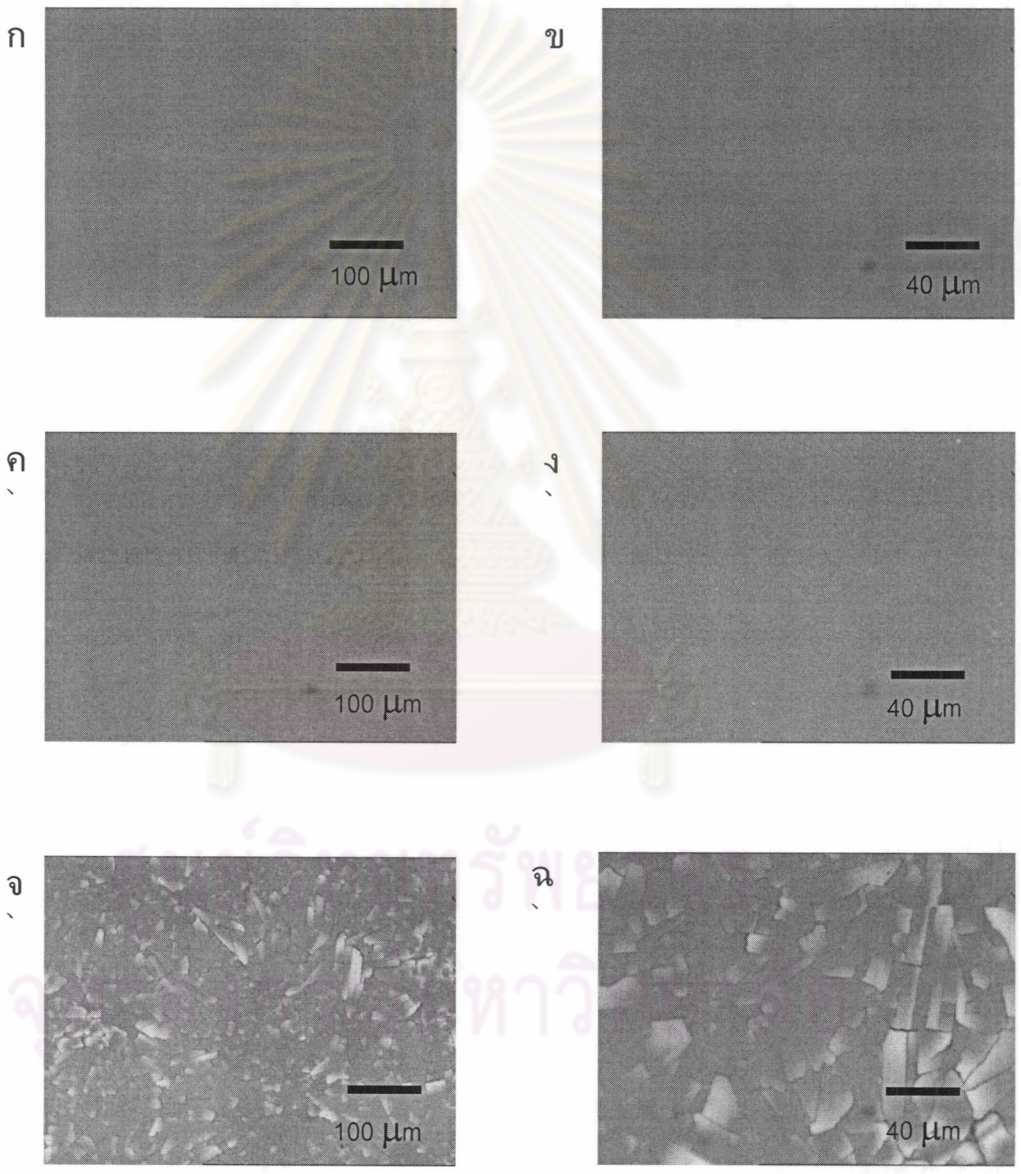
บทที่ 4
ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

4.1 ผลการทดลองและอภิปรายผลการตรวจสอบโครงสร้างระดับจุลภาคของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุด

4.1.1 ผลการตรวจสอบชิ้นงานด้วยจุลทรรศน์แบบแสง

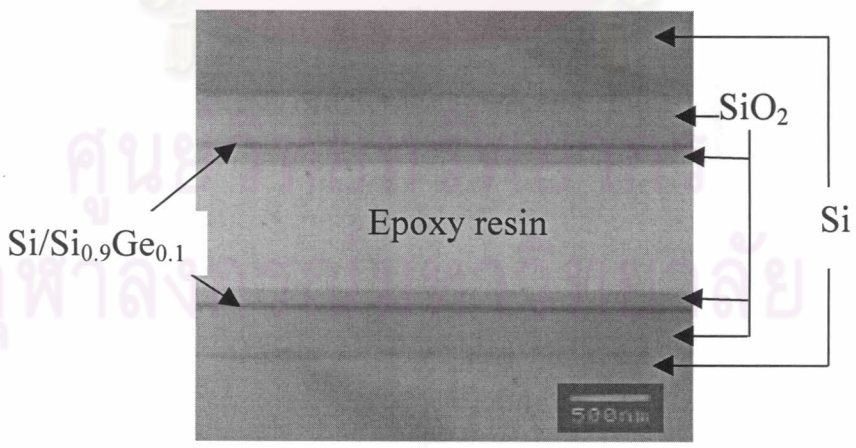


ภาพที่ 4.1แสดงภาพจากจุลทรรศน์แบบแสงแบบ DIC (ก) S001 ที่กำลังขยายต่ำ (ข) S001 ที่กำลังขยายสูง (ค) S002 ที่กำลังขยายต่ำ (ง) S002 ที่กำลังขยาย สูง (จ) S003 ที่กำลังขยายต่ำ (ฉ) S003 ที่กำลังขยายสูง

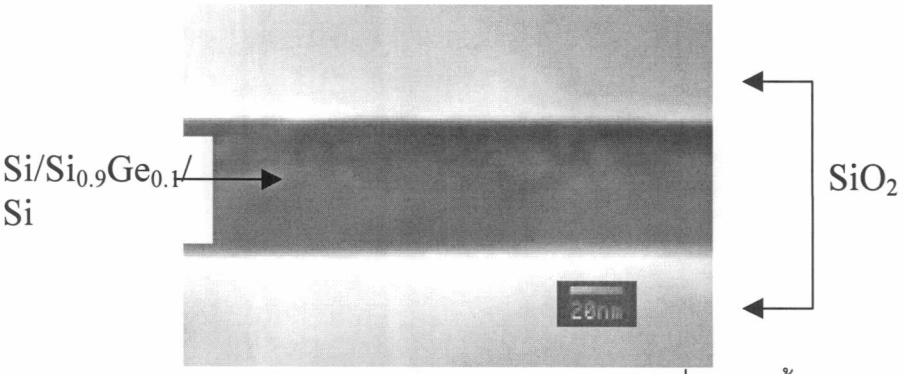
จากผลการตรวจสอบลักษณะการเกิดข้อบกพร่องภายในชิ้นงาน พบว่าลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานเป็นดังภาพที่ 4.1 ชิ้นงาน S001 และ S002 ที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 800 และ 900°C ตามลำดับ มีลักษณะพื้นผิวเรียบ ไม่สังเกตพบข้อบกพร่องแบบดิสโลเคชัน ทั้งที่กำลังขยายต่ำและที่กำลังขยายสูง ชิ้นงาน S003 ซึ่งผ่านการอบแอนนีลที่ 1300°C พบว่าเกิดการโตของเกรน (grain growth) ขึ้น แต่ไม่ปรากฏข้อบกพร่องแบบดิสโลเคชันแบบที่ต้องการที่กำลังขยายต่ำและที่กำลังขยายสูงเช่นเดียวกัน (ภาพที่ 4.1 (จ) และภาพที่ 4.1 (ฉ))

4.1.2 ผลการตรวจสอบชิ้นงานด้วยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

จากผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 800, 900°C และที่ 1300°C ไม่พบข้อบกพร่องภายในชิ้นงานที่ทำการศึกษาแต่อย่างใด ซึ่งในภาพที่ 4.2 แสดงภาพจากจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงให้เห็นว่าการเตรียมตัวอย่างแบบดั้งเดิมไม่สามารถแสดงให้เห็นถึงความแตกต่างระหว่างชั้นซิลิกอนเจอเมเนียมที่ไม่มีสารเจือชนิดพีและแบบที่มีการเจือสารชนิดพีได้ ภาพที่ 4.3 แสดงภาพจากจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่มีการเพิ่มเทคนิคการกัดทางเคมีในขณะเตรียมชิ้นงาน[32] ซึ่งก็ยังไม่แสดงเส้นขอบชั้นที่ชัดเจนระหว่างบริเวณที่ไม่มีการเจือสารและบริเวณที่มีการเจือสารอันน่าจะเป็นผลจากมีค่าความแตกต่างของความเข้มข้นของการเจือสารน้อยมากนั่นเอง



ภาพที่ 4.2 ภาพถ่ายจากจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของโครงสร้างที่ถูกปลูกขึ้นมาของซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุด



ภาพที่ 4.3 ภาพจากจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของโครงสร้างที่ถูกปลูกขึ้นมาสำหรับซิลิกอนเจอเมเนียมสำหรับทรานซิสเตอร์แบบจุดหลังจากโดนกัดด้วยกรด

ซึ่งผลการทดลองที่ได้แสดงให้เห็นว่าความหนาของชั้นฟิล์มไม่เป็นไปตามที่ตั้งสมมุติฐานไว้ ซึ่งน่าจะเกิดจากชั้นของซิลิกอนบางส่วนถูกกัดออกไปตั้งแต่ในขณะที่ทำความสะอาดด้วยวิธี RCA ขณะเตรียมชิ้นงาน นอกจากนี้ยังพบว่าไม่ปรากฏข้อบกพร่องแบบดิสโลเคชัน (misfit dislocation) ขึ้นภายในชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 800, 900 และ 1300 ^{o}C ซึ่งอธิบายได้จากในภาพที่ 2.11 (ก) ซึ่งแสดงหน่วยเซลของซิลิกอนและเจอเมเนียมซึ่งมีค่าคงที่ทางผลึกเท่ากับ 0.5431 และ 0.56573 ตามลำดับ ภายใต้ค่าความหนาวิกฤตเมื่อทำการปลูก $Si_{1-x}Ge_x$ ลงบนซิลิกอน ซิลิกอนเจอเมเนียมที่ได้รับความเครียดจะแสดงค่าความสามารถในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนมากกว่าซิลิกอนธรรมดา ดังที่แสดงไว้ในภาพที่ 2.11 (ข) แต่เมื่ออยู่ในสภาวะที่สูงกว่าค่าความหนาวิกฤต $Si_{1-x}Ge_x$ จะเกิดการรีแลกซ์ (ralax) และเกิดความบกพร่อง (defect) ขึ้นในชิ้นงาน ดังที่ได้แสดงไว้ในภาพที่ 2.11 (ค) ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้เจอเมเนียมในสัดส่วน 10% ซึ่งจะได้เป็น $Si_{0.9}Ge_{0.1}$ นั่นคือชั้นฟิล์มจะอยู่ภายใต้ความเครียด ดังนั้นจะไม่เกิดความบกพร่องขึ้นและมีค่าความสามารถในการเคลื่อนที่สูง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชั้นรอยต่อโลหะ W/Zr/nGaN

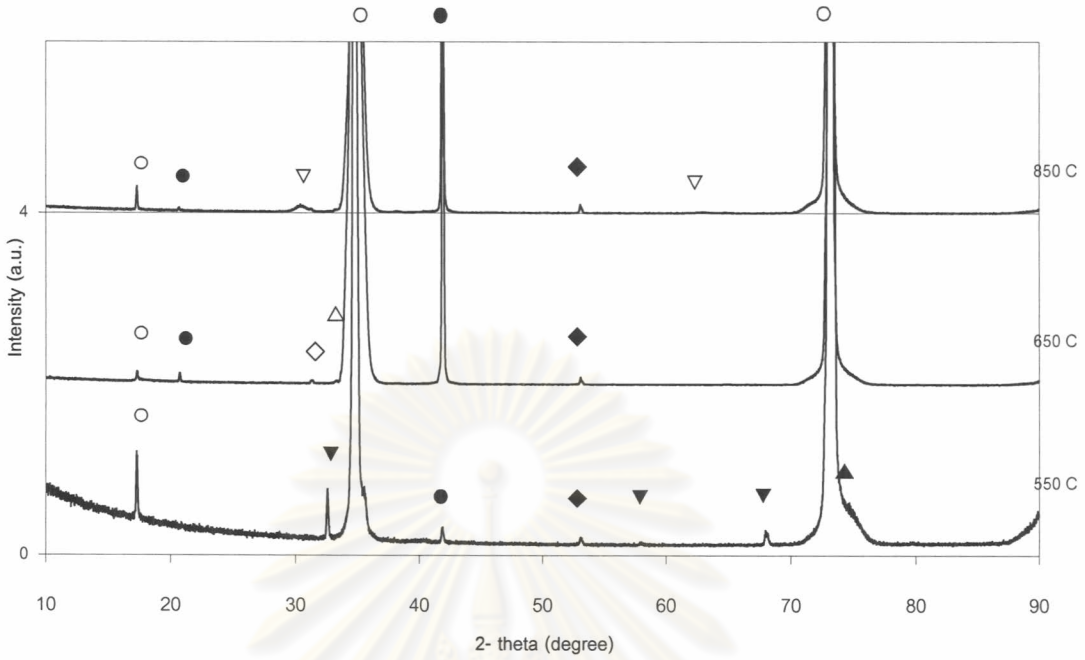
4.2.1 การตรวจสอบรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

ในภาพที่ 4.4 แสดงผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันแบบ θ -2θ ของชิ้นงานรอยต่อชั้นโลหะ W/Zr ที่ผ่านการอบแอนนีลที่สภาวะต่างๆ พบว่าที่ 550°C เกิดชั้นรอยต่อซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างชั้นโลหะ W/Zr และแกเลียมไนไตรด์ โดยพบพีคของแซฟไฟร์ (110) ที่ 2θ=40.33° และ แกเลียมไนไตรด์ที่ 2θ=17.3, 34.88°, 73.23° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 74-0243 นอกจากนี้ยังพบพีคของ WN_2 (006) (การ์ดมาตรฐานเลขที่ 75-0998) ที่ 2θ= 32.57°, Ga_2Zr_3(420) ที่ 2θ=53.08°(การ์ดมาตรฐานเลขที่ 25-1411) , WN_2 (018) ที่ 2θ= 58.48°, WN_2 (113) ที่ 2θ= 68.16° และ Ga_5W_2 (212) ที่ 2θ= 74.82°(การ์ดมาตรฐานเลขที่ 47-1025) ตามลำดับ

สำหรับชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 650°C ผลจากเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันพบว่ามีสารประกอบใหม่เกิดขึ้น ในขณะที่พีคของ WN_2 และ Ga_5W_2 ได้หายไป ซึ่งน่าจะมีผลมาจากการเกิดของสารใหม่มีความเสถียรมากกว่า ซึ่งได้สังเกตพบพีคของ Al_2O_3 (012) ที่ 2θ= 20.68°, Ga_3Zr_5 (002) ที่ 2θ= 31.43°(การ์ดมาตรฐานเลขที่ 12-0082) และ ZrN (111) ที่ 2θ= 33.29°(การ์ดมาตรฐานเลขที่ 74-1217) ตามลำดับ

สำหรับตัวอย่างที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 850°C เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 650°C พบว่าเกิดเฟสของ W_3N_4 (110) ที่ 2θ = 30.453° และ (220) ที่ 2θ= 63.048° (การ์ดมาตรฐานเลขที่ 75-1002) ในขณะที่เฟสของ ZrN ได้หายไป

สำหรับผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันแบบ glancing angle มิได้นำมาประกอบการพิจารณา ทั้งนี้เนื่องจากพบสัญญาณจากชั้นฟิล์มบางน้อยมาก เนื่องจากชิ้นงานมีขนาดเล็กมาก



ภาพที่ 4.4 ผล XRDของW/Zr บนแกเลียมไนไตรด์ชนิดเอ็นที่ผ่านการอบแอนนิลที่ 550°C, 650° และ 850°C (○)GaN,(●) Al_2O_3,(▽) W_3N_4,(▼) WN_2,(△) ZrN,(◆) $Ga_2Zr_{3м}$ (◇) Ga_3Zr_5,(▲) Ga_5W_2

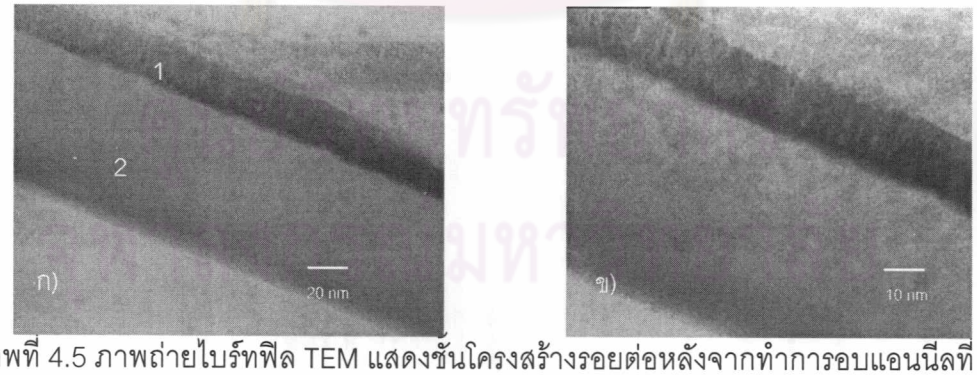
4.2.2 ผลการตรวจสอบรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านร่วมกับเอนเนอร์ยีดิสเพอร์สีฟเอกซเรย์สเปกโทรสโคป

ในภาพที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย TEM แบบตัดขวางของชิ้นงาน W/Zr ที่ผ่านการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที พบว่าเกิดชั้นรอยต่อของปฏิกิริยาเป็นจำนวน 2 ชั้น ดังแสดงในภาพที่ 4.9 และจากผล EDS พบว่า ที่ชั้นบนสุด (ชั้นที่ 1) พบว่ามี W เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ ในขณะที่ในชั้นถัดล่างลงประกอบไปด้วย Zr เป็นองค์ประกอบหลัก จากผลของ XRD ประกอบกับ EDS คาดเดาได้ว่าในชั้นบนสุดของชิ้นงานน่าจะประกอบไปด้วย WN_2 และ Ga_5W_2 ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จาก XRD ในขณะที่ ชั้นถัดลงมาน่าจะประกอบไปด้วย Ga_2Zr_3

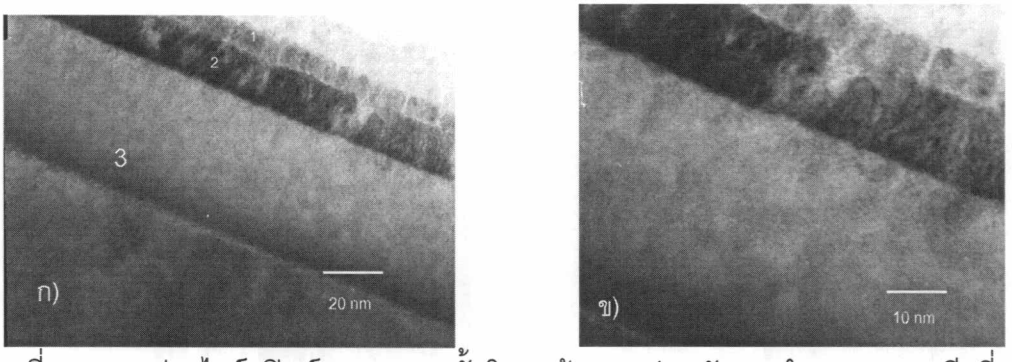
สำหรับชิ้นงานที่การอบแอนนีลที่ 650°C ผลจาก TEM แสดงให้เห็นว่าเกิดชั้นรอยต่อของปฏิกิริยาขึ้นเป็นจำนวน 3 ชั้น ดังแสดงในภาพที่ 4.6 ซึ่งในชั้นบนสุดปรากฏเป็น columna เหมือนกับเกิดการโตของผลึกขึ้นมากจากชั้นล่าง (ชั้นที่2) ในขณะที่ความหนาของชั้นที่ 2 และ 3 ของชิ้นงานมีค่าความหนาเท่ากับชิ้นงานที่ทำการอบแอนนีลที่ 550°C ผลจาก EDS ในภาพที่ 4.10 ชี้ให้

เห็นว่าชั้นที่ 1 และ 2 มี W เป็นองค์ประกอบหลักโดยพบว่าในชั้นบนมีปริมาณของ W มากกว่าในชั้นที่ 2 แต่อย่างไรก็ดี จากผลของ XRD ไม่พบว่ามีเฟสของ W ถูกตรวจพบ ทั้งนี้อาจสืบเนื่องมาจากขีดความสามารถของการวิเคราะห์ด้วย XRD แบบ θ-2θ ไม่สามารถตรวจสอบแสดงเฟสในตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางได้ นอกจากนี้อาจเกิดจากเฟสของ W ในชั้นทั้งสองอยู่ในรูปของ อสัณฐานก็เป็นได้ ผลของ EDS บนชั้นที่ 3 แสดงให้เห็นว่าในชั้นนี้มีปริมาณของ Zr เป็นองค์ประกอบหลักและมี W ปนอยู่บ้าง ซึ่งสอดคล้องกับผลจาก XRD ว่าน่าจะเป็นปฏิกิริยาระหว่าง Zr และ GaN ซึ่งเกิด Ga_3Zr_5, ZrN และ Ga_2Zr_3 ขึ้น

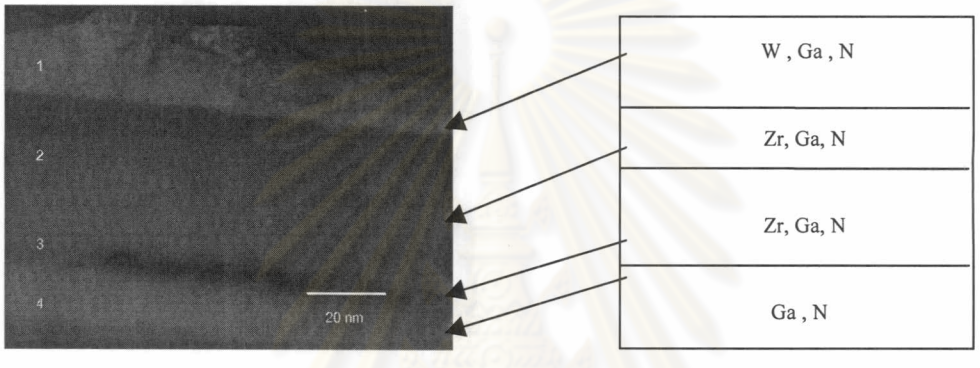
สำหรับชิ้นงานที่ทำการอบแอนนีลที่ 850 °C จะเห็นได้ว่าจากภาพถ่าย TEM ในภาพที่ 4.7 ก แสดงภาพถ่ายไบร์ทฟิลด์ของชิ้นงานแสดงโครงสร้างของชั้นรอยต่อในชิ้นงาน พบว่ารอยต่อมีลักษณะเป็น 4 ชั้น (1, 2, 3, 4) จากการตรวจสอบด้วย EDS ซึ่งแสดงไว้ในภาพที่ 4.11 พบว่าในทุกชั้นตัวอย่าง นอกจาก Cu ซึ่งมาจาก grid และ Ga และ N ซึ่งอาจมาจากชั้นแกเลียมไนไตรด์ แล้วยังพบ สัญญาณของ Cr, Fe และ Co ซึ่งธาตุเหล่านี้คาดว่ามาจากสิ่งเจือปนในห้องที่ใช้ในการสร้างรอยต่อโลหะ โดยในชั้น 1 พบ W เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ ชั้น 2 และชั้น 3 มีองค์ประกอบคล้ายกันคือมี Zr เป็นองค์ประกอบโดยไม่พบสัญญาณจากธาตุ W ส่วนชั้น 4 ไม่พบธาตุอื่นเพิ่มเติม จากผลการทดสอบนี้สามารถบอกได้ว่าชั้น 4 เป็นชั้นของ substrate ขณะที่ชั้น 1 เป็นชั้นที่อาจมีสารประกอบที่ประกอบไปด้วย W และอาจมี Ga และ/หรือ N เป็นส่วนผสม ในขณะที่ชั้น 2 และ 3 เป็นชั้นที่มี Zr และอาจมี Ga และ/หรือ N เป็นส่วนผสม การที่ชั้น 2 และ 3 แสดงธาตุองค์ประกอบที่คล้ายกันแต่ในภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเห็นเป็น 2 ชั้นอาจเป็นผลมาจากการกัดบางด้วยลำไอออนขณะเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง



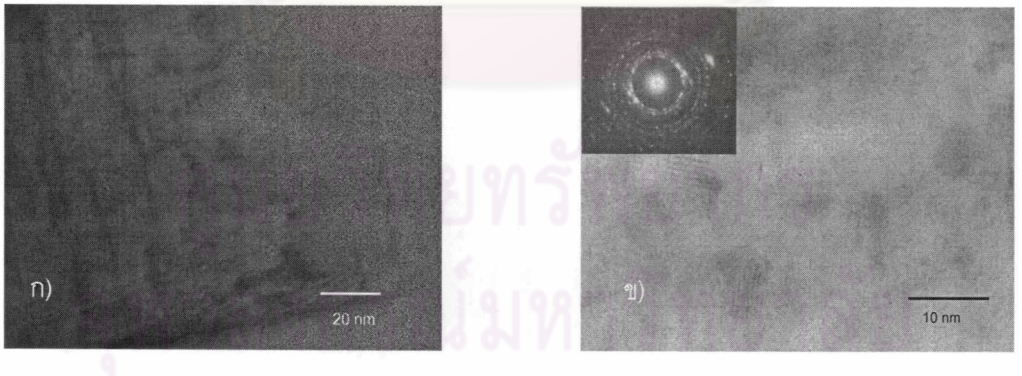
ภาพที่ 4.5 ภาพถ่ายไบร์ทฟิล TEM แสดงชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที เปรียบเทียบกับผลจาก EDS (ก) ที่กำลังขยายต่ำ (ข) ที่กำลังขยายสูง



ภาพที่ 4.6 ภาพถ่ายไบร์ทฟิลด์ TEM แสดงชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 1 นาที (ก) ที่กำลังขยายต่ำ (ข) ที่กำลังขยายสูง

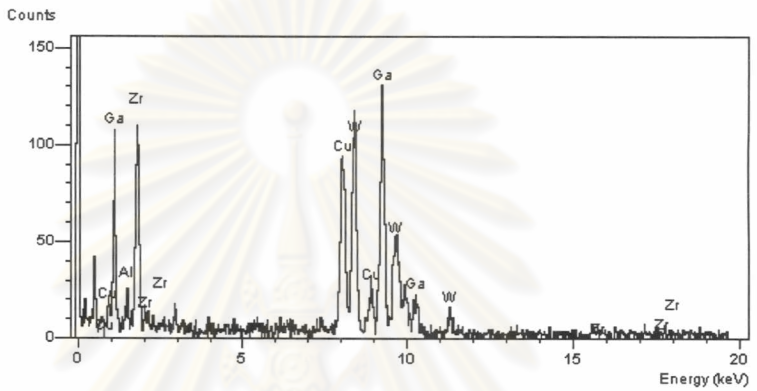


ภาพที่ 4.7 ภาพถ่ายไบร์ทฟิลด์ TEM แสดงชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 1 นาที

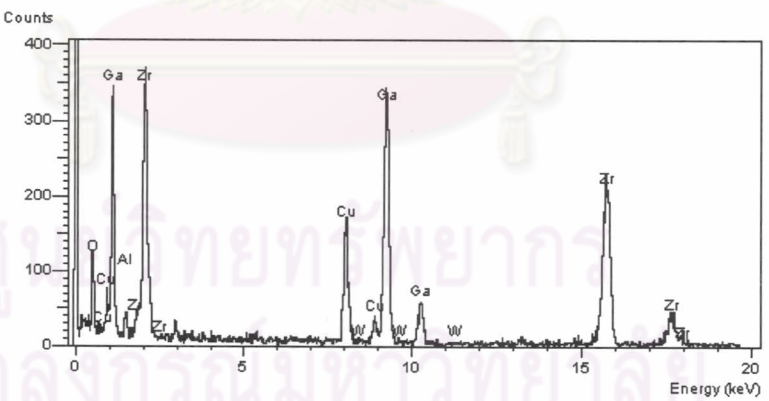


ภาพที่ 4.8 แสดงภาพถ่ายไบร์ทฟิลด์ จากชิ้นงาน W/Zr/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลเป็นเวลา 1 นาที ที่อุณหภูมิ 850°C (ก) แสดงการเกิดดิสโลเคชันในชั้นแกเลียมไนไตรด์ (ข) แสดงเกรนเล็กๆ ภายในชั้น B ซึ่งมีขนาดเล็กกว่า 10 nm

ภาพที่ 4.8 แสดงภาพถ่ายไบร์ทฟิลด์ขยายของชั้นรอยต่อ B (จากภาพที่ 4.7) จะสังเกตเห็นดิสโลเคชั่นในชั้นดังกล่าว (ภาพที่ 4.8(ก)) และเมื่อดูภาพที่มีกำลังขยายสูงขึ้น (ภาพที่ 4.8(ข)) จะเห็นว่าชั้นนี้ประกอบไปด้วยเกรนเล็กๆขนาด < 10 nm ซึ่งสอดคล้องกับผลจาก XRD ซึ่งพบว่ามี peak broadening เกิดขึ้น electron diffraction pattern ซึ่งเป็นลักษณะ ring ย้ำถึงการเป็นพหุผลึกของชั้นของชิ้นงานเกิดขึ้น

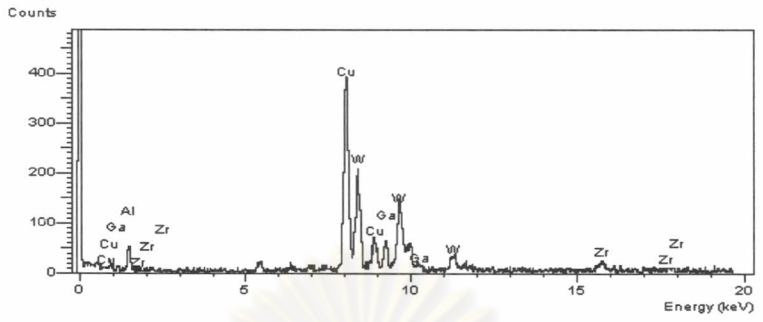


ก)

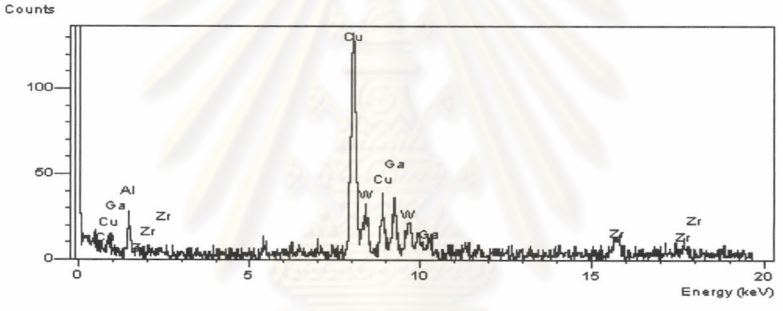


ข)

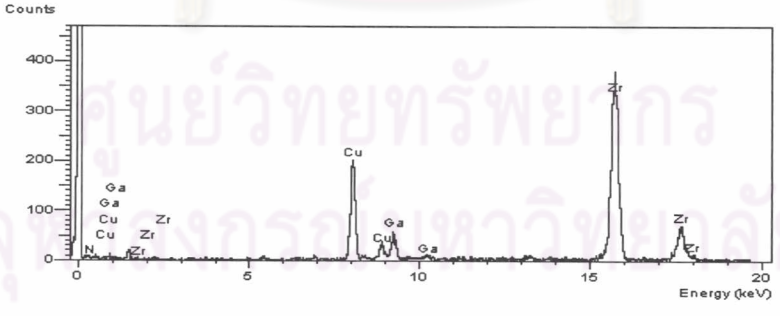
ภาพที่ 4.9 ผล EDS จากชั้นต่างๆของชิ้นงาน W/Zr/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที ที่(ก) บริเวณชั้นที่ 1 (ข) บริเวณชั้นที่ 2 ดังที่แสดงในภาพที่ 4.5



ก)



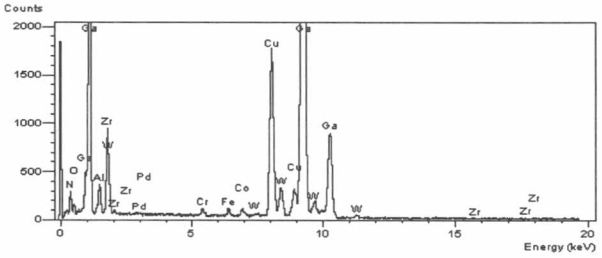
ข)



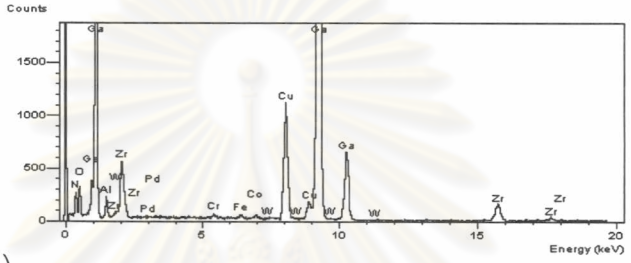
ค)

ภาพที่ 4.10 ผล EDS จากชั้นต่างๆของชิ้นงาน W/Zr/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 1 นาที (ก) บริเวณชั้นที่ 1(ข) บริเวณชั้นที่ 2 และ (ค) บริเวณชั้นที่ 3 (เปรียบเทียบภาพที่ 4.6)

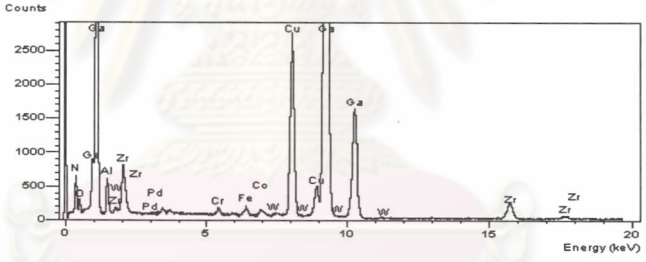
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



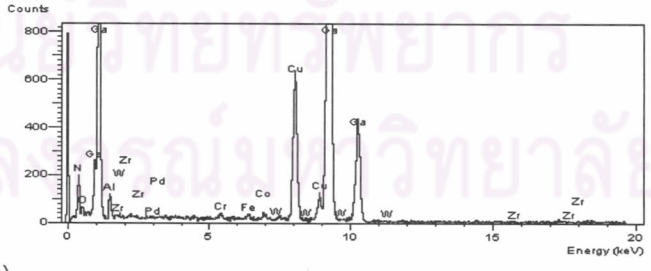
ก)



ข)



ค)



ง)

ภาพที่ 4.11 ผล EDS จากชั้นต่างๆของชิ้นงาน W/Zr/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 1 นาที ที่(ก) บริเวณชั้นที่ 1(ข) บริเวณชั้นที่ 2 (ค) บริเวณชั้นที่ 3 และ (ง) บริเวณ ชั้นที่ 4 (เปรียบเทียบภาพที่ 4.7)

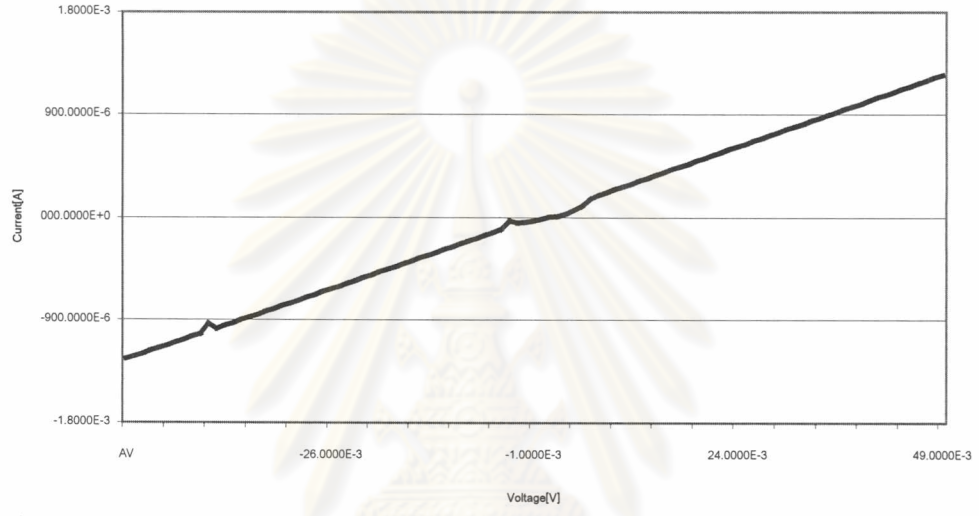
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคชั้นรอยต่อโลหะ W/V/nGaN

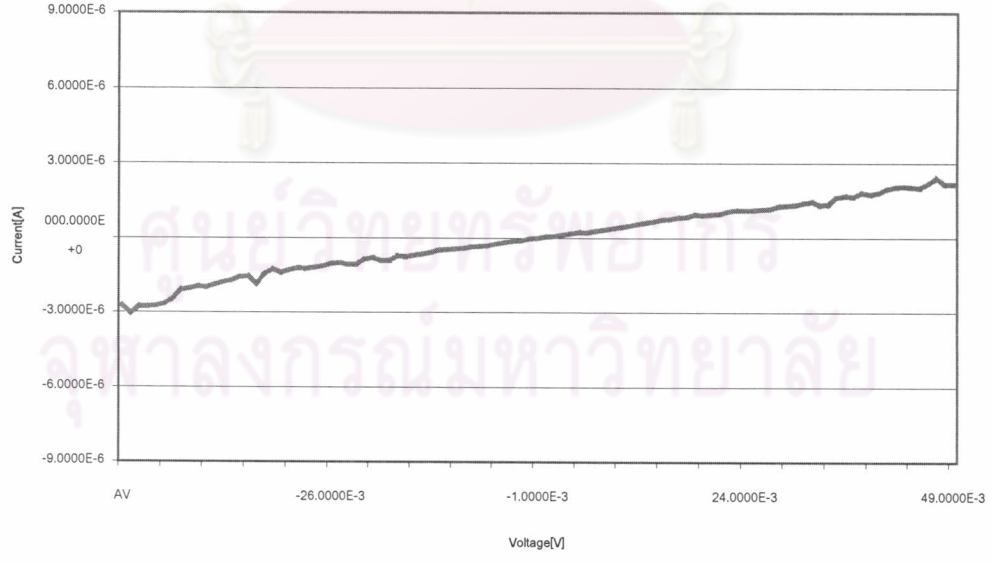
4.3.2 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

(1) การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของชั้นรอยต่อโลหะทังสเตนและเวเนเดียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยใช้เครื่องทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ก)



ข)



ภาพที่4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์และค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นรอยต่อโลหะทังสเตนและเวเนเดียมบนแกเลียมไนไตรด์ที่ผ่านการอบแอนนีล (ก) 550°C (ข) 650°C

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

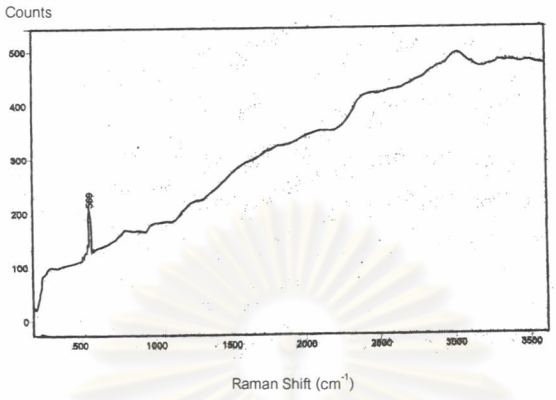
จากภาพที่ 4.18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์และกระแสไฟฟ้าของชั้นรอยต่อโลหะทังสเตนและเวเนเดียมบนแกเลียมไนไตรด์ ที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 550 และ 650°C ซึ่งพบว่า ชั้นฟิล์มบางดังกล่าวมีลักษณะเป็นเส้นตรง (linear) ซึ่งเป็นสมบัติของชั้นรอยต่อแบบโอห์มมิก ซึ่งสังเกตพบว่าค่าความต้านทานจำเพาะ ณ บริเวณรอยต่อโลหะเพิ่มมากขึ้นเมื่อทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิสูงขึ้นจึงเป็นไปได้ว่ามีการเปลี่ยนแปลงของสารประกอบภายในโครงสร้างของชั้นรอยต่อ เมื่อเปรียบเทียบกับผลของ XRD แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิขณะอบแอนนีลมีผลต่อการแพร่เข้าด้านในของโลหะชั้นนอกสุดเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าที่ดี ทั้งนี้ที่อุณหภูมิในการอบแอนนีลที่ 550°C มีความเหมาะสมกับรอยต่อโลหะ W/V

(2)การตรวจสอบเฟสของรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดยวิธี Raman Spectroscopy Analysis

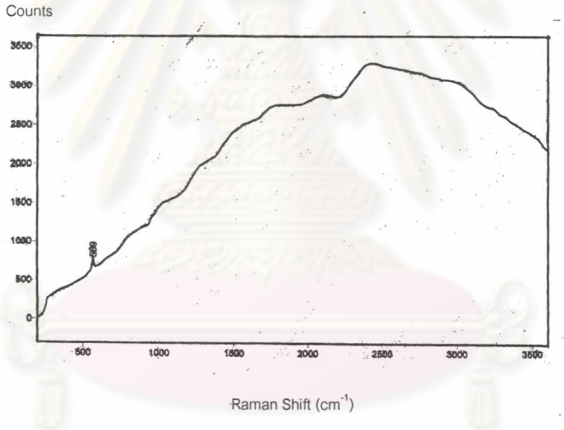
ผลจาก Raman Spectroscopy Analysis พบว่าได้ค่า Raman shift pattern ที่ 569 cm^{-1} ทั้งในชิ้นงาน W/V/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีล ที่อุณหภูมิ 550°C และ 650°C ซึ่งเมื่อนำไปเปรียบเทียบกันค่ามาตรฐาน พบว่าตรงกับเฟสของแกเลียมไนไตรด์ นั่นคือการตรวจสอบเฟสด้วยวิธีนี้ไม่เหมาะสมกับชิ้นงานทั้งนี้มีสาเหตุมาจากข้อจำกัดของเครื่อง Raman Spectroscopy Analysis ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่ใช้ Monochomatic light ส่องกระทบกับวัตถุ ทำให้แสงที่ตกกระทบกับวัตถุมีความถี่เปลี่ยนไป แล้วตรวจสอบว่าความถี่ของแสงที่ตกกระทบนั้นเปลี่ยนแปลงไปเท่าใด ดังนั้นหากสารมีปริมาณน้อยมากจะไม่สามารถตรวจสอบสอบได้ ชิ้นงานที่ทำการทดลองเมื่อนำไปสร้างรอยต่อโลหะซึ่งเป็นชั้นฟิล์มบางจึงมีสัญญาณที่เกิดน้อยมากจนไม่สามารถตรวจสอบได้นั่นเอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ก)



ข)

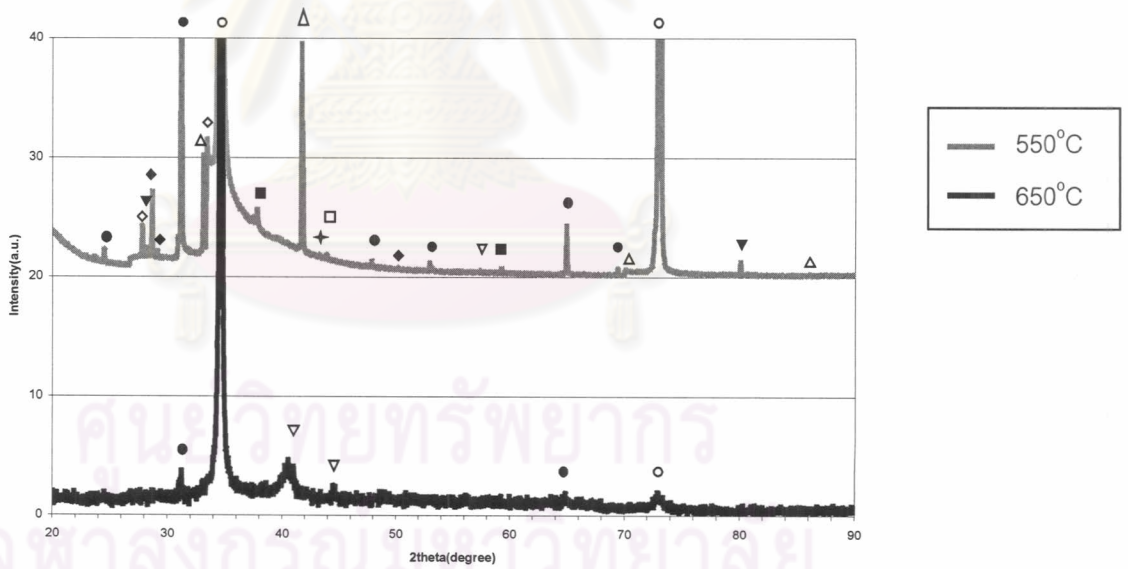


ภาพที่ 4.19 ผล raman imaging microscope ของชิ้นงาน W/V/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลเป็นเวลา 1 นาที (ก) อุณหภูมิ 550°C (ข) อุณหภูมิ 650°C พบเฟสของ GaN เพียงอย่างเดียว

(3)การตรวจสอบรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดย เทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน

ในภาพที่ 4.20 แสดงผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันแบบ θ-2θ ของชิ้นงานรอยต่อชั้นโลหะ W/V ที่ผ่านการอบแอนนีลที่สภาวะต่างๆ พบว่าที่ 550°C เกิดชั้นรอยต่อซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างชั้นโลหะ W/Zr และแกเลียมไนไตรด์ โดยพบพีคของ แกเลียมไนไตรด์ที่ 2θ= 34.64°และ 72.92° สอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 65-3410 นอกจากนี้ยังพบพีคของ $VN_{0.81}$ (201) ที่ 2θ=

24.48 °, $VN_{0.81}$ (220) ที่ 2θ = 31.16 ° ,$VN_{0.81}$ (411) ที่ 2θ = 47.88 ° , $VN_{0.81}$ (323) ที่ 2θ = 52.96 °, $VN_{0.81}$ (404) ที่ 2θ = 64.96 °, $VN_{0.81}$ (006) ที่ 2θ = 69.40 ° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 71-1139 , Ga_7V_6 (220) ที่ 2θ = 27.80 ° , Ga_7V_6 (222) ที่ 2θ = 33.44° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 19-0503, V_2Ga_5 (210) ที่ 2θ = 28.20 ° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 65-1663 , $Ga_{41}V_8$ (024) ที่ 2θ = 28.64 °, $Ga_{41}V_8$ (312) ที่ 2θ = 29.08 °, $Ga_{41}V_8$ (245) ที่ 2θ = 50.16 ° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 65-2153 , Ga_5W_2(001) ที่ 2θ = 33.08 °, Ga_5W_2(410) ที่ 2θ = 41.42 °, Ga_5W_2(630) ที่ 2θ = 70.16 °, Ga_5W_2(641) ที่ 2θ = 86.00° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 47-1025, $VN_{0.2}$ (110) ที่ 2θ = 43.28 ° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 08-0380, VN (200) ที่ 2θ = 43.88 ° ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 65-4307, $V_{16}N_{1.5}$(211) ที่ 2θ = 37.84 °, $V_{16}N_{1.5}$ (440) ที่ 2θ = 59.24°ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 71-1230 และ Ga_5V_6(312) ที่ 2θ = 57.40 °ซึ่งสอดคล้องกับการ์ดมาตรฐานเลขที่ 65-5680



ภาพที่ 4.20 ผล XRDของW/Zr บนแกเลียมไนไตรด์ชนิดเอ็นที่อบแอนนีลที่ 550°C และ 650°C

เมื่อ (O) GaN, (●) $VN_{0.81}$, (◇) Ga_7V_6, (▼) V_2Ga_5,(◆) $Ga_{41}V_8$,

(△) Ga_5W_2, (✧) $VN_{0.2}$, (□) VN, (▽) Ga_5V_6, (■) $V_{16}N_{1.5}$

สำหรับชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 650°C ผลจากเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันพบว่านอกจากพีคของแกเลียมไนไตรด์แล้ว เฟสของสารประกอบอื่นๆ ได้หายไปยกเว้น Ga_5V_6 และ $VN_{.81}$ น่าจะมีผลมาจากการเกิดของสารเดิมอยู่ในสภาวะที่ไม่เสถียรมากพอ ณ อุณหภูมิดังกล่าว ซึ่งสังเกตพบเพียงพีคของ Ga_5V_6 (301) ที่ $2\theta = 44.52^{\circ}$, $VN_{0.81}$ (404) ที่ $2\theta = 64.76^{\circ}$ และ $VN_{0.81}$ (202) ที่ $2\theta = 31.16^{\circ}$

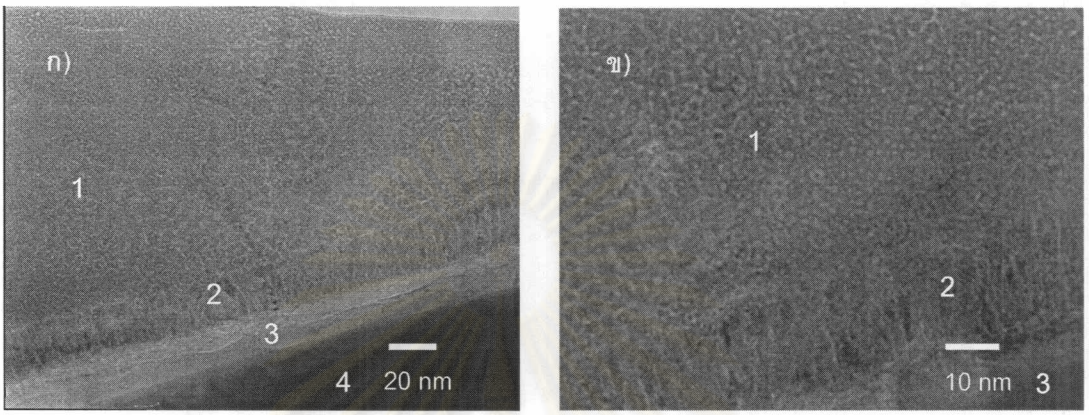
(4) ผลการตรวจสอบรอยต่อโลหะทังสเตนและเซอร์โคเนียมบนแกเลียมไนไตรด์โดย จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านร่วมกับเอนเนอร์ยีดิสเพอร์สีฟเอกซเรย์สเปกโทรสโคป

(4.1) การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน (morphology)

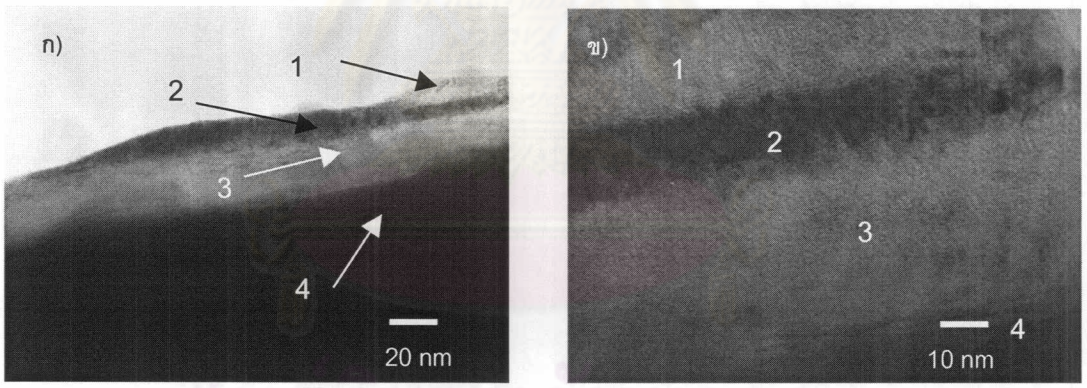
ชิ้นงานที่ทำการอบแอนนีลที่ 550°C จะเห็นได้ว่าจากภาพถ่าย TEM ในภาพที่ 4.21 แสดงภาพถ่ายไบร์ทฟิลด์ของชิ้นงานแสดงโครงสร้างของชั้นรอยต่อในชิ้นงาน พบว่ารอยต่อมีลักษณะเป็น 4 ชั้น (1, 2, 3, 4) จากการตรวจสอบด้วย EDS ซึ่งแสดงไว้ในภาพที่ 4.23 พบว่าในทุกชั้นตัวอย่าง นอกจาก Cu ซึ่งมาจากแผ่นวางชิ้นงาน (grid) และ Ga และ N ซึ่งอาจมาจากชั้นแกเลียมไนไตรด์ แล้วยังพบ สัญญาณของ O ซึ่งธาตุนี้คาดว่ามาจากสิ่งเจือปนในแชมเบอร์ที่ใช้ในการสร้างรอยต่อโลหะ โดยในชั้น 1 และชั้น 2 มีองค์ประกอบคล้ายกันคือพบ W เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ แต่ในชั้นที่ 1 จะมีปริมาณของ W มากกว่าในชั้นที่ 2 ส่วนในชั้น 3 มี V เป็นองค์ประกอบหลักโดยพบสัญญาณจากธาตุ W เพียงเล็กน้อย ส่วนชั้น 4 ไม่พบธาตุอื่นเพิ่มเติม พบเพียง Ga และ N จากผลการทดสอบนี้สามารถบอกได้ว่าชั้น 4 เป็นชั้นของแกเลียมไนไตรด์ ขณะที่ชั้น 1 และ 2 เป็นชั้นที่อาจมีสารประกอบที่ประกอบไปด้วย W และอาจมี Ga, N หรือ V เป็นส่วนผสม ในขณะที่ชั้น 3 เป็นชั้นที่มี V และอาจมี Ga และ/หรือ N เป็นส่วนผสม ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนจะสามารถทราบถึงสารประกอบที่เกิดขึ้นได้ เมื่อเปรียบเทียบผลกับ XRD คาดว่าในชั้นบนสุดของชิ้นงานน่าจะประกอบไปด้วย Ga_5W_2 ส่วนในชั้นที่ 2 จะประกอบไปด้วย, Ga_5W_2 แต่จะมี $V_{16}N_{1.5}$, Ga_5V_6 $VN_{.81}$, Ga_7V_6, V_2Ga_5, $Ga_{41}V_8$, $VN_{0.2}$ และ VN ร่วมอยู่ด้วย ส่วนในชั้นที่ 3 จะประกอบไปด้วย $V_{16}N_{1.5}$, Ga_5V_6 $VN_{.81}$, Ga_7V_6, V_2Ga_5, $Ga_{41}V_8$,$VN_{0.2}$ และ VN

ในชิ้นงานที่ทำการอบแอนนีลที่ 650°C พบว่าสังเกตเห็นเป็นชั้นรอยต่อ 4 ชั้นเช่นเดียวกันกับในชิ้นงานที่ทำการอบแอนนีลที่ 550°C แต่ความหนาของชั้นรอยต่อไม่สม่ำเสมอ สำหรับผลจาก EDS ในภาพที่ 4.24 ชี้ให้เห็นว่าชั้นที่ 1 และ 2 มี W เป็นองค์ประกอบหลักโดยพบว่าในชั้นบนมีปริมาณของ W มากกว่าในชั้นที่ 2 ผลของ EDS บนชั้นที่ 3 แสดงให้เห็นว่าในชั้นนี้มีปริมาณของ V เป็นองค์ประกอบหลักและมี W ปนอยู่บ้าง เมื่อเปรียบเทียบกับผล XRD ซึ่งตรวจไม่พบเฟส

ของ W นอกจากนี้อาจเกิดจากเฟสของ W ในชั้นทั้งสองอยู่ในรูปของอสัณฐาน ในขณะที่ในชั้นที่ 3 จะมี Ga_5V_6 และ $VN_{.81}$ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนจะสามารถทราบถึงสารประกอบที่เกิดขึ้นได้ต่อไป



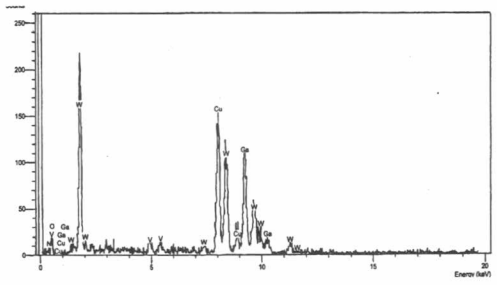
ภาพที่ 4.21 ภาพถ่ายไบร์ทฟิล TEM แสดงชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที ก) กำลังขยายต่ำ ข) กำลังขยายสูง (เปรียบเทียบ EDS ในภาพที่ 4.23)



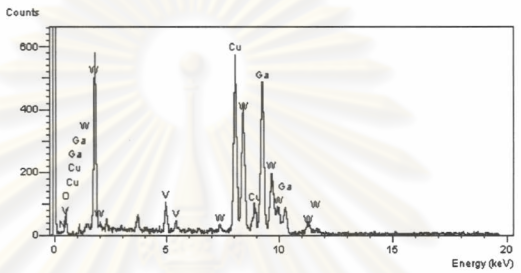
ภาพที่ 4.22 ภาพถ่ายไบร์ทฟิล TEM แสดงชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 1 นาที ก) กำลังขยายต่ำ ข) กำลังขยายสูง (เปรียบเทียบ EDS ในภาพที่ 4.24)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

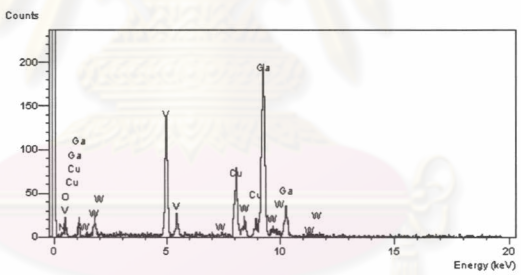
ก)



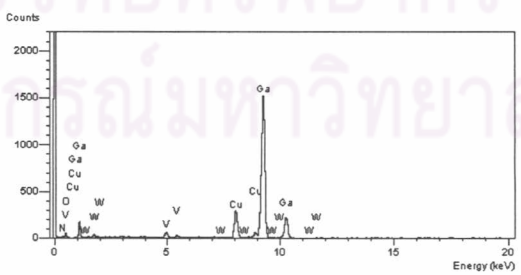
ข)



ค)



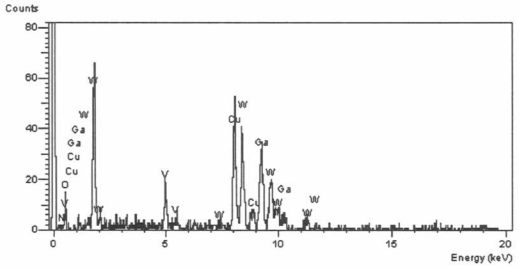
ง)



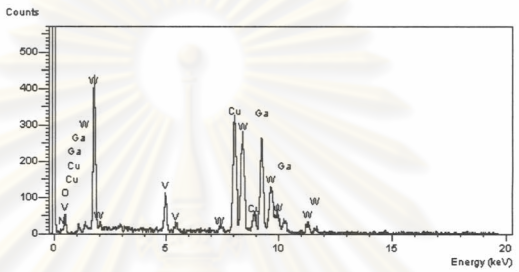
ภาพที่ 4.23 ผล EDS จากชั้นต่างๆของชิ้นงาน W/V/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที (ก) บริเวณชั้นที่ 1(ข) บริเวณชั้นที่ 2 (ค) บริเวณชั้นที่ (ง) บริเวณชั้นที่ 4 (เปรียบเทียบภาพที่ 4.21)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

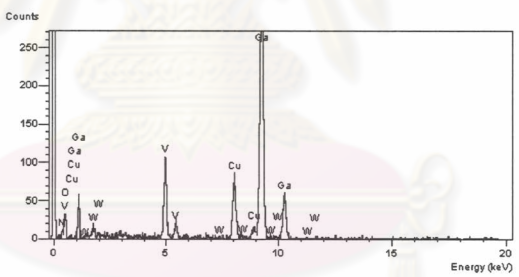
ก)



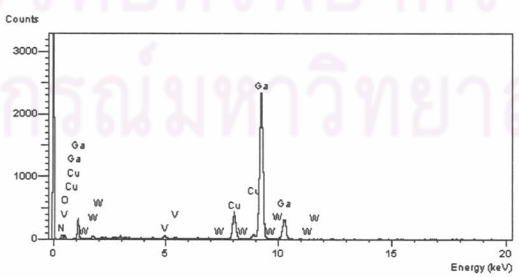
ข)



ค)



ง)



ภาพที่ 4.24 ผล EDS จากชั้นต่างๆของชิ้นงาน W/V/nGaN ที่ผ่านการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 1 นาที (ก) บริเวณชั้นที่ 1(ข) บริเวณชั้นที่ 2 (ค) บริเวณชั้นที่ (ง) บริเวณชั้นที่ 4 (เปรียบเทียบภาพที่ 4.22)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

(4.2) การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

จากรูปภาพที่ 4.23 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 550°C พบว่าได้เป็นพหุผลึก โดยที่ในชั้นที่ 3 ซึ่งแสดงในภาพที่ 4.23 (ค) (เปรียบเทียบกับภาพที่ 4.1 (ก) จะปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนคล้ายคลึงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จากการเลือกบริเวณทั้งหมดของชิ้นงาน (ภาพที่ 4.23 (ง)) นั่นคือในชั้นที่มีการปลูกผลึกสาร V ลงไป จะเกิดสาร ประกอบขึ้นมากที่สุด ในขณะที่ในชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 650°C พบว่าปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนน้อยกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จาก XRD วิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวัดระยะระหว่างระนาบ (d-spacing) โดยใช้สูตร

$$Rd_{hkl} = \lambda L \qquad (5.1)$$

โดย R คือ ระยะห่างจากจุดศูนย์กลาง (000) ถึงจุดหรือวง (hkl)

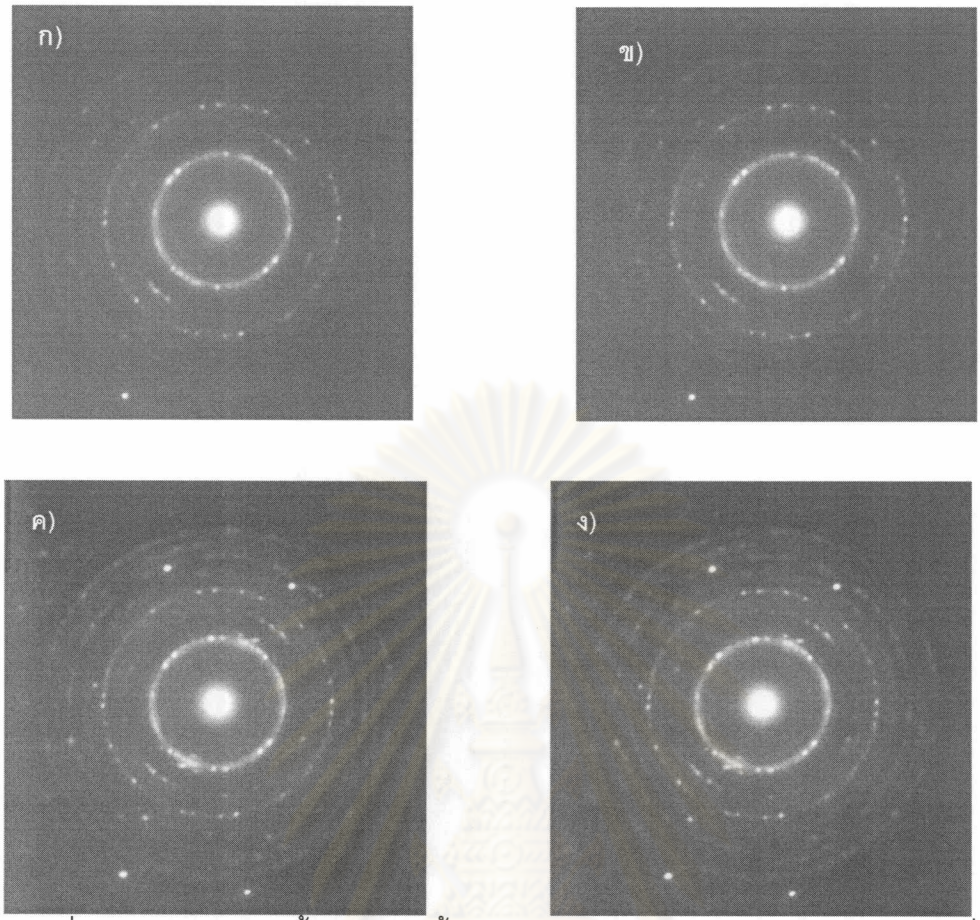
d_{hkl} คือ ค่า d-spacing ของระนาบ (hkl)

λ คือ ความยาวคลื่นของอิเล็กตรอน (= 0.0251 อังสตรอม สำหรับที่ความต่างศักย์ 200 กิโลโวลต์)

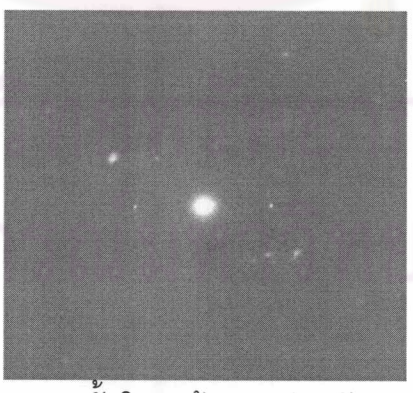
L คือ ระยะห่างระหว่างตัวอย่างกับฟิล์มบันทึกภาพ (camera length ในที่นี้ ใช้ที่ 80 เซนติเมตร)

เมื่อเทียบกับค่า d –spacing ในชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 550°C แล้วพบว่าเกิดสารประกอบ $V_{16}N_{1.5}$, $VN_{0.81}$ และ Ga_7V_6 โดยในชั้นที่ 2 พบเกิดสารประกอบของ Ga_7V_6 และในชั้นที่ 3 เกิด $V_{16}N_{1.5}$, $VN_{0.81}$, Ga_7V_6 ซึ่งสอดคล้องกับผลจาก XRD และ EDS ส่วนในชิ้นงานที่ผ่านการอบแอนนีลที่ 650°C แล้วพบเพียงสารประกอบ Ga_7V_6 (แสดงรายละเอียดไว้ในภาคผนวก ค) ซึ่งสอดคล้องกับผลกับผลจาก XRD และ EDS

นั่นคือจากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า N มีการแพร่ไปสู่ชั้นรอยต่อโลหะ อาจเกิดเป็น N vacancy ขึ้น ส่งผลให้ชิ้นงานมีสมบัติเป็นรอยต่อโอห์มมิก



ภาพที่ 4.25 ภาพถ่ายจุดเลี้ยวเบนของชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที ก) บริเวณชั้นที่ 1และ 2 (ข) บริเวณชั้นที่ 2 และ 3 (ค) บริเวณชั้นที่ 3 และ 4 (ง) ชั้นที่ 1,2,3 และ 4



ภาพที่ 4.26 ภาพถ่ายจุดเลี้ยวเบนของชั้นโครงสร้างรอยต่อหลังจากทำการอบแอนนีลที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 นาที บริเวณชั้นที่ 1, 2, 3 และ 4