Thesis Title Developments of Ion Beam Analysis Techniques for Micro and Nanoscale Materials

Author Mr. Teerasak Kamwanna

Degree Doctor of Philosophy (Physics)

Thesis Advisory Committee

Assoc. Prof. Dr. Somsorn Singkarat	Chairperson
Prof. Emeritus Dr. Thiraphat Vilaithong	Member
Asst. Prof. Dr. Liangdeng Yu	Member

ABSTRACT

Ion beam analysis (IBA) techniques are well established research tools in a broad range of multidisciplinary scientific fields due to their simplicity, their non-destructiveness, and the shorter run times required. They essentially make use of the different interactions of a high-energy (on the order of MeV) ion beam, normally produced in an electrostatic accelerator, with the specimen matter. Thailand did not have this kind of accelerator before 2000, and so up until that time those IBA techniques were never used.

This thesis is based on work performed at the Fast Neutron Research Facility (FNRF), Chiang Mai University, with the objective of developing IBA techniques in order that FNRF can become a comprehensive IBA center for Thailand as well as for the ASEAN (Association of Southeast Asian Nations) region.

The FNRF is currently equipped with a 1.7-MV HVEE tandem Tandetron accelerator, which has successfully analyzed a large number of samples using a beam of millimeter size. The analytical techniques developed include Rutherford backscattering spectrometry (RBS), RBS/channeling, particle induced x-ray emission (PIXE) and ionoluminescence (IL).

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

RBS technique is utilized to investigate the thickness and the composition of thin films, i.e., Cu/Ag multilayer films and amorphous indium tin oxide films. Special RBS analysis has been applied to determine the profile of a concentration of light ion species which was implanted into a heavier matrix. A simple method was developed that extracts the information from the deficiency part of the matrix RBS spectrum. This method has been tested and applied to determine the depth profiles of various C-ion implanted Si substrates for the purpose of analyzing the ion-beam-synthesized SiC layer. Comparison with other well-known computer programs, such as SRIM, SIIMPL, SIMNRA and DataFurnace, has confirmed this method as being less complicated and less time consuming.

RBS/channeling has traditionally been used to analyze the crystalline quality of a sample. RBS/channeling analysis is shown to be a complementary procedure for determining ion-implantation induced damage depth profiles. The application of channeling effect measurements combined with grazing exit angle geometry can be used to provide quantitative analysis of elements in ultrathin films. Furthermore, RBS/channeling is employed to characterize the properties of the interface between filtered cathodic arc-deposited amorphous carbon thin film and single-crystalline silicon. New and valuable information on the specific carbon/silicon system will be presented.

PIXE is a powerful, fast and relatively simple analytical technique that can be used to identify and quantify trace elements. To calibrate the quantitative nature of the data analysis procedure, standard reference materials (SRM 610) have been characterized. In this thesis, the PIXE technique has been developed for trace element analysis of aerosol measurements to monitor environmental pollution, and trace element analysis of gemological and criminological samples.

IL is potentially a highly sensitive method for measuring optically active impurities and defects in samples. The potential of different features of the IL technique – such as effects of color centers, and transition metal ions and rare earth elements (REEs) impurities – are addressed in this thesis. A variety of samples have been studied: gemstones such as sapphires, rubies and zircons; and ZnO nanostructures. In this thesis study, particular attention has been directed to the following subjects: studies of minerals by the use of IL, combined with the well-established PIXE; investigation of the irradiation-dose-dependent behavior of luminescence in sapphires; and studies of the optical properties of ZnO-based nanostructures such as nanobelts and nanowires.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

In conclusion, at Chiang Mai University have successfully developed the first IBA techniques in Thailand, which can be used on a routine material analytical basis.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยลำไอออนสำหรับวัสดุขนาดไมโครและนาโนเมตร

ผู้เขียน นายธีรศักดิ์ คำวรรณะ

ปริญญา วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (ฟิสิกส์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ. ดร. สมศร สิงขรัตน์	ประธานกรรมการ
ศ. เกียรติคุณ ดร. ถิรพัฒน์ วิลัยทอง	กรรมการ
ผศ. ดร. เหลียงเติ้ง ยู	กรรมการ

บทคัดย่อ

ปัจจุบันเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยลำไอออน (IBA) ได้รับการพัฒนาจนกลายเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้กันแพร่หลายในหลากหลายวงการ เนื่องด้วยคุณสมบัติที่เป็นเทคนิคที่ไม่ซับซ้อน ไม่ทำลายวัสดุตัวอย่าง และใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างสั้น โดยพื้นฐานแล้วเทคนิค IBA แต่ละเทคนิคจะอาศัยความแตกต่างของอันตรกิริยาระหว่าง ไอออนพลังงานสูงในระดับล้านอิเล็กตรอนโวลต์ (MeV) กับวัสดุตัวอย่าง โดยไอออนพลังงานสูงนี้ จะถูกสร้างจากเครื่องเร่งอนุภาคศักย์สูงแบบ electrostatic แต่ก่อนหน้าปี พ.ศ. 2543 ประเทศไทยไม่เคยมีเครื่องเร่งอนุภาคชนิดนี้มาก่อน จึงทำให้ไม่สามารถพัฒนาเทคนิค IBA ขึ้นมาได้

งานศึกษาวิจัยนี้ได้ดำเนินการขึ้น ณ ศูนย์วิจัยนิวตรอนพลังงานสูง (FNRF) มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ โดยมีวัตถุประสงค์ที่จะพัฒนาเทคนิค IBA ขึ้นมา เพื่อมุ่งเน้นให้ศูนย์วิจัย FNRF กลายเป็นศูนย์กลางของการวิเคราะห์ด้วยลำไอออนสำหรับประเทศไทย รวมไปถึงประเทศในแถบภูมิภาคเอเชียตะวันออกเฉียงใต้ (ASEAN)

ปัจจุบันทางศูนย์วิจัย FNRF ได้พัฒนาเทคนิค IBA โดยอาศัยเครื่องเร่งอนุภาคแทนเด็มขนาด 1.7-MV HVEE รุ่น “แทนเดอตรอน” ซึ่งประสบความสำเร็จในการวิเคราะห์วัสดุตัวอย่างได้หลากหลายชนิด ด้วยลำไอออนที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในระดับมิลลิเมตร เทคนิค IBA ที่ได้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

พัฒนาขึ้นมาประกอบด้วย เทคนิค Rutherford backscattering spectrometry (RBS) เทคนิค RBS/channeling เทคนิค particle induced x-ray emission (PIXE) และเทคนิค ionoluminescence (IL)

เทคนิค RBS ถูกใช้ประโยชน์ในการวัดหาความหนา และสัดส่วนองค์ประกอบของฟิล์มบาง เช่น ฟิล์มบางของ Cu/Ag ที่ซ้อนทับกันหลายชั้น และฟิล์มบางของสาร Indium tin oxide นอกจากนี้ วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RBS ที่ได้คิดค้นขึ้นเป็นพิเศษ ได้ถูกนำไปประยุกต์ใช้กับการหาโปรไฟล์การกระจายตัวของธาตุเบา ที่ถูกระดมยิงเข้าไปในฐานรองที่ทำด้วยธาตุหนักกว่า งานวิจัยในส่วนนี้ ได้พัฒนาวิธีการหาโปรไฟล์การกระจายตัวดังกล่าวด้วยวิธีที่ใช้ง่าย โดยอาศัยข้อมูลจากส่วนที่ขาดหายไปของสัญญาณจากฐานรองในสเปกตรัม RBS วิธีการนี้ได้ถูกนำไปตรวจสอบโปรไฟล์การกระจายตัวของไอออนคาร์บอนในซิลิกอน เพื่อวัตถุประสงค์ในการวิเคราะห์ชั้นซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ที่ถูกสร้างขึ้นด้วยกระบวนการสังเคราะห์โดยใช้ลำไอออน จากการเปรียบเทียบโปรไฟล์การกระจายตัวของไอออนคาร์บอนที่ตรวจวัดได้ กับผลที่ได้จากการใช้โปรแกรมของคณะวิจัยกลุ่มอื่น เช่น โปรแกรม SRIM SIIMPL SIMNRA และ DataFurnace พบว่า นอกจากจะให้ผลลัพธ์สอดคล้องกันแล้ว วิธีนี้ให้ผลดีในแง่ที่เป็นกระบวน การที่ไม่ซับซ้อน และไม่ต้องใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์นาน

เทคนิค RBS/channeling เป็นเทคนิคที่โดยทั่วไปใช้สำหรับตรวจสอบคุณภาพความเป็นผลึกของวัสดุตัวอย่าง การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RBS/channeling ได้เผยให้เห็นถึงโปรไฟล์การกระจายตัวของโครงสร้างผลึก ที่ถูกทำลายโดยกระบวนการไอออนอิมพลานเตชั่น การประยุกต์ใช้ปรากฏการณ์ channeling ร่วมกับการวัดจำนวนไอออนกระสุนที่กระเจิงกลับหลังที่มุมกว้าง สามารถวิเคราะห์ฟิล์มบางมาก ๆ ในเชิงปริมาณได้ นอกจากนี้เทคนิค RBS/channeling ยังสามารถวิเคราะห์คุณสมบัติของรอยต่อ (interface) ระหว่างฟิล์มบางของคาร์บอนกับผลึกเดี่ยวซิลิกอน ในงานวิจัยนี้ได้นำเสนอข้อมูลใหม่ และมีประโยชน์ของระบบคาร์บอน/ซิลิกอน ดังกล่าว

เทคนิค PIXE เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่มีศักยภาพสูง สามารถวิเคราะห์ได้รวดเร็ว และทำได้ค่อนข้างง่าย สามารถจำแนกชนิดและหาปริมาณของธาตุที่มีปริมาณน้อยมาก ๆ ได้ ในการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ กระบวนการวิเคราะห์ข้อมูลจะต้องทำการสอบเทียบกับสารมาตรฐาน (SRM 610) ในงานวิจัยนี้ เทคนิค PIXE ได้ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อวิเคราะห์ฝุ่นละอองในอากาศ เพื่อเป็นการเฝ้าระวังภาวะมลพิษของสิ่งแวดล้อม และวิเคราะห์วัสดุตัวอย่างทางด้านอัญมณี และอาชญวิทยา

เทคนิค IL เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่มีความไว (sensitivity) สูงมาก ที่อาศัยการตรวจวัดการเปล่งแสงที่เกิดจากมลทินและตำหนิ (defect) ภายในโครงสร้างของวัสดุตัวอย่าง ในงานวิจัยนี้ได้แสดงขีดความสามารถของเทคนิค IL ในแง่ของการตรวจวัดลักษณะของการเปล่งแสง ที่เกิดจากต้นตอแตกต่างกัน เช่น ผลของตำหนิ color centers และผลของมลทินที่มีไอออนของธาตุ transition และธาตุ rare earth เจือปน วัสดุตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ ได้ แก่ อัญมณี (แซปไฟร์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ทับทิม และเพทาย) และ ZnO ที่มีโครงสร้างขนาดนาโน โดยงานวิจัยนี้ ได้มุ่งเน้นศึกษาในเรื่องต่าง ๆ กล่าวคือ การวิเคราะห์วัสดุตัวอย่างด้วยเทคนิค IL ร่วมกับเทคนิค PIXE ศึกษาผลของปริมาณไอออนกระสุน ที่มีต่อพฤติกรรมการเปล่งแสงของแซปไฟร์ และศึกษาคุณสมบัติทางแสงของ ZnO ที่มีโครงสร้างขนาดนาโน เช่น nanobelts และ nanowires

โดยสรุปแล้ว มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ประสบความสำเร็จในการพัฒนาเทคนิค IBA ขึ้นเป็นครั้งแรกในประเทศไทย จึงสามารถใช้เป็นแบบแผนการวิเคราะห์มาตรฐานได้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved