หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

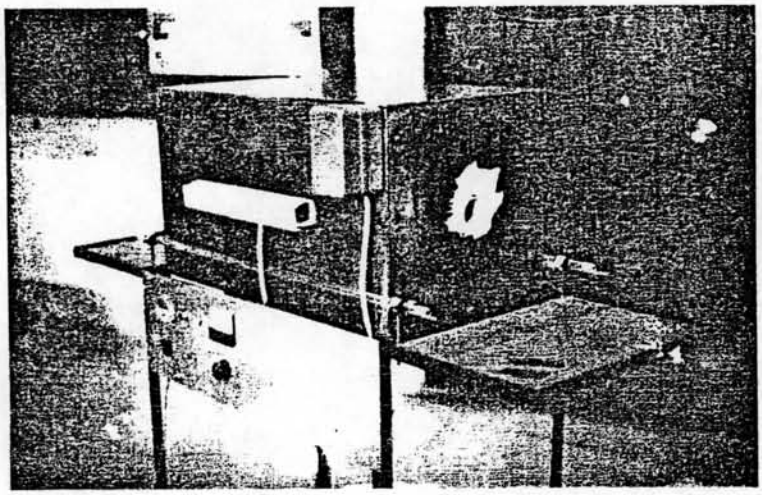
การเตรียมการก่อนทดลอง

สำหรับการแพร่ซึมที่ทำในงานวิจัยนี้ ได้ทดลองแพร่ซึมในเตามาตรฐานและเตาที่สร้างขึ้นเองในห้องปฏิบัติการวิจัยสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำ ดังนั้นการหา temperature profile ของเตา จึงมีส่วนสำคัญต่อผลของการแพร่ซึม ทั้งนี้เพราะโดยทั่วไปเตาแพร่ซึมที่ดี ช่วงที่วางแว่นผลึกควรเป็น ช่วงระยะทางอุณหภูมิคงที่ และมีการแกว่งของอุณหภูมิที่แต่ละตำแหน่งภายในเตาประมาณ ±0.5°ซ. เพื่อให้มั่นใจได้ว่าการแพร่ซึมได้กระทำที่อุณหภูมินั้นจริงๆ[5] นอกจากการควบคุมอุณหภูมิของเตาแล้ว อัตราการไหลของก๊าซก็นับได้ว่ามีความสำคัญเช่นกัน เพราะในบางกรณีอัตราการไหลของ carrier gas เป็นตัวควบคุมปริมาณของสารเจือปนที่มาเติมบนแว่นผลึก เช่น การแพร่ซึมโดยใช้ liquid source เพื่อความถูกต้องของการแพร่ซึมจึงควรมีการ calibrate อัตราการไหลของก๊าซ โดยเฉพาะเมื่อมีการ bubble N_2 ผ่านของเหลว BBr_3

นอกจากการเตรียมอุปกรณ์แล้ว การพิจารณาถึงวัสดุที่ใช้ก็เป็นองค์ประกอบที่สำคัญสำหรับเงื่อนไขของการแพร่ซึม อันได้แก่ ตัวเติมสารเจือปนและแว่นผลึก จึงต้องมีการเตรียมการเพื่อให้อุปกรณ์และวัสดุพร้อมที่จะทำการแพร่ซึมได้

4.1 เตาแพร่ซึม

สำหรับตัวเติมสารเจือปน B_2O_3 และ BBr_3 ทำการแพร่ซึมในเตาที่สร้างขึ้นเอง โดยเตามีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 ซม. ความยาว 75 ซม. ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ใช้ระบบควบคุมอุณหภูมิด้วยวงจรอิเลคตรอนิคส์ ก่อนทำการแพร่ซึมที่อุณหภูมิสูง (ประมาณ 1,000°ซ.) การควบคุมไม่ให้อุณหภูมิแกว่งขึ้นลงค่อนข้างกินเวลานานและกระทำได้ลำบาก เนื่องจากเตามีขนาดเล็กและมีระบบฉนวนความร้อนไม่ดีพอ อย่างไรก็ตามแต่ละจุดภายในเตาสามารถควบคุมการแกว่งของอุณหภูมิได้ประมาณ ±5°ซ.

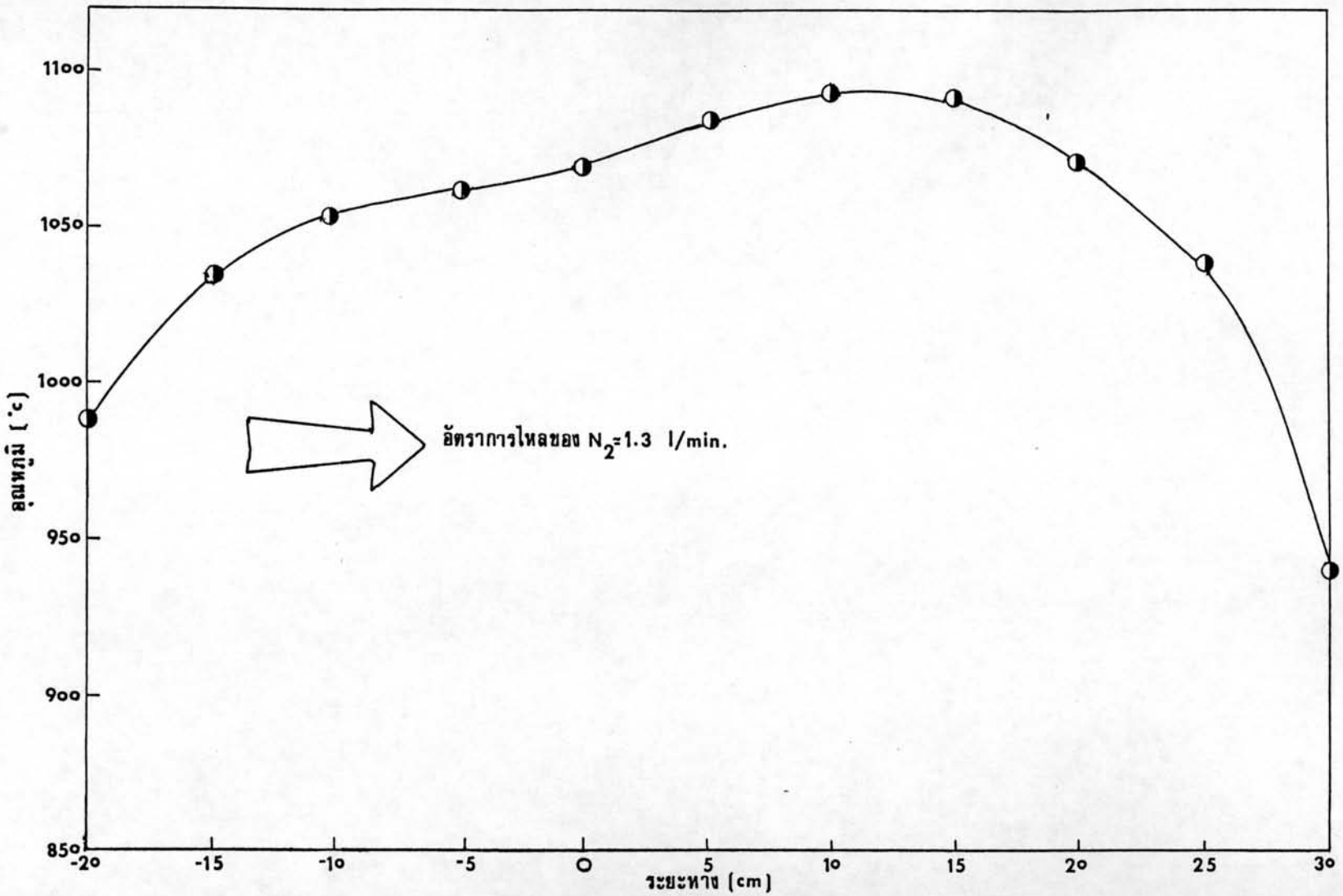


รูปที่ 4.1 แสดงเตาแพร่ซึมที่ใช้สำหรับแพร่ซึมด้วย
ตัวเติมสารเจือปนที่เป็น B_2O_3 และ BBr_3

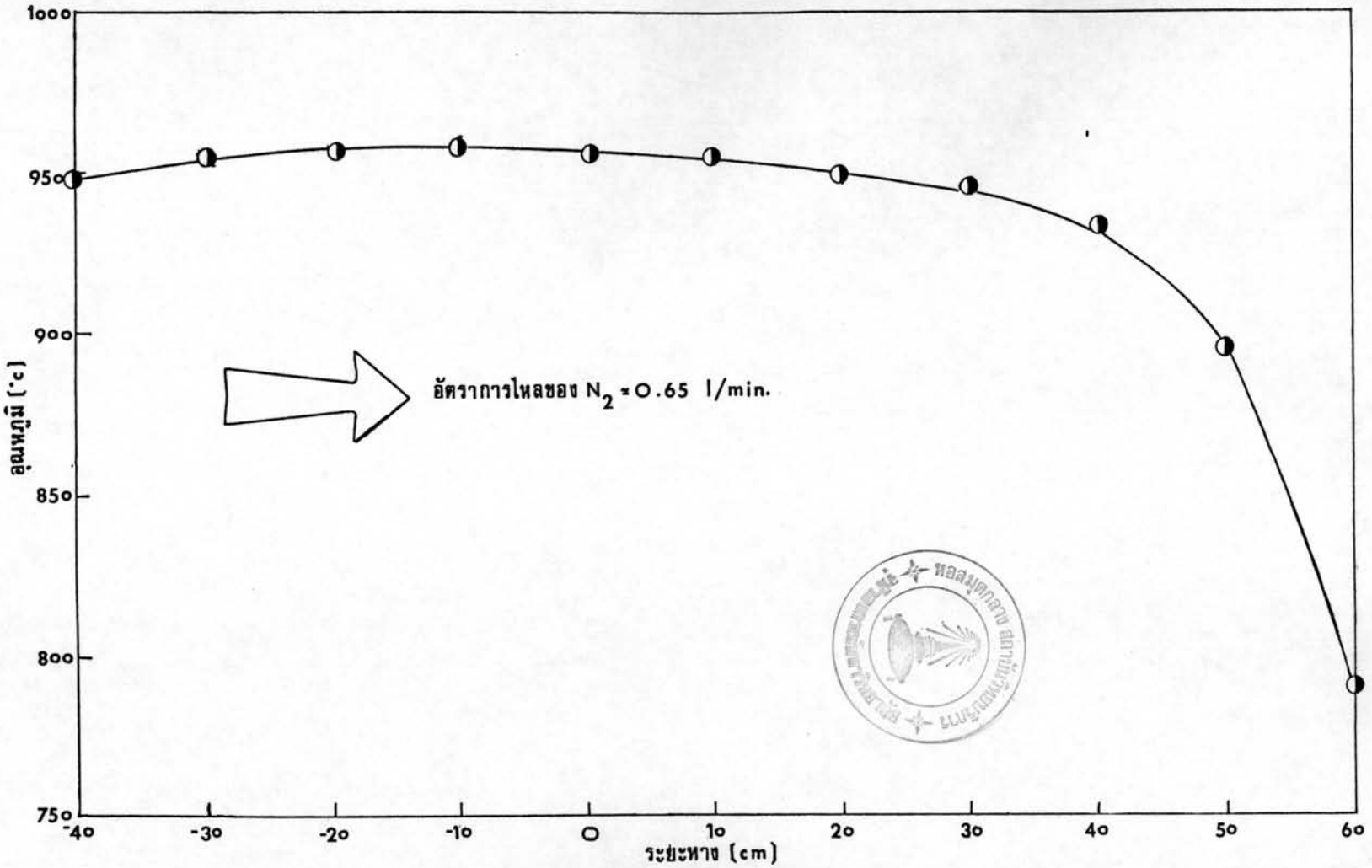
เหตุผลที่เลือกทำการแพร่ซึมที่อุณหภูมิสูง เพราะบอรอนมีความสามารถในการแพร่ซึมต่ำที่อุณหภูมิน้อยกว่า 1,000°ซ. เพราะฉะนั้นต้องกินเวลานานในการแพร่ซึม จึงไม่เป็นการประหยัด ดังนั้นจึงเลือกทำการแพร่ซึมที่อุณหภูมิ 1,000°ซ. และ 1,050°ซ. และที่ไม่เลือกทำการแพร่ซึมที่อุณหภูมิสูงกว่านี้เพราะขีดจำกัดของเตาแพร่ซึมสามารถเพิ่มอุณหภูมิสูงสุดได้ประมาณ 1,100°ซ. ถ้าทำการแพร่ซึมที่อุณหภูมิสูงขึ้น การควบคุมการแกว่งของอุณหภูมิที่แต่ละจุดภายในเตากระทำได้ลำบาก

เมื่อทราบถึงขีดจำกัดของเตาดังกล่าวแล้ว จึงวัด temperature profile ของเตาที่ช่วงอุณหภูมิของการแพร่ซึมเพื่อดูการกระจายของอุณหภูมิภายในเตาว่า ตรงตำแหน่งใดเป็นช่วงที่สามารถวางแว่นผลึกได้ โดยใช้อัตราการไหลของก๊าซเท่ากับเงื่อนไขที่ใช้ในการแพร่ซึมจริง คือ ≈ 1.3 l/min [15,25] ดังแสดง temperature profile ไว้ในรูปที่ 4.2

ส่วนเตาแพร่ซึมของ BN เป็นเตามาตรฐานที่ใช้ในห้องปฏิบัติการวิจัยฯ ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 ซม. จึงไม่มีปัญหาเรื่องขีดจำกัดและการแกว่งของอุณหภูมิในช่วงการแพร่ซึม ดังแสดง temperature profile ในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.2 แสดง temperature profile ของเตาที่ใช้สำหรับแพร่ซึมด้วยตัวเติมสารเจือปน B_2O_3 และ BBr_3

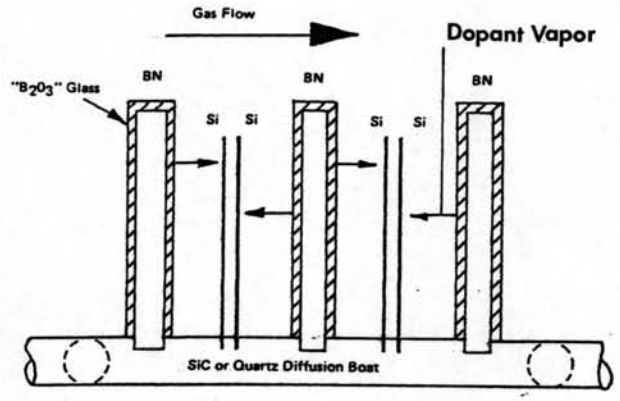


รูปที่ 4.3 แสดง temperature profile ของเตาที่ใช้สำหรับแพร่ฝังด้วยตัวเติมสารเจือปน BN

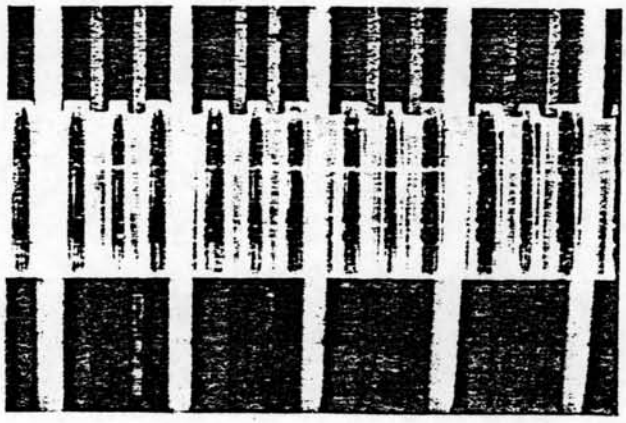
4.2 การ calibrate อัตราการไหลของก๊าซ

การใช้อัตราการไหลของก๊าซในปริมาณเท่าใด ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขการแพร่ซึมและขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเตา

สำหรับกรณี BN ซึ่งแพร่ซึมในเตามาตรฐาน สามารถเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของก๊าซได้ตั้งแต่ 0.5-3 l/min [21] ขึ้นอยู่กับขนาดของเตา โดยทั่วไปการใช้ BN ผลการแพร่ซึมไม่ขึ้นกับ carrier gas (คือ N_2) มากนัก ทั้งนี้เพราะแผ่น BN วางในระยะใกล้และสลับกับแว่นผลึกในลักษณะตั้งฉากกับทิศที่ก๊าซไหลผ่าน ดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูป ก.



รูป ข.

รูปที่ 4.4 แสดงการจัดเรียงของแผ่น BN และแว่นผลึกซิลิกอนในขณะแพร่ซึมซึ่งวางตั้งฉากกับทิศการไหลของก๊าซ [21]

ก. Schematic diagram ข. ภาพถ่าย

การแพร่ซึมด้วย BN ในงานวิจัยนี้เลือกใช้อัตราการไหลของก๊าซ ≈ 0.65 l/min คงที่ตลอดการแพร่ซึม (เท่ากับ 9 มม.ของ flow meter สำหรับ O_2 และเท่ากับ 7 มม.ของ flow meter สำหรับ N_2)

ส่วนการแพร่ซึมด้วย B_2O_3 เนื่องจากใช้วิธี Dipped coat method การไหลของ carrier gas ในที่นี้มีเพียง N_2 อย่างเดียว จึงมีผลน้อยมากต่อระบบแพร่ซึม ในที่นี้ได้ปรับอัตราการไหลของก๊าซ ≈ 0.7 l/min คงที่ตลอด ค่า 0.7 l/min นี้เป็นค่าที่อ่านจาก flow meter โดยหยาบๆ เท่านั้น เพราะ flow meter ถูกออกแบบมาให้อ่านค่าได้ถูกต้องเมื่อใช้อัตราการไหลของก๊าซเกิน 1 l/min

เมื่อตัวเติมสารเจือปนเป็น BBr_3 อัตราการไหลของ carrier gas มีความสำคัญมาก เพราะ carrier gas เป็นตัวพาสารเจือปนมาแพร่ซึมลงบนผิวหน้าแว่นผลึก ซึ่งประกอบด้วย

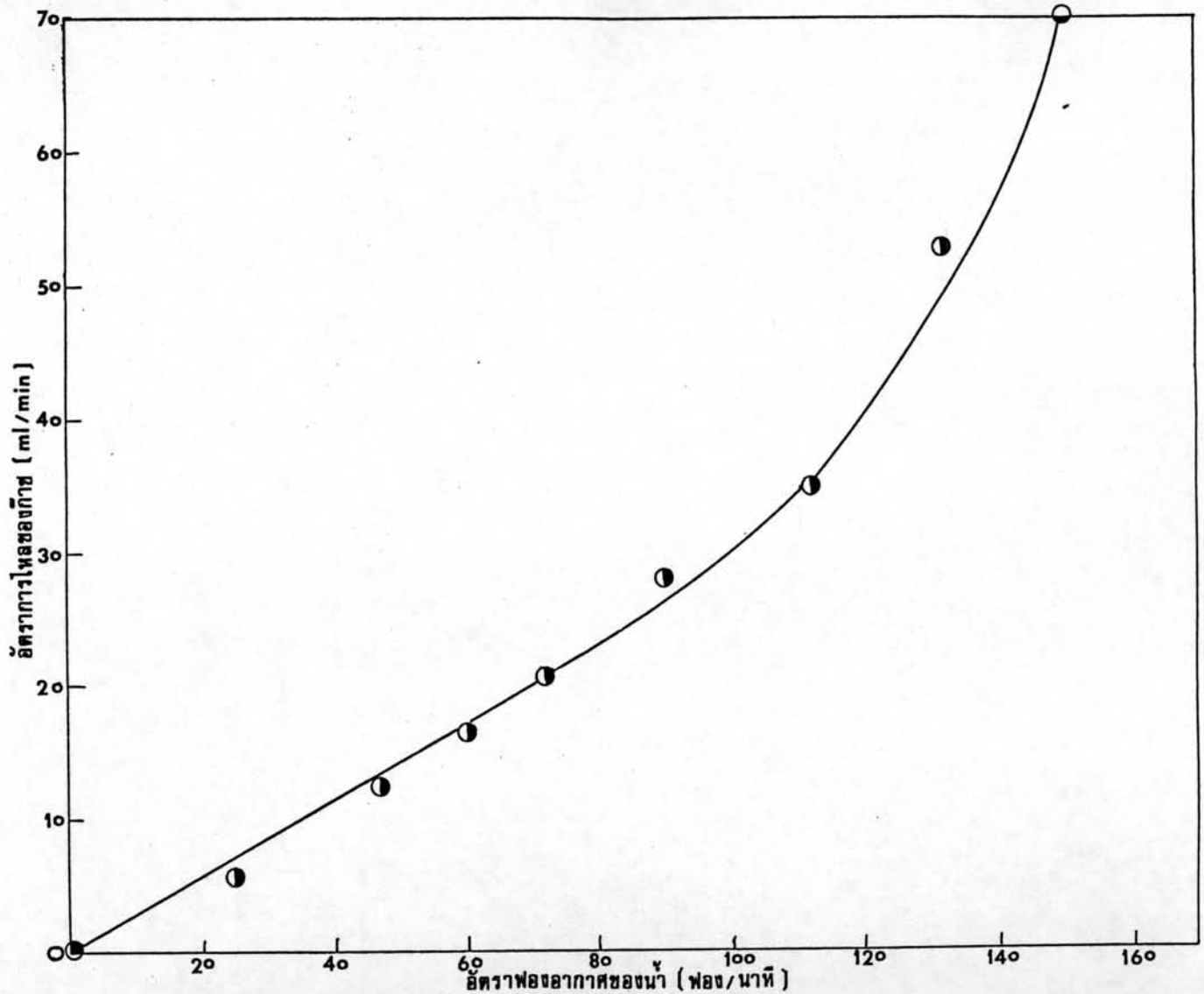
1. Main N_2 ทำหน้าที่เป็นตัวพาตัวเติมสารเจือปนมายังผิวหน้าแว่นผลึก ใช้อัตราการไหลประมาณ 1.3 l/min สำหรับท่อควอทซ์ซึ่งมีขนาด 4 ซม.

ถ้าใช้อัตราการไหลในปริมาณสูง ผลการแพร่ซึมให้ความสม่ำเสมอ ที่ไม่ดีแก่แว่นผลึก

ถ้าใช้อัตราการไหลในปริมาณต่ำ ผลการแพร่ซึมเกิดได้ช้า

2. O_2 ทำหน้าที่รวมกับ BBr_3 เพื่อให้กลายเป็น B_2O_3 จากนั้นจึงแพร่ซึมเข้าไปในซิลิกอน ซึ่งใช้ในปริมาณต่ำมาก คือ ≈ 200 ml/min ค่านี้เป็นค่าที่ต่ำสุดที่สามารถอ่านได้จาก flow meter ที่ใช้ เพราะถ้าใช้ O_2 ปริมาณต่ำกว่านี้ การไหลของ O_2 ผ่าน flow meter จะไม่คงที่ เป็นเหตุให้การใช้ N_2 bubble ผ่าน BBr_3 ต้องมีอัตราการไหลที่สูงกว่าในการทดลองโดยทั่วไป และในการทดลองนี้ได้ตั้งค่า O_2 คงที่ไว้ที่ ≈ 200 ml/min

3. N_2 bubble ผ่าน BBr_3 โดยทั่วไปใช้อัตราการไหลที่ต่ำมากจนไม่สามารถอ่านค่าได้จาก flow meter ดังนั้นจึงต้องใช้วิธีนับฟองอากาศที่แทนที่น้ำ แล้วเทียบเป็นอัตราการไหลของ N_2 ที่ bubble ผ่าน BBr_3 โดยถือว่าความหนาแน่นของ BBr_3 และน้ำมีค่าใกล้เคียงกัน ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลและจำนวนฟองอากาศ/นาที แสดงในรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของก๊าซกับอัตราฟองอากาศ

4.3 สารเจือปนที่ใช้ในการแพร่ซึม

4.3.1 B_2O_3 นำมาผสมกับ Methyl Alcohol ณ อุณหภูมิห้องจนได้สารละลายที่เริ่มอิ่มตัว แล้วทาสารละลายดังกล่าวบนแว่นผลึกก่อนเข้าเตาแพร่ซึม

4.3.2 BBr_3 เนื่องจากสารเจือปนชนิดนี้เป็นของเหลว จึงไม่ต้องเตรียมการใดๆ ก่อนการทดลองแพร่ซึม นอกจากบรรจุลงในภาชนะที่เหมาะสมกับการให้ N_2 bubble ผ่านและพาไอ BBr_3 เข้าสู่ระบบแพร่ซึมได้สะดวก

4.3.3 BN ก่อนนำมาใช้ต้องผ่านกรรมวิธีทำความสะอาด activate และ stabilize ดังแสดงในภาคผนวก ค

4.4 การเลือกแว่นผลึกและทำความสะอาด

เนื่องจากงานวิจัยนี้เป็นการหาเงื่อนไขต่างๆ ของการแพร่ซึม จึงต้องใช้แว่นผลึกขนาดต่างๆ กันเป็นจำนวนมาก ดังนั้นเพื่อความสะดวกและง่ายแก่การนำข้อมูลที่ได้มาใช้เป็นเงื่อนไขในการแพร่ซึมสารเจือปน เพื่อทำเป็นสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำ ซึ่งโดยทั่วไปมักอยู่ในช่วง 0.1 ถึง 10 โอห์ม-ซม. จึงเลือกแว่นผลึกที่มีค่าความต้านทานจำเพาะในช่วงดังกล่าว ถึงกระนั้นหากต้องการใช้แว่นผลึกในช่วงค่าความต้านทานจำเพาะต่ำหรือสูงกว่านี้ ก็ยังสามารถใช้เงื่อนไขที่ทำการทดลองกับแว่นผลึกในช่วง 0.1 ถึง 10 โอห์ม-ซม.มาใช้ได้ ถ้าเงื่อนไขอื่นๆ คือ อุณหภูมิ อัตราการไหลของก๊าซ และทิศของแว่นผลึกที่ใช้ ยังคงเดิม เพียงแต่หาค่าความสามารถในการแพร่ซึมตามเงื่อนไขการทดลองนั้นๆ แล้วนำมาคำนวณย้อนกลับหาเวลาที่ใช้ในการแพร่ซึมสำหรับแว่นผลึกที่มีค่าความต้านทานจำเพาะในแต่ละช่วงที่กำหนด

เหตุผลที่ในการทดลองนี้ไม่ทำการแพร่ซึมสารเจือปนลงบนแว่นผลึกที่มีค่าความต้านทานจำเพาะต่ำ เนื่องจากต้องใช้เวลาในการแพร่ซึมนาน (เพราะต้องให้อะตอมของสารเจือปนเข้าไป compensate กับอะตอมของสารเจือปนชนิดตรงข้ามในแว่นผลึกจนหมดก่อน แล้วจึงเปลี่ยนผิวแว่นผลึกเป็นชั้นที่มีอะตอมสารเจือปนชนิดตรงข้าม) จึงเป็นการสิ้นเปลือง ส่วนแว่นผลึกที่มีค่าความต้านทานจำเพาะสูง สามารถทำการแพร่ซึมได้เร็ว แต่ราคาแว่นผลึกค่อนข้างแพงจึงเหมาะที่นำมาใช้กับการสร้างสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำที่ต้องการคุณสมบัติเฉพาะจริงๆ

ตามเหตุผลที่กล่าวไว้ ทำให้เลือกใช้แว่นผลึกที่มีความต้านทานจำเพาะมีค่า 0.1 ถึง 10 โอห์ม-ซม. และเป็นเศษแว่นผลึกที่หาได้สะดวกในห้องวิจัยฯนี้

สำหรับการทดลองหาความสม่ำเสมอในการแพร่ซึม มีความจำเป็นต้องใช้แว่นผลึกเต็มแผ่น ซึ่งแว่นผลึกช่วงดังกล่าวที่สามารถนำมาเข้าเตาแพร่ซึมที่สร้างขึ้นเองได้ ต้องมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3 ซม. (ถ้าใช้แว่นผลึกแผ่นใหญ่กว่านี้จะเกิดผลของ turbulence flow ขึ้น) ขนาดของแว่นผลึกดังกล่าวที่หาได้ในห้องวิจัยฯมีความต้านทานจำเพาะขนาดเดียว คือ ≃ 0.015 โอห์ม-ซม. จึงต้องใช้แว่นผลึกที่มีค่าความต้านทานจำเพาะนอกเหนือจากที่กำหนดไว้ นอกจากนี้ยังทำให้ทราบว่าแว่นผลึกที่มีค่าความต้านทานจำเพาะต่ำมากต้องใช้เวลาเท่าไรจึงสามารถแพร่ซึมให้สารเจือปนเข้าไปได้

เมื่อเลือกแว่นผลึกได้ตามต้องการจากนั้นนำแว่นผลึกแต่ละชิ้นวัดค่าความหนาเพื่อนำมาใช้ในการประกอบการวัดค่าความต้านทานจำเพาะจากเครื่องวัดโพรบสี่เข็ม model FPP-100 หลังจากที่ทราบค่าความต้านทานจำเพาะของแว่นผลึกทุกชิ้นแล้ว ลำดับต่อมาคือการทำความสะอาดแว่นผลึก โดยมีลำดับขั้นดังแสดงในภาคผนวก ง จากนั้นแว่นผลึกพร้อมที่จะใช้ในการทดลองแพร่ซึม