บทที่ 3
วิธีการทดลอง

ได้มีการแบ่งงานวิจัยออกเป็น 3 หัวข้อย่อคือ

1. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุด
2. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชั้นรอยต่อโลหะ W/Zr/nGaN
3. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชั้นรอยต่อโลหะ W/V/nGaN

3.1 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุด

3.3.1 การอบแอนนีลชิ้นงานซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุด

โดยการนำชิ้นงานซิลิกอนเจอเมเนียมมาทำความสะอาดผิวหน้าของชั้นฟิล์มด้วยอะซีโตน จากนั้นนำชิ้นงานดังกล่าวไปแช่ในแอลกอฮอล์แล้วทำการอัลตราโซนิก เป็นเวลา 10 นาที เช็ดให้แห้ง จากนั้นใช้จุลทรรศน์แบบแสงตรวจสอบความสะอาดอีกครั้งก่อนนำไปเข้าเตาอบ เพื่อทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 800, 900 และ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไฮโดรเจนและไนโตรเจน ที่ความดัน 2,800 psi ตารางที่ 3.2 แสดงรายละเอียดของอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง

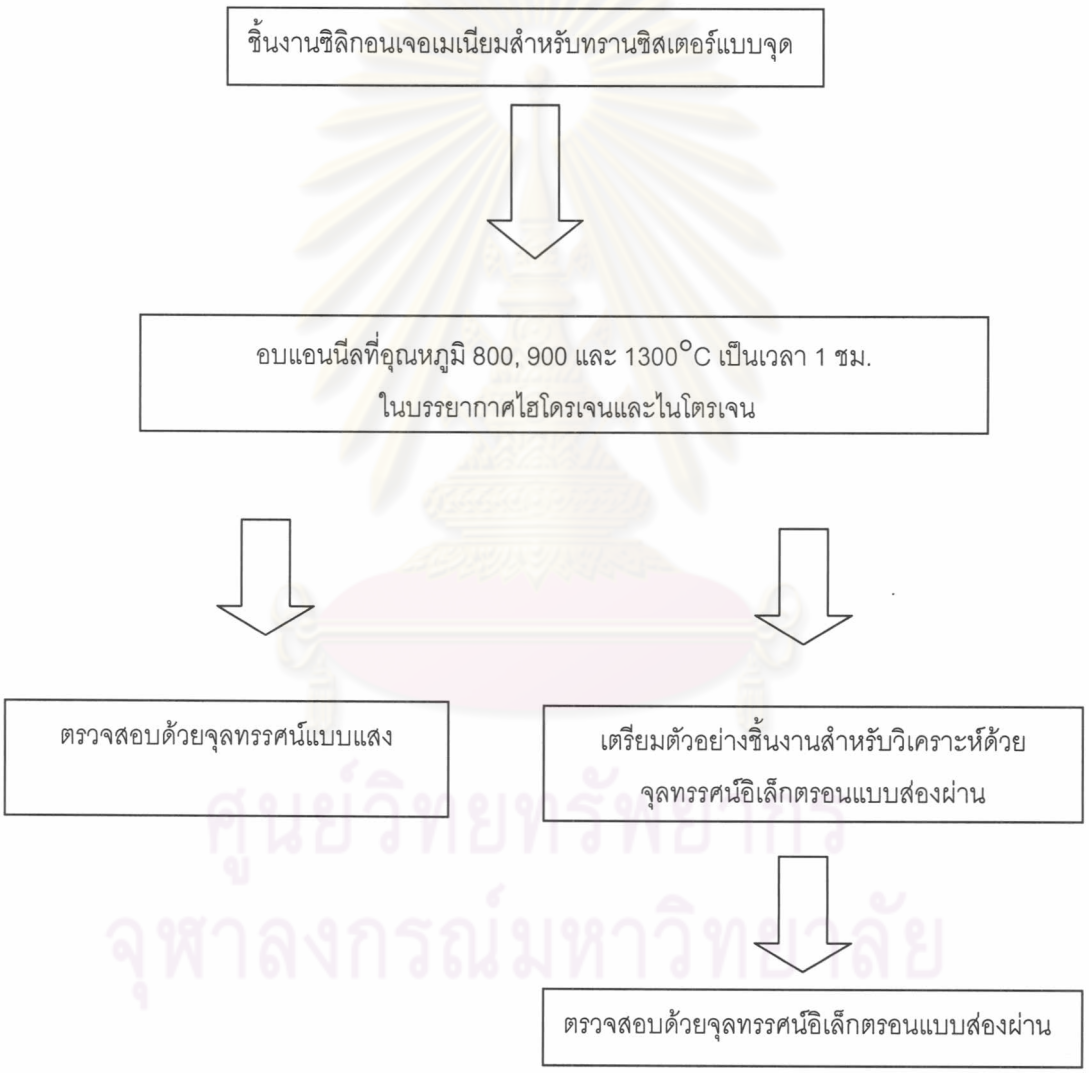
ตัวอย่าง	อุณหภูมิที่ใช้ในการการอบแอนนีล (°C)
S001	800
S002	900
S003	1300

3.3.2 การตรวจสอบโดยใช้จุลทรรศน์แบบแสง (Optical measurements)

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุดโดยเบื้องต้นใช้เครื่องจุลทรรศน์แบบแสง (ZIESS รุ่น Axiotech 100HD) โดยวิธีการตรวจสอบแบบ DIC (Differential Interference Contrast) ซึ่งจะสามารถแสดงรูปแบบกากบาท (cross-hatch) ของชิ้นงาน เพื่อยืนยันการเกิดข้อบกพร่องแบบดิสโลเคชัน (misfit dislocation) ภายในชิ้นงาน หากภายในชิ้นงานนั้นเกิดข้อบกพร่องขึ้น

3.3.3 **การตรวจสอบโดยใช้จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน** (Transmission Electron Microscopy)

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุดใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (JEOL รุ่น 2010 FX) โดยเตรียมตัวอย่างแบบภาคตัดขวาง (แสดงรายละเอียดไว้ในหัวข้อ 3.4) ใช้ความต่างศักย์ที่ 200 กิโลโวลต์ โดยดูลักษณะของชั้นฟิล์มบางที่ทำการปลูกผลึก เพื่อตรวจสอบข้อบกพร่องภายในชิ้นงาน



ภาพที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองการตรวจสอบโครงสร้างระดับจุลภาคของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 การศึกษาชิ้นงานแกเลียมไนไตรด์ที่มีรอยต่อกับขั้นโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียม

3.2.1วิธีการทดลอง (Experimental Procedure)

(1) รายละเอียดของชิ้นงานที่ทำการทดลอง (Growth Detail)

ชิ้นงานที่ศึกษาในชุดนี้มี 3 ชิ้น ซึ่งเป็นชิ้นงานของโลหะทังสเตน (~30nm) และเซอร์โคเนียม (~60nm) ซึ่งถูกปลูกผลึกด้วยวิธี electron beam evaporation ลงบนชั้นฟิล์มบางแกเลียมไนไตรด์ (0001) ชนิดเอ็น ซึ่งทำการปลูกผลึกลงบนแผ่นฐานรองแซฟไฟร์ด้วยวิธี MOCVD และได้ผ่านการอบแอนนีลในบรรยากาศที่มีอากาศไหลผ่านที่อุณหภูมิ 550, 650 และ 850°C ตามลำดับ ซึ่งจะทำการศึกษาปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ณ ชั้นรอยต่อและโครงสร้างระดับจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการอบแอนนีลชิ้นงาน

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดของชิ้นงานที่ทำการทดลอง

ตัวอย่าง	รายละเอียด	อุณหภูมิที่ทำการอบแอนนีล
1. W/Zr/nGaN 550	W(30nm)/Zr(60nm)/nGaN/Al_2O_3	550 °C
2. W/Zr/nGaN 650	W(30nm)/Zr(60nm)/nGaN/Al_2O_3	650 °C
3. W/Zr/nGaN 850	W(30nm)/Zr(60nm)/nGaN/Al_2O_3	850 °C

(2) การตรวจสอบเฟสของรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

ชิ้นงานตัวอย่างได้ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (Philips รุ่น Expert) เพื่อตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นในชั้นโลหะและรอยต่อของชั้นโลหะและแกเลียมไนไตรด์ในชิ้นงาน รวมถึงผลของอุณหภูมิการอบแอนนีลต่อเฟสที่เกิดขึ้นในชิ้นงานตัวอย่าง เพื่อนำไปพิจารณาประกอบกับผลจากการศึกษาทางโครงสร้างและเฟสโดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยใช้ Cu-K radiation โดยมีค่า λ เท่ากับ 1.5406 อังสตรอม ความต่างศักย์ 30 kV และกระแส 40 mA ทำการตรวจสอบตั้งแต่ที่มุม 10 ถึง 90 องศา (แบบ θ-2θ) และที่ 1, 3, 5, 7 และ 10 องศา (แบบ glancing angle) นำข้อมูล

ที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบหาเฟสต่างๆกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS ของสารแต่ละชนิดที่ทำการทดลอง การ์ดมาตรฐานที่ใช้ในการวิจัยรวบรวมไว้ในภาคผนวก ก

(3) การตรวจสอบรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ชิ้นงานตัวอย่างได้ถูกตรวจสอบด้วยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (JEOL รุ่น 2010 FX) เพื่อทำการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการอบแอนนีลชิ้นงาน รวมทั้งตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีได้โดยใช้เอนเนอร์ยีดิสเพอร์สีฟเอกซเรย์สเปกโทรสโคป (Oxford Instrument, ISIS 300) ซึ่งเตรียมตัวอย่างด้วยเทคนิคที่เรียกว่า "การขัดเป็นรูปลิ่ม" ซึ่งชิ้นงานตัวอย่างจะถูกขัดด้วยกระดาษฝังผงเพชรเบอร์ 30 μm, 15 μm, 9 μm, 3 μm และ 1 μm ตามลำดับ เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นรูปลิ่ม ณ บริเวณปลายของลิ่มที่ได้จะเป็นบริเวณที่เหมาะสมกับการตรวจสอบด้วยจุลทรรศนอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน หลังจากนั้นชิ้นงานจะถูกทำให้บางมากขึ้นโดยการกัดบางด้วยลำไอออน (Ion beam thinning) ด้วยเครื่อง Precision Ion Polishing System (PIPS, Gatan รุ่น 691) (แสดงรายละเอียดไว้ในหัวข้อ 3.4)

3.3 การศึกษาชิ้นงานแกเลียมไนไตรด์ที่มีรอยต่อกับขั้นโลหะทังสเตนและเวเนเดียม

3.3.1วิธีการทดลอง (Experimental Procedure)

(1) รายละเอียดของชิ้นงานที่ทำการทดลอง (Growth Detail)

ชิ้นงานที่ศึกษาในชุดนี้มี 2 ชิ้น ซึ่งเป็นชิ้นงานของโลหะทังสเตน และเวเนเดียมซึ่งถูกปลูกผลึกด้วยวิธี electron beam evaporation ลงบนชั้นฟิล์มบาง แกเลียมไนไตรด์ (0001) ชนิดเอ็น ซึ่งถูกปลูกผลึกลงบนแผ่นฐานรองแซฟไฟร์ด้วยวิธี MOCVD และได้ผ่านการอบแอนนีลในบรรยากาศที่มีอากาศไหลผ่านที่อุณหภูมิ 550 และ 650 ^{o}C ตามลำดับ ซึ่งจะทำการศึกษาปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ณ ชั้นรอยต่อและโครงสร้างระดับจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการอบแอนนีลชิ้นงาน

ตารางที่ 3.3 รายละเอียดของชิ้นงานที่ทำการทดลอง

ชื่อ	อุณหภูมิที่ทำการการอบแอนนีล
1. W/V/nGaN 550	550 °C
2. W/V/nGaN 650	650 °C

(1) การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของชั้นรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยใช้เครื่องทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ชิ้นงานตัวอย่างได้ถูกตรวจสอบด้วยเครื่องทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า (Keithley รุ่น 4200) เพื่อศึกษาดูลักษณะรอยต่อโลหะว่าแสดงสมบัติเป็นรอยต่อโอห์มมิกหรือไม่ โดยสามารถตรวจสอบได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์และค่ากระแสไฟฟ้า โดยใช้ โมด Sweeping เริ่มต้นที่ –0.05 ถึง 0.05 A

(2) การตรวจสอบเฟสของรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยวิธี Raman Spectroscopy Analysis

ชิ้นงานตัวอย่างได้ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิค Raman Spectroscopy Analysis (Renishaw Ramascope System 2000) เพื่อตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นในชั้นโลหะและรอยต่อของชั้นโลหะและแกเลียมไนไตรด์ในชิ้นงาน เพื่อนำไปพิจารณาประกอบกับผลจากการศึกษาทางโครงสร้างและเฟสโดยใช้เทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันและจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยใช้ Raman shift ช่วง 0 ถึง 3500 cm^{-1} เพื่อเทียบกับฐานข้อมูลต่อไป

(3) การตรวจสอบเฟสของรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

ชิ้นงานตัวอย่างได้ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (JEOL รุ่น JDX -3530) เพื่อตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นในชั้นโลหะและรอยต่อของชั้นโลหะและแกเลียมไนไตรด์ในชิ้นงาน รวมถึงผลของอุณหภูมิการอบแอนนีลต่อเฟสที่เกิดขึ้นในชิ้นงานตัวอย่าง เพื่อนำไปพิจารณาประกอบกับผลจากการศึกษาทางโครงสร้างและเฟสโดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยใช้ Cu-K radiation โดยมีค่า λ เท่ากับ 1.5406 อังสตรอม ความต่างศักย์ 30 kV และกระแส 40 mA ทำการตรวจสอบตั้งแต่

ที่มุม 20 ถึง 90 องศา นำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบหาเฟสต่างๆกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS ของสารแต่ละชนิดที่ทำการทดลอง การ์ดมาตรฐานที่ใช้ในการวิจัยรวบรวมไว้ในภาคผนวก ข

(4) การตรวจสอบรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

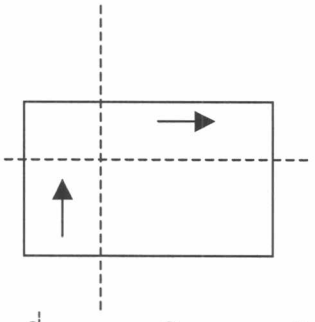
ชิ้นงานตัวอย่างได้ถูกตรวจสอบด้วยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM, JEOL 2010 FX) เพื่อทำการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการการอบแอนนีลชิ้นงาน รวมทั้งตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีได้โดยใช้เอนเนอร์ยีดิสเพอร์สีฟเอกซเรย์สเปกโทรสโคป (EDS, Oxford Instrument, ISIS 300) ซึ่งเตรียมตัวอย่างด้วยเทคนิคที่เรียกว่า "การขัดเป็นรูปลิ่ม" เช่นเดียวกับงานวิจัยในหัวข้อ 3.2 ซึ่งชิ้นงานตัวอย่างจะถูกขัดด้วยกระดาษฝังผงเพชรเบอร์ 30 μm, 15 μm, 9μm, 3 μm และ 1 μm ตามลำดับ เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นรูปลิ่ม ณ บริเวณปลายของลิ่มที่ได้จะเป็นบริเวณที่เหมาะสมกับการตรวจสอบด้วยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน หลังจากนั้นชิ้นงานจะถูกทำให้บางมากขึ้นโดยการกัดบางด้วยลำไอออน (Ion beam thinning) ด้วยเครื่อง Precision Ion Polishing System (Gatan, รุ่น 691) (แสดงรายละเอียดไว้ในหัวข้อ 3.4)

3.4 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานสำหรับซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุดควอนตัมและแกเลียมไนไตรด์ที่ปลูกบนแซฟไฟร์

(1) การเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีการขัด (Grinding Technique)

(1.1) ตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 2 x 3 มม. ด้วยเครื่องตัดเล็ก (Buehler รุ่น Phoenix Beta) โดยใช้แผ่นตัดแบบเพชร (diamond wafering blade) ขนาด 3 " Dia x 0.006 " จากนั้นเช็ดผิวหน้าของชิ้นงานให้สะอาดอีกครั้งด้วย IPA และ เอธานอล ตามลำดับ จากนั้นตรวจสอบความสะอาดของชิ้นงานด้วยจุลทรรศน์แบบแสง

(1.2) ติดชิ้นงานโดยประกบหน้าชิ้นงาน 2 ชิ้นเข้าด้วยกัน โดยต้องตัดชิ้นงานเป็น 2 แนว เนื่องจากทิศทางของการปลูกผลึกแตกต่างกัน ซึ่งติดชิ้นงานเข้าด้วยกัน ด้วยกาว Mbond 610^{TM} โดยใช้ตัวหนีบ (clamp) เป็นตัวยึด นำไปอบในเตาอบ อุณหภูมิ 150^{o}C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



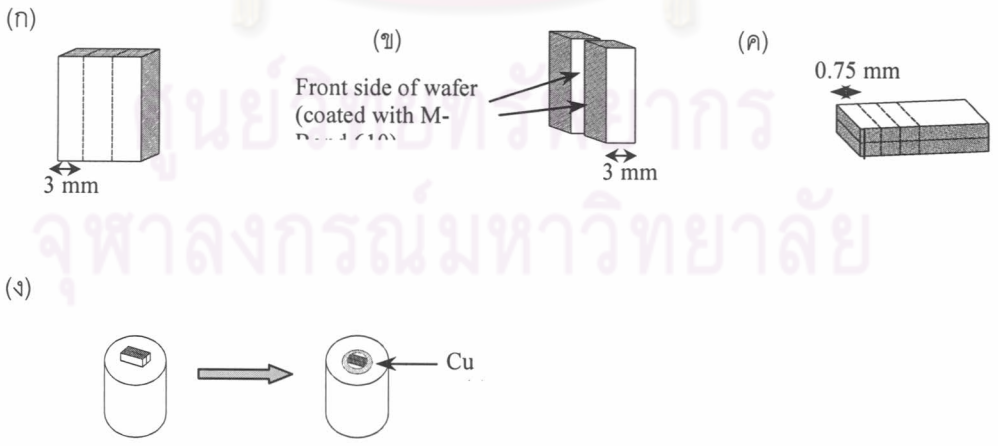
ภาพที่ 3.2 แสดงทิศทางการตัดชิ้นงานที่ถูกต้อง

(1.3) ติดชิ้นงานลงบนแป้นขัดทำจากแสตนเลส (stainless stub) ด้วยยาทาเล็บ (enamel nail) แล้วทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืน

(1.4) ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC paper) ขนาดเบอร์ 1200#, 2500# และ 4000# ตามลำดับจนชิ้นงานเริ่มขึ้นเงา

(1.5) จากนั้นขัดละเอียดด้วยผ้าขัด (polishing cloth) โดยใช้ผงเพชรเบอร์ 6 μm, 3μm และ 1 μm ตามลำดับ จากนั้นละลายชิ้นงานหน้าแรกออกด้วยอะซีโตน แล้วกลับหน้าติดชิ้นงานอีกด้านหนึ่งขัดจนบาง แล้วติดชิ้นงานด้วยแผ่นวางชิ้นงานที่ทำจากทองแดง (Cu grid) โดยใช้อะราไดท์อิพ็อกซี (Aradite Epoxy) ทิ้งไว้จนแข็งตัว แล้วจึงละลายยาทาเล็บที่ติดอยู่ออกด้วยอะซีโตน

(1.6) นำไปเข้าสู่กระบวนการกัดบางด้วยลำไอออน (milling) ต่อไป



ภาพที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานสำหรับเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [9]

วิธีการเตรียมนี้ใช้ได้ดีกับชิ้นงานซิลิกอนเจอเมเนียม แต่สำหรับชิ้นงานแกเลียมไนไตรด์บนแซฟไฟร์พบว่าประสบปัญหาในการเตรียมชิ้นงานให้บางลง เนื่องจากแซฟไฟร์ (sapphire) ซึ่งเป็นวัสดุรองรับ (substrate) ของชิ้นงานแกเลียมไนไตรด์ (GaN) ซึ่งมีค่าความแข็งวิคเคอร์ (Vicker's hardness) สูงถึง 2,500 Hv. ในขณะที่ซิลิกอน (Silicon) มีค่าความแข็งวิคเคอร์เพียง 910 – 1,100 Hv. ประกอบกับแซฟไฟร์มีลักษณะใสยากต่อการสังเกตความบางของชิ้นงาน ดังนั้นวิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจสอบด้วยจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน สำหรับชิ้นงานซึ่งมีแซฟไฟร์เป็นวัสดุรองรับจึงไม่สามารถใช้วิธีการเตรียมแบบเดิมได้ เนื่องจากเสียเวลาในการขัดนานมาก กล่าวคือวัสดุที่ใช้ในการขัดยังไม่เหมาะสม จึงได้เปลี่ยนจากกระดาษซิลิกอนคาร์ไบด์ไปเป็นจานขัดเพชรซึ่งมีการฝังผงเพชรลงไปในจานขัด โดยเลือกใช้ที่ขนาด 30,15 และ 6 μm ตามลำดับ แต่พบว่าชิ้นงานเกิดการแตกหักง่าย ก่อนที่ชิ้นงานจะบาง

(2) การเตรียมตัวอย่างโดยเตรียมชิ้นงานให้เป็นหลุมด้วยวิธีดิมเพิลกรายน์เดอร์ (Dimple Technique)

หลักการทำงานอย่างง่ายของดิมเพิลกรายน์เดอร์คือ การใช้ล้อหมุนบาง ๆ วิ่งผ่านชิ้นงานที่มีผงขัดอยู่บนชิ้นงาน โดยที่ล้อขัดจะโดนวางตั้งฉากกับผิวหน้าของชิ้นงาน เมื่อให้ล้อขัดและชิ้นงานหมุนไปพร้อม ๆ กัน จะทำให้เกิดหลุมวงกลมบนผิวหน้าของชิ้นงานและเมื่อขัดสักระยะหนึ่งจุดศูนย์กลางของบริเวณที่โดนขัดจะมีความหนาน้อยที่สุด ซึ่งผู้ทำการทดลองได้ปรับปรุงวิธีการเตรียมตัวอย่างเป็นดังนี้คือ

(2.1) ตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 2 x 3 มม. ด้วยเครื่องตัดเล็ก (Buehler รุ่น Phoenix Beta) โดยใช้แผ่นตัดแบบเพชร (diamond wafering blade) ขนาด 3 " Dia x 0.006 " จากนั้นเช็ดผิวหน้าของชิ้นงานให้สะอาดอีกครั้งด้วย IPA และเอธานอลตามลำดับ จากนั้น ตรวจสอบความสะอาดของชิ้นงานด้วยจุลทรรศน์แบบแสง

(2.2) ติดชิ้นงานโดยประกบหน้าชิ้นงาน 2 ชิ้นเข้าด้วยกัน ด้วยกาวจีวันอิพ็อกซี (G –1 epoxy) แล้วล็อคไว้ด้วยตัวหนีบ จากนั้นนำไปตั้งบนเตาให้ความร้อน (hot plate) ที่ 130 °C เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นประกบซิลิกอนเวเฟอร์ เข้าไปทั้งสองข้างของชิ้นงานโดยใช้กาวจีวันอิพ็อกซี

(2.3) นำชิ้นงานที่ได้ไปตัดด้วยเครื่องตัดอัลตราโซนิก (ultrasonic disc cutter) ได้ชิ้นงานออกมามีลักษณะรูปร่างคล้ายท่อ จากนั้นนำไปใส่ลงในทองเหลืองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร (brass tube) โดยติดกาวจีวันอิพ็อกซีให้ทั่ว แล้วนำไปตั้งบนเตาให้ความร้อน ทิ้งไว้ที่130 °C เป็นเวลา 15 นาที แล้วนำไปตัดด้วยเครื่องตัดเล็กอีกที

(2.4) นำชิ้นงานที่ได้ติดลงบนแป้นขัด จากนั้นนำไปขัดด้วยจานขัดเพชร (Diamond disc) เหมือนในวิธีการที่ 1 ในการเตรียมตัวอย่าง จนมีความหนาประมาณ 100 um. นำไปขัดด้วยเครื่องดิมเพิลกรายน์เดอร์

(2.5) นำไปเข้าเครื่องกัดบางด้วยลำไอออนชื่อ Rapid Ion Beam Milling System (Baltec รุ่น RES 010) ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

แต่จากการทดลองพบว่าเครื่อง Rapid Ion Beam Milling System ซึ่งเป็นเครื่องรุ่นเก่า มีลำไอออนใหญ่เกินไปและไม่สามารถเลือกไม่สามารถเลือกตำแหน่ง ณ ชั้นอิพิแท็กซีได้ ประกอบกับกาวจีวันอิพ็อกซีหนาวิธีนี้จึงไม่เหมาะสม

(3) การเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีการขัดเป็นรูปลิ่ม (Wedge Technique)

สำหรับเทคนิคที่เหมาะสมกับชิ้นงานชนิดนี้เป็นการเตรียมชิ้นงานโดยขัดชิ้นงานออกมาในลักษณะเป็นรูปลิ่ม (wedge) ชิ้นงานจะบางสุดที่บริเวณปลายยอดของรูปลิ่มและสามารถนำไปตรวจสอบด้วยจุลทรรศน์แบบส่องผ่านได้ สำหรับวิธีการเตรียมมีดังต่อไปนี้ คือ

(3.1) การตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 2 x 3 มม. ด้วยเครื่องตัดเล็ก (Buehler รุ่น Phoenix Beta) โดยใช้แผ่นตัดแบบเพชร (diamond wafering blade) ขนาด 3 " Dia x 0.006 " ก่อนทำการตัดจะประกบชิ้นงานด้วยซิลิกอนเวเฟอร์ทั้งด้านบนและด้านล่างของชิ้นงานโดยใช้แว็กซ์ เพื่อช่วยให้ชิ้นงานเกิดการแตกหักระหว่างการตัดน้อยที่สุด เมื่อได้ขนาดที่ต้องการแล้วล้างแว็กซ์และซิลิกอนเวเฟอร์ออกด้วยอะซีโตนแล้วใช้สำลีก้านแบบพิเศษ (Q-tip) ชุบอะซีโตนเช็ดทำความผิวหน้าของชิ้นงาน ตรวจสอบความสะอาดของชิ้นงานใต้จุลทรรศน์แบบแสงที่กำลังขยาย 10x

(3.2) นำชิ้นงานไปติดเข้าด้วยกันด้วยกาว Mbond 610™ โดยใช้ตัวหนีบขนาดเล็ก โดยก่อนทำการติดเข้าด้วยกัน จะต้องพันเทปรอบแป้นของตัวหนีบเสียก่อนเพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานที่ทำการติดเข้าด้วยกันติดกับตัวหนีบ จากนั้นนำชิ้นงาน 2 ชิ้นมาประกบติดกันด้วยและล็อคตัวหนีบให้แน่นที่สุด จากนั้นนำไปวางไว้บนเตาให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 150 ^{o} C ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืน แล้วทิ้งให้เย็นตัวลง จึงแกะชิ้นงานออกมา

(3.3) ขั้นตอนการขัดชิ้นงาน จะเริ่มต้นด้วยการขัดชิ้นงานเพื่อลดความหนาของชิ้นงานออกเสียก่อนด้วยเครื่องขัดอัตโนมัติ (PREPTECH) เพื่อช่วยลดระยะเวลาในการขัดชิ้นงานโดยติดชิ้นงานลงบนแป้นขัด (fixture) ของเครื่อง ด้วยกาว Loctite 420 แล้วทิ้งไว้ให้กาวแห้งเป็นเวลาอย่างน้อย 45 นาที จากนั้นนำชิ้นงานไปขัด โดยใช้แผ่นฟิลม์ที่มีผงเพชร (diamond lapping film) ขนาด 20 ไมครอน ที่ความเร็วรอบ

35 rpm. จากนั้นละลายกาวที่ติดชิ้นงานออกด้วยอะซีโตนแล้วทำกลับอีกด้านหนึ่งของชิ้นงาน ในการขัดขั้นตอนนี้จะขัดความหนาของทั้งสองด้านออกด้านละประมาณ 2 ใน 5 ของชิ้นงาน เพื่อเข้าสู่วิธีการขัดเป็นรูปลิ่มต่อไป

(3.4) การ lap ชิ้นงาน จะเลือกใช้ pin 2 เบอร์ คือ เบอร์ 0 และ 1 องศา โดยในการขัดหน้าแรกจะเลือกใช้เบอร์ 0 องศา เพื่อขัดเอาระนาบ จากนั้นในหน้าที่ 2 จะเปลี่ยนเป็นเบอร์ 1 องศา ซึ่งจะทำให้ได้เป็นรูปลิ่มที่มีขนาดมุม 1 องศา ในที่สุด ซึ่งการ lap ชิ้นงานนี้เป็นงานส่วนที่ต้องให้ความระมัดระวังมาก จากการทดลองที่ทำ สามารถสรุปขั้นตอนการเตรียมงานก่อนการ lap ได้ดังนี้คือ

(3.5) คัดแยก pin ที่ต้องการนำมาใช้ (สำหรับชิ้นต้นแบบ (dummy) จะใช้ pin ขนาด 0 องศา 5 ตัว ใส่ในสไลเดอร์ (slider) ริมสุดข้างซ้ายและขวา อย่างละ 2 ตัว และอีก 1 ตัว สำหรับฝั่งตรงข้ามของชิ้นงานที่ขัด เพื่อให้แป้นขัดสมดุลทั้งสองข้าง และใช้ pin เบอร์ 0 หรือ 1 องศา ตามแต่หน้าชิ้นงานที่ทำการขัดว่าเป็นหน้าแรกหรือหน้าที่ 2)

(3.6) ทำความสะอาด pin โดยใช้สำลีก้านแบบพิเศษ ชุบด้วยอะซีโตน

(3.7) ใส่ pin ที่ทำความสะอาดแล้วลงในแป้นขัด

(3.8) ทำความสะอาดชิ้นงานทั้งสองด้านด้วยอะซีโตน (ตรวจสอบความสะอาดของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์ เพื่อป้องกันการรอยแตก (crack) ของชิ้นงานขณะขัด เนื่องจากสิ่งสกปรกที่ติดอยู่

(3.9) จากนั้นทำการติดชิ้นงานลงบน pin ด้วยกาว Loctite 420 ทิ้งไว้ให้กาวแห้ง เป็นเวลา 45 นาที

(3.10) แกะ pin ออกจากแป้นล็อค เช็ดรอบๆชิ้นงานด้วยอะซีโตน

<u>ขั้นตอนการขัดหยาบ (Rough lap)</u>

(3.11) ใส่ pin ลงในแป้นขัด ใช้ประแจขันให้ตัวหนีบล็อคงานให้แน่น

(3.12) ตั้งระดับของสไลเดอร์บนกระจกของตู้กระจก (reflect viewer) โดยคลายตัวหนีบออก จัดให้สไลเดอร์ลงแตะหน้ากระจกทุกสไลเดอร์และเป็นระดับเดียวกับตัวชิ้นต้นแบบ

(3.13) ทำการลบหน้างานโดยวางแป้นขัดลงบนจานขัดทำจากทองแดง (copper plate) ตั้งเวลา 1 นาที แล้วทำการ lap เพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานแตกหัก

(3.14) ก่อนทำการ lap จะทำการตั้งระดับบาร์ก่อน โดยนำไปวางไว้บนเครื่องปรับระดับ (Adjustment guage) ตรงตำแหน่งที่กำหนด เปิดเครื่องให้ทำงาน ตั้งให้อ่านค่าเป็นนิ้ว พร้อมกับตั้งค่าศูนย์ จากนั้นหมุนปุ่มปรับระดับที่อยู่บนด้านซ้ายและขวาของแป้นขัด ตั้งให้บาร์ต่ำลงจนได้ค่า 0.01500 หมุน ไมโครมิเตอร์ ที่อยู่ระหว่างปุ่มปรับระดับจนลงมาแตะที่บาร์

(3.15) นำแป้นขัดที่จะทำการขัดวางลงบนจานขัดทำจากทองแดง (copper plate) ที่ใช้ สเลอลีผงเพชร (diamond slurry) ขนาด 5.5 ไมครอน ตั้งเวลาในการ lap (ประมาณ 3 – 5 นาที) เปิดเครื่องให้เริ่มทำงาน ซึ่งขณะทำการ lap ต้องคอยตรวจชิ้นงานใต้กล้องที่กำลังขยาย 10x เพื่อดูว่าหน้างานเป็นอย่างไรบ้าง หากยังไม่ได้ ให้ทำการ lap ต่อไป นำไป lap ต่อ บนจานขัดทำจากดีบุก (tin plate) ที่ใช้ สเลอลีผงเพชรขนาด 5.5 ไมครอน ตั้งเวลาในการ lap (ประมาณ 2 – 3 นาที) ต้องคอยตรวจชิ้นงานใต้กล้องที่กำลังขยาย 10x ดูผิวหน้าของชิ้นงานว่าเรียบขึ้นหรือไม่

(3.16) จากนั้นทำความสะอาดหน้าชิ้นงานด้วยสำลีก้านแบบพิเศษ (Q-tip) แล้วเข้าสู่ขั้นตอน Finish lap ต่อไป

ขั้นตอนการขัดมัน (Finish lap)

(3.17) ตรวจระดับของสไลเดอร์ บนกระจกก่อน ถ้าระดับยังสูงกว่าระดับของชิ้นต้นแบบให้ทำการ lap ต่อได้เลย หากต่ำกว่าให้ตั้งระดับใหม่

(3.18) นำแป้นขัด ที่จะทำการขัดวางลงบนจานขัดทำจากดีบุก (tin plate) ตั้งเวลาในการ lap ตรวจชิ้นงานภายใต้กล้องขยาย 20x หรือ 50x ถ้ายังไม่เรียบ ทำการ lap ต่อไปตามขั้นตอนเดิม

(3.19) ทำการ lap และดูใต้กล้องจนกว่าจะได้ชิ้นงานตามต้องการ หากยังไม่ได้ให้ตรวจดูว่าระดับของสไลเดอร์เป็นระดับเดียวกับระดับของชิ้นต้นแบบหรือไม่ ถ้าใช่ให้ทำการตั้งระดับใหม่ จากนั้น จะเปลี่ยนไปทำ polish lap ที่ใช้ สเลอลีผงเพชรขนาด 0.48 ไมครอน

(3.20) โดยผลักคันโยกด้านหน้าเครื่องให้ชุด Wiper และ Ethylene Glycol ลงแตะหน้า จานขัดตั้งเวลาในการ lap

(3.21) เมื่อเสร็จแล้ว ให้ทำความสะอาดหน้าชิ้นงานด้วยสำลีก้านแบบพิเศษ (Q-tip) ชุบ อะซีโตน นำชิ้นงานออกจากแป้นขัด นำไปแช่ไว้ในอะซีโตน ทิ้งไว้สักครู่ให้ชิ้นงานหลุดออก เพื่อนำไปเข้าสู่ขั้นตอนกัดบางด้วยลำไอออน (milling) ต่อไป

ขั้นตอนการกัดบางด้วยลำไอออน (ion milling)

(3.22) นำชิ้นงานที่ผ่านการ lap แล้วมาแปะติดกับแผ่นวางชิ้นงานทำจากทองแดง (Cu grid) ด้วย M- bond 610

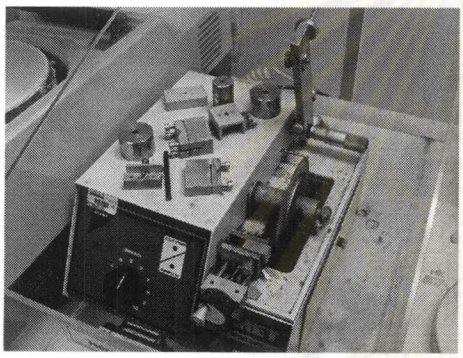
(3.23) นำไปตั้งบนเตาให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 45 นาที

(3.24) นำไปเข้าเครื่องกัดบางด้วยลำไอออน (Precision ion polishing system ของ Gatan, รุ่น 691) จนกระทั่งชิ้นงานบางลงตามต้องการ โดยคอยตรวจสอบด้วยกล้องกำลังขยาย 100x จนสังเกตเห็นเป็นแนวสีรุ้งขึ้นบนชิ้นงาน

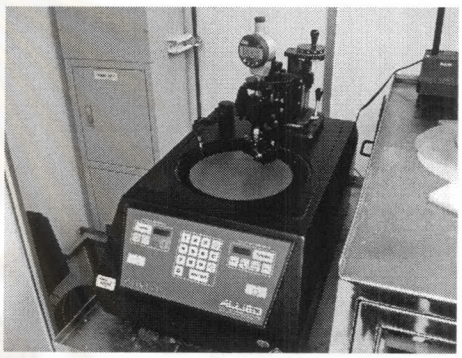
(3.25) เก็บชิ้นงานลงกล่องเก็บชิ้นงาน (storage box) เพื่อรอวิเคราะห์ผลด้วยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านต่อไป

สำหรับข้อเสียของวิธีการนี้ คือ ชุดเครื่องมือที่ใช้มีขนาดใหญ่ต้องทำการติดตั้งถาวร ทำให้ประสบปัญหาในการเตรียมตัวอย่างเนื่องจากได้ไปขอความอนุเคราะห์ จาก บริษัท รีด-ไรท์ (ประเทศไทย) จำกัด แต่ทางบริษัทประสบปัญหาทางด้านการเงินอยู่ช่วงระยะเวลาหนึ่ง ทำให้ไม่สะดวกในการไปเตรียมตัวอย่างดังกล่าว

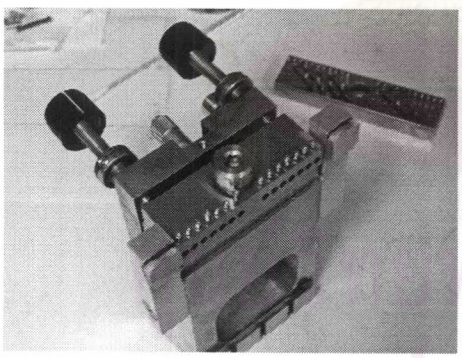
ก)



ข)



ค)



ง)

ภาพที่ 3.4 ชุดอุปกรณ์การเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีการการขัดเป็นรูปลิ่ม (ชุดใหญ่) ประกอบด้วย (ก) เครื่องตัดแบบเพชร (ข) เครื่องขัดชิ้นงานอัตโนมัติ (ค) แป้นขัดชิ้นงาน (ง) จานขัดชิ้นงาน

ภายหลังได้ทำการประยุกต์เทคนิคดังกล่าวให้มีความง่ายยิ่งขึ้น โดยเปลี่ยนไปติดชิ้นงานลงบนแป้นขัดทำจากกระจก (glass stub) ซึ่งทำเป็นรูปสามเหลี่ยมหน้าจั่ว ขนาดด้านฐานยาว 2 เซนติเมตร และมีด้านประกอบหน้าจั่วความยาว 2.5 เซนติเมตร ซึ่งแป้นขัดทำจากกระจกนี้มีลักษณะใส ดังนั้นในการขัดชิ้นงานเราสามารถติดแผ่นซิลิกอน ประกบกับชิ้นงานที่ต้องการทดสอบ เพื่อใช้เป็นตัวสังเกตสีได้

เนื่องจากซิลิกอนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงสี เมื่อความหนาของชิ้นงานเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งมีวิธีการเตรียมตัวอย่างดังต่อไปนี้ คือ

(3.26) การตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 2 x 3 มม. ด้วยเครื่องตัดเล็ก (Buehler รุ่น Phoenix Beta) โดยใช้แผ่นตัดแบบเพชร (diamond wafering blade) ขนาด 3 " Dia x 0.006 " ก่อนทำการตัดจะประกบชิ้นงานด้วยซิลิกอนเวเฟอร์ทั้งด้านบนและด้านล่างของชิ้นงานโดยใช้แว็กซ์ เพื่อช่วยให้ชิ้นงานเกิดการแตกหักระหว่างการตัดน้อยที่สุด เมื่อได้ขนาดที่ต้องการแล้วล้างแว็กซ์และซิลิกอนเวเฟอร์ออกด้วยอะซีโตน แล้วใช้สำลีก้านแบบพิเศษ (Q-tip) ชุบอะซีโตนเช็ดทำความผิวหน้าของชิ้นงาน ตรวจสอบความสะอาดของชิ้นงานใต้กล้องที่กำลังขยาย 10x

(3.27) นำชิ้นงานติดเข้าด้วยกัน ด้วย Mbond 610^{TM} ด้วยตัวหนีบขนาดเล็ก หรือใช้คลิปหนีบกระดาษ เบอร์ 111 โดยก่อนทำการเข้าด้วยกันจะต้องต้องวางกระดาษทั้งด้านบนและด้านล่างของชิ้นงานเพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานที่ทำการติดเข้าด้วยกันไปติดกับตัวหนีบจากนั้นนำไปวางไว้บนเตาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150^{o}C ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืน แล้วทิ้งให้เย็นตัวลง จึงแกะชิ้นงานออกมา จากนั้นติดชิ้นงานภาคตัดขวางนี้ด้วยซิลิกอนเวเฟอร์ ทั้งสองด้านของชิ้นงานด้วย Mbond 610^{TM} หนีบด้วยคลิปจากนั้นนำไปวางไว้บนเตาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150^{o}C ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืน แล้วทิ้งให้เย็นตัวลง อีกครั้งหนึ่ง

(3.28) ติดชิ้นงานลงบนแป้นขัดทำจากกระจก ด้วยกาว Loctite 420 หรืออาจใช้กาวตราช้างก็ได้ แล้วทิ้งไว้ให้กาวแห้งเป็นเวลาอย่างน้อย 45 นาที จากนั้นนำชิ้นงานไปขัด โดยใช้แผ่นฟิล์มที่มีผงเพชรขนาด 30, 15, 9, 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จากนั้นละลายกาวที่ติดชิ้นงานออกด้วยอะซีโตนแล้วทำกลับอีกด้านนหนึ่งของชิ้นงาน

(3.29) ในการกลับหน้าที่ 2 ให้ขัดเรียงลำดับแผ่นฟิล์มที่มีผงเพชรเหมือนเดิม พร้อมทั้ง คอยสังเกตว่าแผ่นซิลิกอน ทั้งสองข้างของชิ้นงาน มีสีเปลี่ยนแปลงไปกลายเป็นสีแดง แสดงว่าชิ้นงานเริ่มบางลง ติดลงบนแผ่นวางชิ้นงานทำจากทองแดง เพื่อเตรียมเข้าสู่กระบวนการกัดบางด้วยลำไอออนต่อไป

ซึ่งการกัดบางด้วยลำไอออนนี้จะใช้เครื่อง Precision Ion Polishing System (PIPS) เริ่มต้นที่มุมประมาณ 5 องศา จนหยุดที่มุม 1 องศา แต่ทั้งนี้ต้องขึ้นอยู่กับความหนาของชิ้นงานที่ขัดได้