ภาคผนวก

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Chiang Mai University

ภาคผนวก ก.

รายละเอียดการเลี้ยวแบนรังสีเอกซ์ของ MoO_3 จาก Powder diffraction file[23]

Card No. 5-0508

MoO_3 : Molybdenum(VI) Oxide

d	3.26	3.81	3.46	6.93
I/I_0	100	82	61	34

Rad. Cu K_{α_1} λ= 1.5405 **Filter** Ni

Dia Cutoff Coll.

I/I_1 Diffractrometer d corr. Abs.

Ref. Swanson and Fuyat NBS Circular 539 Vol. III (1953)

Sys. Orthorhombic

Lattice parameter: a = 3.962 b = 13.858 c = 3.697 A.286 C.267

α β γ Z4

εa $n\omega\beta$ $\varepsilon\gamma$ Sign

2V D_x 4.709 mp Color

Ref.

Sample From Merck Chem. Company Spect. Anal.

< 0.1% Al, Co, Mn, Si < 0.01% Fe; < 0.001% Cu, Mg

< 0.0001% Ca

x-ray pattern At 26 °C

Replace 1-0706

รายละเอียดการเลี้ยวแบนรังสีเอกซ์ของ MoO_3 จาก Powder diffraction file (ต่อ)

d (A)	I/Io	hkl
6.930	34	020
3.810	82	110
3.463	61	040
3.260	100	021
3.006	13	130
2.702	19	101
2.655	35	111
2.607	6	140
2.527	12	041
2.332	12	131
1.996	4	160
1.982	13	200
1.960	17	061
1.849	21	002
1.821	11	230
1.771	5	170

d (A)	I/Io	hkl
1.756	5	161
1.733	17	080
1.693	8	221
1.663	13	112
1.631	13	042
1.597	15	171
1.587	6	180
1.569	16	081
1.504	5	260
1.477	10	251
1.443	10	062
1.435	12	190
1.400	5	270
1.386	5	0.10.0
1.352	6	202

ภาคผนวก ข.

หัววัดก๊าซ Figaro TGS 822

หัววัดก๊าซ Figaro TGS 822 เป็นของบริษัท Figaro Inc. มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ ผ2.1 เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดความเข้มข้นของก๊าซในการทดลองทดสอบสมบัติการตรวจวัดก๊าซของวิสเกอร์ MoO_3

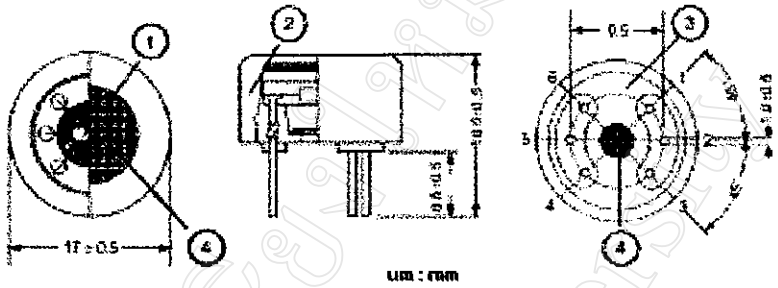
หัววัดก๊าซ Figaro TGS 822 [6,26] ใช้ฟิล์มหนา Pd doped-SnO_2 เป็นตัวตรวจวัดซึ่งมีสภาพต้านทานไฟฟ้าสูงเมื่ออยู่ในอากาศบริสุทธิ์แต่จะมีสภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำเมื่ออยู่ในอากาศที่มีส่วนผสมของไอของสารอินทรีย์และก๊าซที่เกิดจากการเผาไหม้เช่น เอทิล แอลกอฮอล์ อะซีโตน เฮกเซน เบนซิน ก๊าซมีเทน และ ก๊าซคาร์บอนมอนนอกไซด์ ซึ่งเป็นเป้าหมายในการตรวจวัด

รูปที่ ผ2.1 หัววัดก๊าซ Figaro TGS 822

ส่วนประกอบของหัววัด

หัววัดก๊าซ Figaro TGS 822 ประกอบด้วยตัวตรวจวัดที่เป็นฟิล์มหนา Pd doped-SnO_2 ที่เตรียมโดยวิธี Sputtering ลงบนแผ่นอลูมินาโดยใช้ขั้วไฟฟ้าแบบ Pt- IDC structure ซึ่งอยู่ในฝาครอบทรงกระบอกที่ทำจาก Nylon 66 สีส้มดังรูปที่ ผ2.1 ที่บริเวณด้านบนและด้านล่างของฝาครอบจะเจาะรูสำหรับให้ก๊าซเข้าและออกจากฝาครอบ ที่บริเวณรูมีตาข่าย 100 mesh SUS 316 double gauze ซึ่งปิดปากรูดังรูปที่ ผ2.2 เพื่อปรับปริมาณของอากาศที่เข้าและออกจากหัววัดและกั้นอากาศที่ร้อนบริเวณเหนือตัวตรวจวัดไม่ให้ออกจากหัววัดซึ่งจะช่วยให้ความดันอากาศภายในฝาครอบสูงและผลักดันให้อากาศและโมเลกุลของก๊าซตกกระทบบริเวณผิวหน้าของหัววัดและทำปฏิกิริยากับหัววัดได้มาก

ขึ้นทำให้ได้ค่าสภาพไวที่สูง ที่บริเวณด้านล่างจะมีขา 6 ขาสำหรับนำกระแสไฟฟ้าเข้าสู่หัววัด และนำกระแสเข้าสู่ Heater ที่อยู่ด้านล่างของตัวตรวจวัด

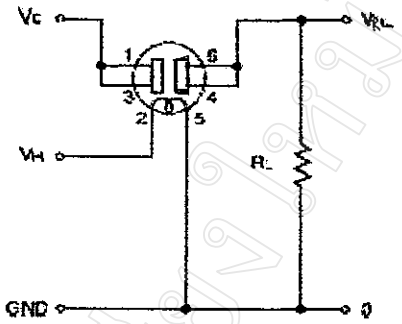


รูปที่ ผ2.2 แสดงส่วนประกอบของหัววัดก๊าซ Figaro TGS 822

1. ตัวตรวจวัดทำจากฟิล์มหนา Pd doped – SnO_2 2. ฝาครอบทำจาก Nylon 66
3. ส่วนฐานทำจาก Nylon 66
4. ตาข่าย 100 mesh SUS 316 double gauze

การต่อวงจรไฟฟ้ากับหัววัด

วงจรไฟฟ้าที่ใช้กับหัววัดดังรูปที่ ผ2.3 ประกอบด้วยไฟเลี้ยงวงจร (Circuit voltage:V_C) ที่ต่อเข้าที่ขาที่ 1 และ 3 เป็นไฟฟ้ากระแสตรงที่มีแรงดันไฟฟ้า 10 V ไฟเลี้ยง heater(Heater voltage: V_H) ที่ต่อเข้าที่ขาที่ 2 เป็นไฟฟ้ากระแสตรงที่มีแรงดันไฟฟ้า 5 V มีการต่อตัวต้านทานไฟฟ้า R_L ขนาด 10 kΩ อนุกรมกับตัวตรวจวัด และวัดความต่างศักย์ตกคร่อมตัวต้านทานไฟฟ้า R_L ซึ่งจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความต้านทานไฟฟ้าของหัววัดลดลง เพื่อนำไปคำนวณค่าความต้านทานของหัววัด สภาพไว และ ความเข้มข้นของก๊าซ



รูปที่ ผ2.3 แสดงการต่อวงจรไฟฟ้ากับหัววัดก๊าซ Figaro TGS 822

การคำนวณความเข้มข้นของก๊าซ

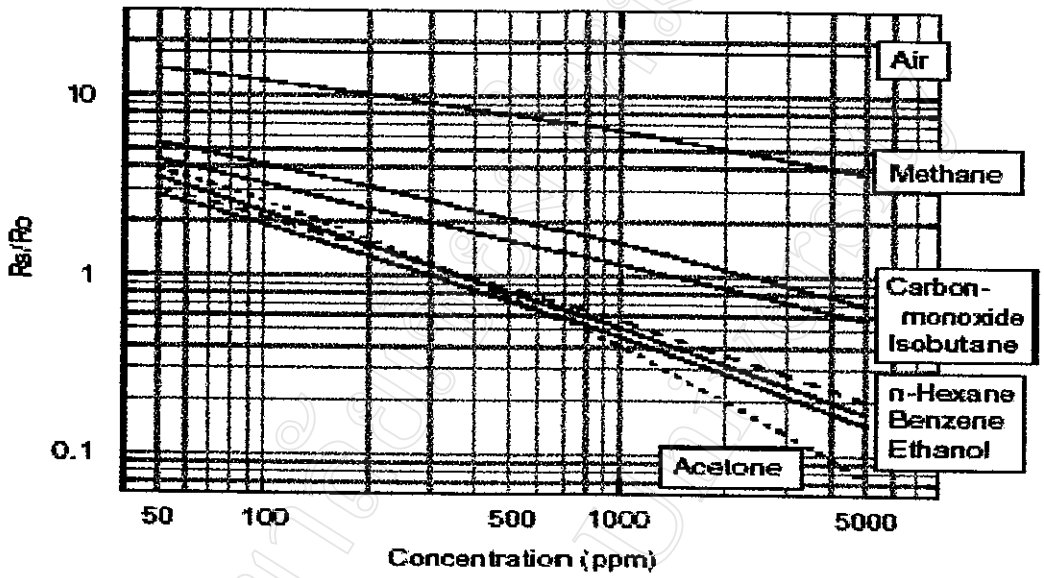
การคำนวณความเข้มข้นของก๊าซเริ่มต้นจากการคำนวณค่าความต้านทานไฟฟ้าของหัววัดจากความต่างศักย์ตกคร่อม R_L (V_{R_L}) โดยใช้สมการ

$$R_s = R_L\left(\left(\frac{V_C}{V_{R_L}}\right) - 1\right) \qquad \text{(ผ2.1)}$$

จากนั้นนำความต้านทานไฟฟ้าของตัวตรวจวัดไปคำนวณค่าสภาพไว(S) โดยนิยามว่าเป็นอัตราส่วนระหว่างความต้านทานไฟฟ้าของตัวตรวจวัดเมื่อได้รับก๊าซต่อความต้านทานไฟฟ้าของตัวตรวจวัดก่อนได้รับก๊าซ ดังสมการซึ่งจากนิยามดังกล่าวทำให้ สภาพไวมีค่าน้อยกว่า 1 เมื่อได้รับก๊าซ (ซึ่งแตกต่างจากงานวิจัยอื่นๆ ที่มักนิยามให้สภาพไวมีค่ามากกว่า 1 เสมอ[1,4-6,11])

$$S = \frac{R_s}{R_0} \qquad \text{(ผ2.2)}$$

แล้วอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างสภาพไวกับความเข้มข้นของก๊าซดังรูปที่ ผ2.4 แปรค่าจากสภาพไวเป็นความเข้มข้นของก๊าซ



รูปที่ ผ2.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพไวกับความเข้มข้นของก๊าซของหัววัดก๊าซ Figaro TGS 822

ภาคผนวก ค.

โปรแกรมคอมพิวเตอร์ควบคุมการวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าและความเข้มข้นของก๊าซ

โปรแกรม VEE Pro Version 6.0 เป็นโปรแกรมที่ใช้ในการควบคุมสั่งการเครื่องมือวัดผ่านทางพอร์ตขนานเช่นการอ่านค่ากระแสไฟฟ้า หรือความต่างศักย์ไฟฟ้าจาก Digital multimeter การตั้งอัตราการเก็บค่า (sampling rate) การบันทึกผล และ การประมวลผลได้ ลักษณะของโปรแกรมดังแสดงในรูปที่ ผ3.1 ซึ่งจะมีลักษณะเป็นกล่องควบคุม ที่เชื่อมต่อด้วยสายนำข้อมูลเพื่อส่งต่อข้อมูลระหว่างกล่องควบคุมเพื่อนำไปคำนวณหรือแสดงผล ชนิดของกล่องควบคุมแบ่งได้นี้

1.กล่องควบคุมที่ใช้ในการสื่อสารกับเครื่องมือวัดโดยตรง

กล่องควบคุมชนิดนี้จะมีการระบุ address ของพอร์ตขนานที่เชื่อมต่อกับเครื่องมือซึ่งการตั้งค่า address ต้องตั้งค่าที่เครื่องมือวัด

ภายในกล่องควบคุมชนิดนี้จะมีช่องสำหรับใส่คำสั่งที่ใช้ควบคุมเครื่องมือเช่นคำสั่ง read เป็นคำสั่งที่ใช้ในการอ่านค่าข้อมูลจากเครื่องมือวัด คำสั่ง wait interval ใช้ในการตั้งค่า sampling rate

ในโปรแกรมที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แก่กล่องหมายเลข 26 และ 28 ดังรูปที่ ผ3.1กล่องหมายเลข 26 จะมีหน้าที่ควบคุมการอ่านค่าความต่างศักย์ที่ตกคร่อมความต้านทาน 10 kΩ ที่ต่อเข้ากับหัววัด Figaro TGS 822 จาก digital multimeter Kiethley 196 ที่สื่อสารกับคอมพิวเตอร์โดยผ่าน address No. 716 และกล่องหมายเลข 28 ที่ควบคุมการอ่านค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านหัววัดวิสเกอร์ MoO_3 จาก pico-ameter Kiethley 485 ที่สื่อสารกับคอมพิวเตอร์โดยผ่าน address No. 722 เป็นต้น

2. กล่องควบคุมการเก็บข้อมูลแบบครบวงรอบ (looping control)

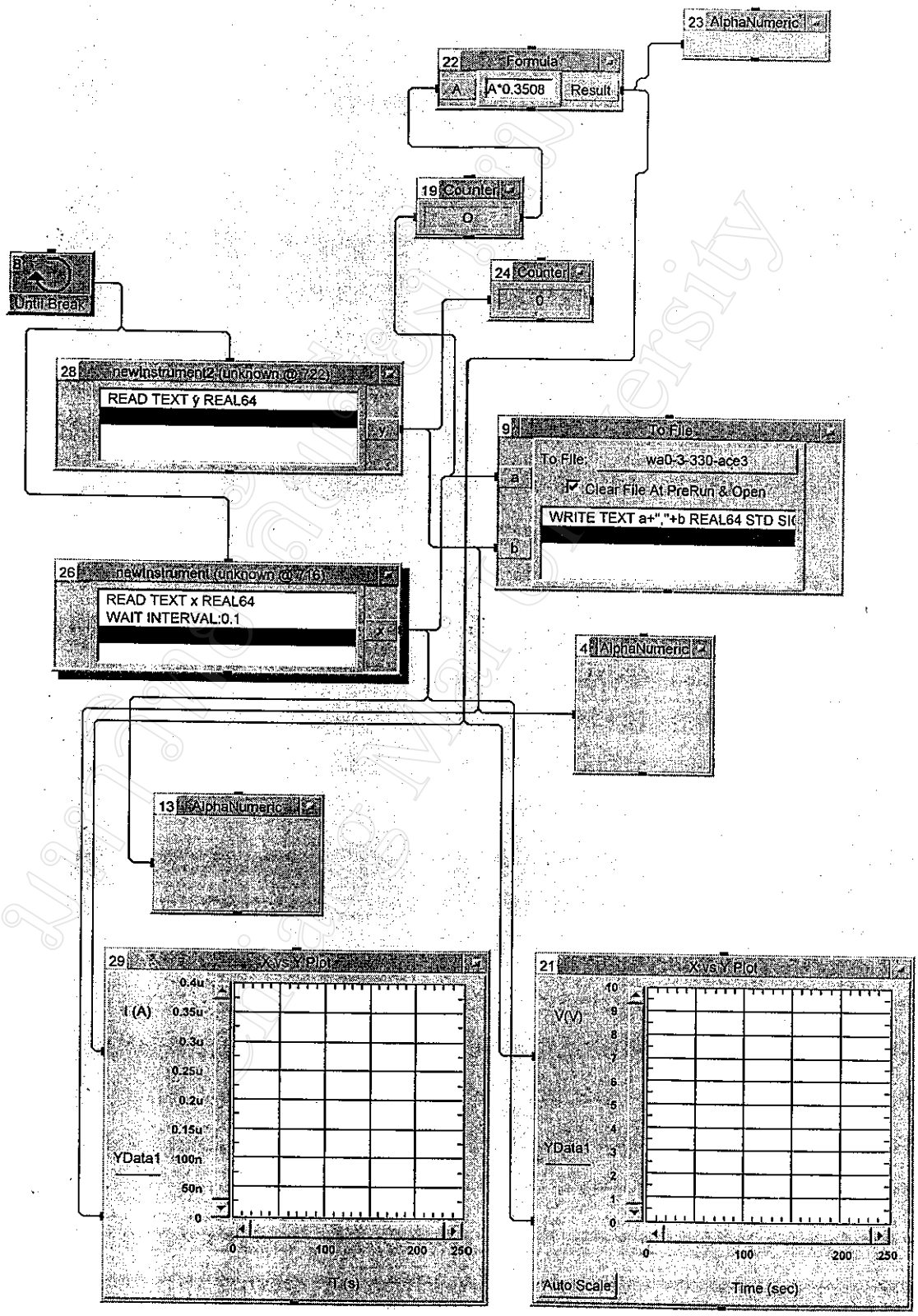
ได้แก่กล่องหมายเลข 8 เป็นกล่องข้อมูลที่สังการให้มีการเก็บข้อมูลไปเรื่อยๆ จนกว่าจะสั่งให้หยุดการทำงาน

3. กล่องควบคุมประเภทแสดงผล

กล่องควบคุมประเภทแสดงผลจะเชื่อต่อกับกล่องควบคุมที่ใช้ในการสื่อสารกับเครื่องมือวัดหรือกล่องคำนวณมี 3 แบบดังนี้

3.1 Alpha numeric ใช้ในการแสดงผลข้อมูลออกมาเป็นตัวเลขได้แก่กล่องหมายเลข 4 ,13 และ 23

3.2 Counter ใช้นับจำนวนข้อมูลที่เก็บได้ได้แก่กล่องหมายเลข 19 และ 24



รูปที่ ผ3.1 โปรแกรมคอมพิวเตอร์ควบคุมการวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าและความเข้มข้นของก๊าซ

3.3 X vs Y Plot ใช้ในการแสดงผลออกมาในรูปของกราฟโดยจะรับค่าข้อมูลจากกล่องควบคุมอื่น 2 ข้อมูลมาใช้เป็นข้อมูลแกน x และข้อมูลในแกน Y ได้แก่กล่องหมายเลข 21 และ 29 ดังรูปที่ ผ3.1

4. กล่องคำนวณ

กล่องคำนวณใช้ในการคำนวณข้อมูลเชิงพีชคณิตโดยการใส่สูตรและ operator ลงไป ในโปรแกรมนี้ได้แก่กล่องหมายเลข 22

5. กล่องบันทึกข้อมูลลงบนแผ่นดิสก์

ใช้สำหรับบันทึกค่าของข้อมูลที่ได้จากการวัด หรือการคำนวณลงบนแผ่น disk ในรูป Text file โดยที่จะมีช่องสำหรับตั้งชื่อไฟล์ที่จะใช้เก็บข้อมูลที่ได้จากการวัด ได้แก่กล่องหมายเลข 9 และใช้คำสั่ง write ในการบันทึกข้อมูลลงแผ่นดิสก์

ปัญหาที่มักจะพบเมื่อใช้โปรแกรม VEE Pro Version 6.0 คือเมื่อพื้นที่ว่างบนแผ่นดิสก์เหลือน้อยอัตราการเก็บข้อมูลจะไม่เป็นไปตามค่าที่ตั้งไว้ในกล่องควบคุมทำให้ค่าของเวลาที่วัดได้ไม่ตรงกับความเป็นจริง วิธีการแก้ไขคือต้องตรวจสอบอัตราการเก็บข้อมูลก่อนใช้งานทุกครั้งโดยการนับจำนวนข้อมูลที่เก็บได้ต่อนาทีเพื่อหาค่าอัตราการเก็บข้อมูลที่แท้จริง แล้วทำการแก้ไขโดยการนำจำนวนจุดที่เก็บได้คูณกับอัตราการเก็บข้อมูลที่แท้จริงทำให้วัดเวลาได้ถูกต้อง

ภาคผนวก ง.
ผลงานวิชาการที่ตีพิมพ์ในประเทศ

ผลงานวิชาการที่นำเสนอในงานประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 28 (วทท. 28) 24 – 26 ตุลาคม 2545 ณ ศูนย์การประชุมแห่งชาติ
สิริกิติ์ กรุงเทพฯ

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University

การเตรียมวิสเกอร์ MoO_3 เพื่อใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจจับก๊าซ

PREPARATION OF MoO_3 WHISKERS FOR GAS SENSOR

ปิยะนพ ทรัพย์เจริญ*, นิกร มังกรทอง, ผ่องศรี มังกรทอง, สุภาพ ชูพันธ์, ศรชัย ธนันชัย และ สุวิทย์ วงศ์ศิลา[1]

Piyanop Subjareon*, Nikorn Mangkorntong, Pongsri Mangkorntong, Supab Choopun, Sornchai Thananchai, Suwit Wongsila[1]

Department of Physics, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand;
[1]Institute for Science and Technology Research and Development, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand;

e-mail address : app_cmu@yahoo.com

บทคัดย่อ : วิสเกอร์ MoO_3 เป็นผลึกเชิงเดี่ยวขนาดเล็กที่แบนและไม่มีสี ใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซได้เนื่องจากวิสเกอร์ MoO_3 มีการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานไฟฟ้าเมื่อได้รับก๊าซ ความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงไปขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของก๊าซ การเตรียมวิสเกอร์ MoO_3 ใช้วิธี growth from vapor phase reaction โดยการอบผง MoO_3 จนกลายเป็นไอในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนที่ความดันบรรยากาศ แล้วควบแน่นเป็นวิสเกอร์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ orthorhombic มี lattice parameter $a = 3.973$ Å, $b = 13.884$ Å และ $c = 3.688$ Å และมี prefer orientation ในทิศทางของระนาบ (0k0) และมี energy band gap (E_g) = 3.0 eV นำวิสเกอร์ไปทำขั้วไฟฟ้าด้วย silver plate เมื่อจ่ายไฟกระแสตรง I-3 V ให้กับวิสเกอร์แล้วสังเกตการเปลี่ยนแปลงของกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านวิสเกอร์ขณะได้รับก๊าซที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ พบว่าที่อุณหภูมิ 440°C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่จะใช้ในการตรวจจับไอของอะซีโตนและไอของแอลกอฮอล์เนื่องจากวิสเกอร์มีอัตราการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานไฟฟ้าสัมพัทธ์สูงสุดประมาณ 10% ต่อไอของแอลกอฮอล์และไอของอะซีโตนที่มีความเข้มข้น 800 ppm โดยใช้เวลาตอบสนองประมาณ 5 และ 60 วินาทีตามลำดับ

Abstract : MoO_3 whisker is a very small single crystal, flat and colorless. It can apply for gas sensor due to resistance changes with gas concentration. In this work MoO_3 powder was heated until evaporated in oxygen ambient pressure. Then the whiskers were formed from the vapor phase reaction, having an orthorhombic structure with prefer orientation of the (0k0). The lattice parameters were a =3.973 $\mathring{A}$, b =13.884 $\mathring{A}$ and c = 3.688 $\mathring{A}$, respectively. The energy band gap was 3.0 eV. The electrodes were attached to a whisker, employing silver plate. The current change due to the present of gas vapor such as acetone and alcohol was observed when a constant dc voltage of 1-3 volts was applied to the whisker, At the optimum temperature of 440 °C, the highest relative whisker resistance change of about 10 % was observed for alcohol and acetone vapor of about 800 ppm with the time responses of about 5 and 60 sec, respectively.

Methodology : A MoO_3 powder pellet was formed by pressing MoO_3 powder (99.9 % purity Fluka Chemical) with a hydrostatic pressure of 50 tons/inch^2. It density was 4.69 g/cm^3. MoO_3 whiskers were grown by means of vapor phase reaction inside a furnance (Lenton 3858) heated at 750 °C in an oxygen flow rate of 1 liter/min. Whiskers' structure, composition and band gap (E_g) were characterized by XRD technique, EDX method and UV- VIS spectroscopy (Jasco UV530), respectively. A whisker sensor was fabricated by attached a pair of silver plate electrodes to both sides of the thin edge of the whisker for resistive measurement. Gas sensing characteristics of the sensor due to acetone and alcohol vapor was carried out by passing dc current at a constant voltage through the whisker while it was heated in the temperature range of 100-500 °C. The concentration of gases was monitored by a Figaro gas sensor (TGS882).

Results, Discussion and Conclusion : A typical MoO_3 whisker's dimentions are 0.3–3.0 cm long, 0.01-0.2 mm wide and 10-30 micron thick, respectively. From XRD results the whiskers have an orthorhombic structure with lattice parameters a = 3.973 ∘ ,b = 13.884 ∘ , and c = 3.688 ∘ , respectively and have prefer orientation indicated by the XRD peaks of the planes (0k0), where k = 2,4,6. The energy gap obtained from the transmission spectra is 3.0 eV.The whisker sensor is sensitive to acetone and alcohlol vapor. It was observed that the optimum heating temperature for a whisker sensor was about 440 °C. At this temperature the sensor had the highest relative resistance change of about 10 % due to the present of acetone and alcohol of about 800

ppm with the response time of 5 and 60 sec, respectively. When compare its performance with a Figaro gas sensor TGS 822 (the highest relative resistance change of about 50 % with the response time of about 5 sec for both acetone and alcohol vapor), the whisker sensor has lower relative resistance change than the Figaro sensor. However the response time for sensing acetone is as fast as that of the Figaro sensor. It is expected that the whisker sensor performance could be furtherly improved. In conclusion, MoO_3 whiskers were fabricate from vapor phase reaction successfully and can be used as a gas sensor.

Reference : (1) Di Giulio, M., (1989) Phys. Stat. Sol. A **168**, 249-256.

(2) Egashira,M. ,(1989) Sensor and Actuator B **53**, 349-360.

(3) Imawan, C., Steffer, H.,(2000) Sensor and Actuator B **64**, 193-197.

(4) Figaro Engineering Inc.,(1999) TGS822 Product Information.

Keyword : gas sensor, MoO_3 whisker, acetone varpor sensor, alcohol vapor sensor

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นายปิยะนพ ทรัพย์เจริญ
วัน เดือน ปี เกิด	14 กุมภาพันธ์ 2521
ประวัติการศึกษา	สำเร็จการศึกษา ระดับประถมศึกษาจาก โรงเรียนวัดนางเล่ว จ. อ่างทอง ปีการศึกษา 2533
	สำเร็จการศึกษา ระดับมัธยมศึกษาตอนต้นจาก โรงเรียนสาธิต แห่ง มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร กรุงเทพฯ ปีการศึกษา 2536
	สำเร็จการศึกษา ระดับมัธยมศึกษาตอนปลายจากศูนย์การศึกษานอกโรงเรียน กรุงเทพฯ ปีการศึกษา 2538
	สำเร็จการศึกษาปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ จากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ปีการศึกษา 2542

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University