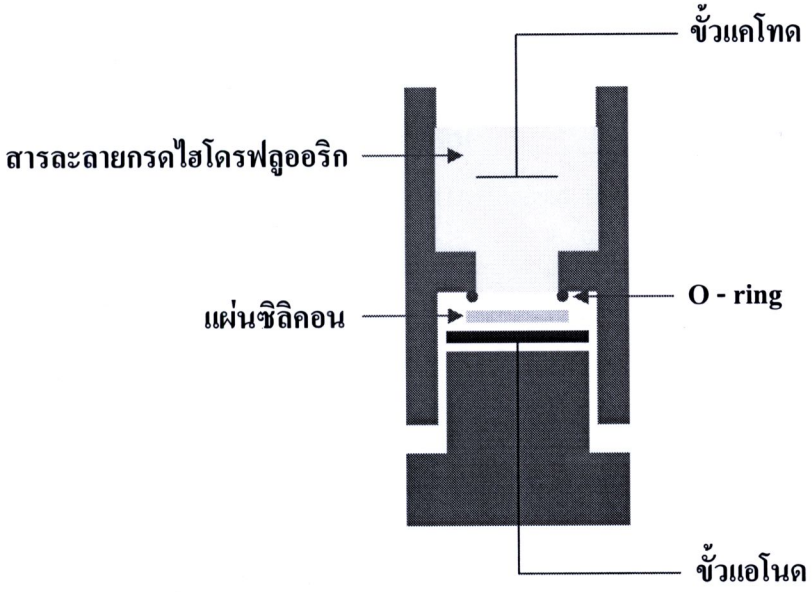
บทที่ 4
กระบวนการสร้าง และเครื่องมือที่ใช้ในการวัด

ในบทนี้จะกล่าวถึง กระบวนการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีโดยใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน เทคนิคที่ใช้ในการหาค่าความพรุน เครื่องมือในการวิเคราะห์พื้นผิว และเครื่องมือในการวัดผลของอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี

4.1 กระบวนการสร้าง

4.1.1 การสร้างนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี

การสร้างนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี หรือที่เรียกว่า แอโนไดซ์เซชัน เป็นวิธีที่น่าสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากสามารถควบคุมปฏิกิริยาในการกัดเพื่อทำให้เกิดชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่มีความสม่ำเสมอ ความพรุน และความหนาตามความต้องการได้ โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้อุปกรณ์เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบเซลล์แท็งก์เดี่ยวในแนวตั้ง เนื่องจากใช้ต้นทุนในการสร้างต่ำ และสามารถทำการฉายแสงเพื่อเร่งปฏิกิริยาในการกัดได้ง่าย แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 อุปกรณ์เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบเซลล์แท็งก์เดี่ยวในแนวตั้งใช้ในกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน

จากรูปที่ 4.1 จะเห็นได้ว่า อุปกรณ์เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบเซลล์แท็งก์เดี่ยวในแนวตั้งนี้จะประกอบด้วย แผ่นซิลิคอนอยู่ที่ขั้วแอโนด ขั้วแคโทดจะจุ่มอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก แผ่นซิลิคอนจะถูกนำไปวางอยู่ตรงบริเวณด้านล่างของเซลล์ไฟฟ้าเคมี โดยจะใช้โอริง (O-ring) เป็น

ส่วนป้องกันการรั่วไหลของสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกออกจากเซลล์ ต่อจากนั้นก็ทำการเทสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกลงสู่เซลล์ไฟฟ้าเคมี และทำการป้อนกระแสไฟฟ้าบวกคงที่ให้กับขั้วไฟฟ้าที่อยู่ด้านหลังของแผ่นซิลิคอน และขั้วอิเล็กโตรดที่เป็นขั้วลบจะจุ่มอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก ขณะที่ป้อนกระแสไฟฟ้านี้เองก็จะทำการฉายแสงเพื่อเร่งปฏิกิริยาในการกัดด้วย โดยเงื่อนไขต่างๆ ที่ใช้ในระหว่างกระบวนการแอโนไดซ์เซชันที่ได้ให้ความสนใจคือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า และเวลาในการแอโนไดซ์เซชัน ซึ่งปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมีที่เกิดขึ้นจะมีผลทำให้บริเวณผิวของแผ่นซิลิคอนที่สัมผัสกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกถูกกัดเป็นรูพรุนขนาดเล็กๆ จำนวนมาก

4.1.2 การสร้างอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีโดยใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่นำมาสร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีในงานวิจัยนี้ จะเลือกใช้การสร้างด้วยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี เนื่องจากเป็นวิธีการที่ไม่ยุ่งยาก สามารถความคุมตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนให้มีความสม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่น และสามารถควบคุมความหนาของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนได้อีกด้วย

ขั้นตอนการสร้างอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีโดยใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

1. การเตรียมแผ่นซิลิคอนเริ่มต้น

ใช้แผ่นซิลิคอนชนิดพี มีระนาบ (100) สภาพต้านทาน 1-2 โอห์ม-เซนติเมตร ความหนาของแผ่นซิลิคอนเท่ากับ 450 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 4.2 (ก)

2. การทำความสะอาดผิวแผ่นซิลิคอนเริ่มต้น

- ทำความสะอาดผิวหน้าด้วยน้ำบริสุทธิ์ (De-Ionized (DI) water) ในเครื่องสั่นความถี่สูง เป็นเวลา 5 นาที
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์
- ต้มในกรดไนตริก (HNO_3) เป็นเวลา 5 นาที เพื่อจำกัดเศษโลหะหนักที่ผิวหน้า
- ต้มในน้ำบริสุทธิ์ 2 แก้ว เป็นเวลาแก้วละ 5 นาที
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์ 2 แก้ว เป็นเวลาแก้วละ 5 นาที
- เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน
- ต้มในไตรโคลโรเอททีลีน (trichloroethylene) เป็นเวลา 5 นาที เพื่อกำจัดไขมัน
- ล้างด้วยอะซีโตน (acetone) ในเครื่องสั่นความถี่สูง เป็นเวลา 5 นาที
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์ 2 แก้ว เป็นเวลาแก้วละ 5 นาที
- เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน

3. การเคลือบชั้นอลูมิเนียมในสุญญากาศด้านหลังแผ่นซิลิคอน

หลังจากผ่านกระบวนการทำความสะอาดผิวแผ่นซิลิคอนเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ต่อจากนั้นจะทำการเคลือบโลหะอลูมิเนียมที่บริเวณด้านหลังของแผ่นซิลิคอน เพื่อทำขั้วด้านหลังของอุปกรณ์ด้วยวิธีการระเหยสารด้วยความร้อนในสุญญากาศ โดยใช้เครื่องระเหยสารด้วยความร้อนในสุญญากาศ (vacuum evaporator) ซึ่งสามารถทำการเคลือบโลหะอลูมิเนียมที่ด้านหลังของแผ่นซิลิคอนได้ความหนาประมาณ 1 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 4.2 (ข)

4. กระบวนการซินเตอร์ริง

นำแผ่นซิลิคอนที่ทำการเคลือบอลูมิเนียมด้านหลังแผ่น ไปทำการซินเตอร์ริง เพื่อให้ส่วนของโลหะอลูมิเนียมที่สัมผัสกับเนื้อซิลิคอนเป็นรอยสัมผัสแบบโอห์มมิค ซึ่งจะมีผลทำให้กระแสที่ป้อนให้ระหว่างกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน มีการกระจายตัวไปทั่วแผ่นได้อย่างสม่ำเสมอ โดยการวางแผ่นซิลิคอนไว้ในบรรยากาศไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 1 L/min อุณหภูมิ 500 ^{o}C เป็นเวลา 15 นาที

5. การสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

โดยการนำเอาแผ่นซิลิคอนที่ผ่านกระบวนการต่างๆ ข้างต้น ไปวางตรงตำแหน่งบริเวณด้านล่างของเซลล์ไฟฟ้าเคมี ต่อจากนั้นก็ทำการเทสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก ลงไปในเซลล์ไฟฟ้าเคมี นำขั้วอิเล็กโตรดจุ่มลงในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก แล้วทำการป้อนกระแสไฟฟ้าขั้วบวกคงที่ให้กับขั้วไฟฟ้าที่อยู่ด้านหลังของแผ่นซิลิคอน และป้อนกระแสไฟฟ้าขั้วลบให้กับขั้วอิเล็กโตรดที่จุ่มอยู่ในสารละลายกรดกรดไฮโดรฟลูออริก ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมีขึ้น มีผลทำให้ที่บริเวณของแผ่นซิลิคอนที่สัมผัสกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกถูกกัดเป็นรูพรุนขนาดเล็กๆ จำนวนมาก โดยพารามิเตอร์ที่มีผลต่อความพรุนของนาโนพอรัสซิลิคอนก็คือเงื่อนไขต่างๆ ที่ใช้ในระหว่างกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน อันได้แก่

- ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก
- ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการแอโนไดซ์เซชัน
- เวลาที่ใช้ในการแอโนไดซ์เซชัน

หลังจากกระบวนการแอโนไดซ์เซชันเสร็จสมบูรณ์แล้ว จะได้ชั้นของนาโนพอรัสซิลิคอนเกิดขึ้นตรงบริเวณผิวหน้าด้านบนของแผ่นซิลิคอน แสดงดังรูปที่ 4.2 (ค)

6. การทำความสะอาดผิวแผ่นซิลิคอนหลังจาการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

นำแผ่นซิลิคอนออกจากเซลล์ไฟฟ้าเคมี ไปผ่านการทำความสะอาดแผ่นซิลิคอนครั้งสุดท้าย โดยมีขั้นตอนดังนี้

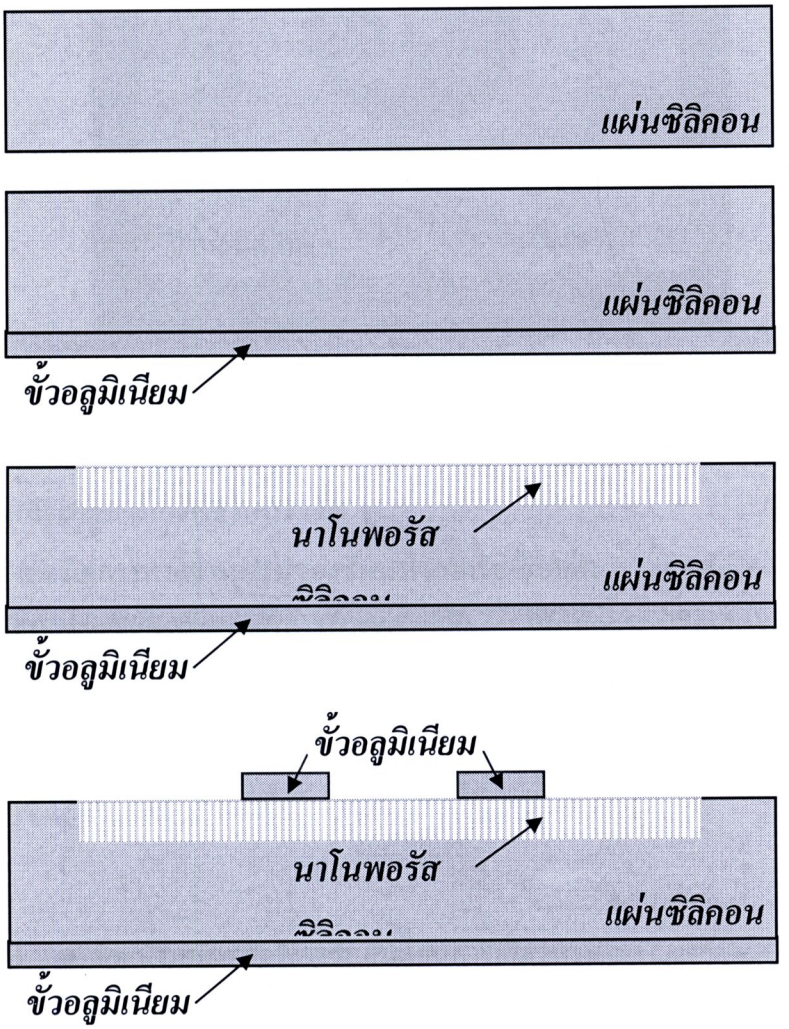
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์
- แช่แผ่นซิลิคอนในระเหยของสารเคมีเป็นเวลา 10 นาที เพื่อกำจัดชะล้างสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกที่ยังตกค้างอยู่ในชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

7. การสร้างขั้วอลูมิเนียมด้านหน้าโดยการเคลือบชั้นอลูมิเนียมในสุญญากาศ

หลังจากผ่านกระบวนการทำความสะอาดผิวของแผ่นซิลิคอนเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ต่อจากนั้นจะทำการเคลือบโลหะอลูมิเนียมที่บริเวณด้านหน้าของแผ่นซิลิคอนบริเวณที่มีชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยใช้มาส์คสำหรับทำขั้วโลหะเพื่อทำขั้วของอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี โดยมีระยะห่างระหว่างขั้วประมาณ 500 μm ด้วยวิธีการระเหยสารด้วยความร้อนในสุญญากาศ แสดงดังรูปที่ 4.2 (ง)

8. กระบวนการซินเตอร์ริง

นำแผ่นซิลิคอนที่ทำขั้วอลูมิเนียมด้านหน้าไปทำการซินเตอร์ริง เพื่อให้ส่วนของโลหะอลูมิเนียมที่สัมผัสกับเนื้อนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นรอยสัมผัสแบบโอห์มมิค โดยการวางแผ่นซิลิคอนไว้ในบรรยากาศไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 1 L/min อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 15 นาที

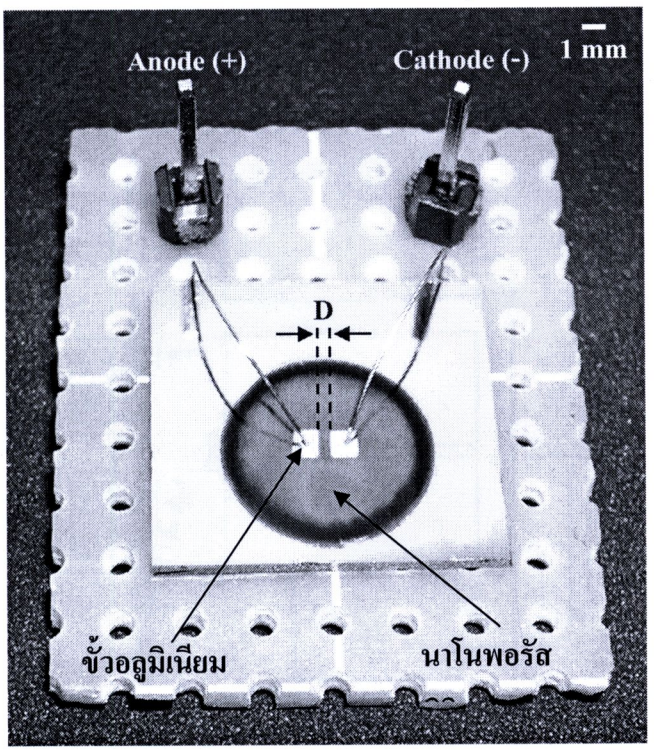


รูปที่ 4.2 ขั้นตอนการสร้างอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีโดยใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

(ก) การเตรียมแผ่นซิลิคอน (ข) การสร้างขั้วอลูมิเนียมด้านหลัง

(ค) การสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน (ง) การสร้างขั้วอลูมิเนียมด้านหน้า

อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีโดยใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างจากกระบวนการข้างต้น มีขนาดของขั้วอลูมิเนียมประมาณ 1000 x 1000 μm^2 และมีระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า (D)ประมาณ 500 μm แสดงดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีโดยใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

4.2 เทคนิคและเครื่องมือที่ใช้ในการวัด

4.2.1 เทคนิคการหาความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

การวัดหาค่าความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน ใช้หลักการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุก่อนและหลังการเกิดรูพรุน โดยค่าความพรุนของวัสดุใดๆ สามารถหาได้ดังนี้

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความพรุน} = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_3)} \text{ x } 100 \qquad (4.1)$$

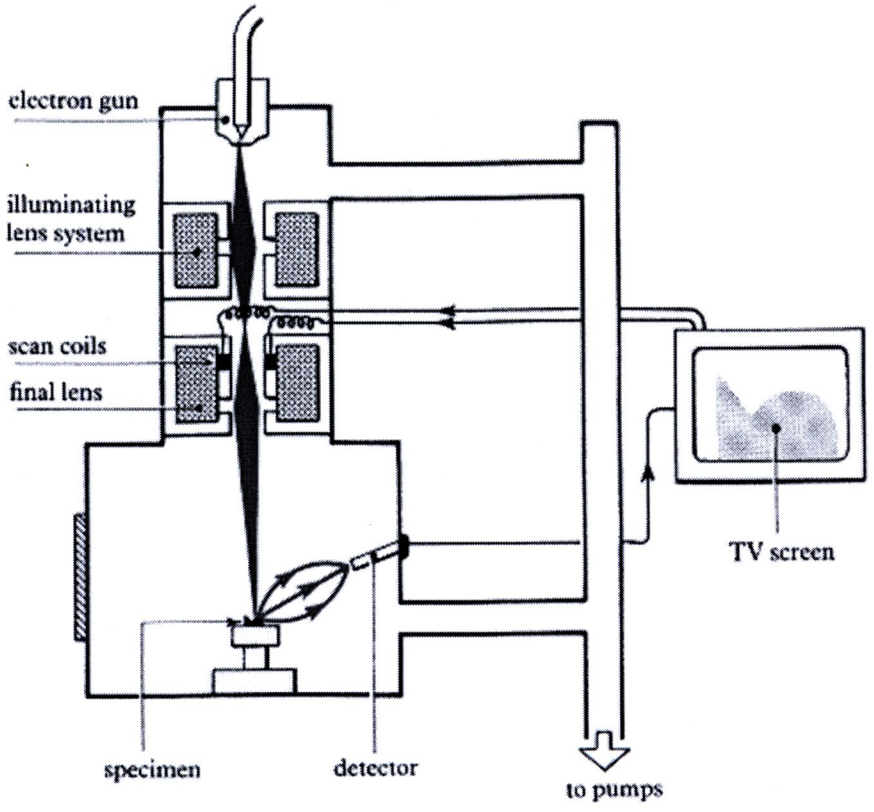
โดยที่ m_1 คือ น้ำหนักของวัสดุเริ่มต้นก่อนการเกิดรูพรุน

m_2 คือ น้ำหนักของวัสดุหลังการเกิดรูพรุน

m_3 คือ น้ำหนักของวัสดุที่เหลือหลังจากการลอกชั้นความพรุนออก

4.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์พื้นผิว และศึกษาโครงสร้างของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน เครื่อง SEM นี้มีจุดเด่นอยู่ที่กำลังขยายสูงถึง 20 ถึง 500,000 เท่า จึงสามารถศึกษาพื้นผิวที่มีขนาดเล็กได้ดี โดยส่วนประกอบของเครื่อง SEM แสดงดังรูปที่ 4.4

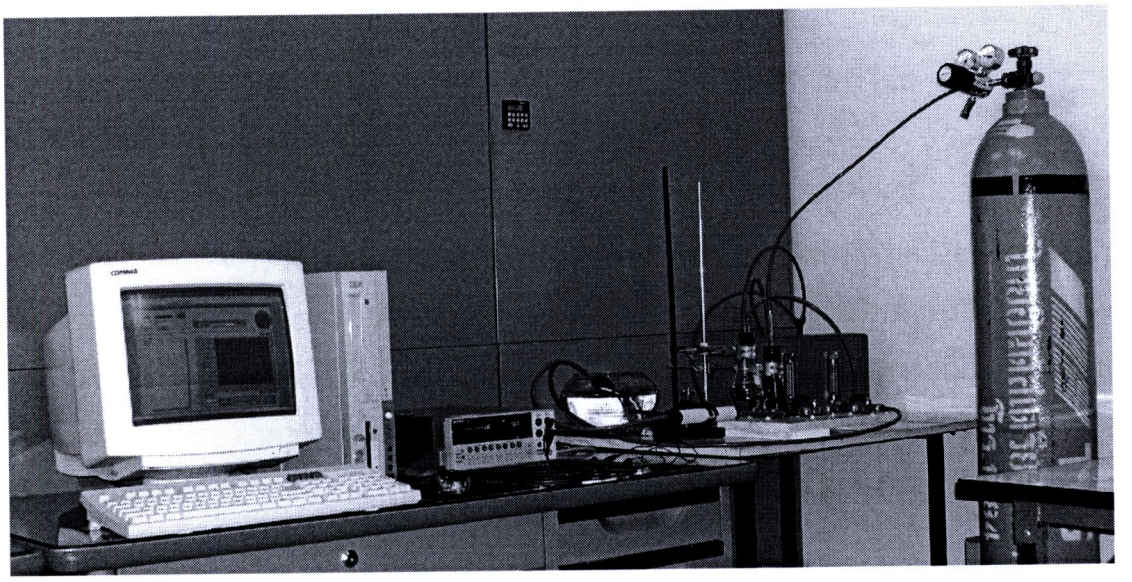


รูปที่ 4.4 ส่วนประกอบต่างๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากรูปที่ 4.4 การทำงานของเครื่อง SEM จะเริ่มจาก แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ให้อิเล็กตรอนที่ถูกเร่ง เลื่อนที่ลงมาตามคอลัมน์ ด้วยความต่างศักย์ในช่วง 1-30 kV โดยอิลูมิเนสเลนส์ (illuminating lens system) ทำหน้าที่บีบลำอิเล็กตรอนที่ส่งมาจาแหล่งกำเนิดให้มีพื้นที่หน้าตัดเล็กลง ส่วนสแกนคอยล์ (scan coil) ทำหน้าที่กวาดลำอิเล็กตรอนบนผิวของวัสดุ คลายกับการกวาดรูปบนจอโทรทัศน์ และเลนส์ตัวสุดท้ายทำหน้าที่บีบลำอิเล็กตรอนที่ส่งมาจาสแกนคอยล์ให้มีพื้นที่หน้าตัดเล็กลง ก่อนถึงตัววัสดุ เมื่อลำอิเล็กตรอนไปตกกระทบกับผิววัสดุจะให้สัญญาณออกมา ซึ่งสัญญาณต่างๆ จะถูกตรวจจับและถูกนำไปแสดงผลที่จอภาพ

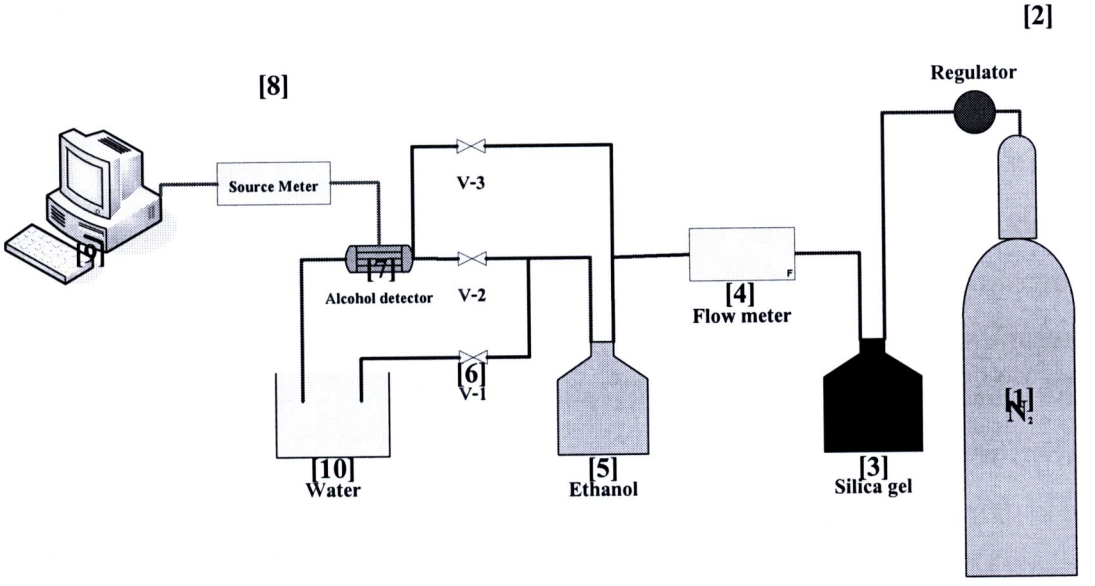
4.2.3 ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการตรวจจับไอระเหยของสารเคมีชนิดต่างๆ

การศึกษาปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการตรวจจับไอระเหยของสารเคมีจะใช้ชุดเครื่องมือในการวัด แสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการวัดอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี

โดยแยกชุดเครื่องมือต่างๆ ที่ใช้ในการวัดอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี แสดงดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 เครื่องมือต่างๆ ที่ใช้ในการวัดอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี

จากรูปที่ 4.7 ชุดเครื่องมือในการวัดอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี ประกอบด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้

1. ถังก๊าซไนโตรเจน โดยใช้ก๊าซไนโตรเจนเป็นตัวพาไอระเหยของสารเคมี เนื่องจากก๊าซไนโตรเจนไม่ทำปฏิกิริยากับ ระเหยของสารเคมีและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

2. เร็กกูเลเตอร์ (regulator) ทำหน้าที่ควบคุมความดันในระบบ

3. ซิลิกาเจล (silica gel) ทำหน้าที่ดูดความชื้นของก๊าซไนโตรเจน

4. เครื่องมือวัดอัตราการไหล (flow meter) ทำหน้าที่ควบคุมอัตราการไหล

5. ไอระเหยของสารเคมี

6. ระบบวาล์ว โดยวาล์วต่างๆ จะมีหน้าที่ดังนี้

- วาล์ว 1 (V-1) ใช้ในการปล่อยให้ก๊าซไนโตรเจนและไอระเหยของสารเคมีไหลลงสู่อ่างน้ำขณะเริ่มต้นระบบ เพื่อปรับความดันและอัตราการไหลในระบบให้คงที่ก่อนเริ่มทำการวัด

- วาล์ว 2 (V-2) ใช้ในการควบคุมก๊าซไนโตรเจนและไอระเหยของสารเคมีให้ไหลเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี แล้วไหลลงสู่อ่างน้ำ

- วาล์ว 3 (V-3) ใช้ในการควบคุมก๊าซไนโตรเจนให้ไหลเข้าสู่ อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี แล้วไหลลงสู่อ่างน้ำ

7. อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี ซึ่งอยู่ในหลอดแก้วทึบแสง

8. เครื่องมือวัดแรงดัน/กระแสไฟฟ้าของบริษัท Keithley รุ่น 2400 ใช้ในการวัดปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการตรวจจับไอระเหยของสารเคมี

9. คอมพิวเตอร์ ทำหน้าที่ติดต่อกับเครื่องมือวัดแรงดัน/กระแสไฟฟ้าของบริษัท Keithley รุ่น 2400 ด้วยโปรแกรม LabVIEW ในการวัดปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการตรวจจับไอระเหย

10. อ่างน้ำ ทำหน้าที่รักษาความดันในระบบให้คงที่

โดยชุดเครื่องมือในการวัดอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีนี้ จะเริ่มต้นด้วยการเปิดถังก๊าซไนโตรเจนและตัวเร็กกูเลเตอร์เพื่อให้ก๊าซไนโตรเจนเข้าไปในระบบ ทำการปรับเครื่องมือวัดอัตราการไหลให้ได้อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนตามต้องการ เปิดวาล์ว 1 ปิดวาล์ว 2 และ 3 รอจนความดันและอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนในระบบคงที่ เมื่อเริ่มทำการวัดจะเปิดวาล์ว 3 และปิดวาล์ว 1 ให้ก๊าซไนโตรเจนให้ไหลเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีก่อน เมื่อต้องการวัดการตรวจจับไอระเหยของสารเคมีก็จะเปิดวาล์ว 2 พร้อมกับปิดวาล์ว 3 ให้ก๊าซไนโตรเจนเป็นตัวพาไอระเหยของสารเคมีเข้าไปในระบบที่มีอุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมีอยู่ และเมื่อต้องการจะหยุดวัดก็ทำการเปิดวาล์ว 3 พร้อมกับปิดวาล์ว 2 ให้ก๊าซไนโตรเจนให้ไหลเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจจับไอระเหยของสารเคมี เพื่อทำการไล่ไอระเหยของสารเคมีที่ยังคงค้างอยู่ออกจากระบบ ซึ่งทุกครั้งที่จะทำการวัดควรระวังเรื่องความดันและอัตราการไหลในระบบให้คงที่อยู่เสมอ