

บทที่ 4

กระบวนการสร้างคาร์บอนนาโนทิวบ์

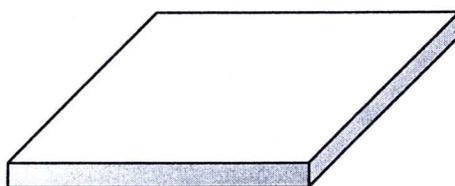
ในบทนี้กล่าวถึงขั้นตอนการเตรียมแผ่นฐานรองที่ประกอบด้วยโลหะคะตะไลต์ที่ใช้โลหะนิกเกิลเป็นตัวดักจับอะตอมคาร์บอนในการเกิดคาร์บอนนาโนทิวบ์ และโลหะทองแดงที่ใช้ทำเป็นขั้วเพื่อการทำงาน โดยโลหะทั้งสองใช้วิธีการสปัตเตอร์ลงบนแผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ที่มีความหนาของชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ประมาณ 5000Å ตลอดจนการนำฐานรองที่ได้นำไปสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยวิธีการตกสะสมไอเคมี ซึ่งเป็นแบบเตาความร้อน (Thermal Chemical Vapor Deposition) และแบบขดลวดความร้อน (Hot filament Chemical vapor deposition) และนอกจากนั้นยังได้อธิบายถึงรายละเอียดของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลต่างๆที่เกี่ยวข้องกับการทดลองนี้ด้วย

4.1 การสร้างแผ่นฐานรอง

4.1.1 กระบวนการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์

กระบวนการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ต้องทำความสะอาดแผ่นซิลิคอนที่ใช้เป็นฐานรองก่อนเพื่อให้ ฝุ่น เศษโลหะ และไขมัน ที่เกาะอยู่บนพื้นผิวหลุดออกไปก่อนการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์มีขั้นตอน ดังนี้

การทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน



รูปที่ 4.1 แผ่นซิลิคอนขนาด $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ หลังจากการทำความสะอาด

1. ตัดแผ่นซิลิคอนให้มีขนาด $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$.
2. Ultrasonic DI 5 นาที
3. จุ่ม DI 1 แก้วจนสะอาด
4. เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน

5. ต้มในกรด Nitric (HNO_3) 2 แก้ว แก้วละ 5 นาที
6. จุ่มในน้ำ DI 2 แก้ว
7. ต้มในน้ำ DI 2 แก้ว แก้วละ 5 นาที (กรด Nitric ละลายในน้ำร้อนได้ดี)
8. จุ่มในน้ำ DI 2 แก้วจนสะอาด
9. เป่าแห้งด้วยก๊าซ N_2
10. Ultrasonic ใน Acetone 3 นาที
11. จุ่มใน DI 2 แก้วจนสะอาด
12. เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน

กระบวนการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์

แผ่นซิลิคอนที่ทำความสะอาดแล้วจะเข้ากระบวนการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์เพื่อควบคุมไม่ให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านเข้าไปในเนื้อสารซิลิคอน ชั้นฉนวนหรือชั้นซิลิคอนไดออกไซด์สร้างจากการออกซิเดชันด้วยความร้อน (Thermal oxidation) โดยการให้แผ่นซิลิคอนทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่อุณหภูมิสูง ซิลิคอนไดออกไซด์จะเกิดขึ้นทั้งด้านหน้าและด้านหลังของแผ่นซิลิคอน การสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์มีด้วยกัน 2 วิธี

1. การออกซิเดชันแบบแห้ง (Dry oxidation)

เป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอมของออกซิเจนบริสุทธิ์กับซิลิคอนใช้อุณหภูมิประมาณ 900° ถึง 1100°C อะตอมของซิลิคอนจะรวมตัวกับออกซิเจนเกิดเป็นซิลิคอนไดออกไซด์ แสดงดังสมการ 4.1 วิธีนี้ได้ออกไซด์ที่มีคุณภาพดีสำหรับการเป็นฉนวน แต่อัตราการเกิดชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ช้ามาก

อุณหภูมิ 1000°C



2. การออกซิเดชันแบบชื้น (Wet oxidation)

การออกซิเดชันแบบชื้นใช้อะตอมออกซิเจนที่ได้จากการแตกตัวของไอน้ำในการทำปฏิกิริยากับซิลิคอนใช้อุณหภูมิประมาณ 900° ถึง 1100°C อะตอมของซิลิคอนจะรวมตัวกับออกซิเจนเกิดเป็นซิลิคอนไดออกไซด์ แสดงดังสมการ 4.2

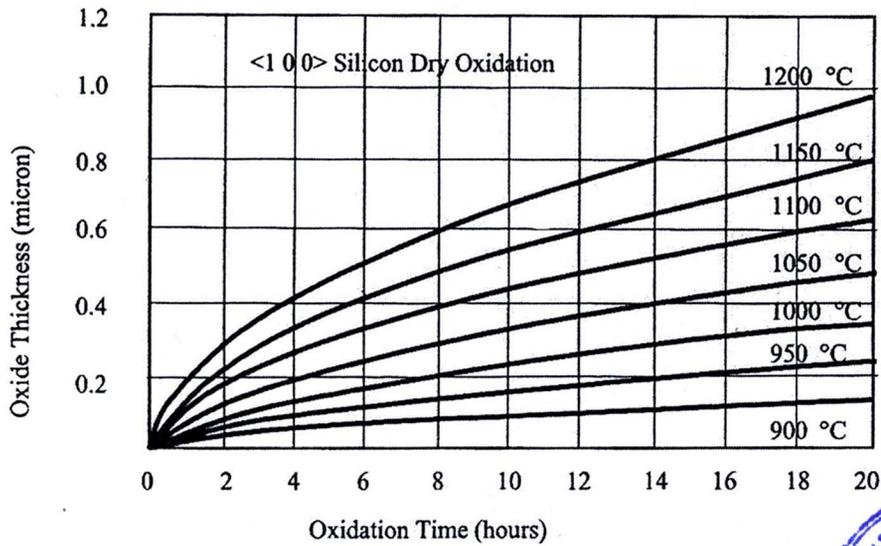


การสร้างซิลิคอนไดออกไซด์แบบชั้นนี้จะทำให้เกิดชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ได้เร็วกว่าแบบแห้ง เนื่องจากโมเลกุลของน้ำเล็กกว่าโมเลกุลของออกซิเจน จึงทำให้อะตอมของซิลิคอนทำปฏิกิริยากับไอน้ำได้เร็วกว่าอะตอมของออกซิเจนบริสุทธิ์ที่อยู่ในสถานะแก๊ส ทำให้การเกิดชั้นออกไซด์ทำได้เร็วกว่า แต่ข้อเสียของชั้นออกไซด์ที่เกิดจากการออกซิเดชันแบบชั้นนี้คือ มีคุณสมบัติในการเป็นฉนวนที่เลวกว่าแบบแห้ง หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งว่า ชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ที่เกิดปฏิกิริยาแบบแห้งมีความหนาแน่นมากกว่าแบบชั้น และการออกซิเดชันแบบชั้นนี้จะได้ชั้นออกไซด์ที่มีสภาพผลึกไม่สมบูรณ์ คือเกิดการบิดเบือนของผลึก (Crystal dislocation) หรือเกิดรูพรุนขึ้น ข้อดีของวิธีนี้คือมีอัตราการเกิดออกไซด์สูงกว่าแบบแห้งมาก

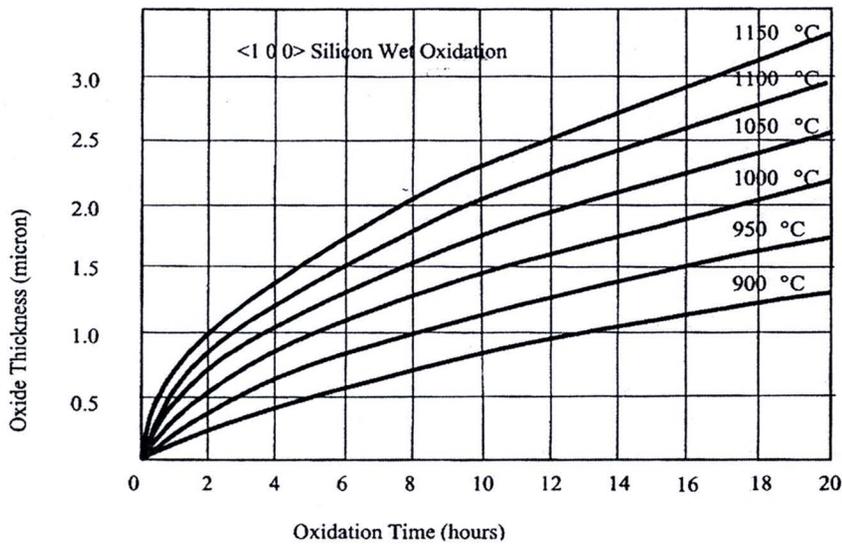
การทดลองนี้ใช้การสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์แบบ Dry-Wet-Dry ที่ 1.5-1.5-1.5 ชั่วโมง ในการออกซิเดชันแบบแห้งใช้อุณหภูมิประมาณ 1100°C อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 1200 ml/min ส่วนการออกซิเดชันแบบชั้นใช้อุณหภูมิประมาณ 1100°C อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 1000 ml/min เพื่อให้เกิดชั้นออกไซด์ที่มีความหนาประมาณ 5000 อังสตรอม ก่อนนำไปเคลือบโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

การหาความหนาของชั้นออกไซด์

ความหนาของชั้นซิลิคอนออกไซด์สามารถคำนวณหาความหนาได้จากกราฟ Thermal Oxidation ได้จากกราฟรูปที่ 4.2 และ 4.3 โดยใช้การเทียบกันระหว่างอุณหภูมิกับเวลาที่ใช้ในการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์



รูปที่ 4.2 แสดงการคำนวณการเกิดซิลิคอนไดออกไซด์แบบแห้ง



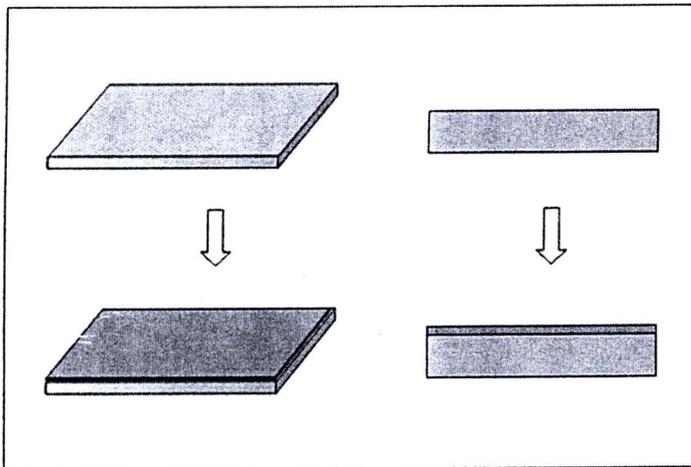
รูปที่ 4.3 แสดงการคำนวณการเกิดซิลิคอนไดออกไซด์แบบชื้น

นอกจากนี้ยังสามารถหาความหนาของชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ได้จากการพิจารณาดูสีของชั้นซิลิคอนออกไซด์จากการสะท้อนแสงฟลูออเรสเซนซ์ซึ่งสีแต่ละสีที่สะท้อนออกมานั้นเป็นตัวบ่งบอกถึงความหนาของชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ดังตามตารางที่ 4.1

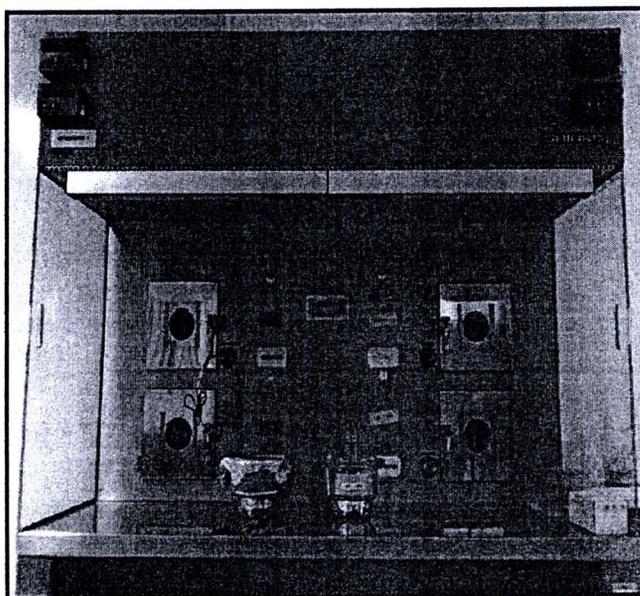
ตารางที่ 4.1 แสดงสีของชั้นฉนวนไดออกไซด์ที่มีความหนาต่างๆ กัน

ความหนา	สี	ความหนา	สี
500A°	สีน้ำตาลอ่อน	5200	สีเขียว
700	สีน้ำตาล	5400	สีเหลืองเขียว
1000	สีม่วงเข้มถึงสีแดงม่วง	5600	สีเขียวเหลือง
1200	สีฟ้า	5700	สีเหลืองถึงสีเทาอ่อน
1500	สีน้ำเงินอ่อนถึงสีเทาน้ำเงิน	5800	สีส้มอ่อนหรือสีเหลืองถึงสีชมพู
1700	สีน้ำเงินถึงสีเหลือง-เขียวอ่อน	6000	สีชมพูอ่อน
2000	สีทองถึงสีเหลือง	6300	สีม่วงแดง
2200	สีทองค่อนข้างสีเหลืองแกมส้ม	6800	สีคล้ายเทา
2500	สีส้มถึงสีเขียวอ่อน	7200	สีน้ำเงินเขียวถึงสีเขียว
2700	สีแดงม่วง	7700	สีเหลืองอ่อน
3000	สีน้ำเงินถึงสีม่วงน้ำเงิน	8000	สีส้ม
3100	สีน้ำเงิน	8200	สีชมพู
3200	สีน้ำเงินถึงสีน้ำเงินเขียว	8500	สีแดงม่วงอ่อน
3400	สีเขียวอ่อน	8600	สีม่วง
3500	สีเขียวถึงสีเหลืองเขียว	8700	สีน้ำเงินม่วง
3600	สีเหลืองเขียว	8900	สีน้ำเงิน
3700	สีเขียวเหลือง	9200	สีน้ำเงินเขียว
3900	สีเหลือง	9500	สีเหลืองเขียว
4100	สีส้มอ่อน	9700	สีเหลืองถึงสีเหลืองอ่อน
4200	สีชมพูอ่อน	9900	สีส้ม
4400	สีม่วงแดง	1.00 μm	สีชมพูอ่อน
4600	สีแดงม่วง	1.02	สีม่วงแดง
4700	สีม่วง	1.05	สีแดงม่วง
4800	สีน้ำเงินม่วง	1.06	สีม่วง
4900	สีน้ำเงิน	1.07	สีน้ำเงินม่วง
5000	สีน้ำเงินเขียว	1.10	สีเขียว

เนื่องจากแผ่นซิลิคอนด้านที่ไม่ได้มีการขัดมันเมื่อมีการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์แล้ว ก็ไม่สามารถมองเห็นสีของชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ถึงความเปลี่ยนแปลง แต่ด้านที่มีการขัดมันเมื่อทำการสร้างชั้นซิลิคอนไดออกไซด์แล้วจะเกิดการเปลี่ยนแปลงของสีของแผ่นซิลิคอน สีที่เกิดการเปลี่ยนแปลงนั้นจะหมายถึงความหนาของชั้นซิลิคอนไดออกไซด์ที่สร้างได้ซึ่งดูได้จากตารางที่ 4.1 และจากเงื่อนไขของการทดลองที่ต้องการใช้ความหนาที่อยู่ในช่วงประมาณ 5000 \AA สีของชั้นออกไซด์ที่ได้จึงมีสีน้ำเงินเขียว รูปที่ 4.4 เป็นการแสดงถึงแผ่นซิลิคอนก่อนทำการออกซิเดชันและหลังการออกซิเดชัน



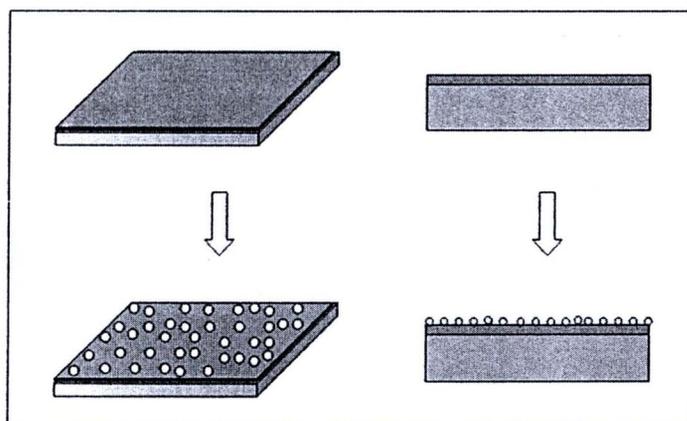
รูปที่ 4.4 แผ่นซิลิคอนก่อนและหลังการออกซิเดชัน



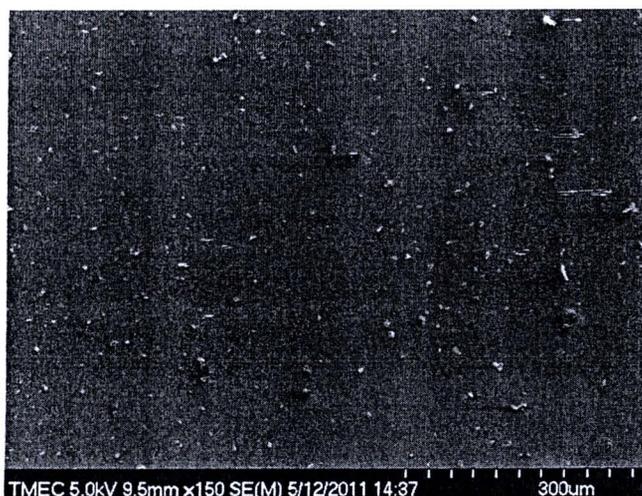
รูปที่ 4.5 เตาความร้อนที่ใช้ในการออกซิเดชัน

4.1.2 การเคลือบโลหะคะตะไลต์ (Catalyst)

การเคลือบโลหะคะตะไลต์หรือตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนแผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์เพื่อเป็นตัวดักจับอะตอมคาร์บอนในการเกิดคาร์บอนนาโนทิวบ์ ในการทดลองนี้ใช้โลหะนิเกิล (Ni) เป็นโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเคลือบลงบนฐานรองแบบกลุ่มก้อน (Cluster) เพื่อให้ตัวของอุปกรณ์ขาดจากกันทางไฟฟ้า (นิเกิลเป็นโลหะและนำไฟฟ้า) เนื่องจากต้องการศึกษาการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางไฟฟ้าของคาร์บอนนาโนทิวบ์ขณะตรวจวัดแอลกอฮอล์ จึงต้องการให้กระแสไฟฟ้าหรืออิเล็กทรอนิกส์เคลื่อนที่อยู่บนคาร์บอนนาโนทิวบ์ ดังนั้นการสัปดาห์เตอร์จะใช้เวลาในการปิดเตอร์ 30 วินาที ความดันภายใน Chamber ประมาณ 2×10^{-6} Torr ใช้เครื่องอาร์เอฟไดโอดสัปดาห์เตอร์ ใช้ความถี่ 13.65 MHz ภายในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน (Ar) โลหะนิเกิลที่ได้จะกระจายเป็นจุดๆเต็มพื้นที่ของแผ่นฐานรองซึ่งดูได้จากรูป 4.6 รูปที่ 4.7 เป็นภาพถ่าย SEM ของการเคลือบโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา (นิเกิล)



รูปที่ 4.6 การเคลือบโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา (นิเกิล)

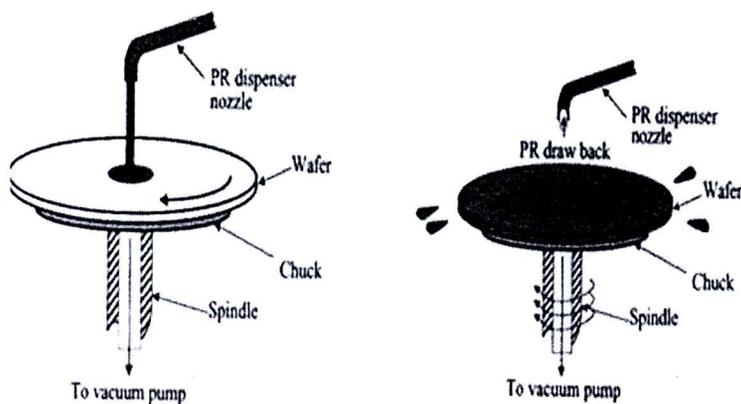


รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของการเคลือบโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา (นิเกิล)

4.1.3 กระบวนการโฟโตลิโธกราฟี

กระบวนการโฟโตลิโธกราฟีเป็นขั้นตอนการถ่ายแบบตัวอย่างจากกระจกมาส์กไปยังผิวหน้าของแผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ที่มีการเคลือบโลหะคะตะไลต์แล้ว ซึ่งกระบวนการนี้ต้องทำในห้องที่มีความสะอาดเพื่อป้องกันฝุ่นละอองที่จะตกลงมาที่แผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ โดยเริ่มต้นด้วยการนำแผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ที่เคลือบโลหะคะตะไลต์แล้วมาทำความสะอาดและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120°C ใช้เวลา 30 นาที เพื่อไล่ความชื้นที่จับอยู่ที่แผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ออก จากนั้นเคลือบพื้นแผ่นผิวฐานรองด้วยน้ำยาไวแสงชนิดบวก AZ 5214.E (เพราะต้องการความหนาของฟิล์ม 5000 อังสตรอม) ด้วยวิธีสปินเนอร์ (spinner) เพื่อต้องการพื้นผิวของน้ำยาไวแสงที่เรียบเป็นแบบฟิล์มบางและมีความหนาของน้ำยาไวแสงที่เท่ากันทุกจุด การสปินเนอร์จึงต้องทำด้วยกันสองส่วน ส่วนแรกใช้ความเร็วรอบ 500 รอบ/วินาที ใช้เวลาประมาณ 5 วินาที เพื่อให้ น้ำยาไวแสงที่หยดไว้บนแผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์กระจายตัวไปทั่วแผ่นฐานรอง และส่วนที่สองใช้ความเร็วรอบ 3000 รอบ/วินาที ใช้เวลาประมาณ 30 วินาที เพื่อให้ น้ำยาไวแสงที่เป็นส่วนเกินที่กระจายตัวอยู่บนแผ่นฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์นั้นถูกเหวี่ยงด้วยความเร็วรอบที่สูงจนทำให้น้ำยาไวแสงที่เป็นส่วนเกินกระเด็นหลุดออกไปและส่วนที่เหลือจะกระจายตัวออกไปโดยรอบเป็นฟิล์มบางและเรียบสม่ำเสมอตามที่ต้องการ ซึ่งความหนาของชั้นฟิล์มน้ำยาไวแสงจะขึ้นอยู่กับชนิดของน้ำยาไวแสงด้วย รูปที่ 4.8 ได้อธิบายถึงการสปินเนอร์นี้ โดยขั้นตอนระหว่างการเคลือบน้ำยาไวแสงนี้ต้องระวังฝุ่นละอองอย่างมากจึงต้องทำในห้องที่สะอาดหรือ Clean Room และเมื่อเคลือบน้ำยาไวแสงเสร็จแล้ว

ต้องนำไปอบที่อุณหภูมิ 85°C เป็นเวลา 20 นาที เพื่อต้องการให้น้ำยาไวแสงที่เกาะอยู่บนแผ่นฐานรองแห้งสนิทและยึดเกาะกับแผ่นฐานรองได้ดี ขั้นตอนนี้เรียกว่า Prebake



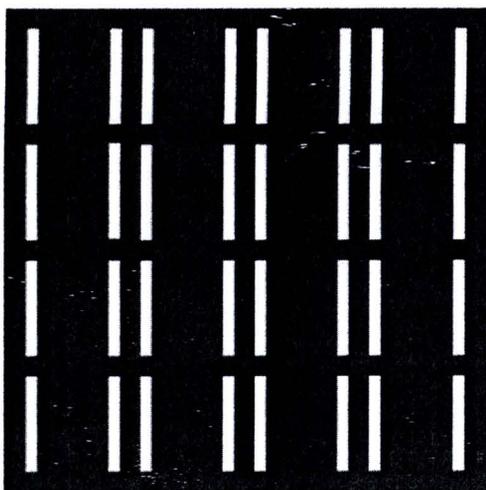
รูปที่ 4.8 เคลือบพื้นผิวฐานรองด้วยน้ำยาไวแสง



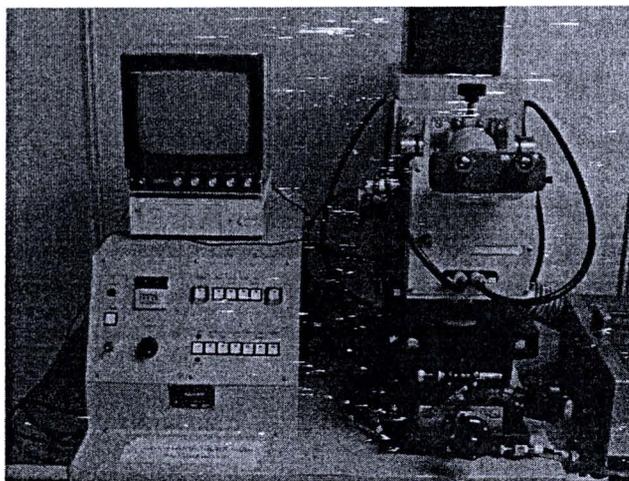
รูปที่ 4.9 เครื่องสปรินเนอร์ที่ใช้ในศูนย์วิจัยไมโครอิเล็กทรอนิกส์

จากนั้นทำการถ่ายแบบลงบนฟิล์มน้ำยาไวแสงด้วยการฉายแสงอุลตราไวโอเล็ต (UV) ผ่านกระจกต้นแบบหรือกระจกมาสก์ (Photo mask) ที่ออกแบบไว้แล้ว และมีการจัดมาสก์ที่ตรงกับบริเวณที่ต้องการจะถ่ายแบบขั้นตอนนี้เรียกว่า Mask Alignment แสงที่ฉายผ่านกระจกต้นแบบจะทะลุผ่านไปได้เฉพาะบริเวณที่ไม่มีลวดลาย ส่วนบริเวณที่มีลวดลายจะไม่ทะลุผ่าน ดังนั้นส่วนที่แสงทะลุผ่านไปได้จะทำปฏิกิริยากับน้ำยาไวแสง(ส่วนสีขาวของรูปที่ 4.10) คุณสมบัติของน้ำยาไวแสงจะเปลี่ยนไป จากนั้นนำแผ่นที่ฉายแสงแล้วมาทำการ Development คือการสร้างลวดลายด้วยน้ำยา Developer น้ำยาไวแสงชนิดบวกเมื่อทำการ develop แล้ว น้ำยาไวแสงส่วนที่ถูกแสงจะถูกละลายไป ส่วนที่ไม่ถูกแสงจะยังคงอยู่ จากนั้นทำการ Post bake คือการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 85°C เป็น

เวลา 10 นาที เพื่อให้ส่วนที่เป็นชั้นฟิล์มแห้งและยึดเกาะติดกับแผ่นฐานรองแน่นยิ่งขึ้น ก่อนนำไปทำการสปีดเตอร์ด้วยโลหะไฟฟ้า

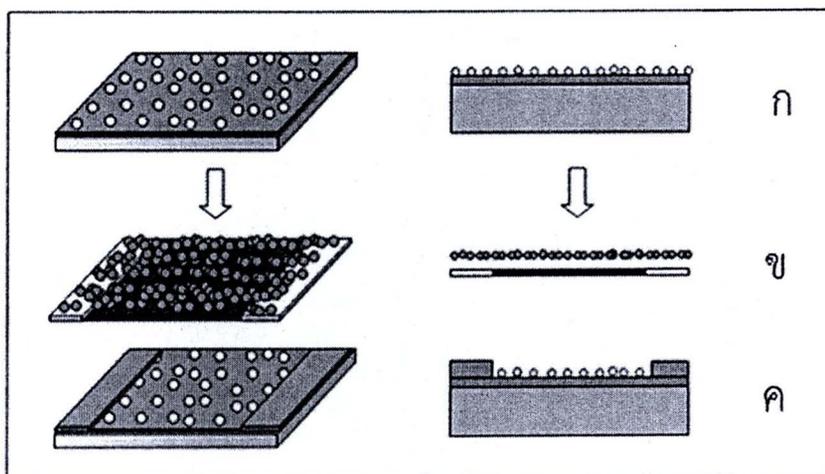


รูปที่ 4.10 ภาพหน้ากาก (Mask) ที่ใช้ในการสปีดเตอร์ด้วยไฟฟ้า



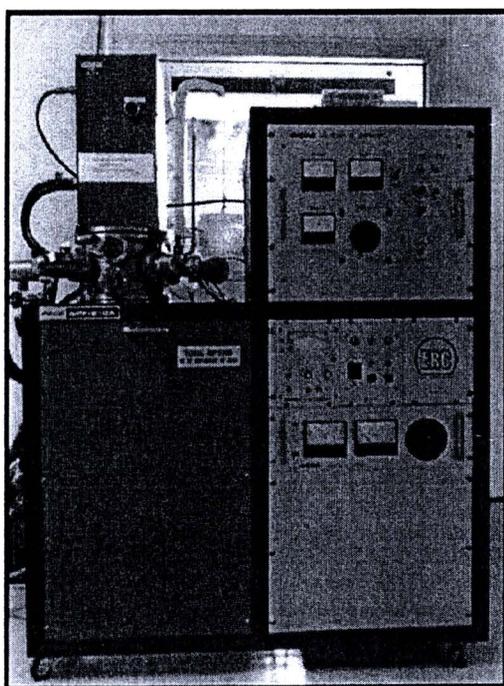
รูปที่ 4.11 ภาพของเครื่อง Mask Aligners

4.1.4 การทำขั้วไฟฟ้า



รูปที่ 4.12 (ก) แผ่นฐานรองที่ทำการสปีดเตอร์โลหะนิเกิลแล้ว (ข) แผ่นฐานรองที่ทำการสปีดเตอร์โลหะทองแดงที่มีการเปิดมาร์คแล้ว (ค) แผ่นฐานรองที่ทำการลอกน้ำยาไวแสงออกแล้ว

การทำขั้วไฟฟ้าเพื่อต่อใช้งานจะใช้โลหะทองแดงเป็นขั้วไฟฟ้า สร้างโดยการสปีดเตอร์เป็นแบบฟิล์มบาง (Thin film) ลงบนฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ที่เคลือบนิเกิลแล้ว โดยบังคับให้เกิดตรงบริเวณที่ต้องการคือตรงบริเวณที่เราเปิดช่องของน้ำยาไวแสงไว้แล้ว โลหะทองแดงก็จะเกิดเป็นฟิล์มบางตรงบริเวณที่เราต้องการจากขั้นตอนที่ผ่านมา ซึ่งในการสปีดเตอร์นี้ใช้เวลาในการสปีดเตอร์ 3 นาที ความดันประมาณ 2×10^{-6} Torr ใช้เครื่องอาร์เอฟไดโอดสปีดเตอร์ ใช้ความถี่ 13.65 MHz ภายในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน (Ar) โลหะทองแดงที่ได้จะเกาะตัวกันเป็นฟิล์มบางทั่วทั้งแผ่นฐานรองซึ่งดูได้จากรูป 4.12 จากนั้นทำการเอาน้ำยาไวแสงที่ทำหน้าที่เป็นมาสก์และทองแดงที่อยู่บนน้ำยาไวแสงออกให้เหลือไว้เฉพาะส่วนที่เราต้องการโดยการนำเอาแผ่นฐานรองมาแกว่งในอะซิโตน อะซิโตนจะทำการกัดเซาะฟิล์มน้ำยาไวแสงที่ติดกับแผ่นฐานรองแล้วยกทองแดงที่ติดอยู่ด้านบนของฟิล์มน้ำยาไวแสงหลุดออกไปด้วยเหลือไว้เฉพาะทองแดงที่ติดอยู่บนแผ่นฐานรองเรียกขั้นตอนนี้เรียกว่าการลอกน้ำยาไวแสงด้วยวิธี lift off



รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายของเครื่องสปีตเตอร์ริงสำหรับเคลือบคตะไลต์และซัวโลหะ

4.2 การสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์

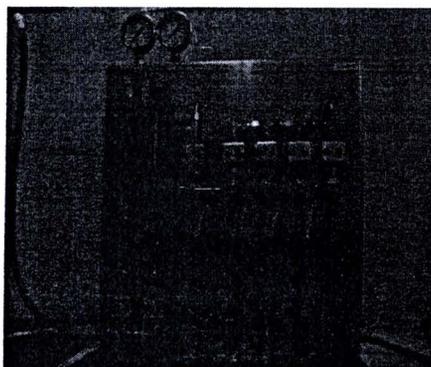
การทดลองในครั้งนี้จะกล่าวถึงการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกระบวนการตกสะสมไอเคมีซึ่งเป็นแบบเตาความร้อน (Thermal Chemical Vapor Deposition) และแบบขดลวดความร้อน (Hot filament Chemical vapor deposition) จุดประสงค์เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ แอลกอฮอล์ การสังเคราะห์จะกระทำบนฐานรองซิลิคอนไดออกไซด์ที่มีการสปีตเตอร์ริงนิเคลไว้แล้ว โดยใช้เอทานอลเป็นสารแหล่งจ่ายคาร์บอนในการเกิดคาร์บอนนาโนทิวบ์และใช้แก๊สเฉื่อยเป็นตัวนำพาสารแหล่งจ่ายคาร์บอน

หลักการที่ทำให้เกิดคาร์บอนนาโนทิวบ์คือ เมื่อไอระเหยของสารแหล่งจ่ายคาร์บอนได้รับความร้อนสูงจะทำให้อะตอมของคาร์บอนแตกตัวออกมาจากโมเลกุลของสารแหล่งจ่ายคาร์บอน (เอทานอล) คาร์บอนที่แตกตัวจะไปจับตัวกันที่โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาบนฐานรองเกิดการจัดรูปใหม่เป็นคาร์บอนนาโนทิวบ์

4.2.1 การสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบเทอร์โมลชีวีตี (Thermal Chemical Vapor Deposition)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์

1. ก๊าซไนโตรเจน
2. Regulator สำหรับปรับแรงดันก๊าซและการบอกปริมาณก๊าซในถัง
3. Flow meter สำหรับควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ
4. สารแหล่งจ่ายคาร์บอน (เอทานอล)
5. เตาความร้อนชีวิตีแบบสามโซน
6. นาฬิกาจับเวลา
7. หลอดทดลองสำหรับใส่สารแหล่งจ่าย
8. ขวดรูปชมพู่สำหรับเช็คก๊าซที่ไหลออกสู่ระบบ
9. ฐานรองสำหรับนำมาทำการทดลอง (ซิลิคอนไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยนิเกิลและมีลวดลาย)
10. แผ่นกระเบื้องสำหรับเป็นโบทนนำแผ่นฐานรองเข้าไปในเตา
11. แท่งแก้วสำหรับดันฐานรองเข้าไปในเตา



(ก)



(ข)

รูปที่ 4.14 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ท่อนานโนคาร์บอน
(ก) Flow meter ควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ (ข) ถังก๊าซไนโตรเจน

4.2.1.2 ขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์ท่อนานโนคาร์บอน

(1) เปิดเตาความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เตาความร้อนที่ใช้ทดลองเป็นเตาความร้อนแบบสามโซนซึ่งจะช่วยในการควบคุมอุณหภูมิมีความคงที่และแม่นยำ จากนั้นใช้แท่งแก้วดันโบทที่มีแผ่นฐานรองที่เตรียมไว้เข้าไปในเตาโดยวางแผ่นฐานรองไว้ที่ปากเตาเป็นเวลา 5 นาที เพื่อไม่ให้โบทและแผ่นฐานรองเกิดการการขยายตัวอย่างฉับพลันและเกิดการแตกได้เมื่อได้รับความร้อนสูงใน

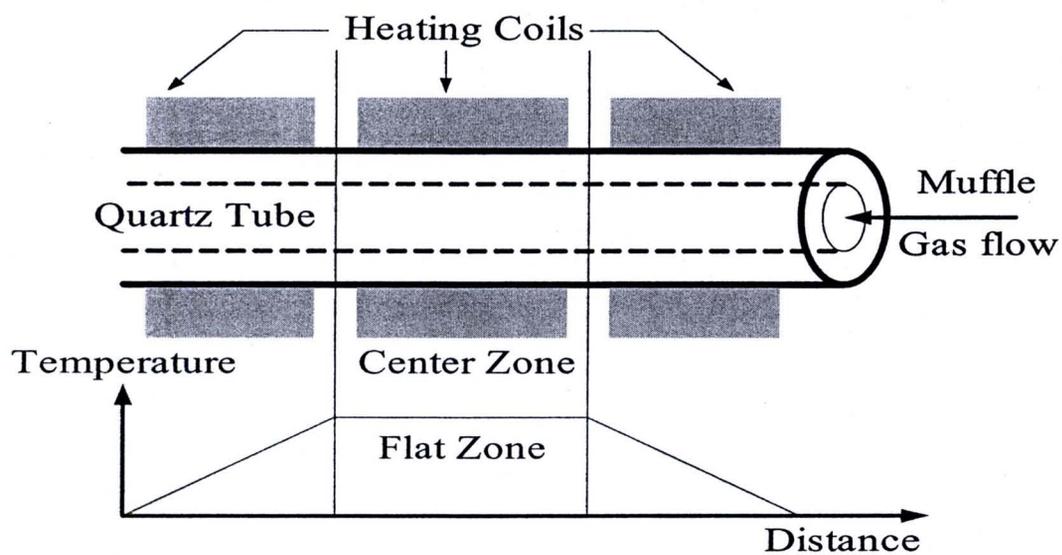
ขณะที่แผ่นฐานรองอยู่กลางเตา เพราะฉะนั้นจึงให้แผ่นฐานรองได้ทำการปรับอุณหภูมิก่อนจะดันเข้าไปกลางเตา เมื่อโบทและแผ่นฐานรองปรับความร้อนได้แล้วจึงค่อยๆดันแผ่นฐานรองจนถึงกลางเตา โดยใช้เวลาเฉลี่ยประมาณ 5 -10 นาที

(2) ปิดปากท่อควอทซ์ที่ใช้เป็นห้องปฏิบัติการให้สนิท แล้วจึงปรับอุณหภูมิของเตาความร้อนให้ได้อุณหภูมิตามที่ต้องการ และเปิดแก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 0.2 cc/min เข้าไปในเตาความร้อนเพื่อไล่อากาศออกจากเตาไม่ให้เกิดการออกซิไดซ์เมื่อทำการจ่ายเอทานอล ขั้นตอนนี้ใช้เวลาประมาณ 5-10 นาที และในขณะเดียวกันนี้จะทำการตรวจเช็คข้อต่อรวมทั้งสายยางที่ใช้เป็นท่อลำเรียงเอทานอลเข้าไปยังเตาเพื่อไม่ให้มีการเกิดรอยรั่ว

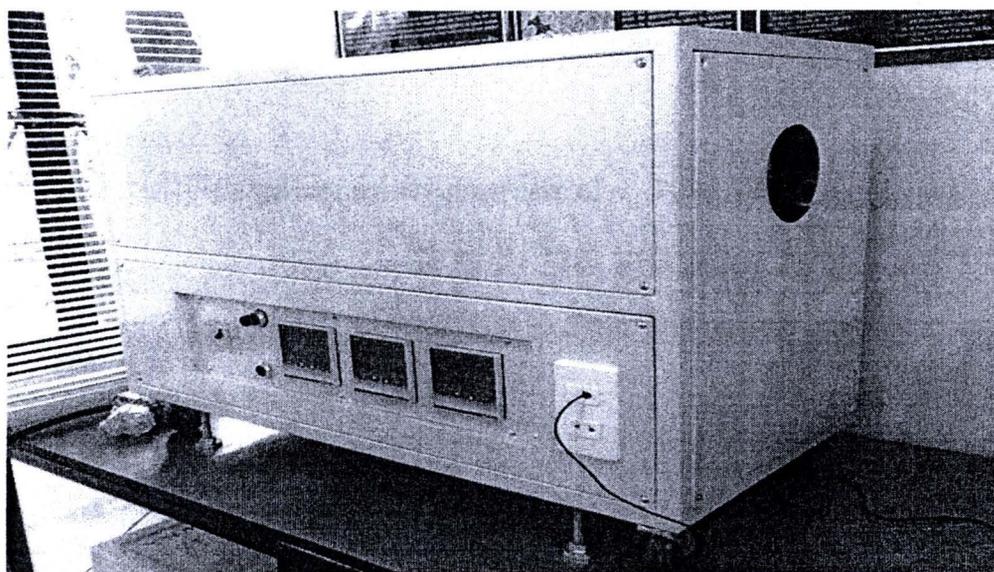
(3) เมื่ออุณหภูมิของเตาความร้อนมีอุณหภูมิตามที่ต้องการในการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์แล้วให้ปรับสวิตซ์การจ่ายแก๊สไนโตรเจนไหลผ่านสารแหล่งจ่ายคาร์บอน (เอทานอล) เพื่อนำไอระเหยของสารแหล่งจ่ายคาร์บอนเข้าไปยังเตาที่ใช้เป็นห้องปฏิบัติการโดยมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนตามความต้องการที่จะทดลอง (0.3 และ 0.5 cc/min) เวลาที่ใช้ในการทดลองคือ 5 นาที

(5) เมื่อจ่ายสารแหล่งจ่ายคาร์บอนครบตามเวลาที่ต้องการแล้วให้ปรับสวิตซ์ของแก๊สไนโตรเจนที่ไหลผ่านสารแหล่งจ่ายคาร์บอนเป็นการไหลที่ไม่มีสารแหล่งจ่ายโดยมีอัตราการไหล 0.2 cc/min พร้อมทั้งปรับอุณหภูมิของเตาเทอร์มอลให้เหลือ 500 องศาเซลเซียส

(6) ปิดก๊าซไนโตรเจน จากนั้นเปิดฝาท่อควอทซ์แล้วจึงค่อยๆ ดึงแผ่นฐานรองที่มีคาร์บอนนาโนทิวบ์อยู่ด้านบนออกจากห้องปฏิบัติการช้าๆใช้เวลาประมาณ 5-10 นาที เมื่อแผ่นฐานรองมาถึงปากเตาให้ทิ้งไว้ที่ปากเตา 5 นาทีก่อนจะนำออกจากเตาความร้อนเพื่อไม่ให้แผ่นฐานรองเกิดการหดตัวอย่างรวดเร็วจนแผ่นฐานรองแตกและเพื่อไม่ให้คาร์บอนนาโนทิวบ์ที่ติดอยู่บนแผ่นฐานรองเกิดการร้อนเมื่ออุณหภูมิลดลงอย่างรวดเร็ว ดังนั้นจึงต้องปล่อยให้แผ่นฐานรองและคาร์บอนนาโนทิวบ์ค่อยๆปรับอุณหภูมิลงก่อน เมื่อถึงขั้นตอนนี้ก็สิ้นสุดกระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์

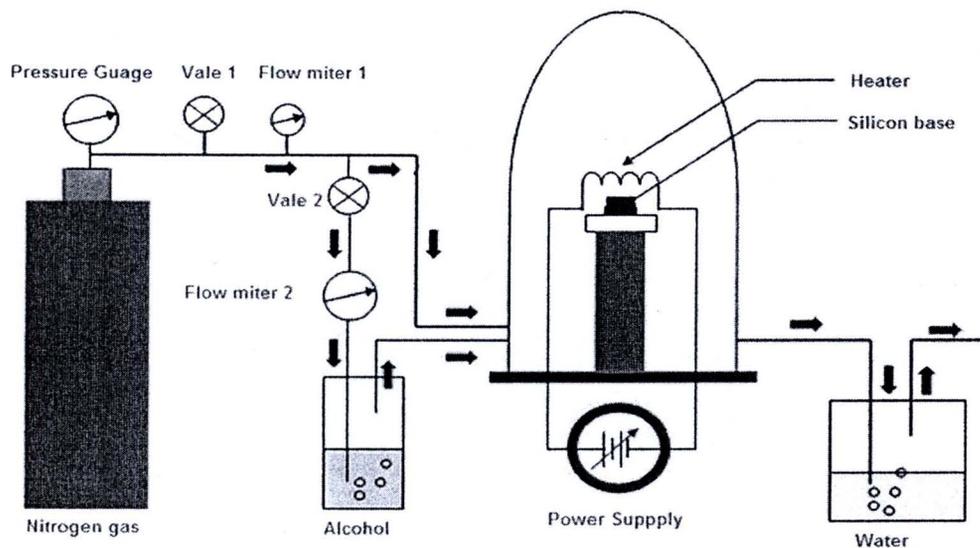


รูปที่ 4.15 โครงสร้างเตาความร้อนแบบสามโซน



รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายเตาความร้อนแบบสามโซนที่ใช้ในการสร้างคาร์บอนนาโนทิวบ์

4.2.2 การสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์แบบขดลวดความร้อน (Hot filament Chemical vapor deposition)



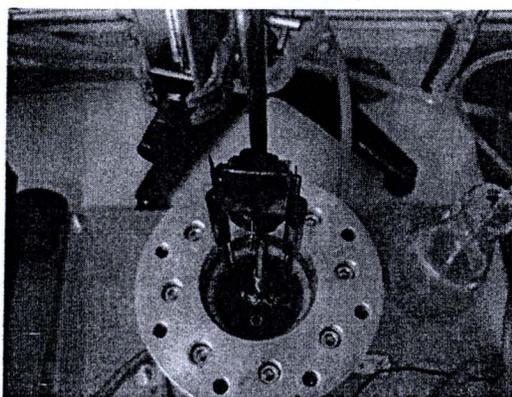
รูปที่ 4.17 ภาพแสดงการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์แบบขดลวดความร้อน

อุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์

1. ท่อควอตซ์ที่ใช้เป็นห้องทำปฏิกิริยา
2. เอทานอลใช้เป็นสารแหล่งจ่ายคาร์บอน
3. ขดลวดทั้งสแตนเลสใช้เป็นขดลวดความร้อน
4. แก๊สไฮโดรเจน
5. Regulator วัดอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่หัวถัง
6. Flow meter วัดอัตราการไหลของแก๊สนำพาที่ผ่านแหล่งจ่ายคาร์บอน
7. วาล์วสำหรับปรับอัตราการไหล
8. แหล่งจ่ายกระแสไฟฟ้า
9. พัดลมระบายความร้อน
10. แผ่นฐานรองที่เตรียมไว้ในบอทที่
11. ปีกเกอร์สำหรับใส่น้ำเปล่า, สายยางและข้อต่อต่างๆ
12. Thermocouple

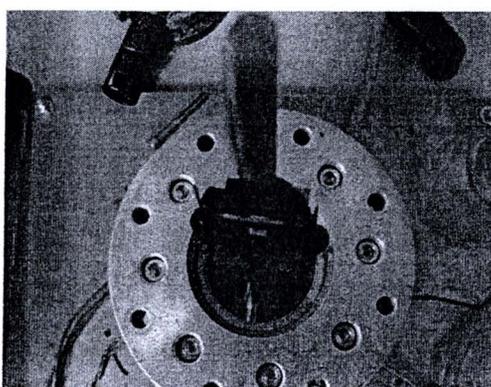
ขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์

(1) วางแผ่นฐานรองลงบนฐานรองของเครื่องสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์ให้อยู่ตรงกลางของขดลวดที่จะใช้เป็นตัวให้ความร้อนในการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์และให้มีระยะห่างจากแผ่นฐานรองถึงขดลวดประมาณ 0.5 เซนติเมตร จากนั้นปิดห้องปฏิกิริยาให้สนิทแล้วให้ทำการตรวจเช็คข้อต่อรวมถึงสายต่างๆ ก่อนการเปิดแก๊สไฮโดรเจน รวมถึงสายไฟฟ้าที่จะจ่ายกระแสไฟฟ้ามายังเครื่องสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์ และสาย Thermocouple ที่ใช้วัดอุณหภูมิในการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์



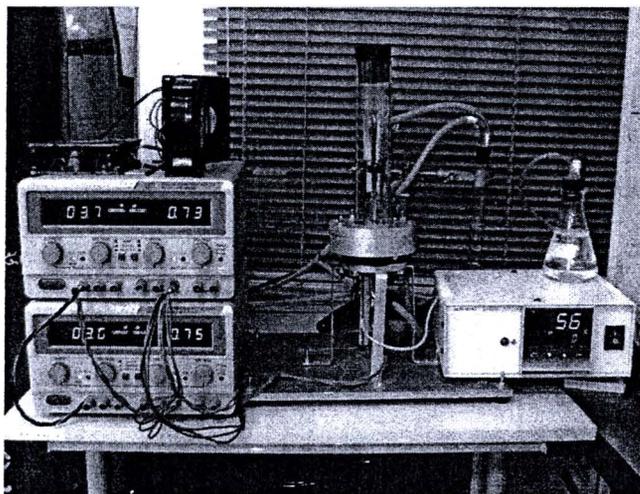
รูปที่ 4.18 ฐานรองภายในห้องปฏิกิริยาของเครื่องสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์ที่ติดตั้ง

(2) เมื่อตรวจสอบอย่างมั่นใจแล้วขั้นตอนต่อไปจะเป็นขั้นตอนการไล่อากาศออกจากห้องปฏิกิริยา โดยใช้แก๊สไฮโดรเจนที่มีอัตราการไหลประมาณ 150 cc/min โดยใช้เวลา 15 นาที สาเหตุที่ต้องทำการไล่อากาศเนื่องจากการสังเคราะห์ต้องใช้ความร้อนสูงจากขดลวดประกอบกับแก๊สนำพา คือแก๊สไฮโดรเจนเป็นแก๊สที่ติดไฟ ดังนั้น จึงต้องทำการไล่อากาศที่มีส่วนผสมของแก๊สออกซิเจนซึ่งช่วยให้ไฟติดออกก่อนเพื่อป้องกันอันตรายจากการลุกไหม้หรือการระเบิดของท่อควอตซ์



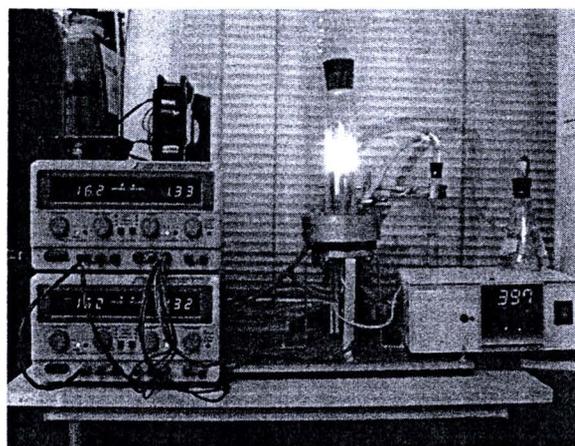
รูปที่ 4.19 แผ่นฐานรองที่ติดตั้งภายในห้องปฏิกิริยา

(3) ปรับอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนให้ลดลงเหลือ 100 cc/min (วัดได้ที่ Regulator) จากนั้นเปิดพัดลมระบายความร้อนแล้วเริ่มให้ความร้อนแก่ห้องปฏิกริยาโดยการจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงให้กับขดลวดความร้อน ขดลวดความร้อนจะทำการเปลี่ยนไฟฟ้ากระแสตรงมาเป็นพลังงานความร้อน การปรับความร้อนนั้นให้ค่อยๆเพิ่มกระแสไฟฟ้าให้แก่ขดลวด เพื่อป้องกันการขาดของขดลวดที่เกิดจากการขยายตัวอย่างฉับพลันเมื่อขดลวดมีความร้อนสูงจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าที่มากขึ้น อุณหภูมิที่ได้สามารถดูได้จาก Thermocouple



รูปที่ 4.20 การให้ความร้อนแก่ห้องปฏิกริยา

(4) เมื่อได้อุณหภูมิตามที่ต้องการในการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์แล้ว ให้จ่ายไอระเหยของสารแหล่งจ่ายคาร์บอนเข้าไปยังห้องปฏิกริยาโดยการปรับวาวให้แก๊สไฮโดรเจนบางส่วนไหลผ่านเอทานอลด้วยอัตราการไหล 10 cc/min ตามเวลาที่ต้องการทดลอง



รูปที่ 4.21 การปรับการให้ความร้อนแก่ห้องปฏิกริยา

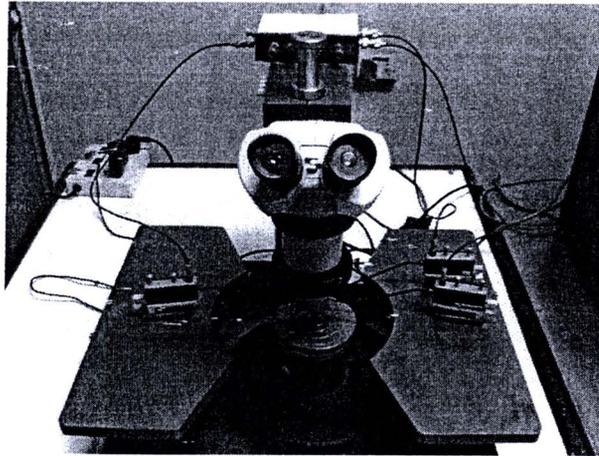
(5) เมื่อสังเคราะห์เสร็จสิ้นแล้วให้หยุดการจ่ายสารแหล่งจ่ายคาร์บอนแล้วค่อยๆลดกระแสไฟฟ้าลงอย่างช้าๆ เพื่อให้อุณหภูมิในห้องปฏิบัติการค่อยๆลดลง เมื่อห้องปฏิบัติการเย็นลงแล้วให้ปิดแก๊สไฮโดรเจน รอจนระบายแก๊สออกจากห้องปฏิบัติการหมดก่อนแล้วจึงปิดพัดลมระบายความร้อนเป็นอันเสร็จสิ้นการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบขดลวดความร้อน

4.3 เครื่องมือในการศึกษาคุณสมบัติต่างๆของคาร์บอนนาโนทิวบ์

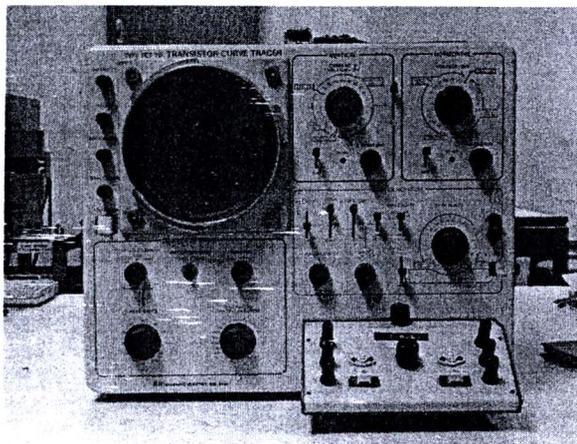
4.3.1 ชนิดรอยสัมผัสและความต้านทานรอยสัมผัสระหว่างคาร์บอนนาโนทิวบ์กับโลหะ

คาร์บอนนาโนทิวบ์ก็คือธาตุคาร์บอนที่มีการจับตัวเป็นรูปท่อ ธาตุคาร์บอนเป็นธาตุที่อยู่ในหมู่ 4 ของตารางธาตุ เป็นหมู่เดียวกับซิลิคอนจึงมีคุณสมบัติเป็นกึ่งตัวนำไฟฟ้า ซึ่งคาร์บอนนาโนทิวบ์อาจเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพี หรือ ชนิดเอ็น ก็ได้ขึ้นอยู่กับปัจจัยในการสังเคราะห์ และรอยสัมผัสระหว่างคาร์บอนนาโนทิวบ์กับโลหะ อาจเกิดได้ทั้งแบบ รอยสัมผัสแบบเรกติไฟร์ และรอยสัมผัสแบบโอห์มมิก

จากการค้นคว้า งานวิจัยต่างๆ พบว่าส่วนใหญ่ คาร์บอนนาโนทิวบ์ทั้งแบบผนังเดี่ยวและแบบหลายผนัง มี work function ระหว่าง 4.7 ถึง 5 eV ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับธาตุคาร์บอน จากการวิจัยในเรื่อง Contact Resistance Properties Of Metal – Nanotube Interfaces ของ California Institute of Technology ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยทดลองกับโลหะ 5 ชนิด คือ Ti, Pd, Pt, Cu และ Au ผลคือ Ti ให้ค่าความต้านทานรอยสัมผัสที่ต่ำที่สุดและเป็นรอยสัมผัสแบบโอห์มมิก โดยโลหะชนิดอื่นๆ มีความต้านทานรอยสัมผัสมากขึ้นตามลำดับดังนี้ Pd Pt Cu Au และยังมีงานวิจัยของ Institute of Physics Academia Sinica Tapei ที่กล่าวว่า Cr เป็นโลหะที่ให้คุณสมบัติรอยสัมผัสระหว่างคาร์บอนนาโนทิวบ์ที่ดี คือมีความต้านทานรอยสัมผัสที่ต่ำ (ช่วงเป็นกิโลโอห์ม ที่อุณหภูมิห้อง) เป็นโอห์มมิกคอนแทค ผลกระทบจากอุณหภูมิต่ำ ผลกระทบจากสนามแม่เหล็กต่ำ และเหมาะสมที่จะเป็นอิเล็กทรอนิกส์ของอุปกรณ์ที่ใช้คาร์บอนนาโนทิวบ์เป็นส่วนประกอบ



รูปที่ 4.22 โพรบวัด

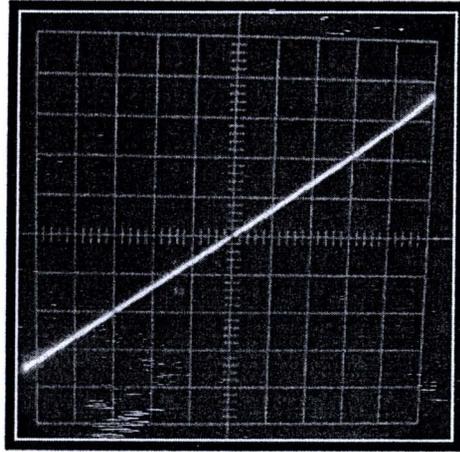


รูปที่ 4.23 เครื่อง Curve Tracer



สำหรับการทดลองนี้เป็นรอยสัมผัสระหว่างทองแดงกับคาร์บอนนาโนทิวบ์ สาเหตุที่เลือกใช้ทองแดงเป็นอิเล็กโทรดเนื่องจากทองแดงมีจุดหลอมเหลวประมาณ 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งสูงกว่าอุณหภูมิในการสังเคราะห์มาก (600 – 800 องศาเซลเซียส) เมื่อดูจากจุดหลอมเหลวแล้วแน่ใจว่าทองแดงจะไม่หลอมเหลวขณะสังเคราะห์ แต่ในการสังเคราะห์จริงนั้นพบว่า ทองแดงมีการหลุดล่อนจากแผ่นฐานรองซิลิคอนบางส่วน และอีกเหตุผลหนึ่งคือทองแดงไม่เป็นโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา คาร์บอนนาโนทิวบ์จะไม่เกิดบนทองแดงที่ต้องการให้เป็นขั้วไฟฟ้า แต่ข้อเสียของทองแดงคือ ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศเกิดเป็นออกไซด์ได้ง่าย ออกไซด์นี้เป็นฉนวน จะส่งผลให้ความต้านทานที่รอยสัมผัสมีค่าสูงขึ้น เป็นรอยสัมผัสที่แย่มาก เพราะมีความต้านทานสูงและเมื่อนำแผ่นตัวอย่างไปทำการต่อขั้วต้องติดลวดตัวนำกับอิเล็กโทรดด้วยกาวเงิน เป็นเหตุให้มีค่าความต้านทานรอยสัมผัสมากขึ้นอีก เนื่องจากกาวเงินอาจติดได้ไม่สม่ำเสมอส่งผลให้ความต้านทานโดยรวมมากขึ้น

ในการพิจารณาว่ารอยสัมผัสเป็นแบบโอห์มมิกคอนแทคหรือเรกติไฟร์นั้น จึงได้ทำการทดลอง โดยนำตัวตรวจวัดแก๊สที่ต่อขั้วเสิร์จสมบูร์นแล้วมาทำการวัดกราฟคุณลักษณะ $I - V$ ด้วยเครื่อง Curve Tracer รูปที่ 4.24 เป็นผลของการทดลองวัดรอยสัมผัสแบบโอห์มมิก ซึ่งผลการวัดทุกๆ แผ่น ตัวอย่างเป็นรอยสัมผัสแบบโอห์มมิกทั้งสิ้น โดยมีความชันหรือความต้านทานแตกต่างกันออกไป



รูปที่ 4.24 กราฟคุณลักษณะ $i - V$ ของตัวตรวจวัดแก๊ส

4.3.2 ระบบการวัดแอลกอฮอล์

ระบบการตรวจวัดไอระเหยแอลกอฮอล์แสดงได้ดังรูปที่ 4.25 ซึ่งการวัดไอระเหยแอลกอฮอล์ จะกระทำในระบบปิดภายในห้องปฏิบัติการหรือ Chamber ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิจากตัวควบคุม อุณหภูมิระหว่าง -5 ถึง 100 °C ใช้ไนโตรเจนเหลวและ heater ในการควบคุม โดยอุณหภูมิห้อง ปฏิภาณนี้จะเป็นอุณหภูมิแวดล้อมในการตรวจจับไอระเหยแอลกอฮอล์ ในห้องปฏิบัติการจะมีที่ยึดหัว เซนเซอร์อยู่ภายในสำหรับยึดอุปกรณ์ขณะทำการวัด ส่วนด้านล่างของที่ยึดเซนเซอร์จะมีขดลวด ทังสเทนสำหรับให้ความร้อนแก่แผ่นฟิล์มคาร์บอนนาโนทิวบ์ในกรณีที่ต้องการไล่ความชื้นที่ผิวฟิล์ม บางหลังการดูดซับไอแอลกอฮอล์ขณะทำการวัดโดยความร้อนที่ให้ความควบคุมได้จากค่าไฟฟ้ากระแส ตรงที่ป้อนให้ขดลวดจากแหล่งจ่ายพลังงานภายนอกห้องปฏิบัติการ

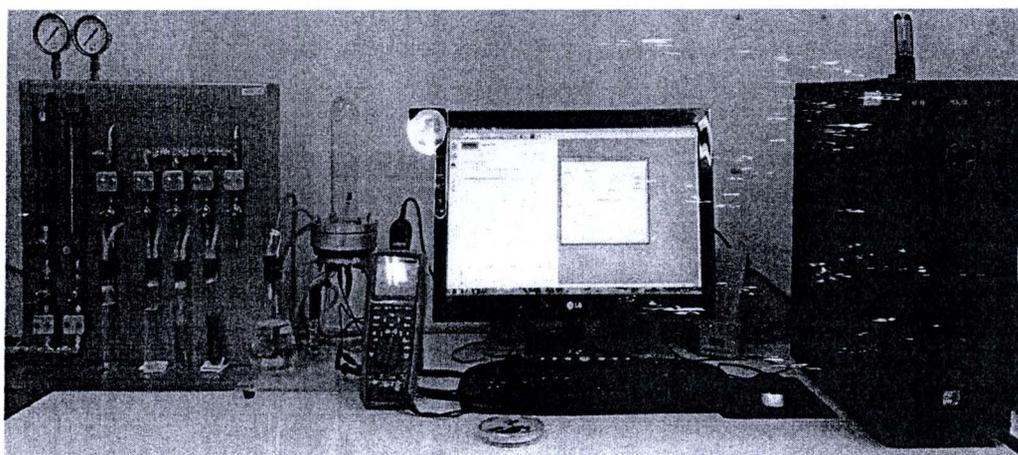
ในการทดลองทุกครั้งก่อนที่เซนเซอร์คาร์บอนนาโนทิวบ์จะถูกนำไปวัดในห้องปฏิบัติการหรือ Chamber จะต้องทำการอบไล่ความชื้นฟิล์มคาร์บอนนาโนทิวบ์เบื้องต้นที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 20 นาที แล้วจึงนำไปติดตั้งภายในห้องปฏิบัติการ ก่อนทำการตรวจวัดไอระเหยแอลกอฮอล์จะทำการไล่ อากาศภายในห้องปฏิบัติการด้วยแก๊สไนโตรเจนผ่านวาล์ว $V1$ และมีเตอร์ควบคุมการไหลของแก๊ส $F1$ แก๊สไนโตรเจนจะเข้าแทนที่อากาศในห้องปฏิบัติการ Chamber ไล่อากาศออกมาภายนอกโดยมีน้ำดัก

อยู่ โดยน้ำจะทำหน้าที่เป็นวาล์วปิดกั้นอากาศภายนอกไม่ให้เข้าไปภายในและทำหน้าที่เจือจางแก๊สที่เหลือจากห้องปฏิบัติการให้ละลายในน้ำก่อนที่จะออกสู่บรรยากาศภายนอก

เมื่อต้องการวัดการตรวจจับไอระเหยแอลกอฮอล์ทำการปิดวาล์ว V1 และเปิดวาล์ว V2 ให้แก๊สไนโตรเจนโดยควบคุมปริมาณแก๊สผ่านมิเตอร์ควบคุมการไหลแก๊ส F2 ลงไปยังสารละลายแอลกอฮอล์ ไนโตรเจนจะนำพาไอระเหยแอลกอฮอล์ผ่านฟองแก๊สไนโตรเจนไปยังห้องปฏิบัติการหรือ Chamber โดยจะทำสลับกันเป็นวงรอบการวัด ค่าความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงถูกแสดงผ่านจอมอนิเตอร์ที่เวลาจริงและบันทึกเก็บไว้เป็นข้อมูลอย่างต่อเนื่อง

เมื่อไอระเหยแอลกอฮอล์ทำปฏิกิริยากับคาร์บอนนาโนทิวบ์ค่าความต้านทานจะเกิดการเปลี่ยนแปลงมีค่ามากขึ้นเรื่อยๆ จนถึงค่าสูงสุดและเริ่มอ้อมตัวเรียกค่าความต้านทานสูงสุดที่เริ่มอ้อมตัวว่า R_{MAX} จากนั้นจะหยุดให้ไอระเหยแอลกอฮอล์โดยปิดวาล์ว V2 และเปิดวาล์ว V1 ให้แก๊สไนโตรเจนไหลเข้าไปในห้องปฏิบัติการหรือ Chamber เพื่อไล่ไอระเหยแอลกอฮอล์ในห้องปฏิบัติการออกไป ค่าความต้านทานจะมีค่าลดลงจนถึงค่าต่ำสุดเรียกว่า R_{MIN} เป็นค่าความต้านทานฐาน ซึ่งจะครบหนึ่งรอบการวัด และจะทำการวัดรอบใหม่ต่อไป ค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานในรอบการวัดแสดงเป็นเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลง $\Delta R\%$ โดยสามารถคำนวณได้จากค่าความต้านทานสูงสุดและต่ำสุดในรอบการวัดดังสมการที่ 1

$$\Delta R\% = \frac{R_{MAX} - R_{MIN}}{R_{MIN}} \times 100 \quad (1)$$



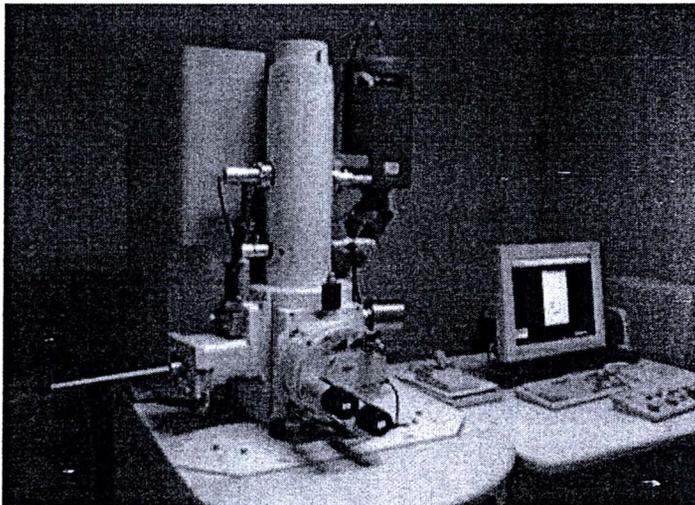
รูปที่ 4.25 แผนภาพระบบการวัดแอลกอฮอล์ภายในห้องเซ็นเซอร์แลป

4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของศูนย์วิจัยคอมพิวเตอร์และอิเล็กทรอนิกส์ แห่งชาติหรือ TMEC เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของคาร์บอนนาโนทิวบ์ มี แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ cold cathode field emission มีความแยกชัดสูงในระดับ 1.5 นาโน เมตร ที่ 15 กิโลโวลต์ (kV) ควบคุมการทำงานด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์สามารถบันทึกภาพถ่ายไมโครกราฟได้ ติดตั้งพร้อมหัววัดอิเล็กตรอนลำดับที่สอง (secondary electron detector) หัววัด อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับหลัง (backscattered electron detector) และเครื่องวิเคราะห์การ กระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS)

โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ ดังนี้

- (1) นำเทปคาร์บอนติดเข้ากับแท่งทองเหลือง
- (2) นำชิ้นงานมาติดบริเวณเทปคาร์บอนให้แน่น
- (3) ถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างที่กำลังขยายต่างๆ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (SEM)
- (4) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ของชิ้นงานด้วยเครื่องวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS)



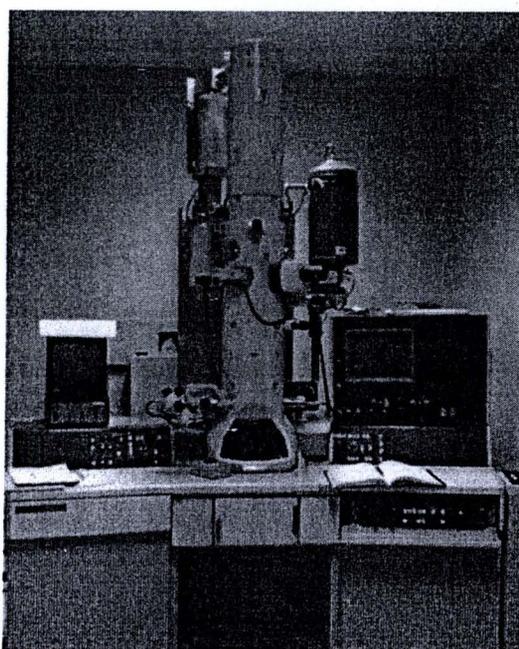
รูป 4.26 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

4.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของศูนย์วิจัยคอมพิวเตอร์และอิเล็กทรอนิกส์แห่งชาติหรือ TMEC เครื่องมือที่ใช้ศึกษาองค์ประกอบและลักษณะโครงสร้างจุลภาคภายในของตัวอย่าง โดยอาศัยการให้แสงอิเล็กตรอนทะลุผ่านสารตัวอย่างที่บางมาก สามารถทำงานได้ทั้งแบบ transmission mode และ scanning-transmission mode อีกทั้งยังสามารถศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน (electron diffraction pattern) ของสารตัวอย่างได้ พร้อมติดตั้งเครื่องวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) และโทรทัศน์ที่ติดกล้องมุมกว้าง (wide angle TV camera) เพื่อช่วยในการโฟกัสภาพที่กำลังขยายสูง

โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ ดังนี้

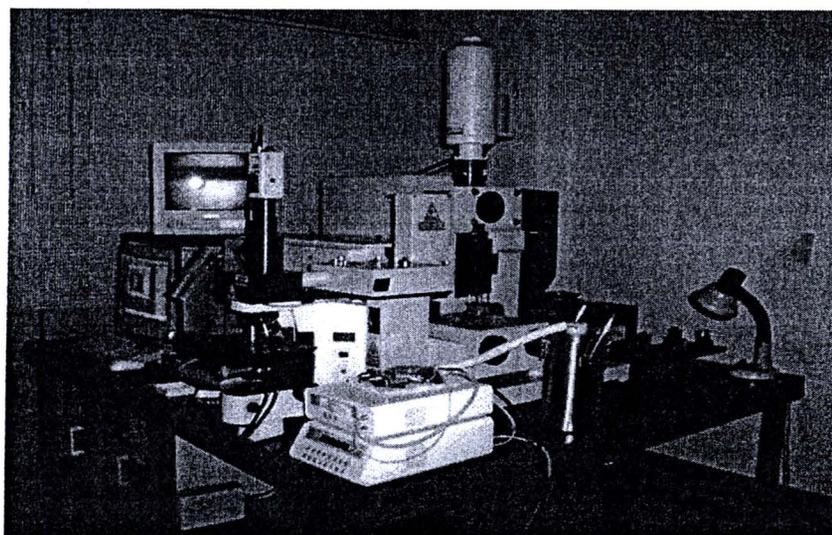
- (1) นำชิ้นงานใส่หลอดทดลอง
- (2) ใส่อะซิโตนในหลอดทดลอง
- (3) ทำการสั่นสารละลายด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เพื่อให้ท่อนาโนคาร์บอนหลุดออกจากแผ่นซิลิกอน และกระจายตัวได้ดี หรือใช้โบริดโกนชุดออกเบาๆ
- (4) ดูดสารละลายขึ้นมาแล้วหยดลงบน holey copper grid และนำไปผึ่งคอมไฟให้แห้ง
- (5) นำชิ้นงานไปถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาค และ ถ่ายภาพ electron diffraction pattern



รูปที่ 4.27 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

4.3.5 เครื่องรามาน (Raman Spectrometer)

เครื่องรามานเป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัสดุ โดยอาศัยหลักการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic scattering) ของแสงโดยผลึกหรือโมเลกุลที่ย่านความถี่ตั้งแต่ UV (ultraviolet) ถึง NIR (near infrared) ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงความถี่อันเนื่องมาจากการที่ผลึกหรือโมเลกุลได้รับหรือสูญเสียพลังงานอย่างใดอย่างหนึ่ง จากการทรานสิชัน (transition) ระหว่างชั้นพลังงานของการสั่นหรือการหมุน (phonon-phonon scattering) ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ Raman mapping, microscopy และ spectroscopy โดยบอกรายละเอียดต่างๆ ของวัสดุได้แก่ องค์ประกอบ (composition) พันธะเคมี (bonding) โครงสร้าง (structure) เฟส (phase) การบอกตำแหน่ง (localization) ขนาด (size) ความเครียดเหนี่ยวนำ (induced stress) และกลไกของปฏิกิริยา (reaction mechanism) เป็นต้นสำหรับการศึกษาโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนด้วยเครื่องรามานนั้น จะสามารถหาอัตราส่วนระหว่างความเข้ม (Intensity) ของพีค D-band (disorder-induced vibrational mode) และ G-band (the in-plane stretching mode) ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกถึงความไม่เรียบร้อยของโครงสร้างผลึกและความบริสุทธิ์ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ว่ามีสารปนเปื้อน (impurities) มากน้อยเพียงใด อีกทั้งยังสามารถหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวได้อีกด้วย



รูปที่ 4.28 เครื่องรามาน (Raman Spectrometer)