

## ساخت حسگر گازی از سیلیسیم متخلخل و بررسی حساسیت آن نسبت به گاز $O_2$

محمد اسماعیل عظیم عراقی: دانشگاه تربیت معلم  
سید محمد حسن فیض، رهبر روغنی: دانشگاه اصفهان

### چکیده

در این مقاله نمونه‌های مختلفی از سیلیسیم نوع p به روش آنودی‌سازی الکتروشیمیایی در محلول اسید فلوریدریک (HF) متخلخل شد. معلوم گردید که بسته به مقدار غلظت HF چگالی جریان آنودی سازی و زمان سونش میزان متخلخل بر روی سیلیسیم متفاوت بود. سپس یک اتصال اهمی آلومینیوم بر روی یک طرف سیلیسیم نوع p (طرف غیرمتخلخل) و یک اتصال از طلا بر روی طرف متخلخل آن ساخته شد. این نمونه‌ها به عنوان یک حسگر مورد استفاده قرار گرفت. برای مشخصه I-V نمونه‌های مختلف رسم شد. نتایج تجربی مبین آن است که مشخصه I-V کاملاً به جریان اکسیژن حساس است. به همین سبب از این خاصیت می‌توان برای ساخت حسگر گازی استفاده کرد.

### مقدمه

سیلیسیم متخلخل به روش الکتروشیمیایی با انحلال آنودی سیلیسیم در محلول اسید هیدروفلوریک (HF) به دست می‌آید. از زمان کشف آن توسط ترنر<sup>[۱]</sup> تا کنون بر روی این ماده بررسی‌های زیادی انجام شده است. به لحاظ این که این ماده خاصیت لومینسانسی قوی در دمای اتاق نشان داده شده است، آینده خوبی برای کاربرد در دستگاه‌های اپتوالکترونیک<sup>[۲]</sup> دارد. از کاربردهای دیگر سیلیسیم متخلخل، استفاده از آن در ساخت حسگرهای ریز<sup>[۳]</sup> است.

بسته به شرایط الکترولیز عموماً یک بافت متخلخل به قطرهای ۲ تا ۱۵ نانومتر و چگالی متغیر از ۲۰ تا ۸۰٪ در بستر اصلی آن به وجود می‌آید. نتایج تجربی مشخصه‌های الکتریکی لایه‌های سیلیسیم متخلخل نوع p نشان می‌دهد که رسانش این ماده شدیداً تحت تأثیر حالت‌های سطحی قرار دارد<sup>[۳]-[۶]</sup>. همچنین اندرسون و همکارانش<sup>[۷]</sup> حساسیت مشخصه I-V سیلیسیم متخلخل به رطوبت و متانل گزارش کردند. با توجه به این که در حال حاضر سطح آلودگی‌های محیطی رو به افزایش است، سیلیسیم متخلخل به عنوان یک ماده خوب و ارزان نسبت به گازهای آلاینده محیط زیست از خود حساسیت زیادی نشان می‌دهد.

واژه‌های کلیدی: آنودی سازی الکتروشیمیایی، سیلیسیم متخلخل، حسگر گازی

۱- Turner

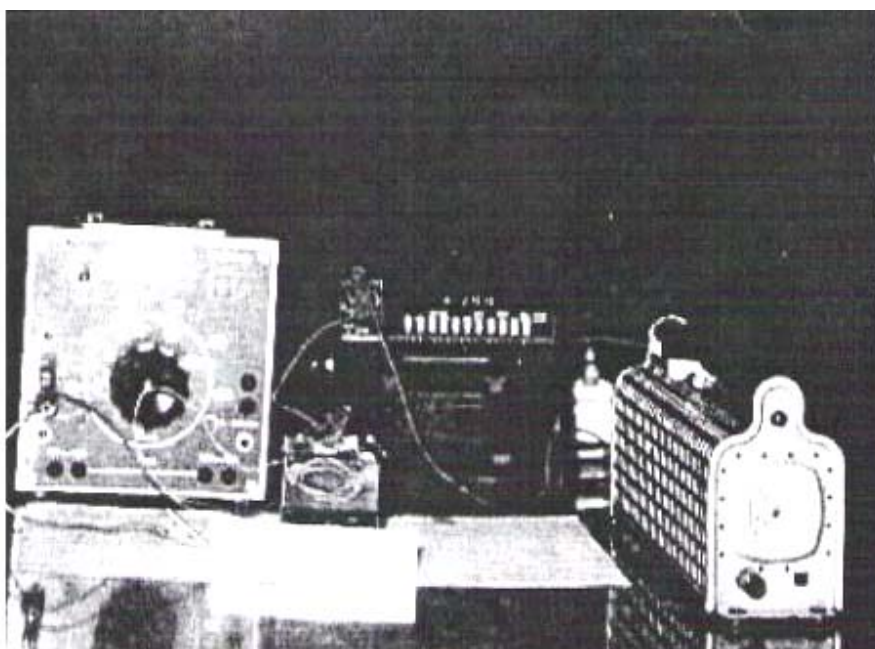
۲- Microsensors

در این مقاله ابتدا روش ساخت یک حسگر گاز اکسیژن بیان می‌شود، سپس مشخصه I-V چند نمونه طلا-سیلیسیم متخلخل نوع p- آلومینیوم را که در آزمایشگاه ساخته شده است با وجود گاز اکسیژن و بدون آن بررسی شده است.

## کار تجربی

### روش ساخت سیلیسیم متخلخل

یک اتصال اهمی آلومینیوم به عنوان الکتروود بر روی یک طرف پولک بزرگ سیلیسیم نوع p به ابعاد  $10 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}$  به روش تیخیر در خلأ و در فشار  $25 \times 10^{-4} \text{ mbar}$  نشانده شد. سپس پولک مذکور با الماس مخصوص به قطعات کوچکتر  $1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$  برش داده شد. پولک‌های اخیر با اعمال چگالی جریان  $10 \text{ mA/cm}^2$  تا  $20 \text{ mA/cm}^2$  با انحلال آنودی سیلیسیم در محلول الکترولیتی که از HF (۴۰٪) و اتانول (۹۶٪) و آب مقطر تشکیل شده بود، متخلخل شد. شکل ۱ مدار ایجاد سیلیسیم متخلخل را نشان می‌دهد. عوامل مؤثر در کیفیت نمونه‌ها از جمله غلظت محلول، زمان واکنش و چگالی جریان اعمال شده که در تهیه ده نمونه سیلیسیم متخلخل به کار رفته در جدول ۱ ارائه شده است.



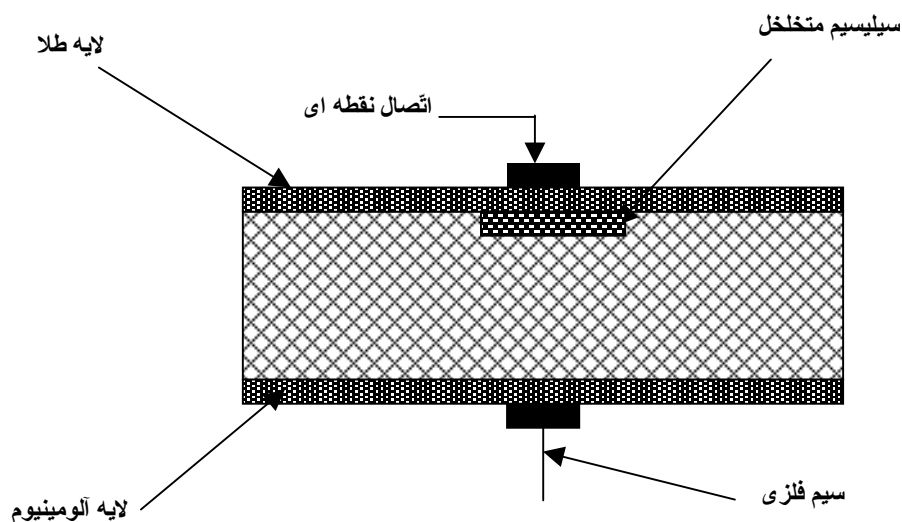
شکل ۱- مدار مربوط به سونش الکتروشیمیایی سیلیسیم

جدول ۱-

| شماره نمونه | نوع ناخالصی | غلظت محلول<br>$HF : C_2H_5OH : H_2O$ | مساحت مورد هدف اسید | زمان انجام واکنش (ثانیه) | چگالی جریان<br>( $mA/cm^2$ ) |
|-------------|-------------|--------------------------------------|---------------------|--------------------------|------------------------------|
| ۱           | P           | ۱:۱:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۱۸۰۰                     | ۱۰                           |
| ۲           | P           | ۲:۲:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۱۸۰۰                     | ۱۰                           |
| ۳           | P           | ۲:۲:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۱۸۰۰                     | ۲۰                           |
| ۴           | P           | ۱:۱:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۲۷۰۰                     | ۱۰                           |
| ۵           | P           | ۱:۳:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۱۸۰۰                     | ۱۰                           |
| ۶           | P           | ۱:۲:۲                                | $1\text{Cm}^2$      | ۲۷۰۰                     | ۱۰                           |
| ۷           | P           | ۲:۲:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۲۷۰۰                     | ۲۰                           |
| ۸           | P           | ۱:۱:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۲۷۰۰                     | ۲۰                           |
| ۹           | P           | ۲:۲:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۱۸۰۰                     | ۱۰                           |
| ۱۰          | P           | ۰:۴:۱                                | $1\text{Cm}^2$      | ۱۸۰۰                     | ۱۰                           |

## ساخت اتصال طلا- سیلیسیم متخلخل

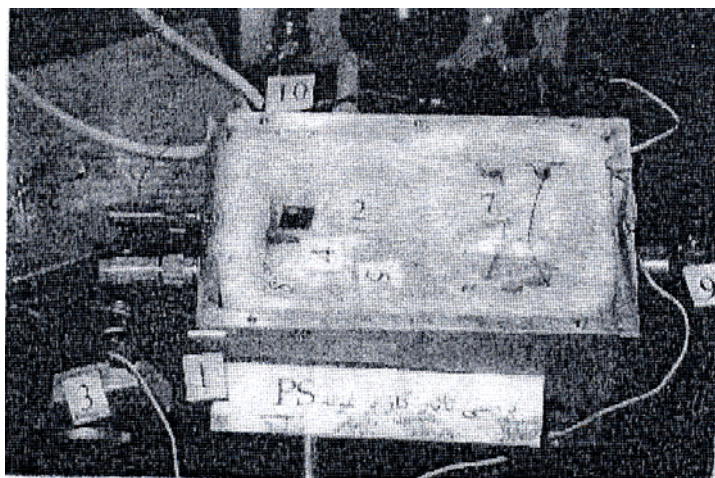
یک لایه نازک طلا به مساحت تقریبی  $1\text{Cm}^2$  به روش تبخیر در خلأ در فشار  $25 \times 10^{-4}$  mbar بر روی سطح سیلیسیم را فراهم می‌کند. سپس دو سیم مسی به قطر  $3/$  میلی‌متر به دو طرف نمونه ساخته شده با استفاده از چسب نقره چسبانده شد. به این ترتیب حسگر گازی ساخته و تکمیل شد. در شکل ۲ تصویر یک نمونه ساخته شده آمده است.



شکل ۲- نمونه سیلیسیم متخلخل آماده برای قرار دادن در مدار

دستگاه آزمون گاز  $O_2$ 

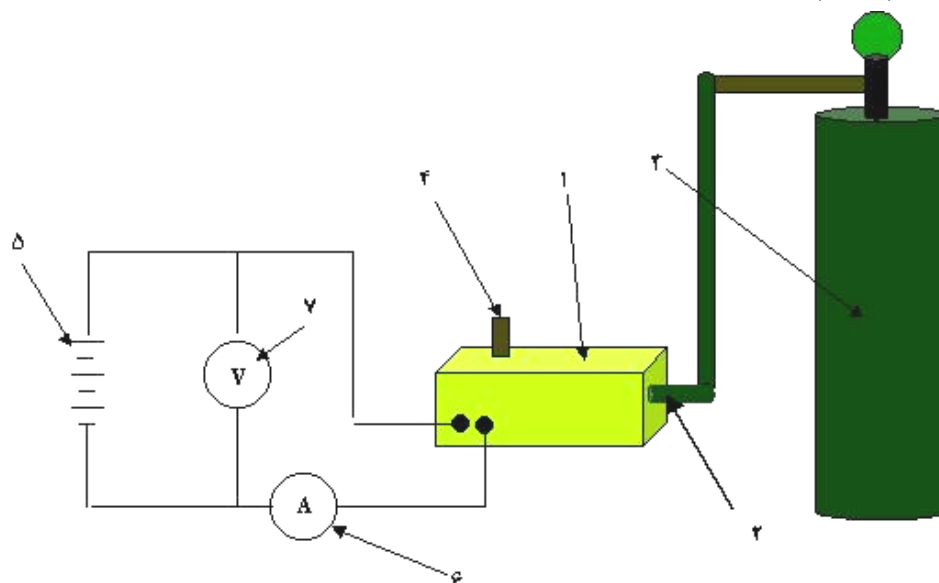
شکل ۳ دستگاهی را نشان می‌دهد که در آزمایشگاه برای بررسی حساسیت حسگر نسبت به گاز  $O_2$  به کار گرفته شده است.



شکل ۳- نمای داخل سلول گاز ۱- سلول ۲- نمونه سیلیسیم متخلخل ۳- ترموستات ۴- قسمت حساس ترموستات ۵- مقوای نسوز ۶- گرمکن برقی ۷- فیش‌های رابط گرمکن برقی ۸- پتوی نسوز ۹- ورودی گاز

#### رسم منحنی ولتاژ- جریان (I-V)

مشخصه الکتریکی در اطاقک تاریک دستگاه آزمون که از آلومینیوم با ابعاد  $20\text{cm} \times 10\text{cm} \times 10\text{cm}$  ساخته شده بود انجام شد. مقادیر I و V توسط مدار شکل ۴ در محیط معمولی و در تاریکی در دمای  $50^\circ\text{C}$  و در همین دما در محیط گاز اکسیژن برای نمونه‌های مختلف اندازه‌گیری شد. در این مدار از یک منبع تغذیه مستقیم ۲۵ ولتی، یک الکترومتر دیجیتال برای اندازه‌گیری جریان استفاده شد. قطب مثبت منبع تغذیه به الکتروود طلائی (سطح متخلخل) و قطب منفی آن به الکتروود آلومینیومی متصل شد. جریان به کار رفته در گستره  $0/1$  تا  $200$  میلی آمپر بود (شکل ۴).

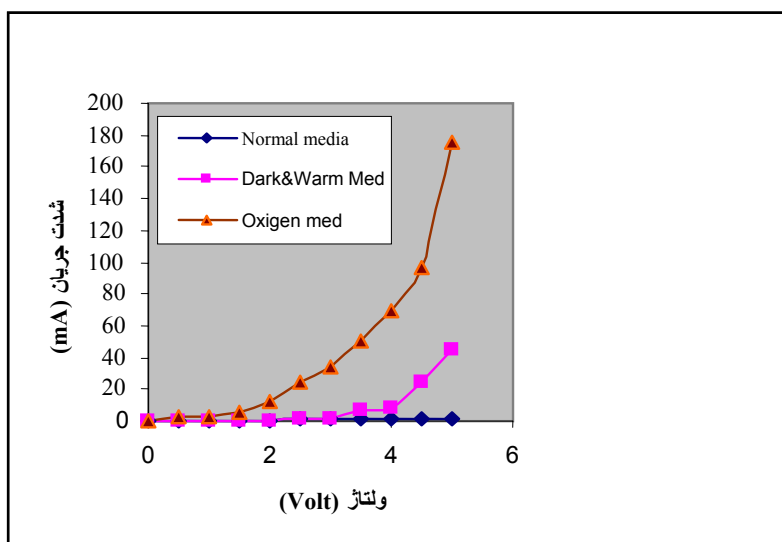


شکل ۴- مدار آزمایش بررسی اثر گاز بر روی نمونه‌های متخلخل ۱- سلول گاز ۲- ورودی گاز به سلول ۳- کپسول گاز اکسیژن ۴- خروجی گاز ۵- منبع تغذیه ۶- ولت سنج ۷- آمپر سنج

## بحث و تحلیل نتایج تجربی

### مشخصه I-V نمونه‌ها

مشخصه I-V نمونه شماره ۱۰، در هوا و در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  و در محیط تاریک در حضور گاز اکسیژن در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  در شکل ۵ آمده است.



شکل ۵- نمودار مشخصه ولتاژ جریان برای نمونه ۱۰ (رک. جدول ۱)، در این جا مشاهده می‌کنیم که تأثیر گاز بر روی این نمونه بسیار زیاد بوده و جریان به طور محسوسی افزایش یافته است

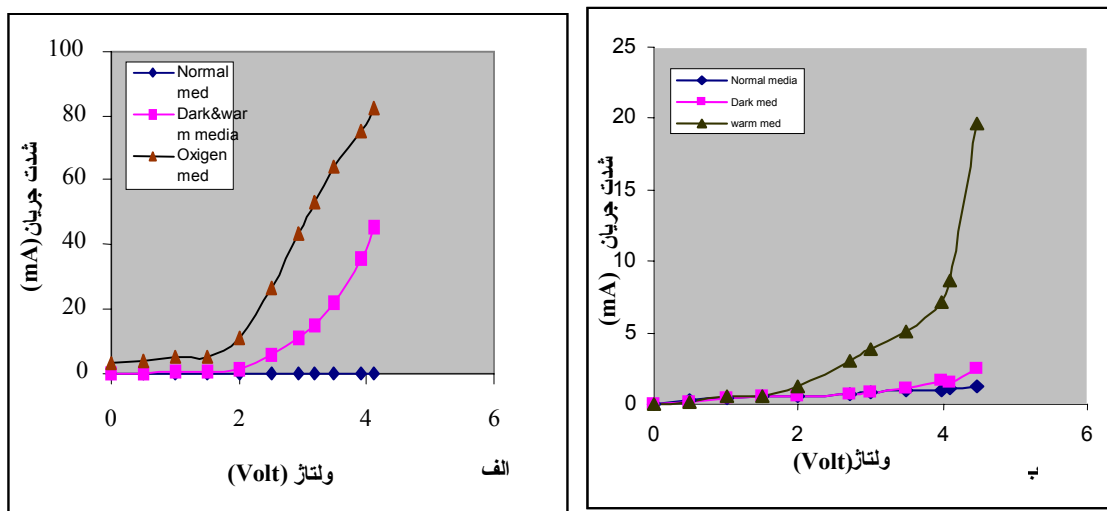
مشاهده گردید که در پیش ولت مستقیم ۵ ولت تغییرات جریان در غیاب گاز اکسیژن و در حضور گاز اکسیژن حدود ۴ برابر بود. این نتایج با نتایجی که استیونارد<sup>۱</sup> و درسمس<sup>۲</sup> به دست آوردند، مطابقت داشت [۴].

### اثر زمان آنودی سازی

از مقایسه مشخصه I-V برای دو نمونه ۱ و ۴ که در آن دو غلظت محلول الکترولیت یکسان است و فقط زمان آنودی سازی در نمونه ۱، ۱۸۰۰ ثانیه و در نمونه ۴، ۲۷۰۰ ثانیه (طبق جدول ۱) است. می‌توان گفت که افزایش زمان آنودی سازی باعث افت شدت جریان در نمونه و در نتیجه کاهش حساسیت نمونه نسبت به گاز اکسیژن شده است. به نظر می‌رسد که افزایش بیش از حد زمان سونش باعث تخریب قسمتی از دیواره‌های ساختار ستونی سطح متخلخل شده و در نتیجه جذب کمتر گاز اکسیژن، باعث کاهش جریان می‌شود.

۱-Stiavnard

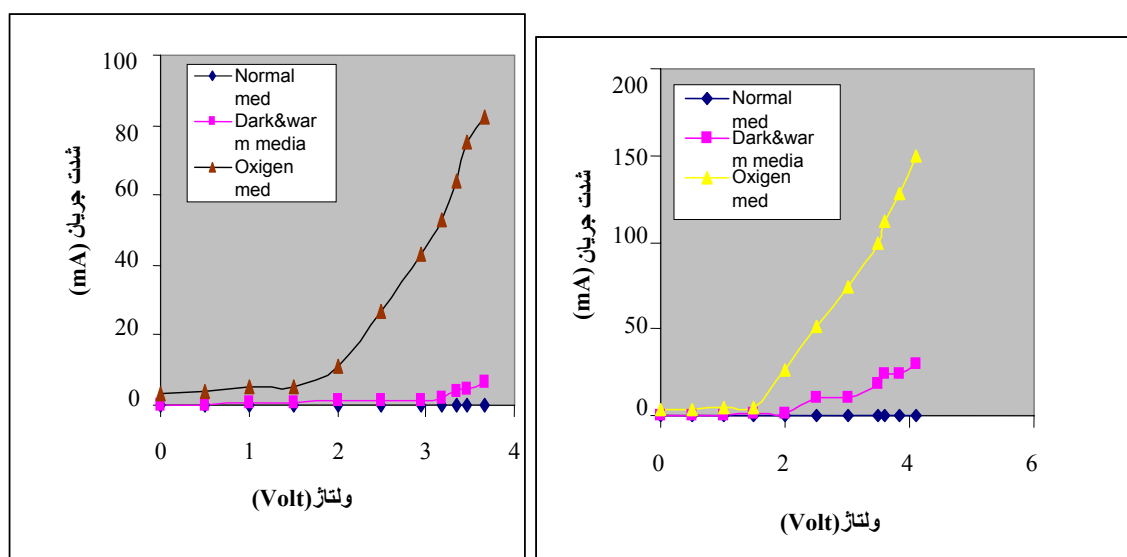
۲-Dresmes



شکل ۶- مقایسه اثر زمان آنودی سازی در نمونه ۱ (الف) و ۴ (ب)

#### اثر چگالی جریان الکتریکی سونش الکتروشیمیایی

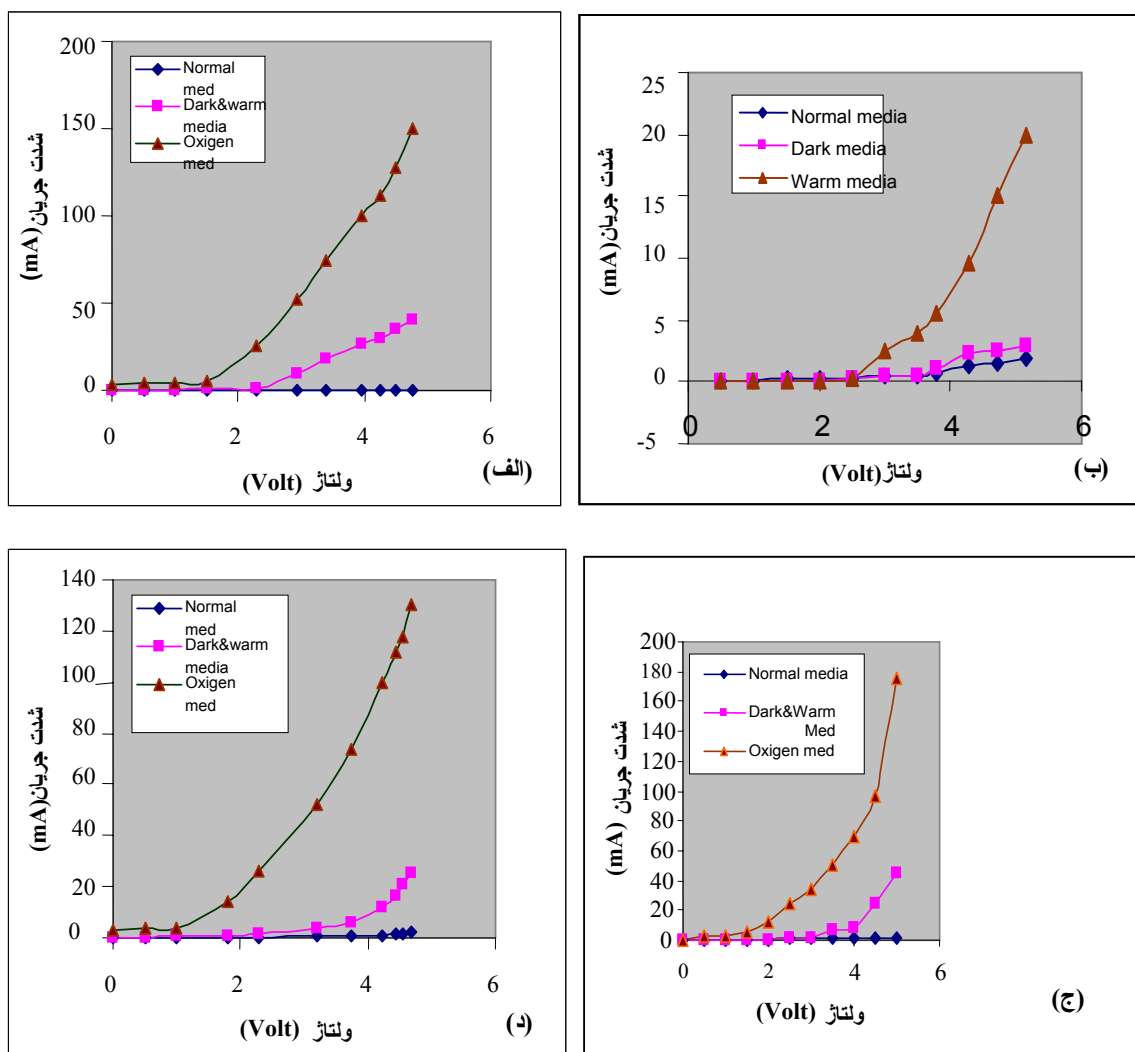
با مراجعه به جدول ۱ و مشخصه I-V دو نمونه ۲ و ۳ که در آن غلظت محلول الکتروولیت و زمان سونش الکتروشیمیایی یکسان است اما چگالی جریان در نمونه ۲ نصف چگالی جریان در نمونه ۳ است می توان دریافت که افزایش چگالی جریان سونش باعث افت شدت جریان الکتریکی در حضور گاز اکسیژن می شود. شاید افزایش چگالی جریان باعث از بین رفتن دیواره های سطح متخلخل شده و منجر به جذب کمتر اکسیژن و در نتیجه کاهش هدایت الکتریکی شود.



شکل ۷- مقایسه دو نمونه و بررسی اثر چگالی جریان

### اثر غلظت

منظور از غلظت ، درصد نسبت های ترکیبی اسید و الکل و آب برای تهیه محلول الکترولیت است. با مراجعه به جدول ۱ مشهود است برای نمونه های ۱ و ۲ و ۵ و ۱۰ در شرایط یکسانی از مدت زمان آنودیازاسیون  $t = 1800s$  و چگالی جریان  $J = 10 \text{ mA/cm}^2$  و مساحت هدف اسید  $A = 1 \text{ cm}^2$  تهیه شده اند و تنها غلظت های محلول الکترولیت آن ها با هم متفاوت است. با مقایسه مشخصه  $I-V$  آن ها در محیط اکسیژن در می یابیم که افزایش غلظت کاتالیزور (آب و الکل) در محلول الکترولیت باعث می شود که تخلخل در نمونه سیلیسیم افزایش یابد و در نتیجه با جذب گاز اکسیژن هدایت الکتریکی بالا رود.



شکل ۸- مقایسه نمونه های ۱ (الف) و ۲ (ب) و ۵ (ج) و ۱۰ (د) و بررسی اثر غلظت محلول الکترولیت بر روی آن ها

احتمال موجود این است که یک واکنش شیمیایی بین پیوندهای آویزان [۸] مولکول‌های جذب شده در داخل حفره‌ها به وقوع می‌پیوندد بر طبق این احتمال مولکول‌هایی که جذب سطحی شده وقتی که اکسیده می‌شوند، یک اثر اصلاحی در پیوندهای آویزان به وجود می‌آورند که رسانش را افزایش می‌دهد [۴].

### نتیجه گیری و پیشنهاد

نمونه‌های مختلف سیلیسیم متخلخل در شرایط مختلف ترکیبی ساخته شد. رفتار الکتریکی آن‌ها در محیط عادی و در حضور گاز اکسیژن مورد بررسی قرار گرفت. نمونه‌ها نسبت به گاز اکسیژن از خود حساسیت زیادی نشان دادند و همان طور که توسط درسمس و همکارانش [۴] بیان شده است، طبیعت سطح متخلخل در سیلیسیم باعث افزایش حساسیت حسگر نسبت به گاز اکسیژن است. این نوع حسگر مزیت فراوانی دارد که از آن جمله می‌توان سادگی ساخت و ارزانی آن را مورد توجه قرار داد.

در خاتمه پیشنهاد می‌شود رفتار الکتریکی این نمونه‌ها برای گازهای دیگر نظیر هلیوم، فلونور، نیتروژن، اکسید نیتروژن، هیدروژن، آمونیاک و ... بررسی شود. همچنین اثر رطوبت که بر روی تغییر جریان الکتریکی بررسی شود.

### منابع

1. D. R. Turner, J. Electrochem. Soc 105 (1958) 402.
2. L. T. Canham. App. Phys Lett. 57 (1990) 1046-1048.
3. R. C. Anderson. R. S. Muller and C. W. Tobias. J. Electrochem. Soc. 138 (1991) 3406.
4. D. Stievnard and Dresmes Appl. Phys. Lett. 63 (1993) 180.
6. C. Cadet, D. Dresmes, D. Vuillaume and D. Stievnard, , Appl. Phys. Lett. 64 (1994) 2
7. R. C. Anderson, R. S. Muller C.W. Tobias, Sensors Actuators, A21-23 (1990) 835