

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงการเตรียมชิ้นงานแกรฟีนด้วยกระบวนการ CVD และชิ้นงานแกรฟีนที่ถูกดัดแปลงแล้วด้วยเลเซอร์และการเจือด้วยไนโตรเจน และขั้นตอนการวัดการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลในสถานะที่แตกต่างกัน สำหรับการประยุกต์ใช้เป็นแก๊สเซ็นเซอร์ หลังจากนั้น ชิ้นงานแกรฟีนที่ถูกดัดแปลงแล้วจะถูกวัดสมบัติทางไฟฟ้าและจัดการวัดค่าตอบสนองกับแสงอินฟราเรดสำหรับการประยุกต์ใช้เป็นโฟโตดีเทคเตอร์

3.1 การเตรียมชิ้นงานแกรฟีนและแกรฟีนที่ถูกดัดแปลง

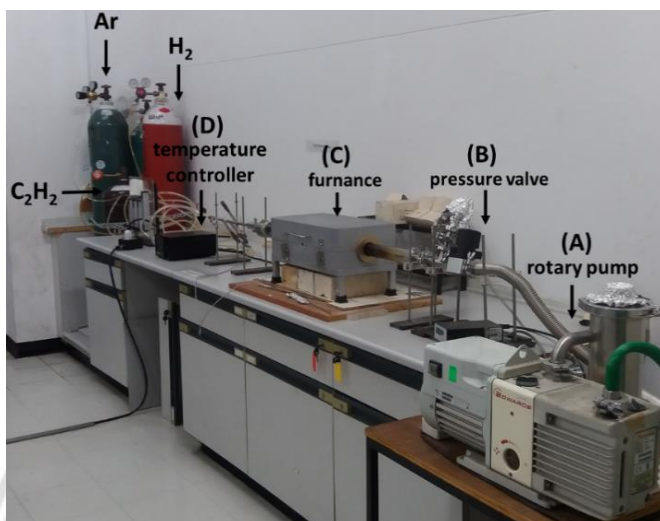
3.1.1 การสังเคราะห์แกรฟีน

การสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีตกสะสมไอเคมี [71] ที่ใช้ในโครงสร้างนี้จะใช้แก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2) เป็นแก๊สที่ให้คาร์บอน โดยอุปกรณ์แสดงในรูปที่ 3.1 สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีนอธิบายได้ดังนี้

❖ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์แกรฟีนโดยวิธี CVD

การสังเคราะห์แกรฟีนโดย CVD เป็นการสังเคราะห์แกรฟีนโดยอาศัยความร้อนเพื่อทำปฏิกิริยาของแก๊สตั้งต้นที่เป็น แก๊สไฮโดรเจน (H_2) และแก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2) บนวัสดุฐานที่เป็นแผ่นทองแดง โดยใช้แก๊สอาร์กอนเป็นตัวพาซึ่งการให้ความร้อน จะใช้ความร้อนจากขดลวดภายในเตา ขดลวดจะมีความร้อนสูงขึ้นเมื่อมีการจ่ายกระแสไฟฟ้า เข้าไปที่ขดลวด นิโครมดังกล่าว ซึ่งจะมีท่อควอตซ์อยู่ตรงกลางเตาดังในรูป 3.1(C) การควบคุมอุณหภูมิของเตาในการสังเคราะห์แกรฟีนจะควบคุมจากปริมาณกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังขดลวดนิโครมโดยทำการควบคุมผ่านอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิดังแสดงในรูป 3.1(D) ภายในท่อควอตซ์เป็นชั้นเบอร์มีการควบคุมระดับความดันภายในท่อให้อยู่ในระดับที่ต่ำในช่วง 10^{-1} ถึง 10^{-2} Torr โดย

ใช้วาล์วควบคุมระดับความดันใน 챔เบอร์ที่อยู่ในรูปที่ 3.1(B) ซึ่งการดูดอากาศออกจาก 챔เบอร์โดยผ่านวาล์วจะใช้ปั๊มโรตารีที่แสดงในรูปที่ 3.1(A)



รูปที่ 3.1 การสังเคราะห์แกรฟีนโดย CVD ซึ่งมีองค์ประกอบ (A) ปั๊มดูดอากาศ (B) วาล์วปรับความดันใน 챔เบอร์ (C) เตาที่มี 챔เบอร์ใส่ชิ้นงานอยู่ภายใน และ (D) อุปกรณ์จ่ายกระแสไฟฟ้าเพื่อควบคุมอุณหภูมิของขดลวดตัวนำภายในเตา

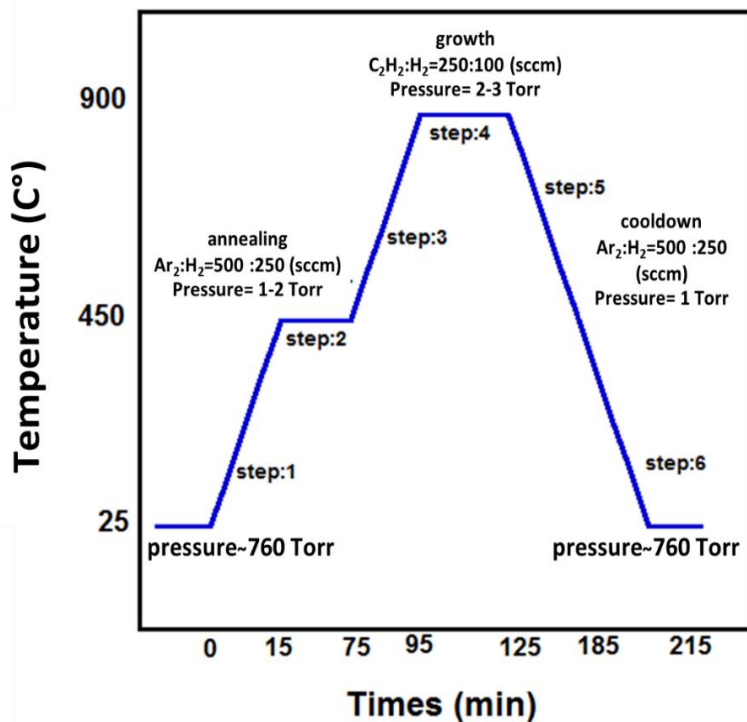
❖ ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานก่อนการสังเคราะห์แกรฟีน

ในการสังเคราะห์แกรฟีนนั้น วัสดุฐานที่ใช้คือแผ่นทองแดงบางซึ่งมีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 1085 °C และไม่เกิดปฏิกิริยากับสารตั้งต้นในระหว่างการสังเคราะห์ แผ่นทองแดงที่ใช้มีความหนา 0.5 มิลลิเมตร (copper, Cu, Advent Research Materials Ltd.) มีความบริสุทธิ์ 99.95% ทองแดงถูกตัดให้มีขนาดกว้าง 1 เซนติเมตรและยาว 1 เซนติเมตร และนำไปล้างในอะซิโตนด้วยการสั่นจากคลื่นความถี่สูง (sonification) เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นทำการล้างในเอทานอลด้วยการสั่นอีก 5 นาที โดยทำซ้ำขั้นตอนดังกล่าวอย่างน้อย 2 รอบ จากนั้นนำแผ่นทองแดงที่ได้เป่าด้วยแก๊สไนโตรเจนหรือลมร้อนจากเครื่องเป่าลมร้อนเพื่อให้แห้งและนำเข้าสู่ 챔เบอร์ โดยวางแผ่นทองแดงที่เป็นวัสดุฐานในการสังเคราะห์แกรฟีนไว้บนแผ่นเซรามิกทนความร้อน (boat) แล้วทำการเลื่อนแผ่นเซรามิกทนความร้อนดังกล่าวไปยังตำแหน่งกลางเตาเพื่อรอการสังเคราะห์ในขั้นตอนถัดไป

❖ ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีน

ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีนแบ่งเป็นทั้งหมด 6 ขั้นตอน ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ขั้นที่ 1 ปรับความดันให้อยู่ในระดับที่คงที่ประมาณ 1 ถึง 2 Torr โดยเปิดสวิตช์ที่โรตารีปั๊มเป็นเวลา 1-2

นาที แล้วจึงเริ่มเปิดวาล์วอย่างช้าๆ เพื่อปรับอัตราปริมาณการปล่อยแก๊สอาร์กอนและไฮโดรเจนเข้าไปในท่อควอตซ์ในสัดส่วน 500 sccm ต่อ 350 sccm ตามลำดับ เมื่อความดันเริ่มคงที่แล้วจ่ายกระแสไฟฟ้าไปยังขดลวดนิโครมเพื่อทำให้อุณหภูมิภายในเตาสูงขึ้นจากอุณหภูมิห้องที่ 25 °C เป็น 450 °C โดยใช้เวลาประมาณ 15 ถึง 20 นาที และเมื่ออุณหภูมิขึ้นไปถึง 450 °C จึงเริ่มขึ้นตอนที่ 2 คือใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 450 °C ในการอบอ่อนชิ้นงานแผ่นทองเพื่อกำจัดออกไซด์หรือสิ่งสกปรกที่เกาะอยู่บนแผ่นทองแดงออกไป โดยทำการอบอ่อนในบรรยากาศของอาร์กอนและไฮโดรเจนเป็นเวลา 60 นาที จากนั้นในขั้นตอนที่ 3 เพิ่มอุณหภูมิไปที่ 900 °C ซึ่งใช้เวลา 10 ถึง 20 นาที อุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้นทำให้ความดันภายในท่อควอตซ์สูงขึ้น เนื่องจากการขยายตัวของแก๊สในท่อควอตซ์ส่งผลให้ระดับความดันภายในท่อเพิ่มสูงขึ้น รวมทั้งมีการระเหยตัวของสิ่งปนเปื้อนในท่อควอตซ์ โดยระดับความดันควรอยู่ในระดับ 2 ถึง 3 ทอร์ ดังนั้นในขั้นตอนดังกล่าวควรสังเกตเพื่อตรวจเช็คระดับของความดันไม่ให้สูงเกิน 10 Torr เมื่ออุณหภูมิของเตาอยู่ที่ 900 °C จึงเริ่มทำการสังเคราะห์ในขั้นตอนที่ 4 ซึ่งเป็นช่วงของการสังเคราะห์แกรไฟน์ โดยทำการปิดการจ่ายแก๊สอาร์กอนและปล่อยแก๊สอะเซทิลีน โดยใช้สัดส่วนผสมของแก๊สอะเซทิลีนกับแก๊สไฮโดรเจนเป็น 350 sccm ต่อ 350 sccm ที่ระดับความดัน 2 ถึง 3 ทอร์ ในขั้นตอนนี้แก๊สไฮโดรเจนกับแก๊สอะเซทิลีนจะเกิดปฏิกิริยาและตกสะสมบนผิวของแผ่นทองแดงที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 30 นาที ในรูปแบบของไฮโดรคาร์บอน ซึ่งมีแผ่นทองแดงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและในการตกสะสมของไฮโดรคาร์บอนที่ผิวของแผ่นทองแดง โดยอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีนกับแก๊สไฮโดรเจนที่น้อย เช่นอัตราส่วน 1 ต่อ 1 จะทำให้เกิดแกรไฟน์ที่มีขนาดใหญ่และเชื่อมต่อกันเป็นฟิล์มของแกรไฟน์ ไฮโดรเจนมีหน้าที่เป็นเหมือนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทำหน้าที่กำจัดสิ่งสกปรกออกจากผิวทองแดงและป้องกันหรือดักจับออกซิเจนในระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ทำให้ประสิทธิภาพในการเกิดแกรไฟน์บนผิวของแผ่นทองแดงลดลง ดังนั้นอะตอมคาร์บอนจึงมีการตกสะสมบนผิวของแผ่นทองแดงมากที่สุด ในขั้นตอนที่ 4 และในขั้นตอนที่ 5 ทำการหยุดจ่ายกระแสไฟฟ้าให้กับขดลวดนิโครม ซึ่งทำให้อุณหภูมิในท่อควอตซ์มีแนวโน้มที่ต่ำลง โดยในขั้นตอนนี้ยังคงปล่อยแก๊สอะเซทิลีนกับแก๊สไฮโดรเจนอยู่ เป็นเวลา 60 นาที เพื่อให้แน่ใจว่ามีการตกสะสมของไฮโดรคาร์บอนบนแผ่นทองแดงเพียงพอต่อการทำให้เกิดเป็นฟิล์มของแกรไฟน์ จากนั้นจึงปิดแก๊สอะเซทิลีนและปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าไปแทนที่เรียกขั้นตอนนี้ว่า “ขั้นตอนของการเย็นตัว” ในขั้นตอนสุดท้ายหรือขั้นตอนที่ 6 หลังจากที่ท่อควอตซ์เย็นตัวลงในระดับอุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C จากนั้นจึงทำการปิดวาล์วปั๊ม ปั๊มโรตารีและวาล์วแก๊สทุกตัว รอนท่อควอตซ์เย็นตัวให้มีอุณหภูมิลดลงต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง จึงสามารถเปิดท่อควอตซ์นำชิ้นงานออกมาได้



รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีนบนแผ่นทองแดง (step 1) การเพิ่มอุณหภูมิและปรับระดับความดันของสารตั้งต้นให้เหมาะสมกับการสังเคราะห์ (step 2) ช่วงของการอบอุ่นขึ้นงานที่ความดัน 1-2 Torr (step 3) ช่วงในการเพิ่มอุณหภูมิจาก 450 ไป 900 องศาเซลเซียส (step 4) ช่วงการสังเคราะห์แกรฟีน (step 5) ช่วงในการเย็นตัว (step 6) เป็นขั้นตอนในการปรับสถานะเตาให้เหมาะสมต่อการปิดระบบและการนำเอาชิ้นงานออกมาจากเตาที่สังเคราะห์

3.1.2 ขั้นตอนการย้ายแกรฟีนออกจากวัสดุฐาน

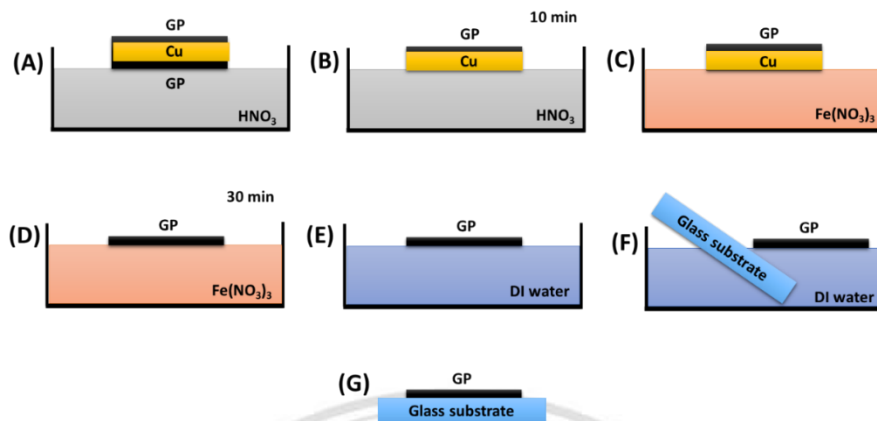
หลังจากได้ฟิล์มบางแกรฟีนแล้ว ฟิล์มของแกรฟีนจะอยู่บน แผ่นทองแดงทั้งสองด้าน ซึ่งในขั้นตอนนี้ต้องการที่จะแยกแผ่นทองแดงออกโดยใช้กรดกัดแผ่นทองแดงออกจากนั้นย้ายแกรฟีนดังกล่าวไปบนแผ่นแก้วสไลด์เพื่อใช้เป็นวัสดุฐานตัวใหม่ แกรฟีนที่เคลื่อนย้ายไปบนแผ่นแก้วจะถูกนำไปใช้ในการทดลองในขั้นตอนถัดไป การเคลื่อนย้ายแกรฟีนบนแผ่นทองแดงไปบนแผ่นแก้วสไลด์สามารถอธิบายเป็นขั้นตอนได้ดังต่อไปนี้

❖ ขั้นตอนการกัดผิวหน้าแกรไฟน์

นำชิ้นงานที่สังเคราะห์แกรไฟน์ขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร วางลงไปบนสารละลายกรดไนตริก (nitric acid, HNO_3) ที่มีการเจือจางด้วยน้ำ DI ในสัดส่วน 1:3 ของกรดไนตริกกับน้ำ DI ($10 \text{ cm}^3 : 30 \text{ cm}^3$) ตามลำดับ เพื่อกัดผิวด้านหนึ่งของแกรไฟน์ออก เป็นการเปิดผิวหน้าของแผ่นทองแดงที่ถูกแกรไฟน์เคลือบอยู่ โดยใช้เวลาในการกัดแกรไฟน์ประมาณ 10 นาที ในขั้นตอนนี้กรดไนตริกจะทำปฏิกิริยากับแกรไฟน์ในบริเวณด้านที่สัมผัสกับสารละลายโดยตรง ทำให้แกรไฟน์ในบริเวณดังกล่าวหลุดออกจากแผ่นทองแดง ดังแสดงในรูปที่ 3.3(A)-(B)

❖ ขั้นตอนการกัดแผ่นทองแดงออกจากแกรไฟน์

จากนั้นทำการกัดแผ่นทองแดงที่ได้จากขั้นตอนที่แล้ว โดยการนำแผ่นทองแดงด้านที่ถูกกัดผิว แกรไฟน์ออกไปวางลงไปบนสารละลายเฟอร์ริกไนเตรต (ferric nitrate, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) ซึ่งถูกเจือจางโดยการผสมน้ำ DI ในสัดส่วนของเฟอร์ริกไนเตรต 100 กรัมต่อน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะได้เป็นสารละลายสีส้มเข้มมีคุณสมบัติเป็นกรดแก่ดังในรูปที่ 3.3(C) โดยสารละลายดังกล่าวจะเกิดปฏิกิริยาในการกัดกร่อนแผ่นทองแดง ซึ่งใช้เวลาประมาณ 30 นาที จนกว่าแผ่นทองแดงจะถูกกัดออกจนหมดแผ่นดังในรูปที่ 3.3(D) อย่างไรก็ตามถ้าต้องการเร่งปฏิกิริยาบนแผ่นทองแดงในการกัดกร่อนให้เร็วขึ้นสามารถใช้ความร้อนเป็นตัวกระตุ้น โดยการเพิ่มอุณหภูมิให้กับระบบในระหว่างการทำปฏิกิริยาของแผ่นทองแดงกับสารละลายโดยใช้อุปกรณ์ให้ความร้อน (hot plate stirrer) ในระหว่างกระบวนการทำปฏิกิริยาจะมีไอระเหยของแก๊สออกมาซึ่งเป็นอันตรายต่อระบบทางเดินหายใจทำให้เกิดอาการแสบจมูกและเวียนศีรษะได้ ดังนั้นการทดลองนี้ผู้ทดลองต้องใช้อุปกรณ์ป้องกัน เช่น ถุงมือ หน้ากากกันแก๊ส เป็นต้น ควรใช้ความระมัดระวังในการทดลอง และทำการทดลองในบริเวณที่อากาศถ่ายเทได้สะดวกหรือใช้เครื่องระบายอากาศ (ventilator)



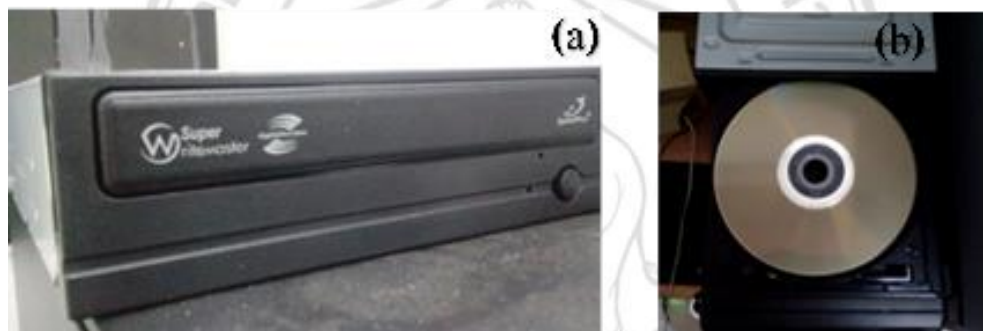
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการวางแผ่นทองแดงบนสารละลายเฟอร์ริกไนเตรด (a) สารละลายเฟอร์ริกไนเตรด (b) การวางแผ่นทองแดงลงบนสารละลายเฟอร์ริกไนเตรด

❖ ขั้นตอนการเคลื่อนย้ายแผ่นแกรไฟน์จากสารละลายให้อยู่บนแผ่นแก้ว

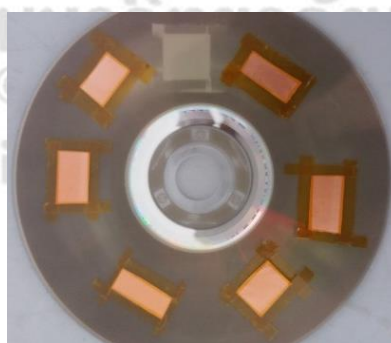
หลังจากกัดแผ่นทองแดงที่ติดอยู่กับแกรไฟน์ออกจนหมด ในขั้นตอนนี้จึงเป็นการล้างแผ่นแกรไฟน์ที่มีสารละลายกรดติดอยู่ให้มีความเงาจนลงด้วยน้ำ DI โดยการใช้จานหลุมซ้อนแผ่นแกรไฟน์ที่ลอยอยู่บนกรดมาใส่ในภาชนะกระจกนาฬิกา (watch glass) ซึ่งบรรจุน้ำ DI ปริมาณ 200 มิลลิลิตร เพื่อทำการเจือจางกรดให้มีความเข้มข้นลดลงดังในรูปที่ 3.3(E) จากนั้นทำซ้ำในขั้นตอนเดียวกัน โดยเปลี่ยนภาชนะกระจกนาฬิกาที่บรรจุน้ำ DI ใหม่ทุกครั้งที่เจือจาง ทำซ้ำอย่างน้อย 2 ถึง 3 ครั้ง ในขั้นตอนนี้จำเป็นต้องใช้ความระมัดระวังอย่างมากในการย้ายแกรไฟน์ เนื่องจากแผ่นแกรไฟน์ที่ลอยอยู่บนน้ำ DI สามารถแตกหรือเสียหายได้ถ้าได้รับการกระทบกระเทือนจากแรงตึงผิวของน้ำ DI หรือเมื่อมีการสัมผัสของผิวหน้า DI ที่มีแกรไฟน์ลอยอยู่ด้านบน นอกจากนั้นการล้างหรือเจือจางสารละลายเฟอร์ริกไนเตรดที่ติดมากับแผ่นแกรไฟน์ออกเป็นการช่วยลดปริมาณของธาตุโลหะของเฟอร์ริกไนเตรดที่ติดมากับแผ่นแกรไฟน์หลังจากทำปฏิกิริยาหลังจากนั้นทำการเคลื่อนย้ายไปบนแผ่นแก้วสไลด์ที่มีขนาดกว้าง 22 มิลลิเมตร ยาว 22 มิลลิเมตร โดยใช้แผ่นแก้วสไลด์ในการซ้อนแผ่นแกรไฟน์ที่ลอยอยู่บนน้ำ DI ดังในรูปที่ 3.3(F) ซึ่งแรงตึงผิวจะทำให้แผ่นแกรไฟน์ติดแน่นอยู่กับแผ่นแก้วที่เป็นวัสดุฐาน จากนั้นทิ้งไว้ให้แห้งจะได้แผ่นแกรไฟน์อยู่แผ่นแก้วตามที่ต้องการดังแสดงในรูปที่ 3.3(G)

3.1.3 การฉายเลเซอร์ลงบนแผ่นเกรฟีนโดยใช้อุปกรณ์ LightScribe

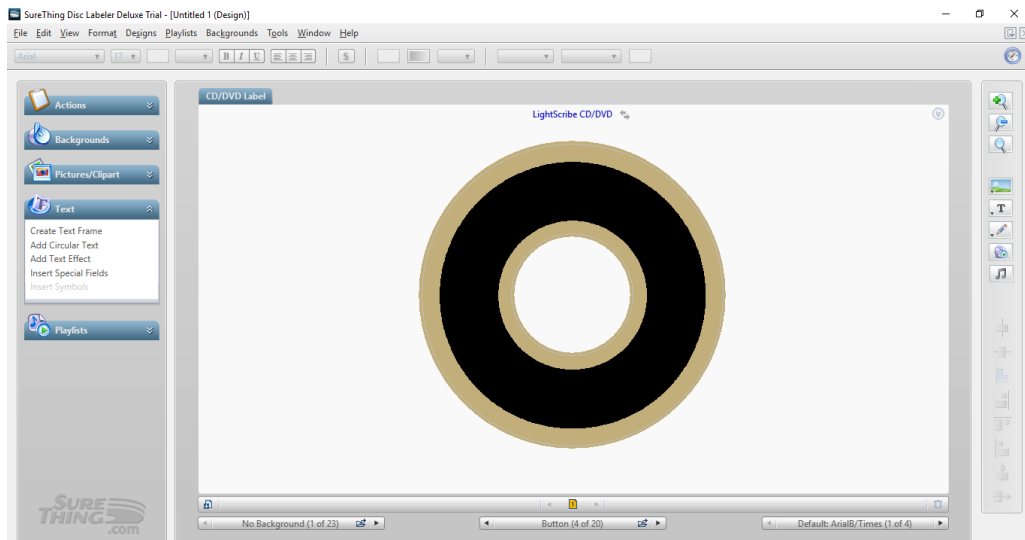
LightScribe คืออุปกรณ์เครื่องอ่านเขียนแผ่น DVD ที่สามารถเขียนลวดลายไปบนด้านปกแผ่นของ DVD ได้ ลักษณะอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.4(a)-(b) การฉายเลเซอร์บนเกรฟีนต้องนำแผ่นเกรฟีนที่อยู่แผ่นทองแดงมาติดกับแผ่น DVD โดยต้องติดแผ่นทองแดงให้แนบสนิทกับแผ่น DVD และต้องติดแผ่นทองแดงให้สมมาตรกันเพื่อให้แผ่น DVD ไม่เอียงมากเวลาหมุนด้วยความเร็วสูงดังในรูปที่ 3.5 โดยใช้เทปกาว จากนั้น นำแผ่น DVD ใส่เข้าไปในเครื่อง LightScribe ในลักษณะที่กล่าวปกแผ่น DVD เข้าหาหัวเลเซอร์ที่อยู่ด้านล่างของเครื่อง เพื่อการฉายเลเซอร์ลงบนแผ่นเกรฟีนโดยใช้ซอฟต์แวร์โปรแกรม SureThing disk labeler (รูปที่ 3.6) ในการออกแบบลวดลายหรือลักษณะรูปแบบในการฉายเลเซอร์ลงบนแผ่นเกรฟีน ซึ่งเวลาในการฉายเลเซอร์ลงบนเกรฟีนทั้งแผ่นเท่ากับ 15 นาที หลังจากฉายเลเซอร์เสร็จแล้วสามารถใช้วิธีตามหัวข้อที่ 3.1.2 ในการเคลื่อนย้ายเกรฟีนออกจากแผ่นทองแดงไปยังวัสดุฐานชนิดอื่นได้



รูปที่ 3.4 (a) อุปกรณ์เครื่องเขียนแผ่น DVD LightScribe ใช้เป็นอุปกรณ์ในการฉายเลเซอร์เพื่อทำลวดลายบนปกแผ่น DVD (b) ลักษณะการใช้ของอุปกรณ์เครื่อง LightScribe



รูปที่ 3.5 ลักษณะการติดชิ้นงานบนแผ่น DVD ซึ่งเป็นเกรฟีนที่อยู่บนวัสดุฐานแผ่นทองแดง ก่อนนำเข้าเครื่อง LightScribe

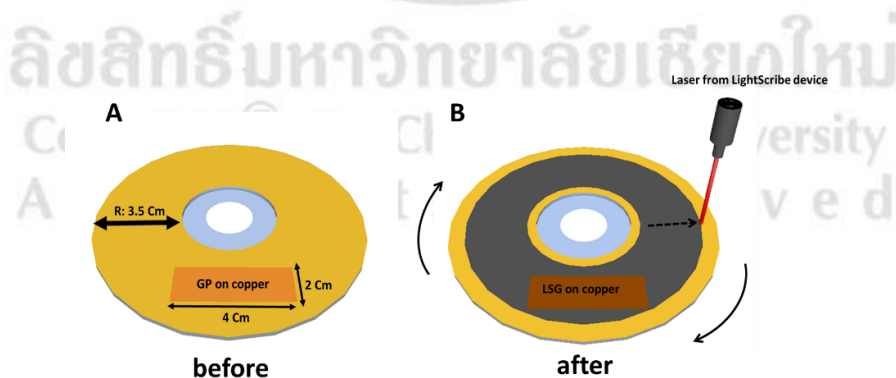


รูปที่ 3.6 ตัวอย่างการใช้งานโปรแกรม SureThing disk labeler 6.0 ในการออกแบบหรือทำตลาดของเลเซอร์บนปกแผ่น DVD แถบวงแหวนสีดำคือบริเวณที่จะทำการฉายเลเซอร์

❖ การคำนวณพลังงานของเลเซอร์ LightScribe

จากในหัวข้อที่ 3.1.3 ใช้อุปกรณ์ LightScribe ในการฉายไปบนชิ้นงานแกรฟีนที่อยู่บนแผ่นทองแดง ซึ่งติดอยู่กับแผ่น DVD ดังแสดงในรูปที่ 3.7A โดยจะทำการฉายแบบเต็มแผ่น DVD ดังแสดงในรูป 3.7B สามารถใช้ในการคำนวณหาพลังงานของเลเซอร์ที่ฉายไปบนชิ้นงานแกรฟีนโดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$\text{work [joules]} = \text{power [watt]} \times \text{times [seconds]} \quad (3.1)$$



รูปที่ 3.7 (A) แผนภาพแสดงแบบจำลองแผ่น DVD ที่มีแกรฟีนบนแผ่นทองแดงติดอยู่ (B) การฉายเลเซอร์เพื่อทำให้ชิ้นงาน GP กลายเป็น LSG

ในการคำนวณพลังงานของเลเซอร์ที่ฉายไปบนแผ่น DVD ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (D) เท่ากับ 12 เซนติเมตร ที่มีระยะห่างระหว่างขอบในกับขอบนอกของแผ่น DVD (R) เท่ากับ 3.5 เซนติเมตร โดยมีแผ่นทองแดงแกรฟีนรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดความกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 4 เซนติเมตร ติดอยู่ด้านบนแผ่น DVD เมื่อกำลังของเลเซอร์ที่ออกมาจากอุปกรณ์ LightScribe คือ 5 mW ความยาวคลื่น 788 nm [72] และใช้เวลาในการฉายเลเซอร์ทั้งหมด 36 นาทีบนแผ่น DVD พลังงานของเลเซอร์ที่ฉายบนพื้นที่ของแผ่น DVD ทั้งหมดได้ในจากสมการที่ 3.2

ซึ่งพลังงานของเลเซอร์ฉายไปบนแกรฟีน (light scribe power_{graphene}) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.3

$$\text{work [joules]} = 5 \times 10^{-3} [\text{watt}] \times (36 \times 60 \times 60) [\text{seconds}] \quad (3.2)$$

$$\text{work [joules]} = 648 \text{ joules}$$

$$(\text{light scribe power}_{\text{graphene}}) = \frac{\text{graphene area}}{\text{DVD area}} \times 648 \text{ joules} \quad (3.3)$$

$$(\text{light scribe power}_{\text{graphene}}) = \frac{2 \times 4 [\text{cm}^2]}{\pi \left(\left(\frac{D}{2} \right)^2 - \left(\frac{D}{2} - R \right)^2 \right) [\text{cm}^2]} \times 648 \text{ joules}$$

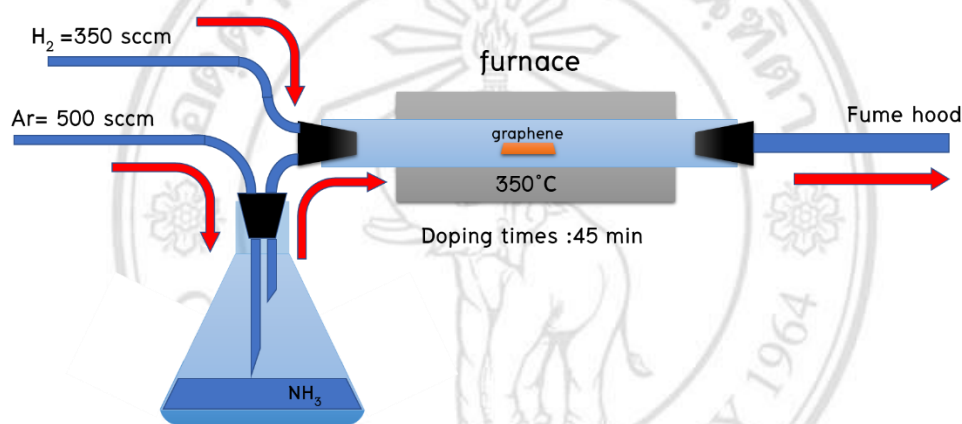
$$(\text{light scribe power}_{\text{graphene}}) = 55.466 \text{ joules}$$

ดังนั้นเราจะได้ว่ามีพลังงานจากเลเซอร์ฉายไปยังแกรฟีนเป็นปริมาณเท่ากับ 55.47 joules

3.1.4 การเจือแกรฟีนด้วยการอบอ่อน

แกรฟีนที่ผ่านการย้ายจากแผ่นทองแดงไปยังแผ่นแก้วจะถูกนำไปใส่ท่อควอตซ์ในเตาที่ใช้ใน CVD แล้วทำการอบอ่อน (annealing) ขึ้นงานแกรฟีนภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน (500 sccm) และไฮโดรเจน (350 sccm) ที่อุณหภูมิ 350°C ณ ความดันบรรยากาศ ในระบบการส่งแก๊สของ CVD ได้ดัดแปลงให้แก๊สอาร์กอนไหลผ่านขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask) ที่บรรจุแอมโมเนียซึ่งเป็นของเหลวทำให้เกิดฟองแก๊ส (bubbling) ของแก๊สอาร์กอนเพื่อให้เกิดไอระเหยของแอมโมเนีย โดยไอ

แอมโมเนียนี้จะผ่านท่อควอตซ์ที่อุณหภูมิ 350 °C ทำให้ไอแอมโมเนีย (NH_3) เกิดการแตกตัวเป็นอะตอมของไนโตรเจนและไฮโดรเจน ซึ่งอะตอมของไนโตรเจนจำนวนหนึ่งจะไปทำปฏิกิริยากับแกรฟีน ในลักษณะของการแทรกตัวหรือเกาะตัวบนแกรฟีนซึ่งแสดงถึงการเจือไนโตรเจนในแกรฟีน โดยแก๊สอาร์กอนและแอมโมเนียจะถูกส่งออกจากระบบผ่านสายท่อไปยังเครื่องดูดควันโดยตรง ในที่นี้โรตารีปั๊มไม่ได้ถูกต่อเข้ากับท่อควอตซ์ โดยใช้เวลาในการเจือทั้งหมด 45 นาที ดังแสดงในรูปที่ 3.8 จากนั้นทำการปิดแก๊สอาร์กอนและปล่อยให้อุณหภูมิของเตาและชิ้นงานลดลงจะกระทั่งถึงอุณหภูมิห้อง (25°C) จึงได้แกรฟีนที่เจือด้วยไนโตรเจนด้วยแอมโมเนีย [73, 74] เช่นเดียวกับการเจือไนโตรเจนในแกรฟีนวิธีอื่น



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการเจือแกรฟีนด้วยไอของแอมโมเนีย

3.2 การตรวจวัดการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลของชิ้นงาน

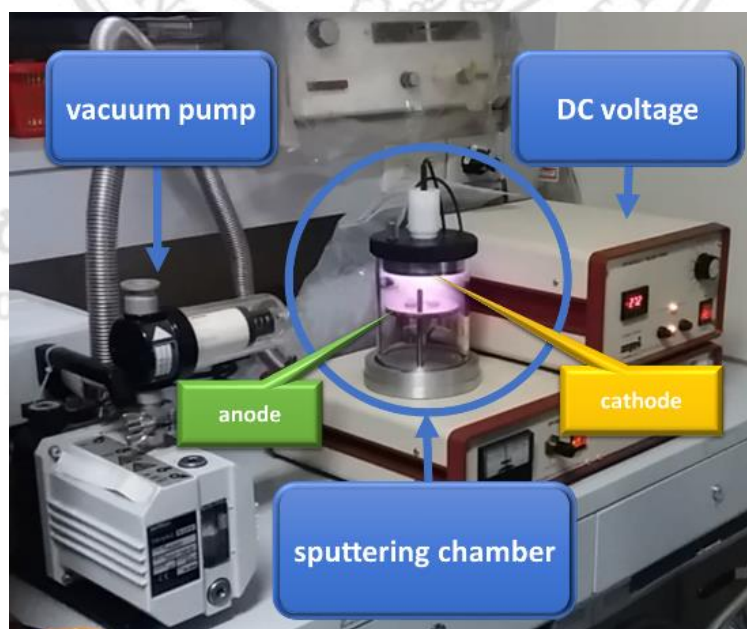
การนำชิ้นงานมาตรวจวัดกับแก๊สเอทานอลเป็นการนำชิ้นงานแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงจากขั้นตอนการทดลองตั้งแต่ในหัวข้อที่ 3.1.1 ถึง 3.1.4 มาใช้วัดการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลโดยวัดความต้านทานในขณะปล่อยแก๊สเอทานอลในช่วงเวลาหนึ่ง มีการเตรียมชิ้นงานดังแสดงในตารางที่ 2 ประกอบด้วย

- ❖ ชิ้นงานที่ 1 คือแกรฟีนที่มาจากการสังเคราะห์โดยวิธี CVD ในหัวข้อที่ 3.1.1 โดยถูกย้ายจากวัสดุฐานที่เป็นแผ่นทองแดงไปบนแผ่นแก้วซึ่งจะทำการเรียกชิ้นงานนี้ว่า “as grown graphene” หรือ “GP”
- ❖ ชิ้นงานที่ 2 เป็นแกรฟีนที่ถูกฉายด้วยเลเซอร์จากอุปกรณ์ LightScribe ตามวิธีในหัวข้อที่ 3.1.3 จากนั้นทำการย้ายแกรฟีนไปบนแผ่นแก้วเรียบโดยจะเรียกชิ้นงานนี้ว่า “LightScribe graphene” หรือ LSG
- ❖ ชิ้นงานที่ 3 ทำการเตรียมแบบเดียวกับชิ้นที่ 1 แต่ทำการเจือด้วยแอมโมเนียตามวิธีในหัวข้อที่ 3.1.4 เรียกชิ้นงานนี้ว่า “graphene doped N” หรือ “N-GP”
- ❖ ชิ้นงานที่ 4 เป็นชิ้นงานที่ผ่านทุกขั้นตอนการทดลองตั้งแต่หัวข้อที่ 3.1.1 ถึง 3.1.4 คือเตรียมแกรฟีนจากกระบวนการ CVD ในหัวข้อที่ 3.1.1 ซึ่งจะได้แกรฟีนที่อยู่บนแผ่นทองแดงจากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการฉายเลเซอร์โดยอุปกรณ์ LightScribe ของหัวข้อที่ 3.1.3 จากนั้นทำการย้ายแกรฟีนที่ได้หลังจากการฉายเลเซอร์ไปบนแผ่นแก้วโดยใช้วิธีตามหัวข้อที่ 3.1.2 ซึ่งจะได้แกรฟีนที่ถูกฉายด้วยเลเซอร์อยู่บนแผ่นแก้วจากนั้นทำการเจือด้วยแอมโมเนียตามวิธีในหัวข้อที่ 3.1.4 จะได้เป็นชิ้นงานที่ 4 เรียกว่า “graphene LightScribe doped-N” หรือ “N-LSG”

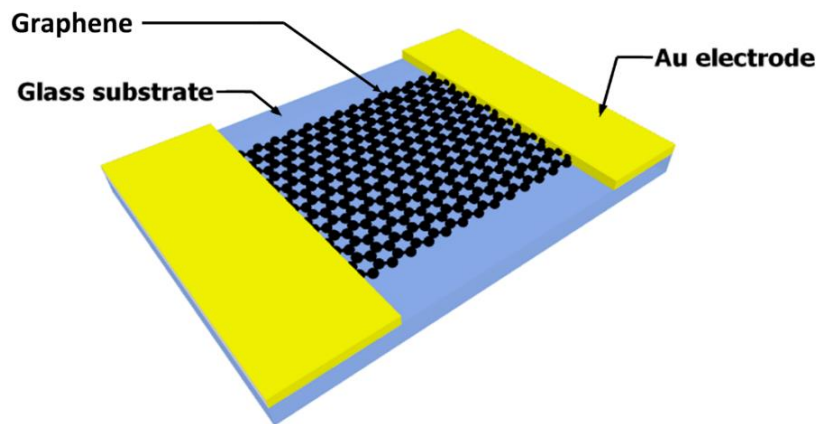
ตารางที่ 2 สรุปขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานสำหรับชิ้นงานแกรฟีนและแกรฟีนที่ได้รับการดัดแปลง

sample	process	results	label
1	-	as grown graphene	GP
2	incident laser on graphene by LightScribe	LightScribe graphene	LSG
3	dope N ₂ in graphene by ammonia	graphene doped N	N-GP
4	incident laser on graphene by LightScribe + Dope N in graphene by ammonia	graphene LightScribe doped N	N-LSG

การปรับปรุงแกรฟีนเพื่อนำมาเป็นเซนเซอร์สำหรับตรวจวัดแก๊สเอทานอลทั้ง 4 แบบในข้างต้นจะถูกนำมาเคลือบทองเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้าโดยใช้วิธีสปัตเตอริงฟิล์มบางของทอง (SPI-MODULE Gold Coater) ไปบนชิ้นงานแกรฟีน ซึ่งใช้เวลาในการเคลือบนาน 60 วินาที โดยมีองค์ประกอบของเครื่องดังแสดงในรูปที่ 3.9 เราต้องนำชิ้นงานที่ต้องการเคลือบด้วยทองวางในแชมเบอร์ (sputtering chamber) โดยใช้แผ่นฟรอยด์เป็นหน้ากาก (mask) ปิดลงบนชิ้นงานตรงบริเวณที่ไม่ต้องการให้อนุภาคของทองตกสะสมเป็นฟิล์มในบริเวณดังกล่าว [75, 76] ระบบสปัตเตอริงที่ใช้เป็นแบบไดโอด (diode sputtering) ซึ่งมีองค์ประกอบคือ คู่ของขั้วไฟฟ้าแบบระนาบที่อยู่ในแชมเบอร์ โดยขั้วไฟฟ้าด้านหนึ่งที่เป็นขั้วบวกเรียกว่า “แคโทดเย็น” (cold cathode) และอีกขั้วหนึ่งที่เป็นขั้วลบเรียกว่า “แอโนด” (anode) โดยที่ผิวหน้าของแคโทดจะถูกปิดด้วยทองที่ใช้เป็นสารเคลือบอยู่ทางด้านบน ส่วนชิ้นงานจะวางอยู่บนแอโนดที่อยู่ทางด้านล่าง การสปัตเตอริงฟิล์มบางของทองภายในแชมเบอร์จะมีการเติมแก๊สสปัตเตอร์ซึ่งในที่นี้ใช้แก๊สอาร์กอนในกระบวนการเคลือบฟิล์ม ในการเคลือบนั้นจะใช้สนามไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าทำให้อะตอมของอาร์กอนแตกตัวเป็นไอออนบวกของอาร์กอน (Ar^+) โดยไอออนของอาร์กอนที่จะถูกเร่งไปยังขั้วแคโทดไปชนกับตัวเป้าหมายที่เป็นทองทำให้ได้อะตอมของทองหลุดออกมาตกสะสมบนชิ้นงาน ทั้งนี้ระดับความดัน 10^{-3} Torr ที่ใช้ในการสปัตเตอริงจะถูกควบคุมโดยระบบปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) ในการควบคุมการตกสะสมของอนุภาคทองบนชิ้นงาน

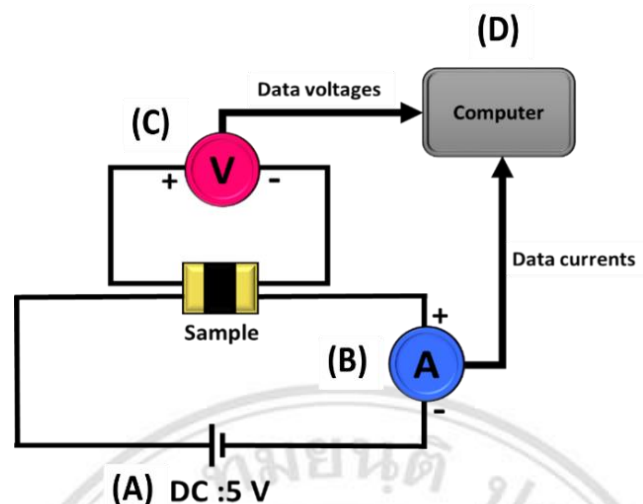


รูปที่ 3.9 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเคลือบทองเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้าของชิ้นงานแกรฟีนด้วยวิธีสปัตเตอริง



รูปที่ 3.9 แผนภาพชิ้นงานแกรฟีนเซนเซอร์ที่ผ่านการทำขั้วโดยการเคลือบทองในบริเวณปลายสองข้างของแกรฟีนด้วยวิธีวิธีสปัตเตอร์ริง

หลังจากทำการเคลือบทองเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้าจะได้ชิ้นงานที่มีลักษณะตามแผนภาพในรูปที่ 3.10 จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการวัดค่าสภาพการนำไฟฟ้าโดยใช้วิธีการวัดแบบสองขั้วไฟฟ้า (two probe electrical resistances) ผ่านความต่างศักย์ ± 5.0 โวลต์ โดยการนำชิ้นงานทำการต่อเข้าวงจรสำหรับการวัดค่าสภาพการนำไฟฟ้างดังแสดงในแผนภาพในรูปที่ 3.11 วงจรที่ใช้วัดประกอบด้วย (A) แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply) ทำหน้าที่จ่ายแรงดัน ± 5 โวลต์ ให้แก่วงจรและใช้ (B) เครื่องวัดกระแสไฟฟ้า (Keithley196) ในการวัดกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นงานแกรฟีนซึ่งจะถูกครอบด้วย (C) อุปกรณ์วัดความต่างศักย์ (Agilent 34970A) ซึ่งทำการวัดค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสองของแกรฟีน โดยทำการวัดเริ่มจากที่ความต่างศักย์ -5 โวลต์ ไปจนถึง 5 โวลต์ ซึ่งค่าข้อมูลที่ได้จากทั้งสองอุปกรณ์ข้อมูลจะถูกบันทึกโดย (D) คอมพิวเตอร์ที่เชื่อมต่ออยู่กับเครื่องวัด (B) และ (C) ดังในแผนภาพรูปที่ 3.11 ซึ่งผลลัพธ์จากการทดลองจะนำเสนอในรูปแบบของค่าความต้านทานกับค่าของกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นงานแกรฟีนในแต่ละค่าความต่างศักย์ที่ต่อให้กับตัวชิ้นงาน ซึ่งสามารถนำข้อมูลที่ได้คำนวณเพื่อหาค่าสภาพการนำไฟฟ้าในแกรฟีนต่อไป



รูปที่ 3.11 แผนภาพแสดงวงจรที่ใช้ในการวัดค่าความต้านทานของชิ้นงานเกรฟีน ประกอบด้วย (A) อุปกรณ์ควบคุมแรงดันกระแสตรงของวงจรที่จ่ายแรงดัน 5 โวลต์ (DC power supply) ให้กับชิ้นงาน ซึ่งจะทำการจ่ายแรงดันผ่าน (B) อุปกรณ์ตรวจวัดกระแส (Keithley 196) ที่แสดงโดยสัญลักษณ์ A และมี (C) อุปกรณ์ที่ใช้วัดความต่างศักย์ (Agilent 34970A) ที่แสดงโดยใช้สัญลักษณ์ V ซึ่งข้อมูลทั้งหมดจะถูกส่งไปยัง (D) คอมพิวเตอร์เพื่อทำการวิเคราะห์และประมวลผลสภาพการนำไฟฟ้าในชิ้นงาน เกรฟีน

จากนั้นเราจะทำการทดสอบชิ้นงานในการตอบสนองกับแก๊สเอทานอล โดยการปล่อยแก๊สอาร์กอนที่ความดัน 1 atm เข้าไปในขวดแก้วที่บรรจุสารละลายของเอทานอลจำนวนหนึ่งโดยสารละลายเอทานอลที่ใช้ในการทดสอบแก๊สเซนเซอร์จะทำในระดับความเข้มข้นหนึ่งในล้านส่วน (parts per million, ppm) ซึ่งจะเตรียมความเข้มข้น (concentrations) ที่ 25, 50, 100 และ 200 ppm โดยใช้น้ำ DI ปริมาตร 400 มิลลิลิตร เป็นตัวทำละลาย (solvent volume) และใช้เอทานอลในปริมาณ 0.01, 0.02, 0.04 และ 0.08 มิลลิลิตร เป็นตัวละลาย (solute volume) การเตรียมสารละลายเอทานอลในแต่ละค่าความเข้มข้น สามารถทำการคำนวณสัดส่วนของตัวละลายและตัวทำละลายได้จากสมการที่ 3.4 โดยใช้ข้อมูลจากตารางที่ 3

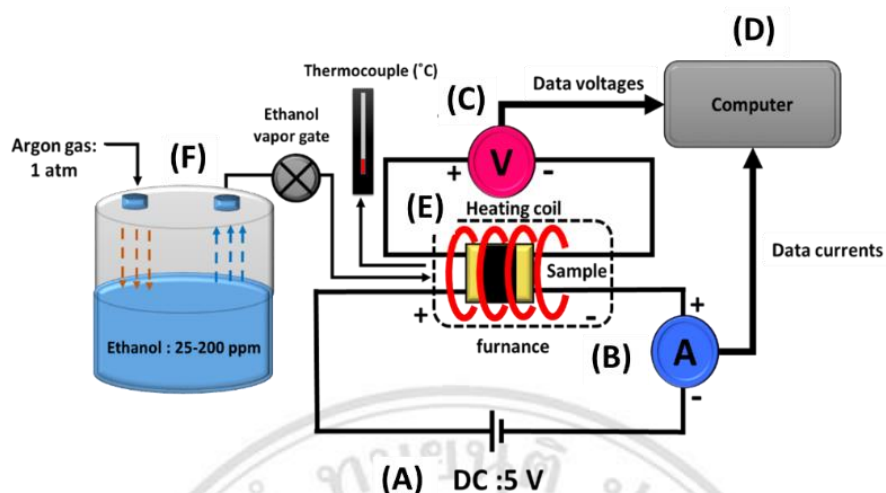
$$\text{concentrations[ppm]} = (\text{solute volume[ml]} / \text{solvent volume[ml]}) \times 10^{-6} \quad (3.4)$$

ตารางที่ 3 การเตรียมความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล

concentration (ppm)	solute volume (ml)	solvent volume (ml)
25	0.01	400
50	0.02	400
100	0.04	400
200	0.08	400

ต่ออุปกรณ์ดังในรูปที่ 3.12 และทำการปล่อยแก๊สอาร์กอนลงไปในสารละลายเอทานอลทำให้เกิดฟองอากาศขึ้น (bubbling) ที่ผิวของสารละลายเกิดเป็นไอของแก๊สเอทานอล แก๊สของเอทานอลนี้จะถูกกั้นด้วย (F) วาล์ว (ethanol vapor gate) โดยตัววาล์วทำหน้าที่ควบคุมการไหลของแก๊สเอทานอลไปยังบริเวณที่มีการตรวจวัดแก๊สเซนเซอร์ โดยวาล์วนี้จะถูกเปิดเมื่อทำการวัดการตอบสนองกับแก๊ส และถูกปิดเมื่อการวัดเสร็จสิ้นซึ่งเป็น (E) เตา (furnace) ที่สามารถให้ความร้อนด้วยการให้กระแสผ่านขดลวดนิโครม (heating coils) โดยบริเวณดังกล่าวใช้เป็นตำแหน่งในการบรรจุชิ้นงานที่จะทำการตรวจวัดแก๊สเซนเซอร์ พร้อมกับมีการตรวจสอบอุณหภูมิภายในเตาด้วยอุปกรณ์วัดอุณหภูมิ (thermocouple) ที่อยู่ในเตา และสามารถปรับอุณหภูมิในการทดสอบได้สูงสุดถึง 500 °C

ต่อไปเราจะทำการตรวจวัดชิ้นงานที่มีอยู่ทั้งหมด 4 ชิ้น ได้แก่ GP, LSG, N-GP และ N-LSG โดยในชิ้นงานหนึ่งชิ้นจะทำการตรวจวัดค่าความต้านทานของชิ้นงานที่อุณหภูมิ 25, 100 และ 150 °C ด้วยความเข้มข้นของแก๊สเอทานอล 25, 50, 100 และ 200 ppm ซึ่งการวัดแบ่งเป็น 2 ช่วง คือ ช่วงของการปล่อยแก๊สเข้าไปทำปฏิกิริยากับชิ้นงานและช่วงของการปิดแก๊ส โดยแต่ละช่วงใช้เวลา 60 วินาที ซึ่งทำการวัดในทุกความเข้มข้นของแก๊สเอทานอลที่ใช้ทำการทดสอบ จากนั้นจึงเพิ่มระยะเวลาในการปล่อยแก๊สเป็น 100 วินาที และทำการวัดเช่นเดิม ดังนั้น ชิ้นงานหนึ่งชิ้นจะทำการตรวจค่าความต้านทานทั้งหมด 24 ครั้ง สำหรับ 4 ชิ้นงานจะต้องทำการตรวจวัดทั้งหมด 96 ครั้ง



รูปที่ 3.12 แผนภาพแสดงวงจรสำหรับทดสอบชิ้นงานเกรฟีน มีองค์ประกอบแบบเดียวกับวงจรที่วัดสภาพการนำไฟฟ้าในเกรฟีน โดยมีอุปกรณ์เพิ่มเติมในส่วนของการควบคุมการปล่อยแก๊สเอทานอล (ethanol vapor pump) เข้าไปทำปฏิกิริยากับชิ้นงานเกรฟีนในตำแหน่งที่ (F) และมีการเพิ่มอุณหภูมิให้กับชิ้นงานระหว่างการทดสอบ โดยใช้ (E) เตาขดลวดนิโครม (heating coil) ในการให้ความร้อน โดยข้อมูลที่วัดได้จะถูกส่งไปยัง (D) คอมพิวเตอร์

3.2.1 ตัวอย่างการวิเคราะห์ข้อมูลการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอล

จากในต้นหัวข้อ 3.2 ได้อธิบายรายละเอียดการวัดการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลของชิ้นงานในที่นี้จะยกตัวอย่างเพื่อสาธิตขั้นตอนการวิเคราะห์ผลลัพธ์สำหรับชิ้นงานเกรฟีนที่เจือด้วยไนโตรเจน (N-GP) ที่อุณหภูมิ 25 °C ทดสอบกับแก๊สเอทานอลที่มีความเข้มข้น 25 ppm โดยกำหนดช่วงเวลากการปล่อยแก๊ส 100 วินาที ดังแสดงในรูปที่ 3.13 ซึ่งสามารถหาค่าความต้านทานในช่วงก่อนเปิดแก๊ส (R_{air}) และหลังการเปิดแก๊ส (R_{gas}) ได้ ดังในรูปที่ 3.13A ซึ่งจากค่าความต้านทานทั้งสองค่า สามารถนำไปคำนวณเพื่อหาค่าการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลของเกรฟีนที่ให้เข้าไปในชิ้นงานเกรฟีน (sensitivity) [7] ได้จากสมการที่ 3.5 ดังนี้

$$\text{response}[\%] = \left(\frac{R_{air} - R_{gas}}{R_{air}} \right) \times 100 \quad (3.5)$$

นอกจากนั้นเราสามารถใช้ข้อมูลชุดเดียวกันในการคำนวณเพื่อหาเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลในชิ้นงานเกรฟีนแบบ N-GP โดยจำแนกเป็น 2 รูปแบบ ได้แก่ $T_{response}$ คือ ช่วงเวลาที่ใช้หลังเปิดแก๊สเอทานอลทำให้ ค่าความต้านทานมีค่าลดลงเท่ากับ 90% [7] ของผลต่างระหว่าง R_{air}

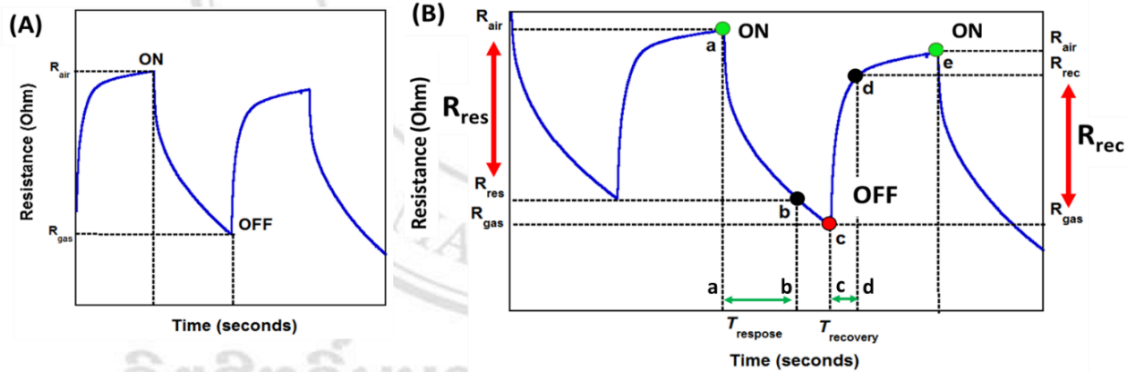
กับ R_{gas} จากค่า R_{air} โดยจะเป็นช่วงเวลาที่ตำแหน่ง a ถึง b ดังแสดงในรูปที่ 3.12B ค่าความต้านทานของการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอล (R_{res}) คำนวณได้จากสมการที่ 3.6 และคำนวณหาช่วงเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สของ N-GP คือ $T_{response}$ ตามสมการที่ 3.8 สำหรับ $T_{recovery}$ คือ ช่วงเวลาในการปิดแก๊สเอทานอลที่ทำให้ค่าความต้านทานเพิ่มสูงขึ้นเท่ากับ 90% [7] ของผลต่างระหว่าง R_{air} กับ R_{gas} จากค่า R_{gas} นั่นก็คือ เวลา ณ ตำแหน่ง c ถึง d ของรูปที่ 3.12B และคำนวณค่าความต้านทานดังกล่าวได้จากสมการที่ 3.7 โดยจะเป็นค่าความต้านทานของการคืนสภาพของ N-GP ต่อแก๊สเอทานอล (R_{res}) ช่วงเวลาในการคืนสภาพของ N-GP หลังการปิดแก๊สเอทานอล คือ ค่า $T_{recovery}$ หาได้จากสมการที่ 3.9

$$R_{res} [\text{Ohm}] = R_{air} - (R_{air} - R_{gas}) \times 90\% \quad (3.6)$$

$$R_{rec} [\text{Ohm}] = R_{gas} + (R_{air} - R_{gas}) \times 90\% \quad (3.7)$$

$$T_{response} [s] = (b-a) \quad (3.8)$$

$$T_{recovery} [s] = (d-c) \quad (3.9)$$



รูปที่ 3.13 การคำนวณค่าทดสอบการตอบสนองของแกรฟีนแบบ N-GP โดยทดสอบที่ความเข้มข้นของแก๊สเอทานอล 25 ppm ณ อุณหภูมิ 25 °C ช่วงเวลาในการเปิดแก๊สเท่ากับ 100 วินาที (A) การตอบสนองของ N-GP สำหรับความต้านทานในช่วงที่มีการเปิดและปิดแก๊สเอทานอล (B) การวิเคราะห์หาช่วงเวลาที N-GP สามารถตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลและช่วงเวลาในการคืนสภาพ

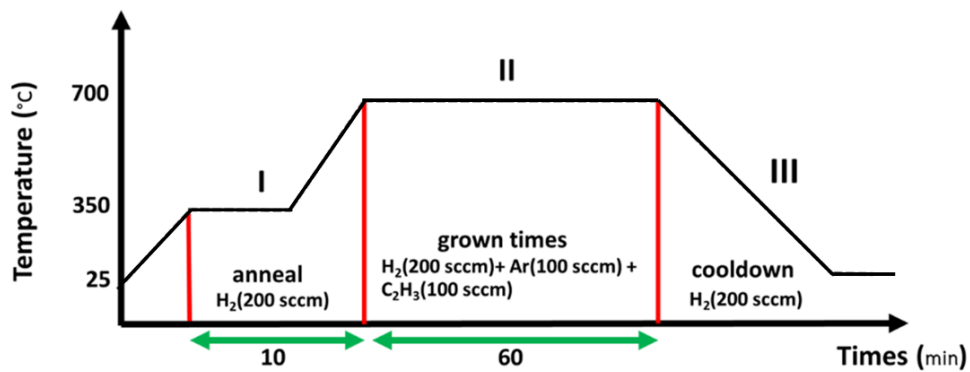
3.3 กระบวนการสร้างอุปกรณ์โฟโตดีเทคเตอร์

จากวัตถุประสงค์ของงานวิจัยที่ต้องการสร้างอุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจจับแสงอินฟราเรด ซึ่งแกรฟีนและท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัสดุหลักในการสร้างและออกแบบอุปกรณ์โฟโตดีเทคเตอร์ [77] ดังนั้น จากข้อมูลในหัวข้อ 2.2 และ 2.3 สามารถนำมาประยุกต์เพื่อใช้ในการสังเคราะห์แกรฟีนและท่อนาโนคาร์บอนสำหรับเป็นส่วนประกอบในการสร้างอุปกรณ์โฟโตดีเทคเตอร์

3.3.1 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนในลักษณะที่ติดจากกับวัสดุฐาน (VACNTs)

ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนเริ่มจากการเตรียมฟิล์มบางของโลหะบนวัสดุฐานที่เป็นแผ่นควอตซ์ โดยใช้เทคนิคอาร์คดิสชาร์จ (arc-discharge) ซึ่งในการทดลองนี้ใช้ฟิล์ม 2 ชนิด ได้แก่ ฟิล์มบางของเหล็กและอะลูมิเนียม ทำการเคลือบฟิล์มโลหะเหล็กจากนั้นตามด้วยฟิล์มของอะลูมิเนียมตามลำดับ ในสุญญากาศที่ระดับความดัน 1.6×10^{-6} bar ทำการเคลือบด้วยระดับความหนาในระดับนาโนเมตร ซึ่งความหนาคำนวณจากจำนวนพัลส์ (pulse) โดยฟิล์มที่ได้จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

เมื่อได้ฟิล์มสำหรับการปลูกท่อนาโนคาร์บอน จากนั้นจึงทำปลูกท่อนาโนคาร์บอนโดยการตกสะสมไอเคมีในความดันบรรยากาศ (APCVD) โดยวางชิ้นงานบนตัวรองรับชิ้นงาน (boat) และนำไปวางในท่อควอตซ์ ซึ่งในที่นี้ใช้เป็น 챔เบอร์สำหรับการสังเคราะห์ การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ใช้แก๊สไฮโดรเจน 300 sccm สำหรับการอบชิ้นงานที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 700°C จากนั้นปล่อยแก๊สอาร์กอน 150 sccm ไปยังขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer Flask) ซึ่งภายในบรรจุเอทานอลที่เป็นของเหลวในปริมาณ 350 มิลลิลิตร เพื่อกระตุ้นให้เกิดฟองในของเหลวเอทานอล และเกิดเป็นไอของแอมโมเนีย [78] แพร่เข้าไปยัง 챔เบอร์ที่บรรจุชิ้นงานไว้ จากนั้นเปิดแก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2) 100 sccm ซึ่งเป็นแหล่งที่ให้คาร์บอนในการสังเคราะห์เข้าไปใน 챔เบอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.14 การสังเคราะห์ข้างต้นใช้เวลา 60 นาที จากนั้นปล่อยเตาเผาทิ้งไว้ให้เย็นตัวในบรรยากาศจึงจะเก็บชิ้นงานออกมาจาก 챔เบอร์ได้ เพื่อนำมาสร้างเป็นวัสดุฐานของโฟโตดีเทคเตอร์ในขั้นตอนถัดไปต่อไป



รูปที่ 3.14 กระบวนการสังเคราะห์ VACNT ในระบบ CVD

3.3.2 การสร้างชิ้นงานโฟโตดีเทคเตอร์

จากวัตถุประสงค์หลักของการทดลองนี้คือการสร้างอุปกรณ์โฟโตดีเทคเตอร์ซึ่งมีส่วนองค์ประกอบหลักเป็นแกรฟีนและท่อนาโนคาร์บอนประกบติดกันดังแสดงในรูปที่ 3.14 ดังนั้นการออกแบบชิ้นงานจึงแบ่งเป็น 2 ส่วน ส่วนที่หนึ่งเป็นการเตรียมแกรฟีนที่ได้จากการสังเคราะห์ตามขั้นตอนในหัวข้อที่ 3.1.1 และหลังจากสังเคราะห์แกรฟีนจะได้แกรฟีนบางบนแผ่นทองแดง จากนั้นนำแกรฟีนไปทำการเจือด้วยอะตอมของไนโตรเจน ผ่านไอระเหยของแอมโมเนีย ซึ่งเป็นขั้นตอนที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 3.1.4 โดยขั้นตอนในการเจือจะทำการกำหนดระยะเวลาในการเจือตั้งแต่ 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 350 °C

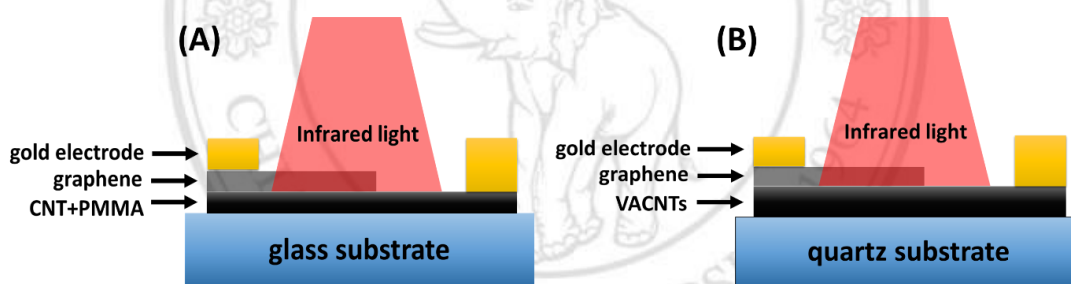
ส่วนที่สองของชิ้นงาน เป็นส่วนของการเตรียมท่อนาโนคาร์บอนจากกระบวนการ APCVD ซึ่งได้อธิบายขั้นตอนการทดลองไว้ก่อนหน้านี้ในหัวข้อ 3.2.1 การเตรียมชิ้นงานในส่วนของท่อนาโนคาร์บอนจะจำแนกออกเป็น 2 ลักษณะ คือ ส่วนของชิ้นงานที่เตรียมจากท่อนาโนคาร์บอนที่เป็นผงอนุภาคผสมกับ PMMA ดังในรูป 3.15A และส่วนของชิ้นงานที่เตรียมโดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนแบบตั้งฉากกับวัสดุฐาน (VACNTs) แสดงในรูป 3.15B

สำหรับการเตรียมชิ้นงานจากท่อนาโนคาร์บอนแบบผงอนุภาคทำการเตรียมสารละลายพอลิเมทิลเมทาไครเลต poly(methyl methacrylate) หรือ PMMA จากการผสมระหว่างพอลิเมทิลเมทาไครเลตปริมาณ 5 กรัม ลงในตัวทำละลายอะนิโซล (anisole) ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 180 นาที จากนั้นผสมผงอนุภาคที่เป็นท่อนาโนคาร์บอนในปริมาณ 3 กรัม ทำการคนให้ผงท่อนาโนคาร์บอนให้กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอจากนั้นทำการอบต่อไป 180 นาที ที่อุณหภูมิ 150 °C จากนั้นนำสารละลายที่ได้ทำการเคลือบลงบนแผ่นแก้วสไลด์ขนาด 1 X 1 cm² โดยวิธี

จุ่มเคลือบ (dip coating) และทิ้งไว้ให้แห้งในบรรยากาศ จะได้ฟิล์มที่ผสมระหว่าง PMMA และท่อนาโนคาร์บอน (CNT-PMMA) [79]

ส่วนในกรณีของท่อนาโนคาร์บอนแบบตั้งฉากกับวัสดุฐาน จะทำการรีดให้ท่อนาโนคาร์บอนที่สูงขึ้นมาจากวัสดุฐานให้มีลักษณะไปในทิศทางเดียวกันซึ่งจะทำโดยการให้แผ่นแก้วสไลด์วางแนบลงไปกับท่อนาโนคาร์บอนเพื่อท่อนาโนคาร์บอนมีลักษณะที่เอียงไปในทิศทางเดียวกับแผ่นสไลด์ที่ปิดทับด้านบน รอเวลาจะกว่าท่อนาโนคาร์บอนที่ถูกรีดจะอยู่ตัวจึงทำการทดลองในขั้นตอนถัดไป

หลังจากได้ส่วนประกอบของชิ้นงานทั้งสองส่วนคือ แกร์ฟีนที่ถูกเจือด้วยอะตอมของไนโตรเจน ท่อนาโนคาร์บอนที่ติดกับวัสดุฐาน จึงทำการประกบแผ่นแกร์ฟีนลงบนท่อนาโนคาร์บอน เริ่มจากการกัดแผ่นทองออกจากแกร์ฟีนโดยใช้วิธีในหัวข้อ 3.1.2 จากนั้นทำการย้ายแกร์ฟีนมาวางทับบนชิ้นงานที่เป็นท่อนาโนคาร์บอนโดยพื้นที่ที่แกร์ฟีนที่วางทับบนท่อนาโนคาร์บอนจะเป็นครึ่งหนึ่งของพื้นที่ทั้งหมดของชิ้นงานท่อนาโนคาร์บอน จากนั้นนำชิ้นงานดังกล่าวไปอบด้วยความร้อนที่ 150°C

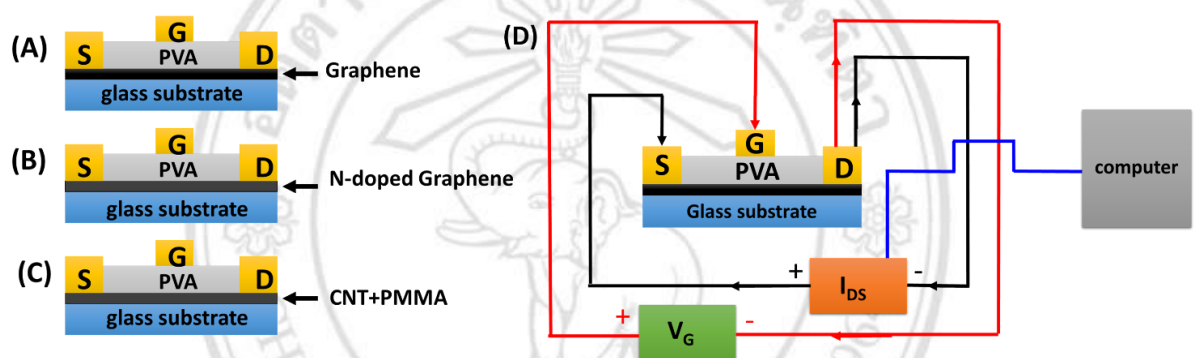


รูปที่ 3.15 รูปแบบของชิ้นงานโฟโตดีเทคเตอร์ที่ทำจากแกร์ฟีนและVACNT ซึ่งจะตรวจสอบการตอบสนองด้วยแสงเลเซอร์อินฟราเรด

3.3.3 การวัดสมบัติทางไฟฟ้าของส่วนประกอบของโฟโตดีเทคเตอร์

จากในหัวข้อ 3.3.2 โฟโตดีเทคเตอร์มีส่วนประกอบของแกร์ฟีนและท่อนาโนคาร์บอนที่ผสมกับ PMMA ก่อนทำการขึ้นรูปเป็นฟิล์มของท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าจะทำโดยออกแบบชิ้นงานให้อยู่ในรูปแบบของ FET ซึ่งจะประกอบด้วย 3 ขั้วได้แก่ ขั้วซอร์ส (source, S) ขั้วเกต (gate, G) และขั้วเดรน (drain, D) โดยแต่ละขั้วของชิ้นงานจะถูกกั้นด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol, PVA) ซึ่งตัวชิ้นงานที่ต้องการวัดจะอยู่ด้านล่างของขั้วทั้งสามดังแสดงในรูปที่ 3.16 (A)-(C) และเมื่อทำการตรวจวัดจะต่อวงจรแบบในรูปที่ 3.16(D) โดย I_{DS} คือ Keithley 2611 จะทำหน้าที่จ่ายแรงดันไฟฟ้าไปยังขั้ว S และผ่านไปยังขั้ว D เพื่อกระตุ้นให้มีอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ภายใน

ชิ้นงานซึ่งมีค่าเท่ากับ 100 มิลลิโวลต์ จากนั้นใช้แหล่งจ่ายแรงดันไฟฟ้าอีกแหล่งหนึ่งในการป้อนแรงดันไฟฟ้าให้กับขั้ว G ผ่าน V_G (GW model:GPC-1850D) ในการให้แรงดันไฟฟ้าไปยังขั้ว G และผ่านออกมาที่ขั้ว D ของชิ้นงานด้วยแรงดันในช่วง -4 โวลต์ ถึง +4 โวลต์ โดยแรงดันไฟฟ้าที่ป้อนเข้าไปในขั้ว G จะหน้าที่เป็นวาล์วควบคุมการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจากขั้ว S ไปยังขั้ว D โดยมีวัสดุตัวกลางเป็น แกรฟีนและแกรฟีนที่ถูกเจือด้วยไนโตรเจนและท่อนาโนคาร์บอนที่มีส่วนผสมของ PMMA ซึ่งพฤติกรรมเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจากการตรวจสอบด้วยวิธีนี้ จะสามารถอธิบายสมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงานที่ถูกนำมาเป็นตัวกลางในการวัดได้ เช่น ใช้จำแนกชนิดของสารกึ่งตัวนำจากชนิดของประจุส่วนใหญ่ในชิ้นงาน โดยข้อมูลที่ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์เป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง I_{DS} กับ V_G สำหรับแต่ละค่าที่ทำการตรวจสอบ



รูปที่ 3.16 แผนภาพการออกแบบการเตรียมชิ้นงานสำหรับการวัด FET ของ (A) แกรฟีน (B) แกรฟีนที่เจือด้วยไนโตรเจน (C) फिल्मของท่อนาโนคาร์บอนกับ PMMA และ (D) รูปแบบของการตรวจวัด

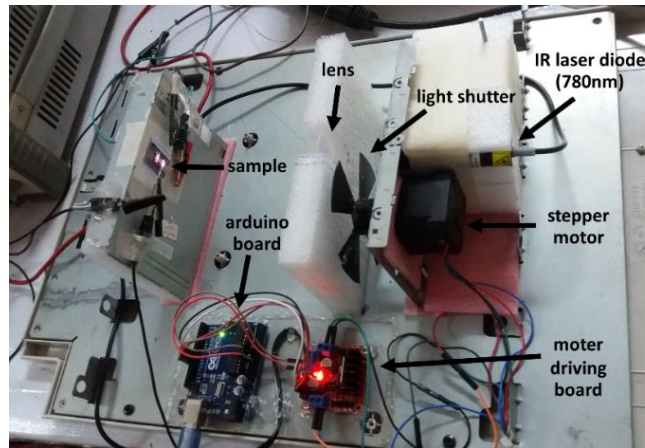
3.3.4 การตรวจวัดสมบัติและประสิทธิภาพของโฟโตดีเทคเตอร์

ขั้นตอนถัดไป นำชิ้นงานไปวัดสมบัติในการเป็นโฟโตดีเทคเตอร์ โดยการทำขั้วสองขั้วจากด้านที่เป็นแกรฟีนที่ถูกเจือด้วยไนโตรเจนและด้านที่เป็นท่อนาโนคาร์บอน เพื่อตรวจวัดและบันทึกสัญญาณทางไฟฟ้าที่ได้จากชิ้นงาน และนำไปวิเคราะห์ผลในเชิงประสิทธิภาพ (figure of merits) ที่ใช้อธิบายประสิทธิภาพของการเป็นโฟโตดีเทคเตอร์ต่อไป

ตารางที่ 4 การจำแนกกำลังของเลเซอร์ในแต่ละตำแหน่ง

ตำแหน่งในการตรวจวัด	กำลังของเลเซอร์
ด้านหน้าของหัวเลเซอร์	75 mW
หน้าและหลังเลนส์รวมแสง	68 mW
แผ่นมีช่องให้แสงผ่านขนาด 5.6 x 5.6 mm	43 mW
หลังแผ่นช่องแสงวงกลมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 mm	3.5 mW

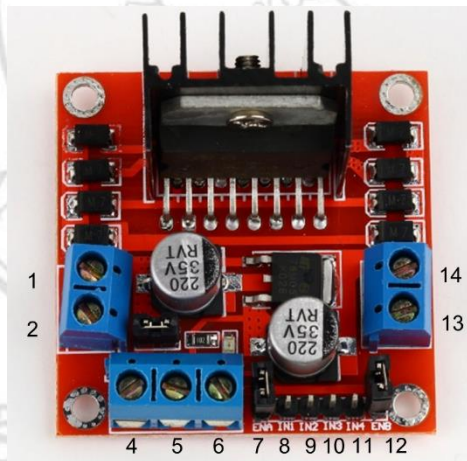
การตรวจวัดการตอบสนองต่อแสงของชิ้นงานเพื่อใช้งานเป็นโฟโตดีเทคเตอร์ ใช้หลักการในการตรวจวัดเช่นเดียวกับการวัดการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอล โดยทำการต่อวงจรตามรูปที่ 3.10 ซึ่งบริเวณตำแหน่งของชิ้นงานจะมีการดัดแปลงใส่อุปกรณ์สำหรับการปิดและเปิดการรับแสง ดังแสดงในรูปที่ 3.15 เพื่อให้ชิ้นงานสามารถรับแสงที่มากกระตุ้นได้โดยทำการดัดแปลงอุปกรณ์ปิดและเปิดการรับแสงอินฟราเรด ประกอบด้วย แหล่งกำเนิดแสงอินฟราเรดที่มาจากไดโอดเลเซอร์มีความยาวคลื่น 780 nm ที่ใช้แรงดันไฟฟ้า 6 โวลต์ ในการกระตุ้นให้เกิดเลเซอร์ที่มีกำลัง 100 mW และเลเซอร์นี้ถูกติดตั้งอยู่ห่างจากชิ้นงาน 19 เซนติเมตร แต่เมื่อฉายลำเลเซอร์ผ่านเลนส์พบว่ามีความกำลังอยู่ที่ 68 mW โดยการวัดจากเครื่องวัดกำลังแสง (Power meter, PM100 USB) จากนั้นใช้สเต็ปเปอร์มอเตอร์ (Trinamic QSH4218-35-10-027 stepper motor) ที่มีสเต็ปความละเอียดในการหมุนเท่ากับ 200 ครั้งในหนึ่งรอบ ใช้แรงดันไฟฟ้าในการขับเคลื่อนมอเตอร์ 12 โวลต์ ซึ่งมอเตอร์ทำหน้าที่ควบคุมการปิดเปิดแสงผ่านชัตเตอร์ (light shutter) ครึ่งวงกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8.5 เซนติเมตร ติดไว้ตรงแกนหมุนของมอเตอร์ เพื่อควบคุมการปิด/เปิดแสงไปยังชิ้นงาน ใช้วงจรของอาร์ดูโน้ (Arduino uno board) กับวงจรการควบคุมการหมุนของมอเตอร์ (motor driving board) หรือแผงวงจร L298N เป็นตัวสั่งการให้มอเตอร์สามารถหมุนด้วยความเร็วที่ต้องการได้ [80] ดังแสดงในรูปที่ 3.17 และมีระบบเลนส์รวมแสงความยาวโฟกัสเท่ากับ 15 เซนติเมตร มีขนาดความกว้าง 25.4 มิลลิเมตร (plano convex lens - near IR AR coating) ที่ใช้ลดขนาดของลำเลเซอร์ที่ฉายบนชิ้นงานให้เล็กลงและเป็นการเพิ่มกำลังของเลเซอร์ที่ตกบนชิ้นงาน สำหรับการตรวจวัดการตอบสนองของชิ้นงานต่อแสงอินฟราเรดจะวัดสัญญาณทางไฟฟ้าที่ออกมาจากชิ้นงานในช่วงที่มีเลเซอร์มาตกกระทบกับไม่มีแสงมาตกกระทบเทียบกับเวลา แล้วบันทึกข้อมูลในรูปแบบของค่ากระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นและลดลงในช่วงที่มีการปิดเปิดแสง ซึ่งสามารถนำไปวิเคราะห์เพื่อคำนวณค่าประสิทธิภาพของโฟโตดีเทคเตอร์



รูปที่ 3.17 ชุดอุปกรณ์สำหรับการตรวจวัดการตอบสนองต่อแสงอินฟราเรด

3.3.5 การควบคุมสเต็ปเปอร์มอเตอร์ด้วยบอร์ดควบคุมมอเตอร์ โมดูล L298N และอาร์เดรียโน

ขั้นตอนที่ 1 การเชื่อมต่อกับโมดูล L298N



รูปที่ 3.18 บอร์ด L298N ที่ใช้ในการควบคุมมอเตอร์

บอร์ดโมดูล L298N นี้สามารถใช้กับมอเตอร์ที่ต้องใช้ศักย์ 5-35 V_{DC} ทำการเชื่อมต่อหมายเลขของแต่ละจุดในโมดูลกับอุปกรณ์ต่อไปนี้ดังต่อไปนี้

1. Stepper moter A+
2. Stepper moter A-
3. 12V บั๊มเปอร์ ให้เอาบั๊มเปอร์ออกถ้าใช้ศักย์ไฟฟ้ามากกว่า 12 V_{DC} ซึ่งจะให้ศักย์ไฟฟ้าจ่ายเข้าบอร์ดเป็น 5 V

4. เชื่อมต่อสวิตช์ไฟฟ้าที่จ่ายให้กับมอเตอร์ที่ตำแหน่งนี้ (motor supply voltage) โดยมีค่าสูงสุด 35 V_{DC} ให้เอาปั๊มเปอร์ 12 V ออกถ้าสวิตช์ไฟฟ้ามีค่ามากกว่า 12 V
5. ต่อกับกราวด์ (GND)
6. ให้สวิตช์ไฟฟ้าออกมา 5V ถ้าปั๊มเปอร์ 12 V ยังอยู่เหมาะสมสำหรับจ่ายให้กับอาร์เดียโน
7. ให้คงปั๊มเปอร์ไว้ ถ้าใช้สแต็ปมอเตอร์
8. IN1
9. IN2
10. IN3
11. IN4
12. ให้คงปั๊มเปอร์ไว้ถ้าใช้สแต็ปมอเตอร์
13. Stepper motor B+
14. Stepper motor B-

ขั้นตอนที่ 2 การควบคุมสแต็ปเปอร์มอเตอร์ด้วยอาร์เดียโนและ L298N

ในการทดลองนี้เราใช้มอเตอร์ stepper motor (Trinamic QSH4218-35-10-027) ซึ่งมีสายไฟออกมา 4 เส้น มอเตอร์ตัวนี้หมุนด้วยความเร็ว 200 สเต็ปต่อรอบ เราจำเป็นต้องทราบว่าสายไฟเส้นไหนเป็น A+, A-, B+ และ B- ซึ่งสามารถทำได้โดยการใช้มัลติมิเตอร์วัดความต้านทานระหว่างสายไฟหรือดูจากคู่มือของมอเตอร์

สำหรับมอเตอร์ที่ใช้สี่สีเขี้ยว ดำ แดง น้ำเงิน ตรงกับ A+, A-, B+ และ B- ตามลำดับ ทำการเชื่อมต่อ A+, A-, B+ และ B- จากสแต็ปมอเตอร์เข้ากับโมดูล L298N ที่ตำแหน่ง 1, 2, 13 และ 14 ตามลำดับ และให้คงปั๊มเปอร์ที่ขา 7 และ 12 ไว้ จากนั้น เชื่อมต่อตัวจ่ายแรงดัน (power supply) ที่ตำแหน่ง 4 (สวิตช์เป็นบวก) และ 5 (สวิตช์เป็นลบหรือ GND) จากนั้นต่อขา IN1, IN2, IN3 และ IN4 เข้ากับขาดิจิตอล (digital pins) D8, D9, D10 และ D11 ตามลำดับ

สุดท้ายต่อตำแหน่ง GND ของอาร์เดียโนเข้ากับจุดที่ 5 ของโมดูลและตำแหน่ง 5V ของอาร์เดียโนกับจุดที่ 6 ของโมดูล เพื่อจ่ายแรงดัน 5V จากโมดูลเข้าไปในอาร์เดียโน

การควบคุมสแต็ปมอเตอร์จากสเก็ต (sketches) สามารถทำได้โดยใช้ไลบรารีสแต็ปเปอร์ (Stepper Arduino library) ที่อยู่ในอาร์เดียโน IDE (Arduino IDE)

ตัวอย่างสำหรับโปรแกรมในการสเก็ตที่ใช้ในการควบคุมสเต็ปเปอร์มอเตอร์เป็นดังนี้



```
stepper_speedControl | Arduino 1.8.2
File Edit Sketch Tools Help

stepper_speedControl
Modified 28 Oct 2010
by Tom Igoe

*/

#include <Stepper.h>

const int stepsPerRevolution = 200; // change this to fit the number of steps per revolution
// for your motor

// initialize the stepper library on pins 8 through 11:
Stepper myStepper(stepsPerRevolution, 8, 9, 10, 11);

int stepCount = 0; // number of steps the motor has taken

void setup() {
  // nothing to do inside the setup
}

void loop() {
  // read the sensor value:
  int sensorReading = analogRead(A0);
  // map it to a range from 0 to 100:
  int motorSpeed = map(sensorReading, 0, 1023, 0, 100);
  // set the motor speed:
  if (motorSpeed > 0) {
    myStepper.setSpeed(motorSpeed);
    // step 1/100 of a revolution:
    myStepper.step(stepsPerRevolution / 100);
  }
}
```

รูปที่ 3.19 โค้ดคำสั่งที่ใช้ในการควบคุมความเร็วและรูปการหมุนของสเต็ปเปอร์มอเตอร์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved