รายงานผลงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

เทคโนโลยีเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กที่ใช้ซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นขั้วอิเล็กโตรดและชั้นการแพร่ของก๊าซ

Micro Fuel Cells Technology by Using Silicon and Nanoporous Silicon as Electrode and Gas Diffusion Layer

จัดทำโดย

นายนรินทร์ อติวงศ์แสงทอง

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2559

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

รายงานผลงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

เทคโนโลยีเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กที่ใช้ซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นขั้วอิเล็กโตรดและชั้นการแพร่ของก๊าซ

Micro Fuel Cells Technology by Using Silicon and Nanoporous Silicon as Electrode and Gas Diffusion Layer

จัดทำโดย

นายนรินทร์ อติวงศ์แสงทอง

b00270468

R C00172

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2559

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้เสร็จอย่างสมบูรณ์ได้ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณทุนอุดหนุนการทำวิจัยเพื่อการพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมด้วยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จากสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ ประจำปีงบประมาณ 2559

ขอขอบพระคุณคณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้การสนับสนุนในการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ อาจารย์และเจ้าหน้าที่ของภาควิชาวิศวกรรมอิเล็กทรอนิกส์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความร่วมมือและอำนวยความสะดวกในการทำงานวิจัย

นรินทร์ อติวงศ์แสงทอง

14 กุมภาพันธ์ 2561

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงกระบวนการสร้างและลักษณะสมบัติทางไฟฟ้าของชั้นรูพรุนในอุปกรณ์เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก ที่มีจุดเด่นอยู่ที่ สามารถสร้างได้ง่าย สร้างบนเนื้อซิลิคอน ใช้ต้นทุนการผลิตที่ต่ำ และสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งมีโครงสร้างประกอบไปด้วยชั้นรูพรุนกับขั้วอิเล็กโตรด โดยทำการสร้างชั้นรูพรุนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชันบนแผ่นซิลิคอน และทำการสร้างขั้วอิเล็กโตรดบนชั้นรูพรุน ซึ่งชั้นรูพรุนจะทำหน้าที่เป็นเมมเบรนหรือชั้นการแพร่ของก๊าซ ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองศึกษาการสร้างชั้นรูพรุนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชัน โดยคำนึงถึงผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการสร้างชั้นรูพรุน แล้วทำการทดลองผลต่ออุปกรณ์ พบว่าชั้นรูพรุนที่ใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 เหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ จากนั้นจึงทำการศึกษาลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ พบว่าชั้นรูพรุนสามารถทำงานที่ความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนต่างๆ กันได้ ซึ่งเหมาะที่จะนำมาพัฒนาสร้างเป็นอุปกรณ์เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก ต่อไป

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

Abstract

The purpose of this reseach is to present the fabrication process and electrical characteristics of pore in micro fuel cells. The advantage of this device are simple process compatible in silicon technology and usable in room temperature. The device consists of pore layer which is deposited by electrode. Pore is used as the gas diffusion layer. In this study, the pore was formed by anodization of silicon wafer in hydrofluoric solution and the effect of mixing ethanol in hydrofluoric solution, time and current were examined. The result showed that when using hydrofluoric solution and ethanol 4:1 by volume with current 10 mA/cm^2 in 10 minutes, the pore can counting efficiently. Studying on electrical characteristics of device, it was found that the pore layer can work at the different concentrations of hidrogen. Therefore, the pore is important to develop other applications in the future.

สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ.....I

บทคัดย่อภาษาไทย.....II

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....III

สารบัญ.....IV

สารบัญตาราง.....VII

สารบัญภาพ.....IX

รายการคำย่อ.....XVII

บทที่ 1 บทนำ.....1

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....1

1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....2

1.3 สมมติฐานของงานวิจัย.....2

1.4 ทฤษฎีของงานวิจัย.....2

1.5 ขอบเขตการวิจัย.....3

1.6 ขั้นตอนของการศึกษา.....3

บทที่ 2 รูพรุนจากการกัดทางไฟฟ้าเคมี.....4

2.1 ทฤษฎีนาโนพอรัสซิลิคอน.....4

2.1.1 โครงสร้างนาโนพอรัสซิลิคอน.....4

2.1.2 การจำแนกประเภทของนาโนพอรัสซิลิคอน.....5

2.2 เทคนิคการสร้างนาโนพอรัสซิลิคอน.....7

2.2.1 วิธีการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี.....7

2.3 กลไกในการเกิดพอรัสซิลิคอน.....10

2.4 ความพรุนของพอรัสซิลิคอน.....27

บทที่ 3 หลักการ.....29

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 4 กระบวนการสร้างและเครื่องมือที่ใช้ในการวัด.....34

4.1 กระบวนการสร้าง.....34

4.1.1 การสร้างพอรัสซิลิคอนโดยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี.....34

4.1.2 ขั้นตอนการเตรียมแผ่นผลึกซิลิคอน.....35

4.1.3 ขั้นตอนการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี.....36

4.2 การสร้างอุปกรณ์.....39

4.2.1 เทคนิคการหาความพรุนของชั้นรูพรุน.....39

4.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....39

4.3 เทคนิคและเครื่องมือที่ใช้ในการวัด.....39

4.3.1 การวัดหาความพรุนของชั้นพอรัสซิลิคอน.....39

4.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....39

4.3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคุณสมบัติทางไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน เป็นชั้นการแพร่ของก๊าซ.....39

บทที่ 5 การทดลองและผลการทดลอง.....41

5.1 ผลการทดลองการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชั่น.....41

5.1.1 ผลกระทบของการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบต่างๆ ที่มีต่อชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน.....41

5.1.2 ผลการทดลองศึกษาโครงสร้างของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเครื่อง SEM.43

5.2 ผลการทดลองผลของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนในอุปกรณ์.....45

5.2.1 การทดลองเพื่อศึกษาผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันต่ออุปกรณ์.....46

5.2.2 การทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนต่ออุปกรณ์...50

บทที่ 6 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....74

สารบัญตาราง

ตารางที่ หน้า

2.1 ลักษณะสำคัญที่เกิดขึ้น เนื่องจากการไบอัสเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่แตกต่างกัน.....13

ข.1 ค่าคงที่ทางฟิสิกส์.....82

สารบัญรูป

รูปที่ หน้า

2.1 โครงสร้างรูพรุนของซิลิคอน

(ก) ภาพพื้นผิว (ข) ภาพตัดขวาง....4

2.2 ภาพจำลองโครงสร้างรูพรุนที่มีขนาดต่างๆ กัน....5

2.3 ภาพจำลองรูพรุนลักษณะต่าง ๆ กัน

(ก) ลักษณะเป็นรูตันและไม่มีการแยกของรูพรุน

(ข) ลักษณะเป็นรูตันและมีการแยกออกของรูพรุน

(ค) ลักษณะเป็นโพรงอากาศผิวปิดทุกด้าน

(ง) ลักษณะเป็นรูกลวงทะลุออกไปยังอีกด้าน....6

2.4 ภาพจำลองรูพรุนรูปร่างต่าง ๆ

(ก) รูพรุนที่มีรูปร่างเป็นทรงกระบอก

(ข) รูพรุนที่มีรูปร่างคล้ายขวดน้ำหมึก

(ค) รูพรุนที่มีรูปร่างเป็นทรงกรวย

(ง) รูพรุนที่มีรูปร่างเป็นลูกบาศก์

(จ) รูพรุนที่มีรูปร่างเป็นทรงสามเหลี่ยมพีระมิด....7

2.5 ภาพตัดขวางของอุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการกัดแบบย้อมสี....7

2.6 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุนที่ได้จากการกัดแบบย้อมสี....8

2.7 ภาพตัดขวางของอุปกรณ์เซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน

(ก) เซลล์แท็งก์เดี่ยวในแนวตั้ง

(ข) เซลล์แท็งก์เดี่ยวในแนวนอน

(ค) เซลล์แท็งก์คู่ในแนวนอน....9

2.8 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุนที่ได้จากกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน....10

2.9 ลักษณะการไบอัสเซลล์ไฟฟ้าเคมีในลักษณะต่าง

(ก) แบบแอโนดิก (ข) แบบแคโทดิก....11

2.10 ลักษณะกระแสและแรงดันไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมีระหว่างแผ่นซิลิคอน

(ก) ชนิดพี และ (ข) ชนิดเอ็น ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก....12

2.11 ลักษณะกระแสและแรงดันไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมีในส่วนที่มีการไบอัสแบบแอโนดิก....14

2.12 ลักษณะแถบพลังงานที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่างแผ่นซิลิคอน

(ก) ชนิดพี และ (ข) ชนิดเอ็น กับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก....15

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ หน้า

2.13 การกระจายตัวของศักดาไฟฟ้าที่ตกคร่อมบริเวณต่างๆ ภายในเซลล์ไฟฟ้าเคมี.....16

2.14 ขั้นตอนและกลไกทางเคมีในการกัดเนื้อของแผ่นซิลิคอน.....18

2.15 แบบจำลองการกัดเนื้อของผลึกซิลิคอนทั้งสองลักษณะ

(ก) ลักษณะการกัดแบบขัดผิวหน้าด้วยไฟฟ้า

(ข) ลักษณะการกัดแบบทำให้เกิดรูพรุน.....21

2.16 การเคลื่อนที่พาหะโฮลที่ถูกดึงมารวมกับที่บริเวณก้นหลุมเนื่องจากอิทธิพลของสนามไฟฟ้า.21

2.17 บริเวณปลอดพาหะที่เกิดขึ้นรอบๆ ผนังของรูพรุนที่บริเวณผิวของผลึกซิลิคอน.....22

2.18 การกระจายตัวของศักดาไฟฟ้ารอบๆผนังของรูพรุน.....23

2.19 การกระจายตัวของสนามไฟฟ้ารอบๆผนังของรูพรุน.....24

2.20 การกระจายตัวของกระแสรอบๆผนังของรูพรุน.....24

2.21 กลไกในการหยุดกัดโครงสร้างของชั้นรูพรุนชนิดพี โดยที่

(ก) โครงสร้างของรูพรุน และทิศทางการเคลื่อนที่ของพาหะโฮล

(ข) ลักษณะแถบพลังงาน และการเคลื่อนที่ของพาหะโฮลจากผลึกซิลิคอนผ่านเข้าไปในโครงสร้างของรูพรุน

(ค) ลักษณะแถบพลังงาน และการเคลื่อนที่พาหะโฮล จากผลึกซิลิคอนผ่านไปยังสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกที่บริเวณผิวสัมผัสที่ก้นหลุมของรูพรุน.....25

2.22 แผนภาพบริเวณปลอดพาหะนำกระแสที่เกิดขึ้นในโครงสร้างของรูพรุนที่สร้างจากผลึกซิลิคอนชนิดเอ็น โดยที่

(ก) โครงสร้างของรูพรุนที่มีขนาดมากว่า 2W

(ข) โครงสร้างของรูพรุนที่มีขนาดน้อยว่า 2W.....27

2.23 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนของขนาดเนื้อซิลิคอน (q) กับขนาดของรูพรุน (d) ที่มีต่อความพรุนของชั้นรูพรุน.....28

2.24 แผนภาพจำลองด้านบนของโครงสร้างรูพรุนที่เปอร์เซนต์ความพรุนต่างๆ กัน 28

3.1 แสดงรูปร่างและขนาดของเม็ดเลือดแดง.....29

3.2 แสดงโครงสร้างและหลักการนับเซลล์เม็ดเลือดแบบ Electrical Impedance.....32

4.1 อุปกรณ์เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบเซลล์แท็งก์เดี่ยวในแนวตั้งใช้ในกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน.....34

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ หน้า

4.2 ภาพตัดขวางอุปกรณ์เซลไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในกระบวนการกัดทางไฟฟ้าเคมี และภาพโครงสร้างของช่องแคบเล็กๆที่เกิดขึ้นในแผ่นผลึกซิลิคอน....37
4.3 กระบวนการสร้างและภาพตัดขวางของผลึกซิลิคอนและรูช่องว่างในอุปกรณ์คัดแยก และตรวจนับ....38
4.4 ภาพโครงสร้างด้านบนในส่วนที่เป็นรูช่องว่างของอุปกรณ์คัดแยกและตรวจนับเม็ดเลือด....38
4.5 ส่วนประกอบต่างๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด....39
5.1 การสร้างชั้นรูพรุน อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อน้ำบริสุทธิ์เป็น 4:1 โดยปริมาตร....41
5.2 พื้นผิวของชั้นรูพรุนที่อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อน้ำบริสุทธิ์ต่างๆ กัน....42
5.3 การสร้างชั้นรูพรุน อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร....43
5.4 พื้นผิวของชั้นรูพรุนที่อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลต่างๆ กัน....44
5.5 พื้นผิวของชั้นรูพรุนที่เวลาในการสร้างต่างๆ กัน....45
5.6 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 5 นาที....46
5.7 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 10 นาที....47
5.8 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 15 นาที....47
5.9 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 20 นาที....48
5.10 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 5 นาที....48
5.11 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 10 นาที....49
5.12 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 15 นาที....49
5.13 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้เวลาในการสร้าง 20 นาที....50
5.14 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความพรุนของชั้นรูพรุนกับเวลาในการแอโนไดซ์เซชัน....51
5.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของชั้นรูพรุนกับเวลาในการแอโนไดซ์เซชัน....51
5.16 พื้นผิวของชั้นรูพรุนที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการสร้างต่างๆ กัน....52
5.17 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 mA/cm^2....54
5.18 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2....54
5.19 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 15 mA/cm^2....55

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ หน้า

5.20 ภาพพื้นผิวของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm^2 55

5.21 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 mA/cm^2 56

5.22 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 56

5.23 ภาพตัดขวางของชั้นรูพรุน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm^2 57

5.24 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความพรุนของชั้นรูพรุนกับความหนาแน่น
กระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 58

5.25 ความสัมพันธ์ระหว่างความลึกของชั้นรูพรุนกับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า
ในการแอโนไดซ์เซชัน 58

5.26 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าในการตรวจวัดของชั้นรูพรุน
(ก) กระแสไฟฟ้าช่วงก่อนเปิด (ข) กระแสไฟฟ้าช่วงเปิด
(ค) กระแสไฟฟ้าช่วงเกิดการอิ่มตัว (ง) กระแสไฟฟ้าช่วงการปิด
(จ) กระแสไฟฟ้าช่วงกลับมาจุดเริ่มต้นเดิม 59

5.27 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าในการตอบสนองของอุปกรณ์ที่มีชั้นรูพรุน 60

5.28 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าในการตอบสนองของอุปกรณ์ที่ไม่มีชั้นรูพรุน 60

5.29 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชัน 5 นาที 61

5.30 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชัน 10 นาที 62

5.31 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชัน 15 นาที 62

5.32 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชัน 20 นาที 63

5.33 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชัน 25 นาที 64

5.34 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ กัน 64

5.35 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ กัน ที่ระดับ
อ้างอิงเดียวกัน 65

5.36 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์
เซชัน 5 mA/cm^2 66

5.37 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์
เซชัน 10 mA/cm^2 66

5.38 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์
เซชัน 15 mA/cm^2 67

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ หน้า

5.39 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 20 mA/cm^2 68

5.40 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 25 mA/cm^2 68

5.41 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 30 mA/cm^2 69

5.42 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ กัน 70

5.43 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ กันที่ระดับอ้างอิงเดียวกัน 71

5.44 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ทำการวัดแบบต่อเนื่อง 72

ก.1 ภาพหน้าจอของของโปรแกรมที่ใช้ในการวัดลักษณะสมบัติกระแสต่อเวลา โดย
(ก) ส่วนโปรแกรม LabVIEW (ข) ส่วนการตั้งค่าการทำงาน
(ค) ส่วนบันทึกผล (ง) ส่วนตาราง
(จ) ส่วนแสดงกราฟ 79

ก.2 ภาพส่วนโปรแกรม LabVIEW โดย
(ก) สั่งให้โปรแกรมทำงานจนครบรอบ (ข) สั่งให้โปรแกรมที่เขียนขึ้นทำงานไปเรื่อยๆ
(ค) สั่งให้โปรแกรมหยุดการทำงาน (ง) สั่งให้โปรแกรมหยุดการทำงานชั่วคราว 80

ก.3 ภาพส่วนตั้งค่าการทำงานของโปรแกรม
(ก) ปุ่มสั่งยืนยันการการป้อนค่าต่างๆ (ข) ช่องกำหนดแรงดัน
(ค) ช่องแสดงค่าของกระแสที่วัดได้ (ง) ช่องกำหนดจำนวนจุดของการวัด
(จ) ช่องกำหนดเวลาห่างระหว่างแต่ละจุด (ฉ) ช่องแสดงจุดขณะทำการวัด
(ช) ส่วนแสดงเวลาขณะทำการวัด 80

ก.4 ภาพส่วนบันทึกข้อมูล 81

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ในปัจจุบันประเทศไทยได้พลังงานไฟฟ้ามาจากการผลิตจากกระบวนการต่างๆ อันได้แก่ ไฟฟ้าจากพลังงานความร้อน (จากการเผาไหม้เชื้อเพลิง) 80%, ไฟฟ้าจากพลังน้ำ 10%, ส่วนจากพลังงานสำรองอื่นๆในประเทศ คือ ก๊าซธรรมชาติที่เราจะมีต่อไปอีกเพียง 20 ปี และถ่านหินอีก 60 ปี เท่านั้น จะเห็นได้ว่าเราต้องอาศัยการผลิตไฟฟ้าจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงเป็นหลัก ซึ่งต้องอาศัยน้ำมันดิบจากต่างประเทศประมาณ 95% ของปริมาณการใช้ทั้งหมด และมีแนวโน้มที่จะสูงขึ้นในระยะกลางและระยะยาว แนวทางแก้ปัญหาคือ การพยายามหาแหล่งพลังงานอื่นมาทดแทน การพยายามใช้แหล่งพลังงานธรรมชาติที่มีอยู่ในประเทศ เช่น ความร้อนใต้พิภพ พลังงานลม พลังงานคลื่น พลังงานแสงอาทิตย์เพื่อสร้างไฟฟ้ารวมทั้งความร้อน ซึ่งในช่วงศตวรรษที่ผ่านมา แหล่งพลังงานที่ใช้ส่วนใหญ่ได้จาก น้ำมันเชื้อเพลิง แต่ความต้องการพลังงานที่เพิ่มขึ้น และแหล่งผลิตที่มีอยู่จำกัด ทำให้เกิดปัญหาการขาดแคลนน้ำมัน จากเหตุดังกล่าว จึงได้มีการค้นคว้า และพัฒนาแหล่งพลังงาน เพื่อทดแทนพลังงานจากน้ำมันเชื้อเพลิง ซึ่งพลังงานทางเลือกอันหนึ่งก็คือ การใช้เซลล์เชื้อเพลิง โดย เซลล์เชื้อเพลิง คือ อุปกรณ์ที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมี-ไฟฟ้า ระหว่างออกซิเจนกับไฮโดรเจนซึ่งสามารถเปลี่ยนแปลงพลังงานของเชื้อเพลิงไปเป็นพลังงานไฟฟ้าโดยตรง ไม่ต้องผ่านการเผาไหม้ทำให้เครื่องยนต์ที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงนี้ไม่ก่อมลภาวะทางอากาศ ทั้งยังมีประสิทธิภาพสูงกว่าเครื่องยนต์เผาไหม้1-3 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของเซลล์เชื้อเพลิงและชนิดของเชื้อเพลิงที่ใช้

ที่กล่าวมาข้างต้นเป็นภาพรวมของการใช้พลังงานทั้งหมด ในส่วนของเครื่องใช้ไฟฟ้าที่ต้องพกพานั้นแบตเตอรี่นับว่ายังเป็นสิ่งที่จำเป็นที่สุดในการใช้งานอุปกรณ์แทบทุกชนิดในปัจจุบัน ไม่ว่าจะเป็นโน้ตบุ๊ก สมาร์ทโฟน แท็บเล็ต นาฬิกา หรือแม้แต่รีโมต อะไรก็ตามที่ไม่เสียบปลั๊กก็ย่อมต้องอาศัยพลังงานจากแบตเตอรี่ทั้งนั้น แต่ปัญหาที่เกิดขึ้นในระยะหลังๆ นั้นก็คือ แบตเตอรี่ไม่เพียงพอต่อการใช้งานในปัจจุบันของเราแล้ว ซึ่งถ้าเราต้องการพลังงานจากแบตเตอรี่มากขึ้นเท่าไหร่ขนาดของแบตเตอรี่จะต้องเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ตัวอย่างเช่นสมาร์ทโฟนที่มีความนิยมมากขึ้นเรื่อยๆ ในปัจจุบัน โดยพื้นที่มากกว่า 30% ของสมาร์ท โฟนส่วนใหญ่นั้นเป็นพื้นที่ที่อุทิศให้แบตเตอรี่ทั้งสิ้น แต่ถ้าแบตเตอรี่มีขนาดที่เล็กเล็กลง 30 เท่า แน่นอนว่าสมาร์ทโฟนก็จะบางเบาลงได้อีกหลายเท่าเลยทีเดียว เรียกแบตเตอรี่ชนิดใหม่นี้ว่า **"ไมโครแบตเตอรี่"** ซึ่งถ้าเปรียบเทียบในส่วนของประสิทธิภาพการทำงานที่เท่ากัน ซึ่งถ้าหากผลิตไมโครแบเตอรี่ในขนาดที่เท่ากับแบตเตอรี่ในปัจจุบันนั้นก็สามารถเก็บไฟได้เยอะกว่าถึง 30 เท่า และอีกทั้งยังสามารถประจุไฟเก็บไว้ในไมโครแบตเตอรี่ได้เร็วขึ้นถึง1,000 เท่าอีกด้วย

1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์ของงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้มุ่งหวังที่จะศึกษา วิจัยและพัฒนา เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กบนฐานซิลิคอน โดยมีผลึกซิลิคอนเป็นส่วนขั้วอิเล็กโตรด และมีชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ได้จากการกัดทางไฟฟ้าเคมีเป็นส่วนของชั้น Gas Diffusion Layer บนเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก โดยมีวัตถุประสงค์ดังนี้

1. พัฒนาต้นแบบ เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กที่ใช้ผลึกซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนมาเป็นวัสดุในส่วนขั้วอิเล็กโตรดและ Gas Diffusion Layer บนเซลล์เชื้อเพลิงนี้

2.การเพิ่มประสิทธิภาพเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กด้วยการใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนมาเป็น Gas Diffusion Layer บนเซลล์เชื้อเพลิง เพื่อเพิ่มพื้นที่สัมผัสกับก๊าซไฮโดรเจนและออกซิเจนให้มากขึ้น

3.ลดต้นทุนในกระบวนการสร้างเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กด้วยกระบวนการผลิตที่ใช้เทคโนโลยีทางด้านไมโครอิเล็กทรอนิกส์

4.ได้อุปกรณ์เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กที่สามารถให้พลังงานไฟฟ้า ซึ่งเป็นแหล่งพลังงานทดแทนและพลังงานทางเลือกที่เป็นพลังงานสะอาด

1.3 สมมุติฐานของงานวิจัย

งานวิจัยนี้จึงมีแนวความคิดที่จะพัฒนากระบวนการสร้างเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กด้วยวัสดุที่เป็นซิลิคอน ซึ่งจะให้มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกริยาที่สูงขึ้นและมีต้นทุนในการผลิตที่ต่ำลง โดยมุ่งที่จะศึกษาถึงวัสดุที่จะนำมาใช้เป็นขั้วอิเล็กโตรดบนเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งในที่นี้จะใช้ผลึกซิลิคอนและชั้นความพรุน ซึ่งได้จากการลดขนาดของโครงสร้างผลึกซิลิคอนลงให้มีโครงสร้างอยู่ในระดับนาโนเมตร เรียกวัสดุซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกซิลิคอนเดิมแต่มีขนาดของโครงสร้างแบบรูพรุนที่มีขนาดเล็กลงอยู่ในระดับนาโนเมตรนี้ว่า **นาโนพอรัสซิลิกอน** โดยวัสดุในส่วนนี้จะถูกนำมาใช้เป็นส่วนของ Gas Diffusion Layer ในงานวิจัยนี้

ด้วยเหตุผลข้างต้นนี้เอง คณะผู้ทำวิจัยจึงได้เริ่มต้นงานวิจัยนี้ด้วยการนำเอาผลึกซิลิคอนและชั้น**นาโนพอรัสซิลิคอน** มาใช้เป็นวัสดุพื้นฐาน โดยจะถูกนำมาประยุกต์ใช้งานสร้างเป็นขั้วอิเล็กโตรดและเป็นชั้น Gas Diffusion Layer บนเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก ทั้งนี้เนื่องจากชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นวัสดุที่มีรูพรุนขนาดเล็กมากๆ ดังนั้นจึงทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสกับก๊าซไฮโดรเจนและออกซิเจนมากขึ้นกว่าวัสดุผิวเรียบ ซึ่งทำให้เกิดปฏิกริยามากขึ้นด้วย

1.4 ทฤษฎีของงานวิจัย

งานวิจัยนี้จึงมีแนวความคิดที่จะพัฒนากระบวนการสร้างเทคโนโลยีเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กบนฐานซิลิคอน ที่สร้างขึ้นด้วยเทคนิคการกัดทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical Etching) ของแผ่น

ผลึกซิลิคอนเพื่อสร้างเป็นชั้น Gas Diffusion Layer บนเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก รูหรือช่องแคบๆที่ให้ก๊าซไหลผ่านได้ ซึ่งเป็นกระบวนการสร้างที่มีพื้นฐานเดียวกันกับเทคโนโลยีของการผลิตวงจรรวม ที่สามารถสร้างชิ้นงานได้คราวละมากๆพร้อมกันได้ มาใช้ในกระบวนการสร้าง ทำให้สามารถสร้างตัวอุปกรณ์ที่มีขนาดเล็กลง ราคาถูกลง เนื่องจากสามารถลดต้นทุนการผลิตต่อชิ้นลงได้มาก ทำให้ระบบโดยรวมมีราคาถูกลง สามารถนำไปให้งานได้ในวงกว้างมากขึ้น

1.5 ขอบเขตการวิจัย

ขอบเขตของโครงการวิจัยนี้อยู่ที่การหาเงื่อนไขที่เหมาะสม ในการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี ทั้งนี้ก็เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานสร้างเป็น Gas Diffusion Layer บนเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก ตลอดจนศึกษาคุณสมบัติในการแพร่สัมผัสของก๊าซไฮโดรเจนและออกซิเจนและการเกิดปฏิกริยาในชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ได้ทำการฝังแพลตินัมแซกอยู่ภายในชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน ซึ่งจะมีผลต่อประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กในที่สุด

1.6 ขั้นตอนของการศึกษา

1) ดำเนินการศึกษา ออกแบบและกำหนดขั้นตอนการวิจัย

2) ขั้นตอนการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี โดยกระบวนการสร้างจะเริ่มต้นจากการนำแผ่นผลึกซิลิคอนชนิด P^+ ระนาบ 100 สภาพความต้านทาน 0.01 โอห์ม-เซนติเมตร ไปสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยกระบวนการกัดทางไฟฟ้าเคมี

3) วัดและทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างขึ้นจะถูกนำไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยการวัดค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุน และถ่ายภาพตัดขวางด้วยเครื่อง SEM

4) วัดและทดสอบคุณสมบัติการแพร่ผ่านของก๊าซผ่านชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน ต่อจากนั้นจะนำชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนไปทำการทดสอบการแพร่ผ่านของก๊าซ ซึ่งในที่นี้จะทดสอบการแพร่ผ่านของก๊าซ 2 ชนิด ได้แก่ ก๊าซไฮโดรเจนและออกซิเจน

5) สร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สมบูรณ์เพื่อใช้เป็น Gas Diffusion Layer ในเซลล์เชื้อเพลิง

6) ขั้นตอนการสร้างเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก

เนื้อหาในรายงานเล่มนี้จะแบ่งเป็น 6 บท โดยมีรายละเอียด ดังนี้

บทที่ 1 บทนำ เป็นการกล่าวถึงความเป็นมา และความสำคัญของงานวิจัยที่ได้ศึกษา หัวข้อถัดมา คือ วัตถุประสงค์ที่ได้ทำการศึกษา สมมติฐาน และแนวความคิดที่ใช้ในงานวิจัย ส่วนสุดท้าย คือ ขอบเขตของงานวิจัยในครั้งนี้

บทที่ 2 การกัดทางไฟฟ้าเคมี เป็นการกล่าวถึง ทฤษฎีเกี่ยวกับเทคนิคการสร้างรูพรุนขนาดเล็ก โดยเน้นไปที่วิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี กลไกในการเกิดรูพรุน ความพรุน

บทที่ 3 หลักการเป็นการกล่าวถึง นิยามและหลักการ

บทที่ 4 กระบวนการสร้างและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัด เป็นการกล่าวถึง กระบวนการสร้างชั้นรูพรุน เทคนิคที่ใช้ในการหาค่าความพรุน เครื่องมือในการวิเคราะห์พื้นผิว และเครื่องมือในการวัดผล

บทที่ 5 การทดลองและผลการทดลอง เป็นการกล่าวถึงผลการทดลองเกี่ยวกับการสร้างชั้นรูพรุนด้วยวิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี และผลการทดลองโครงสร้างของรูพรุน

บทที่ 6 สรุปผลการทดลอง เป็นการสรุปผลที่ได้จากการทดลอง โดยมีข้อเสนอแนะเกี่ยวกับงานวิจัยที่ได้ทำ เพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาต่อไป

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

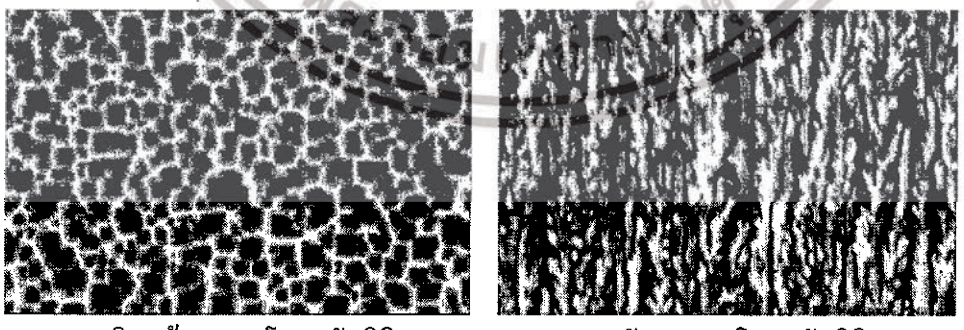
บทที่ 2
รูพรุนจากการกัดทางไฟฟ้าเคมี

2.1 ทฤษฎีนาโนพอรัสซิลิคอน (Nanoporous silicon)

นาโนพอรัสซิลิคอนคือวัสดุที่มีลักษณะโครงสร้างเป็นรูพรุนขนาดเล็กๆจำนวนมากอยู่ในระดับนาโนเมตรและมีโครงสร้างไม่มีระเบียบบนผลึกซิลิคอนซึ่งเกิดจากกระบวนการกัดผลึกซิลิคอน (Silicon Etching) ซึ่งโดยทั่วไปวิธีการกัดที่ใช้กันอย่างแพร่หลายก็คือกระบวนการแอโนไดซ์เซชั่น (Anodization) โดยรูปร่างของนาโนพอรัสซิลิคอนจะมีอยู่ด้วยกันหลายลักษณะโดยจะได้อธิบายรายละเอียดดังกล่าวในส่วนต่อไป ซึ่งนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นอีกวัสดุหนึ่งที่มีความน่าสนใจในการนำมาประยุกต์ใช้ในด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เช่น อิเล็กทรอนิกส์ทางด้านแสง อิเล็กทรอนิกส์ทางการแพทย์ อุปกรณ์ตรวจวัดไอระเหยแอลกอฮอล์ ตลอดจนใช้เป็นเมมเบรน เป็นต้น

2.1.1 โครงสร้างนาโนพอรัสซิลิคอน

นาโนพอรัสซิลิคอนคือผลึกซิลิคอนที่มีรูพรุนขนาดเล็กมากมายบนผลึกซิลิคอนซึ่งจะมีความแข็งและเปราะ โดยขนาดของรูพรุนเหล่านี้จะมีขนาดเล็กถึงระดับนาโนเมตรและมีขนาดใหญ่สุดถึงระดับไมโครเมตร โดยภายในโครงสร้างของนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นก็จะมีขนาดของโครงสร้างที่มีขนาดแตกต่างกันออกไป โดยในรูปที่ 2.11 นั้นจะแสดงภาพตัวอย่างผิวหน้าและภาพถ่ายด้านข้างของนาโนพอรัสซิลิคอนซึ่งในภาพที่แสดงจะเป็นการสร้างนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยกระบวนการกัดด้วยไฟฟ้าเคมีหรือที่เรียกกันโดยทั่วไปว่ากระบวนการแอโนไดซ์เซชั่น (Anodization)



(ก) ผิวหน้าของนาโนพอรัสซิลิคอน (ข) ภาพตัดขวางนาโนพอรัสซิลิคอน

รูปที่ 2.11 ตัวอย่างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนจากการถ่าย SEM

2.1.2 การจำแนกประเภทของนาโนพอรัสซิลิคอน

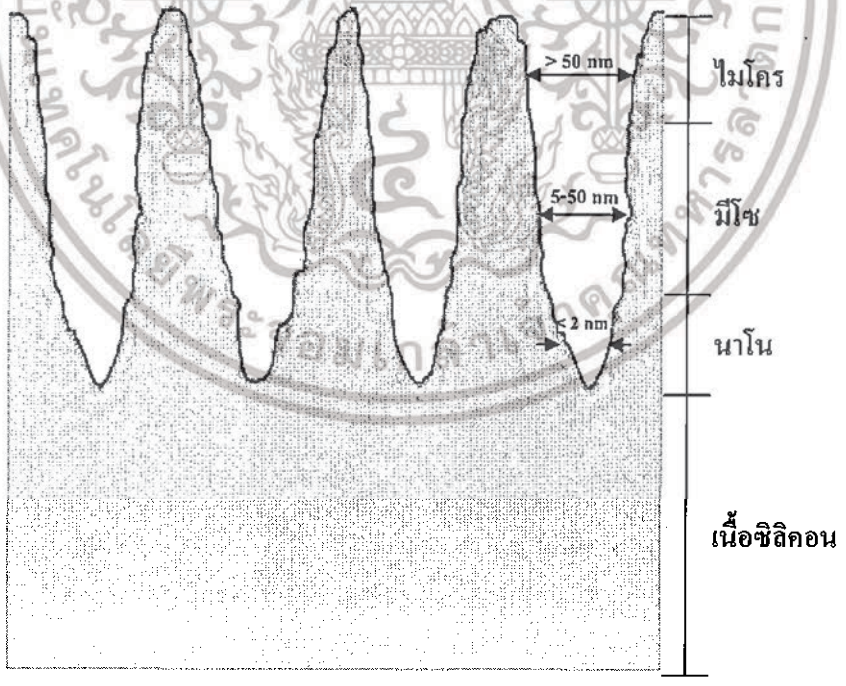
นาโนพอรัสซิลิคอนเป็นผลึกซิลิคอนที่มีรูพรุนมากมายมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรไปจนถึงไมโครเมตรที่แทรกอยู่ตามผลึกซิลิคอน ซึ่งในการแบ่งประเภทของนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นก็จะสามารถจำแนกออกได้ 3 ประเภทหลักๆ ได้แก่ จำแนกตามประเภทของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore size), จำแนกตามลักษณะของรูพรุน (Pore type) และจำแนกตามรูปทรงของรูพรุน (Pore shape) โดยจะได้อธิบายรายละเอียดของการจำแนกแบบต่างๆ ดังต่อไปนี้

การจำแนกประเภทของนาโนพอรัสซิลิคอนตามขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน (Pore size) ในการจำแนกประเภทพอรัสซิลิคอนในลักษณะนี้สามารถจำแนกย่อยได้เป็นอีก 3 ลักษณะดังนี้

1.1 ไมโครพอรัสซิลิคอน (microporous silicon) คือชั้นพอรัสซิลิคอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางโดยรวมใหญ่กว่า 50 ไมโครเมตรขึ้นไป

1.2 มีโซพอรัสซิลิคอน (mesoporous silicon) คือชั้นพอรัสซิลิคอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางโดยรวมอยู่ในช่วง 5 นาโนเมตรถึง 50 นาโนเมตร

1.3 นาโนพอรัสซิลิคอน (nanoporous silicon) คือชั้นพอรัสซิลิคอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางโดยรวมน้อยกว่า 5 นาโนเมตรลงไป



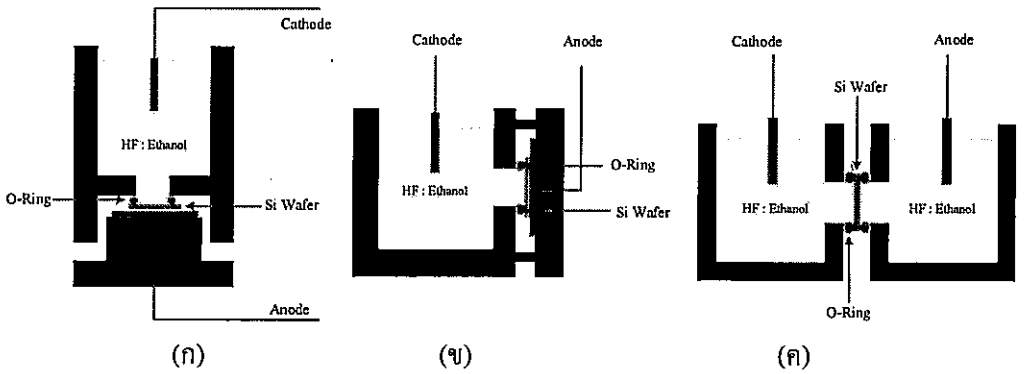
รูปที่ 2.12 ภาพตัวอย่างโครงสร้างพอรัสซิลิคอนที่จำแนกตามประเภทของรูพรุน

2.2 เทคนิคการสร้างนาโนพอรัสซิลิคอน (Formation Technique)

ในการสร้างนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นโดยทั่วไปแล้วจะมีวิธีการสร้างหลายวิธีการสร้างด้วยกัน เช่นการสร้างด้วยการสร้างด้วยการสลายตัวของก๊าซไซเรนด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave plasma decomposition SiH_4), การสร้างด้วยการสลายตัวของก๊าซไซเรนด้วยเลเซอร์ (Laser Breakdown SiH_4), การสร้างด้วยคลื่นความถี่สูง (Frequency Spark), การสร้างด้วยวิธีการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี (Electrochemical Ethcing หรือ Anodization) และการสร้างด้วยการกัดย้อมสี (Stain Etching) ซึ่งในบรรดาวิธีการสร้างที่ได้ยกตัวอย่างมานั้นวิธีการที่นิยมใช้การมากที่สุดได้แก่วิธีการสร้างด้วยการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี ซึ่งกระบวนการนี้เป็นวิธีที่สร้างได้ง่ายและสามารถความคุมพารามิเตอร์ต่างๆ ได้ง่ายและสามารถเตรียมได้ง่ายในห้องแลปอีกทั้งยังไม่ต้องพึ่งพาเครื่องมือที่มีราคาสูง

2.2.1 วิธีการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี (Electrochemical Etching , Anodization)

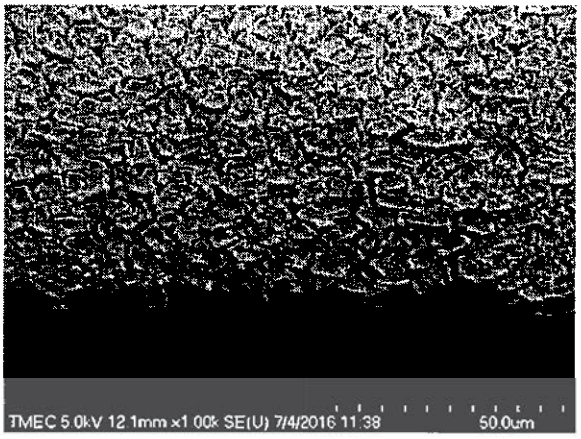
กระบวนการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีหรือที่เรียกกันโดยทั่วไปว่ากระบวนการแอโนไดซ์เซชั่น (Anodization) เป็นกระบวนการที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายซึ่งมีข้อดีคือสามารถควบคุมปฏิกริยาในกระบวนการกัดได้เป็นอย่างดี ส่งผลให้ชั้นพอรัสซิลิคอนที่ได้จากกระบวนการนี้มีความสม่ำๆเสมอกัน (Uniform) ทั่วทั้งแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ เนื่องจากทำการควบคุมด้วยสนามไฟฟ้า อีกทั้งยังสามารถเตรียมได้ง่ายในห้องแลปและมีต้นทุนในการสร้างที่ต่ำ โดยการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีจะประกอบไปด้วยแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ที่อยู่ตรงกลางระหว่างขั้วแอโนด (Anode) และขั้วแคโธด (Cathode) จุ่มอยู่ในสารละลายแล้วทำการจ่ายกระแสไฟฟ้าที่คงที่ให้กับเซลล์ไฟฟ้าเคมีดังกล่าว ซึ่งโดยทั่วไปแล้วการสร้างพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีก็จะเงื่อนไขต่างๆ ในการสร้าง ยกตัวอย่างเช่น ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก (HF), ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า, เวลาในการกัด ตลอดจนผสมเอทานอลกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริเพื่อทำหน้าที่ช่วยในการลดแรงดึงผิวและทำให้สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกสัมผัสกับซิลิคอนได้ดียิ่งขึ้น โดยทั่วไปแล้วซิลิคอนเวเฟอร์ที่ผ่านการสร้างด้วยกระบวนการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีนั้นจะเกิดเป็นรูพรุนมากมายบนผิวหน้าของซิลิคอนและมีความสม่ำเสมอ อีกทั้งยังสามารถควบคุมความพรุนและความหนาของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนได้ดีกว่าเมื่อเทียบกับกระบวนการสร้างแบบการกัดย้อมสี ซึ่งตัวอย่างภาพตัดขวางของเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในกระบวนการกัดแสดงดังรูปที่ 2.13



(ก) (ข) (ค)

รูปที่ 2.13 ภาพตัดขวางตัวอย่างเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ใช้สร้างพอรัสซิลิคอน
(ก) เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวตั้ง
(ข) เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวนอน
(ค) เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์คู่แนวนอน

จากรูปที่ 2.13 จะแสดงเซลล์ไฟฟ้าเคมี 3 รูปแบบ ซึ่งเป็นที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายจะเห็นได้ว่าเซลล์ไฟฟ้าเคมีทั้ง 3 รูปแบบนั้นมีรูปลักษณ์ที่ต่างกันออกไปซึ่งแต่ละรูปแบบก็จะมีข้อได้เปรียบเสียเปรียบที่ต่างกัน จากรูปที่ 2.13 (ก) เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวตั้ง (Single tank vertical cell) จะมีจุดเด่นคือเซลล์ไฟฟ้าเคมีลักษณะนี้ง่ายต่อการฉายแสงช่วยกระตุ้นการเกิดโฮลในกระบวนการกัดได้ (ในกรณีที่ต้องการใช้แสงช่วยกระตุ้นปฏิกริยาการกัด) ซึ่งเมื่อเทียบกับเซลล์ไฟฟ้าเคมีในรูปที่ 2.13 (ข) เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวนอน (Single tank horizontal cell) เห็นว่าในกรณีที่ต้องการฉายแสงเพื่อเร่งปฏิกริยาในการกัดก็จากสามารถทำได้ยากกว่าเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวตั้งซึ่งดังนั้นแล้วโดยทั่วไปจะนิยมใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวตั้งมากกว่าเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวนอน ในส่วนของรูปที่ 2.13 (ค) เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์คู่แนวนอน (Double tank cell) เป็นเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ได้ทำการพัฒนามาจากเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวนอนซึ่งข้อได้เปรียบของเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดนี้นั้นจากรูปจะเห็นได้ว่ามีการเติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกลงไปสองด้านทั้งด้านหน้าแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์และด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์อีกทั้งยังไม่มีการขันอัดขั้วไฟฟ้าเข้าไปที่ด้านหลังแผ่นซิลิคอนทำให้เซลล์ชนิดไม่มีความเครียดของวัสดุที่บริเวณ O –ring จึงทำให้เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดนี้มีการกระจายตัวของกระแสไฟฟ้าที่ดีกว่าเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดอื่นที่ได้กล่าวมา ซึ่งชั้นพอรัสซิลิคอนที่ได้จากการสร้างด้วยกระบวนการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีจะแสดงดังรูปที่ 2.9

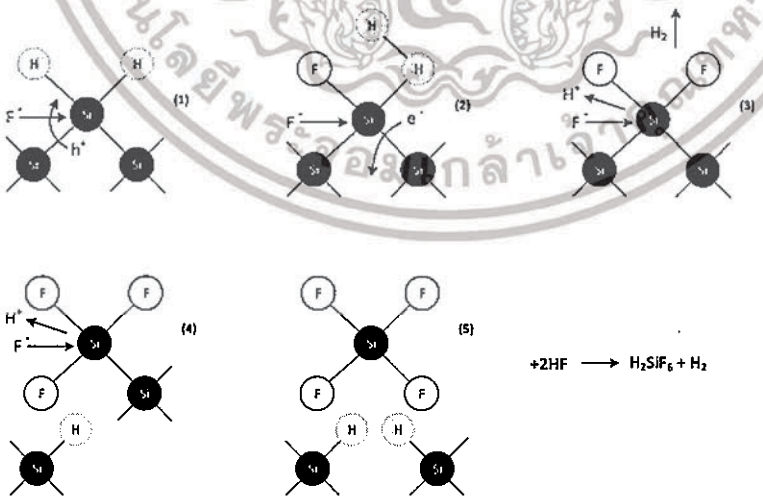


รูปที่ 2.14 ภาพถ่ายผิวหน้าของชั้นพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยกระบวนการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี

2.3 กลไกในการเกิดพอรัสซิลิคอน (Porous Silicon Mechanisms)

2.3.1 ปฏิกิริยาเคมีในการกัดบริเวณผิวของแผ่นซิลิคอน

เมื่อจุ่มผลึกซิลิคอนลงไปในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกในสภาวะปกตินั้นในส่วนของผิวหน้าของผลึกซิลิคอนนั้นจะยังไม่ถูกสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกกัดผิวหน้าหรือเข้าทำปฏิกริยาต่อผลึกซิลิคอน แต่เมื่อนำผลึกซิลิคอนมาบรรจุอยู่ในเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่มีลักษณะการไบอัสแบบแอโนดิก ผิวหน้าของผลึกซิลิคอนที่สัมผัสกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกนั้นจะถูกสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกเข้าทำปฏิกริยากัดกร่อนจนบริเวณผิวหน้าของผลึกซิลิคอนเกิดเป็นรูพรุนขนาดเล็กๆ มากมายบนผิวหน้าของผลึกซิลิคอนซึ่งรูพรุนเหล่านี้เราจะเรียกว่า ชั้นพอรัสซิลิคอน โดยที่ปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวจะอธิบายได้ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ปฏิกิริยาทางเคมีและกลการกัดผลึกซิลิคอน

จากรูปที่ 2.15 ในช่วงเริ่มต้นเมื่อยังไม่มีการไบอัสแบบแอโนดิก บริเวณผิวหน้าของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์นั้นจะถูกปกคลุมไปด้วยพันธะของไฮโดรเจน ซึ่งจะมีผลทำให้อิออนของฟลูออรีนนั้นไม่สามารถเข้าไปทำลายพันธะระหว่างซิลิคอนและอะตอมไฮโดรเจนได้ (Si - H) เมื่อทำการไบบัสให้เซลล์ไฟฟ้าเคมีมีลักษณะการไบอัสเป็นแบบแอโนดิกนั้น กล่าวคือมีการป้อนศักย์บวกให้กับแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์จนทำให้พาหะโฮลเคลื่อนที่มายังผิวหน้าของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ที่ในขณะนั้นสัมผัสกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกอยู่นั้นส่งผลให้พันธะเคมีระหว่างซิลิคอนกับไฮโดรเจนถูกถูกทำลาย และอิออนของฟลูออรีนที่อยู่ในสารละลายกรดไฮโรฟลูออริกในขณะนั้นเข้าทำปฏิกริยากับซิลิคอนจนเกิดเป็นพันธะระหว่างซิลิคอนกับฟลูออรีนขึ้นมาแทน (Si - F) ดังขั้นตอนในลำดับที่ 1 และจากอิทธิพลการ โพลาไรซ์ (Polarizing) ของฟลูออรีนที่เกิดขั้นนั้นส่งผลให้ฟลูออรีนอีกตัว (F^-) ที่อยู่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกเข้าทำลายพันธะระหว่างซิลิคอนกับไฮโดรเจนที่ยังเหลืออยู่ในแขนอีกหนึ่งข้างเช่นกันและมีการเกิดขึ้นของโมเลกุลไฮโดรเจน (H_2) และมีการปล่อยอิเล็กตรอน 1 ตัวไปยังแอโนด ซึ่งแสดงไว้ในขั้นตอนที่ 2 และขั้นตอนที่ 3 และส่งผลให้ หลังจากนั้นจะเกิดการเหนี่ยวนำวาเลนซ์อิเล็กตรอนของพันธะเคมีมีซิลิคอนกับฟลูออรีน (Si –F Group) ที่เกิดขึ้นในขั้นตอนที่ 2 และขั้นตอนที่ 3 ส่งผลให้พันธะเคมีระหว่างซิลิคอนที่ผิวกับซิลิคอนตัวถัดมานั้นมีความแข็งแรงลดลง ซึ่งดังนั้นแล้วพันธะเคมีดังกล่าวนั้นก็จะถูกทำลายลงได้โดยอิออนของฟลูออรีนและเกิดเป็นพันธะเคมีระหว่างซิลิคอนกับฟลูออรีนขึ้นมาใหม่ดังแสดงในขั้นตอนที่ 3 และ ขั้นตอนที่ 4 หลังจากที่ผ่านขั้นตอนนี้ไปแล้วอะตอมของซิลิคอนจะถูกดึงให้หลุดออกจากผิวหน้าของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์พร้อมๆกับการเกิดขึ้นเป็นพันธะเคมีใหม่ระหว่างซิลิคอนกับไฮโดรเจนที่อยู่เป็นลำดับถัดมาต่อไป ดังแสดงในขั้นตอนที่ 5 ในส่วนของปฏิกริยาเคมีที่เกิดขึ้นจะเขียนได้ดังต่อไปนี้

$$Si + 2HF + h^+ \longrightarrow SiF_2 + 2H^+ + e^- \quad (2.15)$$

$$SiF_2 + 2HF \longrightarrow SiF_4 + H_2 \quad (2.16)$$

$$SiF_4 + 2HF \longrightarrow H_2SiF_6 \quad (2.17)$$

จากสมการข้างต้นสามารถเขียนรวมได้เป็น

$$SiF_2 + 4HF \longrightarrow H_2SiF_6 + H_2 \quad (2.18)$$

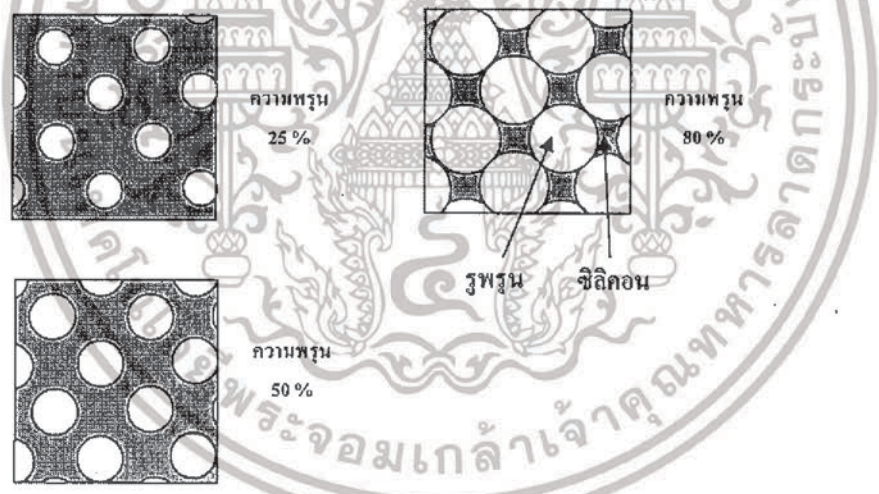
จากสมการเคมีที่ได้กล่าวมาเมื่อข้างจ้นแล้วนั้น จะเริ่มต้นจากปฏิกริยาที่ 2.15 ที่แผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ (Si) เป็นสารตั้งต้นอยู่ในสารละลายไฮโดรฟลูออริก ซึ่งในปฏิกริยาเคมีในการกัดนี้จะอาศัยพาหะโฮล (h^+) เป็นหลักในการเกิดปฏิกริยาเคมี ซึ่งทำให้เกิด SiF_2 บริเวณผิวของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์หลังจากนั้นก็จะเกิดปฏิกริยาระหว่าง SiF_2 ขึ้นกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกดังแสดงในสมการที่ 2.16 และได้ผลออกมาเป็น SiF_4 หลุดออกจากผิวหน้าของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์และในระหว่างกระบวนการกัดที่เกิดขึ้นจะสังเกตุเห็นได้ว่ามีการเกิดขึ้นของก๊าซไฮโดรเจน (H_2) บริเวณ

ผิวหน้าของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ที่ระหว่างการกัดเกิดขึ้น สุดท้ายจะเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่าง SiF_4 กับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกและได้ผลลัพธ์สุดท้ายเป็น H_2SiF_6 ที่อยู่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกดังสมการที่ 2.17 และสามารถเขียนรวมได้ใหม่ดังสมการที่ 2.18

2.4 ความพรุนของพอรัสซิลิคอน (Porosity of Porous silicon)

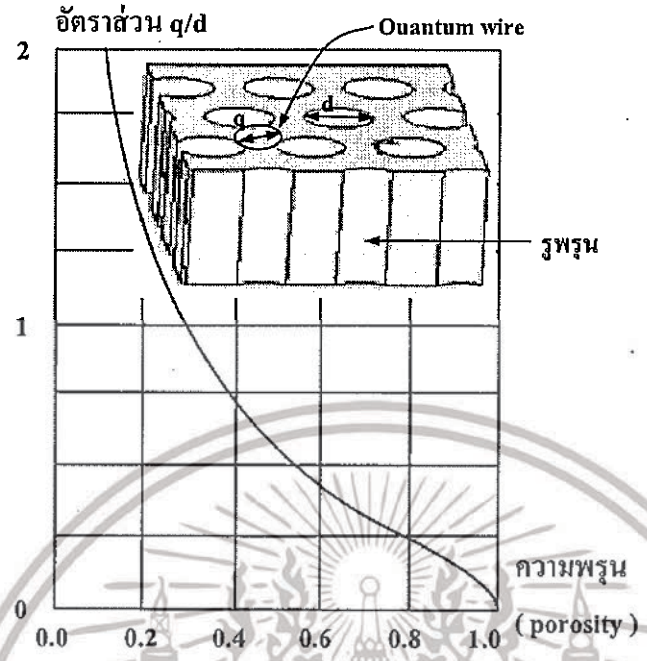
วัสดุโดยทั่วไปที่มีลักษณะโครงสร้างเป็นรูพรุนขนาดต่างๆ มากมายกระจายอยู่ภายในเนื้อของวัสดุเอง ดังนั้นแล้วก็จะถือได้ว่าวัสดุดังกล่าวนั้นเป็นวัสดุที่มีความพรุน โดยค่าของความพรุนที่ว่านั้นสามารถแบ่งได้ถึงลักษณะและขนาดของโครงสร้างวัสดุอย่างๆคร่าวๆได้ โดยสามารถหาจากการเปรียบเทียบอัตราส่วนระหว่างมวลหรือปริมาตรของวัสดุต่อช่องว่างภายในโครงสร้างของวัสดุ

พอรัสซิลิคอนก็คือผลึกซิลิคอนที่มีรูพรุนขนาดเล็กๆ จำนวนมากมายบนเนื้อผลึซิลิคอน ซึ่งขนาดของรูนพรุนนั้นจะอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยเนื้อของผลึกซิลิคอนที่อยู่ในระดับนาโนเมตรนี้แสดงคุณสมบัติทางผลของขนาดควอนตัม (Quantum size effect) ในเชิง 1 มิติ โดยที่ความสัมพันธ์ระหว่างผลึกซิลิคอนกับขนาดของรูพรุนก็จะมีผลต่อความพรุนและความหนาของชั้นพอรัสซิลิคอน โดยความพรุนของพอรัสซิลิคอนจะจำลองได้ดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 ภาพจำลองพอรัสซิลิคอนที่เปอร์เซ็นความพรุนที่แตกต่างกัน

จะเห็นได้ว่าขนาดของเนื้อซิลิคอนและขนาดของของรูพรุนนั้นจะส่งผลต่อค่าความพรุนของชั้นพอรัสซิลิคอนด้วย กล่าวได้ว่าหากเนื้อซิลิคอนนั้นถูกกัดจนมีขนาดที่เล็กแล้ว ขนาดของรูพรุนก็จะมีขนาดที่เพิ่มขนาดและค่าของความพรุนก็จะมีค่าเพิ่มขึ้นตามกันไปด้วยโดยแสดงความสัมพันธ์ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนของเนื้อผลึกซิลิคอนกับขนาดของรูพรุนที่มีผลต่อความพรุนของพอรัสซิลิคอน

บทที่ 3
หลักการ

เซลล์เชื้อเพลิงในปัจจุบันมีอยู่หลายชนิด โดยแต่ละชนิดทำงานต่างอาการกันไป เซลล์เชื้อเพลิงมีหลายแบบขึ้นอยู่กับสารที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงเช่นเซลล์เชื้อเพลิงไฮโดรเจน-ออกซิเจน ไฮโดรเจน-ไฮดราซีนโพร เพน-ออกซิเจน เป็นต้น และชนิดที่เป็นที่นิยมใช้คือเซลล์เชื้อเพลิงไฮโดรเจน-ออกซิเจน เพราะเมื่อปฏิกิริยาในเซลล์เกิดขึ้นแล้วนอกจากพลังงานจะได้น้ำบริสุทธิ์ และความร้อนไว้ใช้ตามความเหมาะสมด้วย นอกจากนี้เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ยังไม่มีชั้นบรรยากาศโอโซนเพราะไม่ก่อให้เกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เช่นเซลล์เชื้อเพลิงชนิดอื่นๆ

โดยเซลล์เชื้อเพลิง มีหลักการทำงานที่เปลี่ยนเชื้อเพลิงเป็นกระแสไฟฟ้าโดยตรงที่ให้ประสิทธิภาพสูงกว่าการแปรรูปพลังงานด้วยวิชาเทอร์โมไดนามิก คือต้องเปลี่ยนเป็นพลังงานกลเสียก่อน แล้วจึงเปลี่ยนมาเป็นไฟฟ้าอีกทีหนึ่ง เครื่องยนต์ที่ใช้แปรพลังงานชนิดนี้มีประสิทธิภาพโดยรวมกันน่าจะอยู่ในระดับ 30-35% เท่านั้น ส่วนเซลล์เชื้อเพลิงในบางรูปแบบอาจเปลี่ยนพลังงานของเชื้อเพลิงไปเป็นไฟฟ้าได้ถึง 80% เพราะเป็นการแปรพลังงานทางเคมีโดยตรงเซลล์เพลิงทุกชนิดจะให้กระแสไฟฟ้าที่ 1.16 โวลต์ต่อเซลล์ ประกอบด้วย Electrode 2 ตัว คือตัวหนึ่งบวก ตัวหนึ่งลบ และมีเคมีเป็น Electrolyte ที่จะพากระแสไฟจากขั้วหนึ่งไปอีกขั้วหนึ่ง และยังประกอบด้วย Catalyst ที่จะเร่งปฏิกิริยาของ Electrode ให้เกิดกระแสไฟฟ้ามากขึ้นเชื้อเพลิงหลักของเซลล์เชื้อเพลิงก็คือ ไฮโดรเจน แต่ยังคงต้องการออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยา ซึ่งอาจเป็นออกซิเจนล้วนหรือจากอากาศอัดเข้าไป จากการทำปฏิกิริยาต่อกันก็ไม่เกิดมลภาวะมากนักเพราะส่วนใหญ่ที่คายออกมาก็คือน้ำ

ซึ่งโดยทั่วไป อะตอมของไฮโดรเจนจะเข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิงทางขั้ว Anode และถูกปฏิกิริยาทางเคมี ดึง Electron ออก ทำให้ไฮโดรเจนอะตอมอยู่ในสภาวะ Ionized ผ่าน Electrolyte ไปยัง Cathode ที่มีออกซิเจนรอผสมกันเกิดเป็นน้ำไหลออกมา ส่วน Electron ก็จะวิ่งอยู่ภายนอกเป็นกระแสขับเคลื่อนทางไฟฟ้า แม้จะมีแรงดันโวลต์เพียงเล็กน้อย คือ 1.16 V ต่อ Cell ต้องต่อพ่วงกันหลาย ๆ เซลล์ ก็จะได้แรงดันไฟฟ้าระดับที่ต้องการได้

ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิง Alkali

เป็นเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้ไฮโดรเจนกับอัตราส่วนอัดเข้าไป โดยไฮโดรเจนเข้าทาง Anode ส่วนออกซิเจนเข้าทาง Cathode จะเป็น Potassium Hydroxide (KOH) ผสมน้ำ ประสิทธิภาพการทำงานอยู่ที่ประมาณ 70% และอุณหภูมิการทำงานอยู่ที่ 150^0 C-200 ^{0}C เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้เคยถูกใช้ในยานอวกาศ Apollo คือใช้พลังงานไฟและน้ำดื่มกับมนุษย์อวกาศ ข้อเสียก็คือ ต้องใช้ Platinum เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้มีราคาสูง อีกทั้ง Electrolyte มีลักษณะเป็นของเหลว ที่อาจรั่วซึมได้

เซลล์เชื้อเพลิง Molten Carbonate

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ใช้ Electrolyte ที่เป็นสารประกอบของเกลือ (Sodium หรือ Magnesium) Carbonates มีประสิทธิภาพการทำงาน 60-80% และมีอุณหภูมิการทำงานที่ 650 ^{0}C ได้มีการสร้างเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ มีขนาดใหญ่ที่ให้ปริมาณกระแสไฟถึง 2 MW มาแล้ว แต่เนื่องจากมีอุณหภูมิการทำงานที่ค่อนข้างสูง และยังสูญเสีย Carbonate ไปตลอดเวลาที่ทำปฏิกิริยา จึงจำเป็นต้องอัดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อทดแทน สำหรับ Electrode ของเซลล์นี้ใช้ Nickel เป็นขั้วไฟฟ้า ซึ่งมีราคาถูกกว่าเซลล์ชนิดอื่นที่ต้องใช้ Platinum เป็นขั้ว

เซลล์เชื้อเพลิง Phosphoric Acid

ใช้น้ำกรด Phosphoric Acid เป็น Electrolyte มีประสิทธิภาพการทำงานที่ 40-80 % และอุณหภูมิการทำงานที่ 150^{0}C -200^{0}C ในระบบนี้สามารถใช้เชื้อเพลิงที่มีสารประกอบของ CO ได้ถึง 1.5% ซึ่งก็หมายถึงสามารถใช้เชื้อเพลิงเบนซินเติมลงไปได้ เพียงแต่ต้องเป็นชนิดที่ปราศจากกำมะถันโดยสิ้นเชิงเท่านั้น ขั้วไฟก็ต้องเป็น Platinum และชิ้นส่วนภายในก็ต้องทนต่อน้ำกรดจึงทำให้มีราคาสูง

เซลล์เชื้อเพลิง Proton Exchange Membrane (PEM)

เป็นเซลล์ชนิดที่ใช้ Polymer เป็นแผ่นบาง ๆ เป็นตัว Electrolyte ประสิทธิภาพประมาณ 40-50% และมีอุณหภูมิการทำงานที่ 80^{0}C เป็นเซลล์เชื้อเพลิงที่เหมาะสมกับการใช้งานที่บ้านหรือในรถยนต์ เพราะมีอุณหภูมิการทำงานที่ไม่สูงนัก และเป็น Electrolyte ที่จะไม่รั่วไม่ซึม แต่จะต้องใช้เชื้อเพลิงไฮโดรเจนที่สะอาด และมีขั้วไฟที่ต้องทำจาก Platinum จึงทำให้มีราคาค่อนข้างสูง

เซลล์เชื้อเพลิง Solid Onside

เป็นเซลล์ที่ใช้สารประกอบของโ ลหะกับเซรามิก (Calcium หรือ Zirconium) เป็น Electrolyte มีประสิทธิภาพการทำงานที่ 60% และอุณหภูมิการทำงานที่ 1000 ^{0}C สามารถใช้เชื้อเพลิงไฮโดรคาร์บอนทั่วไปได้ โดยไม่ต้องแยกไฮโดรเจนออกมาเสียก่อนแต่เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้จำเป็นต้องมีขนาดใหญ่โตในการเปลี่ยนพลังงาน เนื่องจากความร้อนสูง ความร้อนสูญเสียมีมาก จึงอาจจะต้องเอาความร้อนนี้ไปเปลี่ยนเป็นพลังงานกลและเปลี่ยนกลับมาเป็นไฟฟ้าอีกชั้นหนึ่ง เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพการทำงานดีขึ้น

ในส่วนของวัสดุนาโนพอรัสซิลิคอนโดยมันจะมีลักษณะโครงสร้างที่เป็นรูพรุนขนาดเล็กมากๆ มีประวัติเริ่มต้นมาจากการค้นพบวัสดุนี้โดยบังเอิญครั้งแรกในปี คศ. 1956 ในระหว่างกระบวนการกัดทางไฟฟ้าเคมีของผลึกซิลิคอนในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) โดย Uhlir ซึ่งในขณะนั้นได้ทำงานอยู่ที่ Bell Laboratories ในประเทศสหรัฐอเมริกา ได้พยายามที่จะทำการพัฒนาเทคนิคในการขัดผิวหน้าวัสดุสารกึ่งตัวนำสองชนิด ได้แก่ เยอรมันเนียมและซิลิคอน ซึ่งในขณะนั้นมีความพยายามที่จะนำวัสดุสารกึ่งตัวนำทั้งสองชนิดมาใช้สร้างเป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์สมัยใหม่ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นที่จะต้องทำการพัฒนาเทคนิคในการขัดผิวหน้าของวัสดุทั้งสองให้เรียบ ซึ่งเทคนิคและวิธีการขัดผิวหน้าวัสดุด้วยไฟฟ้าของ Uhlir นี้ ผลที่ได้ส่วนมากจะออกมาเป็นที่น่าพอใจ แต่ในบางครั้งหลังจากการขัดผิวหน้าด้วยไฟฟ้าแล้ว พบว่าบนผิวหน้าของวัสดุเหล่านี้จะปรากฏฟิล์มที่มีลักษณะสีดำ แดงหรือน้ำตาลเกิดขึ้น ซึ่งฟิล์มเหล่านี้เป็นสิ่งที่พวกเขาไม่ต้องการให้เกิดขึ้นบนผิวหน้าของวัสดุ ดังนั้นจึงได้มีความพยายามที่จะแก้ไขปัญหาเหล่านี้ โดยมีการปรับเงื่อนไขในการทดลอง โดยไม่ทราบว่าฟิล์มที่พวกเขาไม่ต้องการให้เกิดขึ้นในขณะนั้น ในอนาคตอีก 50 ปีข้างหน้าจะกลายมาเป็นวัสดุที่มีบทบาทและมีความสำคัญต่องานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์สมัยใหม่ โดยในระยะแรกๆได้มีการนำเอาพอรัสซิลิคอนไปประยุกต์ใช้งานเทคโนโลยีทางด้าน electronic isolation และงานทางด้าน micromachining

เซลล์เชื้อเพลิงจะแบ่งโครงสร้างออกเป็น 4 ส่วนใหญ่ๆ ได้แก่

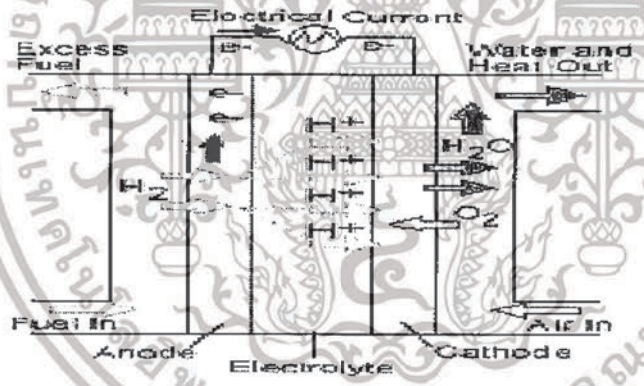
1. **ขั้วแอโนด (Anode)** เป็นขั้วลบ มีหน้าที่ส่งอิเลคตรอนออกจากขั้ว โดยอิเลคตรอนได้จากปฏิกิริยา H_2 ==>2H+ + 2e- โดยที่ขั้วจะมีช่องที่ติดกับตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งฉาบอยู่บนผิวหน้าของเยื่อแลกเปลี่ยโปรตอน โดยปฏิกิริยาจะเกิดเมื่อผ่านก๊าซไฮโดรเจนเข้าไป

2. **ขั้วแคโทด (Cathode)** เป็นขั้วบวก โดยมีช่องติดกับเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน ทำหน้าที่รับโปรตอและก๊าซออกซิเจนซึ่งถูกปล่อยออกมาที่ผิวหน้าของเยื่อซึ่งฉาบตัวเร่งปฏิกิริยาเอาไว้ และทำหน้าที่รับอิเลคตรอนกลับมาจากวงจรภายนอก เพื่อรวมกันเป็นน้ำ ดังปฏิกิริยา O_2 + 4H+ + 4e- ==> 2H2O

3. **สารพาประจุ** (Electrolyte) เป็นส่วนที่มาความสำคัญ เพราะ เป็นส่วนที่ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของไอออนชนิดต่างๆ และเป็นส่วนที่เซลล์เชื้อเพลิงแต่ละประเภทแตกต่างกัน โดยประเภทที่เรากล่าวถึงอยู่นี้ สารพาประจุ จะเป็นเพียงเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane) เท่านั้น ซึ่งมีลักษณะเหมือนแผ่นพลาสติกในการทำครัว โดยจะให้โปรตอนผ่านได แต่จะไม่ยอมให้อิเลคตรอนผ่าน

4. **ตัวเร่งปฏิกิริยา** (Catalyst) เป็นวัสดุพิเศษที่ช่วยให้ปฏิกิริยาในขั้นตอนต่างๆเกิดได้ดี โดยส่วนใหญ่จะเป็นผงแพลทินัมเคลือบอยู่บนเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน ซึ่งจะมีลักษณะขรุขระเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการสัมผัสกับก๊าซไฮโดรเจน และ ออกซิเจน

หลักการทำงาน คือ H_2 จะถูกปล่อยไปในด้านแอโนดโดยใช้ความดัน เมื่อก๊าซไปสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยา ก็จะเกิดการแตกตัวออกเป็น โปรตอนและอิเลคตรอน โดยอิเลคตรอนจะถูกส่งต่อไปยังวงจรภายนอก ส่วนโปรตอนนั้น จะผ่านช่องของเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนไปยังขั้วแคโทด ซึ่งจะไปรวมตัวกับอิเลคตรอนที่รับมาจากวงจรภายนอก รวมไปถึงอะตอมของออกซิเจนซึ่งแตกตัวโดยการเร่งของตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดเป็นโมเลกุลของน้ำขึ้นมา ซึ่งการไหลของอิเลคตรอนนี้จะนำไปใช้เป็นไฟฟ้ากระแสตรงได้ เพื่อประโยชน์ในงานด้านต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงหลักการทำงานของอุปกรณ์เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก

ส่วนชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่นำมาใช้เป็น Gas Diffusion Layer นั้นก็คือเนื้อผลึกซิลิคอนที่มีลักษณะเป็นรูพรุนขนาดเล็กจำนวนมาก โดยจะมีขนาดของเนื้อผลึกซิลิคอนที่เหลือและขนาดของรูพรุนอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งการลดขนาดของโครงสร้างนาโนพอรัสซิลิคอนให้มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรจากเนื้อผลึกซิลิคอนเดิมได้นั้น ในงานวิจัยนี้จะสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนขึ้นโดยใช้วิธีการกัดทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical etching) ที่เรียกว่ากระบวนการ **Anodization** โดยเนื้อของผลึกซิลิคอนจะถูกกัดจนขนาดของโครงสร้างลดลงอยู่ในระดับนาโนเมตร และเกิดเป็นชั้นของนาโนพอรัสซิลิคอนขึ้นนั่นเอง

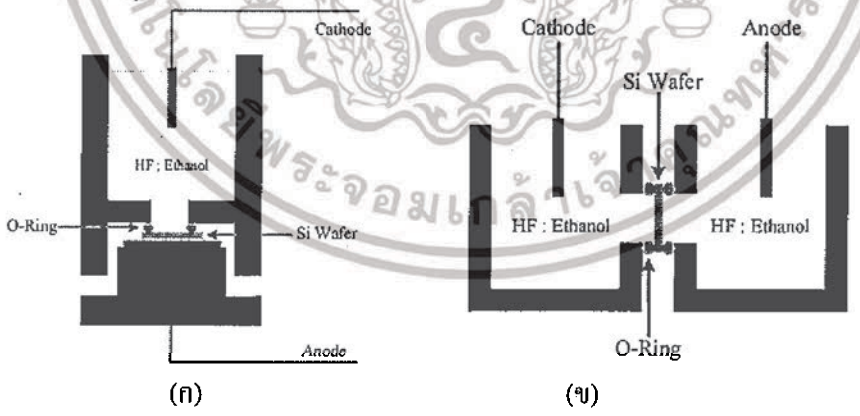
บทที่ 4
กระบวนการสร้าง และเครื่องมือที่ใช้ในการวัด

ในบทนี้จะกล่าวถึง กระบวนการสร้างชั้นรูพรุน อุปกรณ์ เทคนิคที่ใช้ในการหาค่าความพรุน เครื่องมือในการวิเคราะห์พื้นผิว และเครื่องมือในการวัดผล

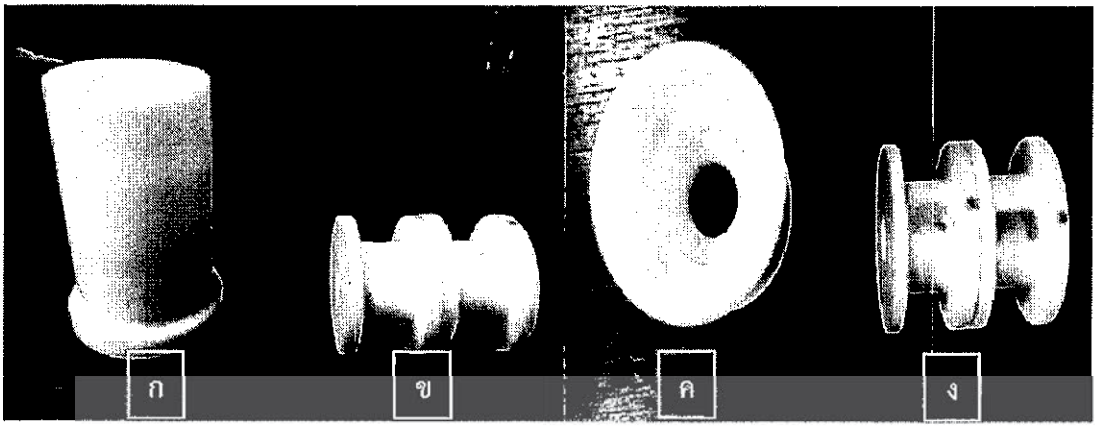
4.1 กระบวนการสร้าง

4.1.1 การสร้างพอรัสซิลิคอนโดยวิธีการกัดด้วยไฟฟ้าเคมี (Anodization)

ในการสร้างพอรัสซิลิคอนโดยการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีเป็นอีกกระบวนการหนึ่งที่นิยมใช้กันเป็นอย่างมากเนื่องจากมีต้นทุนในการสร้างที่ต่ำและหาวัสดุในการสร้างเซลล์ไฟฟ้าเคมีได้ง่ายซึ่งโดยทั่วไปแล้วเซลล์ไฟฟ้าเคมีนั้นได้ทำมาจากเทฟล่อน โดยกระบวนการดังกล่าวมีชื่อเรียกโดยทั่วไปว่ากระบวนการแอนโนไดซ์เชชั่น ซึ่งกระบวนการดังกล่าวนั้นสามารถควบคุมปฏิกิริยาในการกัดและตัวแปรต่างๆ ในกระบวนการกัดได้ง่าย เช่น ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า เวลาในการกัดเป็นต้น ซึ่งทำให้เราสามารถควบคุมความหนา และความลึกของชั้นพอรัสซิลิคอนได้ตามต้องการ โดยในงานวิจัยนี้ได้นำชุดกัดเซลล์ไฟฟ้าเคมีทั้ง 2 ชนิดมาทำการสร้างพอรัสซิลิคอน ซึ่งได้แก่ เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้งและเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่แนวนอน ดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ภาพตัดขวางเซลล์ไฟฟ้าเคมี (ก) แบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้ง (ข) แบบแทงก์คู่แนวนอน



รูปที่ 4.2 ภาพตัวอย่างเซลล์ไฟฟ้าเคมี
(ก) ชุดกัดแบบแทงค์เดี่ยว (ข) ชุดกัดแบบแทงค์คู่ ที่ใช้ในการแอโนไดซ์เซชั่น
(ค) แสดงมุมมองด้านบนของชุดกัดแทงค์เดี่ยว (ง) แสดงมุมมองด้านบนของชุดกัดแทงค์คู่

จากรูปที่ 4.1 และ 4.2 จะเห็นได้ว่าว่าเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่นำมาใช้นั้นทั้งสองแบบจากมีความแตกต่างกันโดยที่เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวนั้นประกอบไปด้วยซิลิคอนเวเฟอร์โดยมีขั้วแอโนดสัมผัสทางด้านหลังแผ่นซิลิคอนและทางด้านหน้าจะสัมผัสกับสารละลายกรดไฮโดรฟลูออกริกเพียงแค่ด้านหน้าเพียงด้านเดียวโดยขั้วแคโทดจุ่มลงไปในสารละลายและมีโอริง (O - ring) ป้องกันการรั่วซึมของการละลายกรดไฮโดรฟลูออกริก และเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่จากภาพจะเห็นได้ว่าซิลิคอนเวเฟอร์จะมีสัมผัสกับสารละลายทั้งสองด้านและมีขั้วไฟฟ้าทั้งขั้วแอโนดและขั้วแคโทดจุ่มลงไปในสารละลายทั้งสองด้านโดยซิลิคอนเวเฟอร์จะอยู่ตรงกลางระหว่างสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกทั้งสองด้านและมีโอริงเป็นส่วนป้องกันการรั่วซึมของสารละลายเช่นกัน โดยเซลล์ไฟฟ้าเคมีทั้งสองแบบซิลิคอนเวเฟอร์ทางด้านขั้วแคโทดจะถูกกัดจนเป็นรูพรุนจนเกิดเป็นพอรัสซิลิคอนเมื่อทำการป้อนกระแสไฟฟ้าผ่านตัวกลางสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก

4.1.2 ขั้นตอนการเตรียมแผ่นผลึกซิลิคอน

ในการเตรียมแผ่นผลึกซิลิคอนเวเฟอร์ก่อนที่จะนำไปสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนนั้นในงานวิจัยนี้ได้ใช้แผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ชนิดพี ที่มีระนาบ (100) และมีสภาพความต้านทานไฟฟ้า 4 – 10 โอห์ม-เซนติเมตร (Ω-cm) มาใช้ในงานวิจัยนี้ โดยจำเป็นที่จะต้องทำความสะอาดแผ่นซิลิคอนเป็นอันดับแรกเพื่อขจัดสิ่งสกปรกที่ปนเปื้อนอยู่ก่อนจะนำเข้าสู่กระบวนการสร้างต่อไป โดยขั้นตอนการทำความสะอาดมีดังต่อไปนี้

- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์ (DI Water) ด้วยเครื่องสั่นความถี่สูง (ultrasonic cleaner) เป็นเวลา 5 นาที

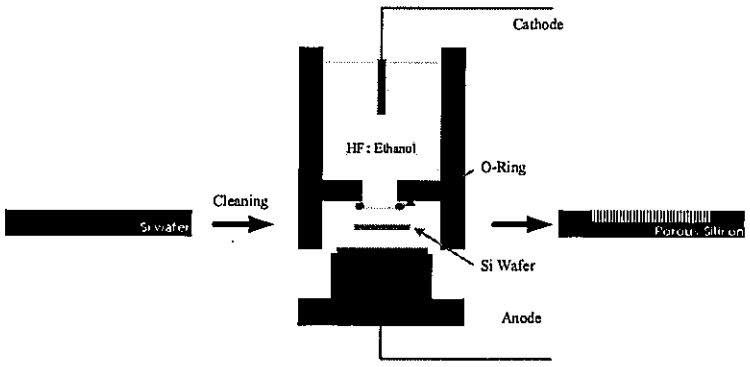
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์ (DI Water)
- ต้มในกรดไนตริก (nitric acid : NHO_3) เป็นเวลา 10 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกจำพวกเศษโลหะหนักที่ผิวหน้าของซิลิคอนเวเฟอร์
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์
- ต้มในน้ำบริสุทธิ์ 2 แก้ว แก้วละ 5 นาที
- เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน
- ต้มในไตรโคโรเอทธิลีน (Trichloroethylene) เป็นเวลา 5 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกจำพวกไขมัน
- ล้างทำความสะอาดด้วยอะซิโตน (Acetone) ด้วยเครื่องสั่นความถี่สูง (ultrasonic cleaner) เป็นเวลา 5 นาที
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์
- จุ่มในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออกริก 5% เป็นเวลา 20 วินาที เพื่อกำจัดชั้น Native Oxide
- ล้างด้วยน้ำบริสุทธิ์
- เป่าแห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน

4.1.3 ขั้นตอนการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมี

ในส่วนของการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนในงานวิจัยครั้งนี้จะประกอบไปด้วยกระบวนการสร้างที่แตกต่างกัน 3 วิธี ได้แก่ การสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวตั้งโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ , การสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวตั้งโดยเคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ และการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่ตั้งโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์

3.1.3.1 การสร้างพอรัสด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์

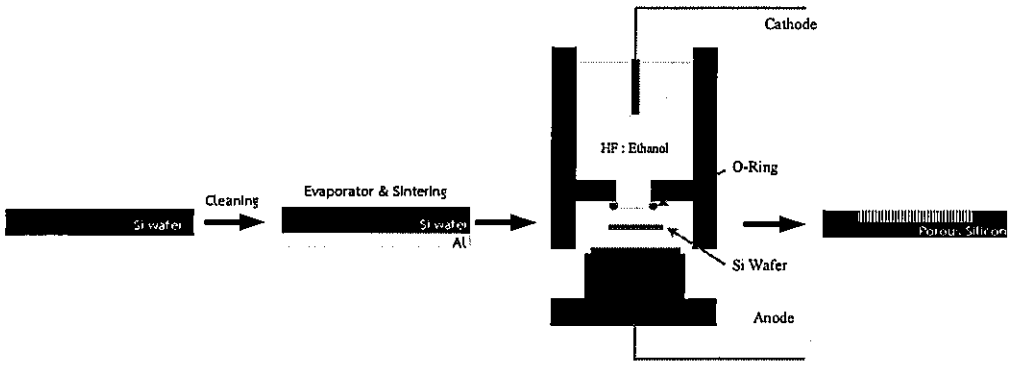
ในกระบวนการนี้ทำการสร้างโดยใช้แผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ที่ผ่านการทำความสะอาดแล้วนำมาใส่ในชุดกัด จากนั้นเติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกลงไปในเซลล์ไฟฟ้าเคมีแล้วจุ่มขั้วแคโทดลงไปในด้านที่เติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกแล้วทำการป้อนกระแสไฟฟ้าและกำหนดเวลาในการแอโนไดซ์เซชั่นตามเงื่อนไขที่กำหนด จึงเป็นอันเสร็จสิ้นกระบวนการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ แสดงรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 การสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์

3.1.3.2 การสร้างพอรัสด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์

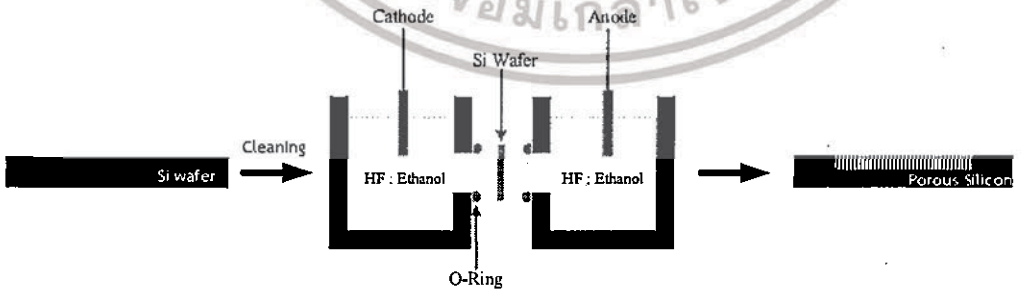
ในกระบวนการนี้ทำการสร้างโดยใช้แผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ที่ผ่านการทำความสะอาดแล้วเข้าสู่กระบวนการเคลือบอะลูมิเนียมเข้าไปที่ด้านหลังของแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ (Vacuum Evaporator) โดยทำการเคลือบให้ได้ความหนาของชั้นอะลูมิเนียมประมาณ 1 ไมโครเมตร ขั้นตอนต่อไปนำแผ่นซิลิคอนที่ผ่านกระบวนการเคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นแล้วไปทำการซินเตอร์ริ่งเพื่อให้ชั้นอะลูมิเนียมนั้นสัมผัสกับเนื้อของผลึกซิลิคอนได้ดียิ่งขึ้นซึ่งจะส่งผลต่อการกระจายตัวของกระแสไฟฟ้าบนผลึกซิลิคอนได้ดียิ่งขึ้นเมื่อเข้าสู่กระบวนการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนแล้วจะทำให้ได้ชั้นพอรัสซิลิคอนที่มีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันยิ่งขึ้น โดยในกระบวนการซินเตอร์ริ่งจะใช้อุณหภูมิที่ 500 องศาเซียลเซียส และใช้เวลาในการซินเตอร์ริ่ง 15 นาที จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้มาใส่ในชุดกัดเพื่อทำการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอน จากนั้นเติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกลงไปในเซลล์ไฟฟ้าเคมีแล้วทำการจุ่มขั้วไฟฟ้าแคโทดลงไปด้านที่เติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก จากนั้นทำการป้อนกระแสไฟฟ้าและกำหนดเวลาตามเงื่อนไขที่กำหนดไว้เป็นอันเสร็จสิ้นกระบวนการสร้างพอรัสด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวตั้งโดยเคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ โดยกระบวนการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนในขั้นตอนนี้จะแสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 การสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์

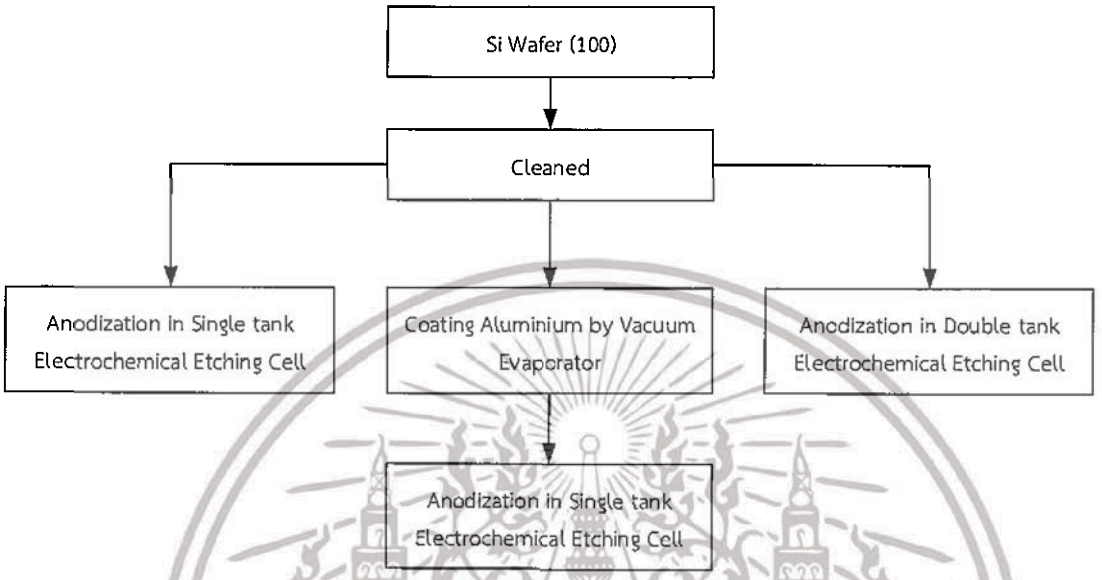
3.1.3.3 การสร้างพอรัสด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่แนวนอนโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์

ในกระบวนการนี้จะทำการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนโดยนำแผ่นผลึกซิลิคอนที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดแล้วมาใส่ในชุดกัดเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่แนวนอนซึ่งซิลิคอนเวเฟอร์จะถูกประกบด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีทั้งสองด้านโดยมีแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์อยู่ตรงกลาง จากนั้นทำการเติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริคลงไปทั้งด้านหน้าและด้านหลังของเซลล์ไฟฟ้าเคมี หลังจากนั้นจุ่มขั้วไฟฟ้าแอโนดลงไปทางด้านหลังของเซลล์ไฟฟ้าเคมี และจุ่มขั้วไฟฟ้าแคโทดลงไปด้านหน้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมี จากนั้นทำการป้อนกระแสไฟฟ้าและกำหนดเวลาในการแอโนไดซ์เซชั่นตามเงื่อนไขต่างๆที่ได้กำหนดไว้ โดยกระบวนการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนโดยวิธีการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่แนวนอนนี้จะแสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 การสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงก์คู่แนวนอนโดยไม่เคลือบอะลูมิเนียมด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์

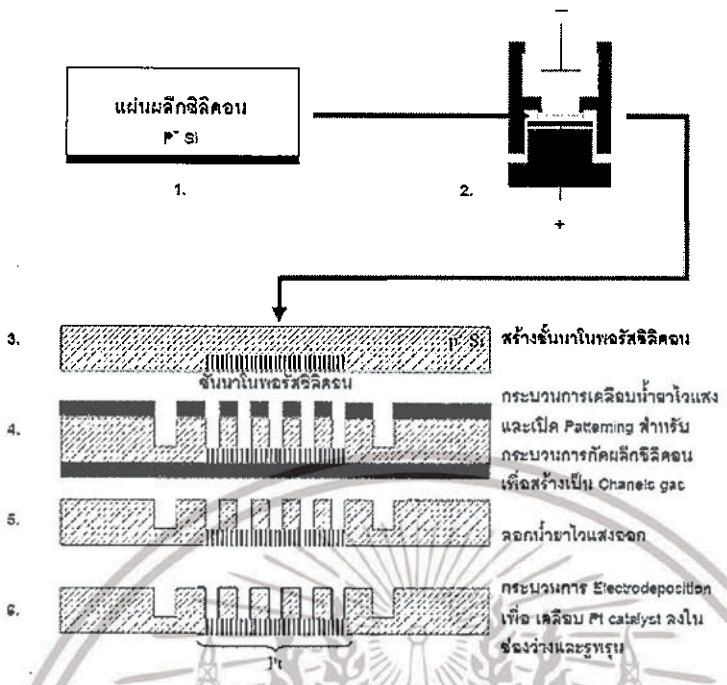
จากขั้นตอนการสร้างทั้ง 3 ขั้นตอนที่ได้ทำการอธิบายไปเมื่อข้างต้นจะได้นำมาสร้างนั้นจะสามารถแสดงออกมาเป็นผังงานเพื่อให้มองเห็นถึงภาพรวมได้ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 4.6 แผนผังอธิบายการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนทั้ง 3 กระบวนการ

4.2 การสร้างอุปกรณ์

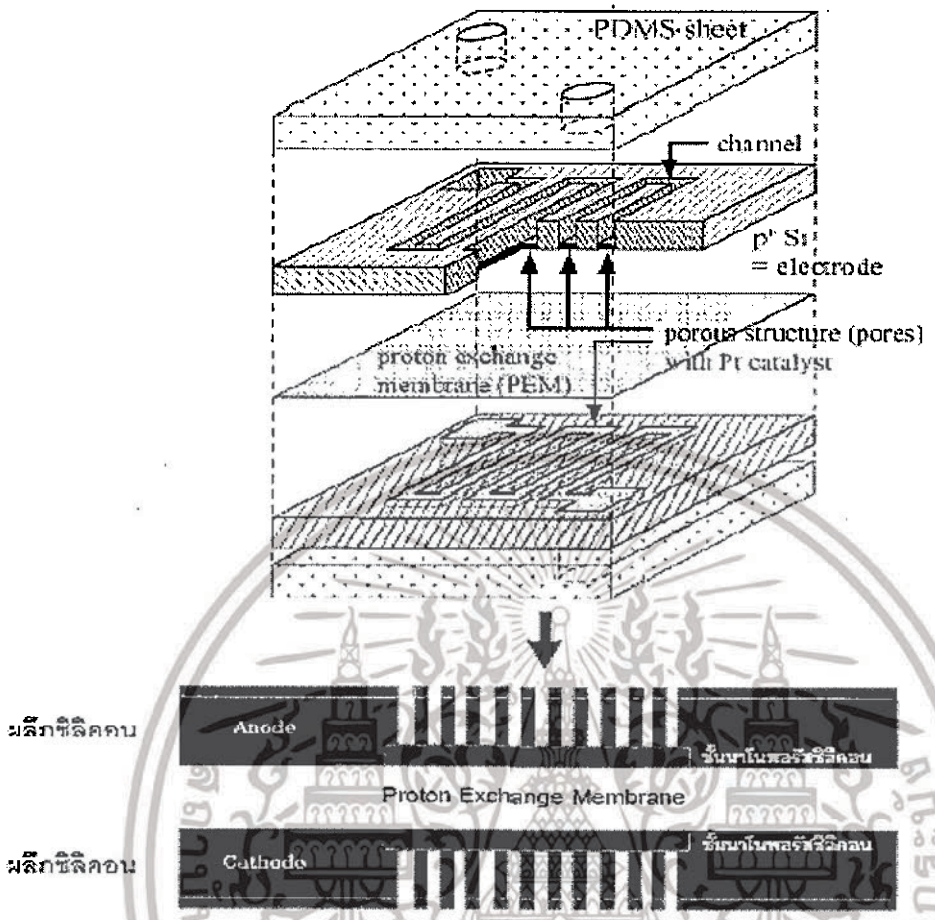
ในงานวิจัยนี้ได้นำเอาชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนมาใช้งานสร้างเป็นวัสดุ **Gas Diffusion Layer** ในเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก โดยจะอาศัยโครงสร้างของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่มีลักษณะเป็นรูพรุนขนาดเล็กทำให้มีพื้นที่สัมผัสกับก๊าซมากขึ้น โดยกระบวนการสร้างและโครงสร้างของเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กสำหรับ ไมโครแบตเตอรี่ จะมีผลึกซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นขั้วอิเล็กโตรดและ Gas Diffusion Layer ถูกแสดงเอาไว้ในรูปที่ 4.7 จะเห็นได้ว่าโครงสร้างของอุปกรณ์เซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กชนิดนี้เป็นโครงสร้างอย่างง่าย และเป็นอุปกรณ์ที่ได้รับความสนใจอย่างมาก เนื่องจากการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นสามารถสร้างลงบนแผ่นซิลิคอนได้โดยตรงง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อน



รูปที่ 4.7 กระบวนการสร้างและภาพตัดขวางของผลึกซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ใช้เป็นขั้วอิเล็กโตรดและชั้น gas diffusion layer ในเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก

โดยกระบวนการสร้างจะเริ่มต้นจากแผ่นผลึกซิลิคอนชนิด P^+ ระนาบ 100 สภาพความต้านทาน 0.01 โอห์ม-เซนติเมตร นำแผ่นผลึกซิลิคอนไปสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยกระบวนการกัดทางไฟฟ้าเคมี ต่อจากนั้นนำไปผ่านกระบวนการ Photolithography เพื่อเปิด Pattern สำหรับกระบวนการกัดเนื้อผลึกซิลิคอนเพื่อสร้างเป็นช่อง Chanels Gas แล้วจึงนำไปทำการลอกน้ำยาไวแสงที่ใช้ป้องกันการกัดออก ขั้นตอนต่อไปจะทำการเคลือบ Pt Catalyst ลงในช่องว่างและรูพรุนด้วยกระบวนการ Electrodeposition ในที่สุดก็จะได้โครงสร้างทั้งในส่วนของผลึกซิลิคอนที่ใช้เป็นขั้วอิเล็กโตรด และชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ได้จากการกัดทางไฟฟ้าเคมีเป็นส่วนของชั้น Gas Diffusion Layer

ขั้นตอนสุดท้ายในส่วนโครงสร้างของเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กที่ได้ประกอบขึ้น โดยใช้ผลึกซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ใช้เป็นขั้วอิเล็กโตรดและชั้น gas diffusion layer จะถูกแสดงเอาไว้ในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ภาพตัดขวางโครงสร้างของเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็ก ที่ได้ประกอบขึ้นโดยใช้ผลึกซิลิคอน และชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นขั้วอิเล็กโตรดและชั้น gas diffusion layer

รูปที่ 4.9 ภาพเซลล์เชื้อเพลิงขนาดเล็กที่ได้ประกอบขึ้นโดยใช้ผลึกซิลิคอนและชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นวัสดุพื้นฐานโดยใช้เป็นขั้วอิเล็กโตรดและชั้น gas diffusion layer

4.3 เทคนิคและเครื่องมือที่ใช้ในการวัด

4.3.1 การวัดหาความพรุนของชั้นพอรัสซิลิคอน

ในส่วนของการวัดเปอร์เซ็นความพรุนของชั้นพอรัสซิลิคอนนั้น จะใช้วิธีการหาจากความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุซึ่งความพรุนของพอรัสซิลิคอนนั้นกล่าวได้ว่ามีค่าเท่ากับอัตราของปริมาตรช่องว่างหรืออากาศในชั้นพอรัสซิลิคอนต่อปริมาตรทั้งหมด โดยจะทำการวัดน้ำหนักของผลึกซิลิคอน, วัดน้ำหนักของซิลิคอนเมื่อเกิดรูพรุนเป็นพอรัสซิลิคอน และวัดน้ำหนักของผลึกซิลิคอนหลังจากที่ทำการลอกชั้นพอรัสซิลิคอนออกแล้ว โดยวิธีการวัดชนิดนี้มีชื่อเรียกว่าวิธีกราวิเมตตริก (Gravimetric methods) จากนั้นนำค่าที่ได้จากการวัดแทนค่าในสมการที่ 3.1

$$\text{เปอร์เซ็นความพรุน} = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_3)} x\ 100 \qquad (3.1)$$

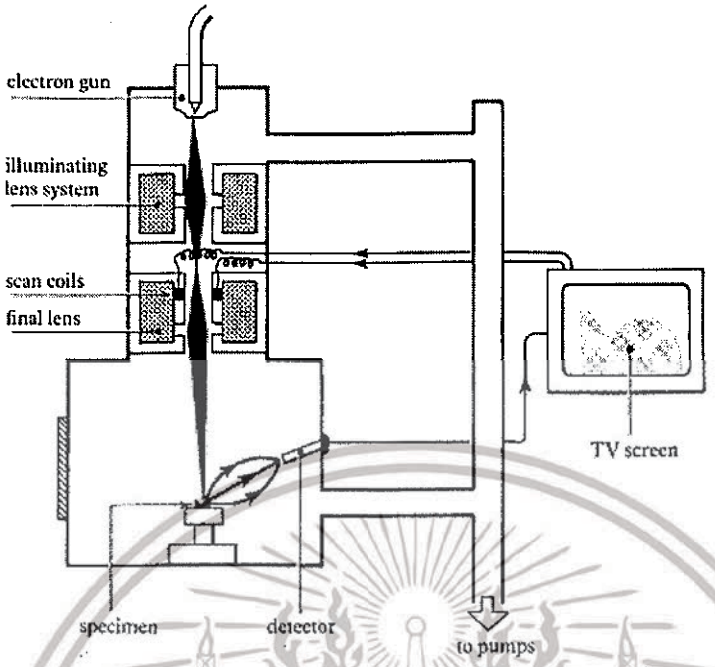
โดยที่ m_1 คือ น้ำหนักของผลึกซิลิคอนก่อนเกิดรูพรุน

m_2 คือ น้ำหนักของผลึกซิลิคอนหลังเกิดเป็นรูพรุน (น้ำหนักพอรัสซิลิคอน)

m_3 คือ น้ำหนักของผลึกซิลิคอนหลังการลอกชั้นพอรัสซิลิคอนออก

4.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์พื้นผิว และศึกษาโครงสร้างของชั้นรูพรุน เครื่อง SEM นี้มีจุดเด่นอยู่ที่กำลังขยายสูงถึง 20 ถึง 500,000 เท่า จึงสามารถศึกษาพื้นผิวที่มีขนาดเล็กได้ดี โดยส่วนประกอบของเครื่อง SEM แสดงดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 ส่วนประกอบต่างๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากรูปที่ 4.10 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

4.3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคุณสมบัติทางไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่ใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน เป็นชั้นการแพร่ของก๊าซ

ในการศึกษาคุณลักษณะทางไฟฟ้าของอุปกรณ์ ที่ใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นเมมเบรนหรือชั้นการแพร่ของก๊าซ จะใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ในการศึกษา ซึ่งจะประกอบไปด้วยอุปกรณ์ต่างๆ ดังต่อไปนี้

1. ขั้วอิเล็คโทรด
2. ชั้นการแพร่ของก๊าซ ที่สร้างจากนาโนพอรัสซิลิคอน
3. ก๊าซไฮโดรเจน
4. มัลติมิเตอร์

โดยการวัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าของอุปกรณ์ ที่ใช้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นเมมเบรนหรือชั้นการแพร่ของก๊าซ ที่สร้างจากพอรัสซิลิคอนนี้จะทำการโดยเริ่มจากนำอุปกรณ์ที่ได้สร้างขึ้นต่อเข้ากับระบบปิดแล้วปล่อยก๊าซไฮโดเจนที่นำมาทดสอบ จากนั้นนำขั้วอิเล็คโทรลงไปในระบบปิดเช่นเดียวกันโดยกำหนดระยะห่างระหว่างขั้วอิเล็คโทรดกับเมมเบรนให้มีค่าคงที่ จากนั้นทำการจ่ายก๊าซไฮโดรเจนเข้าระบบให้กับขั้วอิเล็คโทรดและเมมเบรน แล้วทำการบันทึกค่าต่างๆที่วัดได้จากมัลติมิเตอร์

บทที่ 5

การทดลอง และผลการทดลอง

ในบทนี้จะได้กล่าวถึงผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง ซึ่งจะได้นำเสนอผลการทดลองเกี่ยวกับการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชั่นในเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบต่างๆ การวัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าของอุปกรณ์ ที่มีชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นเมมเบรน การทดลองทั้งหมดจะทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง โดยผลการทดลองทั้งหมดมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

5.1 ผลการทดลองการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชั่น

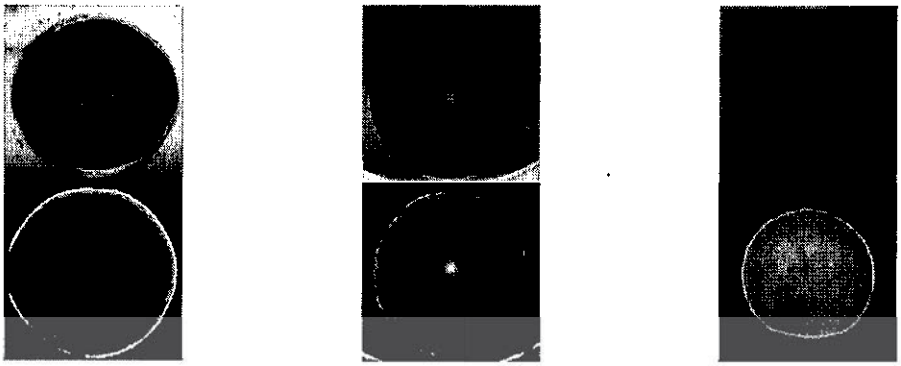
ในหัวข้อนี้จะได้กล่าวถึงผลการทดลองในกระบวนการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีหรือที่เรียกกันโดยทั่วไปว่ากระบวนการแอนโนไดซ์เซชั่น เพื่อวิเคราะห์ถึงลักษณะพื้นผิวที่มีความเหมาะสมจากการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบต่าง ๆ เพื่อนำไปสร้างเป็นเมมเบรนในอุปกรณ์ ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

5.1.1 ผลกระทบของการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบต่างๆ ที่มีต่อชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

ในการทดลองนี้จะได้ทำการศึกษาถึงผลของชนิดเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดซ์เซชั่นที่มีต่อความสม่ำเสมอและความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยชนิดของเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่นำมาทำการทดลองในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วย

1. เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์
2. เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์
3. เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์คู่แนวนอนโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์

สารละลายที่ใช้ในกระบวนการจะใช้เป็นสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกผสมกับเอทานอลในอัตราส่วน 4 : 1 ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชั่น 10 นาทีและใช้ความหนาแน่นกระแส 10, 15, 20, 25 mA/cm^2 ตามลำดับ หลังจากนั้นทำการตรวจสอบความสม่ำเสมอของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยการฉายแสงอัลตราไวโอเลทลงบนผิวหน้าของชิ้นงาน สุดท้ายทำการคำนวณเปอร์เซ็นความพรุนที่ได้จากการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีทั้ง 3 แบบ หลังจากผ่านขั้นตอนการกัดด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแล้วจะทำการฉายแสงอัลตราไวโอเลทลงบนชิ้นงานเพื่อวิเคราะห์ถึงการเกิดชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนและลักษณะพื้นผิว โดยอาศัยคุณสมบัติโฟโตลูมิเนนเซนส์ของนาโนพอรัสซิลิคอน ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 5.1



(ก) (ข) (ค)

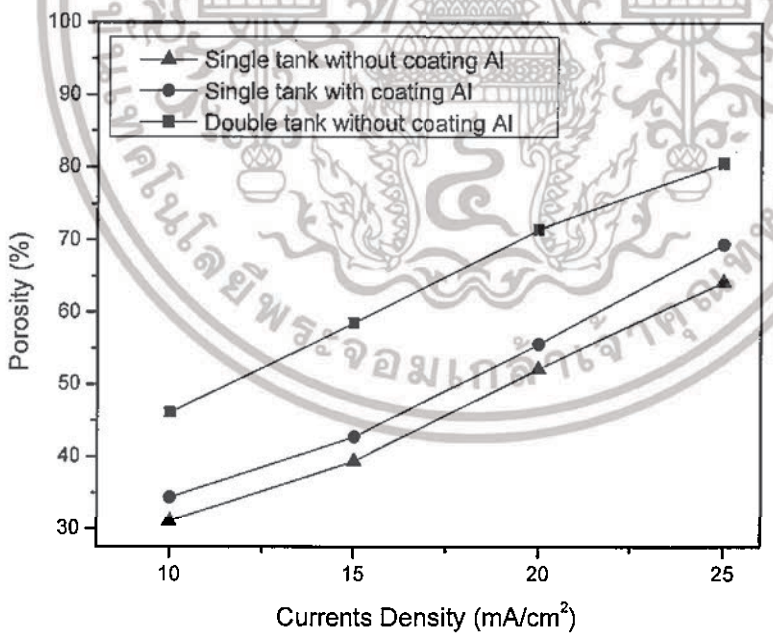
รูปที่ 5.1 ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนและการเรืองแสงของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ต่างกัน

จากรูปที่ 5.1 (ก) ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแบบกัดโดยไม่เคลือบอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์จะเห็นได้ว่าการเกิดชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นไม่สม่ำเสมอและเกิดขึ้นเยอะที่สุดที่บริเวณขอบของชิ้นงานเท่านั้น ซึ่งสาเหตุจากกระบวนการสร้างดังกล่าวในขั้นตอนการใส่แผ่นซิลิคอนเวเฟอร์จะมีการขันอัดเข้าไปในเซลล์ไฟฟ้าเคมีทำให้บริเวณดังกล่าวนั้นถูกกดทับด้วยโอริงจึงส่งผลให้เกิดความเครียดในวัสดุทำให้บริเวณดังกล่าวที่ถูกกดทับมีลักษณะการนำไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปทำให้จุดนั้นมีความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าเยอะที่สุดและไม่เกิดการกระจายตัวทั่วทั้งแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์และทำให้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ได้เกิดความไม่สม่ำเสมอ ในรูปที่ 5.1 (ข) ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแบบกัดโดยเคลือบอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์จากรูปจะเห็นได้ว่าชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ได้จากการสร้างด้วยวิธีนี้มีความสม่ำเสมอมากขึ้นเนื่องจากอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์ช่วยทำให้กระแสไฟฟ้านั้นกระจายตัวได้ทั่วแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ แต่การเกิดเป็นชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่มากที่สุดยังคงเป็นบริเวณที่โอริงกดทับเช่นเดิม ในรูปที่ 5.1 (ค) เป็นชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์คู่แนวนอนกัดโดยไม่เคลือบอลูมิเนียมด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์สังเกตุได้ว่าชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นมีความสม่ำเสมอและมีความเป็นเนื้อเดียวกันทั่วบริเวณเนื่องจากเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดนี้จะไม่มีการขันอัดซิลิคอนเวเฟอร์เข้าไปในเซลล์ไฟฟ้าเคมีจะทำให้ลดการเกิดความเครียดของวัสดุบริเวณที่โอริงกดทับได้อีกประการหนึ่งเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดนี้ซิลิคอนเวเฟอร์นั้นจะสัมผัสกับสารละลายทั้งสองด้านจึงทำให้เกิดการกระจายตัวของกระแสไฟฟ้าได้ทั่วแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ทำให้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ได้จากกระบวนการนี้มีความสม่ำเสมอและมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับการสร้างชั้นพอรัสซิลิคอนด้วยอีกสองวิธีการที่กล่าวมาในข้างต้น จากนั้นจะทำการทดลองหาเปอร์เซ็นความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วย

เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบต่างๆ โดยทำการวัดด้วยหลักการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุก่อนและหลังการเกิดรูพรุน ซึ่งเปอร์เซ็นความพรุนที่วัดได้จะแสดงดังตารางที่ 5.1 และแสดงโดยกราฟในรูปที่ 5.2

ตารางที่ 5.1 เปอร์เซ็นต์ความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ต่างกัน

ชนิดเซลล์ไฟฟ้าเคมี	ความหนาแน่นกระแส (mA/cm^2) เวลาในการแอโนไดซเซชั่น 10 นาที			
	10 mA/cm^2	15 mA/cm^2	20 mA/cm^2	25 mA/cm^2
เซลล์ไฟฟ้าเคมีแทงค์โดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์	31.1 %	39.42 %	52.15 %	64.22 %
เซลล์ไฟฟ้าเคมีแทงค์เดี่ยวโดยเคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์	34.4 %	42.77 %	55.55 %	69.42 %
เซลล์ไฟฟ้าเคมีแทงค์คู่โดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์	46.15 %	58.53 %	71.42 %	80.55 %



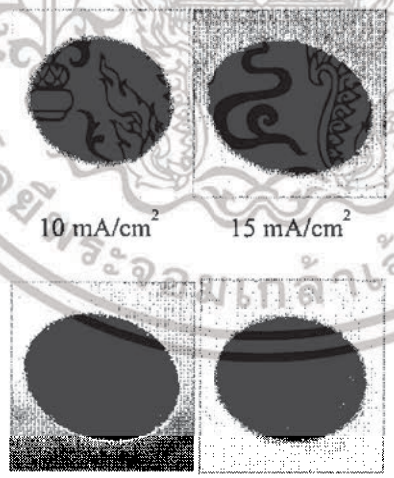
รูปที่ 5.2 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในการสร้างต่อเปอร์เซ็นต์ความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน

จากตารางที่ 5.1 และกราฟในรูปที่ 5.2 จะเห็นได้ว่าชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์คู่โดยไม่เคลือบอลูมิเนียมหลังซิลิคอนเวเฟอร์นั้นมีความพรุนที่สูงที่สุดเมื่อเทียบกับการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์และสร้างแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์ภายใต้เงื่อนไขความหนาแน่นกระแสและเวลาในการแอโนไดซ์เซชั่นเดียวกัน

จากผลการทดลองผลลัพธ์แสดงให้เห็นว่าการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์คู่นั้นมีความสม่ำเสมอของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน มีความเป็นเนื้อเดียวและมีความพรุนสูงที่สุด โดยที่ผลลัพธ์ได้เหมาะสำหรับในการนำไปใช้เป็นเมมเบรนของอุปกรณ์ ซึ่งต้องการวัสดุที่ผิวมีความพรุนในการดักจับไฮโดรเจนอิออนเข้ามาทำปฏิกริยา ดังนั้นในการทดลองต่อไปจึงเลือกใช้ชุดกัดไฟฟ้าเคมีแทงก์คู่แนวนอนกัดโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์เป็นวิธีการหลักในการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชั่น

5.1.2 ผลการทดลองศึกษาโครงสร้างของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเครื่อง SEM

การทดลองนี้ทำการศึกษาถึง ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชัน โดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2, 15 mA/cm^2, 20 mA/cm^2 และ 25 mA/cm^2 ได้ชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน แสดงดังรูปที่ 5.3



10 mA/cm^2 15 mA/cm^2

20 mA/cm^2 25 mA/cm^2

รูปที่ 5.3 พื้นผิวของชั้นนาโนพอรัสซิคอน ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการสร้างต่างๆ

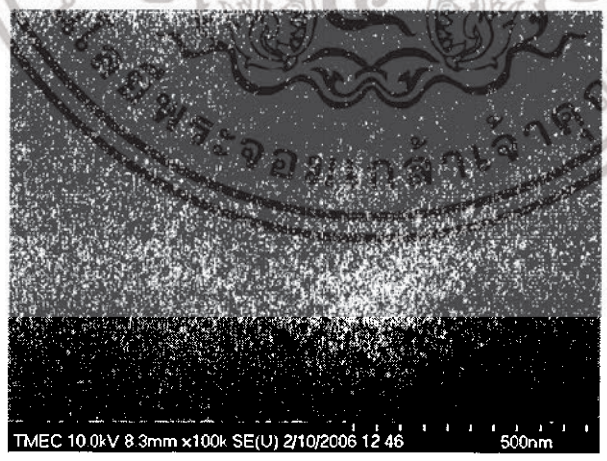
จากรูปที่ 5.3 สังเกตได้ว่าเมื่อใช้เวลามากขึ้นสีของชั้นนาโนพอรัสซิคอน จะมีการเปลี่ยนแปลงจากสีน้ำตาลเข้มไปเป็นสีน้ำตาลอ่อน เนื่องจากการใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าใน

การกัดเพิ่มมากขึ้นโครงสร้างของชั้นรูพรุนจึงถูกกัดเพิ่มมากขึ้นส่งผลทำให้ความพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนมีเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้สีพื้นผิวเปลี่ยนแปลงจากสีน้ำตาลเข้มไปเป็นสีน้ำตาลอ่อน

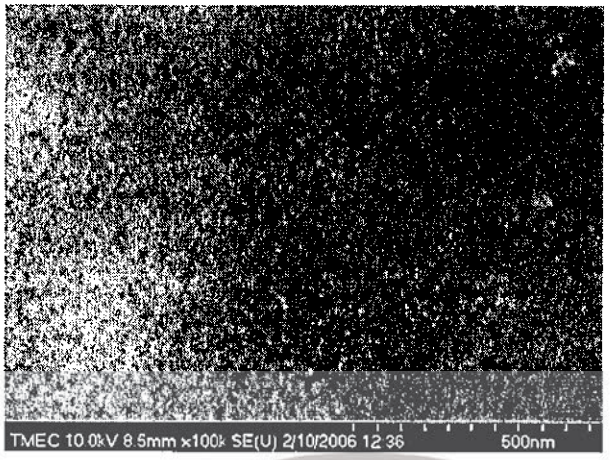
5.1.3 ผลการทดลองศึกษาโครงสร้างของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเครื่อง SEM

ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่สร้างโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2, 15 mA/cm^2, 20 mA/cm^2 และ 25 mA/cm^2 ตามลำดับ ซึ่งได้นำไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเครื่อง SEM แสดงดังรูปที่ 5.4-5.7

รูปที่ 5.4 ภาพพื้นผิวของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2



รูปที่ 5.5 ภาพพื้นผิวของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 15 mA/cm^2



รูปที่ 5.6 ภาพพื้นผิวของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm^2

รูปที่ 5.7 ภาพพื้นผิวของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอน โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 25 mA/cm^2

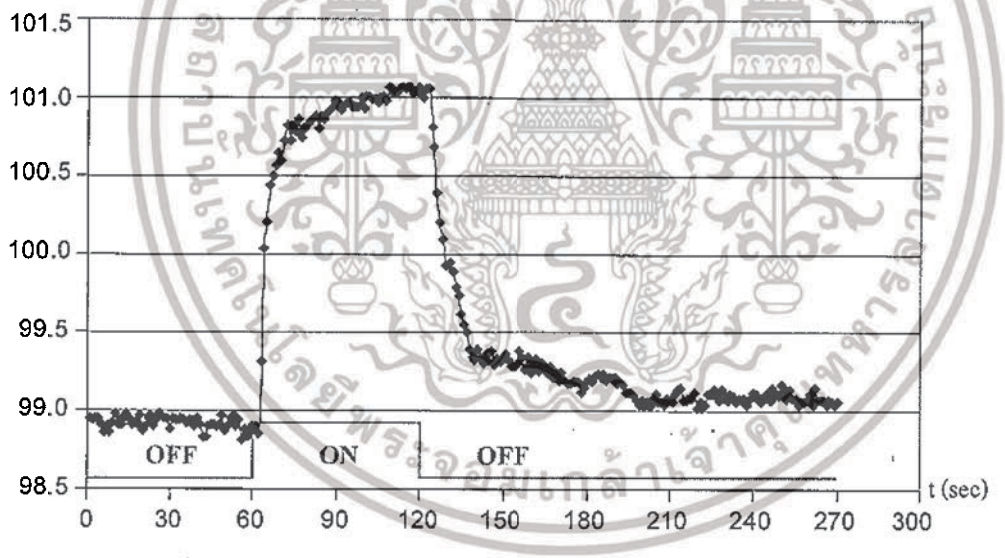
จากรูปที่ 5.4-5.7 เมื่อทำการเพิ่มความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิคอน ด้วยวิธีการแอโนไดเซชันจะมีผลทำให้พื้นผิวของชั้นรูพรุนถูกกัดและทำให้รูพรุนของชั้นนาโนพอรัสซิคอนมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากเมื่อใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันมากขึ้น ทำให้พาหะโฮลในซิลิคอนขณะทำการกัดมีจำนวนเพิ่มมากขึ้น ส่งผลทำให้รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้น

5.2 ผลการทดลองผลของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนในอุปกรณ์

5.2.1 การทดลองเพื่อศึกษาผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันต่ออุปกรณ์

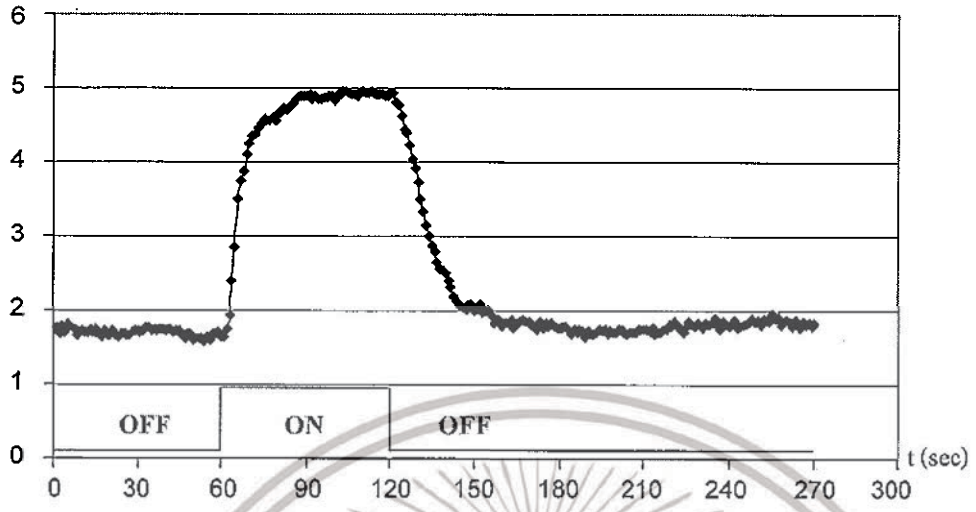
การทดลองนี้ศึกษาถึง ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการสร้างชั้นรูพรุนของนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชัน โดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 mA/cm^2, 10 mA/cm^2, 15 mA/cm^2, 20 mA/cm^2, 25 mA/cm^2 และ 30 mA/cm^2 ตามลำดับ แล้วทำการต่อขั้วเพื่อทำการวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาในการเปิด ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิห้อง อัตราการไหล 1 l/min แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์ ดังต่อไปนี้

- อุปกรณ์ตรวจนับ ที่สร้างชั้นรูพรุนโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 mA/cm^2 (ความพรุนประมาณ 58%) นำมาวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน แสดงดังรูปที่ 5.8



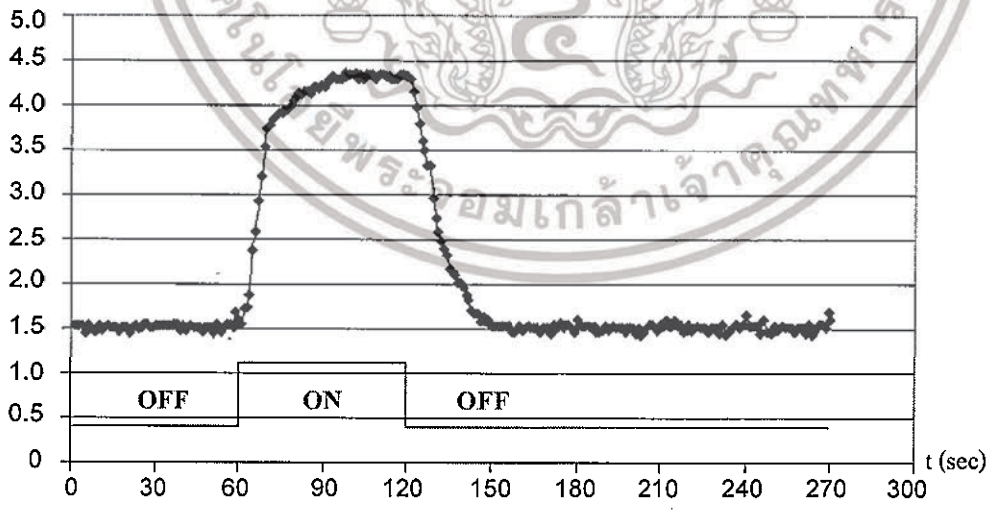
รูปที่ 5.8 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 5 mA/cm^2

- อุปกรณ์ที่สร้างชั้นรูพรุนโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 (ความพรุนประมาณ 69%) นำมาวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน แสดงดังรูปที่ 5.9



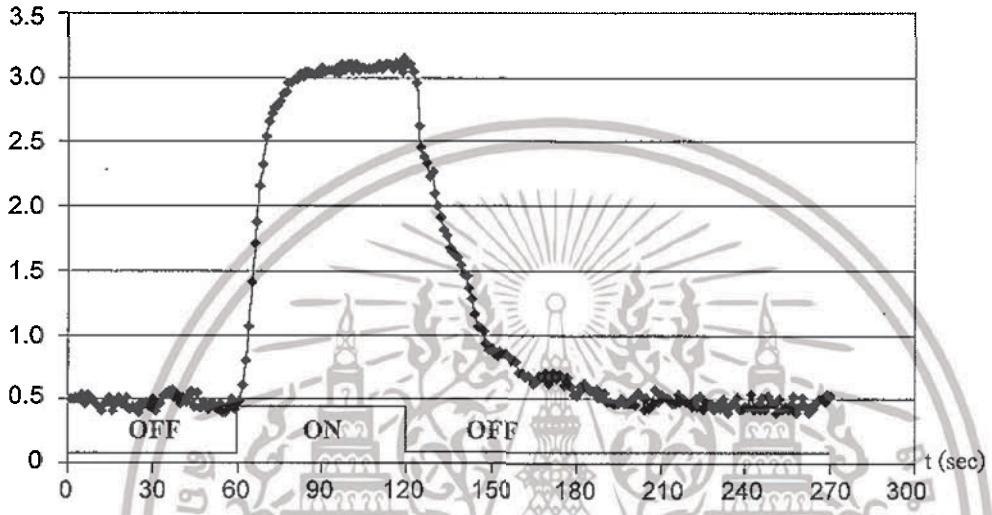
รูปที่ 5.9 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 10 mA/cm^2

- อุปกรณ์ ที่สร้างชั้นรูพรุนโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอล เป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 15 mA/cm^2 (ความพรุนประมาณ 74%) นำมาวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน แสดงดังรูปที่ 5.10



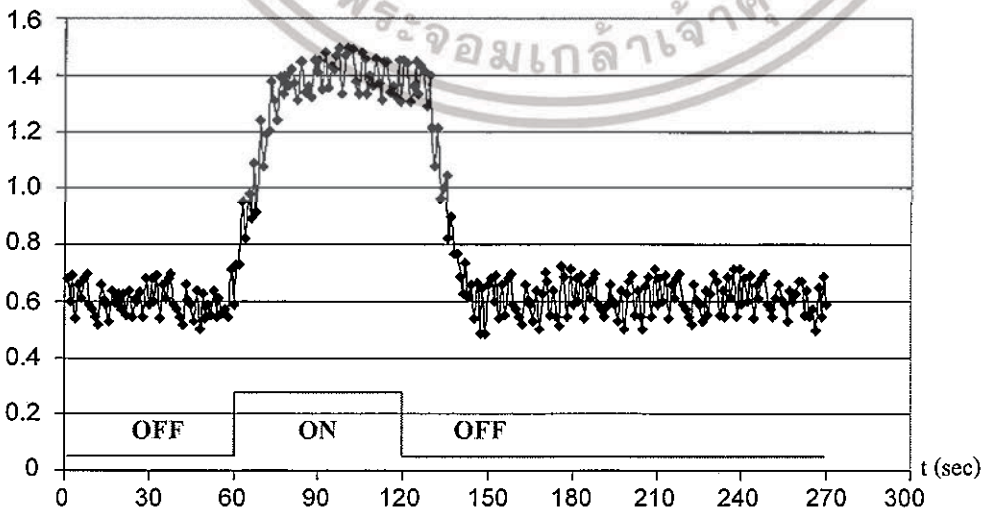
รูปที่ 5.10 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 15 mA/cm^2

- อุปกรณ์ที่สร้างชั้นรูพรุนโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอล เป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm^2 (ความพรุนประมาณ 78%) นำมาวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน แสดงดังรูปที่ 5.11



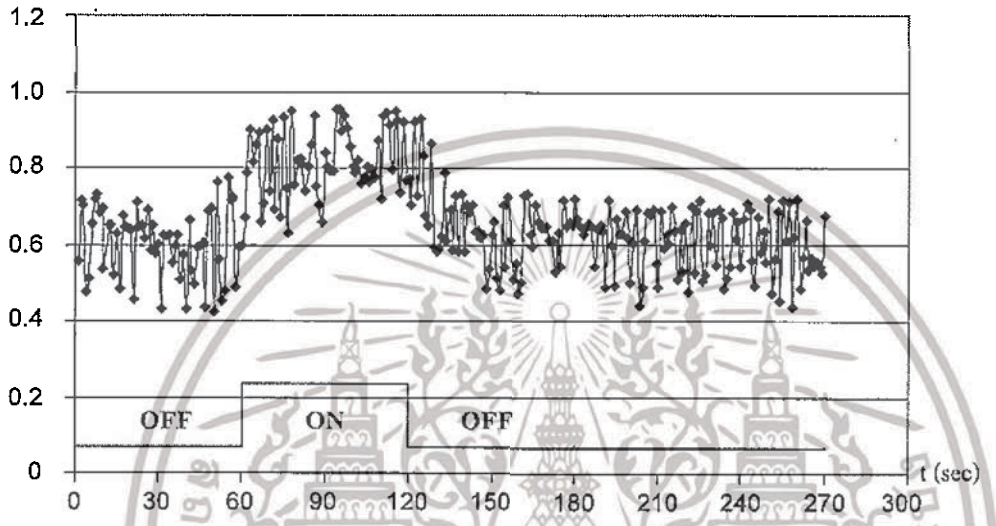
รูปที่ 5.11 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 20 mA/cm^2

- อุปกรณ์ ที่สร้างชั้นรูพรุนโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอล เป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 25 mA/cm^2 (ความพรุนประมาณ 84%) นำมาวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน แสดงดังรูปที่ 5.12



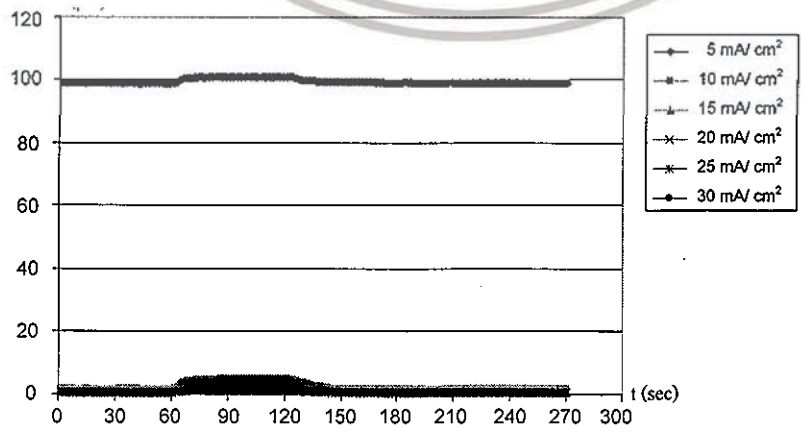
รูปที่ 5.12 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 25 mA/cm^2

- อุปกรณ์ ที่สร้างชั้นรูพรุนโดยใช้อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอล เป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 30 mA/cm^2 (ความพรุนประมาณ 89%) นำมาวัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน แสดงดังรูปที่ 5.13



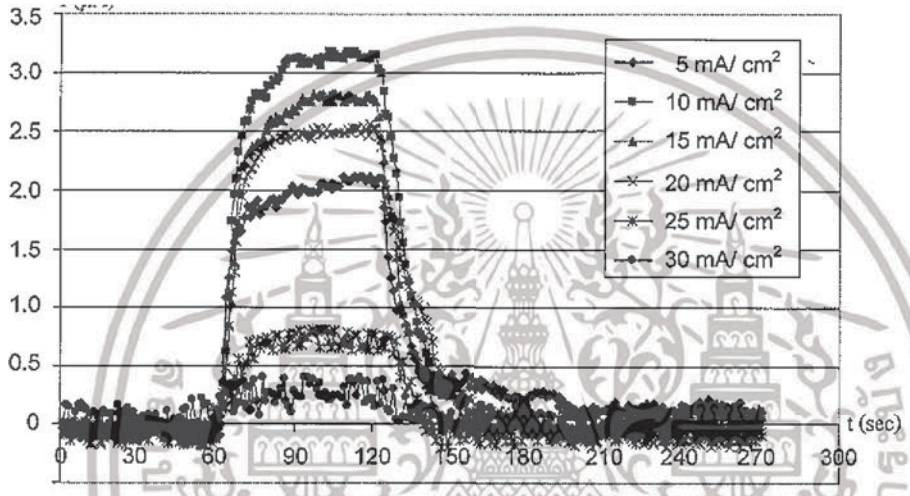
รูปที่ 5.13 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 30 mA/cm^2

จากรูปที่ 5.8 – 5.13 จึงได้ทำการเปรียบเทียบลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ของอุปกรณ์โดยใช้รูพรุนที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 5 mA/cm^2, 10 mA/cm^2, 15 mA/cm^2, 20 mA/cm^2, 25 mA/cm^2 และ 30 mA/cm^2 ตามลำดับ ในกราฟเดียวกัน แสดงดังรูปที่ 5.14



รูปที่ 5.14 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าในต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ กัน

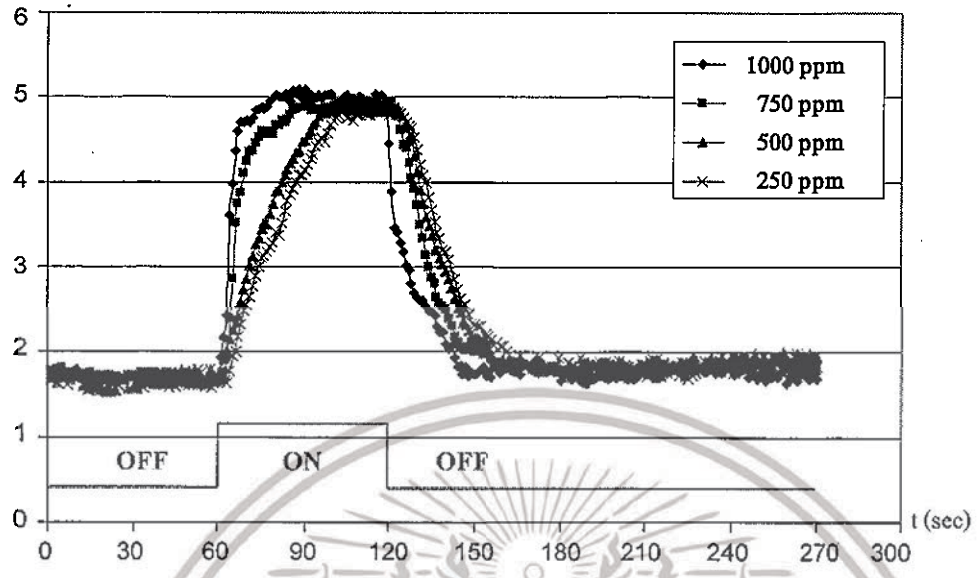
ทำการเปรียบเทียบลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ของอุปกรณ์โดยใช้รูพรุนที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 mA/cm^2, 10 mA/cm^2, 15 mA/cm^2, 20 mA/cm^2, 25 mA/cm^2 และ 30 mA/cm^2 ตามลำดับ ที่ระดับอ้างอิงเดียวกัน เพื่อทำการเปรียบเทียบดูปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นของแต่ละอุปกรณ์ที่ใช้เวลาในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ แสดงดังรูปที่ 5.15



รูปที่ 5.15 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดก๊าซไฮโดรเจน ของอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันต่างๆ กัน ที่ระดับอ้างอิงเดียวกัน

5.2.2 การทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนต่ออุปกรณ์

การทดลองนี้ศึกษาถึง ผลของความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจน (part per million : ppm) ต่ออุปกรณ์โดยใช้ชั้นรูพรุนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชันที่ อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 วัดลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาในการเปิด ปิดก๊าซไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิห้อง แรงดันไฟฟ้า 20 โวลต์ ความเข้มข้นเปลี่ยนแปลงเป็น 250 ppm, 500 ppm, 750 ppm และ 1000 ppm ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 5.16



รูปที่ 5.16 ลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่อเวลาการเปิด-ปิดของก๊าซไฮโดรเจนต่ออุปกรณ์ที่ความความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนต่างๆ กัน

พิจารณาจากข้อมูลทั้งหมดข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า เมื่อปริมาณความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจน เพิ่มขึ้นจาก 250 ppm, 500 ppm, 750 ppm, 1000 ppm จะส่งผลทำให้เวลาในการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าจนเกิดการอิ่มตัวจะใช้เวลาประมาณ 45 วินาที, 40 วินาที, 30 วินาที และ 20 วินาที ตามลำดับ ซึ่งจะใช้เวลาสั้นลง และทำให้เวลาในการลดลงของกระแสไฟฟ้าจนกลับมาจุดเริ่มต้นเดิมจะใช้เวลาประมาณ 50 วินาที, 45 วินาที, 40 วินาที และ 20 วินาที ตามลำดับ ซึ่งจะใช้เวลาสั้นลงเช่นกัน ส่วนปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นจนเกิดการอิ่มตัวจะมีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้นอุปกรณ์โดยใช้ชั้นรูพรุนสามารถทำงานที่ความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจน ต่างๆ กันได้

บทที่ 6
สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยฉบับนี้เป็นการวิจัยได้ที่ทาการศึกษาเกี่ยวกับการสร้างและการศึกษาลักษณะทางไฟฟ้าของอุปกรณ์แบบโครงสร้างที่มีชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นเมมเบรนสำหรับการแพร่ของก๊าซ โดยโครงสร้างของอุปกรณ์จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนของมอสเฟจที่ทาหน้าที่เป็นทรานสดิวเซอร์และส่วนของชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนที่ทำหน้าที่เป็นเมมเบรนในการแพร่ของไฮโดรเจน ซึ่งโครงสร้างนี้เป็นโครงสร้างที่ง่ายต่อการสร้างและมีความเหมาะสมที่จะนาไปเป็นอีกหนึ่งทางเลือกในการสร้างอุปกรณ์ จากการศึกษาการสร้างและการศึกษาลักษณะทางไฟฟ้าของอุปกรณ์ แบบโครงสร้างที่มีชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนเป็นเมมเบรนสามารถสรุปผลการศึกษาได้ดังต่อไปนี้

จากการศึกษาการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยการแอโนไดซ์เซชั่นในเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบต่างๆ ทั้งหมด 3 แบบ ได้แก่ เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์, เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์, เซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์คู่แนวนอนโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์ พบว่าการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์นั้นชั้นพอรัสซิลิคอนจะเกิดเพียงแค่บริเวณขอบเท่านั้นเนื่องจากถูกโอริงกดทับทาให้เกิดความเครียดในวัสดุจึงทาให้การนาไฟฟ้าตรงบริเวณนี้การนำไฟฟ้ามากกว่าจุดอื่นๆและทาให้กระแสไฟฟ้าไม่กระจายตัวทั่วแผ่นซิลิคอน จากการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์พบว่าชั้นพอรัสซิลิคอนมีความสม่าเสมอขึ้นเนื่องจากอลูมิเนียมที่เคลือบด้านหลังแผ่นซิลิคอนช่วยทาให้การกระจายตัวของกระแสไฟฟ้าดียิ่งขึ้นแต่จุดที่เกิดชั้นพอรัสซิลิคอนมากที่สุดยังเป็นบริเวณที่โอริงกดทับเนื่องจากเซลล์แบบแทงค์เดี่ยวนั้นมีการขันอัดแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์เข้าไปในเซลล์จึงส่งผลให้เกิดความเครียดบริเวณดังกล่าวอีกทั้งในกระบวนการนี้ยังก็ยังต้องเพิ่มกระบวนการสร้างอลูมิเนียมเข้ามาทาให้ขั้นตอนการสร้างมีต้นทุนที่เพิ่มขึ้น จากการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์คู่แนวนอนโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์พบว่าชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนนั้นมีความสม่าเสมอทั่วบริเวณที่กัดเนื่องจากเซลล์ไฟฟ้าชนิดนี้ซิลิคอนเวเฟอร์มีการสัมผัสกับสารละลายทั้งสองด้านจึงทาให้การกระจายตัวของกระแสไฟฟ้าที่ดีอีกทั้งเซลล์ไฟฟ้าชนิดนี้ไม่มีการขันอัดแผ่นซิลิคอนเข้าไปในเซลล์ไฟฟ้าเคมีจึงทาให้ลดการเกิดความเครียดบริเวณโอริงทาให้ได้ชั้นพอรัสซิลิคอนที่สม่าเสมอและยังลดต้นทุนในการเคลือบอลูมิเนียมอีกด้วย จึงเลือกใช้เงื่อนไขนี้ในการสร้างชั้นนาโนพอรัสซิลิคอนในงานวิจัยนี้

จากการศึกษาเปอร์เซ็นความพรุนที่ได้จากการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดต่างๆ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการกัดที่ 10 mA2, 15 mA2, 20 mA2, 25 mA2 พบว่าจากการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์เปอร์เซ็นความพรุนที่ได้มีค่าประมาณ 31.1 %, 39.42 %, 52.15 %, 64.22 % ตามลำดับ จากการสร้างพอรัสซิลิคอนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์เดี่ยวแนวตั้งโดยเคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์พบว่าเปอร์เซ็นความพรุนที่ได้มีค่าประมาณ 34.4 %, 42.77 %, 55.55 %, 69.42 % ตามลาดับ และจากการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดแทงค์คู่แนวนอนโดยไม่เคลือบชั้นอลูมิเนียมที่ด้านหลังซิลิคอนเวเฟอร์พบว่าเปอร์เซ็นความพรุนที่ได้มีค่าประมาณ 46.15 %, 58.53 %, 71.42 %, 80.55 % ตามลาดับ ซึ่งจากการสร้างด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบแทงค์คู่จะได้เปอร์เซ็นความพรุนที่มากที่สุดเมื่อเทียบกับการสร้างภายใต้เงื่อนไขเดียวกันเนื่องจากกระแสไฟฟ้ามีการกระจายตัวที่ดี

จากการทดสอบลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์ที่มีชั้นรูพรุน พบว่าอุปกรณ์ที่มีชั้นรูพรุนมีการตอบสนองต่อการแพร่ผ่านของก๊าซไฮโดรเจน และทำการทดลองถึงผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการสร้างชั้นรูพรุนด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชันต่ออุปกรณ์ พบว่าอุปกรณ์ที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชัน 10 mA/cm^2 ใช้เวลาในการอิ่มตัวประมาณ 30 วินาที และใช้เวลาในการกลับมาจุดเริ่มต้นเดิมประมาณ 40 วินาที ซึ่งเป็นความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการแอโนไดซ์เซชันที่เหมาะสมที่สุด

อุปกรณ์โดยใช้ชั้นรูพรุนที่สร้างด้วยวิธีการแอโนไดซ์เซชัน อัตราส่วนสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกต่อเอทานอลเป็น 4:1 โดยปริมาตร เวลา 10 นาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 มีเปอร์เซ็นต์ความพรุนประมาณ 69% ทำการศึกษาถึงลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าต่ออุปกรณ์ และทำการทดลองที่ความเข้มข้นของอนุภาค 250 ppm, 500 ppm, 750 ppm และ 1000 ppm ตามลำดับ

จากการทดสอบลักษณะสมบัติกระแสไฟฟ้าของอุปกรณ์โดยใช้ชั้นรูพรุน พบว่าอุปกรณ์โดยใช้ชั้นรูพรุนนี้ สามารถทำงานที่ความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนต่างๆ กันได้