



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ	การสร้างและศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงแวนเดอร์วาลส์ที่ประกอบจาก โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ Fabrication and characterization of van der Waals materials based on MoS ₂	
ชื่อนิสิต	นางสาวปฐมพร ชายเขา	เลขประจำตัว 6033421723
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
ปีการศึกษา	2563	

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หัวข้อโครงการ	การสร้างและศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงแว่นเตอร์วาลส์ที่ประกอบจาก โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์
ชื่อนิสิต	นางสาวปฐมพร ชายเขา
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธิตี เตชชนพัฒน์
ภาควิชา	ฟิสิกส์
ปีการศึกษา	2563

โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ คณะ
วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ภาควิชาฟิสิกส์ ปีการศึกษา 2563

คณะกรรมการได้ตรวจรับรองรายงานฉบับนี้แล้ว
Noravit Kuchant ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นรวิรี กาญจนวัตติ)

อรพน เอกชาหวง กรรมการสอบ
(อาจารย์ ดร.อรพนพ เอกชาหวงค์)

ธิตี เตชชนพัฒน์ อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธิตี เตชชนพัฒน์)

หัวข้อโครงการ	การสร้างและศึกษาลักษณะของวัสดุเชิงแวนเดอร์วาลส์ที่ประกอบจาก โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์
ชื่อนิสิต	นางสาวปฐมพร ชายเขา
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธิตี เตชธนะวัฒน์
ภาควิชา	ฟิสิกส์
ปีการศึกษา	2563

บทคัดย่อ

โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เป็นวัสดุสองมิติจำพวกโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์ ซึ่งมีคุณสมบัติคือทนทาน แข็งแรง และยืดหยุ่นได้ดีแต่ยังคงมีขนาดเล็ก มีค่าช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงกันประมาณ 1.8 eV ซึ่งถือว่าสูงมากเมื่อเทียบกับวัสดุสองมิติอื่น จึงมักจะเป็นตัวเลือกหนึ่งที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อใช้ประโยชน์ทั้งในด้านการแปลงพลังงานและการกักเก็บพลังงาน รวมถึงการใช้งานในพวกรูปลูก่ออิเล็กทรอนิกส์และอุปกรณ์เชิงแสง นอกจากนี้ การนำโครงสร้างที่แตกต่างกันของวัสดุสองมิติมาวางซ้อนกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์อาจจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติบางประการได้ ในงานวิจัยนี้จะทำการสร้างและศึกษาลักษณะของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่มีแรงแวนเดอร์วาลส์มากเกี่ยวข้องกับช่องสองประการ ประการแรกคือศึกษาสเปกตรัมรามานของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่ซ้อนกันสองชั้นด้วยมุมบิดเล็กๆ เปรียบเทียบกับแบบหนึ่งชั้นและสองชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ ผลที่ได้คือ ค่าพิกสูงสุดทั้งสองพิกและระยะห่างระหว่างพิกของแบบที่ซ้อนกันด้วยมุมบิดจะมีค่าอยู่ระหว่างโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่เป็นแบบหนึ่งชั้นกับสองชั้น และความเข้มได้จากสองชั้นแบบมุมบิดมีค่าน้อยกว่าที่เป็นสองชั้นปกติแค่เล็กน้อยแสดงให้เห็นว่าถึงแม้จะมีสองชั้นเหมือนกันแต่การปรับเปลี่ยนมุมจะปรับเปลี่ยนรูปแบบลวดลาย (Moiré pattern) ซึ่งจะส่งผลกระทบต่อสมบัติบางประการเปลี่ยนแปลงไป ประการที่สองคือศึกษาค่าทางไฟฟ้าของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่อยู่บนเฮกซะโกนอลโบรอนไนไตรด์ โดยสร้างเป็นทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้าแล้วจึงนำไปวัดค่าทางไฟฟ้า ซึ่งค่า mobility ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์สามารถวัดได้ประมาณ $2.25 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ ที่อุณหภูมิห้อง

Title	Fabrication and characterization of van der Waals materials based on MoS ₂
Name	Pathomphon Chaikhao
Advisor	Asst. Prof. Dr. Thiti Taychatanapat
Major	Physics
Academic year	2563

Abstract

Molybdenum disulfide (MoS₂) is one of the most studied 2D material from family of transition metal dichalcogenides (TMDs). It possesses many fascinating properties such as its high transparency, super strong, durable, flexible, and super thin. Monolayer MoS₂ is a semiconductor with a direct bandgap of 1.8 eV very high compared to other semiconducting 2D materials. All of the aforementioned properties are essential for many applications, such as energy conversion and storage, wearable electronics and optoelectronics. In addition, stacking of 2D materials to create van der Waals heterostructure especially the stacking of two single-layer flakes of MoS₂ may be able to provide new functionalities. In this thesis, we attempt to fabricate and study two type of 2D van der Waals heterostructure based on MoS₂. First, Raman spectrum of twisted bilayer (tMoS₂) is fabricated using pick-up technique and its Raman spectrum is investigated. The peak frequency difference between the two Raman modes of tMoS₂ has a value between single- and bi-layer MoS₂ and the peak intensity of tMoS₂ is lower than that of bilayer MoS₂. This indicates that the tMoS₂ has different characteristics from its single- and bi-layer counterparts. Second, we fabricated field effect transistor from single layer MoS₂/BN van der Waals heterostructure. We measure two-probe electrical conductivity and a function of mobility and find mobility of 2.25 cm²V⁻¹s⁻¹ at room temperature.

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยฉบับนี้สำเร็จผลลุล่วงไปด้วยดีเนื่องจากผู้ทำวิจัยได้รับความช่วยเหลือ ดูแลเอาใจใส่เป็นอย่างดีจากหลายๆฝ่าย โดยเฉพาะอย่างยิ่งอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการวิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธิติ เตชชนพัฒน์ ที่ให้การแนะนำ คำปรึกษา ติดตามความก้าวหน้าของการดำเนินงานการวิจัยและให้ข้อเสนอแนะเพื่อให้มีทักษะในการวิจัยเพิ่มขึ้น ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆมาโดยตลอด ผู้ทำวิจัยขอขอบพระคุณความกรุณาของอาจารย์ที่ปรึกษาเป็นอย่างสูง

ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. โศจิพงศ์ ฉัตรภรณ์ อาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ใช้สถานที่และเครื่องมือทำการทดลองต่างๆ

ขอขอบคุณนายอิลเลียส คลานูรักษ์ รุ่นพี่ปริญญาโท ภาควิชาฟิสิกส์ ที่ให้คำแนะนำ เป็นที่ปรึกษา คอยฝึกสอนอย่างใส่ใจในการสอนทุกขั้นตอน เมื่อเจอปัญหาหมักจะได้รับการช่วยเหลือมาโดยตลอด

ขอขอบคุณนายธีรโชติ ภากรโชติ รุ่นพี่ปริญญาเอก ภาควิชาฟิสิกส์ ที่คอยให้ความช่วยเหลือในการใช้เครื่องวัดสเปกตรัมราม และคอยตอบคำถามข้อสงสัยต่างๆเสมอมา

ขอขอบคุณคณาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่านที่ให้ความรู้ คำแนะ ฝึกให้มีกระบวนการคิดและสามารถแก้ปัญหาได้

ขอขอบคุณรุ่นพี่ และเพื่อนๆ ภาควิชาฟิสิกส์ที่ได้ให้คำแนะนำและช่วยเหลือมาโดยตลอด ทำให้เมื่อเจอปัญหาแต่ละครั้ง ผู้ทำวิจัยสามารถผ่านมันไปได้

ขอขอบคุณทุกคนในครอบครัว ที่คอยส่งกำลังใจมาให้เสมอ รวมทั้งสนับสนุนเรื่องการใช้ชีวิตในรั้วมหาลัย

นางสาวปฐมพร ชายเขา

นิสิตผู้รับผิดชอบโครงการ

สารบัญ

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ii
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	iii
กิตติกรรมประกาศ.....	iv
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 โครงสร้างผลึกของโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์ และโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์.....	3
2.2 การวางซ้อนกัน (Stacking).....	4
2.3 Electronic band structure.....	6
2.4 Raman spectra.....	7
2.5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope หรือ AFM).....	9
2.6 Electrical	10
2.7 วิธีการสังเคราะห์	11
2.7.1 การลอกจากผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ (Mechanical Exfoliation).....	11
2.7.2 วิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (Chemical Vapor Deposition หรือ CVD).....	11
2.8 Dry transfer Methods.....	12
2.9 Wet transfer.....	14
2.10 electron beam lithography (EBL).....	15
บทที่ 3 วิธีการทดลอง.....	16
3.1 วัสดุอุปกรณ์.....	16
3.2 ขั้นตอนการทดลอง.....	16
3.2.1 การลอก (exfoliate) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์.....	17
- การลอก (exfoliate) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์.....	17
- การส่องหาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical microscope).....	20

3.2.2 การ transfer เพื่อสร้างชิ้นงานและสร้าง twisted bilayer MoS ₂	21
- การทำ PC polymer stacking.....	21
- วิธีการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer method).....	23
- วิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method).....	25
3.2.3 ศึกษาคุณสมบัติของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ โดยใช้.....	26
- Atomic Force Microscope (AFM) เพื่อดูการจัดเรียงตัว.....	26
- Raman Spectroscopy ของ twisted bilayer MoS ₂	26
- การวัดค่าทางไฟฟ้า (Electrical measurement).....	27
Spin PMMA.....	28
Design etches mask and contact.....	29
Electron Beam Lithography (EBL).....	30
Develop.....	30
Etching with plasma.....	32
Lift-off.....	32
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	34
4.1 การหาชิ้น MoS ₂	34
4.2 วิธีการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer method).....	39
4.2.1 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์.....	39
4.2.2 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วย PDMS.....	40
4.3 วิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method).....	43
4.4 การวัดค่าทางไฟฟ้า (Electrical measurement).....	46
บทที่ 5 สรุปและอภิปรายผลการทดลอง.....	50
บรรณานุกรม.....	52
ภาคผนวก.....	54

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

สารที่มีโครงสร้างเป็นแผ่นบางที่เชื่อมต่อกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals) ตัวอย่างเช่น กราฟีน (Graphene), โบรอนไนไตรด์ (Boron Nitride) และโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์ (Transition Metal Dichalcogenides ; TMDs) สารดังกล่าวล้วนมีคุณสมบัติหลายอย่างที่มีความโดดเด่นแตกต่างกัน [1] โดยนับตั้งแต่การค้นพบของกราฟีนในปี 2004 [2] นักวิทยาศาสตร์พยายามมองหาวิธีที่จะนำวัสดุสองมิติอื่นที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้เหนือกว่าอุปกรณ์ที่มีอยู่ในปัจจุบัน หนึ่งในวัสดุที่น่าสนใจคือวัสดุที่เป็นสารประกอบในตระกูลโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์บางชนิด เช่น โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ (MoS_2), ทังสเตนไดเซเลไนด์ (WSe_2) ซึ่งเป็นวัสดุสองมิติที่ถูกค้นพบหลังจากกราฟีนแต่ก็ได้รับความสนใจเป็นเป็นอย่างมากเช่นกัน

โลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์ (Transition Metal Dichalcogenides ; TMDs) คือสารประกอบอะตอมชั้นเดียวที่มีโครงสร้างแบบ MX_2 โดยที่ M คืออะตอมของโลหะทรานซิชัน และ X คืออะตอมแคลโคเจน ซึ่งยึดติดกันด้วยพันธะโควาเลนต์และระหว่างชั้นจะติดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ โดยปกติโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์สามารถมีโครงสร้างแถบพลังงานและสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ที่หลากหลายหรืออาจมีช่องว่างแถบพลังงานแบบไม่ตรงกัน (indirect band gap) [3] แต่โลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์แบบชั้นเดียว (monolayer) นี้จะมีสมบัติคือมีช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงกัน (direct band gap) ตัวอย่างเช่น โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้นมีความหนาประมาณ 0.65 นาโนเมตร มีค่าช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงกัน 1.8 eV [4] ซึ่งถือว่าสูงมากในวัสดุสองมิติและเมื่อเทียบกับกราฟีนที่ไม่มีค่าช่องว่างแถบพลังงาน ด้วยคุณสมบัตินี้ทำให้กราฟีนถูกนำไปประยุกต์ใช้ได้จำกัดแค่อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีพลังงานต่ำ ดังนั้นในตอนนี้โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จึงเป็นตัวเลือกหนึ่งที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อใช้ประโยชน์ทั้งในด้านการแปลงพลังงานและการกักเก็บพลังงาน รวมถึงการใช้งานในพวกอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และอุปกรณ์เชิงแสง สมบัติอีกข้อหนึ่งของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์คือทนความร้อนได้กว่า 1000 องศาเซลเซียส จึงถือได้ว่าเป็นวัสดุที่ทนทาน แข็งแรง ยืดหยุ่นได้ดีแต่ยังคงมีขนาดเล็ก

เมื่อวัสดุสองมิตินาระดับอะตอมสองแผ่นมาซ้อนกันยึดติดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ เป็นโครงสร้างแบบ vdW Heterostructure ตัวอย่างเช่นการนำโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียวสองแผ่นมาวางซ้อนกันโดยที่มุมบิดระหว่างแผ่นไม่เป็นศูนย์ (twisted bilayer) จะทำให้ปรากฏผลคล้ายผลึกที่เรียกว่า “Moiré pattern” โครงสร้างแถบพลังงานจะเกิดการเปลี่ยนแปลงและคุณสมบัติบางประการเปลี่ยนตามไปด้วย โดยขนาดของ Moiré pattern จะขึ้นอยู่กับมุมบิดระหว่างชั้นของวัสดุสองมิติ โดยใน twisted bilayer MoS_2 มีการค้นพบว่าเมื่อมุมบิดระหว่าง

ชั้นเป็น 3.5 และ 56.5 องศาความกว้างของแถบพลังงานเวเลนซ์นั้นแคบมาก [5] เทียบได้กับความกว้างของแถบพลังงานของกราฟีนในมุมบิดเป็น 1.1 องศาที่เป็น “magic angle” ดังนั้นที่มุมบิดพิเศษนี้ twisted bilayer MoS₂ นี้้อาจทำให้เกิดสมบัติใหม่ๆ ที่น่าสนใจเหมือนที่เกิดใน twisted bilayer graphene เช่น strongly-correlated phases, superconductivity และ ferromagnetism อีกตัวอย่างของโครงสร้างแบบ vdW Heterostructure คือ MoS₂/BN heterostructure ซึ่ง BN ที่มีความบริสุทธิ์ จะเป็นฉนวนไฟฟ้าที่จะช่วยให้การวัดสมบัติทางไฟฟ้าดีขึ้น

โครงการนี้จะสร้างและศึกษาคุณลักษณะของวัสดุเชิงแวนเดอร์วาลส์ที่ประกอบด้วยโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์สองลักษณะคือ ศึกษาสเปกตรัมรามานวัสดุเชิงแวนเดอร์วาลส์จาก twisted bilayer MoS₂ เทียบกับ single layer และ bilayer และศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวที่ยึดติดกับเฮกซะโกนอลโบรอนไนไตรด์ด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์โดยสร้างเป็นทรานซิสเตอร์โดยใช้เทคนิคที่เรียกว่า electron-beam lithography (EBL) ซึ่งโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จะถูกเตรียมโดยใช้วิธีการลอก (exfoliation) หรือการปลูกแบบ CVD

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. สร้าง twisted bilayer MoS₂ ที่เหมาะสม โดยวิธีการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer method) และวิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method)
2. ศึกษา Raman spectrum ใน twisted bilayer MoS₂ เทียบ single-and bi-layer MoS₂
3. สร้าง MoS₂/BN heterostructure และใส่คอนแทคด้วยเทคนิค electron-beam lithography (EBL)
4. ศึกษาค่าทางไฟฟ้าจากทรานซิสเตอร์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่ยึดติดกับเฮกซะโกนอลโบรอนไนไตรด์

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ก. ในด้านความรู้และประสบการณ์ต่อตัวนิสิต

1. ได้ฝึกทักษะการใช้อุปกรณ์ต่าง ๆ เช่น XYR-stage , micromanipulator , optical microscope , temperature control
2. ได้ฝึกวิเคราะห์ข้อมูลจากผล AFM, Raman และ Electrical ของ single layer, bilayer และ twisted bilayer MoS₂

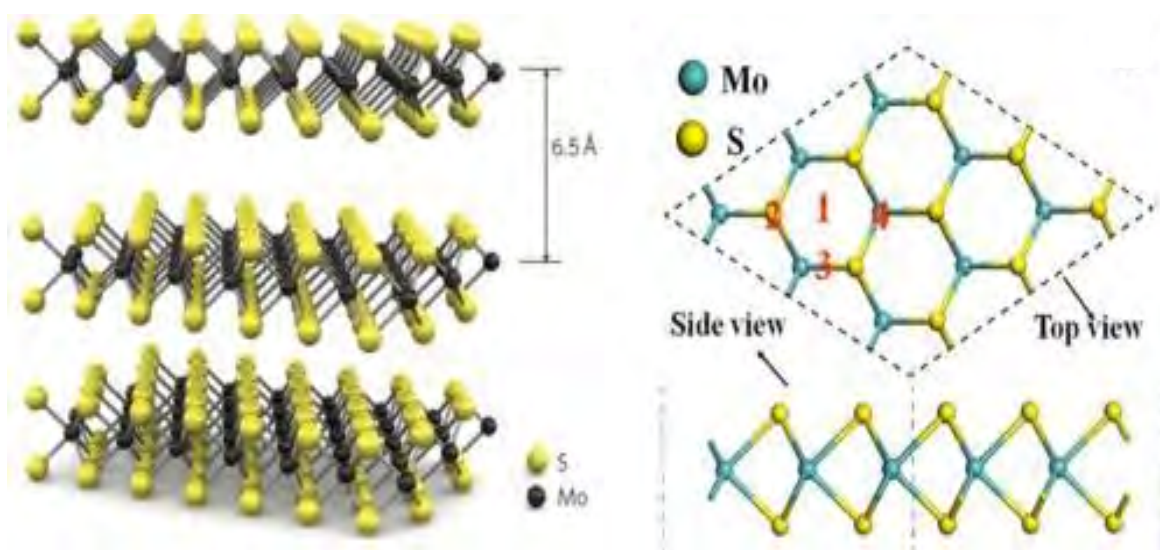
ข. ความรู้ ความเข้าใจที่นำไปสู่การแก้ปัญหาสังคมหรือสิ่งแวดล้อม

1. นำไปใช้ต่อยอดในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์เพื่อให้สามารถพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีประสิทธิภาพสูงขึ้น

บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างผลึกของโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์ และโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ [4]

โลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนด์ (Transition Metal Dichalcogenides) หรือที่เรียกสั้นๆว่าวัสดุสองมิติ TMDs คือสารประกอบอะตอมชั้นเดียวที่มีโครงสร้างแบบ MX_2 โดยที่ M คืออะตอมของโลหะทรานซิชัน และ X คืออะตอมของแคลโคเจน ซึ่งยึดติดกันด้วยพันธะโควาเลนต์และระหว่างชั้นจะยึดติดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ วัสดุสองมิติ TMD ส่วนใหญ่เป็นพวกสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) ที่มีช่องว่างแถบพลังงาน (bandgap) ครอบคลุมตั้งแต่ช่วงอินฟราเรดไปจนถึงช่วงแสงที่ตามองเห็น และที่เราสนใจคือโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ โดยในโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จะมี Mo (+4) และ S (-2) เชื่อมต่อกันด้วยพันธะโควาเลนต์ในรูปของ S-Mo-S โดยปกติหนึ่งชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จะหนาประมาณ 0.65 นาโนเมตร เป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติทางภาพที่หลากหลายเหมาะสำหรับการใช้งานตั้งแต่ นาโนอิเล็กทรอนิกส์และนาโนโฟโตนิกส์ไปจนถึงการตรวจจับและการกระตุ้นในระดับนาโน

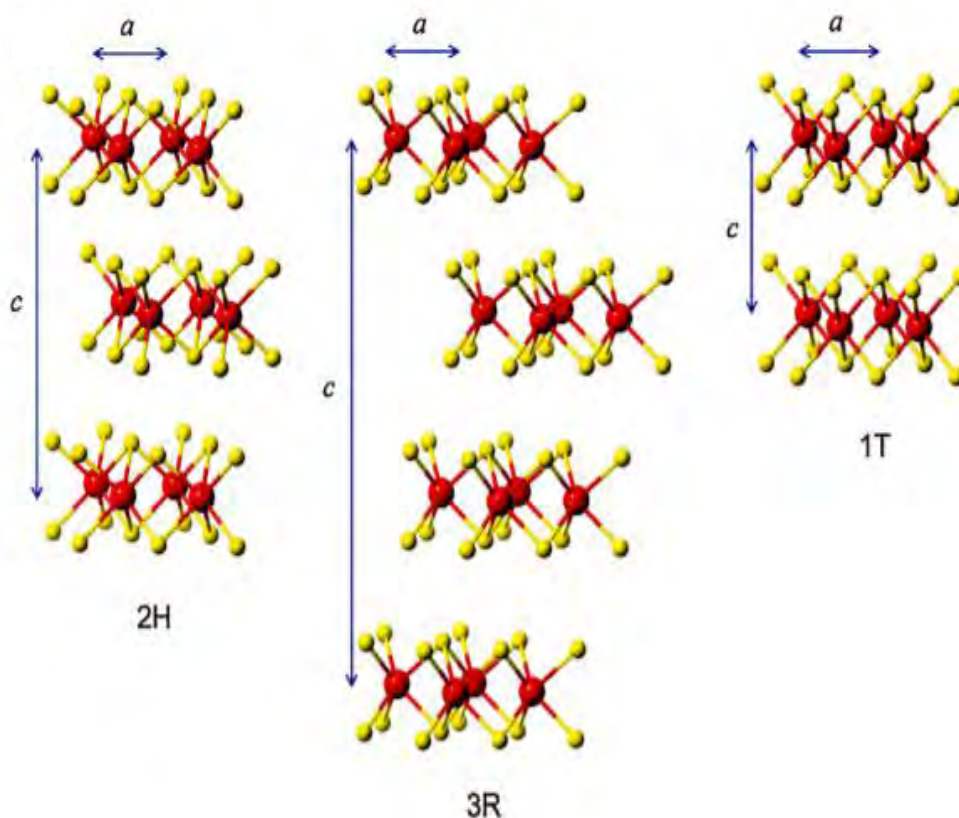


รูปที่ 1 ด้านซ้ายแสดงโครงสร้างสามมิติของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้นซึ่งมีความหนา 0.65 นาโนเมตร และด้านขวาแสดงโครงสร้างจากด้านบนและด้านข้างของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้น

ที่มา Z. He, W. Que / Applied Materials Today 3 (2016) 23–5

2.2 การวางซ้อนกัน (Stacking)^{[5],[6]}

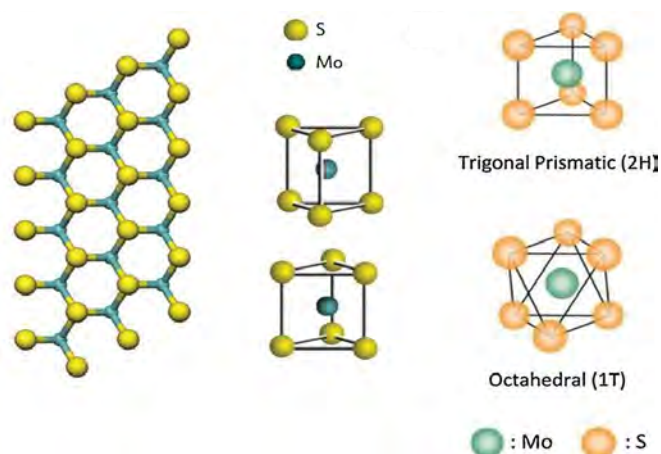
การจัดเรียงซ้อนกันของอะตอม โครงสร้างผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ สามารถแบ่งออกเป็น 4 ชนิดคือ 1H 1T 2H และ 3R การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างนี้จะส่งผลโดยตรงกับคุณสมบัติทางกายภาพ โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติมักจะเป็นแบบ 2H โดยที่มีการจัดเรียงตัวซ้อนกันของชั้น S-Mo-S ในรูปสมมาตรหกเหลี่ยม (hexagonal Symmetry) หรือปิรามิดฐานสามเหลี่ยม และในทางกลับกันแบบ 3R ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จะมีอะตอมจัดเรียงตัวด้วยรูปสมมาตรสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูน (rhombohedral symmetry) และแบบเฟส 1T มีสถานะกึ่งเสถียร (metastable) ที่สามารถพบได้ในโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียว (single layer)



รูปที่ 2 แสดงโครงสร้างของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบ 2H (ด้านซ้าย) แบบ 3R (ตรงกลาง) และแบบ 1T (ด้านขวา) โดยอะตอมสีแดงคือ Mo และอะตอมสีเหลืองคือ S

ที่มา <https://m.x-mol.com/news/5384?hcb=1&webTitle=xmol.news.webTitle&titleArg1=MoS2>

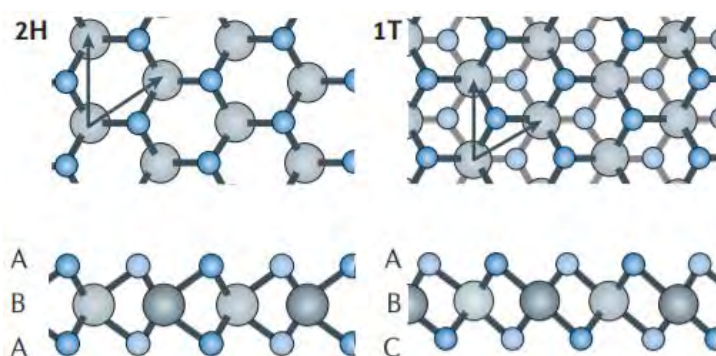
การลอกโดยวิธีการทางเคมีของผลึกแบบ 2H-MoS₂ จนกลายเป็นแบบกึ่งเสถียร 1T ที่มีหนึ่งชั้นต่อหนึ่งหน่วยเซลล์โดยมีอะตอม Mo จัดเรียงตัวในรูปสมมาตรทรงแปดด้าน (octahedral symmetry) เนื่องจากมันมีความกึ่งเสถียรตามธรรมชาติทำให้ 1T สามารถเปลี่ยนเป็นแบบ 2H ได้อย่างง่ายดายเมื่อผ่านการกร้อนภายใต้เงื่อนไขเฉพาะ



รูปที่ 3 แสดงประเภทของรูปร่างของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้น คือปริมาตรฐานสามเหลี่ยม (trigonal prismatic : 2H) และทรงแปดด้าน (octahedral symmetry : 1T)

ที่มา Process Safety and Environmental Protection Volume 118, August 2018, Pages 40-58

เราสามารถดูรูปแบบโครงสร้างในเทอมของลำดับการเรียงซ้อนที่แตกต่างกันของระนาบอะตอมทั้งสาม (แคลโคเจนไนต์-โลหะ-แคลโคเจนไนต์) ของแต่ละชั้นในวัสดุ โดยที่แบบ 2H สอดคล้องกับการเรียงตัวแบบ ABA ที่อะตอมของแคลโคเจนไนต์ในระนาบอะตอมที่ต่างกันจะอยู่ที่ตำแหน่ง A เดียวกันและตั้งอยู่บนของกันและกันในทิศตั้งฉากกัน และในทางตรงกันข้าม 1T จะมีลักษณะการเรียงตัวเป็นแบบ ABC ที่ในแต่ละระนาบอะตอมจะไม่ตรงกัน

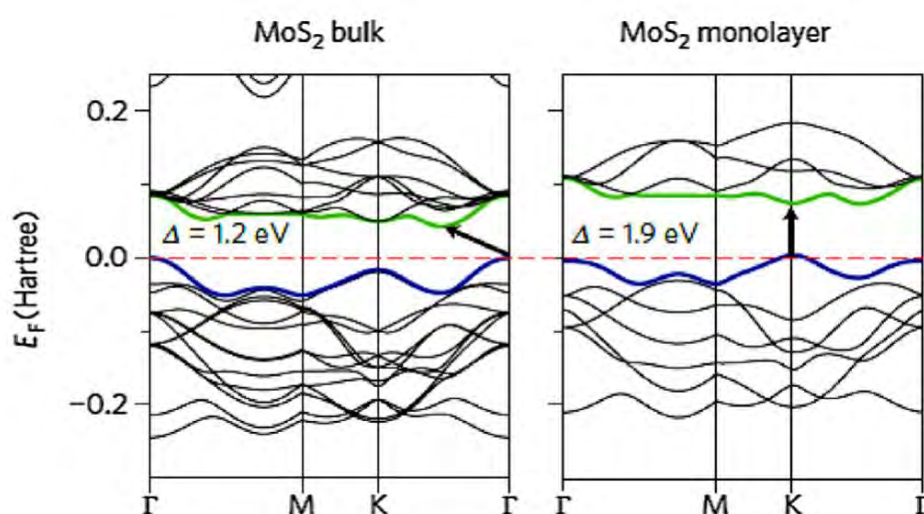


รูปที่ 4 แสดงโครงสร้างอะตอมของของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้น คือปริมาตรฐานสามเหลี่ยม (trigonal prismatic : 2H) ที่จะเป็นแบบ AB และทรงแปดด้าน (octahedral symmetry : 1T) ที่จะเป็นแบบ ABC

ที่มา Phys. Rev. Lett. 121, 266401 (2018)

2.3 Electronic band structure ^[7]

หนึ่งหรือสองถึงสามชั้นของโลหะทรานซิชันไดแคลโคเจนไนต์มีค่าช่องว่างแถบพลังงานระหว่าง 1 ถึง 2 eV ถึงจะเหมาะกับการทำเป็นทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้า (Field Effect Transistor หรือ FET) หรืออุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ ในบรรดา TDMs ทั้งหมด โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้รับความสนใจเนื่องจากมีคุณสมบัติช่องว่างแถบพลังงานที่มีทั้งแบบช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงกัน (direct band gap) และไม่ตรงกัน (indirect band gap) ขึ้นอยู่กับความหนา จากการคำนวณด้วยทฤษฎีฟังก์ชันนอลความหนาแน่น (Density Functional Theory หรือ DFT) เพื่อดูโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ ช่องว่างแถบพลังงานแบบไม่ตรงกันอยู่ระหว่างจุด Γ ถึง Γ -K ใน first brillouine zone มีค่าประมาณ 1.2 eV ในขณะที่ช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงกันอยู่ในจุด K ค่าประมาณ 1.8-1.9 eV แสดงว่าช่องว่างแถบพลังงานแบบไม่ตรงกันจะใหญ่ขึ้นตามจำนวนชั้นที่ลดลง เนื่องจาก quantum confinement effect ดังนั้นในหนึ่งชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จะมีช่องว่างแถบพลังงานแบบไม่ตรงกันที่ใหญ่มากๆจนกลายเป็นช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงกัน เอกลักษณ์ช่องว่างแถบพลังงานนี้เองที่สามารถนำไปสู่การประยุกต์ใช้ในพวกอุปกรณ์ต่างๆ

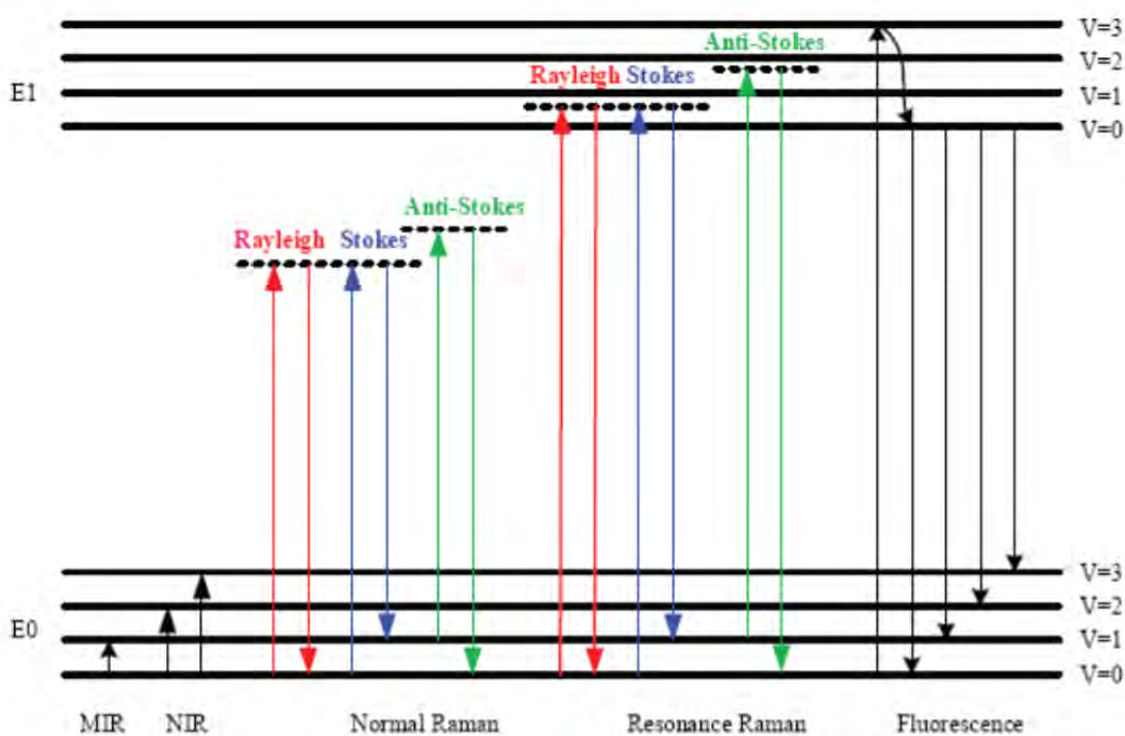


รูปที่ 5 แสดงช่องว่างแถบพลังงานของผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์และโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียว

ที่มา <https://physics.stackexchange.com/questions/530341/interpretation-of-electronic-band-structure-diagram>

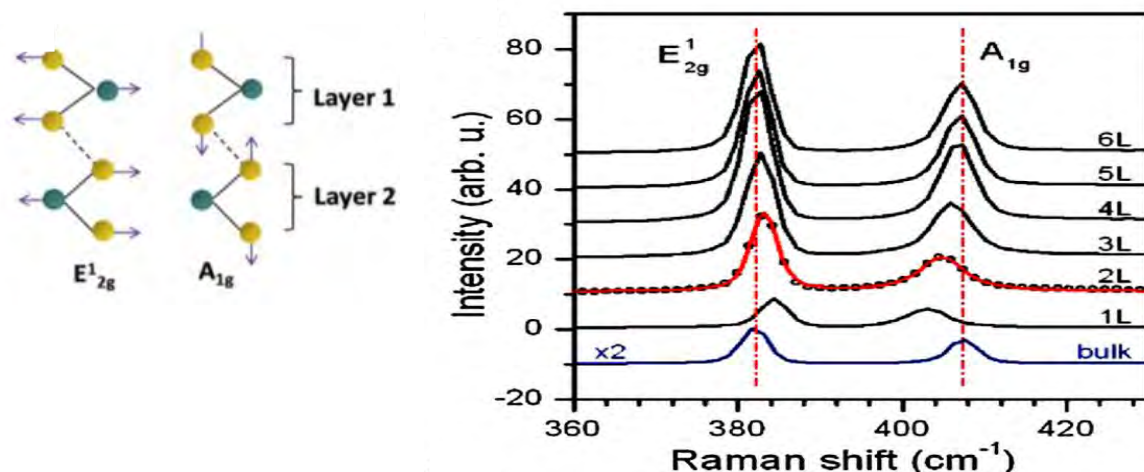
2.4 Raman spectra [8]

Raman spectroscopy เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่อาศัยปรากฏการณ์การกระเจิงแสงแบบรามาน (Raman scattering) ที่เกิดจากอนุภาคแสงเข้าชนโมเลกุลของสาร สมมติให้แสง เลเซอร์ความยาวคลื่นหนึ่งผ่านสารที่โปร่งแสง จะมีอนุภาคแสงจำนวนหนึ่งทะลุผ่านไป ขณะที่บางส่วนจะชนเข้ากับโมเลกุลของสารแล้วเปลี่ยนทิศทางการชนกันนั้น โดยส่วนใหญ่พลังงานหลังจากการชนจะไม่เปลี่ยนแปลง เป็นการชนแบบยืดหยุ่นที่เรียกว่า Rayleigh scattering แต่ก็ยังมีอนุภาคหลังการชนส่วนน้อยที่มีพลังงานหลังการชนเปลี่ยนแปลงไป เนื่องจากมีการแลกเปลี่ยนพลังงานกับโมเลกุลของสาร หรือที่เรียกว่าการชนแบบไม่ยืดหยุ่น โดยแสงจะมีความถี่มากขึ้นหรือน้อยลงก็ได้ การเปลี่ยนแปลงหลังการชนนี้เองที่เรียกว่า Raman scattering หากอนุภาคแสงเข้าชนโมเลกุลในสถานะพื้น ความถี่หลังการชนจะลดลง เรียกว่า Stokes Raman scattering แต่หากอนุภาคแสงเข้าชนโมเลกุลในสถานะกระตุ้นความถี่หลังการชนจะเพิ่มขึ้น เรียกว่า Anti-stokes Raman scattering โดยทั่วไปแล้วนิยามวัดการเกิด Stokes Raman scattering เนื่องจากสารจะอยู่ในสถานะพื้น นอกจากนี้สารแต่ละชนิดจะเปลี่ยนความถี่ของแสงได้แตกต่างกัน และยังให้ความเข้มของแสงที่กระเจิงออกมาไม่เท่ากันอีกด้วย จึงสามารถนำวิธี Raman spectroscopy มาใช้ในการศึกษาโครงสร้างของสารได้



รูปที่ 6 เปรียบเทียบการเปลี่ยนระดับพลังงานของ electron ในปรากฏการณ์ต่าง ๆ
ที่มา Sensors 2014, 14, 17275-17303; doi:10.3390/s140917275

ในช่วงต้นปี 2010 ได้มีการจำแนกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้นและสองถึงสามชั้นได้ด้วยรามานสเปกตรัม โดยทั่วไปแล้วจะมียอดของพีครามานทั่วไป 2 พีค คือ E_{2g}^1 และ A_{1g} ที่ถูกสะท้อนจากโครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ ซึ่งทั้งสองพีคนี้จะเป็นตัวบ่งบอกว่าโหมดการสั่นในระนาบและนอกระนาบของอะตอม S เป็นอย่างไร ตามลำดับ จากผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เปลี่ยนเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียวมีการเปลี่ยนแปลงสามอย่างด้วยกัน คือ ประการแรก E_{2g}^1 จะแสดง blue-shifted ในขณะที่ A_{1g} แสดง red-shifted ในทิศตรงกันข้าม สำหรับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียว E_{2g}^1 และ A_{1g} จะอยู่ที่ประมาณ 384 cm^{-1} และ 405 cm^{-1} ตามลำดับ ประการที่สอง ความแตกต่างระหว่างพีค E_{2g}^1 และ A_{1g} แสดงให้เห็นได้จากการลดลงของจำนวนชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ โดยระยะห่างความถี่ 25 cm^{-1} สำหรับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จำนวนหลายชั้น และ 19 cm^{-1} สำหรับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จำนวนชั้นเดียว ประการที่สาม ความเข้มสูงสุดของพีคทั้งสอง E_{2g}^1 และ A_{1g} จะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆโดยเรียงจากแบบชั้นบางๆ จนถึงสี่ชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ แล้วจะลดลงเรื่อยๆสำหรับชั้นที่หนากว่านั้น



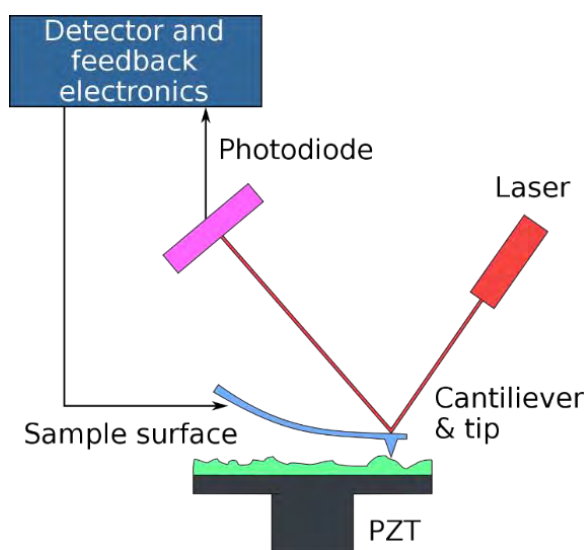
รูปที่ 7 การกระจัดของอะตอมในรามานโหมด active ของหน่วยเซลล์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ (ซ้าย) รามานสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่จำนวนชั้นต่างๆและที่เป็นผลึก (ขวา)

ที่มา ACS Nano 2010, 4, 5, 2695–2700

2.5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope หรือ AFM)^[9]

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม เป็นกล้องจุลทรรศน์แบบหัวสแกน (Scanning Probe Microscopy หรือ SPM) ประเภทหนึ่งที่สามารถใช้ในการถ่ายภาพวัตถุที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร หรือถ่ายภาพอะตอมของสสารได้ โดยที่กล้อง AFM จะมีลักษณะการทำงานที่พิเศษเฉพาะตัวคือจะใช้หัวอ่านขนาดเล็กวัดแรงผลักรวมและแรงดูดที่เกิดขึ้นระหว่างหัวสัมผัสกับพื้นผิวของวัตถุ เพื่อมาสร้างเป็นภาพของพื้นผิวของวัตถุนั้นได้ โดยที่กล้อง AFM สามารถนำมาใช้ในการถ่ายภาพขยายในระดับนาโนเมตรของวัตถุที่นำไฟฟ้าและวัตถุที่ไม่นำไฟฟ้า

AFM ใช้ในการตรวจพื้นผิวของวัตถุโดยอาศัยส่วนแขน (cantilever) ที่มีเข็มขนาดเล็ก (tip) ติดอยู่เคลื่อนที่ไปตามพื้นผิวของวัตถุขณะที่มีการยิงแสงเลเซอร์ให้ตกกระทบบนส่วนปลายของแขน แสงเลเซอร์จะสะท้อนเข้าสู่เครื่องตรวจวัดความเข้มแสง ดังนั้นถ้าพื้นผิวของวัตถุมีความขรุขระจะทำให้แขนเคลื่อนที่ขึ้นลงและส่งผลให้ความเข้มแสงของแสงเลเซอร์เปลี่ยนแปลงไปด้วย ข้อมูลการเปลี่ยนแปลงความเข้มแสงนี้จะถูกประมวลโดยคอมพิวเตอร์ เพื่อแสดงผลเป็นภาพพื้นผิวของวัตถุที่ทำการวิเคราะห์ต่อไป

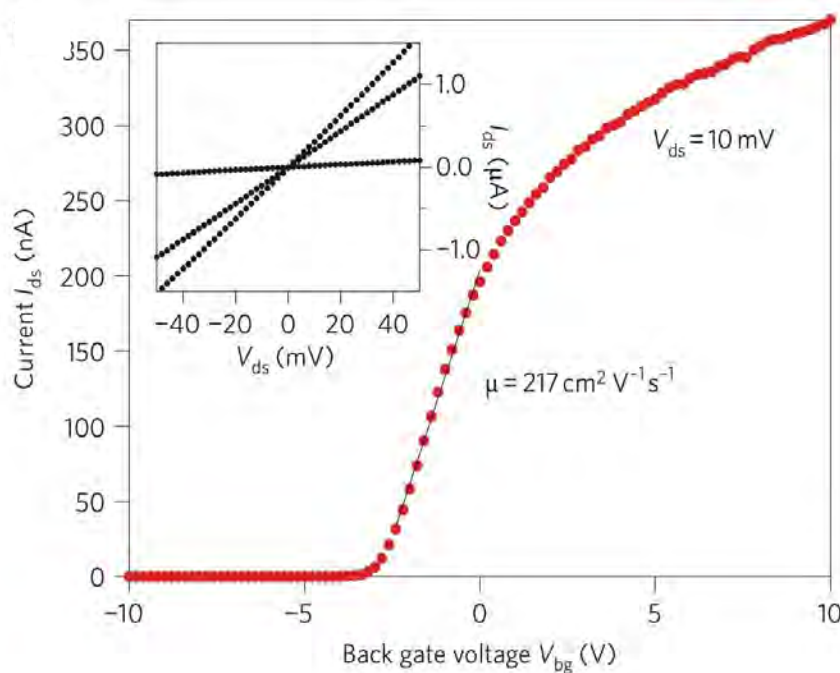


รูปที่ 8 หลักการทำงานของ AFM

ลักษณะชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบ ได้แก่ แผ่นฟิล์มบาง คอลลอยด์ อนุภาคนาโนในเครื่องสำอาง เซลล์แบคทีเรีย ชิ้นงานที่เป็นผงระดับนาโน โดยมีขนาดชิ้นงานไม่เกิน 2×2 cm หนาไม่เกิน 1 cm ความขรุขระไม่เกิน 4 ไมครอน และขนาดภาพสแกนใหญ่ไม่เกิน $100 \times 100 \times 4$ cm³ (กว้าง ยาว สูง) โดยสามารถบอกความสูงต่ำของพื้นผิวในรูปแบบ 2 มิติ หรือ 3 มิติ ซึ่งชิ้นงานของเราจะเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่หนาประมาณ 0.65 นาโนเมตร

2.6 Single-layer MoS₂ transistors^[10]

โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวที่มีช่องว่างแถบพลังงานขนาด 1.8 eV เหมาะสำหรับทำหน้าที่เป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ ในปี 2018 ได้มีการศึกษาและสร้างทรานซิสเตอร์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียวโดยใช้ hafnium oxide เป็น gate dielectric ซึ่งค่า mobility ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์สามารถวัดได้อาจสูงถึง 200 cm²/(V.s) ที่อุณหภูมิห้องโดยมีอัตราส่วนการเปิด/ปิดกระแส 1×10⁸ โดยทั่วไปทรานซิสเตอร์ที่ใช้โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จะเป็นแบบประเภท n



รูปที่ 9 ศึกษาคุณลักษณะของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์หนึ่งชั้นที่อุณหภูมิห้อง โดยเส้นสีแดงคือกราฟระหว่าง I_{sd} และ V_{bg} ที่ $V_{sd} = 10$ mV และเส้นสีดำคือกราฟระหว่าง I_{sd} และ V_{sd} ที่ $V_{bg} = 0, 1$ และ 5 V

ที่มา Nature Nanotechnology volume 6, pages147–150(2011)

2.7 วิธีการสังเคราะห์^[11]

วิธีการในการสังเคราะห์วัสดุสองมิติมีหลายวิธีด้วยกัน สำหรับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์วิธีที่ได้รับความนิยมมีสองวิธีคือ

2.7.1 การลอกจากผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์โดยใช้สก็อตเทปโดยตรง (Mechanical Exfoliation)

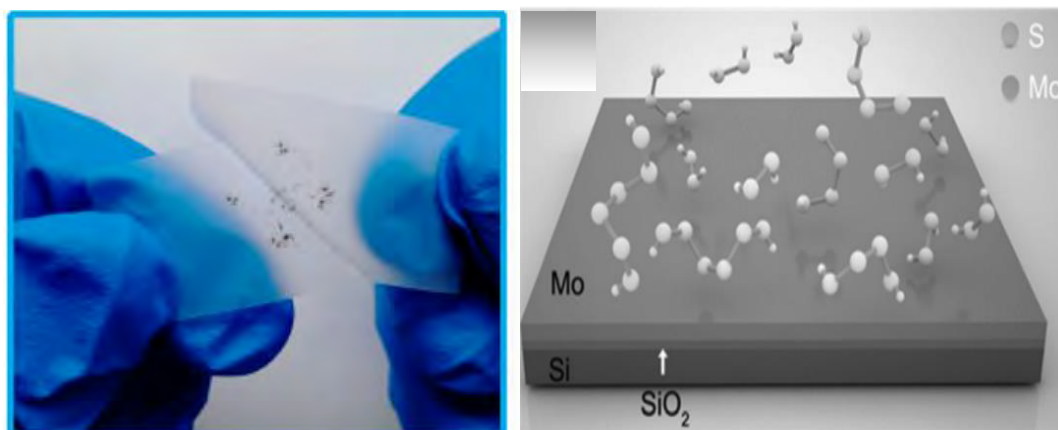
2.7.2 วิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (Chemical Vapor Deposition หรือ CVD)

2.7.1 การลอกจากผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ (Mechanical Exfoliation)

วิธีการลอกชั้นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ออกจากผลึกจะเป็นวิธีการเดียวกับที่ใช้ในกราฟีน โดยใช้สก็อตเทปติดกับผลึกเพื่อลอกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ออกมากเป็นชั้นๆ ซึ่งเป็นวิธีแรกๆที่มักจะใช้ในการทดลองเพื่อแยกชั้นของวัสดุสองมิติและลอกซ้ำๆจนเหลือชั้นเดียว หรือสองถึงสามชั้น วิธีการนี้จะทำให้โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่ได้มีคุณภาพสูง แต่วิธีการนี้จะไม่สามารถควบคุมขนาดและจำนวนชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้

2.7.2 วิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (Chemical Vapor Deposition หรือ CVD)

วิธีการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ด้วย CVD เป็นการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิในช่วง 750-1000 องศาเซลเซียส ลงบนพวกโลหะทรานซิชัน เช่น Fe, Ru, Co, Ir, Ni, Pd และ Cu เป็นต้น วิธีการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์บนโลหะทรานซิชันด้วยวิธี CVD จะเกี่ยวข้องกับวิธีการทางเคมี โดยกระบวนการนี้เกิดจากการให้ความร้อนแก่มอเลกุลของแก๊สหรือของเหลวที่เป็นแหล่งกำเนิด MoO_3 และ sulfur ทำให้โมเลกุลเกิดการเปลี่ยนเป็นแก๊สที่เป็นสารตั้งต้น โมเลกุลแก๊สหรือไอระเหยของเหลวนี้จะเกิดปฏิกิริยาเมื่อเข้าไปใกล้แผ่นรองรับที่มีความร้อนและเกิดการแตกตัวและรวมตัวใหม่เป็นวัสดุที่เป็นของแข็งในรูปแบบฟิล์มบางบนแผ่นรองรับ



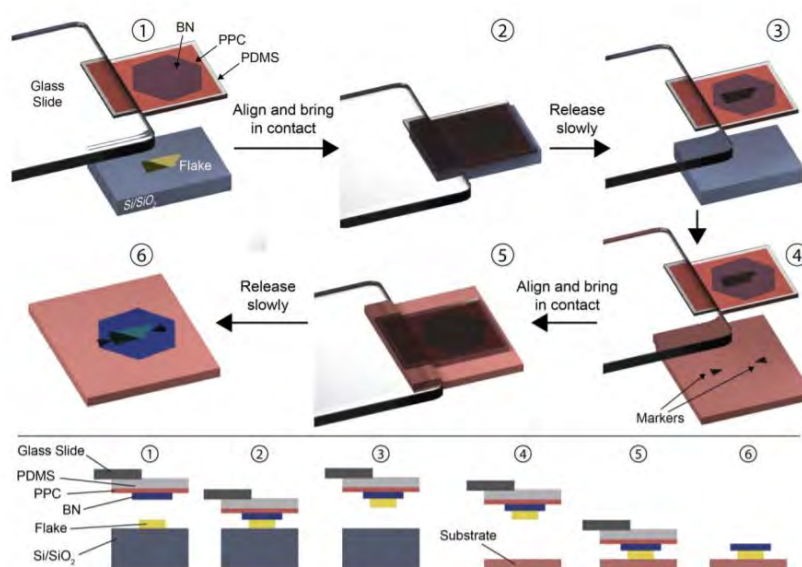
รูปที่ 10 วิธีการลอกชั้นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ออกจากผลึกในกราฟีนโดยใช้สก็อตเทป (ด้านซ้าย) และวิธีการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ด้วยวิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (Chemical Vapor Deposition หรือ CVD) (ด้านขวา)

ที่มา http://epgp.inflibnet.ac.in/epgpdata/uploads/epgp_content/S000831ME/P001861/

2.8 Dry transfer Methods ^[12]

จากการศึกษาวิธีการเคลื่อนย้ายด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals pick-up transfer Method) คือการใช้อันตรกิริยาแรงแวนเดอร์วาลส์ที่แตกต่างกันของสองพื้นผิวเพื่อถ่ายโอนชั้นวัสดุสองมิติโดยไม่ต้องสัมผัสกับวัสดุสองมิตินั้นโดยตรง แต่จะใช้พอลิเมอร์มาช่วยในการถ่ายโอนแทน นอกจากนี้บางครั้งยังสามารถช่วยลดสิ่งสกปรกที่ติดอยู่บนผิววัสดุสองมิติได้อีกด้วย วิธีการคือ ใช้ PDMS ที่ถูกคลุมด้วยชั้นฟิล์มของ polypropylene carbonate หรือ PPC กับโบรอนไนไตรด์หกเหลี่ยม (hexagonal boron nitride flake) อยู่ด้านบนในการดึงและถ่ายโอนวัสดุสองมิติที่อยู่บนแผ่นซิลิกอน ซึ่งจะมีวิธีการดังนี้

- 1) นำแผ่นกระจกที่มี PCC polymer stack ไปยึดกับ micro manipulator เพื่อให้สามารถควบคุมและจัดตำแหน่งได้
- 2) เลื่อน PCC polymer stack ลงอย่างช้าๆจนกระทั่งชั้น BN ที่อยู่บน PCC polymer stack สัมผัสกับชั้นวัสดุสองมิติที่ต้องการ
- 3) เนื่องจาก BN และวัสดุสองมิติที่ต้องการมีพื้นผิวที่เรียบและสะอาด ทำให้มีแรงแวนเดอร์วาลส์ยึดเกาะที่เยอะมาก จึงสามารถดึงวัสดุสองมิติที่ต้องการออกมาได้โดยการยก PCC polymer stack ขึ้นจากแผ่นรองรับ
- 4) นำ PCC polymer stack ที่มี BN กับวัสดุสองมิตินั้นไปวางบนแผ่นรองรับที่ต้องการ

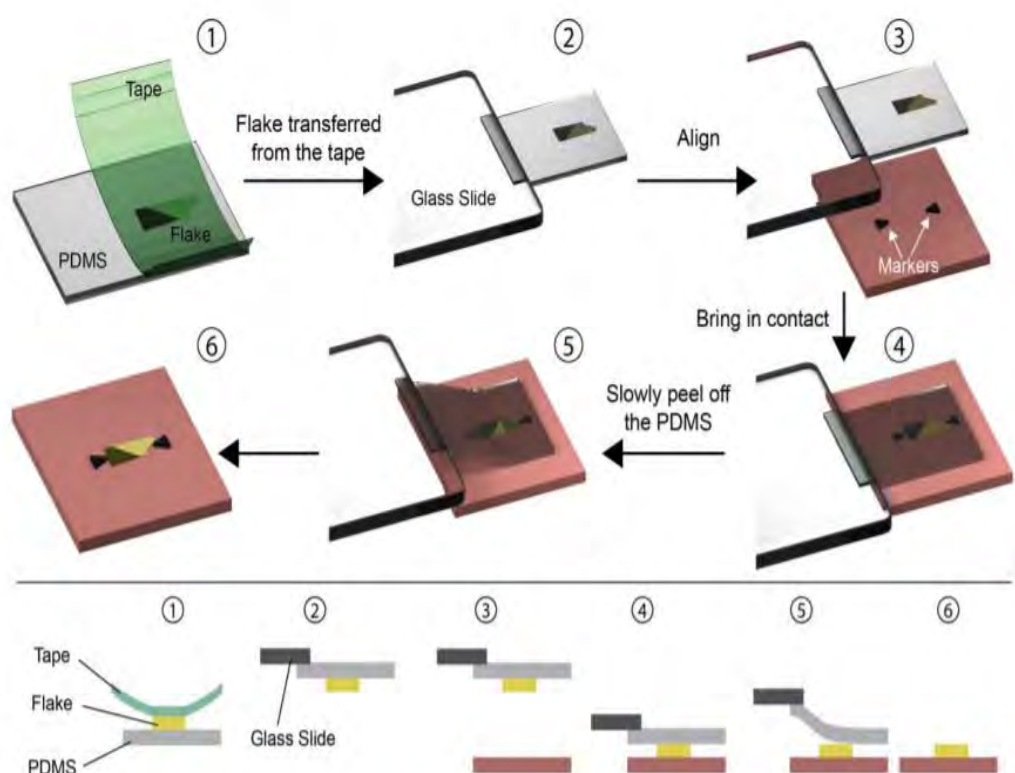


รูปที่ 11 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals pick-up transfer Method)

ที่มา Chemical Society Reviews 47(1) (2017)

จากการศึกษาวิธีการเคลื่อนย้ายด้วย PDMS (polydimethylsiloxane) โดยจะต้องเตรียมชั้นของวัสดุสองมิติก่อน โดยใช้วิธีการ exfoliation ด้วยสก๊อตเทปสีฟ้าลงบน PDMS stamp จะทำให้ได้ชั้นวัสดุสองมิติที่ต้องการติดอยู่บน PDMS นั้น จากนั้นนำถ่ายโอนและจะมีวิธีการดังนี้

- 1) PDMS stamp ที่มีวัสดุสองมิติ จะถูกนำไปวางบน glass slide แล้วถูกนำไปยึดกับ micro manipulator
- 2) ดูผ่านกล้องจุลทรรศน์เพื่อดูตำแหน่งของวัสดุสองมิติที่ต้องการที่อยู่บน PDMS ให้ตรงกับตำแหน่งแผ่นรองรับที่ต้องการอย่างแม่นยำ
- 3) หมุน micro manipulator ลงให้ผิวของวัสดุสองมิติที่อยู่บน PDMS stamp และผิวของแผ่นซิลิกอนสัมผัสกันจนสุด
- 4) ยก glass slide ขึ้นอย่างช้าๆ ในลักษณะที่ให้ PDMS ค่อยๆ หลุดออกมาอย่างนุ่มนวลจากแผ่นรองรับเพื่อไม่ให้เกิดฟองอากาศ

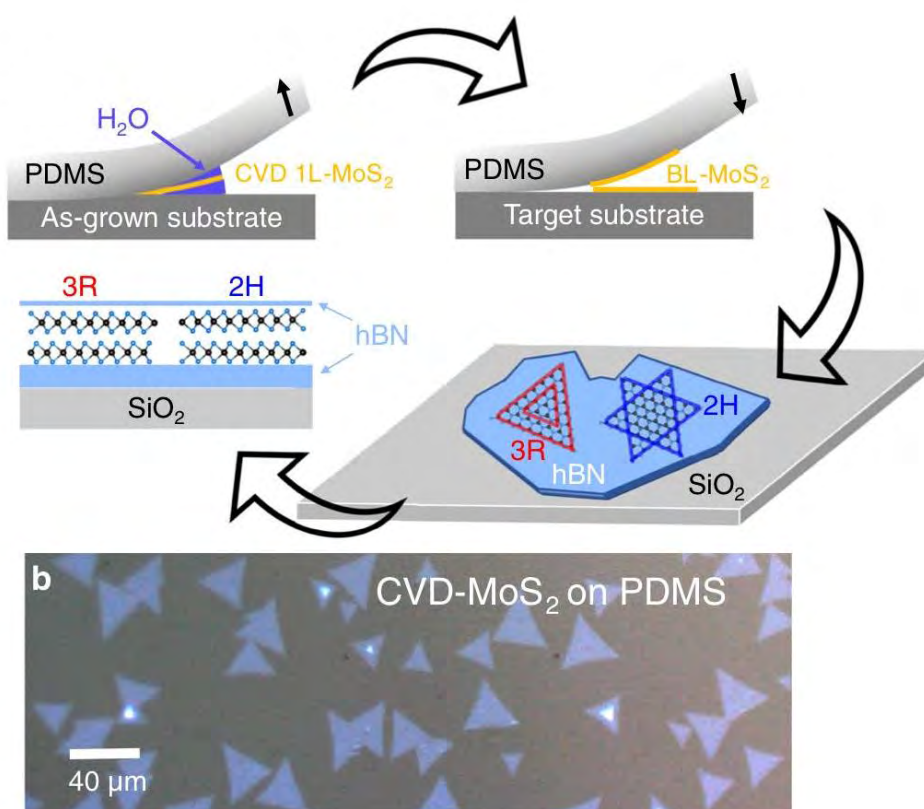


รูปที่ 12 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วย PDMS

ที่มา Chemical Society Reviews 47(1) (2017)

2.9 Wet transfer ^[13]

จากการศึกษาการใช้วิธีการที่เรียกว่า water-assisted deterministic transfer พบว่าสามารถเคลื่อนย้ายโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (CVD) ได้เป็นอย่างดี โดยจะทำให้โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ไปอยู่บน PDMS โดยใช้หน้าหยดลงไประหว่างผิวสัมผัส PDMS กับผิวสัมผัสของแผ่นรองรับที่มีโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากวิธีการ CVD ก่อนที่จะนำไป PDMS ที่มีโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์นี้ไปวางซ้ำๆ บนแผ่นรองรับที่เป็นซิลิกอนที่มี hBN อยู่

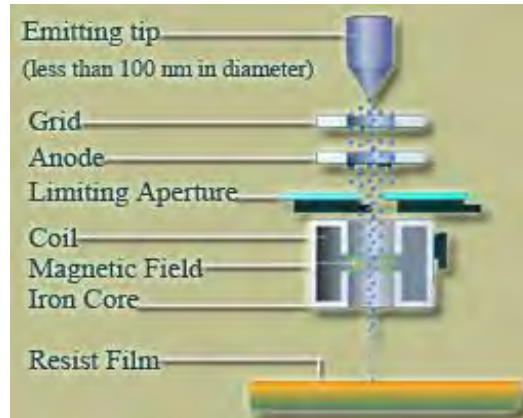


รูปที่ 13 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วยน้ำ

ที่มา Nature Communications 11, Article number: 2391 (2020)

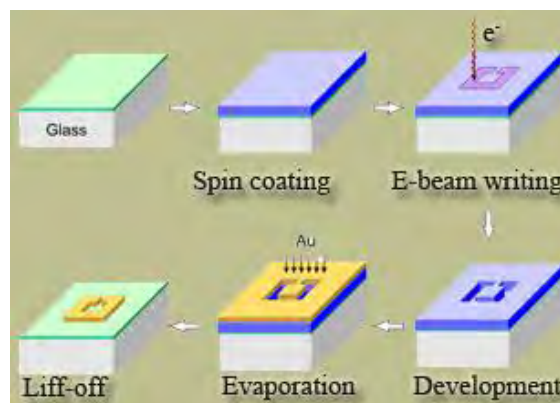
2.10 electron beam lithography (EBL)^[14]

electron beam lithography (EBL) เป็นวิธีการสร้างโครงสร้างระดับนาโนโดยการใช้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อสร้างแบบแผนเฉพาะของโครงสร้างอย่างละเอียดบนพื้นผิววัสดุตั้งต้น ซึ่งวิธีการนี้ถูกนำมาใช้มากในอุตสาหกรรมการสร้างแผงวงจรไฟฟ้าในปัจจุบัน



รูปที่ 14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ถูกนำมาใช้ในการสร้างโครงสร้างนาโนโดยวิธีการ EBL ที่มา <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-4.html>

หลักการทำงาน คือ ใช้คอมพิวเตอร์ในการควบคุมการปล่อยลำอิเล็กตรอน (โดยต้องให้แคลงในระดับนาโนเมตร) ลงสู่พื้นผิวของวัสดุ ซึ่งเป็นพื้นผิวที่ถูกเคลือบด้วยฟิล์มบางตามแบบแผนที่ได้ออกแบบไว้ (อาจจะเป็นพื้นผิวของพอลิเมอร์) ทำให้เกิดร่องรอยการเปลี่ยนแปลงบนพื้นผิวที่ได้เคลือบไว้ จากนั้นก็ทำการระเหยอนุภาคที่ต้องการเพื่อเคลือบและใช้เป็นโครงสร้างนาโน จากนั้นก็จะนำทั้งส่วนที่ระเหยไปเคลือบแล้วกำจัดส่วนที่เคลือบด้วยฟิล์มบางออก สุดท้ายก็จะได้โครงสร้างนาโนตามแบบที่ได้กำหนดไว้โดยลำอนุภาคอิเล็กตรอน ซึ่งการสร้างโครงสร้างนาโนที่เกิดขึ้นนี้จะมีคุณภาพสูง และวิธีการนี้สามารถนำไปใช้ได้กับหลากหลายพื้นผิววัสดุอีกด้วย



รูปที่ 15 ขั้นตอนการทำงานตามวิธีการของ EBL ที่มา <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-4.html>

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุอุปกรณ์

- แผ่นซิลิกอน (Silicon wafer)
- ผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ธรรมชาติ (Natural MoS₂) และ MoS₂ CVD
- เฮกซะโกนอลโบรอนไนไตรด์ (Hexagonal boron nitride: BN)
- เทปสีฟ้าสำหรับลอกวัสดุสองมิติ (Blue tape)
- Tweezers (ปลายเป็นยางและพลาสติก), Glass slide และ Plastic petri dish
- ฟอर्सเซป (forceps)
- กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical microscope) สำหรับการส่องหา MoS₂ และ BN
- PDMS mold (pre-polymer และ curing agent)
- Polypropylene carbonate (PCC) in anisole
- Plasma cleaning และ Heating plate
- กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical microscope) สำหรับ transfer
- XYR-stage, micro manipulator และ temperature controller
- Anisole, Acetone และ IPA alcohol
- Spin coating machine และเครื่องปั๊มอากาศ (Air pump)

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

ขั้นตอนที่ 1 การลอก (exfoliation) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

- การลอก (exfoliation) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ให้ได้ชั้นบางๆ โดยการใช้แผ่นสก็อตเทปพับไปมา แล้วนำมาถ่ายโอนลงบนแผ่นซิลิกอนที่มีขนาดประมาณ 1 ตารางเซนติเมตร
- ศึกษาโครงสร้างโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์คร่าวๆ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง รวมทั้งบันทึกตำแหน่งของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เป็นพิกัด 2 มิติ

ขั้นตอนที่ 2 การ transfer เพื่อสร้างชิ้นงานและสร้าง twisted bilayer MoS₂ นำโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ 2 แผ่น มาประกบกันโดยใช้ PC polymer stacking ด้วยวิธีการ “Pick-up method” และ โดยวิธีการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer method) และใช้ PDMS ด้วยวิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method)

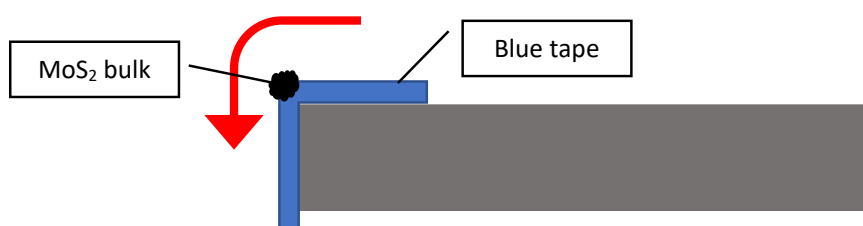
ขั้นตอนที่ 3 ศึกษาคุณสมบัติของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ โดยใช้

- Atomic Force Microscope (AFM) เพื่อดูความหนาและพื้นผิวของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์
- Raman Spectroscopy ของ single layer, Bilayer และ twisted bilayer MoS₂
- การออกแบบและการวัดค่าทางไฟฟ้า (Electrical measurement)

3.2.1 การลอก (exfoliation) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

การลอก (exfoliation) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

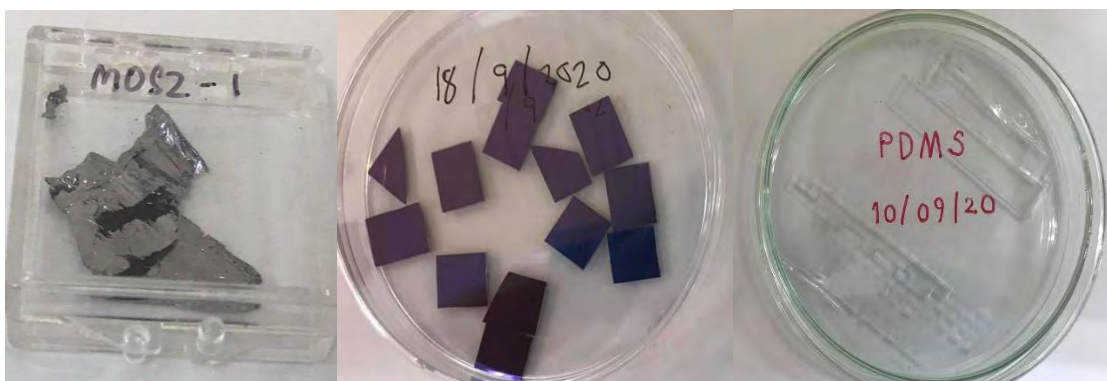
1. ใช้ tweezers หยิบผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ธรรมชาติโดยเลือกด้านที่มีความเงาทั้งแผ่นไปวางไว้บนเทปสีฟ้าที่มีความกว้างประมาณ 2-3 ซม. จากนั้นใช้ฟอ์เซปกดเบาๆเพื่อผลึกให้ติดกับเทปสีฟ้า โดยเทคนิคคือ หลังจากแปะผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ธรรมชาติลงไปแล้ว ให้เลื่อนเทปผ่านขอบโต๊ะช้าๆ เพื่อให้ชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ลอกออกจากผลึก จากนั้นใช้ฟอ์เซปคีบผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ส่วนที่ไม่ติดกับเทปเก็บไว้ใช้ครั้งต่อไป



รูปที่ 16 แสดงเทคนิคการใช้ขอบโต๊ะในการช่วยลอกผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

2. พับเทปประกบกันไปมาโดยพยายามอย่าให้ทับบริเวณเดิมจนโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แผ่ทั่วไปบนเทป ซึ่งจะใช้เทปนี้เป็น mother tape สำหรับการลอกในแต่ละครั้ง

3. ใช้เทปสีฟ้าที่มีความกว้างประมาณ 2-3 ซม. อีกันมาลอกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จาก mother tape โดยค่อยๆ แปะเทปลงไปช้าๆ ให้เรียบสนิทและไม่ให้เกิดฟองอากาศ แล้วค่อยๆ ลอกเทปออกจากกันช้าๆ ด้วยความเร็วคงที่ จากนั้นพักไว้เพื่อไปเตรียมแผ่นรองรับ ในที่นี้คือแผ่นซิลิกอน และ PDMS



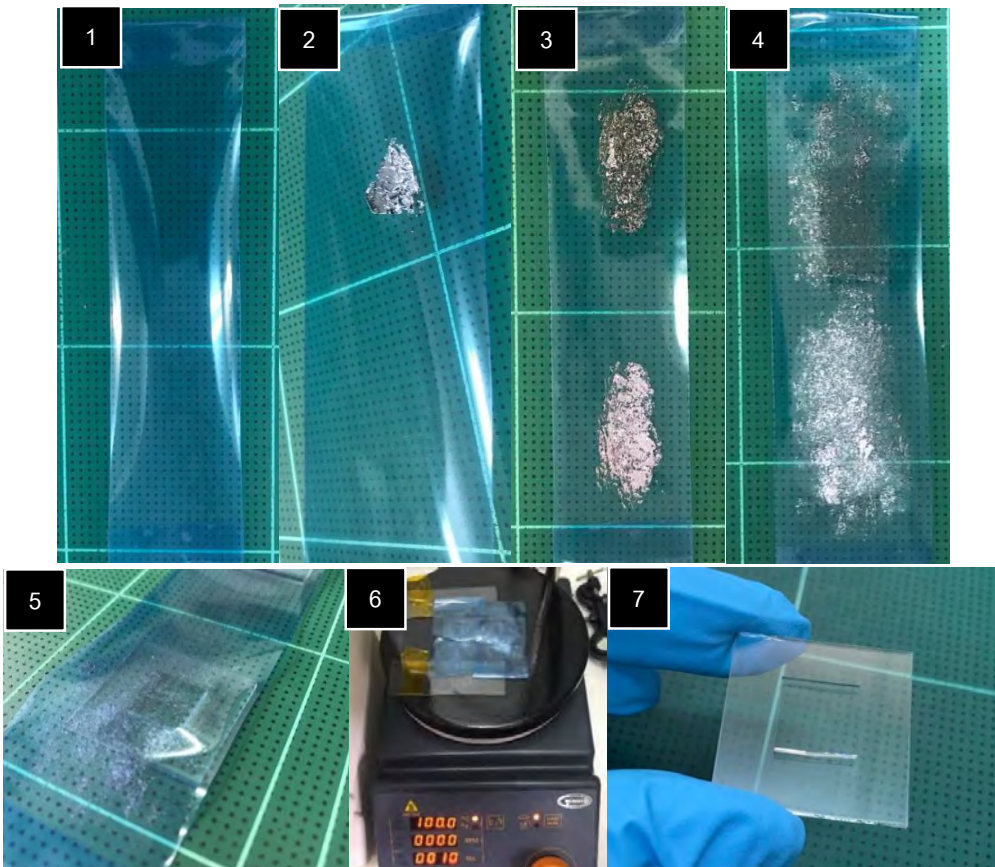
รูปที่ 17 ผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ธรรมชาติ (ซ้าย) แผ่นซิลิกอน (กลาง) และ PDMS mold (ขวา)

4. วิธีการเตรียมแผ่นรองรับมี 2 แบบคือแผ่นซิลิกอน และ PDMS
 - 4.1 แผ่นซิลิกอน: นำแผ่นซิลิกอนที่ตัดเป็นแผ่นรูปร่างสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด $1 \times 1 \text{ cm}^2$ ไปเป่าไล่ฝุ่นที่ผิวหน้าของแผ่นซิลิกอนด้วยปืนลมไนโตรเจน จากนั้นนำไปทำความสะอาดด้วย O_2 Plasma เป็นเวลา 10 นาที
 - 4.2 PDMS: นำ PDMS mold ที่เตรียมไว้มาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด $1 \times 1 \text{ cm}^2$ จากนั้นนำไปวางบนกระจก Glass slide
5. ลอกเทปในข้อ 3. ออกจาก mother tape จากนั้นเทปที่มีผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ธรรมชาติแผ่อยู่ทั่วนี้ไปแปะลงบนแผ่นรองรับที่เตรียมไว้ในข้อ 4. โดยการนำ tweezers ปลายพลาสติกแตะเบาๆ จนทั่วแผ่น จากนั้นใช้ยางลบกดเทปที่แปะบนแผ่นซิลิกอนโดยทิ้งน้ำหนักลงไปที่ข้อมือหรือปลายนิ้วที่ใช้กดเพื่อไล่ฟองอากาศเป็นเวลา 1 นาที
6. นำเทปที่แปะบนแผ่นรองรับนี้ไปให้ความร้อน $100 \text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 นาที แล้วทิ้งไว้ให้เย็น 5 นาที จากนั้นจึงค่อยๆ ทำการดึงเทปออก โดยการดึงจะต้องทำอย่างช้าๆ และความเร็วสม่ำเสมอ
7. นำแผ่นรองรับที่มีชั้นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ไปเก็บใน petri dish และตั้งชื่อ MOS_2 (01), MOS_2 (02),.... จากนั้นนำไปเก็บในตู้ดูดความชื้น

หมายเหตุ

- สำหรับการลอก BN บนแผ่นซิลิกอนก็ใช้วิธีการคล้ายการลอกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์บนแผ่นซิลิกอน แต่จะต่างกันตรงขั้นตอน 3 จะนำแผ่นซิลิกอนที่ตัดเป็นแผ่นรูปร่างสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด $1 \times 1 \text{ cm}^2$ ไปเป่าไล่ฝุ่นที่ผิวหน้าของแผ่นซิลิกอนจากนั้นนำไปทำความสะอาดด้วยการให้ความร้อน 100°C เป็นเวลา 10 นาที แทนการใช้ O_2 Plasma cleaning

- สำหรับ mother tape แต่ละอันสามารถนำไปใช้ต่อจนกว่าโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์บนเทปจะจาง ซึ่งใช้ได้ประมาณ 3 ครั้ง



รูปที่ 18 ขั้นตอนการลอก (exfoliation) โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ด้วยสก็อตเทป (1) ตัดเทปสีฟ้าที่มีความกว้างประมาณ 2-3 ซม. (2) นำผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ธรรมชาติไปวางไว้บนเทปสีฟ้า (3) พับเทปประกบกันไปมาโดยพยายามอย่าให้ทับที่เดิม (4) จนโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แผ่ทั่วเทปสีฟ้า (5) นำเทปที่มีผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แผ่อยู่ทั่วไปแปะลงบนแผ่นรองรับ (6) นำเทปที่แปะบนแผ่นซิลิกอนนี้ไปให้ความร้อน 100°C เป็นเวลา 2 นาที (7) ค่อยๆ ทำการดึงเทปออกจะมีชิ้นบางๆของผลึกโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์อยู่บนแผ่นรองรับ

การส่องหาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical microscope)

1. นำซิลิกอนหรือ PDMS ไปวางบน stage ของกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง จากนั้นทำการบันทึกค่าตำแหน่งเริ่มต้น (set origin) ที่มุมล่างซ้ายของแผ่น
2. ปรับกำลังขยายไปที่ 200 เท่า และทำการส่องหา จากซ้ายไปขวาจนสุดแล้วขยับบนขึ้นนิดหนึ่งและส่องจากขวาไปซ้ายไล่ไปเรื่อย ๆ จนเจอชั้น MoS_2 หรือ BN ที่เหมาะสม
3. เมื่อทำการเจอชั้น MoS_2 หรือ BN ที่เหมาะสมให้ปรับกำลังขยายของเลนส์ใกล้วัตถุไปที่ 1000 เท่า เพื่อดูรายละเอียดให้ละเอียดขึ้น จากนั้นทำการถ่ายรูปชั้น MoS_2 หรือ BN ด้วยกำลังขยาย 1000, 500, 200, 100, 50 เท่าตามลำดับ พร้อมตั้งชื่อรูปที่ถ่าย และบันทึก coordinates ของชั้น MoS_2 หรือ BN
4. ส่องจนทั่วแผ่นซิลิกอนหรือ PDMS
5. นำค่าตำแหน่งที่ได้ไปสร้างกราฟตำแหน่งบนซิลิกอนเพื่อให้ง่ายต่อการเลือกชั้น MoS_2 หรือ BN ที่เหมาะสม

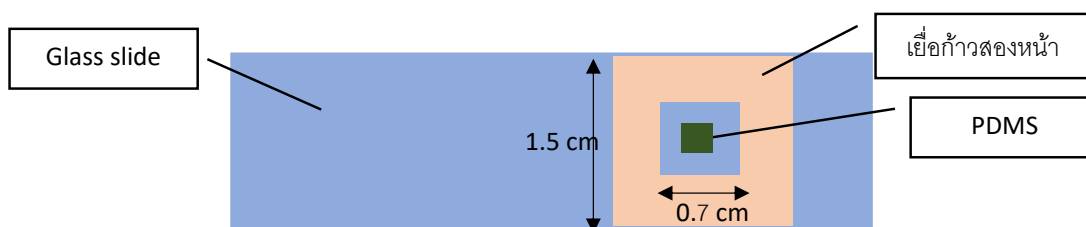
หมายเหตุ

การส่องบน PDMS จะส่องที่กำลังขยาย 500 เท่าแทน เนื่องจากแผ่นรองรับมีการโปร่งแสงและ MoS_2 ความหนาหนึ่งชั้นบางมากและมีความโปร่งแสง

3.2.2 การ transfer เพื่อสร้าง twisted bilayer MoS₂

การทำ PC polymer stacking

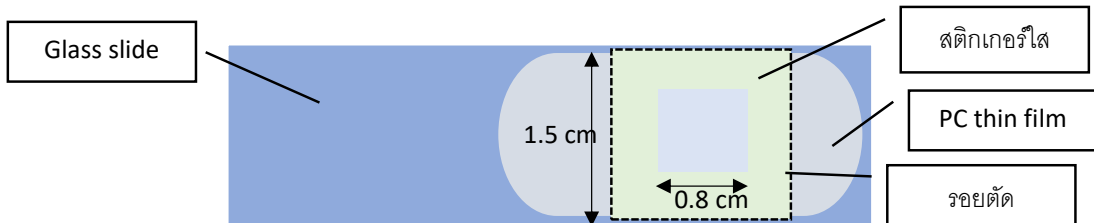
1. การเตรียม PDMS mold ทำได้โดยการนำ PDMS pre-polymer ซึ่งเป็นของเหลว ผสมกันกับ curing agent ในอัตราส่วน 10:1 ใส่ไว้ในจานเพาะเชื้อ (petri dish) ที่ล้างสะอาดด้วย acetone และ IPA ให้สะอาดที่สุดจนไม่เหลือคราบอะไรปรากฏอยู่ หลังจากนั้นพัก PDMS mold ที่ทิ้งไว้ให้แข็งตัว 2 คืน ในตู้สุญญากาศ (ในขณะที่พักจะทำการปั๊มอากาศออกตลอดเวลาเพื่อไม่ให้เกิดฟองอากาศหลังจากการแข็งตัวแล้ว)
2. การเตรียม PC ทำได้โดยการใส่ chloroform ใน PC ด้วยอัตราส่วน 6% ของสารละลายโดยมวลหรือผสม PC : chloroform ด้วยอัตราส่วน 1 : 0.064 ไว้ในบีกเกอร์ จากนั้นใช้แม่เหล็กคนสารโดยใช้ประมาณความเร็ว 200-250 rpm (ปิดด้วยพาราฟิล์มเพื่อไม่ให้สารระเหย) จากนั้นคนทิ้งไว้ข้ามคืน หรือจนกว่าจะละลายเข้ากันหมด แล้วนำไปเก็บไว้ให้ขูดสีชา
3. นำ PDMS mold ที่เตรียมไว้ในข้อ 1. มาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด $0.4 \times 0.4 \text{ cm}^2$ จากนั้นนำไปวางบนกระจก Glass slide ที่มีเยื่อแก้วสองหน้าขนาด $1.5 \times 1.5 \text{ cm}^2$ ซึ่งมีรูตรงกลางขนาดประมาณ $0.7 \times 0.7 \text{ cm}^2$ (ขนาดใหญ่กว่า PDMS)



รูปที่ 19 แสดงขั้นตอนการตัดเยื่อแก้วสองหน้าขนาดประมาณ $1.5 \times 1.5 \text{ cm}^2$ และตัดช่องตรงกลางขนาดประมาณ $0.7 \times 0.7 \text{ cm}^2$ ไปวางบน glass slide จากนั้นวาง PDMS ไว้ตรงกลาง

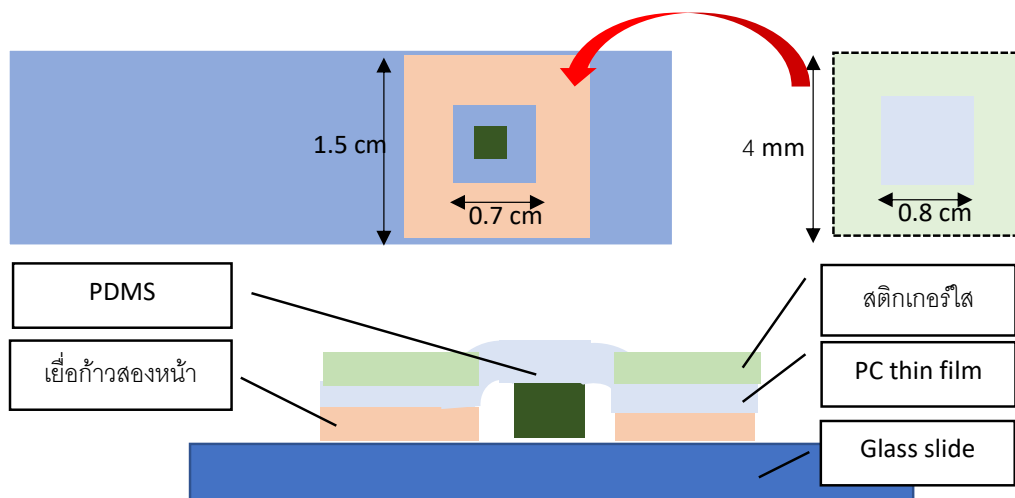
4. หยด PC ในข้อ 2. ประมาณ 2 หยด บน glass slide เปล่าๆ แล้วใช้ glass slide อีกแผ่นปาดให้แบน และเรียบที่สุดที่จะเป็นไปได้ (เป็นฟิล์มบาง PC) เพื่อไม่ให้เกิดปัญหาจากการหักเหของแสงผ่านกล้องจุลทรรศน์ขณะสร้างชิ้นงาน และทิ้งไว้ให้แห้งประมาณ 15 นาที

5. นำสติกเกอร์ใสที่ตัดเป็นสี่เหลี่ยมขนาด $1.5 \times 1.5 \text{ cm}^2$ ซึ่งมีรูตรงกลางขนาดประมาณ $0.8 \times 0.8 \text{ cm}^2$ (ใหญ่กว่า PDMS) ไปติดฟิล์มบาง PC บน glass slide ในข้อที่ 4 จากนั้นใช้คัตเตอร์กรีดตามรอยสติกเกอร์ ลอกออกมาแค่ส่วนของฟิล์มบางที่ติดกับสติกเกอร์ใสอย่างช้าๆ อย่าให้ฟิล์มขาด



รูปที่ 20 แสดงขั้นตอนการตัดสติกเกอร์ใสขนาดประมาณ $1.5 \times 1.5 \text{ cm}^2$ และตัดช่องตรงกลางขนาดประมาณ $0.8 \times 0.8 \text{ mm}^2$ ไปวางบนฟิล์มบาง PC

6. จากนั้นนำฟิล์มบาง PC ที่ติดด้วยสติกเกอร์ใสไปวางบน PDMS ที่อยู่บน glass slide พยายามอย่าให้ฟิล์มยับ และลงภายในครั้งเดียวจะได้ PC polymer stacking



รูปที่ 21 แสดงรูปด้านข้างของ PC polymer stack

หมายเหตุ

- ควรตรวจสอบให้แน่ใจว่าตู้สุญญากาศที่ใช้วาง PDMS mold ขนานกับพื้นเพื่อที่จะได้ PDMS ที่มีความหนาสม่ำเสมอ
- ทุกขั้นตอนเพื่อความมั่นใจว่าจะไม่มีฝุ่นผงไปติดที่ PDMS mold สามารถเป่าด้วยปืนลมไนโตรเจนได้
- การทำ PDMS mold ควรจะแน่ใจว่าแข็งตัวสนิทก่อนที่จะตัด

วิธีการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer method)

สำหรับลอก MoS_2 บนแผ่นรองรับที่เป็นซิลิกอน

1. นำแผ่นซิลิกอนที่มีชั้น BN ไปวางบน transfer stage
2. เลื่อนตำแหน่งของชั้น BN ที่ต้องการจาก coordinate ที่บันทึกไว้ให้ เมื่อเจอปรับจนภาพในกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงชัดที่สุด และอยู่ตรงกลางพอดี
3. นำแผ่นกระจก (glass slide) ที่ได้ทำ PC polymer stack ไว้ไปยึดกับ micro manipulator
4. ปรับอุณหภูมิ stage โดยใช้ temperature controller ไปที่ 100 องศาเซลเซียส
5. ใช้ micro manipulator เลื่อนให้ PC ลงไปบนแผ่นซิลิกอนบริเวณชั้น BN (Top BN) อย่างช้า ๆ เพื่อให้ BN ยึดติดกับ PC
6. เมื่อ PC ทับจนทั่ว BN ให้ใช้ micro manipulator เลื่อน PC ขึ้นจากแผ่นซิลิกอนอย่างรวดเร็ว (ไม่ให้เกิดฟองอากาศขณะดึงขึ้นและเพื่อเพิ่มแรงกระชาก) จะทำให้ชั้น BN ติดกับ PC ขึ้นมา (จะสังเกตเห็นว่าชั้น BN ติดขึ้นมากับ PC จากกล้อง โดยจะเห็นว่าชั้น BN นั้นหายไปจากแผ่นซิลิกอนแล้ว)
7. นำ PC ไปส่องกล้องจุลทรรศน์เพื่อดูลักษณะ BN ที่ติดขึ้นมาและความเสียหายของ PC
8. ย้ายแผ่นซิลิกอนอันเดิมออก จากนั้นนำแผ่นซิลิกอนที่มีชั้น MoS_2 มาวางบน stage แทน
9. เลื่อนตำแหน่งของชั้น MoS_2 ให้ไปขึ้นในกลางภาพของกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง
10. เล็งตำแหน่งของ BN บน PC ให้ตรงกับ MoS_2 บนแผ่นซิลิกอน
11. ใช้ micro manipulator เลื่อน BN บน PC ให้ทับลงบนแผ่นซิลิกอนของ MoS_2 อย่างช้า ๆ (ควรให้ฟองอากาศหมดก่อนที่จะเลื่อนลงไป)
12. ใช้ micro manipulator เลื่อนให้ชั้น BN บน PC ขึ้นจากแผ่นซิลิกอนอย่างรวดเร็ว (ไม่ให้เกิดฟองอากาศขณะดึงขึ้นและให้เพิ่มแรงกระชาก) เพื่อให้ชั้น MoS_2 ติดกับ PC ขึ้นมา (จะสังเกตเห็นว่าชั้น MoS_2 ขึ้นมากับ PC จากกล้อง โดยการดูว่าชั้น MoS_2 นั้นหายไปจากแผ่นซิลิกอนแล้ว) แสดงว่าตอนนี้มี MoS_2/BN อยู่บน PC
13. ย้ายแผ่นซิลิกอนอันเดิมออก จากนั้นนำแผ่นซิลิกอนที่มีชั้น BN (Bottom BN) มาวางบน stage แทน
14. เล็งตำแหน่งของ MoS_2/BN บน PC ให้ตรงกับ BN (Bottom BN) บนแผ่นซิลิกอน
15. ใช้ micro manipulator เลื่อน MoS_2/BN บน PC ทับลงบนแผ่นซิลิกอนของ BN (Bottom BN) อย่างช้า ๆ พอใกล้บริเวณที่เป็น MoS_2 ให้ค่อยๆเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 180 องศา และค่อยๆเลื่อน micro manipulator ให้ช้าที่สุดเพื่อให้ PC ละลายติดอยู่กับแผ่นซิลิกอน แสดงว่าตอนนี้มี $\text{BN}/\text{MoS}_2/\text{BN}$ อยู่บนแผ่นซิลิกอน

16. จากนั้นนำแผ่นซิลิกอนไปแช่ anisole แล้วล้างด้วย acetone และ IPA ตามลำดับ

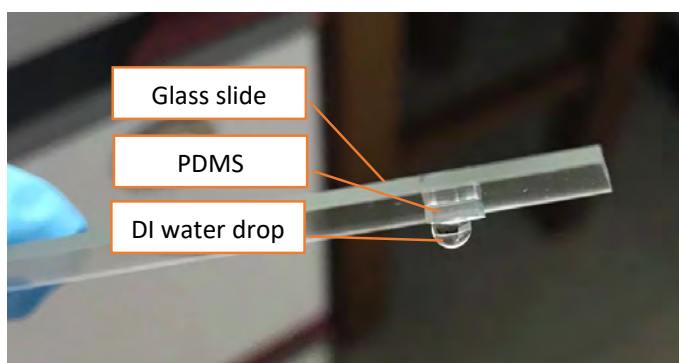
สำหรับการลอก MoS₂ บนแผ่นรองรับที่เป็น PDMS

1. นำแผ่นซิลิกอนที่มีชั้น BN ไปวางบน transfer stage
2. เลื่อนตำแหน่งของชั้น BN ให้ไปขึ้นในกลางภาพของกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง
3. ตัด PDMS ที่ทำการลอก MoS₂ ใว้ขนาดประมาณ 0.4 x 0.4 cm² โดยให้เลือกตัดแค่บริเวณที่มี single layer MoS₂ ที่ต้องการ จากนั้นนำไปวางบน glass slide
4. นำ MoS₂/PDMS บน glass slide ที่เตรียมไว้ในข้อ 3. ไปยึดกับ micro manipulator
5. ปรับอุณหภูมิ stage โดยใช้ temperature controller ไปที่ 70 องศาเซลเซียส
6. เล็งตำแหน่งของ MoS₂ บน PDMS ให้ตรงกับ BN บนแผ่นซิลิกอน
7. ใช้ micro manipulator เลื่อน PDMS ลงบนแผ่นซิลิกอนบริเวณชั้น BN อย่างช้า ๆ เพื่อให้ MoS₂ ติดกับ BN บนแผ่นซิลิกอน
8. ทิ้งไว้ประมาณ 1 นาทีค่อยเลื่อน PDMS ขึ้นมาช้าๆ ด้วยความเร็วคงที่จะได้ MoS₂/BN อยู่บนแผ่นซิลิกอน
9. นำ PDMS บน glass slide ที่เตรียมไว้ในข้อ 3. อีกชิ้นหนึ่งไปยึดกับ micro manipulator
10. เล็งตำแหน่งของ MoS₂ บน PDMS ให้ตรงกับ MoS₂/BN บนแผ่นซิลิกอน
11. หมุน stage ให้ขอบด้านใดด้านหนึ่งของ MoS₂ ที่อยู่บนซิลิกอนตรงกับขอบของ MoS₂ บน PDMS
12. หมุน stage ไปอีก 3.5 องศาเพื่อให้ได้ twisted ที่มุนน้อยๆ
13. ใช้ micro manipulator เลื่อน PDMS ลงบนแผ่นซิลิกอนบริเวณที่มีชั้น MoS₂/BN อย่างช้า ๆ เพื่อให้ MoS₂ ติดกับ MoS₂/BN บนแผ่นซิลิกอน
14. ทิ้งไว้ประมาณ 1 นาทีค่อยเลื่อน PDMS ขึ้นมาช้าๆ ด้วยความเร็วคงที่ จะได้ twisted MoS₂/BN อยู่บนแผ่นซิลิกอน

วิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method)

วิธีการนี้จะเหมาะกับวิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (Chemical Vapor Deposition หรือ CVD)

1. ตัด PDMS mold ขนาดประมาณ $0.4 \times 0.4 \text{ cm}^2$ ไปวางบน glass slide
2. หยดน้ำ DI 1 หยดบน PDMS ที่อยู่บน glass slide (หยดน้ำจะเกาะอยู่บน PDMS)



รูปที่ 22 แสดงหยดน้ำที่เกาะอยู่บน PDMS

3. นำ PDMS บน glass slide ที่มีหยดน้ำเกาะไปยึดกับ micro manipulator
4. นำแผ่นซิลิกอน MoS_2 ที่ปลูกด้วยวิธี CVD ไปวางบน transfer stage
5. เลื่อนตำแหน่งของ MoS_2 ให้ไปขึ้นในกลางภาพของกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง
6. เล็งตำแหน่งของหยดน้ำให้อยู่บริเวณที่ต้องการให้ MoS_2 บนแผ่นซิลิกอนติดกับ PDMS ขึ้นมา
7. ใช้ micro manipulator เลื่อนให้ PDMS ลงบนแผ่นซิลิกอนอย่างช้า ๆ จนสุดที่จะลงไปได้ จากนั้นจึงค่อยๆเคลื่อนขึ้นด้วยความเร็วเท่ากับตอนลง จะเห็นว่ามี MoS_2 ติด PDMS ขึ้นมา
8. นำ PDMS ที่มี MoS_2 ไปวางลงบนแผ่นซิลิกอนเปล่าๆที่ 70 องศา
9. ใช้ PDMS ทำซ้ำข้อ 2.-7. อีกขึ้น จากนั้นนำไปเล็งให้ตรงกับ MoS_2 ที่อยู่บนซิลิกอนในข้อ 8.
10. หมุน stage ให้ขอบด้านใดด้านหนึ่งของ MoS_2 ที่อยู่บนซิลิกอนตรงกับขอบของ MoS_2 บน PDMS
11. หมุน stage ไปอีก 3.5 องศาเพื่อให้ได้ twisted ที่มีมน้อยๆ
12. ใช้ micro manipulator เลื่อนให้ PDMS ลงบนแผ่นซิลิกอนบริเวณที่มีขึ้น MoS_2 อย่างช้า ๆ เพื่อให้ MoS_2 ติดกับ MoS_2 บนแผ่นซิลิกอน
13. ทิ้งไว้ประมาณ 1 นาทีค่อยเลื่อน PDMS ขึ้นมาช้าๆ ด้วยความเร็วคงที่ จะได้ twisted MoS_2 อยู่บนแผ่นซิลิกอน

3.2.3 ศึกษาคุณสมบัติโพลิบดิ่งมไดซ์ไฟด์ และการวิเคราะห์ข้อมูล (Data Analysis)

Atomic Force Microscope (AFM)

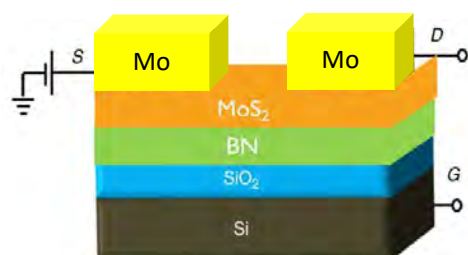
สามารถใช้ในการวิเคราะห์ความเรียบและความหนาของพื้นผิวของโพลิบดิ่งมไดซ์ไฟด์ นอกจากนี้เพื่อให้
ง่ายต่อการออกแบบ etch mask และคอนแทคและหลีกเลี่ยงบริเวณที่มีฟองอากาศหรือสิ่งสกปรกสำหรับใน
ขั้นตอนการใส่คอนแทค

Raman Spectroscopy

เราใช้การวัดการรามานในการวิเคราะห์จำนวนชั้นซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. วางแผ่นซิลิกอนที่มีชิ้นงานที่ต้องการวัดลงบน glass slide ที่อยู่บน stage
2. ปรับโฟกัสภาพหยาบที่กำลังขยายเลนส์ใกล้วัตถุ 10x ที่ขอบล่างซ้ายให้ชัด (เราจะใช้ขอบล่างซ้ายเป็น
จุดอ้างอิงเหมือนการส่องชิ้นโพลิบดิ่งมไดซ์ไฟด์ในกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง) จากนั้นกด set zero
เพื่อให้ตำแหน่งขอบล่างซ้ายนี้เป็นตำแหน่ง (0,0)
3. ใส่พิกัดของชิ้นงานที่เคยบันทึกไว้ในขั้นตอนการส่องชิ้นโพลิบดิ่งมไดซ์ไฟด์ในกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง
จากนั้นปรับกำลังขยายเลนส์ใกล้วัตถุเป็น 100x และปรับโฟกัสภาพละเอียดให้ได้ภาพที่มีความชัด
มากที่สุด
4. เลื่อนให้จุดที่ต้องการจะวัดอยู่ตรงกลางของกากบาทซึ่งเป็นเลเซอร์สีเขียว จากนั้นทำการบันทึกภาพ
หน้าจอเพื่อให้เราทราบตำแหน่งที่เราใช้วัดที่แน่นอนหลังจากวัดค่าสเปกตรัมรามานออกมา ต้องระวัง
ตอนปรับโฟกัสภาพละเอียดเพราะเลนส์ใกล้วัตถุจะอยู่ใกล้ชิ้นงานของเราเป็นอย่างมากจึงควรค่อยๆ
หมุนทีละนิด
5. เปลี่ยนโหมดจาก visualizing mode (ปิดแสงจากกล้อง) ไปที่ Raman mode (เปิดลำแสงเลเซอร์)
โดยเราจะใช้เลเซอร์สีเขียวซึ่งมีความยาวคลื่น 532 นาโนเมตรที่มีความเข้มสูงสุด ใส่ค่า
accumulation times และ ค่า repeating count ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ข้อมูลที่มีความเข้ม
(intensity) ไม่สูงเกินไป
6. ทำซ้ำข้อ 4.-5. แต่เปลี่ยนเป็นพิกัดอื่นใกล้ๆกัน เพื่อเปรียบเทียบว่าข้อมูลที่ได้อันไหน ซึ่งไม่ควรต่างกันมาก
หากมีจำนวนชั้นเท่ากันและเป็นแบบเดียวกัน
7. นำข้อมูลออกมาเป็นไฟล์นามสกุลต่างๆ ที่จำเป็นมากคือ text file ที่จะนำไปพลอตกราฟในโปรแกรม
IGOR

การวัดค่าทางไฟฟ้า (Electrical measurement)



รูปที่ 23 แสดงให้เห็นการต่อวงจรอย่างง่ายของทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้าจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

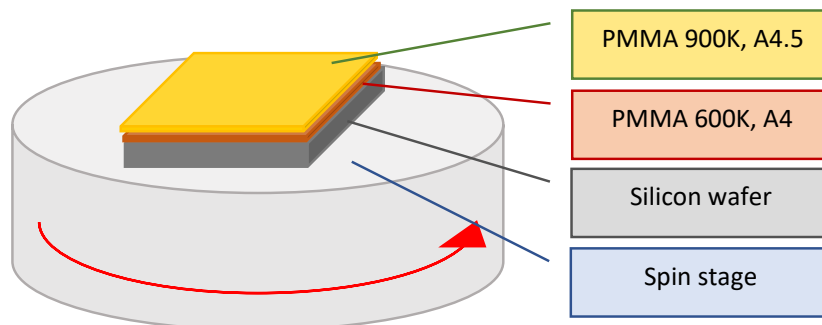
ก่อนที่จะนำไปใส่คอนแทคเพื่อวัดค่าทางไฟฟ้า จำเป็นต้องทำให้ผิวของชิ้นงานที่จะวัดมีความเรียบ หรือเลือกแค่บริเวณที่เรียบมาใช้ในการวัดจะถึงขั้นตอนการวัดมีวิธีการทำชิ้นงานหนึ่งชิ้น เป็นขั้นตอนดังนี้

- 1.) Spin PMMA เตรียมพื้นผิวก่อนใช้ EBL
- 2.) Electron Beam Lithography (EBL) สร้างลวดลายของ Marker Field
- 3.) Develop เป็นขั้นตอนที่เอา PMMA ส่วนที่เป็นลวดลายของ Marker Field ออก
- 4.) Maker Deposition and sputtering Mo ใส่ Mo ไปแทนที่ส่วนที่โดน Develop ออก
- 5.) Lift-off เอา PMMA และ Mo ส่วนที่ไม่ใช่ลวดลายของ Marker Field ออก
- 6.) Design etch mask เพื่อออกแบบบริเวณที่ต้องการใช้งานและบริเวณที่ต้องการกำจัด
- 7.) Spin PMMA เตรียมพื้นผิวก่อนใช้ EBL
- 8.) Electron Beam Lithography (EBL) ลวดลายของ Etch mask ที่ออกแบบไว้ข้อ 5
- 9.) Develop เป็นขั้นตอนที่เอา PMMA ส่วนที่เป็นลวดลายของ Etch mask ออกซึ่งคือส่วนของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่เราไม่ต้องการเก็บไว้
- 10.) Etching with plasma กำจัดส่วนของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่เราไม่ต้องการเก็บไว้
- 11.) แช่ acetone และ IPA เอา PMMA ที่เหลือทิ้งหมดออก
- 12.) Design contact เพื่อออกแบบคอนแทคในการวัดตามต้องการ
- 13.) Spin PMMA เตรียมพื้นผิวก่อนใช้ EBL
- 14.) Electron Beam Lithography (EBL) ลวดลายของ contact ที่ออกแบบไว้ข้อ 12
- 15.) Develop เป็นขั้นตอนที่เอา PMMA ส่วนที่เป็นลวดลายของ contact ออก
- 16.) Maker Deposition and sputtering Mo ใส่ Mo ไปแทนที่ส่วนที่โดน Develop ออก
- 17.) Lift-off เอา PMMA และ Mo ส่วนที่ไม่ใช่ลวดลายของ contact ออก
- 18.) วัดค่าทางไฟฟ้า

Spin PMMA

การเคลือบพอลิเมอร์จำพวกพอลิเมทิลเมทาคริเลต (Poly Methyl Methacrylate ,PMMA) ลงบนแผ่นรองรับที่มีชั้นงานอยู่เพื่อช่วยในการรักษาบริเวณที่ต้องการวัด และกำจัดบริเวณที่ไม่ต้องการรวมถึงการสร้างเป็นคอนแทคโดย lithography และการ sputtering Mo

- ให้ความร้อนแผ่นซิลิกอนที่มีชั้นงานที่จะวัดอยู่ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาทีเพื่อไล่ไอน้ำและโมเลกุลของแก๊สที่อยู่บนผิวของแผ่นซิลิกอน
- เมื่อครบ 5 นาทีให้รับนำแผ่นซิลิกอนมาวางแทนวางบนเครื่องสปิน เปิดเครื่องปั่นเพื่อดูแผ่นซิลิกอนไว้กับแทนวาง จากนั้นนำปิเปตต์พลาสติกหยด PMMA ขนาด 600K ,A4 ให้ทั่วแผ่นซิลิกอน รีบกดสปินเป็นสองช่วงที่ 500 RPM เป็นเวลา 5 วินาที และตามด้วย 4000 RPM เป็นเวลา 60 วินาที หากสังเกตการเปลี่ยนสีจะพบว่า PMMA จะมีการเปลี่ยนสีในช่วงวินาทีที่ 40 ของการสปินช่วงที่ 2
- ให้ความร้อนแผ่นซิลิกอนที่มีชั้นงานที่จะวัดอยู่ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาทีเพื่อระเหยตัวทำละลายในฟิล์ม PMMA และเพิ่มแรงยึดติดระหว่างฟิล์ม PMMA กับแผ่นซิลิกอน
- เมื่อครบ 5 นาทีให้รับนำแผ่นซิลิกอนมาวางแทนวางบนเครื่องสปิน เปิดเครื่องปั่นเพื่อดูแผ่นซิลิกอนไว้กับแทนวาง จากนั้นนำปิเปตต์พลาสติกหยด PMMA ขนาด 900K ,A4.5 ให้ทั่วแผ่นซิลิกอน รีบกดสปินเป็นสองช่วงที่ 500 RPM เป็นเวลา 5 วินาที และตามด้วย 6000 RPM เป็นเวลา 60 วินาที หากสังเกตการเปลี่ยนสีจะพบว่า PMMA จะมีการเปลี่ยนสีในช่วงวินาทีที่ 42 ของการสปินช่วงที่ 2

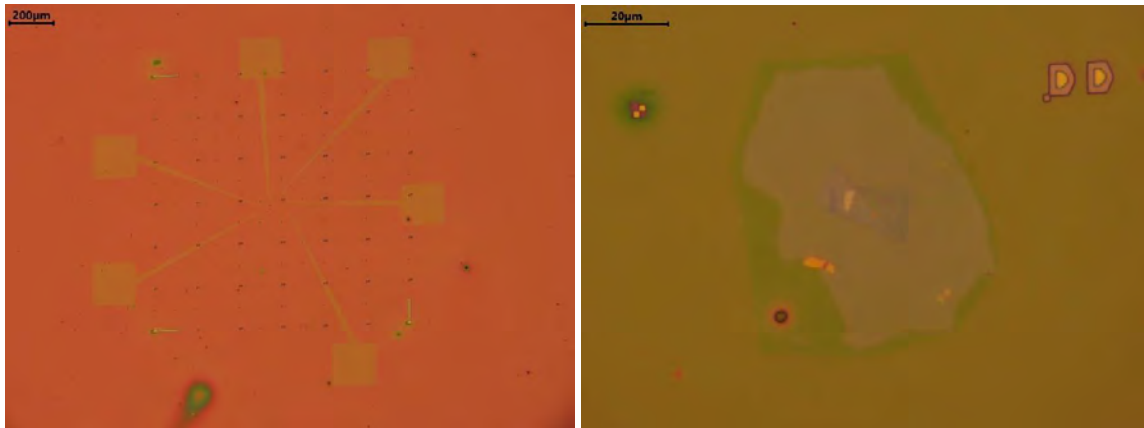


รูปที่ 24 แสดงชั้นของ PMMA ที่สปินลงบนแผ่นซิลิกอน

- ให้ความร้อนแผ่นซิลิกอนที่มีชั้นงานที่จะวัดอยู่ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาทีเพื่อระเหยตัวทำละลายในฟิล์ม PMMA และเพิ่มแรงยึดติดระหว่างฟิล์ม PMMA กับแผ่นซิลิกอน
- ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วนำไปส่องกล้องเพื่อดูความเรียบ ถ้าหากฟิล์ม PMMA ไม่เรียบโดยเฉพาะบริเวณที่มีชั้นงาน ควรล้าง PMMA ออกแล้วทำใหม่

Electron Beam Lithography (EBL)

การสร้างลวดลายด้วยเทคนิค Electron Beam Lithography (EBL) ลงบนแผ่นซิลิกอนที่เคลือบด้วยฟิล์ม PMMA เพื่อการสร้าง ออกแบบ และผลิตชิ้นงานที่มีโครงสร้างในระดับนาโนเมตร ซึ่งลวดลายที่เกิดขึ้นจะเป็นไปตามที่เราได้ออกแบบไว้ใน Design CAD



รูปที่ 27 ลวดลายของคอนแทค (ซ้าย) และของ etch mask (ขวา) หลังจากการใช้ลำอิเล็กตรอนยิง

Develop

โดยปกติการ develop จะมีอยู่ 2 วิธีคือที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิต่ำ ในที่นี้เราจใช้การ develop ที่อุณหภูมิต่ำ โดยวิธีการคือ

1. ผสมสารที่เรียกว่า developer คือ DI water : IPA = 1 : 3 โดยจะใส่น้ำ DI 20 มิลลิลิตร จากนั้นเติม IPA อีก 60 มิลลิลิตร รวมเป็น 80 มิลลิลิตรลงในบีกเกอร์ แล้วนำกระดาษฟรอยมาปิดบีกเกอร์ไว้
2. นำบีกเกอร์จากข้อ 1. ไปแช่ให้เย็นจัดในน้ำแข็งประมาณ 30 นาที



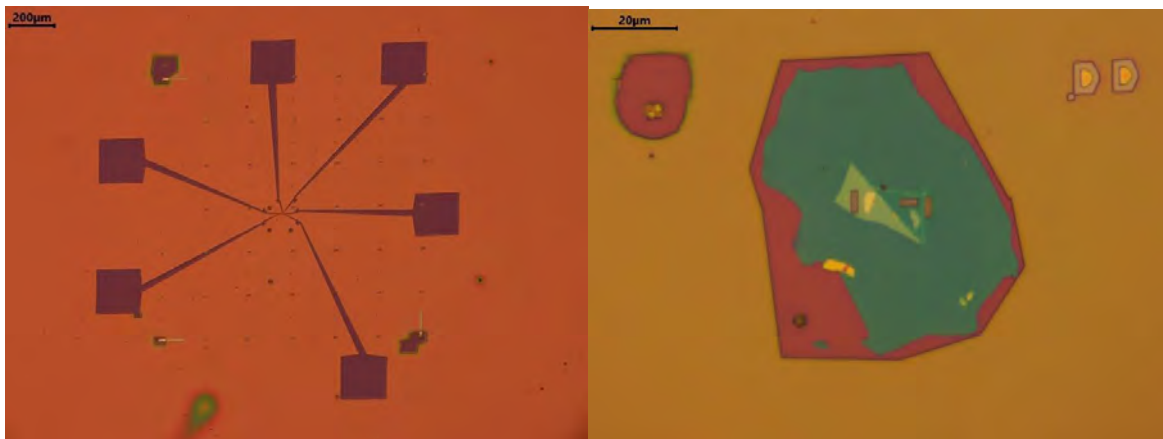
รูปที่ 28 ขั้นตอนการเตรียม developer

- เมื่อครบเวลาเปิดกระดาดาชพรอยออกโดยที่ปีกเกอร์ยังคงแช่อยู่ในน้ำแข็ง จากนั้นนำ tweezer คีบซิลิกอนที่มีชิ้นงานลงไปแช่และเขย่าเบาๆ อย่าให้แผ่นซิลิกอนหลุดออกจาก tweezer ประมาณ 1 นาที (พยายามรักษาเวลาให้พอดี ถ้าหากนานเกินไปอาจทำให้ PMMA ส่วนอื่นที่เราต้องการให้หลุดออกมาด้วย)



รูปที่ 29 วิธีการเขย่า tweezer ในปีกเกอร์ที่มี developer

- นำไปแช่ใน IPA อีกปีกเกอร์ 1 นาที (ระหว่างการเปลี่ยนปีกเกอร์อย่าปล่อยให้แผ่นซิลิกอนแห้งและพยายามอย่าให้ซิลิกอนหลุดออกจาก tweezer เพราะจะคีบชิ้นมายาก)
- ครบ 1 นาทีนำมาเป่าด้วยปืนลมไนโตรเจนจนแห้ง



รูปที่ 30 บริเวณของคอนแทค (ซ้าย) และของ etch mask (ขวา) หลังจากการ Develop

Etching with plasma

หลังจากการ Develop ของ etch mask เราจะใช้พลาสมาโดยใช้แก๊ส CHF_3 ผสมกับ O_2 โดยขั้นแรกคือเราต้องหาอัตราการสลายตัวที่ความหนาต่างๆของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ เพื่อที่จะกำจัดส่วนที่ไม่ต้องการได้หมดและไม่ส่งผลต่อบริเวณที่ต้องการ

โดยจากการทดลองเงื่อนไขความดันที่ใช้สำหรับชิ้นงานครั้งนี้

Pressure	$\text{O}_2(\text{gas})$: 150 mtorr
	$\text{O}_2+\text{CHF}_3(\text{gas})$: 300 mtorr
	$\text{O}_2+\text{CHF}_3(\text{plasma})$: 333 mtorr

เวลาที่ใช้ทั้งหมด 17 นาที



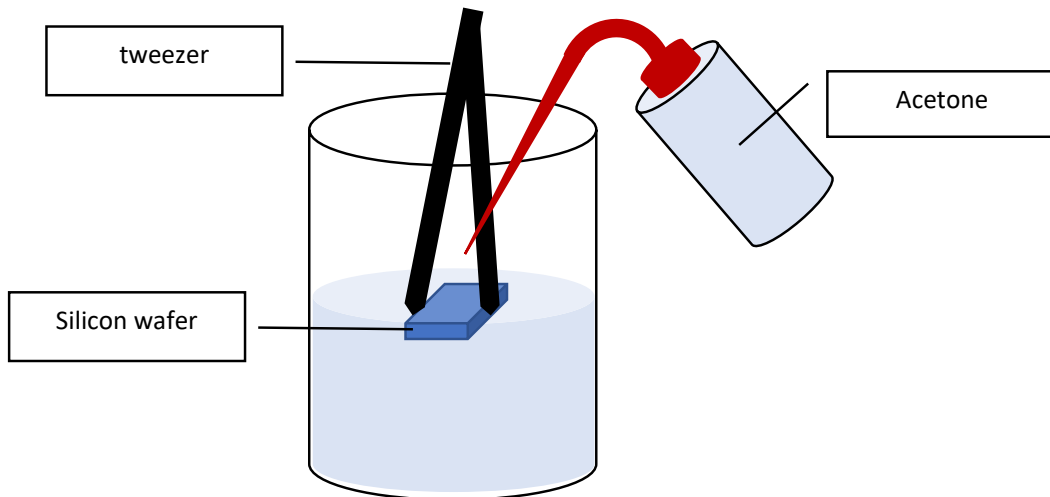
รูปที่ 31 แสดงก่อน (ซ้าย) และหลัง (ขวา) การทำ Plasma etching

Lift-off

หลังจากการ Maker Deposition and sputtering Mo คือใส่ Mo ไปแทนที่ส่วนที่โดน Develop ออก เราต้องทำการเอา PMMA และ Mo ส่วนเกินออกทั้งหมด โดยมีวิธีการดังนี้

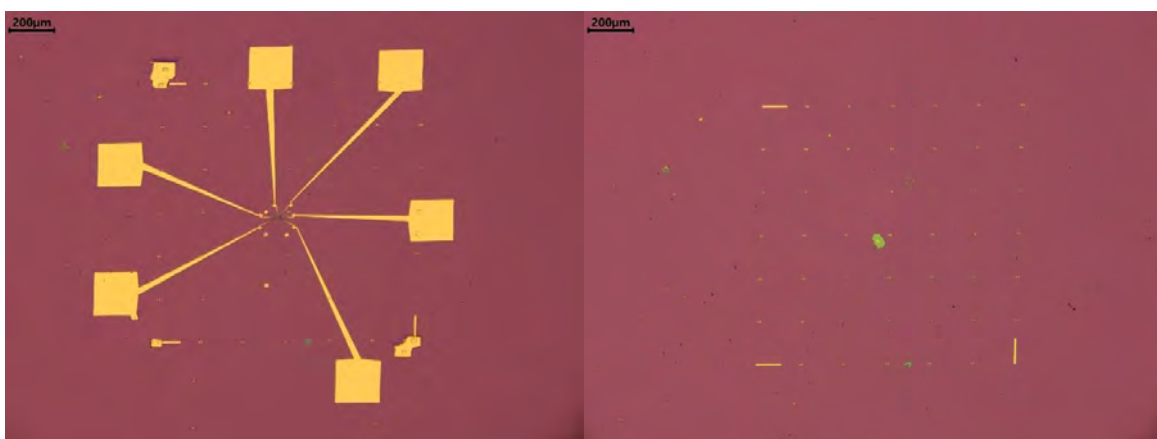
1. นำแผ่นซิลิกอนจากการ sputtering Mo ไปแช่ไว้ในอะซิโตนข้ามคืน หรืออย่างน้อย 6 ชั่วโมง (ปิดปีกเกอร์ ด้วยกระดาษฟรอยป้องกันการระเหยของอะซิโตน)
2. นำซิลิกอนจากปีกเกอร์ในข้อ 1. ไปแช่ในอะซิโตนที่อยู่อีกปีกเกอร์หนึ่ง

3. คีบแผ่นซิลิกอนขึ้นมาด้วย tweezer แล้วยกขึ้นมาใกล้ผิวหน้าแต่อย่าให้ผิวหน้าของแผ่นซิลิกอนแห้งโดยเด็ดขาด จากนั้นฉีดอะซิโตนไปที่ผิวหน้าแผ่นซิลิกอนเพื่อชะล้าง Mo ออกจนหมด



รูปที่ 32 แสดงวิธีการฉีดอะซิโตนที่ผิวหน้าของแผ่นซิลิกอนที่บริเวณผิวหน้า

4. นำแผ่นซิลิกอนไปแช่ในบีกเกอร์ IPA
5. นำบีกเกอร์จากข้อ 4. ไปส่องกล้องเพื่อดูผิวของซิลิกอนว่า Mo ที่ไม่ต้องการออกหมดหรือไม่ด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงแบบคร่าวๆ โดยยังคงแช่ซิลิกอนใน IPA ตลอดเวลา เนื่องจากหากผิวหน้าของซิลิกอนแห้งจะไม่สามารถล้างสิ่งต่างๆที่อยู่บนซิลิกอนได้อีกเพราะจะติดกับซิลิกอนแน่นขึ้น ถ้า Mo ออกไม่หมดให้ทำตามข้อ 3.-5. อีกรอบ
6. เมื่อออกหมดแล้วให้นำออกจาก IPA และรีบเป่าด้วยปืนลมไนโตรเจน

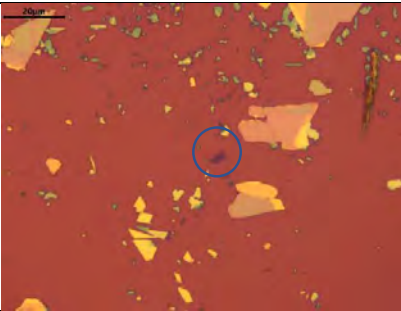
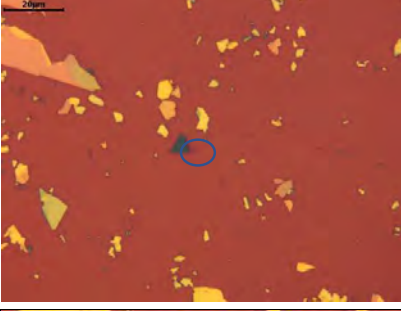
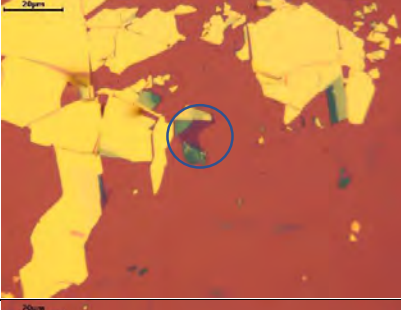



รูปที่ 33 บริเวณที่ถูกแทนที่หลังจาก sputtering Mo แล้วนำมา Lift-off ของคอนแทค (ข้าย) และ Marker field (ขาว)





บทที่ 4
ผลการทดลอง

4.1 การทำ ชั้น MoS₂

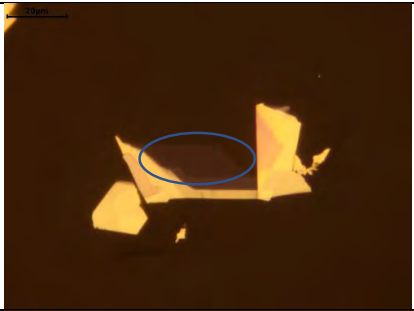

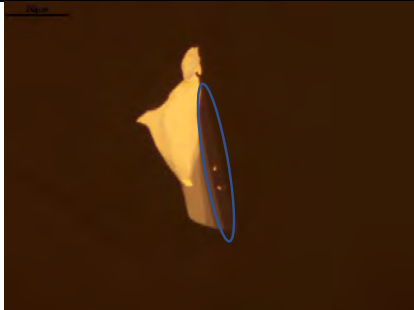

จากการทดลองลอก (exfoliate) MoS₂ ลงบนแผ่นซิลิกอนผลปรากฏว่าได้ชั้น MoS₂ ดังในตารางดังนี้

ชื่อ	อธิบาย	รูปภาพ
MoS ₂ (si04) _02_100x	-a few layer -ขนาดประมาณ 2x4 μm ² -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer	
MoS ₂ (si04) _04_100x	-single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชั้นที่ทำรามาาน) -ขนาดประมาณ 2x2 μm ² -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer	
MoS ₂ (si05) _03_100x	-a few layer -ขนาดประมาณ 5x10 μm ² -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer	
MoS ₂ (si05) _05_100x	-single layer (ใช้รามาานทดสอบ) -ขนาดประมาณ 2x10 μm ² -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer	

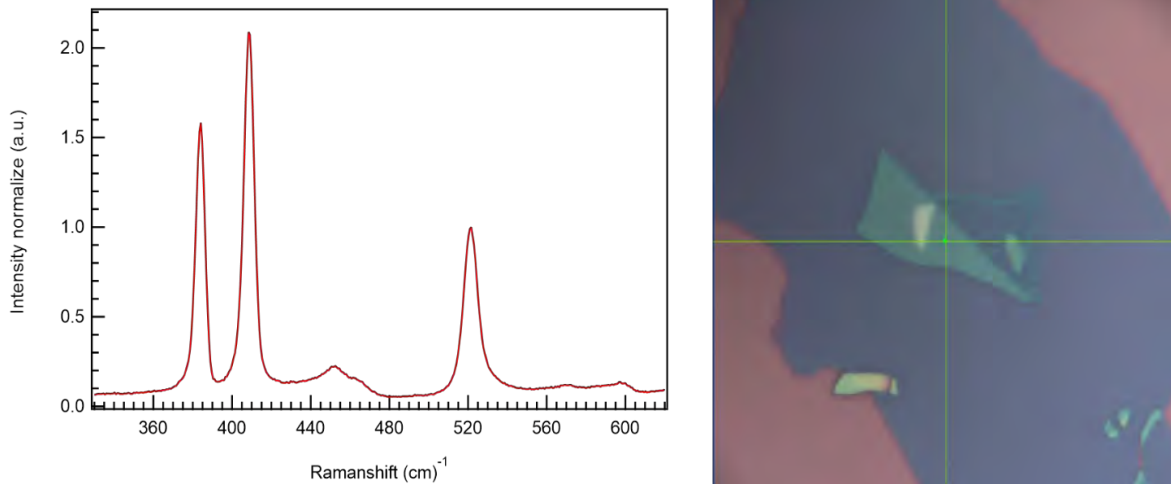
ปัญหาจากการ exfoliate ลงบนแผ่นซิลิกอนคือชิ้น MoS_2 ที่ได้มีหลายชั้นและ single layer ที่ได้มีขนาดเล็กมากไม่เหมาะแก่การทำ twisted bilayer ดังนั้นจึงต้องหาวิธีการลอก MoS_2 ใหม่ ให้ได้ single layer ที่มีขนาดใหญ่ขึ้น วิธีการแก้ปัญหาคือเปลี่ยน substrate จากการ exfoliate ลงบนแผ่นซิลิกอน ไปเป็น exfoliate ลงบนแผ่น PDMS แทนซึ่งได้เป็น single layer ที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังตาราง

ชื่อ	อธิบาย	รูปภาพ
$\text{MoS}_2(\text{PDMS01})_04_100x$	-single layer (ใช้รามานทดสอบ) -ขนาดประมาณ $10 \times 15 \mu\text{m}^2$ -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer แต่อาจทำ Heterostructure ได้	
$\text{MoS}_2(\text{PDMS01})_05_100x$	-single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชิ้นที่ทำรามาน) -ขนาดประมาณ $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer	
$\text{MoS}_2(\text{PDMS05})_08_100x$	-อาจจะ single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชิ้นที่ทำรามาน) -ขนาดประมาณ $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ -ไม่เหมาะสำหรับทำ twisted bilayer แต่อาจทำ Heterostructure ได้	
$\text{MoS}_2(\text{PDMS05})_03_100x$	-อาจจะ single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชิ้นที่ทำรามาน) -ขนาดประมาณ $20 \times 60 \mu\text{m}^2$ -อาจจะทำ twisted bilayer ได้	

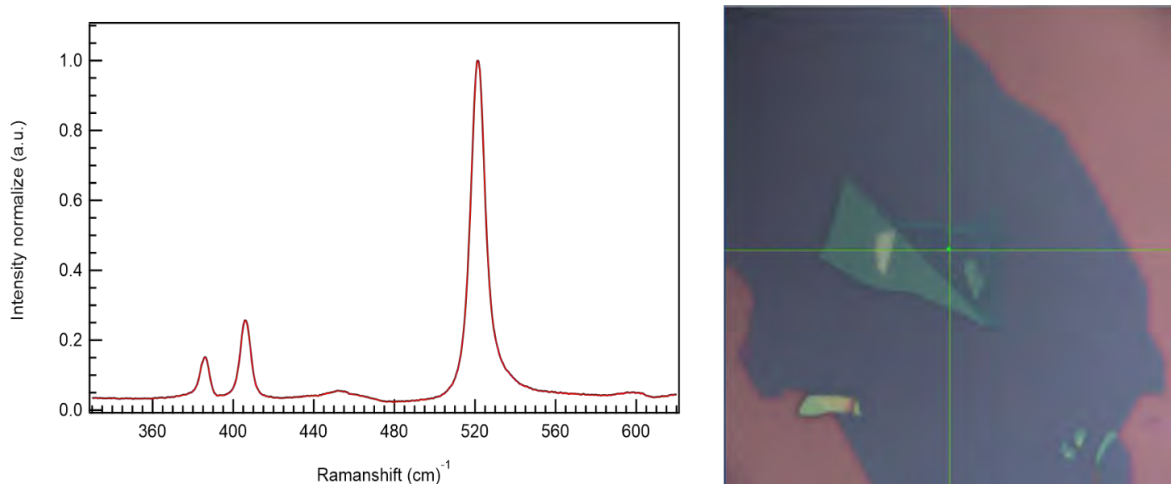
ปัญหาจากการ exfoliate ลงบน PDMS คือเมื่อใช้ PDMS mold ที่ทำไว้เป็นเวลานาน ประสิทธิภาพในการลอกจะลดลงน่าจะเป็นผลมาจากความเหนียวของ PDMS ลดลงเมื่อตั้งไว้นานๆ ดังนั้นจึงทำการทำ PDMS mold ขึ้นมาใหม่ ผลคือสามารถลอกได้ single layer ที่มีขนาดใหญ่พอได้มากขึ้น ดังตัวอย่างต่อไปนี้

ชื่อ	อธิบาย	รูปภาพ
MoS ₂ (PDMS10) _05_100x	-single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชั้นที่ทำรามาาน) -ขนาดประมาณ 15x30 μm^2 -สามารถ twisted bilayer และ Heterostructure ได้	
MoS ₂ (PDMS01) _06_100x	-single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชั้นที่ทำรามาาน) -ขนาดประมาณ 15x15 μm^2 -สามารถ twisted bilayer และ Heterostructure ได้	
MoS ₂ (PDMS05) _08_100x	-อาจจะ single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชั้นที่ทำรามาาน) -ขนาดประมาณ 5x50 μm^2 -อาจจะ twisted bilayer และ Heterostructure ได้	
MoS ₂ (PDMS13) _01_100x	-อาจจะ single layer (ใช้วิธีดู contrast เทียบกับชั้นที่ทำรามาาน) -ขนาดประมาณ 15x15 μm^2 -สามารถ twisted bilayer และ Heterostructure ได้	

จากรูปตัวอย่างของรูปโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ข้างต้น เราสามารถทราบจำนวนชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้จากการเทียบสีและดู contrast ของรูปจากกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงเทียบกับรูปที่ได้นำตัวอย่างโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ไปวัดค่าสเปกตรัมรามานจนทราบจำนวนชั้นที่แน่นอนแล้ว ซึ่งกราฟรามานที่ได้มีดังนี้

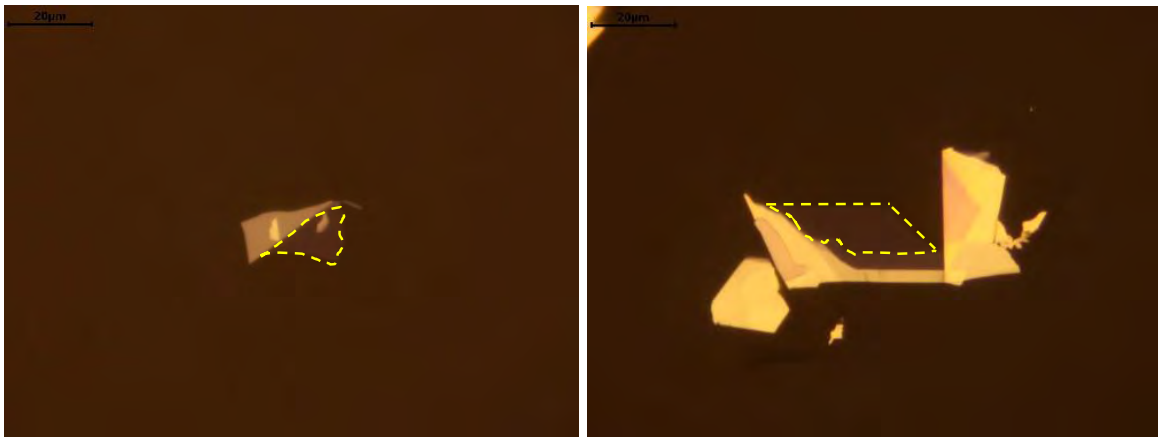


รูปที่ 34 แสดงรามานสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากการลอก (exfoliation) ลงบน PDMS ที่มีพีค E_{2g}^1 และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 384 cm^{-1} และ 409 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 25 cm^{-1} แสดงให้เห็นว่าเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบหลายชั้น (multilayer) (ซ้าย) และรูปบริเวณที่ทำการวัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)



รูปที่ 35 แสดงรามานสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากการลอก (exfoliation) ลงบน PDMS ที่มีพีค E_{2g}^1 และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 385 cm^{-1} และ 405 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 20 cm^{-1} แสดงให้เห็นว่าเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียว (single layer) (ซ้าย) และรูปบริเวณที่ทำการวัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)

จากรูปเป็นบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานเทียบกับเอกสารอ้างอิงในบทที่สอง ปรากฏว่าเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียว (single layer) เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับ contrast กับรูปที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงของชั้นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นอื่นที่มี contrast เหมือนกันแสดงว่าเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวเหมือนกันด้วย ตัวอย่างเช่น



รูปที่ 36 แสดงรูปของชั้นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวที่ได้ทำการวัดค่าสเปกตรัมรามาน (ซ้าย) กับชั้นของโมลิบดีนัมที่นำมาเทียบ contrast พบว่ามี contrast เหมือนกัน สามารถนำหลักการนี้มาใช้ในการหาชั้นโมลิบดีนัมที่เหมาะสมในการนำมาใช้งานต่อไป

โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากวิธีการ CVD

เนื่องจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากวิธีการ CVD นี้ถูกสร้างขึ้นในห้องวิจัยและทดลองอื่นที่สร้างออกมาเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียวเรียบร้อยแล้ว ดังนั้นเราจึงนำมาวัดค่าสเปกตรัมรามานและนำไปสร้างเป็นชิ้นงานที่ต้องการได้เลย



รูปที่ 37 ตัวอย่างโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่ถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงที่ได้จากวิธีการ CVD

4.2 วิธีการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer method)

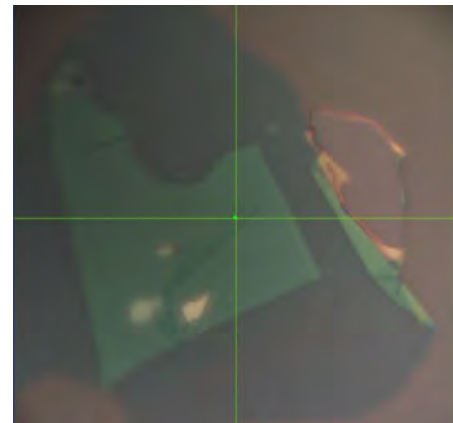
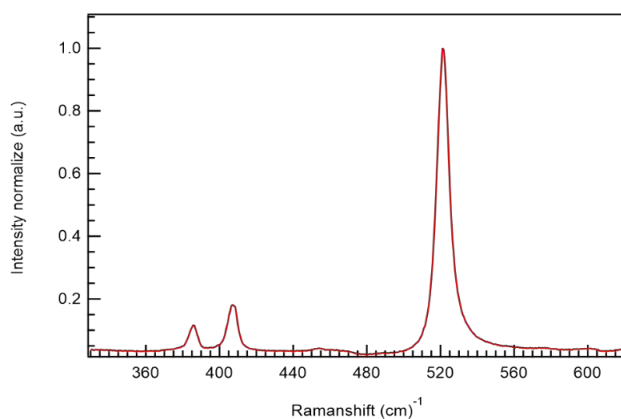
4.2.1 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals pick-up transfer Method)

เนื่องจากชั้น MoS_2 ที่ได้จากการ exfoliate บนแผ่นซิลิกอนมีขนาดเล็กเกินไปไม่สามารถสร้างเป็น twisted bilayer ได้ จึงได้ลอง BN pick-up โดยใช้ PC polymer stack เป็นชั้นแบบ BN/ MoS_2 /BN เพื่อดูว่าความยากง่ายในการดึงชั้น MoS_2 ออกมาจากพื้นผิวที่เป็นซิลิกอนผลปรากฏว่าสามารถดึงชั้นมาได้ แต่ยังไม่ได้ลองฉีกชั้น MoS_2 เนื่องจากขนาดที่เล็กเกินไป อย่างไรก็ตามวิธีการ exfoliate บนแผ่นซิลิกอนก็ยังไม่ใช่วิธีที่ดีเท่าที่ควร เนื่องจากโอกาสในการเจอ MoS_2 แบบชั้นเดียวนั้นน้อยมากและมีขนาดเล็กมาก



รูปที่ 38 BN/ MoS_2 /BN Heterostructure

เมื่อนำมาวัดค่ารามานปรากฏว่ามีส่วนที่เป็นแบบหนึ่งชั้น (single layer)

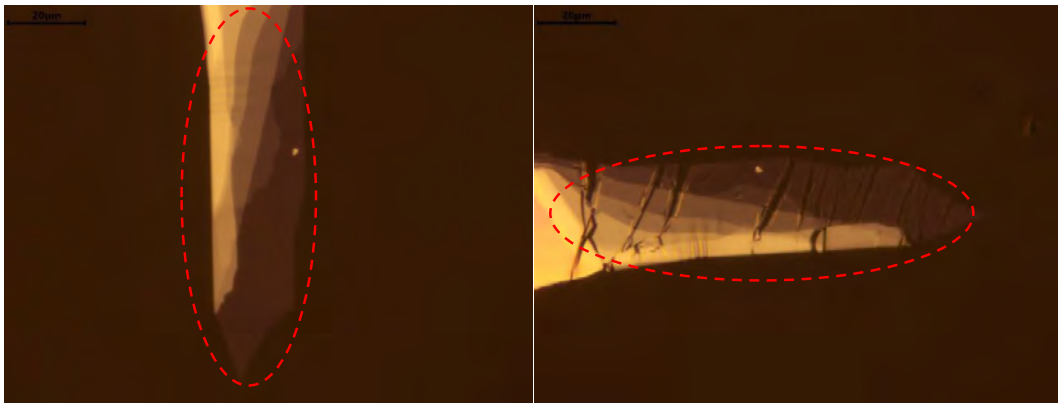


รูปที่ 39 รามานสเปกตรัมของ BN/ MoS_2 /BN Heterostructure ซึ่งเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากการลอก (exfoliation) บนแผ่นซิลิกอนที่มีพีค $E^{1_{2g}}$ และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 387 cm^{-1} และ 407 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 20 cm^{-1} แสดงให้เห็นว่าเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียว (single layer) (ซ้าย) และรูปบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)

4.2.2 วิธีการเคลื่อนย้ายด้วย PDMS

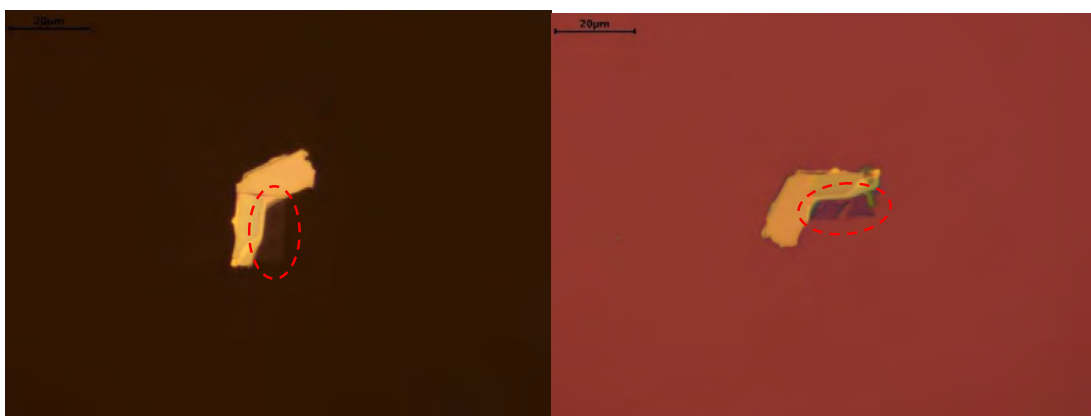
ชั้น MoS_2 ที่ได้จากการ exfoliate บน PDMS มีขนาดใหญ่พอที่จะสามารถสร้างเป็น twisted bilayer ได้ จึงได้ลองนำ PDMS โดยจะตัดแค่ส่วนที่มีชั้น MoS_2 แล้วนำไปวางลงบนซิลิกอนเปล่าก่อนที่จะใช้วิธีการ Tear and stacking ด้วย BN แต่เกิดปัญหา 2 อย่างคือ

ประการแรก ระหว่างการตัด PDMS ขนาด $0.4 \times 0.4 \text{ cm}^2$ ในบริเวณที่มีชั้น MoS_2 ผลปรากฏว่าหากตัดแรงไป ใบมีดไม่คม หรือลงใบมีดผิดวิธี อาจจะทำให้ชั้น MoS_2 เกิดการย่นและฉีกขาดเสียหาย วิธีแก้ไขคืออาจจะตัดให้มีขนาดใหญ่ขึ้นเล็กน้อย แต่ห้ามใหญ่เกินไป ใช้ใบมีดที่คมอยู่เสมอ และลงน้ำหนักให้สม่ำเสมอในการตัด



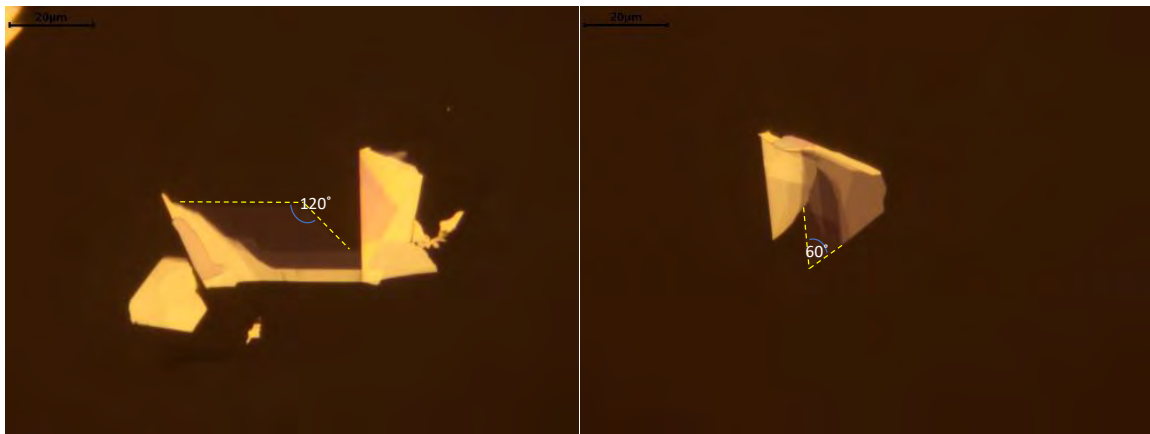
รูปที่ 40 แสดงชั้น MoS_2 บน PDMS ก่อน (ซ้าย) และหลัง (ขวา) การตัดด้วยใบมีด

ประการที่สอง ระหว่างทำการถ่ายโอนชั้น MoS_2 บน PDMS ไปยังแผ่นซิลิกอนเปล่าๆ จะมีบางส่วนของชั้น MoS_2 ยังคงติดอยู่บน PDMS หรือมีการยับ โดยเฉพาะบริเวณที่เป็นแบบหนึ่งชั้นจะยึดติด PDMS ได้ดีมาก

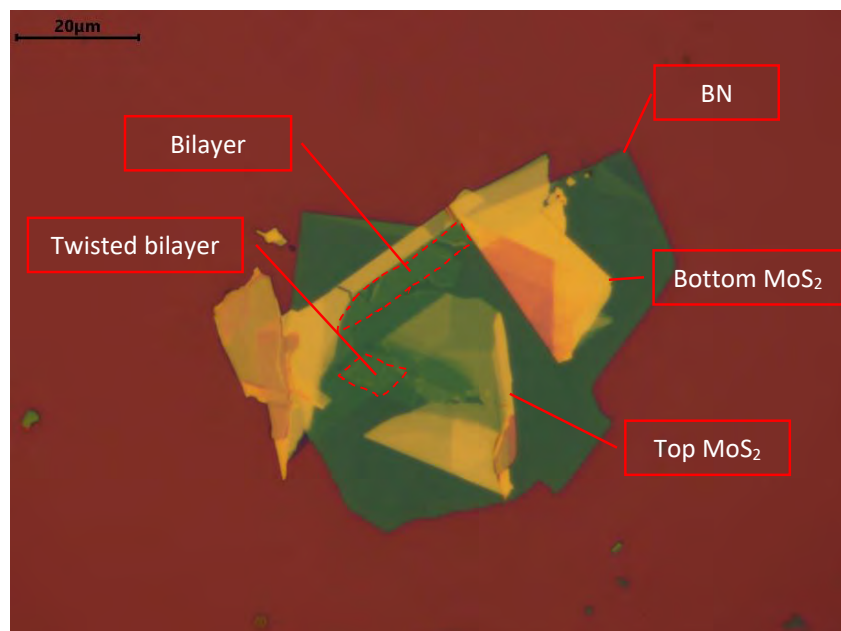


รูปที่ 41 แสดงชั้น MoS_2 ก่อน (บน PDMS) (ซ้าย) และหลัง(บนแผ่นซิลิกอน) (ขวา) การเคลื่อนย้ายลงบนแผ่นซิลิกอนผลปรากฏว่ามีรอยยับเกิดขึ้นไม่สามารถนำไปใช้ต่อได้

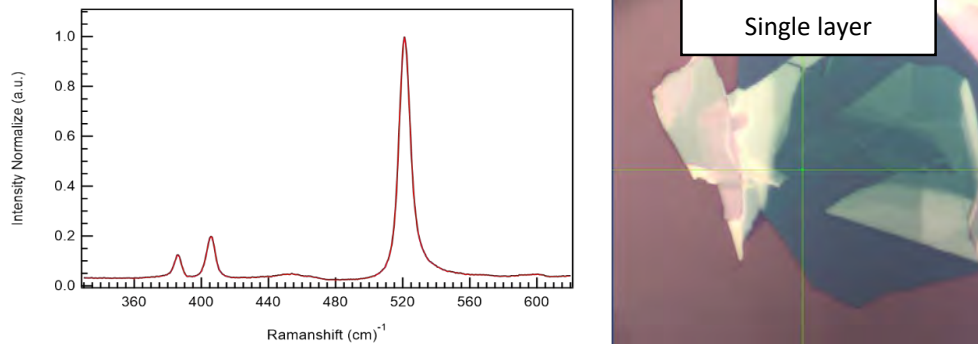
และเมื่อลองฉีกและดึงชั้น MoS_2 ด้วย BN/PC polymer stacking ผลปรากฏว่าไม่สามารถฉีกชั้น MoS_2 ได้ เนื่องจาก MoS_2 ยึดติดกับพื้นผิวได้ดีมาก จึงแก้ปัญหาโดยการใช้รูปแบบของชั้น MoS_2 ที่เราหาเจอ จะสังเกตเห็นว่าขอบจะตรงและมุมที่เกิดขึ้นมักจะเป็น 60 องศา หรือ 120 องศาเสมอ จึงเปลี่ยนมาทำ twisted จากการนำชั้น MoS_2 สองชั้นมาซ้อนกัน เทียบโดยการวางขอบๆหนึ่งให้ตรงกันก่อนหมุนเป็นมุม 3.5 องศา โดยจะนำไปวางบน BN ที่ละชั้นเนื่องจากชั้น MoS_2 ยึดติดกับ BN ได้ดีกว่า PDMS และมีความสะอาดกว่าแผ่นซิลิกอน



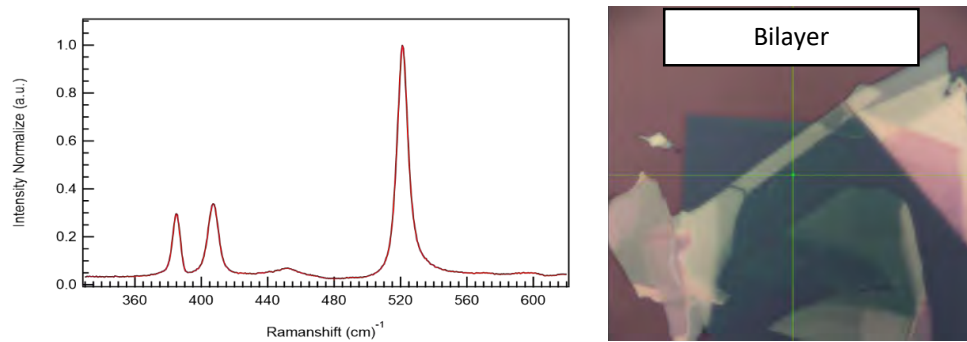
รูปที่ 42 แสดงให้เห็นขอบของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์บางด้านที่จะเป็นเส้นตรง และมุมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่จะมีบางมุมเป็น 60 หรือ 120 องศา



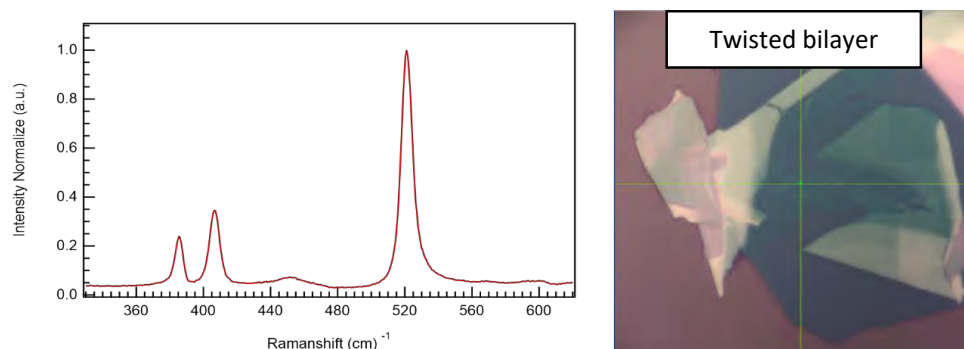
รูปที่ 43 twisted bilayer MoS_2 ที่ได้จากวิธีการเคลื่อนย้ายด้วย PDMS ไปวางบน BN



รูปที่ 44 รามานสเปกตรัมโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวจากการลอก (exfoliation) บน PDMS ที่มีพีค E_{2g}^1 และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 385 cm^{-1} และ 405 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 20 cm^{-1} (ซ้าย) และรูปบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)



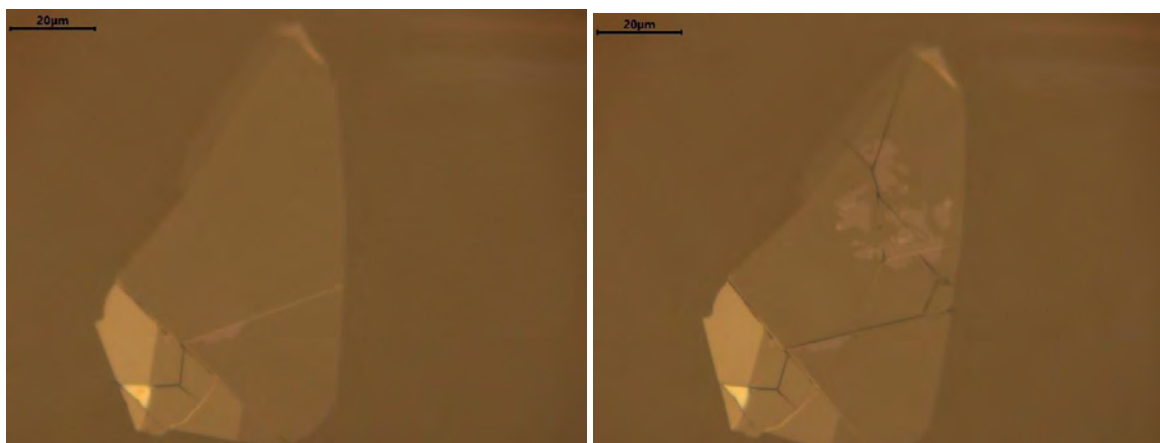
รูปที่ 45 รามานสเปกตรัมโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์สองชั้นจากการลอก (exfoliation) บน PDMS ที่มีพีค E_{2g}^1 และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 385 cm^{-1} และ 407 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 22 cm^{-1} (ซ้าย) และรูปบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)



รูปที่ 46 รามานสเปกตรัมของ $t\text{MoS}_2/\text{BN}$ ซึ่งเป็นโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากการลอก (exfoliation) บน PDMS ที่มีพีค E_{2g}^1 และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 385 cm^{-1} และ 406 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 21 cm^{-1} (ซ้าย) และรูปบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)

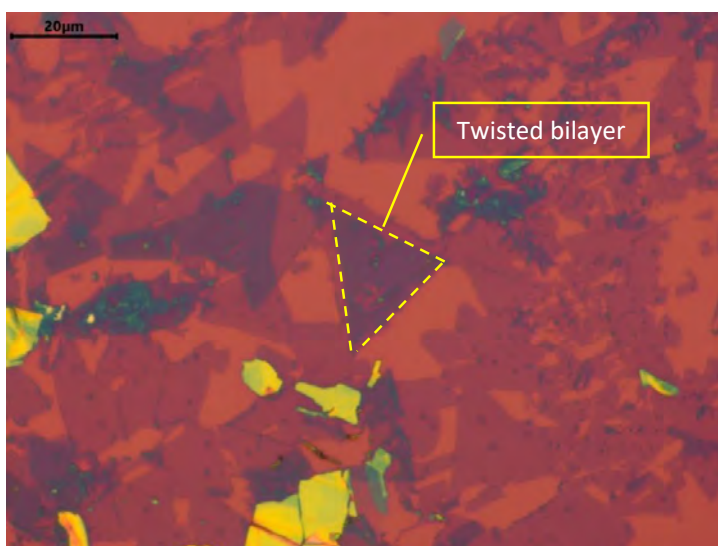
4.3 วิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method)

วิธีการนี้จะนำมาใช้ในโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวที่ได้จากวิธีการสร้างแบบ CVD เนื่องมาจากก่อนหน้านี้เมื่อลองใช้วิธีการเคลื่อนย้ายด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์โดยลอง BN pick-up โดยใช้ PC polymer stack แต่เนื่องจากวิธีการ CVD จะทำให้โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ยึดติดกับซิลิกอนได้ดีมาก ผลที่ได้คือมีโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์บางส่วนเท่านั้นที่ติดขึ้นมา ไม่ได้ติดขึ้นมาทั้งแผ่นจึงไม่สามารถนำไปใช้ในการทำ twisted bilayer ได้

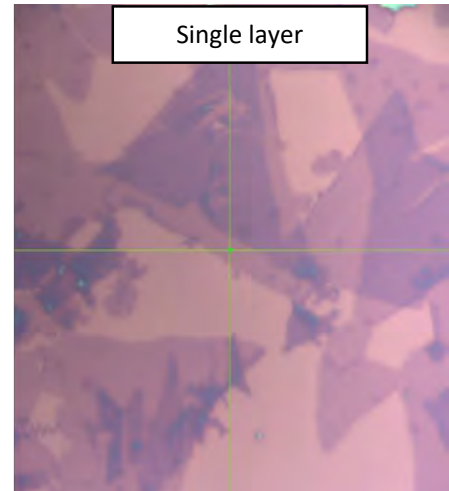
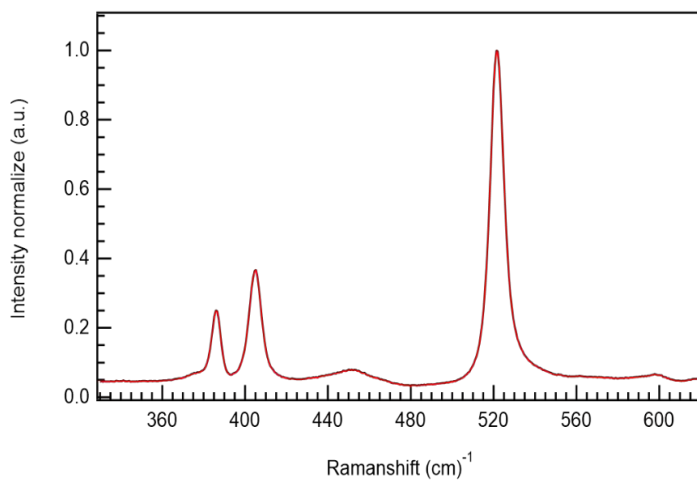


รูปที่ 47 แสดง BN/PC polymer stack ก่อน (ซ้าย) และหลัง (ขวา) การ pick-up ด้วยวิธีการเคลื่อนย้ายด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์

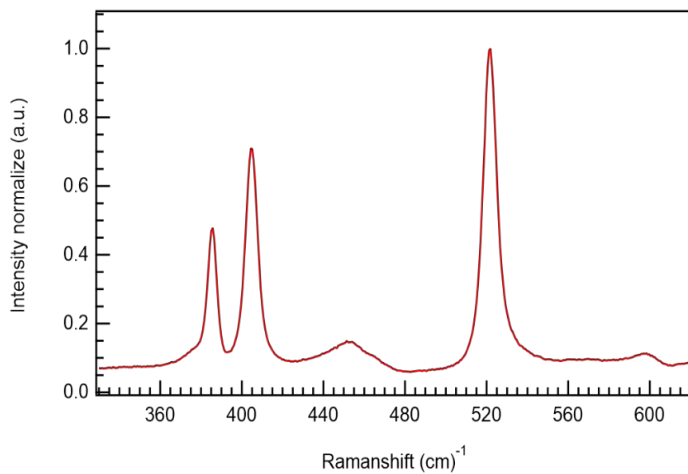
จึงแก้ปัญหาโดยการลดแรงระหว่างโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์กับแผ่นซิลิกอนด้วยการใช้น้ำ หรือวิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer method) จากนั้นนำไปวางบน BN แต่ไม่สามารถวางลงไปได้เนื่องจากโมลิบดีนัมไม่ติดกับ BN จึงต้องนำไปวางบนแผ่นซิลิกอนเปล่าแทน



รูปที่ 48 twisted bilayer MoS₂ บนแผ่นซิลิกอน

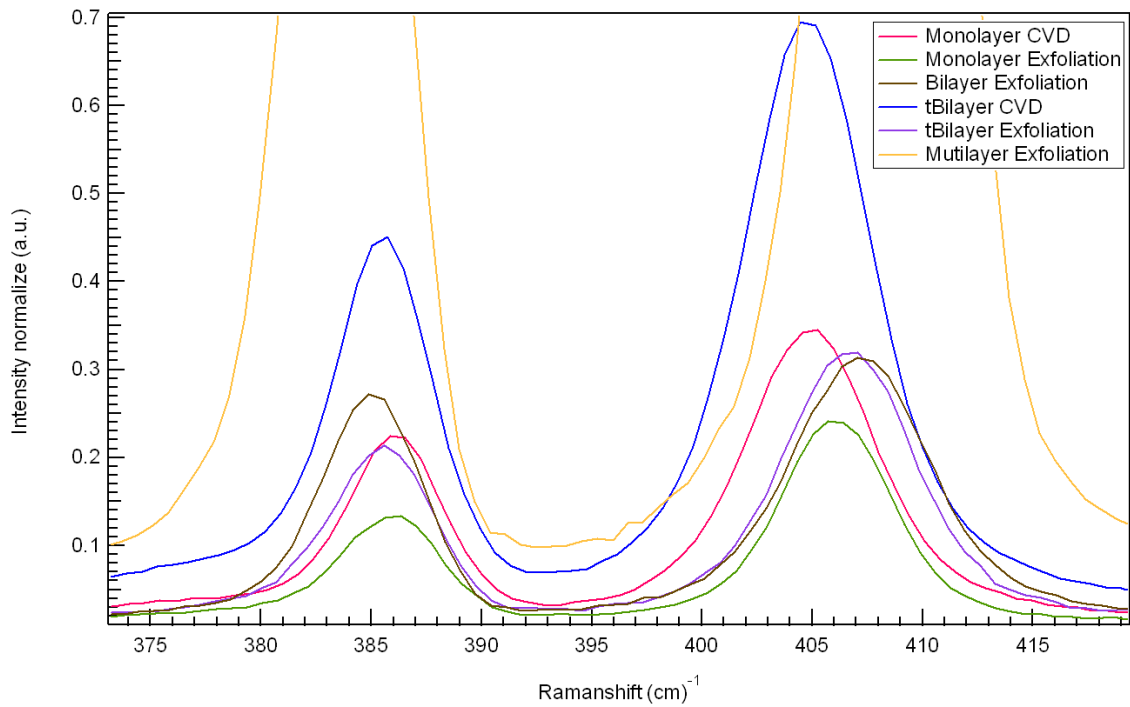


รูปที่ 49 รามานสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวจากวิธีการ CVD ที่มีพีค $E^{1_{2g}}$ และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 386 cm^{-1} และ 405 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 19 cm^{-1} (ซ้าย) และรูปบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)



รูปที่ 50 รามานสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบ twisted bilayer จากวิธีการ CVD ที่มีพีค $E^{1_{2g}}$ และ A_{1g} อยู่ที่ประมาณ 386 cm^{-1} และ 404 cm^{-1} ระยะห่างระหว่างสองพีคเป็น 18 cm^{-1} (ซ้าย) และรูปบริเวณที่วัดค่าสเปกตรัมรามานซึ่งคือตรงที่เป็นจุดสีเขียว (ขวา)

จากนั้นนำค่าสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่วัดค่าได้ทั้งที่เป็นชั้นเดียว (single layer) ที่เป็นสองชั้น (Bilayer) และที่นำมาวางซ้อนกันเป็นสองชั้นที่มุมบิด 3.5 องศา ของทั้งที่ได้จากวิธีการลอก (exfoliation) และวิธีการ CVD มา normalize เทียบกับพีคของซิลิกอน จากนั้นนำมาวิเคราะห์แนวโน้มจากกราฟ ลักษณะการเลื่อนซ้ายขวาและความเข้มของพีคว่าเป็นผลมาจากอะไร ผลที่ได้มีดังต่อไปนี้

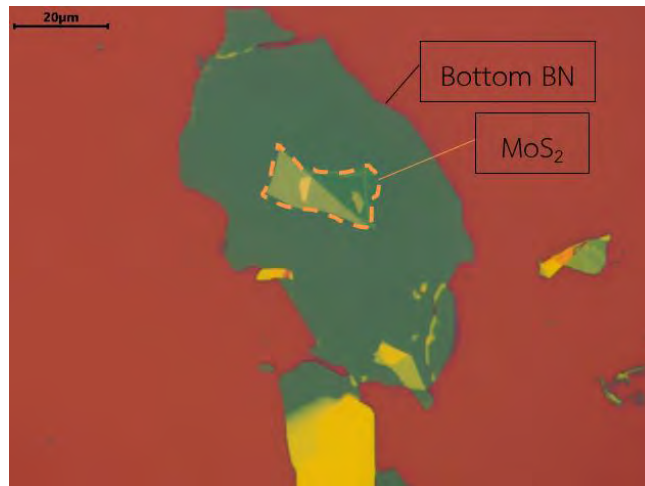


รูปที่ 51 รามานสเปกตรัมของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เป็นชั้นเดี่ยว (single layer) ที่เป็นสองชั้น (Bilayer) และที่นำมาวางซ้อนกันเป็นสองชั้นที่มุมบิด 3.5 องศา ของทั้งที่ได้จากวิธีการลอก (exfoliation) และวิธีการ CVD

จากการวิเคราะห์พบว่าจะเห็นว่าพีคของ twisted bilayer MoS_2 ที่ได้จากการลอก (exfoliation) จะมีค่าอยู่ระหว่างพีคของ single layer และ Bilayer โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ แต่จะวัดค่าความเข้มได้มากกว่าที่เป็น Bilayer ปกติ ในขณะที่พีคของ twisted bilayer MoS_2 ที่ได้จากวิธีการ CVD จะมีพีคใกล้เคียงกับที่เป็น single layer

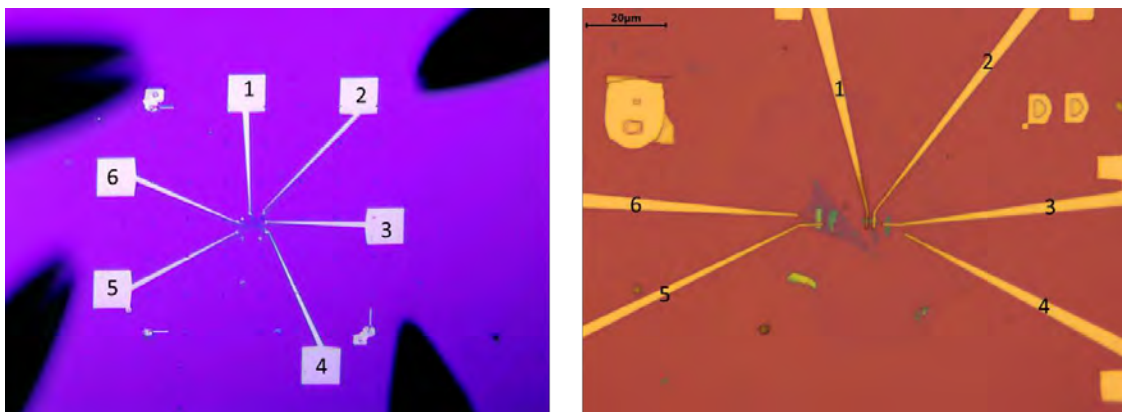
4.4 การวัดค่าทางไฟฟ้า (Electrical measurement)

เราจะทำการสร้างวัสดุเชิงควมเตอร์วาลส์ที่ประกอบจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่วางอยู่บนเฮกซะโกนอลโบรอนไนไตรด์ โดยใช้ MoS_2 ที่ได้จากการ exfoliate บน PDMS แล้ว transfer ลงบน BN ที่อยู่บนแผ่นซิลิกอน จากนั้นนำมา etch ให้เหลือแค่บริเวณที่ต้องการวัดและใส่คอนแทคเพื่อวัดค่าทางไฟฟ้า



รูปที่ 52 MoS_2/BN Heterostructure ก่อนที่จะทำการ etch และใส่คอนแทค

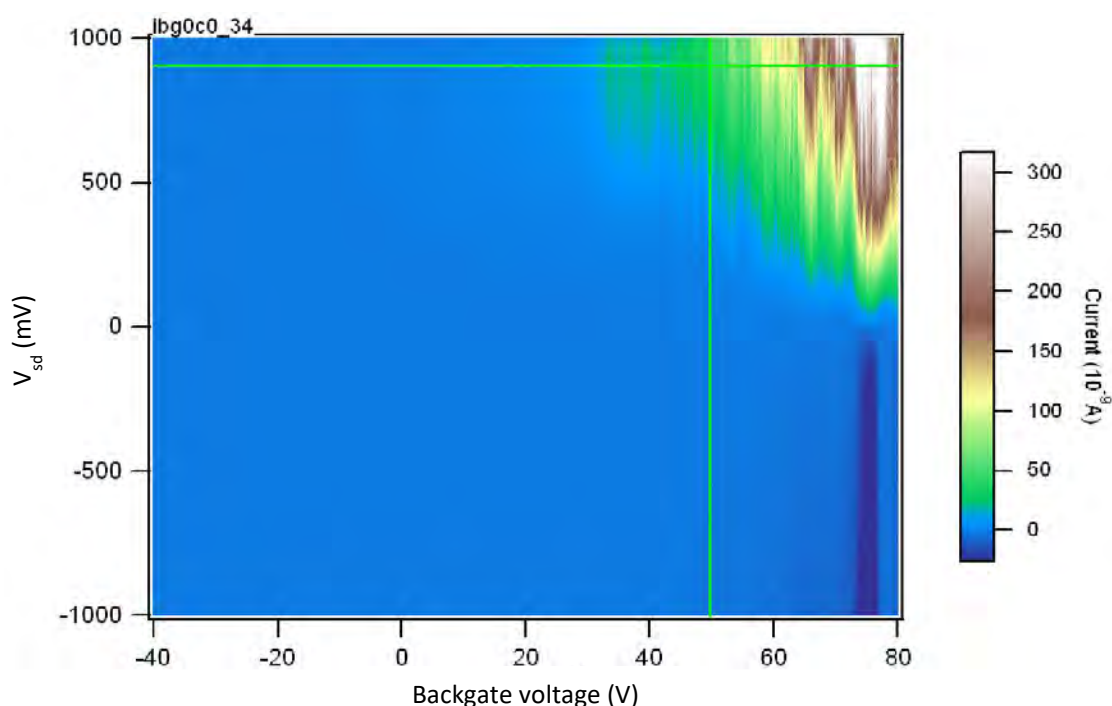
ปัญหาของการใส่คอนแทค ประการแรกอยู่ที่ขั้นตอน EBL ที่ต้องใช้ความเข้มของลำอิเล็กตรอนให้เหมาะสมกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ ถ้าใช้ความเข้มที่ไม่เหมาะสมจะเกิดปัญหาต่อในขั้นตอนการ develop ที่จะทำให้ PMMA ส่วนที่เราต้องการหลุดออกมาด้วย และประการที่สองอยู่ที่ขั้นตอนการ etch ด้วยพลาสมาที่เราต้องแน่ใจว่าโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ส่วนที่ไม่ต้องการนั้นถูกกำจัดไปหมดแล้ว ตรวจสอบโดยการนำไปวัดค่ารามาน บริเวณที่ไม่ต้องการจะต้องไม่มีพีคของสเปกตรัมโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เกิดขึ้นมา



รูปที่ 53 แสดง Prob ที่ใช้วัดค่าทางไฟฟ้า (ซ้าย) และแสดงชิ้นงานหลังจากการใส่คอนแทคเสร็จเรียบร้อยแล้ว (ขวา)

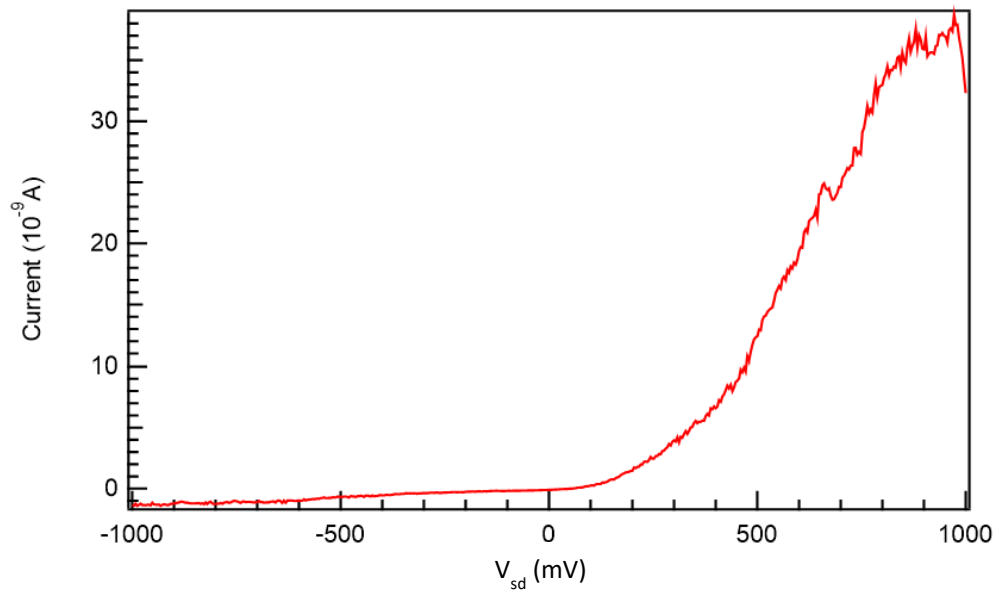
ปัญหาของการใส่คอนแทค ประการที่สามอยู่ที่หลังจากการใส่คอนแทคเสร็จเรียบร้อย จากรูป 53 ถ้าสังเกตจะเห็นว่าจากเกตหมายเลข 4 และ 6 ที่ระบุบนรูป มี Mo ไม่ได้ติดกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ ซึ่งเป็นสัญญาณบ่งบอกว่า Mo ยึดติดกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้ไม่ดีและอาจจะดูเหมือนมี Mo บางเกตติดกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้ แต่เมื่อสังเกตผ่านกล้อง optical microscope มันจะดูเหมือน Mo ลอยขึ้นมาจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

เมื่อทำการวัดค่าทางไฟฟ้าโดยจะวัดค่าของกระแส I_{sd} ที่ความต่างศักย์ V_{sd} ต่างๆ โดยเปลี่ยนความต่างศักย์ V_{bg} ครั้งละ 0.05 โวลต์ ตั้งแต่ -40 ถึง 80 โวลต์ ได้กราฟดังนี้

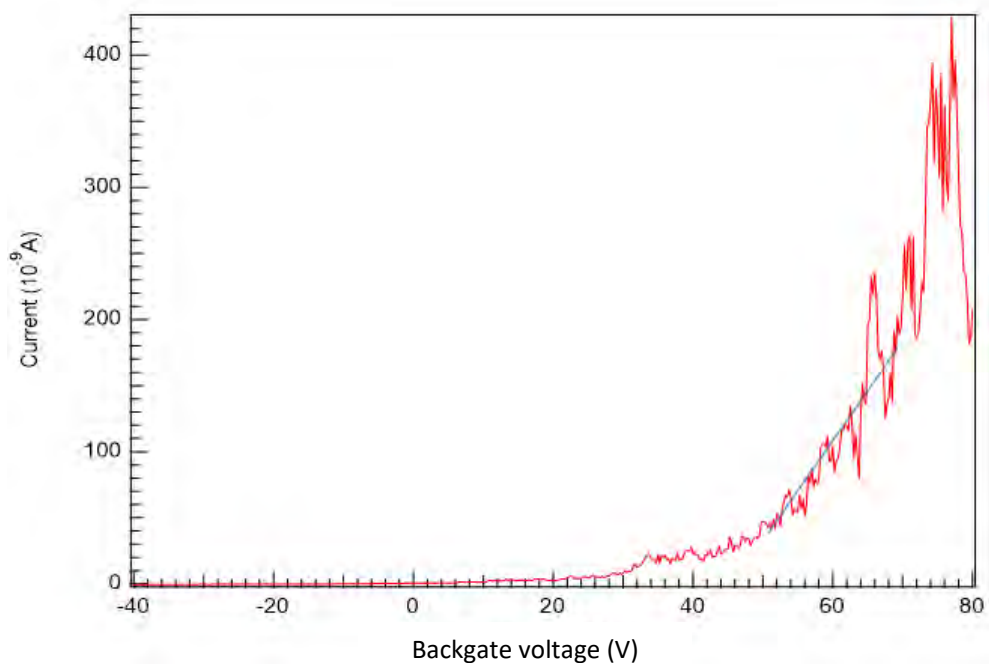


รูปที่ 54 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างของกระแส I_{sd} , V_{sd} และ V_{bg} ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์

จากนั้นได้ทำการเลือกมาหนึ่งจุดเพื่อหาค่า mobility ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์แบบชั้นเดียวนี้ โดยจุดที่เลือกจะเป็นจุดที่กราฟมีชุดข้อมูลการวัดที่ไม่แปรปรวนมาก เนื่องจากเราจำเป็นต้อง fitting กราฟเพื่อหาความชันก่อนที่จะนำไปคำนวณค่า mobility โดยจุดที่เลือกนำมาคำนวณคือ ที่ V_{sd} เท่ากับ 900 นาโนโวลต์ และ V_{bg} เท่ากับ 50 โวลต์ ดังกราฟต่อไปนี้



รูปที่ 55 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง I_{sd} กับ V_{sd} ที่อุณหภูมิห้อง โดยใส่ V_{bg} เป็น 50 โวลต์



รูปที่ 56 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง I_{sd} กับ V_{bg} ที่อุณหภูมิห้อง โดยใส่ V_{sd} เป็น 900 นาโนโวลต์

จากรูปที่ 56 สามารถนำมา fitting ความชันของกราฟในช่วงที่มีค่า V_{bg} ตั้งแต่ 45 ถึง 65 โวลต์ (เนื่องจากกราฟที่ได้นั้นมีความแปรปรวนจึงไม่สามารถใช้ differentiate ในการหาได้ จึงต้องเลือกค่ามาแค่ช่วงที่มีความแปรปรวนน้อย มาคำนวณหาความชันแทน) ซึ่งค่าความชันที่ได้ประมาณ $8.67 \times 10^{-9} A/V$

และการหาค่า gate capacitance per unit area ของ two parallel plate ของแผ่นซิลิกอนที่มีความหนา 285 นาโนเมตร มีค่าคงที่ dielectric เท่ากับ 3.7 จากสมการ

$$C_g = \frac{KE_0}{D}$$

โดยที่ C_g คือ gate capacitance per unit area (F/m^2)
 E_0 คือ permittivity of free space มีค่าเท่ากับ $8.854 \times 10^{-12} F/m$
 K คือ dielectric constant ของแต่ละวัสดุ ซึ่งของแผ่นซิลิกอนมีค่าเท่ากับ 3.7
 D คือ ระยะทางระหว่าง plate (m^2)

ได้ค่า gate capacitance per unit area เท่ากับ $1.15 \times 10^{-4} F/m^2$

จากนั้นนำค่าความชันและค่า gate capacitance per unit area ไปหาค่า mobility ในทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้าของคอนแทคขนาด $1.6 \times 4.3 \mu m^2$ ที่ให้ความต่างศักย์ระหว่าง source และ drain เท่ากับ 900 mV จากสมการ

$$\mu = slope \times \frac{L}{W} \times \frac{1}{V_{sd}} \times \frac{1}{C_g}$$

โดยที่ μ คือ ค่า mobility ($m^2/V.s$)
 L คือ ความยาวของคอนแทค (μm)
 W คือ ความกว้างของคอนแทค (μm)
 V_{sd} คือ source drain bias (V)

จะได้ค่า mobility เท่ากับ $2.25 cm^2/V.s$ ซึ่งน้อยมากเมื่อเทียบกับค่าที่ได้ทำการศึกษาในบทที่ 2 เนื่องมาจาก mobility จะขึ้นอยู่กับค่า conductivity ของระบบด้วยว่าดีหรือไม่ นั้นแสดงว่าการที่คอนแทค Mo ยึดติดกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้ไม่ดีจะทำให้ค่า conductivity ลดลงไปเยอะกว่าปกติ ส่งผลให้ค่า mobility ที่ได้ก็น้อยตามไปด้วย

บทที่ 5

สรุปและอภิปรายผลการทดลอง

การสร้างและการศึกษาคุณลักษณะของวัสดุเชิงแวนเดอร์วาลส์ที่ประกอบจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ในครั้งนี้มีปัญหาเกิดขึ้นในหลายขั้นตอนที่จำเป็นต้องแก้ปัญหาไปทีละขั้น

เริ่มตั้งแต่ขั้นตอนการสร้างโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เป็นชั้นเดียว (single layer) โดยการลอก (exfoliation) ขึ้นมาให้มีขนาดที่สามารถนำไปใช้งานได้ ซึ่งต้องแก้ปัญหาโดยการหาแผ่นรองรับที่เหมาะสมที่จะสามารถยึดโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ให้ติดกับพื้นผิวของแผ่นรองรับนั้นได้ นั้นแสดงว่าจะต้องมีเป็นแรงยึดติดระหว่างผิวของแผ่นรองรับกับพื้นผิวของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่มากกว่าแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals) ที่ยึดติดระหว่างชั้นของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ด้วยกันเอง ซึ่งแผ่นรองรับที่เหมาะสมคือ polydimethylsiloxane หรือ PDMS

ปัญหาที่สองคือในขั้นตอนถ่ายโอน (transfer) คือจำเป็นต้องถ่ายโอนโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวที่ได้จากการลอกลงบนแผ่น PDMS ลงไปบนแผ่นซิลิกอนสะอาดแต่ไม่เป็นผลสำเร็จ น่าจะเนื่องมาจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์สามารถยึดติดกับ PDMS ได้ดีกว่าแผ่นซิลิกอน ดังนั้นเราจึงหาวัสดุที่มีแรงยึดติดระหว่างพื้นผิวได้ดีกว่า PDMS เพื่อที่จะสามารถถ่ายโอนโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้ วัสดุนั้นก็คือ Hexagonal boron nitride หรือ BN ที่ลอกบนแผ่นซิลิกอน ทำให้สามารถถ่ายโอนโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์เพื่อทำเป็น twisted bilayer และทรานซิสเตอร์ในการวัดค่าทางไฟฟ้าต่อไป

อีกปัญหาคือ โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ชั้นเดียวบนแผ่นซิลิกอนที่ได้จากวิธีตกเคลือบไอระเหยทางเคมี (Chemical Vapor Deposition หรือ CVD) ที่ไม่สามารถใช้ PC polymer stack ในการถ่ายโอนแบบแห้ง (dry transfer) ได้เนื่องจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ที่ได้จากการสร้างด้วยวิธีการนี้มีแรงยึดติดกับแผ่นรองรับที่เป็นซิลิกอนได้ดีมาก จึงพยายามหาวิธีที่ง่ายที่สุดในการลดแรงยึดติดระหว่างผิวของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์กับแผ่นซิลิกอนให้ลดลง จากการศึกษาพบว่าน้ำสามารถลดแรงระหว่างผิวน้ำได้ดังนั้นเราจะใช้วิธีการถ่ายโอนแบบเปียก (wet transfer) ในการถ่ายโอนแทน

เมื่อสามารถสร้างเป็นชิ้นงานตามต้องการได้แล้วเราก็นำชิ้นงานเหล่านี้ไปวัดค่าสเปกตรัมรามานด้วยเครื่อง Raman spectroscopy ทั้งจากวิธีการสร้างด้วยการลอกและวิธีการ CVD ไม่ว่าจะเป็นแบบชั้นเดียว (single layer) ,สองชั้น (bilayer) ,สองชั้นที่วางซ้อนกันเป็นมุมบิด (twisted bilayer) ที่ยึดติดด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ และหลายชั้น (multilayer) จากนั้นนำมา normalize และเปรียบเทียบค่าแต่ละพีคทั้ง E_{12g} และ A_{1g} ผลปรากฏว่าพีคของ twisted bilayer ที่ได้จากการลอก (exfoliation) ลงบน PDMS จะมีค่าอยู่ระหว่างพีคของ single layer

และ Bilayer โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ แต่จะวัดค่าความเข้มได้น้อยกว่าที่เป็น Bilayer แสดงให้เห็นว่าถึงแม้จะมีสองชั้นเหมือนกันแต่การวางซ้อนกันของโครงสร้างที่ต่างกันนี้และการปรับเปลี่ยนมุม จะปรับเปลี่ยนรูปแบบลวดลาย (Moiré pattern) ซึ่งจะส่งผลต่อคุณสมบัติของโฟนอนที่เป็นองค์ประกอบของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ทำให้คุณสมบัติบางประการอาจเปลี่ยนตามไปด้วย ในขณะที่พิกของ twisted bilayer ที่ได้จากวิธีการ CVD มีค่าใกล้เคียงกับ single layer มาก สาเหตุที่ค่าของพิกของ twisted bilayer ที่ได้ไม่เปลี่ยนแปลงหรือเปลี่ยนแปลงแค่เล็กน้อย น่าจะเกิดจากการที่มี impurities บนพื้นผิวของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์จากวิธีการ CVD ทำให้การจัดเรียงตัวของทั้งสองชั้นไม่ยึดติดเป็น bilayer แต่เป็นแบบ monolayer สองแผ่นที่เป็นอิสระต่อกันมาซ้อนกันแทน

จากนั้นเราต้องการทราบคุณสมบัติอีกอย่างหนึ่งของวัสดุเชิงแวนเดอร์วาลส์ที่ประกอบจากโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์กับเฮกซะโกนอลโบรอนไนไตรด์ คือ ค่าทางไฟฟ้า ซึ่งจำเป็นต้องสร้างเป็นทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้าให้ได้ก่อนที่จะนำไปวัด เนื่องจากชิ้นงานของเรามีขนาดเล็กมากจำเป็นจะต้องละเอียดและระมัดระวังอย่างมากในทุกขั้นตอน เมื่อสามารถสร้างเป็นทรานซิสเตอร์สนามไฟฟ้าได้แล้วจึงนำไปวัดค่าทางไฟฟ้าแบบเป็น gate dielectric ซึ่งค่า mobility ของโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์สามารถวัดได้ประมาณ $2.25 \text{ cm}^2/(\text{V}\cdot\text{s})$ ที่อุณหภูมิห้องซึ่งต่างจากค่าที่ได้ศึกษาจากงานวิจัยอื่นเป็นอย่างมาก อาจเกิดจากการที่คอนแทค (contact) ที่เป็นโมลิบดีนัม (Mo) ยึดติดกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ได้ไม่ดีจึงทำให้คอนแทคบางส่วนไม่ได้ติดกับโมลิบดีนัมไดซัลไฟด์ จะทำให้ค่า conductivity ลดลงไปเยอะกว่าปกติ ส่งผลให้มีการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนนั้นน้อยและส่งผลให้ค่า mobility ที่ได้นั้นไม่ดีตามไปด้วย ดังนั้นขอเสนอแนะในการทำครั้งต่อไปคือการเปลี่ยนวัสดุที่นำมาทำเป็นคอนแทค

บรรณานุกรม

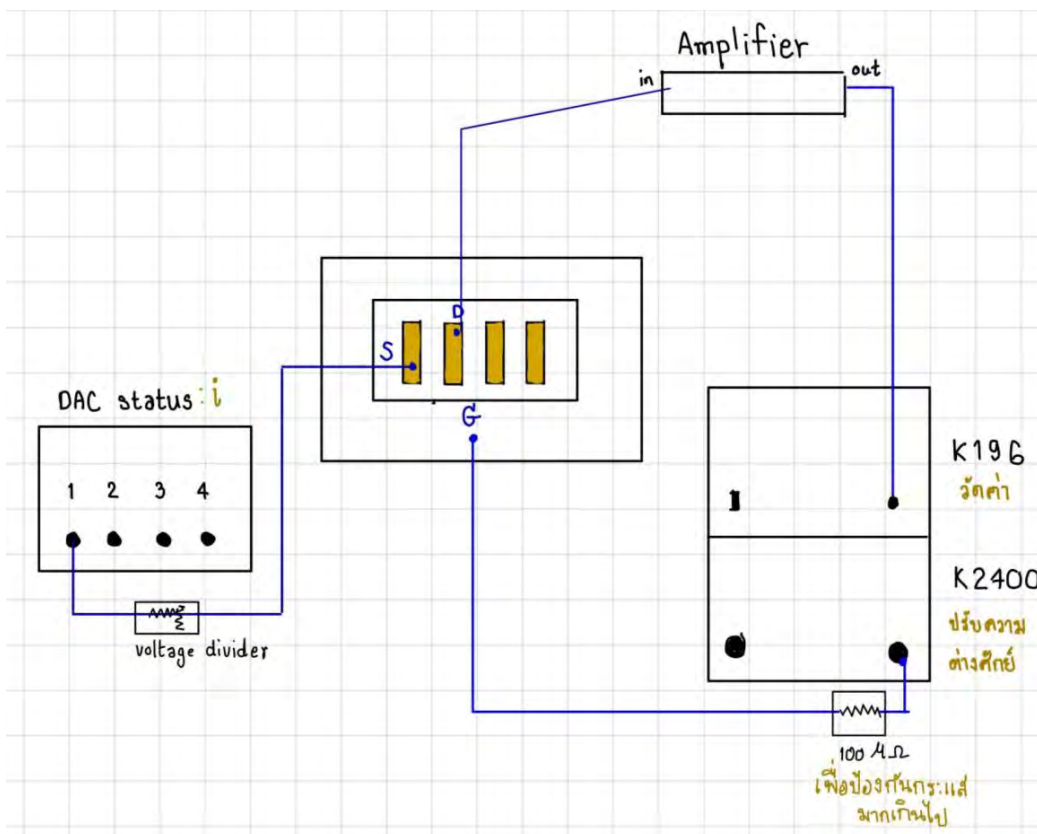
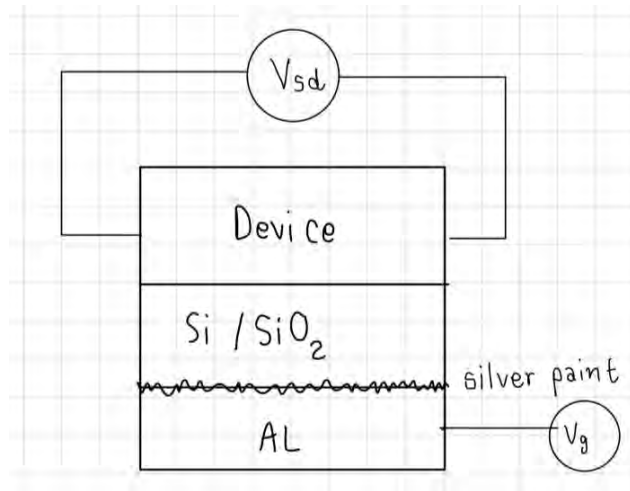
- [1] Huang, Z., Alharbi, A., Mayer, W. et al. Versatile construction of van der Waals heterostructures using a dual-function polymeric film. *Nat Commun* **11**, 3029 (2020).
- [2] Novoselov K. S., Geim A. K., Morozov S. V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S. V., Grigorieva I.V. and Firsov A. A. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films *Science*. (2004), **306**, 666-669.
- [3] Manzeli S., Ovchinnikov D., Pasquier D., Yazyev O. V. and Kis A. 2D transition metal dichalcogenides. *Nature reviews materials* (2017), **2**, 17033.
- [4] Li, Xiao; Zhu, Hongwei (2015-03-01). "Two-dimensional MoS₂: Properties, preparation, and applications". *Journal of Materiomics*. **1** (1): 33–44.
- [5] Naik, M. H. & Jain, M. Ultraflatbands and shear solitons in moiré patterns of twisted bilayer transition metal dichalcogenides. *Phys. Rev. Lett.* **121**, 266401 (2018).
- [6] Zuoli He, and Wenxiu Que. Molybdenum Disulfide Nanomaterials: Structures, Properties, Synthesis and Recent Progress on Hydrogen Evolution Reaction. *Applied Materials Today*, **3**, 2016, pp. 23–56.
- [7] Manzeli, S., Ovchinnikov, D., Pasquier, D. et al. 2D transition metal dichalcogenides. *Nat Rev Mater* **2**, 17033 (2017).
- [8] Lee, Changgu, et al. Anomalous Lattice Vibrations of Single- and Few-Layer MoS₂. *ACS Nano*, **4**(5), 2010, pp. 2695–2700.
- [9] Howland, Rebecca, et al. *A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy*. Park Scientific Instruments, 1997.
- [10] B. Radisavljevic, A. Radenovic, J. Brivio, V. Giacometti, A. Kis. Single-layer MoS₂ transistors. *Nature Nanotechnology*, 2011

[11] Lee YH, Zhang XQ, Zhang W, Chang MT, Lin CT, Chang KD, Yu YC, Wang JT, Chang CS, Li LJ, Lin TW. Synthesis of large-area MoS₂ atomic layers with chemical vapor deposition. *Adv Mater.* 2012 May 2;**24**(17):2320-5.

[12] R. Frisenda et al. Recent progress in the assembly of nanodevices and van der Waals heterostructures by deterministic placement of 2D materials. *Chemical Society Reviews* **47**(1) (2017)

[13] Ioannis Paradisanos, Shivangi Shree, Antony George, Nadine Leisgang. Controlling interlayer excitons in MoS₂ layers grown by chemical vapor deposition. *Nature Communications* **11**, Article number: 2391 (2020)

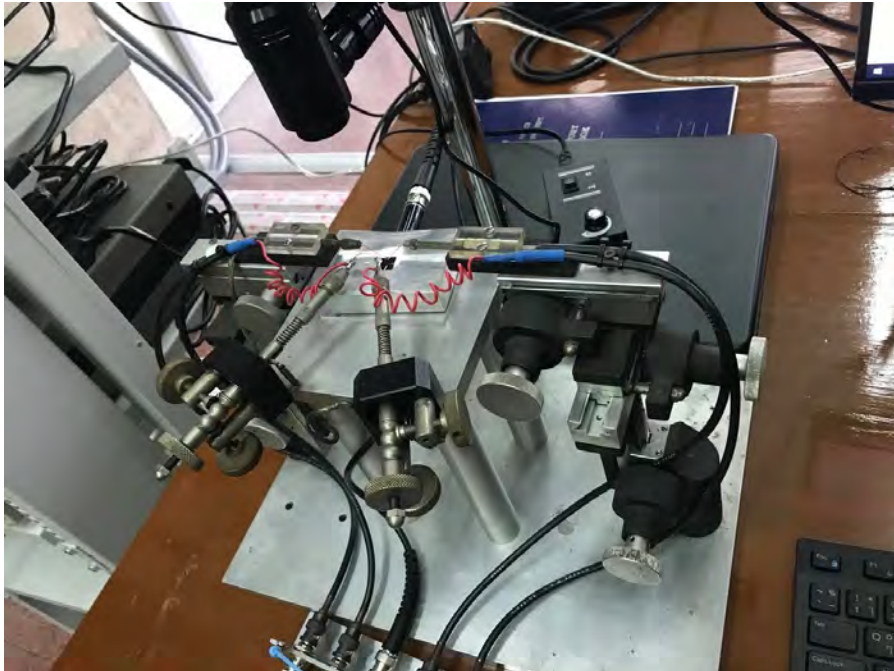
ภาคผนวก



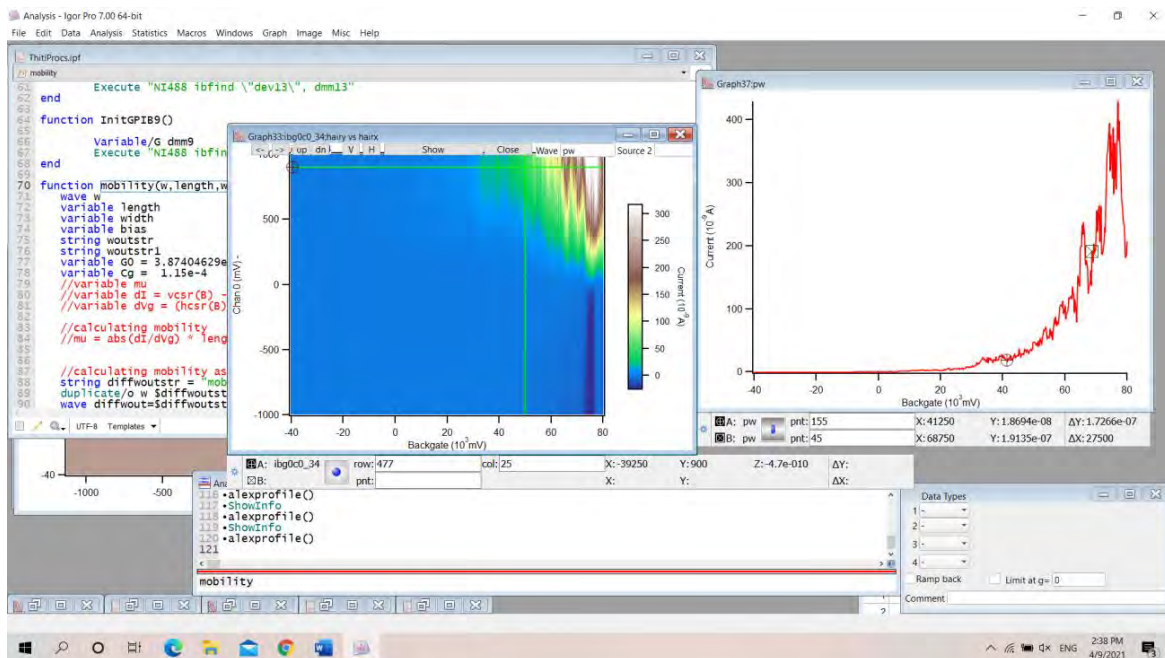
รูปที่ 57 แสดงวงจรอย่างง่ายในการวัดค่าทางไฟฟ้าของทรานซิสเตอร์โมลิบดีนัมไดซัลไฟด์



รูปที่ 58 แสดงตัวอย่างเครื่องมือที่ใช้ในการวัดจริง



รูปที่ 59 แสดง probe ทั้งสี่ที่ใช้ในการวัดและกล้องจุลทรรศน์ที่ทำให้วาง probe ลงไปบนคอนแทคได้ง่ายขึ้น เนื่องจากชิ้นงานที่ใช้วัดมีขนาดเล็กมากๆ



รูปที่ 60 แสดงตัวอย่างโปรแกรม Igor ที่ใช้วัดค่าทางไฟฟ้า