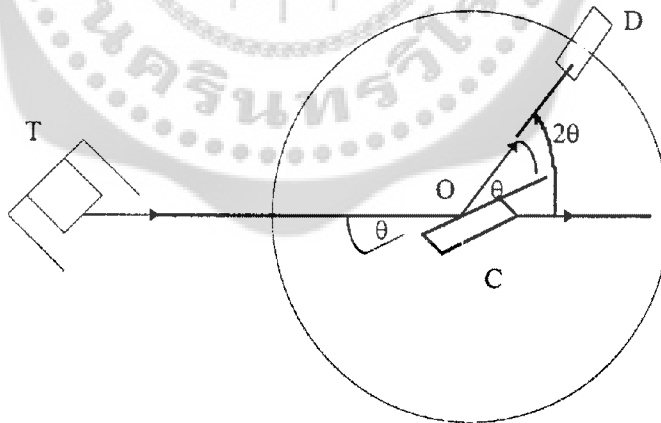
$$\begin{aligned} AB &= d / \sin\theta \\ AD &= AB \cos 2\theta = d (\cos 2\theta) / \sin\theta \end{aligned}$$

ดังนั้น

$$n\lambda = 2 d \sin\theta \quad (2-1)$$

นี่คือเงื่อนไขของแบรกก์ (Bragg condition) สำหรับการสะท้อน และ θ ไม่เกิน 90° ดังนั้นทุกค่าของ n สำหรับ $n\lambda/2d$ ต้องไม่เกิน 1 เงื่อนไขนี้ทำให้เกิดขีดจำกัดของจำนวนการสะท้อนที่กระจายออกมาจากผลึก โดยผลึกจะมีชุดของระนาบจำนวนมหาศาล ซึ่งจะมีเฉพาะระนาบที่มี $d \geq \lambda/2$ ที่สะท้อนได้เท่านั้น โดยทั่วไปการสะท้อนอันดับที่ n จากระนาบ (hkl) ของผลึกที่มีสเปซิง d' อาจพิจารณาได้เหมือนการสะท้อนอันดับที่หนึ่งจากระนาบ ($nh \ nk \ nl$) ของผลึกที่มีสเปซิง $d = d'/n$ และวิธีการการเลี้ยวเบนสามารถเกิดขึ้นได้เมื่อเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (2-1)

ในการทดลองสามารถใช้กฎของแบรกก์ได้ 2 วิธี วิธีแรกคือการใช้ความยาวคลื่น λ และ θ ที่ทราบค่า สามารถหาสเปซิง d ของระนาบต่างๆของผลึกได้ เรียกว่า “การวิเคราะห์โครงสร้าง” หรือใช้ผลึกที่ทราบค่า สเปซิง d วัดหามุม θ ก็สามารถหาความยาวคลื่นของการแผ่รังสีได้ เรียกว่า “สเปกโทรสโกปีของรังสีเอกซ์” (x-ray spectroscopy) รูป 2.5 แสดงส่วนสำคัญของเครื่องมือวัดสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ โดยรังสีเอกซ์ออกจากหลอดรังสี T ไปตกกระทบบนผลึก C ด้วยมุม θ ดังรูป D เป็นหัววัดความเข้มรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกมา ซึ่งจัดไว้ให้วัดที่มุม 2θ



รูป 2.5 แสดงส่วนสำคัญของเครื่องมือวัดสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ของการเลี้ยวเบน

วิธีการศึกษาการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีหลายแบบด้วยกัน สำหรับเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัยนี้เป็นวิธีการแบบผง (powder method) ที่ใช้ลำรังสีเอกซ์แบบความยาวคลื่นเดียวออกจากหลอดรังสีเอกซ์ (X-ray tube) และมีการเปลี่ยนมุม θ ซึ่งเหมาะสำหรับตัวอย่างประเภทพหุผลึก (polycrystalline) และเป็นวิธีเดียวที่ใช้ได้เมื่อสารตัวอย่างไม่ใช่ผลึกเชิงเดี่ยว ที่เรียกว่าแบบผงเพราะตัวอย่างที่นำมา

วัตถุผลึกจะอยู่ในสภาพที่เป็นผงละเอียด อนุภาคแต่ละตัวของผงเป็นผลึกเล็กๆที่จัดวางตัวแบบสุ่ม (random) เทียบกับลำรังสีตกกระทบ เฉพาะอนุภาคที่จัดวางตัวอย่างถูกต้องเท่านั้นที่ทำให้ระนาบ ตัวอย่างเช่น ระนาบ (100) สามารถทำให้เกิดการเลี้ยวเบนลำรังสีเอกซ์ได้ ขณะที่อนุภาคตัวอื่นๆที่จัดวางตัวได้ดีสำหรับการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากระนาบ (110) และระนาบอื่นๆ เป็นต้น ผลที่ได้รับคือจะได้ทุกๆชุดของ ระนาบแลตทิซ (lattice plane) ของสารตัวอย่างที่ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รูปร่างและขนาดของเซลล์หน่วย (unit cell) ของผลึกสามารถคำนวณได้จากทิศทางของการเลี้ยวเบนเหล่านี้ นั่นคือสามารถวิเคราะห์ผลึกที่ไม่ทราบได้จากการวัดทิศทางของการเลี้ยวเบนของลำรังสีเอกซ์ เครื่องมือวัดสเปกตรัมรังสีเอกซ์ในการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนโดยทั่วไปเรียกว่า “ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์” (diffractometer) ที่ประกอบด้วยรังสีที่ทราบค่าความยาวคลื่นค่าเดียวเพื่อหาสเปซิงของระนาบผลึกที่ไม่ทราบค่า ตัวอย่างเช่น ถ้าผลึกสารตัวอย่างเป็นแบบสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ (cubic) จะได้

$$1/d^2 = (h^2 + k^2 + l^2) / a^2 \quad (2-2)$$

โดยผลึกลูกบาศก์มีขนาดเซลล์หน่วยเป็น a จากสมการ (2-1) และ (2-2) จะได้

$$\sin^2 \theta = \lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2) / 4a^2 \quad (2-3)$$

ดังนั้นเมื่อทราบค่า λ และมุมเบรกก์ที่ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนจากระนาบ (hkl) ที่เป็นไปได้ของผลึกแบบสี่เหลี่ยมลูกบาศก์สำหรับระนาบ (110) สมการ (2-3) จะเป็น

$$\sin^2 \theta_{110} = \lambda^2 / 4a^2$$

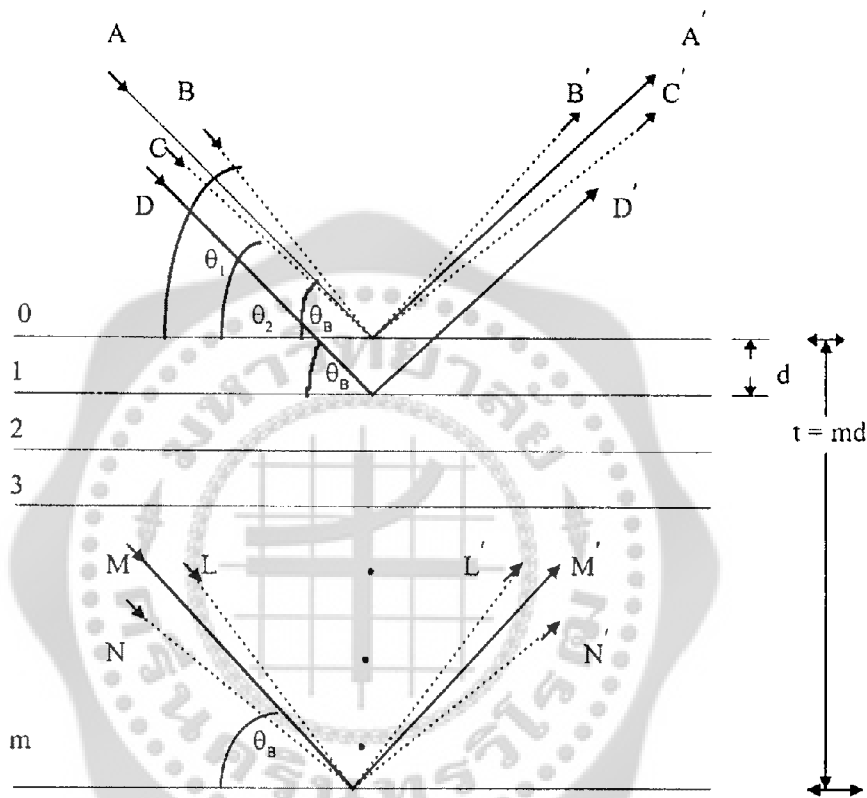
ถ้าผลึกมีรูปแบบเทระโกนอล (tetragonal) ที่มีแกน a และ c ก็จะคล้อยจองกับ

$$\sin^2 \theta = \lambda^2 \left(\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) / 4$$

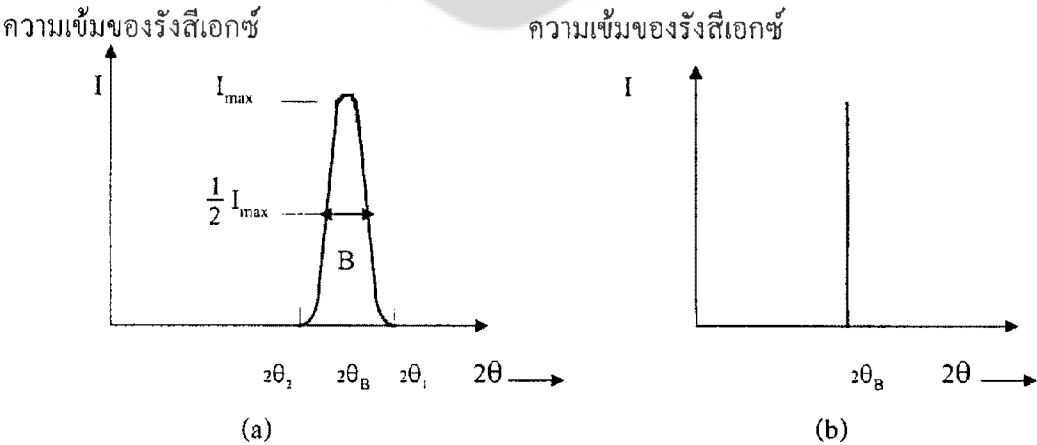
ในทำนองเดียวกันก็สามารถเขียนสมการด้วยวิธีเดียวกันนี้สำหรับผลึกที่มีรูปแบบอื่นๆได้

เงื่อนไขที่เป็นจริงถ้าขนาดของผลึกมีความหนา t โดยวัดในทิศทางตั้งฉากกับชุดของระนาบของการสะท้อนชุดหนึ่งที่มีจำนวนระนาบ $(m+1)$ ดังรูป 2.6 ถ้ารังสีที่มีมุมการเลี้ยวเบน $2\theta_B$ มีเฟส

เดียวกันอย่างสมบูรณ์ก็จะให้ความเข้มของลำรังสีสูงสุด ส่วนความเข้มของลำรังสีที่มุม $2\theta_1$ และ $2\theta_2$ มีค่าเป็นศูนย์เนื่องจากการหักล้างกันอย่างสมบูรณ์ แสดงว่าความเข้มของการเลี้ยวเบนที่มุมใด ๆ θ_B แต่ไม่น้อยกว่า $2\theta_2$ หรือไม่มากกว่า $2\theta_1$ จะไม่เป็นศูนย์แต่มีค่าอยู่ระหว่างศูนย์และค่าสูงสุดของลำรังสีการเลี้ยวเบนที่มุม $2\theta_B$ ดังนั้นรูปโค้ง (curve) ระหว่างความเข้มของการเลี้ยวเบนกับมุม 2θ จะมีลักษณะเหมือนในรูป 2.7 ความกว้างของรูปโค้งในรูป 2.7 เพิ่มขึ้นเมื่อความหนาของผลึกลดลง



รูป 2.6 แสดงให้เห็นว่าขนาดของผลึกมีผลต่อการเลี้ยวเบน



รูป 2.7 แสดงแผนภาพของรูปโค้งระหว่างความเข้มของการเลี้ยวเบนกับมุม 2θ โดยขนาดของอนุภาคที่ละเอียดมากจะมีผลต่อรูปโค้งนี้

สาเหตุอื่นๆที่ทำให้ได้รูปโค้งที่บวมกว้าง (line broadening) ดังเช่น ลำรังสีเอกซ์ที่มีค่าความยาวคลื่นค่าเดียว (โดยปกติมักเลือกเส้นรังสีเอกซ์ K_{α} ที่มีความแรงสูงสุดไปใช้) จะมีพิสัย (range) แคบๆของความยาวคลื่นที่ขยายออกไปประมาณ 0.001 Å ดังนั้นแทนที่จะเป็นค่าความยาวคลื่นค่าเดียวจริงๆก็ทำให้ได้รูปโค้งที่บวมกว้างได้ และถ้ามีผลึกที่ไม่สมบูรณ์โดยมีโครงสร้างแบบโมเสก (mosaic) ที่รู้จักโดยทั่วไปว่าเป็นลักษณะของการเป็นผลึกที่แท้จริงด้วยของสาขาของความยาวคลื่นที่มากเกินไปจนเกินไปที่มีผลต่อปรากฏการณ์การเลี้ยวเบน ผลึกที่มีรูปแบบโมเสกนี้ อะตอมของมันไม่จัดเรียงตัวอย่างเป็นแลตทิซปกติที่สมบูรณ์แต่มันแตกออกเป็นก้อนเล็กๆจำนวนมากจัดวางตัวอย่างไม่เป็นระเบียบก็ทำให้ได้รูปโค้งที่บวมกว้างได้ และยังทำให้ความเข้มของลำรังสีสะท้อนเพิ่มมากขึ้นเมื่อเทียบกับที่คำนวณได้จากทฤษฎีสำหรับสารตัวอย่างที่เป็นผลึกสมบูรณ์

เครื่องมือส่วนที่วัดมุมของการเลี้ยวเบนและวงจรอิเล็กทรอนิกส์ที่ต่อเข้าเครื่องนับรังสีเอกซ์ (x-ray counter) เพื่อวัดความเข้มของการเลี้ยวเบนที่มุมต่างๆของ เครื่องดิฟแฟร็กโทมิเตอร์เรียกว่า “โกนิโอมิเตอร์” (goniometer) หัววัดที่ใช้วัดความเข้มที่สะท้อนจากสารตัวอย่างแบบผงมี 2 ชนิด ได้แก่ หัววัดแบบบรรจุแก๊ส (gas-filled detector) ที่อาศัยหลักการที่แก๊สดูดกลืนรังสีเอกซ์แล้วเกิดการกลายเป็นไอออน และหัววัดการประกายแสง (scintillation detector) ที่อาศัยการเกิดแสงเมื่อสารเรืองแสง(phosphor) ดูดกลืนรังสีเอกซ์ โดยหัววัดทั้งสองชนิดมีคุณสมบัติในการทำให้เกิดสัญญาณเชิงอิเล็กทรอนิกส์แบบพัลส์ (pulse) ออกมาเมื่อถูกกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์ที่ไม่ใช่แบบต่อเนื่อง อัตราการเกิดพัลส์ที่ปล่อยออกมาจากหัววัดจะถูกส่งไปยังเครื่องวิเคราะห์ความสูงของพัลส์ (pulse-height analyzer) ซึ่งอาจประกอบด้วยสเกลเลอร์ (scaler) ที่ต่อไปยังมิเตอร์ที่แสดงอัตราการนับ (counting ratemeter) สารตัวอย่างจะหมุนรับลำรังสีเอกซ์ตกกระทบโดยได้จังหวะพอดีกับการเคลื่อนที่ของหัววัดที่กวาดไปวัดรังสีที่เลี้ยวเบนออกมาถ้ามีจำนวนนับที่มีค่าสูงในช่วงเวลาการนับช่วงหนึ่ง จะได้ตำแหน่งของเส้นการเลี้ยวเบนเป็นพิก (peak) ที่แปลผลออกมาในเทอมของมุม 2θ การวิเคราะห์เชิงสถิติที่แสดงพิสัยการวัดเป็นการแจกแจงแบบเกาส์เซียน (Gaussian distribution) ที่มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) หรือค่าความผิดพลาดในการนับมาตรฐาน (standard counting error)

$$\sigma = \sqrt{N_M}$$

ในที่นี้ N_M คือค่าเฉลี่ยของการวัดทั้งหมด แต่เนื่องจากว่าในทางปฏิบัติการวิเคราะห์ที่ทำอยู่เป็นประจำไม่จำเป็นที่จะต้องวัดหลายๆครั้ง ถึงแม้ว่าความแม่นยำอาจลดน้อยลงบ้าง ดังนั้นค่าที่แสดงการแปรเปลี่ยนที่มีประโยชน์มากกว่าอาจแสดงในเทอมของการนับเดี่ยวๆ ที่ได้ค่า N นั่นคือ

$$\sigma = \sqrt{N} \quad (2-4)$$

แสดงเป็นเปอร์เซ็นต์ของจำนวนนับสุทธิได้เป็น

$$\sigma = Q \left(\frac{\sqrt{N}}{N} \right) 100 = \left(\frac{Q}{\sqrt{N}} \right) 100$$

ค่า Q เป็นค่าคงที่ที่แสดงระดับความเชื่อมั่นในการนับเชิงเดี่ยวของค่าที่คำนวณได้ ค่า Q เท่ากับ 0.67, 1.0, 1.64 และ 2.58 หมายถึงโอกาสที่น่าจะเป็นไปได้ (probability) 50%, 67%, 90% และ 99% ตามลำดับในการที่การวัดค่าการนับสุทธิเพียงครั้งเดียวจะมีค่าเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยน้อยกว่าค่า σ นี้โดยประมาณ

ผลที่ได้จากการวัดจะถูกต้องอย่างไรขึ้นกับแฟกเตอร์ต่างๆจากระบบการวัด ดังเช่น การเลี้ยวเบนที่เกิดจากความลึกที่แตกต่างกันของสารตัวอย่าง การกระจายออกของลำรังสีตกกระทบ และการเลี้ยวเบน และการใช้สารตัวอย่างแบบแบนราบ (flat sample) จะมีผลต่อตำแหน่ง และรูปร่างพิคของการเลี้ยวเบน ดังนั้นเทคนิคของการทดสอบอย่างระมัดระวังนี้จึงเกี่ยวข้องกับ การใช้สารตัวอย่างที่มีการดูกลืนรังสีสูงเพื่อจำกัดการเลี้ยวเบนให้เกิดที่ผิวหน้าของสารตัวอย่างเท่านั้น กรณีวัดสารตัวอย่างแบบแบนราบ ตามเงื่อนไขการโฟกัสในโกนิโอมิเตอร์ เฉพาะบริเวณแคบๆเท่านั้นที่สามารถเกิดการเลี้ยวเบนที่มุม 2θ ที่เหมาะสม การเลี้ยวเบนที่เหลืออยู่ที่มุมตกกระทบที่แคบกว่าทำให้พิคความและศูนย์กลางแห่งความโน้มถ่วงของพิคจะเลื่อนไปยังมุม 2θ ที่ต่ำกว่า แต่ผลจากสารตัวอย่างที่แบนราบนี้ไม่สำคัญเท่าไรนักเมื่อเทียบกับผลจากการกระจายออกของลำรังสีตกกระทบ ซึ่งถ้าแก้ไขด้วยการทำให้ลำรังสีแคบเข้าก็จะทำให้ความเข้มของลำรังสีน้อยลง

ถ้าผิวหน้าของสารตัวอย่างไม่พอดีกับสภาพของการโฟกัสของวงกลมซึ่งอาจเกิดขึ้นเนื่องจากความผิดพลาดของการจัดวางตัวของเครื่องมือหรือการเตรียมสารตัวอย่างที่ไม่ดี ก็จะทำให้ตำแหน่งของเส้นการเลี้ยวเบนเลื่อนไป สำหรับขนาดของผลึกก็มีผลต่อค่าความเข้มของการสะท้อน ถ้าขนาดน้อยกว่า 5 ไมครอน การหมุนของเครื่องมือช้าหรือเร็วผลที่วัดได้ก็ไม่มี ความแตกต่าง แต่แบบอย่างการเลี้ยวเบนที่ได้จากการหมุนช้าแสดงการเปลี่ยนแปลงขึ้นๆลงๆ (fluctuation) จากค่าความเข้มเฉลี่ยมากขึ้น ขณะที่ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าความเข้มของการสะท้อนเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างมาก การหมุนเร็วขึ้นจะช่วยในการปรับปรุงการวัดความเข้มได้ในกรณีนี้ และถ้ามีวัตถุประสงค์ที่จะวัดความเข้ม ผิวหน้าที่แบนราบของสารตัวอย่างต้องมีขนาดเพียงพอที่จะตัดกับลำรังสีตกกระทบได้ทั้งหมดที่มุมการเลี้ยวเบนทั้งหลาย

2.2.2 การคำนวณความเข้ม การคำนวณความเข้มเปิดเสร็จสัมพัทธ์ (relative integrated intensity) ของลำรังสีที่เลี้ยวเบนโดยชิ้นตัวอย่าง (specimen) ในเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์ ถ้าใช้ชิ้นงานที่เป็นแผ่นแบนราบที่มีแฟกเตอร์การดูกลืนไม่ขึ้นกับมุม θ สามารถคำนวณความเข้มได้ทั่วไป

ดังรูป 2.8 ความเข้มของลำรังสีตกกระทบบน I_0 ซึ่งมีภาคตัดขวางเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัส 1 เซนติเมตร
 ตกกระทบบนแผ่นแบนราบของชั้นตัวอย่างเป็นมุม α พลังงานต่อหน่วยเวลาที่เลี้ยวเบนจากลำรังสี
 นี้เนื่องจากระดับชั้น (layer) ของชั้นตัวอย่างที่ยาว ℓ หนา dx ตรงความลึก x ได้ผิวหน้า โดย
 ลำรังสีตกกระทบบนอยู่ภายใต้การดูดกลืนของชั้นงานตลอดทางเดิน AB เป็น $I_0 e^{-\mu (AB)}$ ในที่นี้
 μ คือสัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนของชั้นตัวอย่าง ถ้าให้ a เป็นสัดส่วนปริมาตรของชั้นตัวอย่าง
 ที่ประกอบด้วยอนุภาคที่มีการจัดวางตัวที่ถูกต้องสำหรับการสะท้อนของลำรังสีตกกระทบบน และ
 b เป็นสัดส่วนของลำรังสีตกกระทบบนที่เลี้ยวเบนเนื่องจากปริมาตรหนึ่งหน่วย นั่นคือพลังงานที่
 เลี้ยวเบนจากระดับชั้นที่มีปริมาตร ℓdx จะเป็น $ab \ell I_0 e^{-\mu (AB)} dx$ แต่พลังงานนี้ลดลงด้วย
 แฟกเตอร์ $I_0 e^{-\mu (BC)}$ ด้วย ดังนั้นฟลักซ์พลังงานต่อหน่วยเวลาของลำรังสีเลี้ยวเบนออกจาก
 ชั้นตัวอย่างจะมีความเข้มรวมเป็น

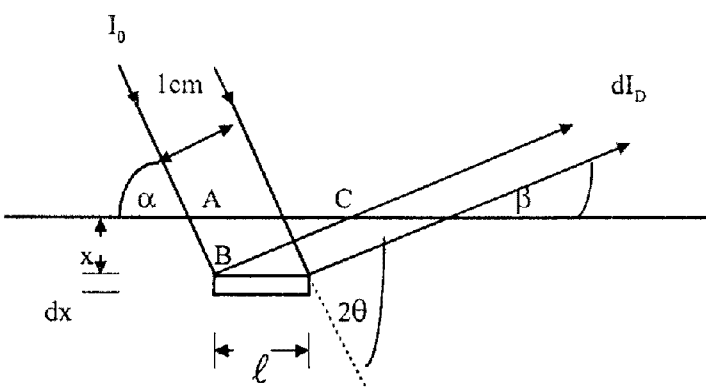
$$dI_D = ab \ell I_0 e^{-\mu (AB+BC)} dx$$

แต่ $\ell = 1/\sin\alpha$ $AB = x/\sin\alpha$ $BC = x/\sin\beta$ และโดยทั่วไปการจัดเรียงตัวของเครื่อง
 ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์จะมี $\alpha = \beta = \theta$ จะได้

$$dI_D = [(I_0 ab) / \sin\theta] e^{-2\mu x / \sin\theta} dx \tag{2-5}$$

ความเข้มของการเลี้ยวเบนสุทธิที่ได้จากการอินทิเกรตตลอดความหนานั้นค้ของชั้นตัวอย่างเป็น

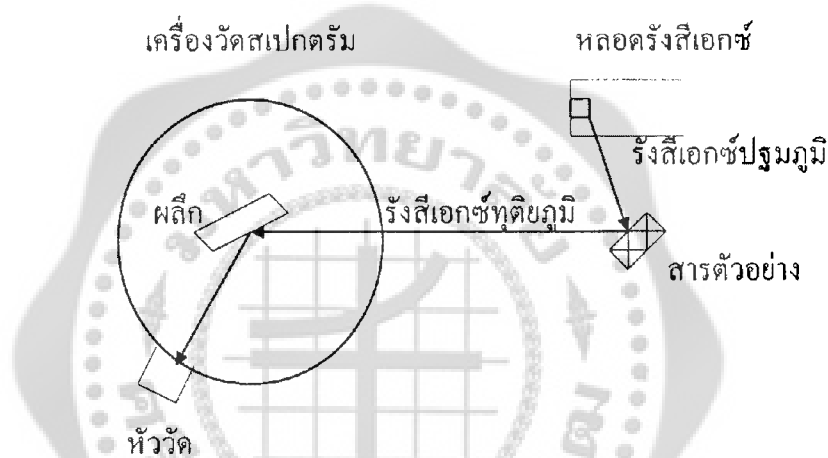
$$I_D = \int_{x=0}^{x=\infty} dI_D = I_0 ab / 2\mu \tag{2-6}$$



รูป 2.8 การเลี้ยวเบนจากแผ่นแบนราบ ที่มีลำรังสีตกกระทบบนและลำรังสีการเลี้ยวเบน
 ที่หนา 1 เซนติเมตรในทิศทางตั้งฉากกับระนาบของรูป

“เส้นรังสีเอกซ์” (x-ray line) เส้นรังสีเอกซ์แต่ละเส้นที่ออกมาจากธาตุในสารจะมีค่าความยาวคลื่นที่แน่นอน ดังนั้นถ้ามีธาตุต่างๆมากมายในสารตัวอย่างก็สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างเชิงเคมีได้ว่าประกอบด้วยธาตุใดบ้าง ปริมาณเท่าใด โดยการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องวัดสเปกตรัม (spectrometer) วิธีการนี้เป็นที่รู้จักกันโดยทั่วไปว่า “การวิเคราะห์ด้วยการวาวรังสีเอกซ์”

เครื่องมือที่เรียกว่า “เครื่องวัดสเปกตรัมแบบการกระจายความยาวคลื่นของการวาวรังสีเอกซ์” (Wavelength-dispersive x-ray fluorescence spectrometer) (WDXRF) จะมีการวิเคราะห์สเปกตรัมของรังสีเอกซ์ด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากธาตุทั้งหลายในสารตัวอย่างด้วยระนาบของเลตทิซที่ทราบค่าสเปซิง d ในผลึกเชิงเดี่ยวชนิดหนึ่ง ดังรูป 2.9

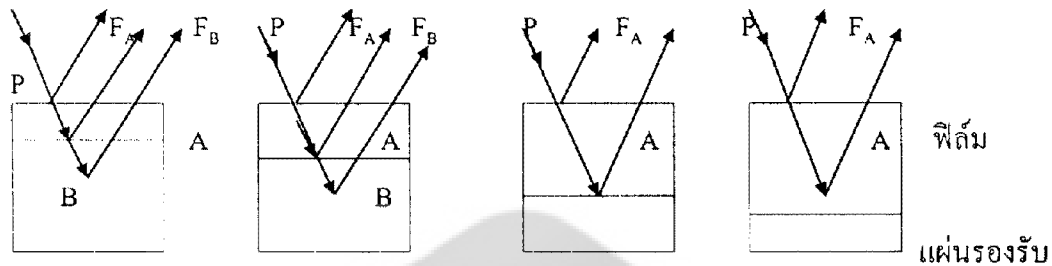


รูป 2.9 การวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ตามแบบการกระจายความยาวคลื่นของการวาวรังสีเอกซ์

การวิเคราะห์ธาตุด้วยการวาวรังสีเอกซ์นี้นับว่าเป็นวิธีที่ค่อนข้างเร็วกว่าวิธีวิเคราะห์เชิงเคมีแบบเปียกโดยทั่วไป สามารถวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณในพิสัยตั้งแต่ ปริมาณต่อล้านส่วน (ppm) จนถึง 100% การวาวรังสีเอกซ์มิได้เกิดขึ้นเพียงที่ผิวหน้าของสารตัวอย่างแต่เกิดขึ้นลึกเข้าไปภายในสารตัวอย่างด้วย ขึ้นอยู่กับการทะลุทะลวงของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ขึ้นกับสัมประสิทธิ์การดูดกลืนโดยรวมของสารตัวอย่าง และในขณะเดียวกันรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่เกิดขึ้นภายในสารตัวอย่างที่ออกมาก็ถูกดูดกลืนด้วยสารตัวอย่างเองด้วย โดยรังสีเอกซ์ที่เกิดที่ผิวหน้าไม่ถูกดูดกลืน ดังนั้นส่วนประกอบของสารตัวอย่างมีผลต่อการตรวจวัดมาก

สำหรับการวัดความหนาของฟิล์มบางบนแผ่นรองรับด้วยเครื่องมือแบบนี้สามารถทำได้ 2 วิธีด้วยกัน เช่นการวัดความหนาของฟิล์ม A ที่เคลือบบนผิวหน้าของแผ่นรองรับ B สามารถทำได้โดย

1. วัดเส้นของ $A K_\alpha$ จากสารตัวอย่าง ความเข้มของ $A K_\alpha$ จะเพิ่มขึ้นตามความหนาของชั้น A จนถึงจุดที่เข้าสู่ความหนานั่นก็จะมีค่าความเข้มของเส้น $A K_\alpha$ คงที่ ดังรูป 2.10 [8] โดยความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของเส้น $A K_\alpha$ กับความหนาของฟิล์ม A หาได้โดยการเปรียบเทียบ (calibration) ซึ่งมีความสัมพันธ์คล้ายสมการ (2-9)



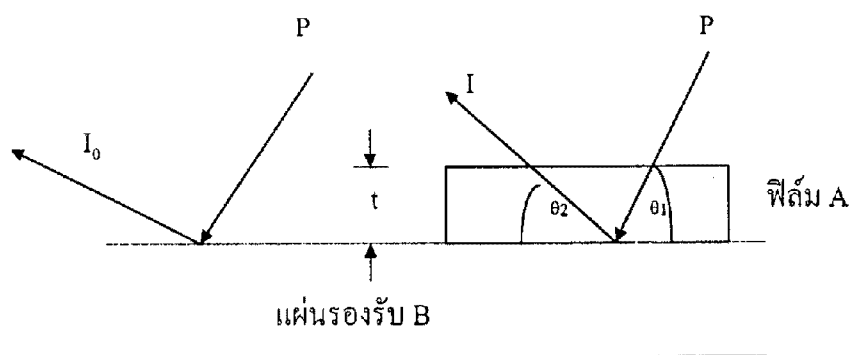
รูป 2.10 แสดงการวาวรังสีเอกซ์จากฟิล์มที่มีความหนาต่างๆกัน

2. วัดเส้นของ $B K_\alpha$ จากสารตัวอย่าง ความเข้มของ $B K_\alpha$ จะลดลงขณะที่ความหนาของ A เพิ่มขึ้น ความเข้มของ $B K_\alpha$ ไม่เป็นศูนย์อย่างทันทีทันใดแต่จะลดลงแบบเอกซ์โพเนนเชียลที่ขึ้นกับสัมประสิทธิ์การดูดกลืน μ ของ A เมื่อฟิล์มมีความหนานั่นค่าความเข้มของ $B K_\alpha$ จะมีค่าเป็นศูนย์ ดังรูป 2.10 แต่รังสีตกกระทบฟิล์มและแผ่นรองรับที่มุม θ_1 รังสีทุติยภูมิที่เกิดจากแผ่นรองรับอาจออกมาที่มุม θ_2 โดยมีความเข้ม I ซึ่งขึ้นกับความหนา t ของฟิล์ม A ดังรูป 2.11 ถ้าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีปฐมภูมิของ A คือ μ_1 และสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีทุติยภูมิของ A คือ μ_2 ความเข้มของ $B K_\alpha$ จะลดลงตามสมการ

$$I_t = I_0 e^{-(\mu_1 \csc \theta_1 + \mu_2 \csc \theta_2) t} \quad (2-10)$$

ถ้าให้ $\alpha = \mu_1 \csc \theta_1 + \mu_2 \csc \theta_2$ จะได้สมการการดูดกลืนเส้น $B K_\alpha$ ด้วยฟิล์ม A เป็น

$$I_t = I_0 e^{-\alpha t} \quad (2-11)$$



รูป 2.11 การตรวจคลื่นรังสีทุติยภูมิที่เกิดจากแผ่นรองรับ B ด้วยฟิล์ม A



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การวิจัย

3.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่างด้วยวิธีการสเปกเตอร์เป็นอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นเองของทีมงานที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่มี ผศ. นิรันดร์ วิทิตอนันต์ เป็นผู้ควบคุมดูแลในการเตรียมสารตัวอย่าง ซึ่งมีระบบการเคลือบสารแบบอันทาลานซ์แมกนีตรอนสเปกเตอร์

3.1.2 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ Bruker X-ray diffractometer ที่ให้ค่า K_{α} x-ray จากเป้าฟลูออโรไดออกไซด์ของรังสีเอกซ์พร้อมระบบวัดและวิเคราะห์สเปกตรัมของรังสีเอกซ์

3.1.3 เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง

3.1.4 เครื่องวัดสเปกตรัมแบบการกระจายความยาวคลื่นของการวาวรังสีเอกซ์ที่ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ได้แก่ Bruker SRS 3400 x-ray fluorescence spectrometer โดยหลอดรังสีเอกซ์มีเป้าเป็นโรเดียม เครื่องมือชุดนี้ใช้สำหรับการทดลองเพื่อการเปรียบเทียบผล ทำให้สามารถตรวจสอบและสรุปวิจารณ์ประสิทธิภาพของการทดลองวิจัยนี้ได้ดียิ่งขึ้น

3.1.4 เครื่องคอมพิวเตอร์สำหรับงานการประมวลผล

3.2 การเตรียมชิ้นงาน

เตรียมชิ้นงานตัวอย่างด้วยการเคลือบฟิล์มทองแดงบางบนแผ่นแก้วปิด (cover glass) บนสไลด์แก้ว โดยเป้าทองแดงที่นำมาใช้ในการสเปกเตอร์นี้มีค่าความหนาแน่น ρ เท่ากับ 8.96 กรัมต่อตารางเซนติเมตร

วิธีการเตรียมชิ้นงาน

1. ก่อนทำการเคลือบฟิล์มจะต้องล้างแผ่นแก้วที่เป็นแผ่นรองรับก่อน บันทึกรวมของแผ่นแก้วก่อนเคลือบ
2. นำไปเคลือบฟิล์มทองแดงโดยสามารถวางได้ครั้งละ 4 แผ่นพร้อมๆกัน ทำการเคลือบภายใต้เงื่อนไขการสเปกเตอร์ที่ใช้ แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ความดัน 0.3 Pa

420 โวลต์ 400 mA ที่เวลานาน 5 นาที แล้วนำออกมา 2 แผ่นที่เหลือเคลือบ
ต่อไปอีก 5 นาทีโดยนำแผ่นใหม่ที่ยังไม่ได้เคลือบวางแทนแผ่นที่นำออกมาด้วย
นำแผ่นที่เคลือบได้ 10 นาทีออกมาจำนวน 2 แผ่น และดำเนินการเช่นเดียวกันนี้
ต่อไป ในการทดลองนี้ได้ทดลองทำชิ้นงานที่มีความหนาแตกต่างกัน
ทั้งหมด 19 ชิ้น

3. ชั่งชิ้นงานที่เคลือบแล้วเหล่านี้ บันทึกมวลหลังเคลือบ
4. คำนวณความหนาของฟิล์มทองแดงที่เคลือบบนแผ่นรองรับแต่ละแผ่นตาม
สมการ

$$t = \frac{\Delta m}{\rho A}$$

เมื่อ Δm คือ มวลของฟิล์มที่ได้จากผลต่างมวลก่อนและหลังเคลือบ ρ คือความ
หนาแน่นของฟิล์มทองแดง (8.96 กรัม/ตารางเซนติเมตร) และ A คือพื้นที่
ของแผ่นแก้วบาง(ขนาด 2.2 x2.2 ตารางเซนติเมตร)

3.3 การสร้างโมเดลทางคณิตศาสตร์

เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการวัดความหนาของฟิล์มทองแดงด้วยการวิเคราะห์การเลี้ยวเบน
รังสีเอกซ์ ต้องทำการวัดชิ้นงานที่มีความหนาที่แตกต่างกันโดยทราบความหนาจากการชั่งตามที
กล่าวในหัวข้อ 3.2 โดยพิจารณาเหมือนชิ้นงานเหล่านี้เป็นชิ้นงานมาตรฐานที่นำมาวัดเพื่อสร้าง
กราฟเปรียบเทียบทำให้ได้โมเดลทางคณิตศาสตร์ขึ้นมา ดังนั้นขั้นตอนในการปฏิบัติได้แก่

1. นำชิ้นงานแต่ละชิ้นติดบนที่ยึดสารตัวอย่างของเครื่อง XRD ทำการวัดแบบ
อย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มทองแดง บันทึกค่าความเข้มของเส้น
รังสีเอกซ์ที่มีพิกัดที่ดีคือมีความคมชัดไม่บวมเกินไป พร้อมทั้งหาค่าเบี่ยงเบน
มาตรฐานตามสมการ(2-4) สำหรับ 1σ
2. พล็อต (plot) กราฟระหว่างความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์กับความหนาของฟิล์ม
ทองแดง
3. ทำการสร้างเส้นกราฟเปรียบเทียบด้วยวิธีการปรับกำลังสองน้อยที่สุด (least
square fit method) ที่มีโมเดลทางคณิตศาสตร์ตามรูปแบบฟังก์ชันใน
สมการ(2-9) ก็จะได้โมเดลทางคณิตศาสตร์สำหรับนำไปใช้ในการวัดและ
คำนวณหาความหนาของฟิล์มทองแดงบนแผ่นแก้วบางด้วยเครื่อง XRD นี้
4. ทำการตรวจสอบความถูกต้องของโมเดลคณิตศาสตร์ที่ได้ว่ามีความน่าจะเป็น
ไปได้ขนาดไหน โดยพิจารณาดังต่อไปนี้

ก) พิจารณาข้อมูลที่ได้จากการทดลองว่ามีการกระจายออกจากเส้นกราฟเปรียบเทียบมากน้อยเท่าไร

ข) อ่านค่าประมาณของความหนาแน่นได้จากกราฟเปรียบเทียบ นำมาเทียบกับค่าที่คำนวณจากสมการ(2-7)

ค) คำนวณค่า $\alpha = 2 \mu \sin\theta$ แล้วเปรียบเทียบกับค่า α ในโมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้มา

ง) ทดสอบใช้โมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้มา คำนวณหาความหนาของชั้นงานที่มีความหนาเท่ากันที่ทราบจากการชั่ง โดยชั้นหนึ่งใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบและอีกชั้นหนึ่งไม่ได้นำมาใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ พิจารณาความแตกต่าง

จ) ทำการทดลองวัดหาแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเป่าทองแดงบริสุทธิ์ที่ใช้เคลือบมาเปรียบเทียบกับแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มทองแดงบนแผ่นแก้วบาง เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของกระบวนการวัดชั้นงานแบบฟิล์มบางด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์นี้

3.4 การเปรียบเทียบผลกับการหาความหนาของฟิล์มกับการวัดด้วยเครื่อง WDXRF

เพื่อการศึกษาและการวิเคราะห์ข้อมูลในการหาข้อสรุปได้ถูกต้องมากขึ้น ได้ทำการเปรียบเทียบผลการทดลองในข้อ 3.3 กับผลการทดลองวัดชั้นงานทั้งหลายด้วยเครื่อง WDXRF โดยได้ทำการทดลองดังนี้

1. นำชิ้นงานแต่ละชิ้นไปวัดด้วยเครื่อง WDXRF บันทึกค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_α ที่วัดออกมาจากฟิล์มทองแดง และค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_α ที่วัดออกมาจากสังกะสี (Zn) ที่มีในแผ่นแก้วบางและถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดงที่มีความหนาต่างๆกันที่เคลือบอยู่ด้านหน้า โดยได้ทำการวัดหาค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_α ที่วัดออกมาจากสังกะสีในแผ่นแก้วบางที่ยังไม่ได้เคลือบด้วยทองแดงด้วย ซึ่งนับว่าเป็นค่าความเข้มที่ไม่ได้ถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดง
2. พล็อตกราฟระหว่างความเข้มของเส้น K_α ที่วัดออกมาจากฟิล์มทองแดง กับความหนาของฟิล์มทองแดง และ กราฟระหว่างความเข้มของเส้น K_α ที่วัดออกมาจากสังกะสีของแผ่นแก้วบางที่ถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดงที่เคลือบอยู่ด้านหน้ากับความหนาของฟิล์มทองแดง

3. ทำการสร้างเส้นกราฟเปรียบเทียบด้วยวิธีการปรับกำลังสองน้อยที่สุดที่มีโมเดลทางคณิตศาสตร์ตามรูปแบบฟังก์ชันในสมการ(2-9) สำหรับกราฟระหว่างความเข้มของเส้น K_{α} ที่วาวออกมาจากฟิล์มทองแดงกับความหนาของฟิล์มทองแดง และโมเดลคณิตศาสตร์ตามรูปแบบฟังก์ชันในสมการ (2-11) สำหรับกราฟระหว่างความเข้มของเส้น K_{α} ที่วาวออกมาจากสังกะสีที่ถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดง ก็จะได้โมเดลทางคณิตศาสตร์ 2 โมเดลสำหรับนำไปใช้ในการวัดและคำนวณหาความหนาของฟิล์มทองแดงบนแผ่นแก้วบางด้วยเครื่อง WDXRF นี้ และนำไปเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD



บทที่ 4

ผลการวิจัยและสรุปวิจารณ์

4.1 ผลการวิจัย

แบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงานที่มีความหนาของฟิล์มทองแดง $0.300\mu\text{m}$ ได้นำมาแสดงไว้เป็นตัวอย่างดังรูป 4.1 จะเห็นได้ว่ามีฟลักปรากฏให้เห็นพร้อมกับแบบอย่างของรังสีการเลี้ยวเบนแบบอสัณฐาน (amorphous) ของแผ่นรองรับที่เป็นแก้ว เนื่องจากค่าความเข้มเบ็ดเสร็จของฟลักของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากระนาบ (200) มีค่าต่ำมากและฟลักวามมากจึงไม่นำค่านี้มาใช้ในการสร้างโมเดลทางคณิตศาสตร์ นำเฉพาะค่าความเข้มของฟลักของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากระนาบ (111) เท่านั้น ซึ่งก็มีค่าความเข้มไม่สูงเท่าไรนัก ตาราง 4.1 แสดงค่าความเข้มของฟลักที่เลี้ยวเบนจากระนาบ (111) ของทุกชิ้นงานตัวอย่างที่ทำขึ้น จะเห็นได้ว่าค่าความเข้มของฟลักที่เลี้ยวเบนจากระนาบ (111) ที่ได้ของชิ้นงานที่มีความหนาของฟิล์มต่าง ๆ กันมีแนวโน้มไปในทางที่ค่อนข้างไม่แน่นอน ทำให้ไม่แน่ใจว่าเป็นสาเหตุเนื่องจากการเตรียมชิ้นงานที่มีผิวหน้าของฟิล์มที่ไม่เรียบสม่ำเสมอหรือผลจากการชั่งที่ไม่ดีพอ ดังนั้นจึงคัดเลือกข้อมูลบางตัวมาใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบดังแสดงในตาราง 4.2 และโมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้จากข้อมูลทางการทดลองตามตาราง 4.2 แสดงดังรูป 4.2

สำหรับการตรวจสอบความถูกต้องของโมเดลทางคณิตศาสตร์ตามที่กล่าวไว้ในข้อ 4 หัวข้อ 3.3 ได้ผลดังต่อไปนี้

ผลการดำเนินการตามข้อ (ข) จะเห็นได้ว่าถ้าอ่านค่าความหนอนั้นได้จากกราฟในรูป 4.2 ตรงบริเวณที่กราฟเปรียบเทียบมีค่าความเข้มเริ่มเข้าสู่บริเวณที่มีค่าความเข้มอิ่มตัวประมาณ 5161 (cps) จำนวนนับต่อวินาที มีค่าความหนอนั้นประมาณ $27\mu\text{m}$ เมื่อเทียบกับผลการคำนวณตามทฤษฎีค่าความหนอนั้นได้ตามสมการ (2-7)

$$t_{\infty} = 3.45 \sin \theta / \mu$$

โดยที่ μ ของทองแดงสำหรับรังสีเอกซ์ $\text{Cu K}\alpha$ ที่มีความยาวคลื่น $1.542\text{ \AA}$ เท่ากับ 472.192 cm^{-1} และ $\theta = 21.7^\circ$ จะได้ ค่าความหนอนั้นประมาณเท่ากับ $25\mu\text{m}$

ผลการดำเนินการตามข้อ (ค) จะเห็นได้ว่าโมเดลทางคณิตศาสตร์ในรูป 4.2 มีค่า $\alpha = 0.225 \mu\text{m}^{-1}$ เมื่อเทียบกับสมการ (2-9) และจากการคำนวณโดยตรงตามทฤษฎี

$$\begin{aligned}\alpha &= 2 \mu / \sin \theta \\ &= 0.255 \mu\text{m}^{-1}\end{aligned}$$

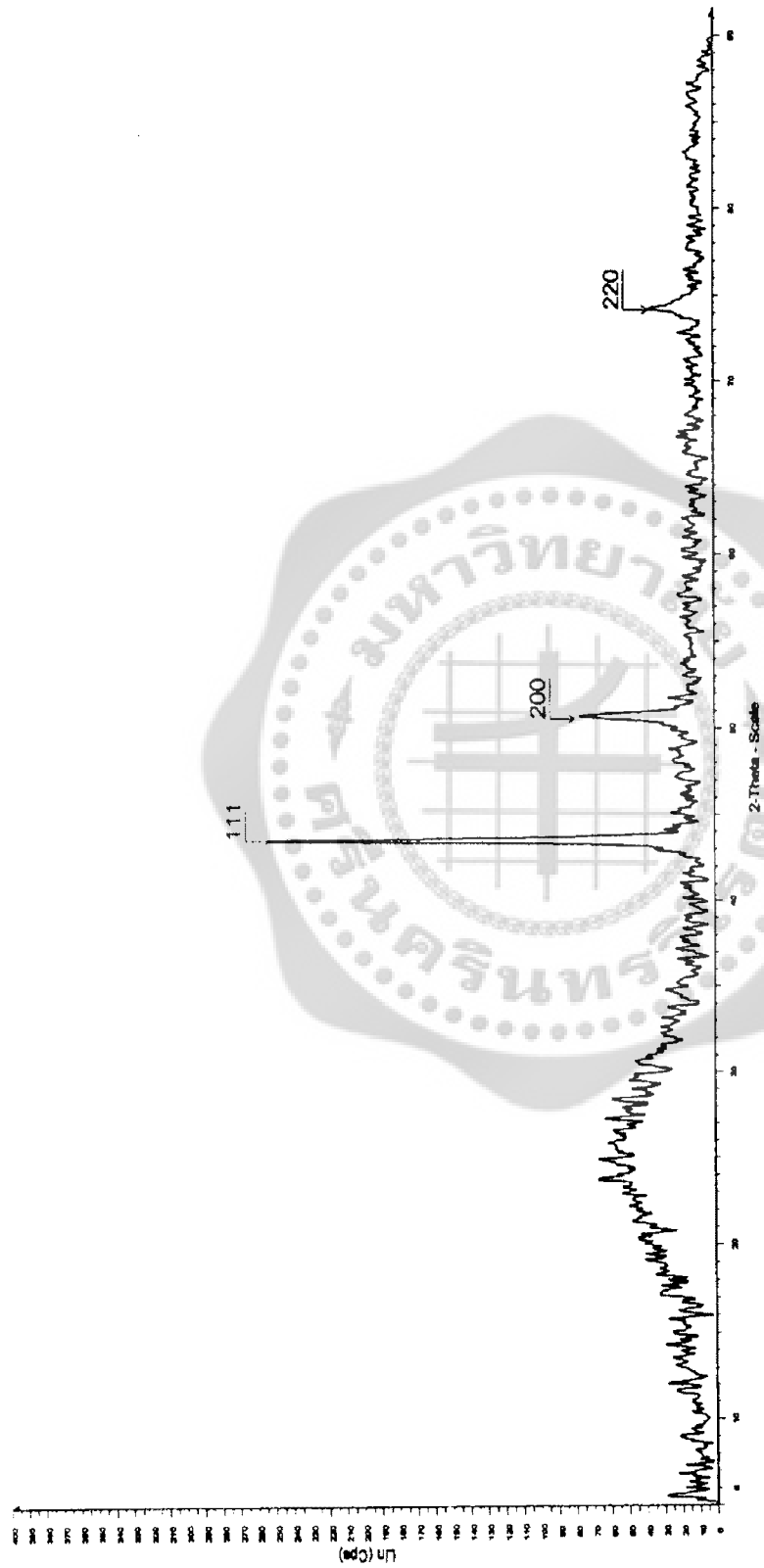
ผลการดำเนินการตามข้อ (ง) ได้ทดสอบประสิทธิภาพของโมเดลในการคำนวณหาความหนาของฟิล์มทองแดงของชิ้นงาน 2 ชั้นที่มีความหนาเท่ากันในตาราง 4.1 ได้ผลตามตาราง 4.3

สำหรับการดำเนินการในข้อ (ก) เมื่อพิจารณาเส้นกราฟในรูป 4.2 จะเห็นได้ว่าจุดที่ได้จากการทดลองมีการเบี่ยงเบนออกจากเส้นกราฟเปรียบเทียบ โดยจุดเหล่านี้ก็ได้มีการคัดเลือกจุดที่ไม่น่าเชื่อถือในตาราง 4.1 ออกไปแล้ว จึงทำให้มีการศึกษาหาคำตอบของปัญหาที่เกิดขึ้น โดยได้ดำเนินการวิจัยต่อตามหัวข้อ 3.4

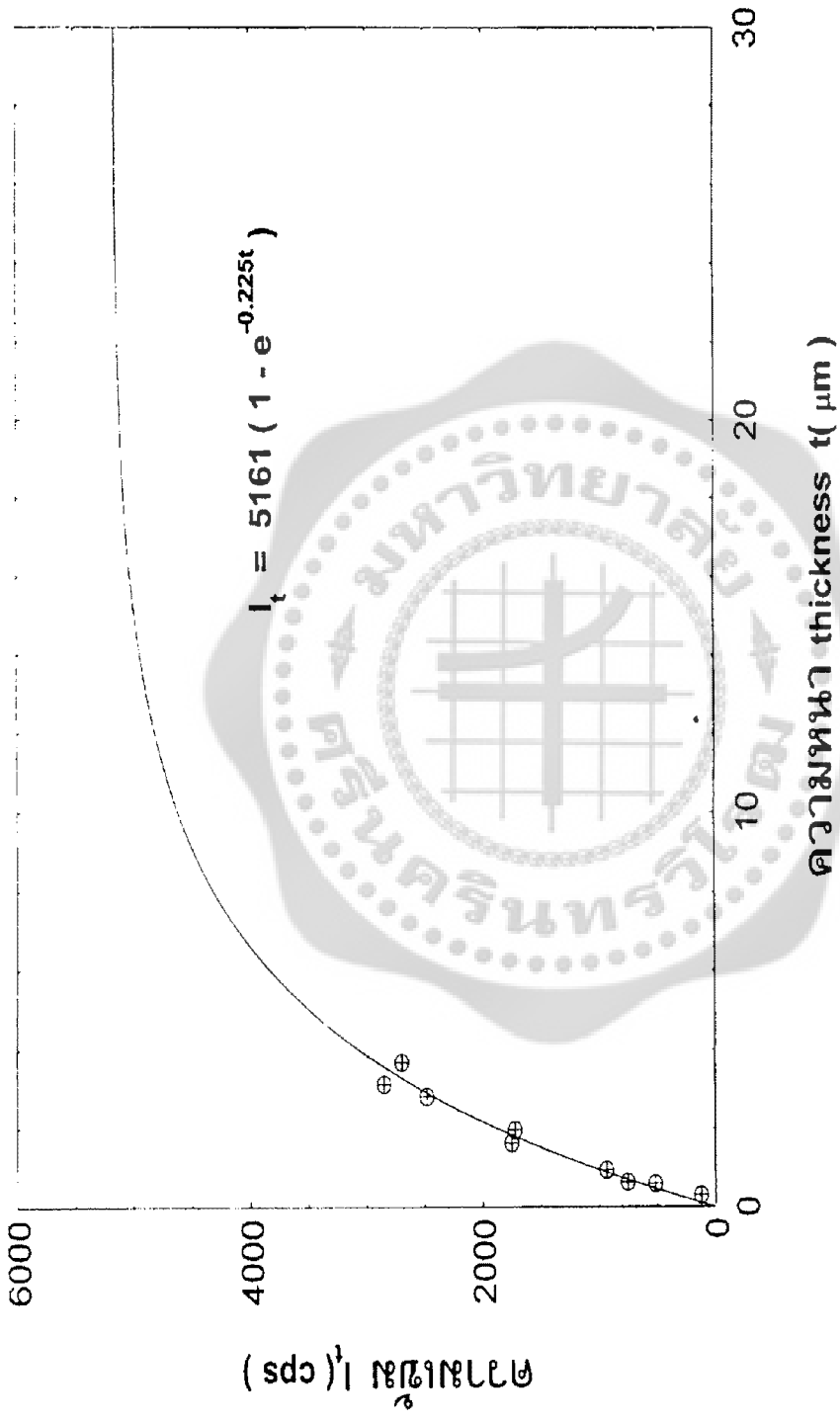
รูป 4.3 แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเป่าทองแดงบริสุทธิ์ที่ใช้เคลือบ จะเห็นได้ว่าความเข้มของพีกของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากระนาบ (111) ในกรณีนี้ไม่ใช่พีกที่มีค่าสูงสุดเหมือนของฟิล์มบางในรูป 4.1 แต่ทุกพีกก็มีความคมชัด เนื่องจากผิวหน้าของเป่าทองแดงเรียบสม่ำเสมอและหนา ผลที่ได้นี้แสดงให้เห็นว่าการเคลือบฟิล์มทองแดงโดยวิธีการสปัตเตอร์ด้วยเครื่องมือที่มหาวิทยาลัยบูรพา ด้วยพารามิเตอร์ในการเคลือบดังกล่าวได้ฟิล์มทองแดงบางที่มีความชอบในการเรียงตัวในทิศทาง (preferred orientation) แบบ (111) เป็นส่วนใหญ่ ซึ่งผลที่ได้นี้เป็นไปตามทฤษฎีเกี่ยวกับการสปัตเตอร์ โดยต่างจากการการเรียงตัวของเม็ด (grain) ของเป่าทองแดงบริสุทธิ์ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Chi-Fung Lo และคณะ [9] ที่สรุปว่าการเคลือบฟิล์ม Ti, TiN, และ Al โดยการสปัตเตอร์นั้นจะไม่ขึ้นกับการวางตัวของเม็ดของเป่า ดังนั้นการสร้างโมเดลทางคณิตศาสตร์เพื่อหาความหนาของฟิล์มบางโดยเทคนิค XRD นี้จะใช้ได้ต่อเมื่อมีความมั่นใจว่าทุกชั้นตัวอย่างที่นำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบต้องมีความชอบในการเรียงตัวในทิศทางแบบเดียวกันทุกชั้นงานเท่านั้นจึงจะถูกต้อง

ผลการวิจัยตามหัวข้อ 3.4 ที่ทำการวัดชิ้นงานด้วยเครื่อง WDXRF ได้แสดงในตาราง 4.4 และรูป 4.4 และรูป 4.5 เป็นตัวอย่างสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากชิ้นงานตัวอย่าง 2 ชั้น โดยชั้นหนึ่งเป็นแผ่นแก้วบางที่ยังไม่ได้เคลือบด้วยทองแดง ได้นำข้อมูลทั้งหมดไปสร้างกราฟเปรียบเทียบได้โมเดลคณิตศาสตร์สำหรับการคำนวณหาความหนาของฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นแก้วบาง 2 โมเดล ดังแสดงในรูป 4.6 และ รูป 4.7

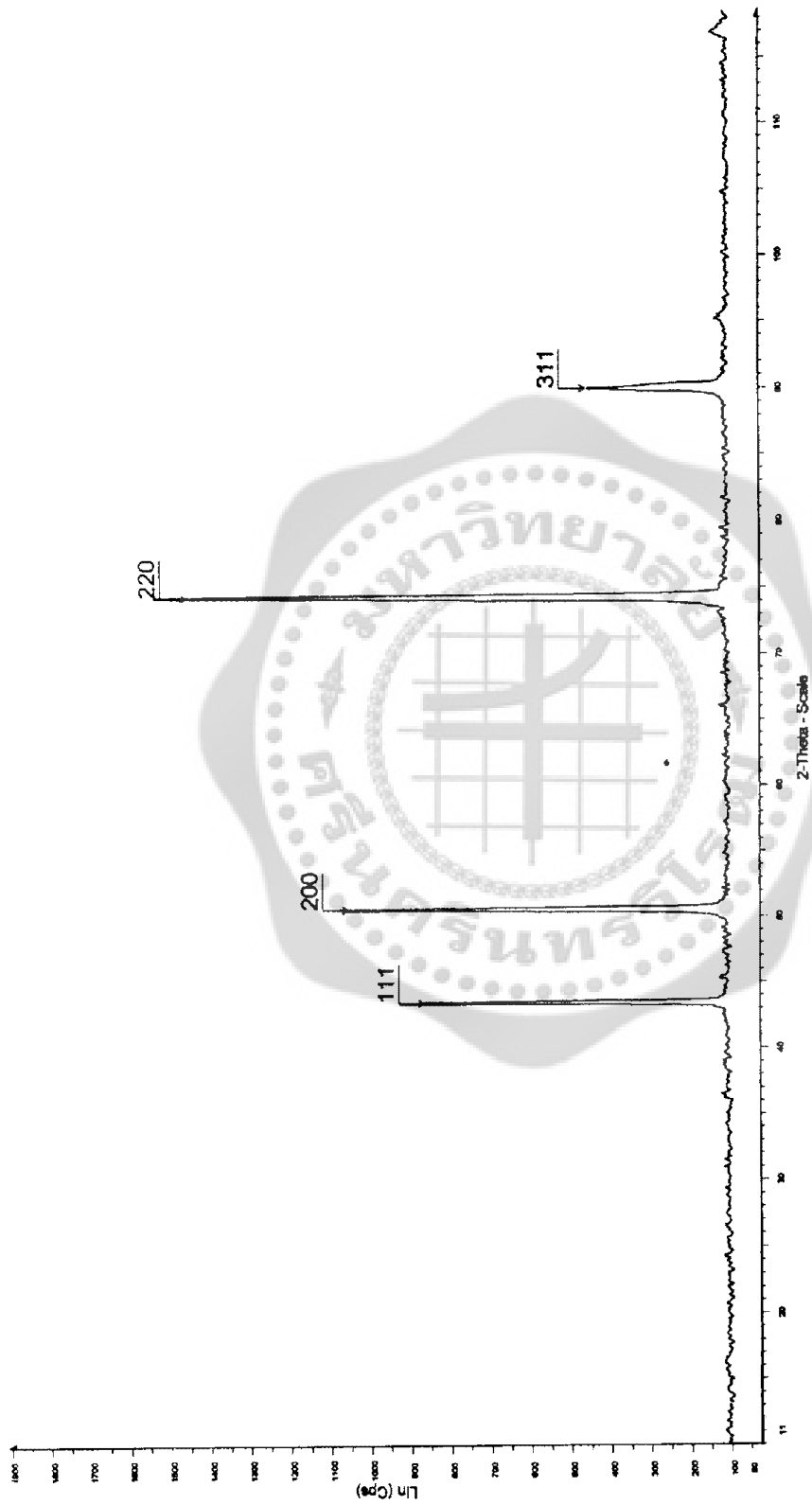
สำหรับการเปรียบเทียบผลการคำนวณหาความหนาของฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นแก้วบางของทั้งสามโมเดล ได้แสดงผลไว้ในตาราง 4.3



รูป 4.1 แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มทองแดงที่มีความหนาของฟิล์มทองแดง เท่ากับ 0.300 μm



รูป 4.2 เส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างค่าความเข้มของฟลักซ์ของการแผ่รังสีเอกซ์จากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดง กับค่าความหนาต่างๆกันของฟิล์มที่ได้จากการสังเคราะห์



รูป 4.3 แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเป่าทองแดงบริสุทธิ์ที่ใช้เคลือบ

ตาราง 4.1 แสดงค่าความเข้มของฟลักซ์ที่เลี้ยวเบนจากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นแก้วบาง และค่าความหนาที่หาได้จากการชั่งมวลของชิ้นงานตัวอย่างที่สร้างขึ้นโดยการสเปคเตอร์ภายใต้แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ความดัน 0.3 Pa
420 V, 400 mA

ชั้นที่	เวลา(นาทื)	มวลก่อน (กรัม)	มวลหลัง (กรัม)	ผลต่างของ มวล(กรัม)	ความหนา (μm)	ความเข้ม รังสี เอกซ์(cps)
1	5	0.1790	0.1803	0.0013	0.300	37 $\pm$ 6
2	5	0.1808	0.1821	0.0013	0.300	125 $\pm$ 11
3	10	0.1842	0.1869	0.0027	0.642	755 $\pm$ 28
4	10	0.1844	0.1870	0.0026	0.601	518 $\pm$ 23
5	15	0.1861	0.1902	0.0041	0.948	936 $\pm$ 31
6	15	0.1848	0.1890	0.0042	0.971	506 $\pm$ 22
7	20	0.1870	0.1930	0.0060	1.388	1031 $\pm$ 32
8	20	0.1803	0.1857	0.0054	1.249	374 $\pm$ 19
9	25	0.1825	0.1896	0.0071	1.642	1750 $\pm$ 42
10	25	0.1792	0.1863	0.0071	1.642	1244 $\pm$ 35
11	30	0.1819	0.1903	0.0084	1.943	2329 $\pm$ 48
12	30	0.1898	0.1983	0.0085	1.966	1721 $\pm$ 42
13	35	0.1799	0.1803	0.0013	2.290	638 $\pm$ 25
14	40	0.1820	0.1931	0.0111	2.568	1027 $\pm$ 32
15	45	0.1868	0.1990	0.0122	2.822	2479 $\pm$ 50
16	50	0.1747	0.1882	0.0135	3.123	2847 $\pm$ 53
17	55	0.1898	0.2057	0.0159	3.678	2693 $\pm$ 52
18	70	0.1817	0.2018	0.0201	4.650	760 $\pm$ 28
19	75	0.1777	0.1986	0.0209	4.835	1621 $\pm$ 40

ตาราง 4.2 แสดงค่าความเข้มของฟลักที่เลี้ยวเบนจากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดงบนแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นแก้วบาง และค่าความหนาที่หาได้จากการชั่งมวลของชิ้นงานที่คัดเลือกมาจากตาราง 4.1 ที่นำมาใช้ในการสร้างกราฟเปรียบเทียบ เนื่องจากข้อมูลทั้งหมดที่ได้จากการทดลองมีค่าเบี่ยงเบนโดยมีแนวโน้มที่ไม่แน่นอน

ชั้นที่	เวลา(นาที่)	มวลก่อน (กรัม)	มวลหลัง (กรัม)	ผลต่างของ มวล(กรัม)	ความหนา (μm)	ความเข้ม รังสี เอกซ์(cps)
1	5	0.1808	0.1821	0.0013	0.300	125±11
2	10	0.1842	0.1869	0.0027	0.642	755±28
3	10	0.1844	0.1870	0.0026	0.601	518±23
4	15	0.1861	0.1902	0.0041	0.948	936±31
5	25	0.1825	0.1896	0.0071	1.642	1750±42
6	30	0.1898	0.1983	0.0085	1.966	1721 ±42
7	45	0.1868	0.1990	0.0122	2.822	2479 ±50
8	50	0.1747	0.1882	0.0135	3.123	2847 ±53
9	55	0.1898	0.2057	0.0159	3.678	2693± 52

ตาราง 4.3 แสดงผลการทดสอบประสิทธิภาพของโมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้ในการคำนวณความหนาของฟิล์มทองแดงของชิ้นงาน 2 ชั้นที่มีความหนาเท่ากันเมื่อหาโดยการชั่งมวล

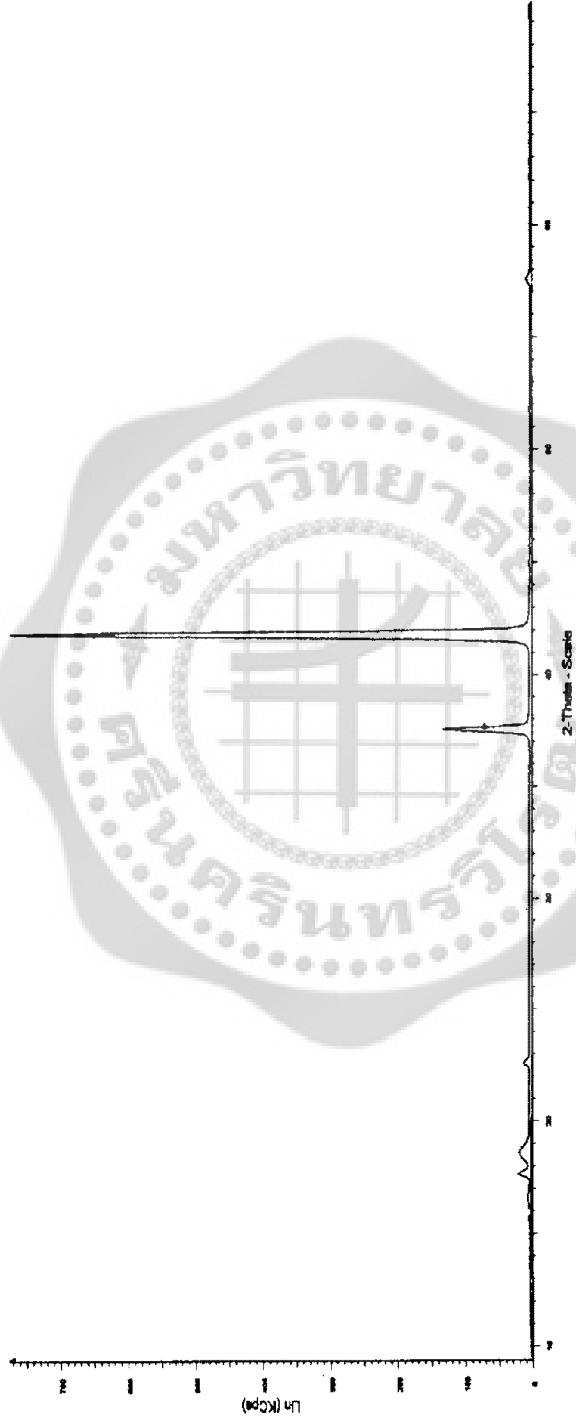
ความหนาจากการชั่ง มวล (μm)	ความเข้มรังสีเอกซ์ (cps)	ความหนาจากโมเดล $I_t= 5161 (1- e^{-0.225t})$	Relative error(%)
1.642	1750 ±42	1.226	25
1.642	1244± 35	1.840	12

ตาราง 4.4 แสดงค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_{α} ที่วัดออกมาจากฟิล์มทองแดง และค่าความเข้มของเส้นรังสีเอกซ์ K_{α} ที่วัดออกมาจากสังกะสี (Zn) ที่มีในแผ่นแก้วบางและถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดงที่มีความหนาต่าง ๆ กันที่เคลือบอยู่ด้านหน้า

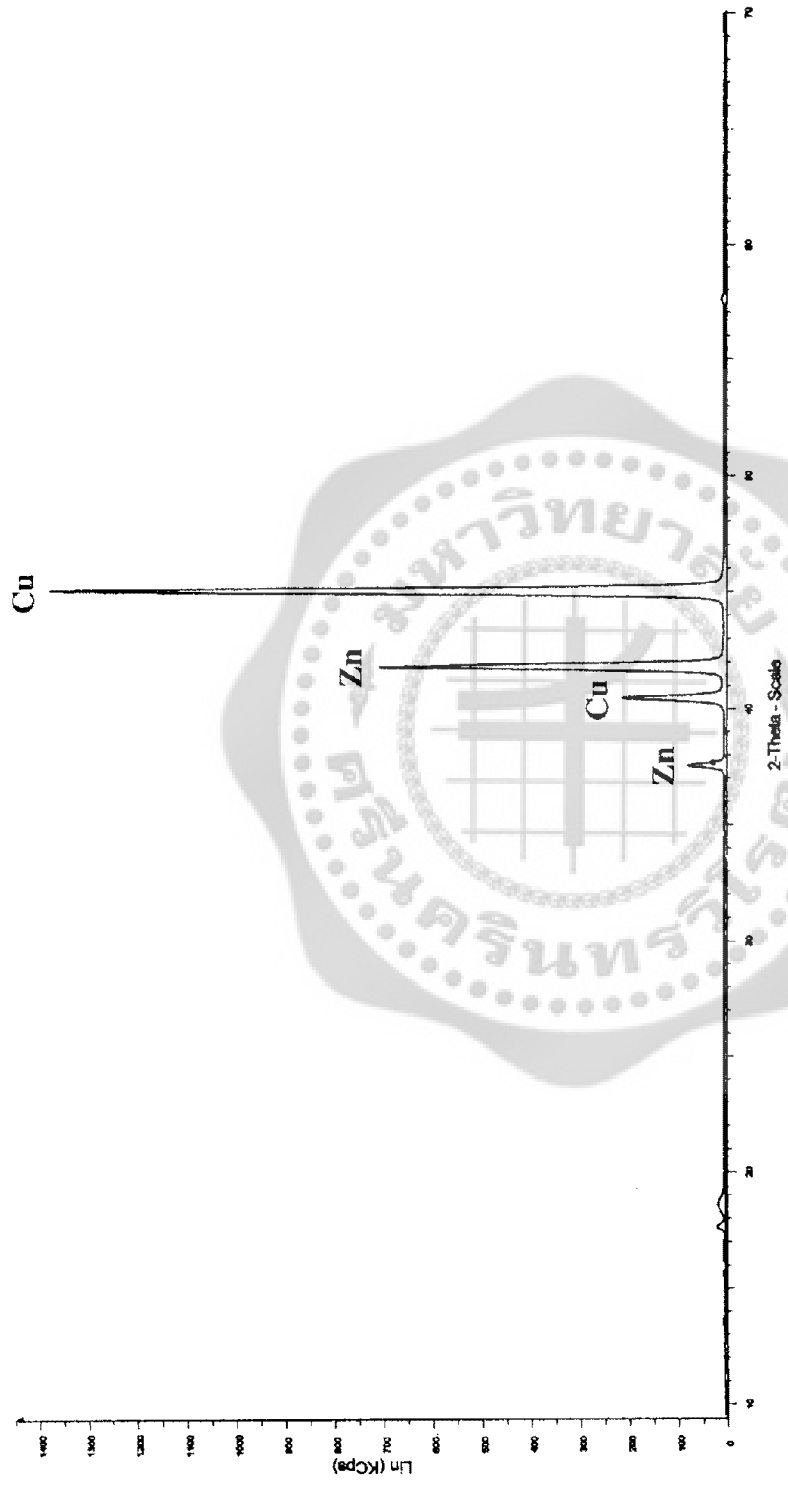
ชั้นที่	เวลา (นาท.)	ความหนา (μm)	ความเข้ม K_{α} ของทองแดง (kcps)	ความเข้ม K_{α} ของสังกะสี (kcps)
1	5	0.300	294 $\pm$ 21	843 $\pm$ 29
2	5	0.300	287 $\pm$ 17	767 $\pm$ 28
3	10	0.642	586 $\pm$ 24	817 $\pm$ 29
4	10	0.601	580 $\pm$ 24	801 $\pm$ 28
5	15	0.948	861 $\pm$ 29	761 $\pm$ 28
6	15	0.971	850 $\pm$ 19	754 $\pm$ 27
7	20	1.388	1186 $\pm$ 34	728 $\pm$ 27
8	20	1.249	1044 $\pm$ 32	670 $\pm$ 26
9	25	1.642	1346 $\pm$ 37	672 $\pm$ 26
10	25	1.642	1334 $\pm$ 37	667 $\pm$ 26
11	30	1.943	1504 $\pm$ 39	609 $\pm$ 25
12*	30	1.966	-	-
13	35	2.290	1758 $\pm$ 42	615 $\pm$ 25
14	40	2.568	1918 $\pm$ 44	583 $\pm$ 24
15	45	2.822	2137 $\pm$ 46	585 $\pm$ 24
16*	50	3.123	-	-
17	55	3.678	2574 $\pm$ 51	495 $\pm$ 22
18	70	4.650	2886 $\pm$ 54	422 $\pm$ 21
19	75	4.835	2899 $\pm$ 54	403 $\pm$ 20
20**	-	0.0	-	856 $\pm$ 29

* ชั้นงานชำรุดจนไม่สามารถนำมาวัดได้

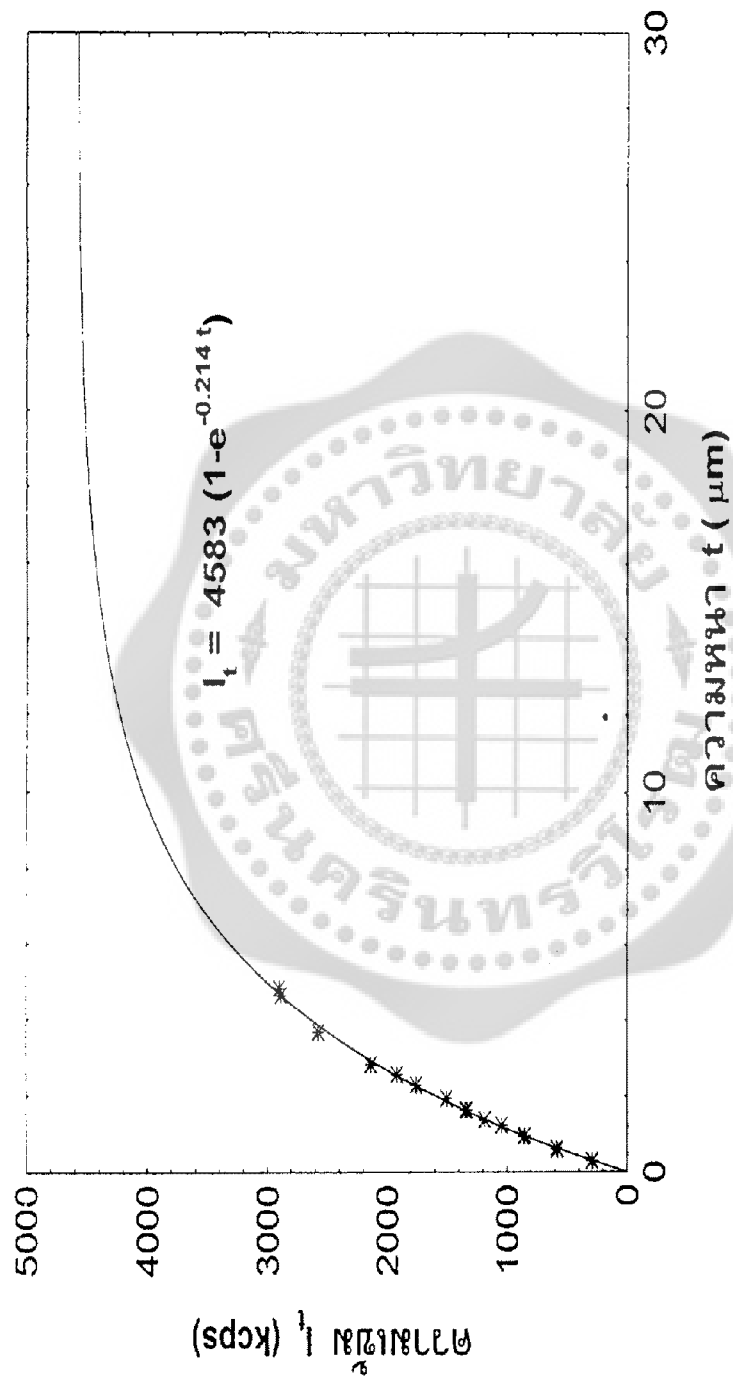
** แผ่นแก้วบางที่ไม่ได้เคลือบด้วยทองแดง



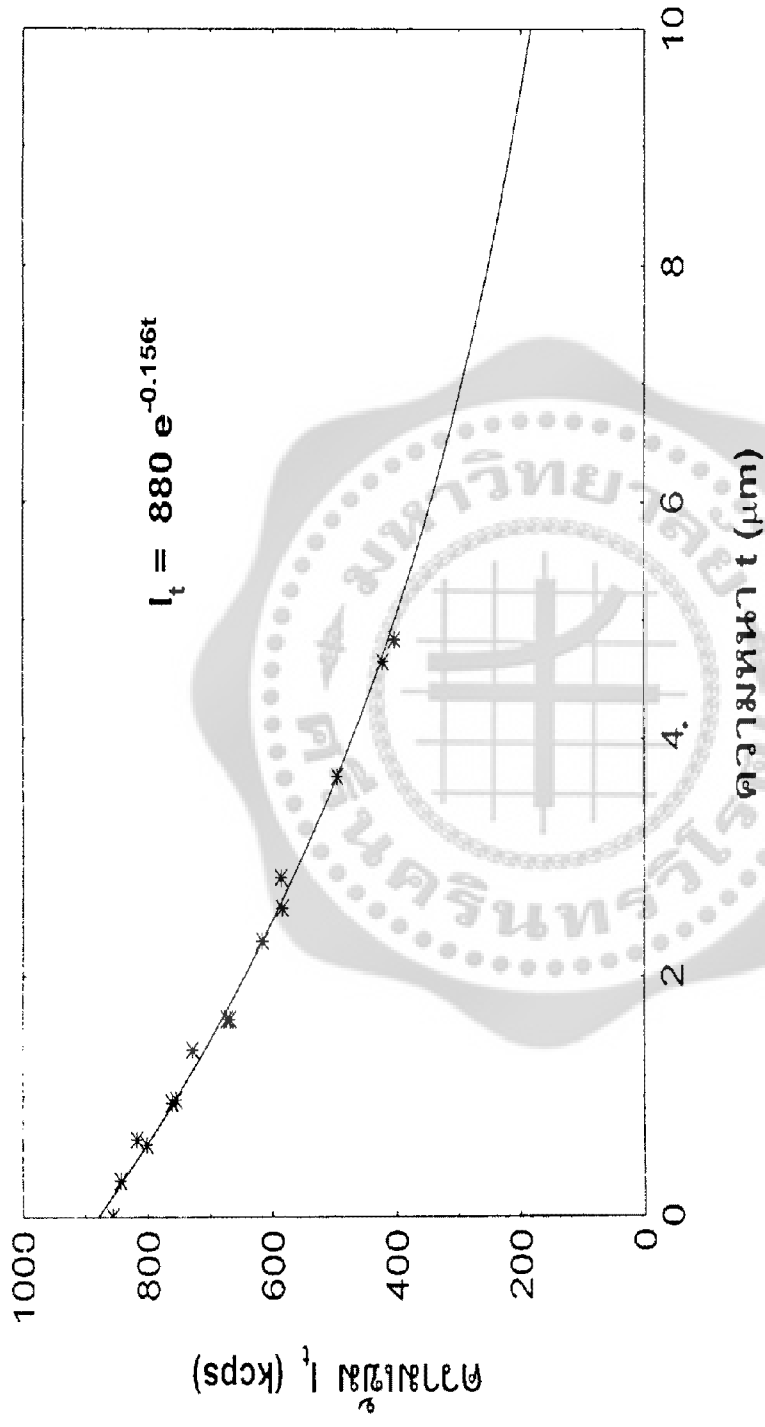
รูป 4.4 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากชิ้นตัวอย่างซึ่งเป็นแผ่นแก้วบางที่ยังไม่ได้เคลือบทองแดง โดยพีคเด่นทั้งสองพีคนี้เป็นเส้นรังสีเอกซ์ K_{α} และ K_{β} ที่วัดจากสังกะสีในแผ่นแก้วตามลำดับ



รูป 4.5 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากชิ้นงานที่มีฟิล์มทองแดงหนา 1.642 μm



รูป 4.6 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของเส้น K_{α} ที่วาวออกมาจากฟิล์มทองแดง กับความหนาของฟิล์มทองแดงที่ได้จากการชั่งมวล



รูป 4.7 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบระหว่างความเข้มของเส้น K_{α} ที่วัดออกมาจากสีกะสีที่ถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มทองแดงที่มีความหนาต่างกัน โดยมีการเลือกข้อมูลจากการทดลองบางจุดออก เนื่องจากทำให้ภาพรวมของการปรับเส้นกราฟเปรียบเทียบผ่านจุดที่ได้จากการทดลองน้อยมากมีค่าเป็นเบี่ยงเบนมาตรฐานสูง ขึ้น ฐานที่เลือกออกไปคือ ฐานที่ 2 ฐานที่ 8 และฐานที่ 11 ในตาราง 4.4

ตาราง 4.5 เปรียบเทียบผลการคำนวณความหนาของฟิล์มทองแดงของชิ้นงาน 2 ชั้นที่มีความหนาเท่ากันเมื่อหาโดยการชั่งมวลกับโมเดลทางคณิตศาสตร์ทั้ง 3 โมเดล

โมเดลทางคณิตศาสตร์ (โดยวิธี)	ความเข้มรังสีเอกซ์	ความหนาฟิล์ม (μm)	ความแตกต่างเทียบกับการชั่งมวล (1.642 μm) (%)
$I_t = 5161 (1 - e^{-0.225t})$ (XRD)	1750 $\pm$ 42 cps	1.226	25.33
	1244 $\pm$ 35 cps	1.840	12.06
$I_t = 4583 (1 - e^{-0.214t})$ (WDXRF)	1346 $\pm$ 37 kcps	1.625	1.04
	1334 $\pm$ 37 kcps	1.608	2.07
$I_t = 880 e^{-0.156t}$ (WDXRF)	672 $\pm$ 26 kcps	1.729	5.30
	667 $\pm$ 26 kcps	1.776	8.16

4.2 สรุปผลและวิจารณ์

ผลการทดลองด้วยการใช้เครื่องวัด XRD ในรูป 4.1 แสดงให้เห็นการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของทองแดงที่นับว่ามีค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์ $\text{Cu K}\alpha$ ก่อนข้างต่ำ ทำให้ฟีกที่ได้ปรากฏอยู่บนแบบอย่างแบบต่อเนื่องของรูปแบบออสฐานของแผ่นแก้วบาง และค่าความเข้มของฟีกในตาราง 4.1 ก็ต่ำมากทำให้การวัดค่าความเข้มของฟีกที่น่าจะขึ้นกับความหนาของฟิล์มทองแดงมีการเปลี่ยนแปลงที่มีแนวโน้มไม่แน่นอนทำให้ไม่สามารถเชื่อถือผลการทดลองทั้งหมดได้ จึงต้องมีการคัดเลือกรังสีเอกซ์เพื่อนำมาทดสอบในการสร้างกราฟเปรียบเทียบขึ้น แต่อย่างไรก็ตามผลการวัดแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของทุกชิ้นงานพบว่าฟิล์มทองแดงบางทุกชิ้นงานยังมีความชอบในการเรียงตัวในทิศทางที่คล้ายกันอยู่ ดังนั้นจึงมีการตรวจสอบเพื่อหาเหตุผลในการอธิบายสิ่งที่เกิดขึ้นให้ชัดเจนก่อนที่จะสรุปผลตามหลักทฤษฎีเพียงอย่างเดียว และเมื่อพิจารณาผลการทดลองทั้งหมดโดยรวมสามารถวิเคราะห์และสรุปผลงานวิจัยดังนี้

4.2.1 การเคลือบชิ้นงานมีชั้นฟิล์มทองแดงที่มีผิวหน้าไม่เรียบสม่ำเสมอ และการที่ฟิล์มทองแดงมีมวลมากขึ้นจากการชั่งอาจมิได้หมายความว่ามีความหนามากขึ้นจริง จึงทำให้ผลการวัดด้วยเครื่องวัด XRD มีการเบี่ยงเบนจนไม่น่าเชื่อถือ แต่เมื่อวัดด้วยเครื่องวัด WDXRF ผลที่ได้ก็น่าเชื่อถือกว่าเนื่องจากชิ้นงานนั้นมีฟิล์มทองแดงที่มีความเป็นเอกพันธ์ (homogeneous) และปริมาณทองแดงเพิ่มขึ้นจริงตามที่ขังได้ โดยค่าความเข้มของฟีกทั้งที่เกิดขึ้นจากการวาวรังสีเอกซ์จากทองแดง

และจากฟังก์ชันที่มีอยู่ในแผ่นรองรับก็มีค่าที่สูงและไม่มีฟิสิกจากธาตุอื่นมารบกวน ทำให้ค่าที่วัดได้มีความน่าเชื่อถือและมีความแม่นยำมากขึ้น

4.2.2 เมื่อทำการตรวจสอบประสิทธิภาพของโมเดลทางคณิตศาสตร์ ดังผลที่ได้ในตาราง 4.5 จะเห็นได้ว่าการหาความหนาของฟิล์มบางโดยอาศัยการวัดด้วยเครื่อง WDXRF ค่อนข้างง่าย สะดวก และได้ผลดีกว่าโดยสามารถตรวจสอบค่าความหนาได้จากการ 2 โมเดลพร้อมกันด้วยในกรณีที่แผ่นรองรับมีธาตุที่ทำให้เกิดการวาวรังสีเอกซ์ออกมาแล้วถูกดูดกลืนด้วยฟิล์มบางได้ จากรูป 4.7 จะเห็นได้ว่าข้อมูลจากการทดลองมีการกระจายออกจากเส้นกราฟเปรียบเทียบมาก อาจเกิดจากปริมาณฟังก์ชันในแผ่นรองรับแต่ละแผ่นไม่เท่ากันและค่าความหนาที่ได้จากการชั่งมวลเองอาจมีความคลาดเคลื่อนบ้าง แต่ผลการคำนวณความหนาของฟิล์มจากโมเดลทางคณิตศาสตร์ในรูป 4.6 ก็ได้ผลค่อนข้างใกล้เคียง แสดงว่าการหาโมเดลทางคณิตศาสตร์แบบนี้จะให้ผลดีได้ในระดับหนึ่งซึ่งขึ้นกับแต่ละลักษณะงานว่าต้องการวัดค่าความหนาให้ถูกต้องแม่นยำในระดับใด แต่อย่างไรก็ตามการหาความหนาของฟิล์มบางโดยเทคนิคนี้ น่าจะให้ผลดีกว่าการวัดหาความเข้มแล้วคำนวณความหนาโดยตรงอาศัยสมการตามทฤษฎีที่ต้องทราบค่าสัมประสิทธิ์ทั้งหลายอย่างถูกต้อง ทั้งนี้เนื่องจากว่าวิธีการหาโมเดลทางคณิตศาสตร์แบบนี้จะมีการเฉลี่ยช่วยปรับแก้ไขความคลาดเคลื่อนต่างๆที่เกิดขึ้น ในปี 2544 Campos และคณะ [10] ได้ทำการทดลองที่คล้ายๆกัน โดยใช้วิธีการวัดความหนาของฟิล์มที่บางกว่าด้วยการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์จากฟิล์มทองแดง (ที่หนาในอันดับของ 10^{-1} μm) บนแผ่นรองรับที่เป็น Si ด้วยเครื่อง Electron probe microanalysis ร่วมกับการวัดความหนาของฟิล์มด้วย Rutherford backscattering spectrometry และวัดหาความเข้มของรังสีเอกซ์ที่อิมิตด้วยสารตัวอย่างทองแดงแบบก้อนทำให้ทราบบริเวณความหนานั้นๆของฟิล์มทองแดง แต่สำหรับงานวิจัยนี้เราไม่สามารถวัดหาความเข้มของรังสีเอกซ์ที่อิมิตด้วยก้อนทองแดงที่นำไปใช้เป็นเป้าหมายในการสปีดเตอร์ได้ เพราะก้อนทองแดงบริสุทธิ์ที่ใช้มีความชอบในการเรียงตัวในทิศทางที่ต่างกับกับของฟิล์มบนแผ่นรองรับ

4.2.3 ข้อสังเกตจากกราฟเปรียบเทียบในรูป 4.2 ที่พล็อตระหว่างค่าความเข้มของฟลักซ์ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากระนาบ (111) ของฟิล์มทองแดง กับค่าความหนาของฟิล์มต่างๆกัน พบว่าค่าความหนานั้นๆของฟิล์มทองแดงมีค่าสูงเกินความหนาที่สนใจในงานฟิล์มบาง และจะสร้างชิ้นงานโดยเคลือบให้ฟิล์มทองแดงหนามากๆก็ทำได้ยากเพราะขึ้นกับสมบัติของทองแดงเอง ทำให้การเคลือบฟิล์มทองแดงต้องใช้เวลาานจึงจะได้ฟิล์มที่หนาพอสมควร เป็นสาเหตุให้ผิวหน้าของฟิล์มขาดความเรียบสม่ำเสมอ จึงทำให้การใช้เทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ไม่เหมาะสมกับการหาความหนาของฟิล์มของชิ้นตัวอย่างเหล่านี้ แต่ถ้าเคลือบฟิล์มของธาตุที่มีความหนาแน่นสูงขึ้นการเคลือบน่าจะง่ายขึ้นและเรียบสม่ำเสมอดีกว่า ก็น่าจะส่งผลให้ใช้เทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพื่อการคำนวณความหนาของฟิล์มได้ดีขึ้น แต่อย่างไรก็ตามจากการเปรียบเทียบค่าความหนานั้นๆของฟิล์มทองแดง และค่า α ที่ได้จากการเปรียบเทียบข้อมูลจาก

การทดลองและการคำนวณตามทฤษฎีโดยตรง ก็มีค่าใกล้เคียงกัน จึงอาจกล่าวได้ว่าโมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้ในการทดลองนี้ก็สามารถตรวจสอบความน่าเชื่อถือได้ในระดับหนึ่ง

4.2.4 ประสิทธิภาพและผลการวิจัยที่ได้ทั้งหมดนี้ ขอสรุปเป็นหลักการในการนำไปใช้งานได้ว่า ถ้าโรงงานเคลือบฟิล์มทั้งหลายต้องการวัดความหนาของฟิล์มของชิ้นงานแล้ว สามารถเลือกใช้เทคนิคทาง WDXRF ได้สะดวกรวดเร็วและถูกต้อง โดยในเบื้องต้นขอให้สร้างโมเดลทางคณิตศาสตร์สำหรับประเภทของชิ้นงานนั้นด้วยชิ้นงานมาตรฐานของฟิล์มบางประเภทเดียวกันที่ทราบค่าความหนาที่แน่นอน หลังจากนั้นก็จะสามารถใช้โมเดลทางคณิตศาสตร์ที่ได้สำหรับงานการหาความหนาฟิล์มบางของชิ้นงานที่เหมือนกันที่ผลิตขึ้นต่อไปได้อย่างรวดเร็วและถูกต้องโดยไม่ต้องซื้อเครื่องมือเฉพาะที่จะมาวัดความหนาเท่านั้น สำหรับเทคนิคในการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วย XRD นั้นจะใช้ได้ดีต่อเมื่อมีความมั่นใจว่าฟิล์มที่จะวัดมีความเรียบสม่ำเสมอและมีความชอบในการเรียงตัวในทิศทางแบบเดียวกันทุกชิ้นงานเท่านั้น ถ้ามีการเรียงตัวในทิศทางต่างกัน ในระหว่างชิ้นตัวอย่างแต่ละชิ้นก็จะไม่สามารถสร้างโมเดลทางคณิตศาสตร์สำหรับชิ้นตัวอย่างเหล่านั้น นอกจากนี้ยังสามารถตรวจสอบได้ว่าการหาความหนาของฟิล์มบางที่มีความหนาในช่วงของงานวิจัยนี้ด้วยวิธีการชั่งมวล นับว่ายอมรับได้เมื่อพิจารณาจากเส้นกราฟเปรียบเทียบที่ได้จากเทคนิคในการวัดด้วยเครื่อง WDXRF ที่มีการกระจายของจุดที่ได้จากการทดลองน้อยมาก และผลจากการตรวจสอบความแม่นยำในการหาความหนาของฟิล์มจากโมเดลที่ได้ก็มีค่าความผิดพลาดน้อยมากเมื่อเทียบกับค่าความหนาที่ได้จากการชั่งมวล

บรรณานุกรม

- [1] J. Musil, J. Viecek, V. Jezek, M. Benda, M. Kolega and R. Boomsma, "Production of Ti film with controlled texture", *Surface & Coatings Technology* .,76-77, 274-79 (1995).
- [2] Jong-Gul Yoon, Y. J. Kwang and H. K. Kim, "Structural Characterization of Sol-Gel Derived MgO Thin Film on Si Substrate", *J. of the Korean Physical Society*, 613-16 (1998).
- [3] J. H. Li, M. L. Jenkins and B. Cantor, "Control of Interfacial Reaction in Ti-Based Composites Reinforced with SiC Fibres", *Control of Interfaces in Metal and Ceramics Composites*, Edited by R.Y. Lin and S.G. Fishman, The Mineral, Metals and Materials Society, 357-69 (1993).
- [4] กัลลิกา สาริตราดา เอกชัย หุ่นนิวัฒน์ และ อังกรรณ แสงอรียวนิช เรื่องการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 18, 2535, 144-145.
- [5] นิรันดร์ วิทิตอนันต์ 2542 การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
- [6] E.W. Nuffield, *X-Ray Diffraction Methods*, John Willey & Sons, Inc.,1966.
- [7] B.D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison-Wisley Publishing Company, Inc.,1956.
- [8] C. Whiston, *X-Ray Methods: Analytical Chemistry by Open Learning*, John Willey & Sons, Inc., 1987.
- [9] Chi-Fung Lo, S. Kulkarni, R. Mathew, P. S. Gilman and H. Tamura, "Link from Titanium Target Orientation to Titanium/Titaniumnitride/Aluminium Thin Film Orientations", *Semiconductor Applications.*, (online). Web address: [http://www. Materialresearch.com/](http://www.Materialresearch.com/). (access: January 2001).
- [10] C. S. Campos, E. A. Coleoni, J. C. Trincavelli, J. Kaschny, R. Hubbler, M.R. F. Soares and M. A. Z. Vasconcellos, "Metallic Thin Film Thickness Determination Using Electron Probe Microanalysis", *X-Ray Spectrometry* **30**: 253-59 (2001).